



Université
de Toulouse

THÈSE

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :

Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse (INSA de Toulouse)

Cotutelle internationale avec :

Présentée et soutenue par :
Feriel SAMOUDA

Le jeudi 13 décembre 2012

Titre :

Développement de la technique de Vélocimétrie par Marquage Moléculaire
pour l'étude expérimentale des micro-écoulements gazeux

ED MEGEP : Génie des procédés et de l'Environnement

Unité de recherche :

Institut Clément Ader (ICA)

Directeur(s) de Thèse :

Stéphane COLIN, Professeur à l'INSA de Toulouse
Christine BARROT, Maître de Conférences à l'INSA de Toulouse

Rapporteurs :

Irina GRAUR, Professeur à Polytech'Marseille
Jean-Christophe BATSALE, Professeur à l'ENSAM Bordeaux

Autre(s) membre(s) du jury :

Lucien BALDAS, Maître de Conférences, Titulaire de l'HDR à l'INSA de Toulouse
Gian-Luca MORINI, Professeur à l'Université de Bologne, Italie
Juergen J. BRANDNER, Dr. Ing., Titulaire de l'HDR à KIT, Allemagne
Hiroki YAMAGUCHI, Assistant Professeur à l'Université de Nagoya, Japon

Je dédicace cette thèse à la mémoire de ma douce maman, à mon papa et à ma sœur, que Dieu me les préserve.

Remerciements

Trois ans et demi après mon arrivée à l'Institut Clément Ader, me voici en train de rédiger mes remerciements de thèse. Qu'est-ce que le temps passe vite !

Trois ans c'est court certes mais le cadre dans lequel j'ai évolué pendant ces trois années : mon laboratoire d'accueil, l'ICA, ainsi que le projet dans lequel s'inscrivait la thèse, GASMEMS, suffisaient pour apprendre pleins de notions intéressantes, se créer des amitiés très enrichissantes, découvrir des endroits insolites et s'entourer de gens formidables.

Je tiens tout d'abord à remercier profondément mes directeurs de thèse Stéphane COLIN et Christine BARROT pour les qualités, tant professionnelles qu'humaines, qu'ils m'ont témoigné. Je leur suis infiniment reconnaissante pour leur confiance, le temps et la grande patience qu'ils m'ont accordée durant mes années de thèse. Les échanges et conseils que vous m'avez prodigué m'ont beaucoup aidé à progresser dans mes travaux de recherche.

Je tiens aussi à remercier Mme Irina GRAUR et M. Jean-Christophe BATSALE d'avoir accepté d'examiner mes travaux de thèse et d'en être les rapporteurs.

Je remercie sincèrement Gian Luca MORINI d'avoir accepté de présider mon jury de thèse et d'avoir fait le déplacement en avion depuis l'Italie. Votre bonne humeur et vos échanges scientifiques ont largement enrichi l'expérience GASMEMS.

Mille mercis à Juergen J. BRANDNER tout d'abord pour avoir accepté d'être membre de mon jury de thèse ; mais également pour m'avoir chaleureusement accueilli lors de mon séjour à Karlsruhe. Je vous suis reconnaissante pour les précieuses notions scientifiques qui m'ont été prodiguées, vos encouragements face à mon allemand très débutant ainsi que vos grandes qualités humaines.

J'adresse ma reconnaissance à Lucien BALDAS pour m'avoir fait l'honneur de participer à mon jury de thèse. Je suis sincèrement reconnaissante pour ta contribution scientifique et humaine dans l'équipe.

Je remercie également M. Hiroki YAMAGUCHI pour avoir accepté de faire partie de mon jury de thèse permettant ainsi d'avoir un regard externe enrichissant sur ce travail de thèse.

Je voudrais aussi remercier M. David NEWPORT pour m'avoir accueillie en Irlande, cette première expérience internationale dans le cadre GASMEMS était très formatrice pour moi.

Je tiens également à remercier Nicolas LAURIEN pour son aide précieuse à la réalisation du banc MTV. Je remercie également Stéphane ORIEUX pour ses conseils et son

aide tout au long de mes années de thèse. Merci à tous les deux pour votre patience et les différentes notions techniques généreusement partagées.

Je tiens aussi à remercier Chloé PRADO pour son accueil chaleureux dès mon premier jour dans le laboratoire, sa sympathie et tous les bons moments qu'on a eu la chance de partager durant cette expérience GASMEMS.

J'exprime toute mon amitié à Pascale MAGAUD pour son soutien, ses encouragements et sa gentillesse infinie.

Je voudrais aussi remercier M. Sébastien CAZIN et M. Emmanuel CID pour leur aide précieuse et les discussions pertinentes échangées lors du développement du banc expérimental pour la MTV.

Je remercie Jonathan, Fabien, Wafa, Toufic, Cyril, François, Amine, Luis, Christophe, Vlassis, Aurélien et tous mes collègues de bureau pour avoir su me supporter pendant ces trois années. Merci pour votre amitié et pour les bons moments partagés ensemble.

Merci mille fois à Mme Annie CAZEAUX, Nathalie DAYDE, Martine BISAUTA et Luc TOUCHET pour m'avoir aimablement accueillie, pour votre sympathie et pour votre aide administrative.

J'adresse mes remerciements au personnel enseignant, administratif et technique du département de Génie Mécanique de l'INSA Toulouse pour votre accueil, conseils et sympathie témoignée à mon égard.

Enfin un grand merci à la JTLD team pour votre patience, soutien et encouragements le long de ma dernière ligne droite. Annouss, Folla, Jiji, Laz, Haithem et ZK je vous adore, mahlékom !

Pour finir, une tendre pensée à ma chère maman, j'espère que là où tu es tu seras toujours fière de ta petite fille.

Feriel SAMOUDA

Ce travail de recherche a bénéficié d'un support financier de la Commission Européenne dans le cadre du 7^{ème} PCRD - Programme Cadre de Recherche et de Développement- (FP7/2007-2013), projet GASMEMS, subvention numéro 215504 ; ainsi que de la fédération de recherche Fermat, FR 3089, Toulouse, France.

Titre : Développement de la technique de Vélocimétrie par Marquage Moléculaire pour l'étude expérimentale des micro-écoulements gazeux.

Résumé : Ce travail de thèse porte sur le développement de la technique de Vélocimétrie par Marquage Moléculaire (Molecular Tagging Velocimetry - MTV) pour l'analyse expérimentale des micro-écoulements gazeux internes. Les micro-écoulements gazeux sont des écoulements raréfiés, caractérisés par un nombre de Knudsen non négligeable. L'analyse de la littérature montre un besoin crucial de données expérimentales de grandeurs locales relatives aux micro-écoulements gazeux. Ces données permettraient une discussion pertinente de la précision et des limites d'applicabilité des différents modèles théoriques proposés dans la littérature pour l'étude du régime de glissement, régime raréfié le plus souvent rencontré en microfluidique gazeuse. Dans cette optique, un banc d'essais expérimental a été développé pour la mesure de champs de vitesses par MTV. La technique consiste à suivre des molécules traceuses d'acétone introduites dans le gaz en écoulement et qui deviennent phosphorescentes lorsqu'elles sont excitées par une source lumineuse UV. Les différents compromis pris en compte pour le développement de ce banc (choix du traceur et du matériau, conception du canal instrumenté,...), ainsi que les techniques d'acquisition et de traitement de signal sont détaillés dans le manuscrit. L'analyse expérimentale commence par une étude du signal de phosphorescence de l'acétone. Ensuite, la technique de vélocimétrie par marquage moléculaire est validée par la mesure de champs de vitesses dans des écoulements laminaires confinés en régime non raréfié. Les résultats obtenus sont comparés à des profils de vitesse théoriques d'un écoulement de Poiseuille à pression atmosphérique. Enfin, les premiers résultats obtenus à basse pression sont présentés et commentés. La détection du signal à un niveau de pression de 1kPa est encourageante et offre de nombreuses perspectives pour l'exploration d'écoulements en régime raréfié.

Mots clés : Microfluidique, micro-écoulements gazeux, vélocimétrie par marquage moléculaire (MTV), analyse expérimentale, écoulement raréfié, nombre de Knudsen.

Title: Development of Molecular Tagging Velocimetry technique for experimental study of gaseous microflows.

Abstract: This thesis focuses on the development of Molecular Tagging Velocimetry (MTV) technique for the experimental analysis of internal microflows of gases. Gaseous microflows are rarefied flows characterized by a non-negligible Knudsen number. A literature review highlights a crucial need of experimental data on velocity fields within gaseous microflows. These data are required for a relevant discussion on the validity and limits of applicability of the different boundary conditions proposed in the slip flow, which is a regime often encountered in gaseous microsystems. An experimental setup has been designed for analyzing by MTV the velocity distribution in microchannels. The technique consists in detecting the displacement of acetone molecules, introduced as tracers in a gas flow; these molecules exhibit phosphorescence once excited by a UV light source. The various compromises taken into account for the setup design (choice of tracer, laser, channel material and design, camera and intensifier...), as well as the acquisition and processing techniques are detailed in the manuscript. The experimental analysis starts with a study of the acetone phosphorescence signal. Then, the MTV technique is validated by velocity field measurements in internal laminar flows through a rectangular minichannel in non-rarefied regime. The obtained results are successfully compared to the theoretical velocity profile of a Poiseuille flow. Finally, preliminary results obtained at lower pressures are presented and commented. The signal detection at a pressure level as low as 1 kPa is encouraging and draws various perspectives for the exploration of rarefied regimes.

Key words: Microfluidics, gaseous microflows, molecular tagging velocimetry (MTV), experimental analysis, rarefied flow, slip flow, Knudsen number.

Table des matières

Nomenclature

Chapitre 1 : Introduction	1
1.1. Exemples d'applications de systèmes microfluidiques	2
1.1.1. Médical	2
1.1.2. Aéronautique et spatial	2
1.1.3. Instrumentation	3
1.1.4. Détection de gaz	3
1.1.5. Biotechnologie et analyse chimique	5
1.1.6. Automobile	5
1.1.7. Energie	6
1.2. Spécificité des micro-écoulements gazeux : effet de raréfaction	6
1.3. Verrous scientifiques et objectifs de l'étude	8
1.4. Réseau GASMEMS	9
1.5. Plan du manuscrit	10
Chapitre 2 : Micro écoulements gazeux : Modélisation & Expérimentation	13
2.1. Modélisation	13
2.1.1. Régime continu et de glissement	14
2.1.2. Régimes plus raréfiés : transition et moléculaire libre	21
2.1.3. Calcul analytique de vitesse et de débit	22
2.2. Analyse expérimentale	26
2.2.1. Mesures globales : mesure de débit	26
2.2.2. Mesures locales : pression et température	31
2.2.3. Mesure de champ : pression, température, concentration et vitesse	34
Conclusion	47
Chapitre 3 : Vélocimétrie par marquage moléculaire	57
3.1. Phénomènes de luminescence	57
3.2. Vélocimétrie par marquage moléculaire (MTV)	59
3.2.1. Principe de la MTV	60
3.2.2. Mécanismes photochimiques et traceurs	60
3.3. MTV par phosphorescence directe	66
3.3.1. Cas des écoulements liquides	66
3.3.2. Cas des écoulements gazeux	67
Conclusion	75

Chapitre 4 : Banc expérimental pour la mesure de vitesse par marquage moléculaire 79

4.1. Description du banc d'essai	79
4.1.1. Système d'écoulement	80
4.1.2. Système de MTV	81
4.2. Canal	86
4.2.1. Choix du matériau	87
4.2.2. Géométrie du canal	90
4.3. Techniques d'acquisition	96
4.3.1. Technique de moyenne	96
4.3.2. Technique de sommation	98
4.3.3. Comparaison des deux techniques	99
4.3.4. Binning	100
4.4. Traitement des données	100
4.4.1. Traitement par Davis®	100
4.4.2. Traitement Matlab	101
Conclusion	102

Chapitre 5 : Analyse expérimentale des résultats 103

5.1. Etude du signal de phosphorescence	103
5.1.1. Montage expérimental	103
5.1.2. Evolution de la phosphorescence dans le temps	104
5.2. Validation de la technique de vélocimétrie par marquage moléculaire	108
5.2.1. Canal de première génération en Suprasil®	108
5.2.2. Canal de deuxième génération en PEEK	112
5.2.3. Investigation d'écoulements à différents nombres de Reynolds	116
5.3. Vers le régime raréfié : Premières mesures à basses pressions	118
5.3.1. Influence de la pression sur l'intensité de phosphorescence de l'acétone	118
5.3.2. Premières mesures de MTV en écoulement laminaire à basses pressions	121
5.4. Evolution de la ligne de phosphorescence dans le temps : effet de la diffusion	122
5.4.1. Diffusion au cours du temps	122
5.4.2. Effet de la pression	125
Conclusion et perspectives	126

Conclusion et perspectives 129

Annexes 133

Annexe 1	133
Annexe 2	135

Nomenclature

Minuscules

a^*	Rapport de forme de la section
a	Vitesse du son [m.s ⁻¹]
b	Demi-largeur de canal [m]
e	Energie spécifique interne [J.kg ⁻¹]
f	Focale de l'objectif
h	Demi-profondeur de canal [m]
k	Conductivité thermique [W.K ⁻¹ .m ⁻¹]
k_B	Constante de Boltzmann : $1,3806503 \times 10^{-23}$ [J.K ⁻¹]
l	Libre parcours moyen [m]
m	Masse [kg]
\dot{m}	Débit massique [kg.s ⁻¹]
n	direction perpendiculaire à la paroi
p	Pression [Pa]
s	Direction tangentielle à la paroi
t	Temps [s]
u	Vitesse débitante [m.s ⁻¹] Composante tangentielle de la vitesse [m.s ⁻¹]
\bar{u}	Vitesse moyenne [m.s ⁻¹]
u_0	Vitesse sur le plan de symétrie de la section
w	Demi-épaisseur de la ligne marquée [m]
x, y, z	Coordonnées cartésiennes

Majuscules

A_i	Constantes de Stern-Volmer
C_1	Constante de glissement du 1 ^{er} ordre
C_2	Constante de glissement du 2 ^d ordre
C_p	Coefficient de glissement visqueux
D_h	Diamètre hydraulique [m]
D_m	Coefficient de diffusion binaire
E	Energie totale par unité de volume [$\text{J}\cdot\text{m}^{-3}$]
I	Intensité de luminescence
Kn	Nombre de Knudsen
L	Longueur du canal [m]
L_c	Longueur caractéristique [m]
M_i	Masse molaire [$\text{kg}\cdot\text{mol}^{-1}$]
Ma	Nombre de Mach
P	Périmètre mouillé du canal [m]
Q	Débit volumique [$\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$]
S	Aire de la section du canal [m^2]
Sc	Nombre de Schmidt
S_i	Etats électroniques d'une molécule
R	Constante spécifique du gaz [$\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$]
Re	Nombre de Reynolds
T	Température [K]
V	Volume [m^3]

Symboles grecs

α	Coefficient de réflexion de Maxwell – TMAC
β	Coefficient pour le calcul du coefficient de glissement d'ordre 1
λ	Longueur d'onde [nm]
γ	Rapport des capacités thermiques massiques du gaz
ν	Viscosité cinématique [$\text{m}^2.\text{s}^{-1}$]
ε_{AB}	Paramètre de Lennard-Jones
ζ	Vitesse moyenne des molécules [$\text{m}.\text{s}^{-1}$]
ρ	Masse volumique [$\text{kg}.\text{m}^{-3}$]
φ_i	Racine pour le calcul semi-analytique du débit dans les canaux de section rectangulaire
ψ_i	Racine pour le calcul semi-analytique du débit dans les canaux de section rectangulaire
Π	Rapport des pressions
σ	Section efficace d'absorption [cm^2]
σ_{AB}	Longueur de Lennard-Jones
μ	Viscosité dynamique [$\text{Pa}.\text{s}$]
τ	Temps caractéristique – moyenne temporelle [s]

Autres symboles

$\mathbf{u} (u_x, u_y, u_z)$	Vecteur vitesse macroscopique [$\text{m}.\text{s}^{-1}$]
\mathbf{I}	Tenseur unité
\mathbf{J}_{EQ}	Vecteur flux de masse [$\text{kg}.\text{s}^{-1}.\text{m}^{-2}$]
$\boldsymbol{\sigma}_{EQ}$	Tenseur des contraintes visqueuses [Pa]
\mathbf{q}_{EQ}	Vecteur flux thermique [$\text{W}.\text{m}^{-2}$]
δp	Différence de pression [Pa]

Exposants

* Variable adimensionnée

Indices

amb Ambiante

EQ Equilibre

e Entrée

glis Glissement

NS Navier-Stokes

ref de référence

s Sortie

init Initial

Acronymes

CCD Charge Coupled Device

CG Capacitive Gauge (gauges capacitives de pression)

DSMC Direct Simulation Monte Carlo

E-CTFE Ethylene chlorotrifluoroethylene

FEP Fluoroéthylène propylène

HTV Hydroxyl Tagging Velocimetry

IR Infra-Rouge

IRO Intensified Relay Optics

KIT Karlsruhe Institute of Technology

LBM Lattice Boltzmann Method

LDA Laser Doppler Anemometry

LDV Laser Doppler Velocimetry

Nomenclature

LIF	Laser Induced Fluorescence
LIPA	Laser Induced Photochemical Anemometry
MCP	Micro Channel Plate
MEMS	Microsystèmes électro-mécaniques
MTM	Molecular Tagging Manometry
MTV	Molecular Tagging Velocimetry
MTT	Molecular Tagging Thermometry
Nd:YAG	Neodymium-Doped Yttrium Aluminium Garnet
OTV	Ozone Tagging Velocimetry
PAI	Polyamide-imide
PCTFE	Polychlorotrifluoroéthylène
PEEK	Polyétherétherkétone
PFA	Perfluoroalkoxy
PHANTOMM	Photo Activated Non-intrusive Tracking Of Molecular Motion
PIV	Particles Image Velocimetry
PLIF	Planar Laser Induced Fluorescence
PMV	Pattern Matching Velocimetry
PSP	Pressure Sensitive Paint
PSMF	Pressure Sensitive Molecular Film
PSCC	Pressure Sensitive Channel Chip
PTFE	Polytétrafluoroéthylène
PTU	Programmable Timing Unit
PTV	Particle Tracking Velocimetry
QGD	Equations Quasi-Gazo-Dynamiques
QHD	Equations Quasi-Hydro-Dynamiques
RELIEF	Raman Excitation plus Laser Induced Electronic Fluorescence

Nomenclature

RIE	Reactive Ion Etching
RTD	Resistance Temperature Detector
SNR	Signal to Noise Ratio - Rapport signal bruit
TFTC	Thin Film Thermocouple
TMAC	Tangential Momentum Accommodation Coefficient
TSP	Temperature Sensitive Paints
UNCTD	Uncoated
UV	Ultra- violet
UVAR	Fenêtres UV traitées Anti-Reflets
VP	Vanne pointeau de précision

Chapitre 1

Introduction

L'étude des micro-écoulements gazeux est un axe de recherche en pleine expansion ces dernières années grâce notamment aux progrès remarquables des techniques de micro-fabrication et aux différentes applications possibles de la microfluidique gazeuse dans les domaines de l'aéronautique et du spatial, de l'instrumentation pour le vide, de la biologie, de l'électronique, de l'analyse des gaz, etc. Plusieurs défis de miniaturisation ont ainsi été relevés conduisant au développement de microsystèmes électro-mécaniques (*Micro Electro Mechanical Systems* - MEMS) spécifiques. Ces MEMS permettent un gain de poids et de place et nécessitent moins d'énergie et de matériau, les coûts de production de systèmes les intégrant étant ainsi réduits. Ils garantissent en outre une grande précision et des performances élevées. Les micro-technologies MEMS sont aujourd'hui introduites dans un grand nombre de produits (téléphones, jeux, automobiles, instruments de mesure, etc...). En l'espace d'une décennie, elles ont contribué à générer un marché de plusieurs millions d'euros. On prétend que chaque américain possède une moyenne de 20 MEMS.

Les écoulements générés dans ces microsystèmes relèvent du domaine de la microfluidique. Il s'agit d'une discipline en pleine expansion depuis le début des années 90 et qui traite des écoulements liquides, gazeux et polyphasiques. Elle présente de nombreuses applications (Figure 1.1) dans différents domaines. Certaines de ces applications sont présentées dans la partie suivante.

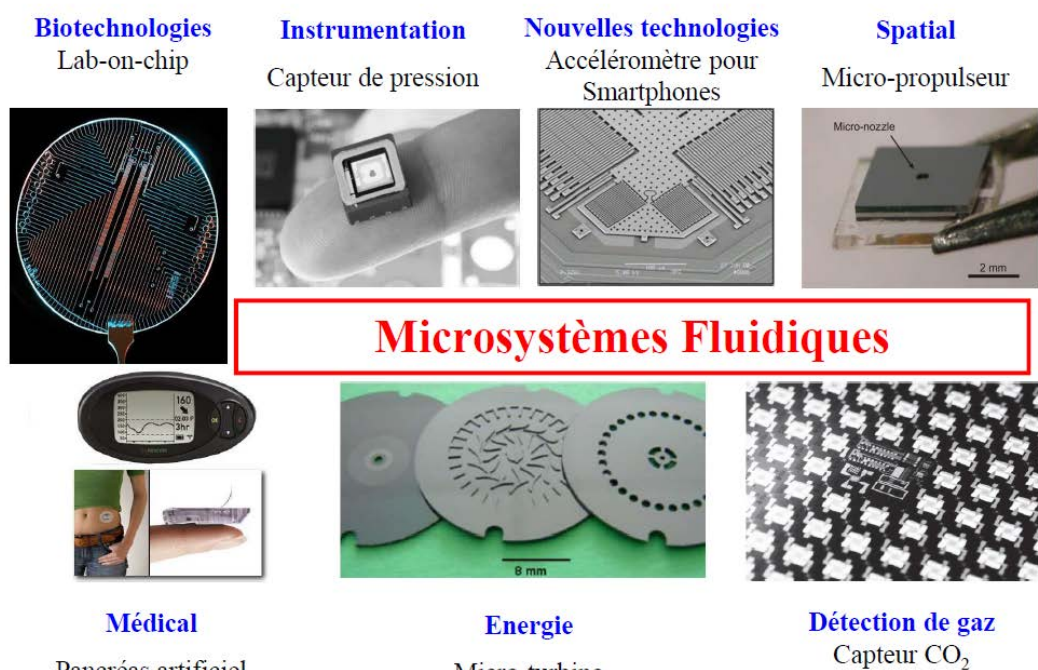


Figure 1.1 : Applications microfluidiques

1.1. Exemples d'applications de systèmes microfluidiques

Les nombreuses applications générées suite au développement des systèmes microfluidiques ont concerné différents domaines dont notamment le médical, les biotechnologies, l'aéronautique, etc.

1.1.1. Médical

Les récents développements des produits micro-technologiques pour la santé visent en outre à remplacer des fonctions organiques complexes ou même des organes vitaux tels que le pancréas ou les reins. Le développement de microsystèmes médicaux a également concerné les systèmes de dispense de médicaments comme les aérosols à micro-becs délivrant des quantités optimisées de médicament.

D'autres applications concernent les analyseurs de souffle dont certaines versions déterminent la concentration en monoxyde de carbone (Cunnington et al., 2012), le taux d'alcool dans le sang ou encore les odeurs. Dans ce cadre, des analyseurs portables avec micro-pompes intégrées ont été créés [*breathanalyzer*].

Des micro-instruments médicaux ont également été conçus ces dernières années afin de faciliter le travail des chirurgiens et alléger la peine des malades. Un des exemples est le micro-endoscope avec fibres descendant jusqu'à un diamètre de 400 μm , garantissant une image de haute qualité [*biovisiontech*]. Il est utilisé en imagerie de l'œil ainsi qu'en diagnostic des cancers digestifs.

1.1.2. Aéronautique et spatial

Une des applications dans le domaine de l'aéronautique concerne le développement de micro-actionneurs pour le contrôle actif d'écoulements aérodynamiques, de sondes de caractérisation de la couche limite telles que les sondes Pitot, ou encore les sondes anémométriques permettant la mesure de la vitesse et de l'angle de l'écoulement. Ces dernières sont des sondes de forme aplatie dont les dimensions peuvent aller jusqu'à 50 μm .

Dans le domaine spatial, les microsystèmes destinés à des applications de propulsion sont appréciés pour leur faible poids et leur facilité d'intégration. D'autant plus qu'ils sont dotés d'une grande précision des dimensions due aux progrès des techniques de fabrication.

Des micro-buses (Figure 1.2) avec une largeur au col de 10 à 100 μm ont de ce fait été développées. Elles sont généralement produites par une gravure anisotrope ou par des techniques lasers permettant de fabriquer des buses de géométries variables et dans différents matériaux (le silicium et le Foturan entre autres). La Figure 1.2-a montre les éléments d'un propulseur. La Figure 1.2-b représente la micro-buse de ce propulseur. Le diamètre du col de la buse est de l'ordre de 100 μm pour une longueur totale de buse de 1 mm.

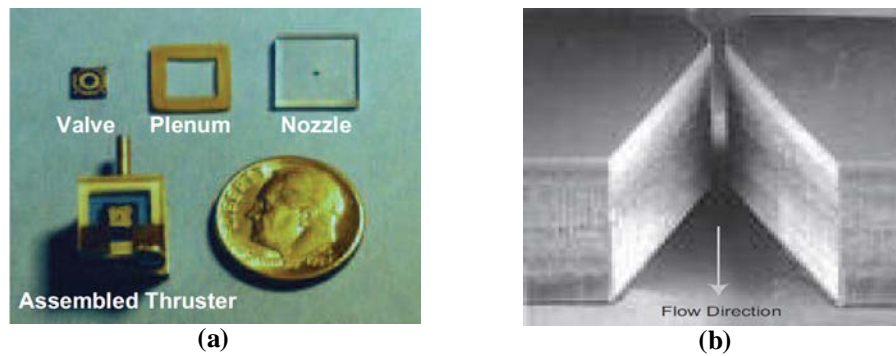


Figure 1.2 : (a) Propulseur composé de MEMS, (b) Image par microscopie électronique d'une micro-buse fabriquée pour des applications spatiales de propulsion (Janson, 1999)

1.1.3. Instrumentation

Des micro-capteurs de pression sont développés par certaines sociétés [*medisensors*]. Ces micro-capteurs auto-étalonnables permettent la mesure de pressions intracrânienne et artérielle. Les capteurs, de dimensions $200\ \mu\text{m} \times 700\ \mu\text{m} \times 200\ \mu\text{m}$, sont intégrés au bout d'un cathéter et peuvent être totalement implantables (Figure 1.3). Ils permettent également une mesure de la température.

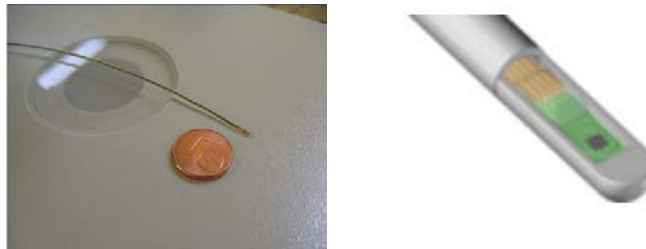


Figure 1.3 : Capteurs de pression Medisensors

1.1.4. Détection de gaz

L'établissement de règles de sécurité poussées dans différents secteurs industriels a suscité un grand intérêt en recherche dans le domaine de la détection de gaz. Ceci a permis un réel essor des capteurs miniatures, économiques et fiables.

Une des catégories de ces capteurs, dits chimiques, repose sur la technologie des semi-conducteurs: la variation de la concentration du gaz en contact avec leur surface semi-conductrice entraîne une variation de leur conductivité qui est transformée, via un transducteur, en signal électrique (Figure 1.4).

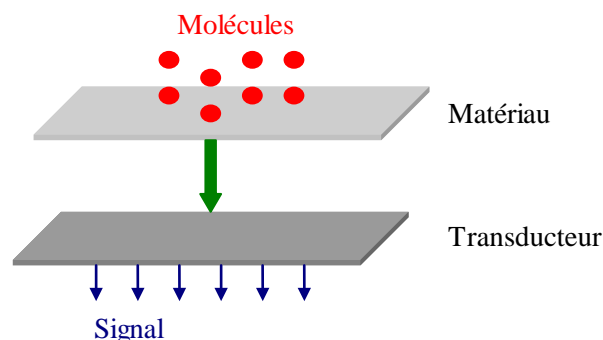


Figure 1.4 : Principe d'un détecteur chimique de gaz

Ces détecteurs sont utilisés dans différents domaines tels que la détection d'incendie (Figure 1.5), la détection de gaz explosifs ou toxiques ou encore le contrôle de la qualité de l'air.

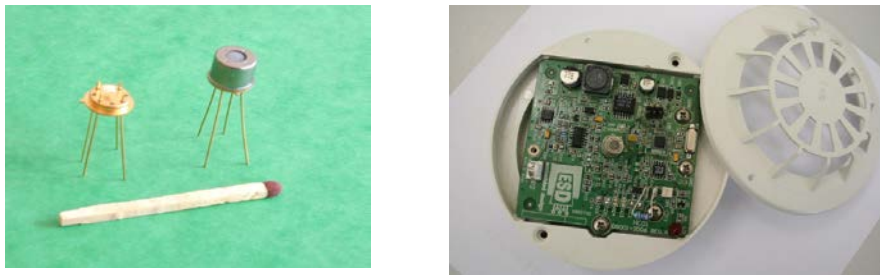


Figure 1.5 : Micro capteurs pour incendie (gauche) ; Système de détection (droite)

Un autre aspect de la détection de gaz concerne le développement de nez électronique (*e-nose*). L'idée consiste à substituer au nez humain un ensemble de capteurs sensibles aux composés gazeux contenus dans les odeurs. Ceci permet de suivre en continu les odeurs sur site pour des opérations de compostage par exemple ou de détecter des odeurs de composés chimiques dont l'inhalation par l'homme n'est pas souhaitable. En notifiant la présence d'un composé chimique, les capteurs émettent un signal qui se traduit sous forme d'une signature olfactive. Un système informatique fait correspondre à cette signature une odeur. Le nez électronique se doit d'être le plus proche possible du nez humain, c'est-à-dire qu'il doit intégrer un minimum de 200 capteurs olfactifs (le nez humain intègre un millier de capteurs différents). Ceci peut rendre la conception du système plus complexe. La Figure 1.6 illustre le principe du nez électronique.

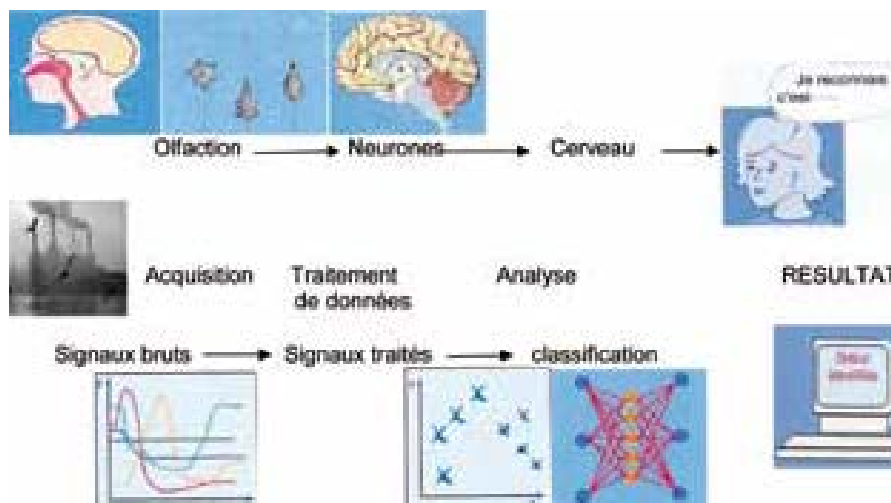


Figure 1.6 : Principe du nez électronique [rayonnement du cnrs]

Fonctionnant de la même manière que le nez humain, le nez électronique comporte quatre parties fonctionnelles : un système d'échantillonnage de l'espèce à analyser (narines), un système de détection (cellules réceptrices), un système de traitement des données lié aux capteurs et un système d'analyse et d'identification basé sur des algorithmes de reconnaissance de forme (cerveau).

1.1.5. Biotechnologie et analyse chimique

Les « *Lab on chip* » ou laboratoires sur puce sont des dispositifs intégrés rassemblant, sur un substrat miniaturisé, une ou plusieurs fonctions de laboratoire. Un de ces dispositifs est le chromatographe gazeux dont le premier prototype miniaturisé a été proposé en 1979 par Terry et al. (Terry, 1979). Il s'agit d'un système intégré sur un substrat de silicium. Ce dispositif novateur permet de séparer des mélanges gazeux hydrocarbonés en moins de 10 s. Le modèle développé a permis une réduction de la durée d'analyse (d'approximativement dix fois) ainsi que celle du volume de l'échantillon à analyser.

Basés sur ce principe, des chromatographes portables pour phase gazeuse ont été développés par Microsensor Technology Inc. (MTI) à la fin des années 80. Ces chromatographes ont permis des applications telles que l'analyse d'objets astronomiques : la navette spatiale Columbia a par exemple été équipée d'un micro-chromatographe gazeux produit par MTI. La transmission de données se faisait grâce à un micro-ordinateur reliant la terre au micro-chromatographe.

Plus récemment, Dziuban et al. (Dziuban et al., 2004) ont développé le premier chromatographe gazeux portable européen utilisé pour l'analyse de gaz combustibles en industrie minière pour des échantillons d'environ 14 μ l. Le principe de fabrication du chromatographe est basé sur des procédés de fabrication pour MEMS pour chacun de ses éléments.

D'autres chromatographes submicrométriques ont été proposés (Nieradko) pour la mesure de la pollution atmosphérique et le contrôle de la qualité de l'air dans les bassins miniers. Les différents chromatographes cités assurent une portabilité, une rapidité ainsi qu'une analyse en temps réel d'échantillons gazeux.

1.1.6. Automobile

Le secteur automobile a été l'un des secteurs pionniers dans le développement de MEMS. Différentes technologies MEMS sont aujourd'hui intégrées dans les automobiles (accéléromètre, capteurs chimiques, capteurs de pression, etc.). Sur la Figure 1.7 est présenté un capteur de pression, un exemple de micro-technologie MEMS produit par la société Colibrys.

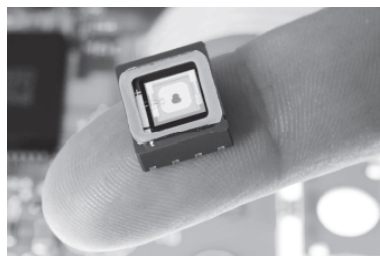


Figure 1.7 : Capteur de pression de chez Colibrys

La production de ce capteur de pression est basée sur des techniques de micro-fabrication de MEMS. Les capteurs de gaz et de pression permettent de réduire les émissions automobiles et d'assurer un niveau de sécurité élevé dans les voitures.

1.1.7. Energie

Les micro-turbines à gaz (Figure 1.8) sont des convertisseurs d'énergie miniatures (volume de l'ordre du cm^3). Elles permettent de convertir l'énergie du gaz chaud en travail mécanique afin de produire de l'énergie électrique. Une analyse fine des écoulements générés dans la chambre de combustion est nécessaire pour concevoir un système garantissant un mélange optimal des gaz. Le concept des micro-turbines a été lancé par le *Massachusetts Institute of Technology* (MIT). Un micro-moteur (12 mm de diamètre et 3 mm de hauteur) est prévu pour produire de 10 à 20 watts électriques pour une consommation de dihydrogène (H_2) de 10 g/h. Parmi les applications ciblées figurent la propulsion de micro-drones ainsi que la génération de puissance électrique pour des équipements portables. Ces micro-turbines sont usinées par *Reactive Ion Etching* (RIE).

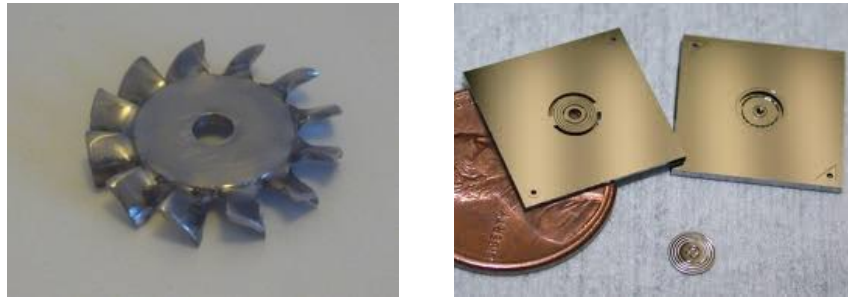


Figure 1.8 : Micro-turbines à gaz

1.2. Spécificité des micro-écoulements gazeux : effets de raréfaction

Un des effets prédominants qui résulte de la réduction des tailles dans les microsystèmes est la raréfaction. Celle-ci engendre un déséquilibre thermodynamique du fait que le libre parcours moyen l (distance moyenne parcourue par la molécule entre 2 collisions successives) n'est plus négligeable devant la longueur caractéristique L_c du microsystème.

Pour un niveau de raréfaction faible, ce déséquilibre thermodynamique se traduit essentiellement par un saut de vitesse et de température non négligeable à la paroi. Le régime correspondant est dit régime de glissement. Pour une raréfaction plus marquée, le déséquilibre thermodynamique n'est plus confiné aux parois mais concerne tout l'écoulement.

L'intérêt porté aux écoulements raréfiés était à l'origine lié aux études d'écoulements à faible pression dans les hautes couches atmosphériques pour des applications spatiales, depuis le début de la conquête spatiale.

Le niveau de raréfaction est quantifié par un nombre adimensionnel, le nombre de Knudsen

$$Kn = \frac{l}{L_c} \quad (0.1)$$

Celui-ci décrit différents régimes d'écoulements classifiés à la Figure 1.9:

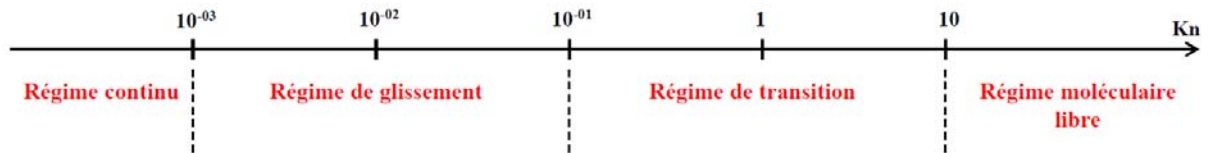


Figure 1.9 : Classification des différents régimes d'écoulement en fonction du nombre de Knudsen

Pour $Kn < 10^{-3}$, le **régime** est **continu**. L'écoulement est alors modélisé par les équations de Navier-Stokes associées aux conditions classiques de continuité de la température et de la vitesse à la paroi.

Pour $10^{-3} < Kn < 10^{-1}$, l'écoulement est légèrement raréfié : on est en **régime de glissement**. Pour ce régime, on peut conserver l'approche continue des équations de Navier-Stokes mais il est nécessaire de prendre en compte un saut de température et de vitesse à la paroi. Ces derniers résultent d'un déséquilibre thermodynamique qui apparaît près des frontières solides.

Pour $10^{-1} < Kn < 10$, le milieu est modérément raréfié : le **régime** est alors dit **de transition**. L'approche continue traduite par les équations de Navier-Stokes n'est plus valable. Les collisions intermoléculaires ne sont plus suffisantes mais doivent néanmoins être prises en compte.

Finalement, pour $Kn > 10$, les chocs inter-moléculaires peuvent être négligés et le milieu est hautement raréfié : c'est le **régime moléculaire libre** pour lequel seules les collisions avec les parois sont à prendre en compte.

Nous détaillons dans le chapitre 2 les modèles de base développés dans la littérature pour chacun de ces régimes d'écoulements (Figure 2.1).

Le nombre de Knudsen est relié aux nombres adimensionnels de Mach Ma et de Reynolds Re . En effet, en considérant que la vitesse du son et la viscosité cinématique s'écrivent sous la forme

$$a = \bar{\xi} \sqrt{\frac{\pi\gamma}{8}}, \nu = \frac{1}{2} l \bar{\xi} \quad (0.2)$$

où γ est le rapport des capacités thermiques massiques du gaz et $\bar{\xi}$ la vitesse moyenne des molécules, ces nombres peuvent s'écrire :

$$Ma = \frac{u}{a}, Re = \frac{\rho u L_c}{\mu} \quad (0.3)$$

Où u représente la vitesse débitante, ρ la masse volumique et μ la viscosité dynamique.

Le nombre de Knudsen peut alors s'exprimer de la façon suivante :

$$Kn = \sqrt{\frac{\pi\gamma}{2}} \frac{Ma}{Re} \quad (0.4)$$

Cette expression démontre le lien entre les effets de compressibilité (exprimés par le nombre de Mach), les effets de viscosité-inertie (exprimés par le nombre de Reynolds) et les effets de raréfaction (exprimés par le nombre de Knudsen). Les effets de compressibilité sont à prendre en compte typiquement pour $Ma > 0,2$. A noter qu'ici, les nombres de Knudsen et de Reynolds sont définis pour la même longueur caractéristique L_c (généralement le diamètre hydraulique D_h quand il s'agit de microcanaux).

1.3. Verrous scientifiques et objectifs de l'étude

Le régime de glissement a fait l'objet du développement de nombreux modèles théoriques. Ces modèles expriment notamment le champ de vitesses et le débit dans des écoulements isothermes localement pleinement développés dans des configurations géométriques différentes : annulaires (Deissler, 1964; Ebert et al., 1965) ou rectangulaires (Aubert et al., 2001; Colin et al., 2004; Morini, 2000; Morini et al., 1998). Associés à des conditions aux limites de second ordre, ces modèles ont également été utilisés pour des écoulements en régime de transition (Duan, 2012) pour des micro-canaux circulaires et non circulaires.

Une discussion pertinente de ces modèles et des conditions aux limites associées nécessite une analyse expérimentale locale des écoulements gazeux. Cependant, les données expérimentales disponibles dans la littérature concernent essentiellement des mesures de débit (Arkilic et al., 2001; Ewart et al., 2006; Harley et al., 1995; Lalonde et al., 2001; Pitakarnnop et al., 2010). Il y a par conséquent un besoin crucial de mesures locales permettant d'accéder aux champs de vitesses, de températures et éventuellement de concentrations dans le cas de mélanges gazeux.

Dans ce cadre, la technique de Vélocimétrie par Marquage Moléculaire (MTV : *Molecular Tagging Velocimetry*), validée au préalable pour la mesure de champs de vitesses dans les écoulements liquides (Elsnab et al., 2010; Maynes et al., 2002; Thompson et al., 2005) au sein de microsystèmes, est étudiée pour la mesure de champ de vitesses dans des micro-écoulements gazeux internes. La technique a déjà été employée pour la mesure des champs de vitesses dans les micro-écoulements gazeux, mais en configuration d'écoulement externe de type micro-jet, sans les problèmes liés à la présence proche de la paroi (Pitz et al., 2005; Stier et al., 1999). A notre connaissance, la MTV n'a jamais encore été appliquée pour l'étude de micro-écoulements gazeux confinés.

Le but de notre travail est donc d'implémenter la MTV pour l'étude d'écoulements gazeux internes et d'apporter ainsi un nouvel outil de caractérisation expérimentale des micro-écoulements gazeux par la mesure locale du champ de vitesses. Pour cela, un banc expérimental a été développé à l'Institut Clément Ader (ICA), à l'INSA de Toulouse. Ce travail de thèse s'inscrit dans le cadre d'un réseau européen de recherche nommé GASMEMS présenté ci-dessous.

1.4. Réseau GASMEMS

Le réseau de recherche GASMEMS (*GAS* en référence aux écoulements gazeux et *MEMS* en référence aux microsystèmes électro mécaniques) est un *Initial Training Network* financé par le 7^{ème} *Framework Program* (FP7) de la commission européenne (Actions Marie Curie). Le réseau réunit des experts en modélisation et simulation, en techniques et mesures expérimentales, ainsi qu'en matériaux et procédés de micro-fabrication. Treize partenaires principaux et six partenaires associés sont impliqués dans ce réseau et répartis sur toute l'Europe (Irlande, Bulgarie, Royaume Uni, Pays Bas, Allemagne, France, Suisse, Italie et Grèce).

La taille du réseau ainsi que la complémentarité des différentes institutions impliquées vont permettre une approche interdisciplinaire des problèmes rencontrés en micro-écoulements gazeux.

GASMEMS vise à structurer la recherche en Europe dans le domaine de la microfluidique gazeuse. Son but est de développer les connaissances dans ce domaine et d'accéder à des applications technologiques d'intérêt industriel. GASMEMS permet notamment la formation de doctorants et post doctorants à une échelle européenne, sur la problématique des écoulements gazeux et des transferts thermiques associés dans les microsystèmes et contribue au développement de compétences avancées sur des sujets spécifiques à ce domaine de recherche.

Le réseau présente une double structure :

- verticale avec 3 groupes de travail : un 1^{er} groupe traitant les aspects de modélisation et de simulation, un 2^{ème} groupe développant une expertise en techniques expérimentales et mesure et un 3^{ème} groupe expert en matériaux et fabrication,
- horizontale avec 3 axes de recherche : la dynamique des micro-écoulements gazeux, les transferts thermiques dans ces écoulements et les interactions gaz-matériaux.

L'interaction entre les structures verticale et horizontale du réseau permet au chercheur de se former un profil multidisciplinaire et de profiter des échanges entre les différents partenaires. Chaque projet individuel étant bâti sur une collaboration entre deux à trois partenaires, le chercheur bénéficie par conséquent d'une mobilité européenne qui favorise un développement de connaissances professionnelles mais aussi personnelles.

Ecoles d'été et Workshops sont annuellement organisés par le réseau GASMEMS. Ils représentent une occasion d'interaction et de partage d'expérience entre les différents groupes de travail et aident au développement de l'esprit d'équipe et du travail en commun.

Enfin, une sélection de formations complémentaires est proposée par le réseau afin de développer des connaissances annexes à la recherche chez les chercheurs recrutés (communication scientifique en anglais, cours de langue, gestion de la recherche, propriété intellectuelle, etc.).

1.5. Plan du manuscrit

Au travers d'une étude bibliographique, le deuxième chapitre de ce manuscrit est consacré à la modélisation et à l'analyse expérimentale des micro-écoulements gazeux. La modélisation concerne notamment le régime de glissement pour lequel la notion de la couche de Knudsen est expliquée. Des exemples de calcul analytique de vitesse et de débit sont par la suite exposés. L'analyse expérimentale traite de trois points : la mesure globale de débit, les mesures ponctuelles de pression et de température et les mesures de champs (pression, température, concentration et vitesse).

La technique de vélocimétrie par marquage moléculaire est par la suite détaillée dans le troisième chapitre : son principe général, ses mécanismes ainsi que les différents traceurs pouvant être utilisés. Une attention particulière est accordée à la MTV par phosphorescence directe (mécanisme utilisé dans ce travail) avec une analyse des différents traceurs possibles en écoulements gazeux. Quelques exemples d'applications en écoulements gazeux sont proposés afin d'illustrer les différents mécanismes de la MTV.

Le quatrième chapitre présente une partie majeure de ce travail, relative au développement du banc expérimental permettant la mesure de vitesses de gaz dans des microsystèmes. Dans ce chapitre nous détaillons notamment les techniques d'acquisition et d'extraction des profils de déplacement obtenus expérimentalement.

Dans le cinquième chapitre, ce banc est exploité tout d'abord pour étudier le signal de phosphorescence de l'acétone. Ensuite, la technique de vélocimétrie par marquage moléculaire est validée par des mesures de champs de vitesse dans les deux générations de canaux développées dans le cadre de cette thèse. Des écoulements laminaires à différents nombres de Reynolds sont alors analysés en régime non raréfié. Les résultats obtenus sont comparés à des profils de vitesses théoriques de Poiseuille. Dans ce chapitre sont également présentés les premiers résultats obtenus à basse pression qui ouvrent une porte vers les essais à venir en régimes raréfiés. Nous clôturons le chapitre par une discussion sur l'effet important de la diffusion massique sur les profils obtenus à basse pression.

Enfin, ce manuscrit se termine par une conclusion générale et des perspectives, montrant le chemin vers de futures expériences à mener sur notre banc d'essais, dans le but de mieux comprendre et analyser le comportement de gaz en écoulement dans des microsystèmes.

Références

Arkilic, E. B., K. S. Breuer and M. A. Schmidt (2001). Mass flow and tangential momentum accommodation in silicon micromachined channels. *Journal of Fluid Mechanics* **437**: 29-43.

Aubert, C. and S. Colin (2001). High-order boundary conditions for gaseous flows in rectangular microchannels. *Microscale Thermophysical Engineering* **5**(1): 41-54.

Colin, S., P. Lalonde and R. Caen (2004). Validation of a second-order slip flow model in rectangular microchannels. *Heat Transfer Engineering* **25**(3): 23-30.

- Cunnington, A. J. and P. Hormbrey (2012). Breath analysis to detect recent exposure to carbon monoxide *Postgrad Med J* **78**: 233-238.
- Deissler, R. G. (1964). An analysis of second-order slip flow and temperature-jump boundary conditions for rarefied gases. *International Journal of Heat and Mass Transfer* **7**: 681-694.
- Duan, Z. (2012). Second-order gaseous slip flow models in long circular and noncircular microchannels and nanochannels. *Microfluidics and Nanofluidics* **12**(5): 805-820.
- Dziuban, J. A., J. Mroz, M. Szczygielska, M. Malachowski, A. Gorecka-Drzazga, R. Walczak, W. Bula, D. Zalewski, L. Nieradko, J. Lysko, J. Koszur and P. Kowalski (2004). Portable gas chromatograph with intergrated components *Sensors and Actuators* **115**: 318-330.
- Ebert, W. A. and E. M. Sparrow (1965). Slip flow in rectangular and annular ducts. *Journal of Basic Engineering* **87**: 1018-1024.
- Elsnab, J. R., D. Maynes, J. C. Klewicki and T. A. Ameel (2010). Mean flow structure in high aspect ratio microchannel flows. *Experimental Thermal and Fluid Science* **34**(8): 1077-1088.
- Ewart, T., P. Perrier, I. Graur and J. G. Méolans (2006). Mass flow rate measurements in gas micro flows. *Experiments in Fluids* **41**(3): 487-498.
- Harley, J. C., Y. Huang, H. H. Bau and J. N. Zemel (1995). Gas flow in micro-channels. *Journal of Fluid Mechanics* **284**: 257-274.
- Janson, S. W., Helvajian, H. and Breuer, K. (1999). MEMS, Microengineering and Aerospace Systems. *AIAA J.*, **99-3802**.
- Lalonde, P., S. Colin and R. Caen (2001). Gas flow measurement in microsystems. *Mécanique et Industries* **2**(4): 355-362.
- Maynes, D. and A. R. Webb (2002). Velocity profile characterization in sub-millimeter diameter tubes using molecular tagging velocimetry. *Experiments in Fluids* **32**(1): 3-15.
- Morini, G. L. (2000). Analytical determination of the temperature distribution and Nusselt numbers in rectangular ducts with constant axial heat flux. *International Journal of Heat and Mass Transfer* **43**(5): 741-755.
- Morini, G. L. and M. Spiga (1998). Slip flow in rectangular microtubes. *Microscale Thermophysical Engineering* **2**(4): 273-282.
- Nieradko, L. a. M., K. Silicon components for gas chromatograph.
- Pitakarnnop, J., S. Varoutis, D. Valougeorgis, S. Geoffroy, L. Baldas and S. Colin (2010). A novel experimental setup for gas microflows. *Microfluidics and Nanofluidics* **8**(1): 57-72.
- Pitz, R. W., M. D. Lahr, Z. W. Douglas, J. A. Wehrmeyer, S. Hu, C. D. Carter, K.-Y. Hsu, C. Lum and M. M. Koochesfahani (2005). Hydroxyl tagging velocimetry in a supersonic flow over a cavity. *Applied Optics* **44**(31): 6692-6700.
- Stier, B. and M. M. Koochesfahani (1999). Molecular Tagging Velocimetry (MTV) measurements in gas phase flows. *Experiments in Fluids* **26**: 297-304.

Terry, S. C., Jerman, J.H., and Angell, J.B. (1979). A gas chromatographic air analyzer fabricated on a silicon wafer. . *EIAA Transactions on Electron Devices* **Ed. 26**, (No. 12,): 1880-1886.

Thompson, B. R., D. Maynes and B. W. Webb (2005). Characterization of the hydrodynamically developing flow in a microtube using MTV. *Journal of Fluids Engineering* **127**(5): 1003-1012.

<http://www.breathalyzer.net/bactrack-s75-pro.html>

<http://www.biovisiontech.com/microendoscopes.html>

<http://www.medisensors.com/fr/technologie/detection-de-pression/>

<http://www.rayonnementducnrs.com/bulletin/b58/nez.pdf>

Chapitre 2

Micro écoulements gazeux : Modélisation & Expérimentation

Après avoir introduit la problématique traitée dans ce travail de thèse, nous consacrons ce chapitre à la synthèse bibliographique des études menées sur le régime de glissement en termes de modélisation et d'expérimentation.

2.1. Modélisation

L'effet prédominant rencontré dans les micro-écoulements gazeux est la raréfaction. Elle est quantifiée par le nombre de Knudsen. La modélisation des écoulements gazeux en microcanaux dépend du niveau de raréfaction. Dans ces écoulements, le régime de glissement est le plus souvent rencontré. Il peut être décrit par des modèles analytiques et semi-analytiques (Aubert, 1999), le gaz étant considéré comme un gaz parfait. Pour les différents régimes d'écoulements classifiés par le nombre de Knudsen en Figure 1.9, nous présentons ici les modèles de base développés dans la littérature pour chaque régime (Figure 2.1).

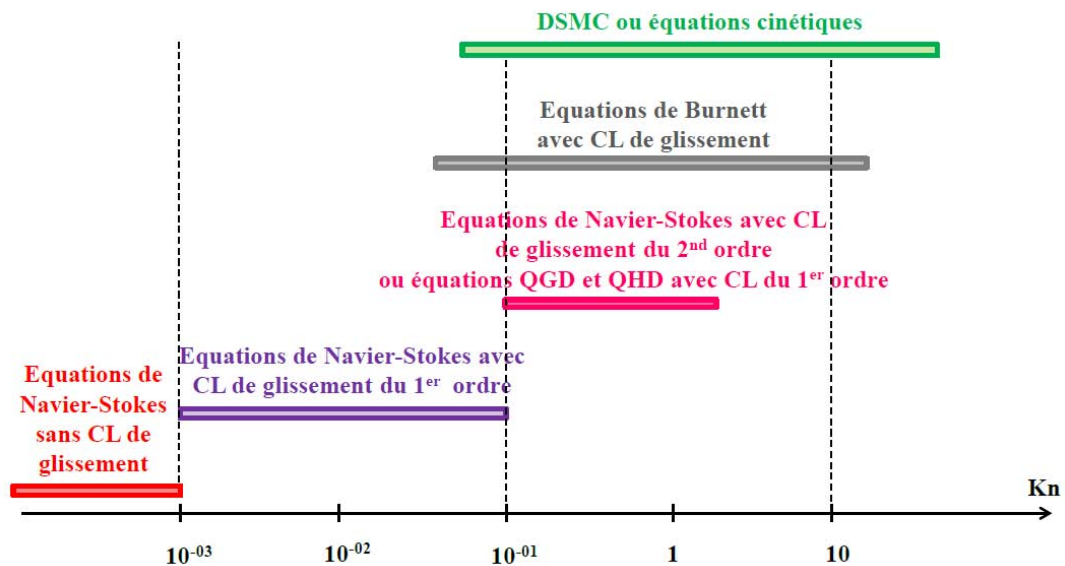


Figure 2.1 : Régimes d'écoulements et modèles de bases en fonction du nombre de Knudsen (Colin, 2006)

Pour des nombres de Knudsen inférieurs à 0,001, les écoulements gazeux sont décrits par les équations d'Euler lorsque $Kn \rightarrow 0$ puis par les équations de Navier-Stokes. A partir de $Kn = 0,001$, il est nécessaire d'associer des conditions aux limites de glissement et de saut de température (typiquement du premier ordre en Knudsen) aux équations de Navier-Stokes.

Pour des nombres de Knudsen supérieurs à 0,1 et jusqu'à des valeurs de l'ordre de 0,5, le régime de glissement peut rester valable à condition de modifier les conditions de saut de pression et de température en prenant en compte des termes d'ordre plus élevé en Knudsen. On peut également atteindre cette plage de Knudsen en modifiant les équations de Navier-Stokes en équations de conservation plus générales telles que les équations quasi gazodynamiques (QGD), quasi hydro-dynamiques (QHD) ou encore les équations de Burnett. Cependant, pour des nombres de Knudsen supérieurs à l'unité (cas des écoulements en nanocanaux ou en microcanaux à faible pression), cette approche continue n'est plus valable. Dans ce cas, il est nécessaire d'utiliser des méthodes moléculaires comme la simulation directe de Monte Carlo (DSMC) et les méthodes cinétiques basées sur une résolution de l'équation de Boltzmann.

La Figure 2.2 donne des exemples de microsystèmes gazeux et des régimes de glissement associés.

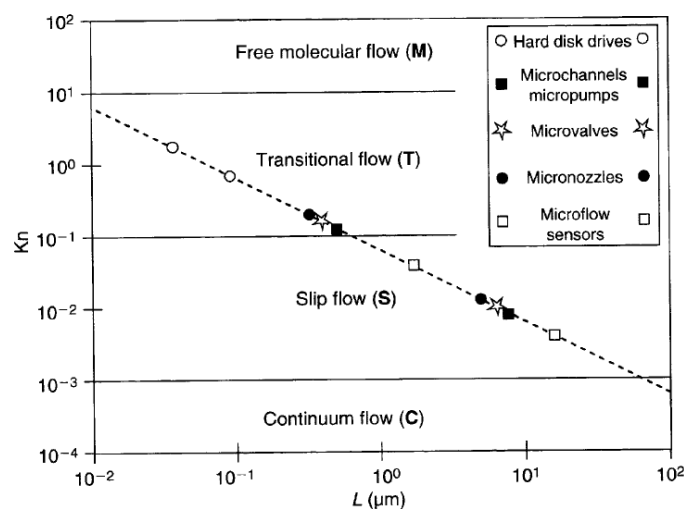


Figure 2.2 : Microsystèmes et régimes d'écoulements gazeux (Colin, 2006)

Dans la Figure 2.2, nous observons que les écoulements gazeux dans la plupart des microsystèmes se situent dans le régime de glissement et/ou au début du régime de transition, d'où l'intérêt de chercher à étendre la plage de validité du régime de glissement, qui reste relativement aisé à modéliser.

2.1.1. Régime continu et de glissement

Les régimes continus et de glissement sont définis par des grandeurs macroscopiques. Ils sont tous les deux classiquement modélisés par les équations de Navier-Stokes, sous leur forme générale, mais avec des conditions aux limites différentes :

- des conditions d'adhérence et de continuité à la paroi pour le **régime continu**,
- des conditions de glissement de vitesse et de saut de température pour le **régime de glissement**.

Pour un écoulement gazeux, les forces de volume f sont négligeables. Les équations de Navier-Stokes s'écrivent dans le cas général par une équation de continuité

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \nabla \cdot \mathbf{J}_{EQ} = 0, \quad (2.1)$$

un bilan de quantité de mouvement

$$\frac{\partial(\rho \mathbf{u})}{\partial t} + \nabla \cdot (\mathbf{J}_{EQ} \otimes \mathbf{u} - \boldsymbol{\sigma}_{EQ}) + \nabla p = 0, \quad (2.2)$$

et une équation de conservation de l'énergie

$$\frac{\partial E}{\partial t} + \nabla \cdot \left(\frac{E+p}{\rho} \mathbf{J}_{EQ} - \boldsymbol{\sigma}_{EQ} \mathbf{u} + \mathbf{q}_{EQ} \right) = 0, \quad (2.3)$$

où t est le temps, ρ la masse volumique, \mathbf{u} la vitesse macroscopique, \mathbf{I} le tenseur unité, μ la viscosité dynamique, k la conductivité thermique, \mathbf{J}_{EQ} le vecteur flux de masse, $\boldsymbol{\sigma}_{EQ}$ le tenseur des contraintes visqueuses, \mathbf{q}_{EQ} le vecteur flux thermique p la pression et E l'énergie totale par unité de volume définie par

$$E = \rho (e + \mathbf{u} \cdot \mathbf{u} / 2), \quad (2.4)$$

e représentant l'énergie spécifique interne exprimée par $e = p / [\rho(\gamma - 1)]$ pour un gaz parfait.

Dans le cas spécifique des équations de Navier-Stokes ($EQ \approx NS$), le vecteur flux de masse

\mathbf{J}_{EQ} s'écrit

$$\mathbf{J}_{NS} = \rho \mathbf{u}. \quad (2.5)$$

Le tenseur des contraintes visqueuses s'écrit quant à lui

$$\boldsymbol{\sigma}_{NS} = \mu \left[\nabla \otimes \mathbf{u} + (\nabla \otimes \mathbf{u})^T \right] + \xi (\nabla \cdot \mathbf{u}) \mathbf{I} = \mu \left[\nabla \otimes \mathbf{u} + (\nabla \otimes \mathbf{u})^T - \frac{2}{3} (\nabla \cdot \mathbf{u}) \mathbf{I} \right]. \quad (2.6)$$

Enfin, le vecteur flux thermique \mathbf{q}_{EQ} s'écrit

$$\mathbf{q}_{NS} = -k \nabla T \quad (2.7)$$

où T représente la température.

En régime continu comme en régime de glissement, il existe au voisinage des parois une région où le gaz est en déséquilibre thermodynamique. Cette région s'appelle la couche de Knudsen. Elle a une épaisseur de l'ordre du libre parcours moyen l . En régime continu, l'effet de cette couche est négligeable. En régime de glissement, la couche de Knudsen doit être prise en compte. Le régime de glissement peut également être modélisé par d'autres équations de conservation plus générales appelées quasi gazo-dynamiques (QGD) et quasi hydrodynamiques (QHD) (Lengrand et al., 2004). Ces équations permettent d'atteindre des valeurs de Knudsen supérieures à 0,1.

Les équations QGD et QHD sont déduites du même système d'équations de base (Equations 2.1-3) en considérant de nouvelles expressions de \mathbf{J}_{EQ} , $\boldsymbol{\sigma}_{EQ}$ et \mathbf{q}_{EQ} qui résultent d'une moyenne spatio-temporelle (et non uniquement spatiale comme dans le cas des équations de Navier-Stokes) des grandeurs moléculaires.

Pour le cas des équations QGD, les vecteurs flux de masse \mathbf{J}_{QGD} , tenseur des contraintes $\boldsymbol{\sigma}_{QGD}$ et vecteur flux thermique \mathbf{q}_{QGD} s'écrivent par

$$\mathbf{J}_{QGD} = \mathbf{J}_{NS} - \tau \left[\nabla \cdot (\rho \mathbf{u} \otimes \mathbf{u}) + \nabla p \right] \quad (2.8)$$

$$\boldsymbol{\sigma}_{QGD} = \boldsymbol{\sigma}_{NS} + \tau \left[\mathbf{u} \otimes (\rho \mathbf{u} \cdot (\nabla \otimes \mathbf{u}) + \nabla p) + \mathbf{I}(\mathbf{u} \cdot \nabla p + \gamma p \nabla \cdot \mathbf{u}) \right] \quad (2.9)$$

$$\mathbf{q}_{QGD} = \mathbf{q}_{NS} - \tau \rho \mathbf{u} \left[\mathbf{u} \cdot \nabla e + p \mathbf{u} \cdot \nabla (1/\rho) \right] \quad (2.10)$$

où τ représente un temps caractéristique de la moyenne temporelle effectuée pour passer des grandeurs microscopiques aux grandeurs macroscopiques.

Pour un gaz parfait, il s'écrit $\tau = \frac{1}{Sc} \frac{\mu}{p}$ où Sc est le nombre de Schmidt représentant le rapport entre les flux diffusifs de masse et de quantité de mouvement. Le système d'équations QGD est adapté à l'étude des écoulements de gaz dilués.

Le système d'équations quasi hydro-dynamiques (QHD) est quant à lui utilisé pour décrire les gaz denses. Pour ce système, le vecteur flux de masse \mathbf{J}_{QHD} , le tenseur des contraintes $\boldsymbol{\sigma}_{QHD}$ et le vecteur de flux thermique \mathbf{q}_{QHD} s'écrivent :

$$\mathbf{J}_{QHD} = \mathbf{J}_{NS} - \tau \left[\rho \mathbf{u} \cdot (\nabla \otimes \mathbf{u}) + \nabla p \right] \quad (2.11)$$

$$\boldsymbol{\sigma}_{QHD} = \boldsymbol{\sigma}_{NS} + \tau \mathbf{u} \otimes (\rho \mathbf{u} \cdot (\nabla \otimes \mathbf{u}) + \nabla p) \quad (2.12)$$

$$\mathbf{q}_{QHD} = \mathbf{q}_{NS} \quad (2.13)$$

Les termes additionnels qui apparaissent dans les équations (2.8-13) font intervenir des facteurs de la forme $(\tau \nabla)$ qui s'avèrent être proportionnels à Kn . Ainsi les équations quasi hydro- ou gazo-dynamiques dégènèrent naturellement en équations de Navier-Stokes en régime continu lorsque $Kn \rightarrow 0$.

Le régime de glissement peut également être décrit par des équations dites de Burnett. Ces équations découlent de l'équation de Boltzmann suite à un développement de Chapman-Enskog de la fonction de distribution d'ordre deux en Kn (Colin, 2006), de même que les équations de Navier-Stokes peuvent être retrouvées à partir d'un développement au premier ordre. Ce développement conduit à des nouvelles expressions du tenseur des contraintes visqueuses $\boldsymbol{\sigma}_{EQ}$ et du vecteur flux thermique \mathbf{J}_{EQ} . Les expressions obtenues $\boldsymbol{\sigma}_B$ et \mathbf{J}_B sont détaillées dans (Colin, 2006).

Les équations de Navier-Stokes, QHD, QGD ou de Burnett ont toutes besoin d'être associées à des conditions aux limites de glissement de vitesse et de température afin de pouvoir décrire correctement le régime de glissement. Nous détaillons ces conditions aux limites dans la partie suivante.

La résolution des différentes équations décrivant le régime de glissement peut conduire à une solution analytique pour des écoulements isothermes et localement pleinement développés, considérés comme localement incompressibles (Aubert, 1999). La résolution de ces équations pour un écoulement gazeux entre deux plaques planes ainsi que dans un canal de section rectangulaire est montrée dans le paragraphe 2.1.4 du présent chapitre. Leur résolution tient compte de conditions aux limites de glissement à la paroi, détaillées ci-dessous.

Glissement de vitesse et saut de température

La notion de glissement à la paroi a initialement été proposée par Kundt et Warburg en 1875. Ils ont été les premiers à suggérer que la vitesse d'un gaz à la paroi était non nulle pour un écoulement raréfié à partir d'essais expérimentaux sur l'amplitude d'oscillation d'un disque dans un écoulement de gaz raréfié (Kennard, 1938).

Une explication simple du comportement d'un gaz à la surface d'un corps rigide a par la suite été proposée par Maxwell en 1878. Elle a permis la mise en évidence théorique de la vitesse de glissement conduisant à une première expression de cette vitesse sous la forme

$$u_{glis}|_{paroi} = u_{gaz} - u_{paroi} = \frac{2-\alpha}{\alpha} l \left[\frac{\partial u}{\partial n} - \frac{3}{2} \frac{\mu}{\rho T} \frac{\partial^2 T}{\partial s \partial n} \right]_{paroi} + \frac{3}{4} \left[\frac{\mu}{\rho T} \frac{\partial T}{\partial s} \right]_{paroi} \quad (2.14)$$

où s et n sont les directions tangentielle et perpendiculaire à la paroi, l le libre parcours moyen, u la composante tangentielle du vecteur vitesse et T la température. Maxwell a établi cette équation en considérant que la paroi est une surface au comportement intermédiaire entre celui d'une surface spéculaire (Figure 2.3-a) et d'une surface diffuse (Figure 2.3-b).

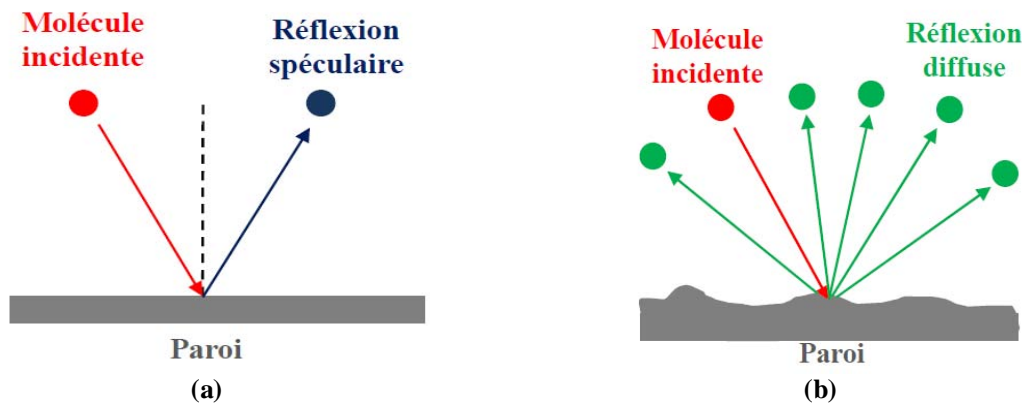


Figure 2.3 : Surface spéculaire (a) et surface diffuse (b)

Il a considéré que sur un ensemble de molécules incidentes à une paroi, une fraction α se réfléchit de façon diffuse alors que la fraction $(1-\alpha)$ se réfléchit de façon spéculaire (Figure 2.4). Le coefficient de réflexion de Maxwell α est appelé coefficient d'accommodation à la quantité de mouvement tangentielle (*Tangential Momentum Accommodation Coefficient* - TMAC). Il est égal à zéro si la réflexion est spéculaire. Il est égal à l'unité si la réflexion est diffuse.

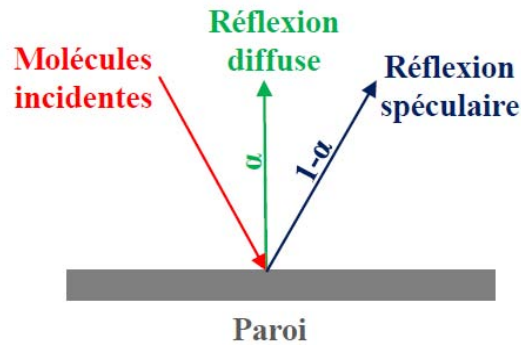


Figure 2.4 : Comportement des molécules proposé par Maxwell

Le TMAC prend des valeurs variables selon la rugosité des canaux, le gaz d'étude et éventuellement les conditions d'écoulement (température, régime d'écoulement, etc.). Une liste non exhaustive des différentes valeurs de TMAC proposées dans la littérature est donnée dans le Tableau 2.1.

Auteur, année	TMAC	Knudsen	Gaz d'étude
(Porodonov et al., 1974)	0,925 ± 0,014 0,927 ± 0,028 0,895 ± 0,004	-	-
(Chew et al., 1993)	0,94 – 1,04	-	-
(Arkilic, 1997)	0,81 – 0,96 0,7 - 1	-	N Ar
(Arkilic et al., 2001)	0,75 à 0,85	-	Ar, N, CO ₂
(Maurer et al., 2003)	0,87 ± 0,03 0,91 ± 0,03	0,06 à 0,8 0,002 à 0,6	N He
(Colin et al., 2004)	0,93		He, N
(Hsieh et al., 2004)	0,3 à 0,7	0,001 à 0,02	N
(Cooper et al., 2004)	0,52	-	Ar, N, O ₂
(Jang et al., 2006)	0,85	-	Air
(Ewart et al., 2007a)	0,908 ± 0,041 0,871 ± 0,017 0,914 ± 0,009	-	He Ar N
(Yamaguchi et al., 2011)	0,812 à 0,837 0,794 à 0,845	-	Ar N

Tableau 2.1 : Valeurs de TMAC proposées dans la littérature

Ces valeurs de TMAC ont pu être déterminées de deux manières :

- soit par des mesures de débit expérimental (par des méthodes qui sont présentées dans la section 2.2) qui, confrontées à un modèle en régime de glissement, permettent d'extraire le TMAC,
- soit par une modélisation en approche moléculaire qui, confrontée à un modèle continu ou de glissement, permet de déterminer le TMAC.

Dans les deux cas, la valeur du TMAC peut dépendre de plusieurs paramètres :

- si elle est extraite d'une mesure expérimentale, elle peut dépendre notamment du type des parois du canal. En effet, dans un canal rectangulaire obtenu par gravure dans du silicium, les parois internes peuvent avoir 3 types de surfaces différentes (fond, parois latérales et paroi supérieure). Le TMAC mesuré correspond alors à une valeur moyenne dans le canal. Sa mesure peut également dépendre de la nature du gaz utilisé.
- si le TMAC est obtenu à l'aide d'une modélisation, sa valeur dépendra du modèle choisi et des conditions aux limites associées. Il est donc difficile de dissocier modèle et coefficient d'accommodation. Par conséquent, il est important et urgent de réaliser des mesures locales dans les micro-écoulements gazeux afin de discuter les limites de validité des différents modèles en dissociant l'effet du modèle de celui de la valeur du TMAC. Ce point est détaillé dans ce travail de thèse.

Si l'on considère un écoulement isotherme (cas de notre étude), les gradients de température de l'Equation 2.20 s'annulent et la vitesse de glissement s'écrit alors

$$u_{glis}|_{paroi} = u_{gaz} - u_{paroi} = \frac{2-\alpha}{\alpha} l \left. \frac{\partial u}{\partial n} \right|_{paroi} \quad (2.15)$$

Différents auteurs ont proposé d'autres expressions de l'équation de glissement comme par exemple (Albertoni et al., 1963; Deissler, 1964; Hadjiconstantinou, 2003; Hsia et al., 1983; Mitsuya, 1993; Sreekanth, 1969), qui généralisent l'équation de Maxwell et prennent la forme générique suivante :

$$u_{glis}|_{paroi} = C_1 l \left. \frac{\partial u}{\partial n} \right|_{paroi} - C_2 l^2 \left. \frac{\partial^2 u}{\partial n^2} \right|_{paroi} \quad (2.16)$$

Cette dernière équation comprend un coefficient de glissement d'ordre 1 noté $C_1 = \beta \frac{2-\alpha}{\alpha}$ ainsi qu'un coefficient de glissement d'ordre 2 noté C_2 . L'introduction de ce coefficient de glissement d'ordre 2 a permis d'étendre la plage de validité du régime de glissement vers des nombres de Knudsen plus élevés ($Kn > 0,1$).

A travers des études théoriques et expérimentales, différents coefficients de glissement ont pu être proposés dans la littérature (Tableau 2.2). Ces coefficients ont été obtenus soit par des méthodes empiriques soit par des études théoriques en considérant une accommodation parfaite ($\alpha = 1$) à la paroi.

Auteur, année	C_1	C_2	Plage de Knudsen	Type d'étude
(Welander, 1954)	1,23	-	-	Théorique
(Willis, 1962)	1,142		-	Théorique
(Sreekanth, 1969)	1 1,1466 1,1466	0 0 0,14	0,007 – 0,03 0,03 – 0,13 0,13 – 0,237	Expérimentale – N ₂
(Porodonov et al., 1974)	1,416 1,332	-		Expérimental – He Expérimentale – Ar
(Maurer et al., 2003)	1,2 1,3	0,23 0,26	0,06 – 0,8 0,002 – 0,59	Expérimentale – He Expérimentale – N ₂
(Ewart et al., 2006)	1,49	0,408		Expérimentale – N ₂
(Ewart et al., 2007a)	1,052 1,147 1,066	0,148 0,294 0,231	0,009 – 0,309 0,003 – 0,302 0,003 – 0,291	Expérimentale – He Expérimentale – Ar Expérimentale – N ₂
(Maxwell, 1879)	1	0	-	Théorique
(Tsien et al., 1946)	1	$5\pi/12$	-	Théorique
(Chapman et al., 1952)	≈ 1	$\approx -0,5$	-	Théorique
(Albertoni et al., 1963)	1,1466	0	-	Théorique
(Deissler, 1964)	1	9/8	-	Théorique
(Cercignani et al., 1963)	1,1466	0,976	-	Théorique
(Hsia et al., 1983)	1	0,5	-	Théorique
(Mitsuya, 1993)	1	2/9	-	Théorique
(Hadjiconstantinou, 2003)	1,1466	0,647	-	Théorique
(Pitakarnop et al., 2010)	1,1466	-0,647	-	Théorique

Tableau 2.2 : Différentes valeurs des coefficients de glissement proposées dans la littérature pour une accommodation parfaite

En parcourant ce tableau, nous observons que malgré un accord sur l'expression générale de la vitesse de glissement (2.16), les valeurs du coefficient de glissement C_2 varient d'un auteur à l'autre.

D'autres formulations de la vitesse de glissement ont été proposées dans la littérature et rapportées par Pitakarnop (Pitakarnop, 2009). Ainsi, Beskok et Karniadakis (Beskok et al., 1999) ont proposé une expression de la vitesse de glissement, sous une forme adimensionnelle n'impliquant qu'une dérivée première $\partial u / \partial n$:

$$u_{glis}^* \Big|_{paroi} = \frac{2 - \alpha}{\alpha} \frac{Kn}{1 - B(Kn)Kn} \frac{\partial u^*}{\partial n^*} \Big|_{paroi} \quad (2.17)$$

Dans cette équation, $B(Kn)$ est un coefficient déterminé empiriquement, à l'aide de l'équation de Boltzmann linéarisée ou de la simulation directe de Monte Carlo (DSMC).

Jie et al. ont proposé une autre expression adimensionnelle de la vitesse de glissement (Jie et al., 2000):

$$u_{glis}^* \Big|_{paroi} = \frac{2-\alpha}{\alpha} \left[Kn \frac{\partial u^*}{\partial n^*} \Big|_{paroi} + \frac{Kn}{2} \left(Re \frac{\partial p^*}{\partial s^*} \right)_{paroi} \right] \quad (2.18)$$

Cette équation permet, a priori, une meilleure stabilité numérique par rapport au modèle proposé par Beskok et Karniadakis.

Sharipov et Kalempa (Sharipov et al., 2003) ont proposé une méthode de calcul de la vitesse de glissement basée sur le modèle de McCormack permettant de calculer le coefficient de glissement pour un mélange de gaz monoatomiques. L'expression de la vitesse de glissement s'écrit :

$$u_{glis}^* \Big|_{paroi} = C_p \frac{\mu \xi}{p} \frac{\partial u}{\partial n} \Big|_{paroi} \quad (2.19)$$

où $\xi = (2 k_B T/m)^{0.5}$ est la vitesse moléculaire, k_B la constante de Boltzmann, m la masse de la molécule gaz et C_p le coefficient de glissement visqueux. Pour $C_p = \sqrt{\pi} (2-\alpha)/(2\alpha)$, on retrouve l'équation de Maxwell (Equation 2.15) établie pour un écoulement isotherme. Les valeurs de C_p obtenues ont été comparées avec des résultats d'Ivchenko et al. (Ivchenko et al., 1997). Un bon accord a été observé entre les résultats des deux méthodes.

Plus récemment, Cercignani et Lorenzini (Cercignani et al., 2010) ont proposé un modèle analytique pour la détermination des coefficients de glissement de premier et second ordres. D'autres auteurs comme Roy et Chakraborty (Roy et al., 2007) ont préféré remplacer les conditions aux limites de glissement par une expression de viscosité efficace. Ils ont intégré dans leur modèle continu une viscosité et une conductivité thermique variables en proche paroi et ont ensuite essayé de résoudre les équations de bilan de quantité de mouvement et de conservation de l'énergie. Les expressions analytiques de profils de vitesse et de température obtenues ont permis d'observer l'importante influence de la variation (fictive ?) de viscosité et de conductivité thermique en proche paroi sur l'écoulement du fluide et les caractéristiques de transfert thermique le long du canal.

2.1.2. Régimes plus raréfiés : transition et moléculaire libre

Pour des nombres de Knudsen supérieurs à l'unité, ni les équations de Navier-Stokes ni les équations QHD, QGD ou de Burnett ne sont valides. L'équation de Boltzmann doit alors être traitée par des approches numériques comme la simulation directe de Monte Carlo (DSMC) ou la méthode de Boltzmann en réseau (ou *Lattice Boltzmann Method* – LBM). Dans leur publication en 1998, Sharipov et Selenev (Sharipov et al., 1998) ont décrit les différentes méthodes possibles de résolution numérique de l'équation de Boltzmann en présentant leurs conditions de validité.

Développée par Bird (Bird, 1978), la DSMC est basée sur la résolution de l'équation de Boltzmann. Elle suppose le gaz dilué et que chaque molécule simulée représente un grand nombre de molécules réelles. Elle a initialement été appliquée pour la simulation d'écoulements raréfiés à basse pression (Colin, 2006). Elle est actuellement utilisée pour des applications microfluidiques (Chen et al., 1998; Stefanov et al., 1994; Wang et al., 2004; Wu et al., 2001).

La LBM s'est montrée efficace pour la simulation d'écoulements en microsystèmes (Karniadakis et al., 2002), spécialement dans des géométries complexes. Une description détaillée de la LBM a été proposée par Chen et Doolen (Chen et al., 1998). Des résultats numériques obtenus par Lim et al. (Lim et al., 2002) ont été confrontés avec succès à des données analytiques et expérimentales obtenues pour un micro-écoulement 2D isotherme généré par un gradient de pression.

2.1.3. Calcul analytique de vitesse et de débit

a. Ecoulement entre 2 plaques parallèles

On considère un écoulement de gaz parfait entre deux plaques parallèles de largeur $2b$ très grande par rapport à sa profondeur $2h$ (Figure 2.5), de sorte que la distribution de vitesse selon x peut être supposée uniforme.. L'écoulement est supposé stationnaire, isotherme et localement développé.

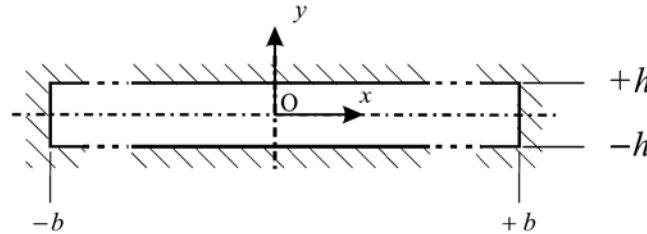


Figure 2.5 : Géométrie d'un canal plan limité par deux plaques parallèles

L'équation de bilan de quantité de mouvement s'écrit alors

$$\frac{d^2 u_z}{dy^2} = \frac{1}{\mu} \frac{dp}{dz}. \quad (2.20)$$

Pour un écoulement glissant, la condition aux limites sur la paroi d'équation $y = h$ s'écrit au second ordre sous la forme générale :

$$u_z|_{y=h} = -\beta \frac{2-\alpha}{\alpha} l \left. \frac{du_z}{dy} \right|_{y=h} - C_2 l^2 \left. \frac{d^2 u_z}{dy^2} \right|_{y=h}. \quad (2.21)$$

La condition aux limites sur l'axe de symétrie ($y = 0$) s'écrit :

$$\left. \frac{du_z}{dy} \right|_{y=0} = 0. \quad (2.22)$$

L'application des conditions aux limites précédentes (2.21-22) nous donne l'expression suivante pour la vitesse de glissement :

$$u_z = -\frac{h^2}{2\mu} \frac{dp}{dz} \left(\frac{y^2}{h^2} - 1 - 2C_1 \frac{l}{h} - 2C_2 \frac{l^2}{h^2} \right). \quad (2.23)$$

Cette équation peut être exprimée en fonction du nombre de Knudsen. Ce dernier s'exprimant en fonction du diamètre hydraulique D_h s'écrit

$$Kn = \frac{l}{D_h} = \frac{l}{4h}. \quad (2.24)$$

La vitesse s'écrit alors

$$u_z = -\frac{h^2}{2\mu} \frac{dp}{dz} \left(1 - \frac{y^2}{h^2} + 8C_1 Kn + 32C_2 Kn^2 \right). \quad (2.25)$$

La vitesse moyenne calculée par $\bar{u} = \frac{1}{2h} \int_{-h}^h u_z dy$ s'écrit

$$\bar{u} = -\frac{h^2}{2\mu} \frac{dp}{dz} \left(\frac{2}{3} + 8C_1 Kn + 32C_2 Kn^2 \right). \quad (2.26)$$

Le débit volumique est alors exprimé par

$$Q = -\frac{2bh^3}{\mu} \frac{dp}{dz} \left(\frac{2}{3} + 8C_1 Kn + 32C_2 Kn^2 \right). \quad (2.27)$$

Le débit massique s'écrit donc

$$\dot{m} = -\frac{2bh^3}{\mu} \frac{p}{RT} \frac{dp}{dz} \left(\frac{2}{3} + 8C_1 Kn + 32C_2 Kn^2 \right). \quad (2.28)$$

En écoulement isotherme permanent, le produit $Kn p$ est constant ce qui nous permet d'écrire $Kn_e p_e = Kn_s p_s$ en notant par l'indice e et s respectivement l'entrée et la sortie du canal de longueur L . Nous avons alors

$$\int_0^L \dot{m} dx = -\frac{2bh^3}{\mu} \frac{1}{RT} \int_{p_e}^{p_s} \left(\frac{2}{3} p + 8C_1 Kn p + 32C_2 Kn^2 p \right) dp \quad (2.29)$$

Le débit massique traversant le canal s'écrit alors

$$\dot{m} = \frac{2bh^3}{\mu L} \frac{p_s^2}{RT} \left(\frac{\Pi^2 - 1}{3} + 8C_1 Kn_s (\Pi - 1) + 32C_2 Kn_s^2 \ln \Pi \right) \quad (2.30)$$

avec $\Pi = p_e / p_s$.

En adimensionnalisant la vitesse par $u_o = -\frac{h^2}{2\mu} \frac{dp}{dz}$, qui représente la vitesse sur le plan de symétrie de la section (en $y=0$) pour un écoulement sans glissement, la distribution de vitesse et la vitesse moyenne s'écrivent respectivement

$$u^* = 1 - \frac{y^2}{h^2} + 8C_1Kn + 32C_2Kn^2 \quad (2.31)$$

$$\bar{u}^* = \frac{2}{3} + 8C_1Kn + 32C_2Kn^2 \quad (2.32)$$

Le débit massique, adimensionné par le débit massique de l'écoulement sans glissement

$$\begin{aligned} \dot{m}_{nonglis} &= \frac{2bh^3}{\mu L} \frac{p_s^2}{RT} \left(\frac{\Pi^2 - 1}{3} \right) \text{ s'écrit} \\ \dot{m}^* &= 1 + 24C_1 \frac{Kn_s}{(\Pi + 1)} + 96C_2Kn_s^2 \frac{\ln \Pi}{(\Pi^2 - 1)}. \end{aligned} \quad (2.33)$$

b. Ecoulement dans un canal de section rectangulaire

Nous considérons maintenant un écoulement gazeux dans un canal rectangulaire de largeur $2b$, de profondeur $2h$ et de longueur L (Figure 2.6).

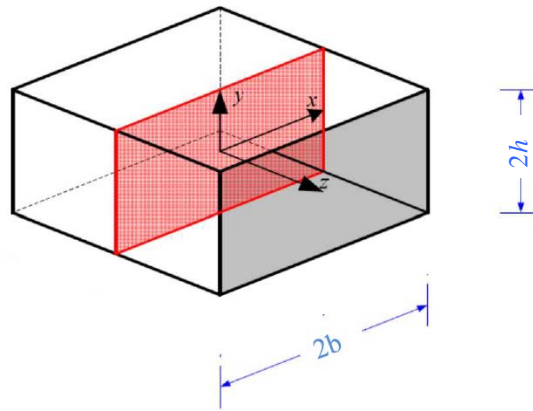


Figure 2.6 : Géométrie d'un canal de section rectangulaire

L'équation de bilan de quantité de mouvement s'écrit :

$$\frac{\partial^2 u_z}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 u_z}{\partial x^2} = \frac{1}{\mu} \frac{dp}{dz} \quad (2.34)$$

Les conditions aux limites de glissement s'écrivent :

$$u_z \Big|_{x=\pm b} = \mp C_1 l \frac{\partial u_z}{\partial x} \Big|_{x=\pm b} - C_2 l^2 \left(\frac{\partial^2 u_z}{\partial x^2} + \frac{1}{2} \frac{\partial^2 u_z}{\partial y^2} \right) \Big|_{x=\pm b} \quad (2.35)$$

$$u_z \Big|_{y=\pm h} = \mp C_1 l \frac{\partial u_z}{\partial y} \Big|_{y=\pm h} - C_2 l^2 \left(\frac{\partial^2 u_z}{\partial y^2} + \frac{1}{2} \frac{\partial^2 u_z}{\partial x^2} \right) \Big|_{y=\pm h}$$

Des expressions de la vitesse et du débit ont été proposées par Aubert en 1999 (Aubert, 1999). Ces expressions ont été établies à partir d'une méthode de calcul semi-analytique s'inspirant du raisonnement d'Ebert et Sparrow mais avec un développement de la vitesse adapté à des conditions aux limites de second ordre sous forme d'une double série de Fourier. L'équation générique de la vitesse s'écrit alors

$$u_z = -\frac{h^2}{\mu L} \frac{dp}{dz^*} \sum_{i,j=1}^{\infty} \times \left[\begin{aligned} & \left[\frac{1}{(\varphi_i^2 + \psi_j^2)} \left[\frac{4 \sin\left(\frac{\varphi_i}{a^*}\right) \sin(\psi_j)}{\varphi_i \psi_j} + 4 \frac{C_2}{C_1} Kn' \cos(\psi_j) \frac{\sin\left(\frac{\varphi_i}{a^*}\right)}{\varphi_i} + 4 \frac{C_2}{C_1} Kn' \cos\left(\frac{\varphi_i}{a^*}\right) \frac{\sin(\psi_j)}{\psi_j} \right] \right. \\ & \left. \left[\left(\frac{1}{a^*} + \frac{\cos\left(\frac{\varphi_i}{a^*}\right) \sin\left(\frac{\varphi_i}{a^*}\right)}{\varphi_i} \right) \left(1 + \frac{\cos(\psi_j) \sin(\psi_j)}{\psi_j} \right) + 2 \frac{C_2}{C_1} Kn' \cos^2(\psi_j) \left(\frac{1}{a^*} + \frac{\cos\left(\frac{\varphi_i}{a^*}\right) \sin\left(\frac{\varphi_i}{a^*}\right)}{\varphi_i} \right) \right]^{-1} \right. \\ & \left. + 2 \frac{C_2}{C_1} Kn' \cos^2\left(\frac{\varphi_i}{a^*}\right) \left(1 + \frac{\cos(\psi_j) \sin(\psi_j)}{\psi_j} \right) \right] \\ & \times \cos\left(\varphi_i \frac{x}{h}\right) \cos\left(\psi_j \frac{y}{h}\right) \end{aligned} \right] + 2C_2 Kn'^2. \quad (2.36)$$

où $a^* = h/b$ est le rapport de forme de la section et $Kn' = l/(2h)$ est une autre expression du nombre de Knudsen telle que $2Kn = Kn'(1 + a^*)$.

Les racines φ_i et ψ_j sont déterminées à l'aide de la résolution numérique des équations transcendentes

$$\begin{aligned} 1 - 2Kn' C_1 \psi_j \tan(\psi_j) - 2C_2 Kn'^2 C_2 \psi_j^2 &= 0 \\ 1 - 2Kn' C_1 \varphi_i \tan\left(\frac{\varphi_i}{a^*}\right) - 2C_2 Kn'^2 C_2 \varphi_i^2 &= 0. \end{aligned} \quad (2.37)$$

Le débit massique à travers la section défini par $\dot{m} = \iint \rho u_z dx dy$ s'écrit

$$\dot{m} = -\frac{4\rho h^4}{a^* \mu L} \frac{dp}{dz^*} \sum_{i,j=1}^{\infty} \times \left[\begin{aligned} & \left[\frac{1}{(\varphi_i^2 + \psi_j^2)} \left[\frac{4 \sin\left(\frac{\varphi_i}{a^*}\right) \sin(\psi_j)}{\varphi_i \psi_j} + 4 \frac{C_2}{C_1} Kn' \cos(\psi_j) \frac{\sin\left(\frac{\varphi_i}{a^*}\right)}{\varphi_i} + 4 \frac{C_2}{C_1} Kn' \cos\left(\frac{\varphi_i}{a^*}\right) \frac{\sin(\psi_j)}{\psi_j} \right] \right. \\ & \left. \left[\left(\frac{1}{a^*} + \frac{\cos\left(\frac{\varphi_i}{a^*}\right) \sin\left(\frac{\varphi_i}{a^*}\right)}{\varphi_i} \right) \left(1 + \frac{\cos(\psi_j) \sin(\psi_j)}{\psi_j} \right) + 2 \frac{C_2}{C_1} Kn' \cos^2(\psi_j) \left(\frac{1}{a^*} + \frac{\cos\left(\frac{\varphi_i}{a^*}\right) \sin\left(\frac{\varphi_i}{a^*}\right)}{\varphi_i} \right) \right]^{-1} \right. \\ & \left. + 2 \frac{C_2}{C_1} Kn' \cos^2\left(\frac{\varphi_i}{a^*}\right) \left(1 + \frac{\cos(\psi_j) \sin(\psi_j)}{\psi_j} \right) \right] \\ & \times \frac{a \sin\left(\frac{\varphi_i}{a^*}\right) \sin(\psi_j) \sin(\psi_j)}{\varphi_i \psi_j} \end{aligned} \right] + 2C_2 Kn'^2. \quad (2.38)$$

Le débit massique peut être exprimé en fonction des pressions p_e et p_s à l'entrée et à la sortie du canal. L'équation (2.38) doit alors être intégrée le long du canal. En utilisant une fonction d'approximation polynomiale $a_1 + a_2 Kn' + a_3 Kn'^2$ pour remplacer le terme entre accolades, la nouvelle expression du débit s'écrit

$$\dot{m} = \frac{4h^4}{a^* \mu L} \frac{p_s^2}{RT} \left(\frac{a_1 (\Pi^2 - 1)}{2} + a_2 Kn_s (\Pi - 1) + a_3 Kn_s^2 \ln \Pi \right) \quad (2.39)$$

où a_1 , a_2 et a_3 sont des coefficients qui dépendent du rapport de forme et des coefficients de glissement. Les valeurs des coefficients a_i sont tabulées dans (Aubert et al., 2001) et sous forme plus détaillée dans (Colin, 2006).

Pour conclure, nous avons présenté les différents régimes d'écoulements dans les microsystèmes gazeux ainsi que les principaux modèles théoriques associés. Une attention particulière a été portée au régime de glissement, régime le plus souvent rencontré en micro-écoulements gazeux. Ce régime peut être décrit par les équations de Navier-Stokes associées à des conditions aux limites du premier ou du second ordre en Kn . Ces conditions aux limites prennent en compte des coefficients de glissement dont la valeur peut différer d'un auteur à un autre. Dépendant à la fois des conditions expérimentales et du modèle théorique choisi, la détermination par l'expérience de ces coefficients demeure délicate et conduit dans la littérature à des conclusions non tranchées. Il y a par conséquent un besoin crucial de mesures locales dans les micro-écoulements gazeux afin de discuter de la précision et des limites d'applicabilité des différents modèles théoriques proposés dans la littérature. Une mesure locale de la vitesse devrait permettre de dissocier le rôle joué par le modèle théorique lui-même et le coefficient d'accommodation à la quantité de mouvement, grâce à un relevé direct du glissement à la paroi.

Différentes techniques expérimentales ont été proposées dans la littérature afin d'étudier les micro-écoulements gazeux. Nous les présentons dans la partie suivante du chapitre.

2.2. Analyse expérimentale

Pour une étude expérimentale des micro-écoulements gazeux, les grandeurs physiques mesurables sont les débits (mesures globales), la pression et la température en un point (mesures locales) ou les distributions de vitesse, de pression et de température (mesures de champ).

Chaque type de mesure (globale, locale et mesure de champ) est détaillé dans les paragraphes suivants.

2.2.1. Mesures globales : mesure de débit

La mesure de débit peut se faire à l'aide de débitmètres commerciaux ou par des techniques expérimentales spécifiques développées en laboratoire.

a. Débitmètres commerciaux

Les premières mesures de débits de micro-écoulements gazeux à l'aide de débitmètres commerciaux ont été réalisées par Sreekanth (Sreekanth, 1969) pour un écoulement d'azote dans des tubes longs de section circulaire de diamètre intérieur 50 mm et de longueurs variant de 0,24 à 0,76 m. La plage de Knudsen investiguée allait de 0,24 à 0,007. La comparaison de ses mesures avec des calculs analytiques a suggéré que les capteurs étaient précis pour des débits correspondant à des nombres de Knudsen inférieurs à 0,13. Pour des régimes plus raréfiés, les mesures obtenues devenaient a priori moins précises.

Deux catégories de débitmètres commerciaux sont disponibles sur le marché : les débitmètres « thermiques » et les débitmètres dits « non thermiques ».

Les **capteurs thermiques** (*thermal flow sensors*) sont les plus utilisés pour la mesure de débit gazeux. L'apparition de ces capteurs remonte à 1914, lorsque L.V King a établi la loi qui porte son nom et a montré comment un fil chaud immergé dans un fluide en écoulement peut renseigner sur le débit en un point de l'écoulement. Cependant, l'utilisation de ce type de débitmètre ne s'est réellement répandue qu'au début des années 70. Ce type de capteurs est particulièrement adapté aux mesures de débit dans les écoulements gazeux.

Comme leur nom l'indique, le principe de ces capteurs se base sur l'exploitation des transferts de chaleur dans l'écoulement de fluide. Ils sont généralement équipés de 2 sondes de température et d'un élément chauffant (Figure 2.7).

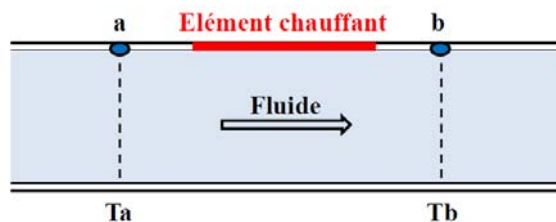


Figure 2.7 : Débitmètre massique thermique

Un fluide circulant dans une zone chauffée retire une quantité de chaleur de cette zone. La puissance de chauffage est maintenue constante. Les températures initiale et finale du fluide en déplacement sont mesurées à l'aide de deux sondes de température. Le débit massique est proportionnel à la différence de température entre celle de l'élément chauffant et celle du fluide pendant son mouvement.

Les **capteurs non thermiques** (*non-thermal flow sensors*) se différencient par leur principe de fonctionnement mécanique. Différents types de débitmètres non thermiques sont disponibles sur le marché (débitmètre à effet Coriolis, jauges capacitatives et piézorésistives, ...). Les débitmètres à effet Coriolis (Figure 2.8) sont les plus souvent utilisés. Leur mesure de débit repose sur la force de Coriolis. Elle est générée lorsqu'une masse est simultanément soumise à un mouvement de rotation et de translation.



Figure 2.8 : Exemple d'un débitmètre à effet Coriolis de très grandes dimensions

Le débitmètre utilise comme capteur un tube en U libre de tourner autour d'un axe. Un champ électromagnétique met le tube en vibration à une fréquence donnée. Lorsqu'un fluide circule dans ce tube en vibration, la rotation le soumet à une force de Coriolis qui communique un couple au tube. L'analyse de la vibration de rotation du tube permet de remonter au débit massique.

Des débitmètres Coriolis de marque Bronkhorst permettent de mesurer des débits très variés allant de 28×10^{-9} à $1,39 \times 10^{-6}$ kg/s jusqu'à $3,33 \times 10^{-3}$ à $0,16$ kg/s. Des débitmètres Coriolis de la marque Brooks permettent de mesurer des débits massiques de l'ordre de 139×10^{-9} kg/S.

Dans sa thèse, Arkilic (Arkilic, 1997) a testé les débitmètres commerciaux disponibles en 1994 et les a jugés fiables pour des débits allant de 10^{-6} à 10^{-9} mol/s.

Aujourd'hui les débitmètres basse pression permettent d'atteindre des plages de débit allant de $4 \cdot 10^{-13}$ mol/s à 10^{-6} mol/s (Jousten et al., 2002).

Ces débitmètres ont cependant un coût d'achat un peu cher et sont de plus peu précis pour des mesures dans les micro-canaux. Ceci a poussé les chercheurs à développer des techniques expérimentales spécifiques pour la mesure de débit massique des micro-écoulements gazeux. Nous les détaillons dans la section suivante.

b. Débitmètres de laboratoire

Pour une étude précise des micro-écoulements gazeux, différentes techniques expérimentales ont été développées en laboratoire pour la mesure des faibles débits. Ces techniques se basent sur l'équation d'état d'un gaz parfait $m = pV/RT$ pour calculer le débit massique traversant un micro-système à partir de la variation au cours du temps de la masse de gaz contenue dans un réservoir de volume V connecté à l'amont ou à l'aval de ce micro-système. Ce débit prend ainsi la forme :

$$\dot{m} = \frac{1}{RT} \left(p \frac{dV}{dt} + V \frac{dp}{dt} - \frac{pV}{T} \frac{dT}{dt} \right) \quad (2.40)$$

où p et T sont est la pression et la température dans le réservoir, et R la constante spécifique du gaz supposé parfait. Le dernier terme dT/dt s'annule pour les mesures où une bonne régulation thermique est garantie.

A partir de l'équation (2.40), trois méthodes expérimentales ont pu être développées :

- la méthode par suivi de goutte,
- la méthode à pression constante,
- et la méthode à volume constant.

Méthode par suivi de goutte

Cette technique consiste à mesurer le débit volumique d'un gaz en suivant les ménisques d'une goutte de liquide à l'aide d'un microscope (Harley et al., 1995; Maurer et al., 2003) ou d'un système de capteurs optoélectroniques (Colin et al., 2004; Ewart et al., 2006; Lalonde, 2001; Pitakarnnop et al., 2010) : une goutte est introduite dans une pipette étalon puis poussée par le gaz en écoulement. Le débit est déterminé par la mesure de la vitesse de déplacement de cette goutte, à partir des instants de passage des fronts de la goutte devant les capteurs optoélectroniques.

Une double mesure de débit peut être réalisée en connectant deux pipettes à l'amont et à l'aval du microsysteme (Figure 2.9) (Lalonde, 2001; Pitakarnnop et al., 2010).

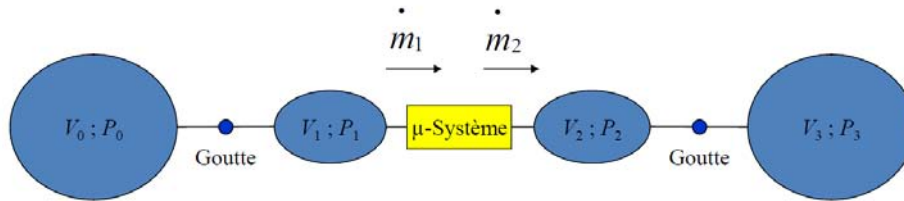


Figure 2.9 : Schéma de la méthode de mesure de débit par suivi de goutte de liquide

La complexité de la technique est liée au fait que 4 volumes de gaz (en bleu sur la Figure 2.9) sont à prendre en compte. Les débits massiques \dot{m}_1 à l'amont et \dot{m}_2 à l'aval du microsysteme (μ -Systeme) s'écrivent

$$\dot{m}_1 = \frac{Q_1}{RT} \left\{ p_{1\text{init}} + (p_{1\text{init}} + \delta p) \frac{V_{1\text{init}} + \Delta V_1}{V_{0\text{init}} - \Delta V_1} \right\} \quad (2.41)$$

$$\dot{m}_2 = \frac{Q_2}{RT} \left\{ p_{2\text{init}} + (p_{2\text{init}} - \delta p) \frac{V_{2\text{init}} + \Delta V_2}{V_{3\text{init}} - \Delta V_2} \right\} \quad (2.42)$$

où Q_1 , Q_2 , p_1 et p_2 sont respectivement les débits volumiques et les pressions à l'amont et à l'aval du microsysteme, V_1 et V_2 les volumes entre la goutte et le microsysteme, V_0 le volume du réservoir et de la connectique en amont de la goutte, V_3 le volume du réservoir et de la connectique en aval de la goutte, ΔV_1 la variation durant la mesure du volume entre la goutte amont et le microsysteme, ΔV_2 la variation de volume entre la goutte aval et le microsysteme et finalement δP le saut de pression au passage des gouttes amont et aval due aux tensions superficielles et aux frottements à la paroi. Dans les équations (2.41-42), l'état initial est noté

init. La comparaison des deux débits amont et aval permet de détecter toute fuite ou anomalie dans la mesure ou le traitement de celle-ci.

La technique de déplacement de goutte permet la mesure d'un débit minimal de 10^{-10} kg/s (Morini et al., 2011). Il est cependant possible de mesurer un débit plus faible dans un microcanal en connectant plusieurs micro-canaux identiques en parallèle. Shih et al. (Shih et al., 1996) ont pu mesurer un débit massique de l'ordre de 10^{-12} kg/s pour un écoulement d'hélium en micro-canaux. Le même ordre de grandeur a été obtenu par Ewart et al. (Ewart et al., 2006) pour un écoulement d'azote. Celata et al. (Celata et al., 2007) ont calculé un débit de 10^{-8} kg/s pour un écoulement d'hélium alors que Colin et al. (Colin et al., 2004) ont mesuré un débit minimal de l'ordre de 10^{-13} kg/s pour le même type de gaz.

Les points faibles de cette technique sont :

- le comportement de l'interface très sensible à l'état de surface de la pipette et qui est sujette à des à-coups (phénomène de stick-slip),
- la difficulté de mesurer précisément le diamètre de la pipette,
- la difficulté de mesurer précisément tous les volumes de gaz qui dépendent d'ailleurs de la position de la bulle.

Méthode de mesure à pression constante

Cette méthode de mesure indirecte de débit consiste à déduire la valeur de débit massique à partir d'une variation du volume du réservoir amont (ou aval) dans lequel le gaz est maintenu à pression constante. Cette technique est difficile à mettre en œuvre car elle nécessite l'utilisation d'un piston ou d'une membrane permettant de faire varier et de contrôler le volume tout en maintenant la pression constante (Jousten et al., 2002). Les débits mesurés par cette technique sont autour de 10^{-10} mol/s.

Méthode de mesure à volume constant

Cette méthode de mesure du débit massique est également indirecte. Elle consiste à mesurer une variation de pression dans un ou deux réservoirs connectés à l'amont et/ou à l'aval d'un microsystème et d'en déduire le débit massique \dot{m} . Cette technique est plus facile à mettre en œuvre. Elle ne nécessite que la mesure précise de la variation de pression dans un réservoir fermé. Le calcul de débit par cette méthode nécessite cependant une excellente stabilité thermique. Pour cette raison, des systèmes de régulation de température sont généralement intégrés dans les bancs expérimentaux pour la mesure de débit par variation de pression à volume constant (Pitakarnnop et al., 2010).

Le grand avantage de la technique du volume constant par rapport à celle du suivi de déplacement de goutte est la possibilité de balayer une plus large gamme de pression, allant jusqu'à des pressions basses souvent utiles pour analyser le régime de transition.

Un banc d'essai original a été développé par Pitakarnnop (Pitakarnnop, 2009) dans son travail de thèse. Il permet la mise en œuvre de deux techniques de mesure de débit : la méthode de déplacement de goutte et celle de variation de pression à volume constant. Ce banc expérimental est de plus thermiquement isolé, garantissant ainsi une bonne stabilité thermique pendant la durée de l'essai. Il a permis la mesure d'un débit minimal de $7,1 \cdot 10^{-14}$ kg/s (Pitakarnnop et al., 2010). Arkilic et al. (Arkilic et al., 2001) ont quant à eux mesuré un débit de l'ordre de 10^{-11} kg/s alors que Ewart et al. (Ewart et al., 2007b) ont pu mesurer un débit de 10^{-13} kg/s.

La technique de mesure de débit par variation de pression à volume constant a été largement utilisée pour des écoulements de différents gaz en microcanaux cylindriques de section rectangulaire ou trapézoïdale (Arkilic, 1997; Arkilic et al., 2001; Colin et al., 2004; Ewart, 2007; Harley et al., 1995; Maurer et al., 2003; Pong et al., 1994) et circulaire (Ewart, 2007; Ewart et al., 2006; Ewart et al., 2007b; Lalonde et al., 2001; Perrier et al., 2011; Porodonov et al., 1974; Tison, 1993).

Le Tableau 2.3 présente différentes valeurs de débits relevées dans la littérature ainsi que la technique de mesure utilisée pour les déterminer :

Auteur, année	Débit minimum	Gaz	Technique de mesure	Plage de Kn_s
(Shih et al., 1996)	10^{-12} kg/s	N	Suivi de goutte	
(Arkilic et al., 1997)	10^{-12} kg/s	He	Volume constant	
(Arkilic et al., 2001)	10^{-11} kg/s	N, Ar, CO ₂	Volume constant	
(Jousten et al., 2002)	10^{-10} mol/s		Pression constante	
(Hsieh et al., 2004)	10^{-6} kg/s	N	Volume constant	0,001 – 0,02
(Ewart et al., 2006)	10^{-12} kg/s	N	Volume constant	0,0086 – 0,871
(Celata et al., 2007)	10^{-8} kg/s	He	Suivi de goutte	
(Ewart et al., 2007a)	10^{-13} kg/s		Volume constant	
(Pitakarnnop, 2009)	$7,1 \cdot 10^{-14}$ kg/s		Volume constant	
(Pitakarnnop et al., 2010)	$2,5 \cdot 10^{-12}$ kg/s	Ar	Volume constant	0,02 – 0,034
	$2,66 \cdot 10^{-13}$ kg/s			0,26 – 0,5
	$5,8 \cdot 10^{-13}$ kg/s	He		0,057 – 0,095
	$7,78 \cdot 10^{-14}$ kg/s			0,73 – 1,4
(Perrier et al., 2011)	10^{-13} kg/s	Xe, Ar, He, N	Volume constant	0,003 – 30

Tableau 2.3 : Différentes valeurs minimales de débits massiques relevées dans la littérature

2.2.2. Mesures locales : pression et température

Ces mesures locales sont des mesures ponctuelles (de pression ou de température) obtenues par des capteurs intégrés dans la cellule d'étude. Elles permettent de compléter l'information fournie par les mesures globales de débit.

a. Mesure de pression

La mesure locale de la pression est problématique dans les microcanaux. En effet, l'intégration de capteurs le long du canal représente un challenge vu les petites dimensions requises. Pour garantir des mesures précises, des capteurs peuvent être intégrés le long du canal pendant le processus de fabrication de ce dernier (Bavière et al., 2004a). Des difficultés de micro-fabrication et d'assemblage peuvent cependant être problématiques pour des applications où le besoin en étanchéité est crucial (domaine du vide par exemple).

Des capteurs de pression commerciaux permettent la mesure de pression à l'entrée et à la sortie du canal, assemblés via des chambres de volume important par rapport à celui du canal, à l'aide d'un montage garantissant l'étanchéité de l'ensemble. Les changements de section de

passage peuvent cependant créer des pertes de charge au niveau des connexions. Par conséquent, la pression mesurée n'est plus exactement celle à l'entrée/sortie du canal (Morini et al., 2012).

Le Tableau 2.4 donne un aperçu non exhaustif de dimensions de microcanaux ainsi que les gammes de pression mesurées à l'entrée/ sortie ou le long du canal.

Références	Gaz utilisé	Dimensions de la section du canal ; diamètre hydraulique	Gamme de pression mesurée
Hsieh et al. 2004	N ₂	50×200 μm ² ; D _h = 80 μm	p _{in} = 2.7 à 64 kPa p _{out} = 0.68 à 13.2 kPa
Jang and Wereley 2004	Air	8,1×8,1 mm ²	p _{out} = 98650 Pa
Turner et al. 2004	N ₂ , He	L= 300 mm; l=1mm, H= 2,3 à 50 μm; D _h = 5 à 9,6 μm	p _{in} = 300 à 600 kPa p _{out} = p _{atm}
Zohar et al. 2002	N ₂ , He, Ar	H= 0,53 à 0,97 μm	Δp = 100 à 400 kPa
Demsis et al. 2009	N ₂	L= 0,96 m ; D _{int} = 25 mm ; D _{ext} = 30 mm	p = 1 Pa à 10 kPa

Tableau 2.4 : Microcanaux et pressions mesurées à l'entrée/sortie et le long de microcanaux

Kohl et al. (Kohl et al., 2005) ont proposé une nouvelle technique optique de mesure de pression le long du canal : l'intégration, dans une structure MEMS, de capteurs de pression gravés sur des membranes en silicium. Ces capteurs mesurent la variation de la pression statique le long du micro-canal. Un faisceau laser est dirigé vers la membrane. Pour une membrane à surface spéculaire, la lumière est réfléchiée avec le même angle d'incidence (Figure 2.10 (a)). Sous l'effet d'une déformation de la surface de la membrane (Figure 2.10 (b)), un changement de l'angle de réflexion est observé. La déflexion de la lumière réfléchiée est mesurée par un capteur optique (photodiode) calibré par des mesures de pression de référence.



Figure 2.10 : Déflexion de la membrane (a) sans et (b) avec application de pression (Kohl et al., 2005)

L'utilisation de ces capteurs a été validée pour la mesure de pression statique le long d'un microcanal. L'incertitude de mesure relevée est de l'ordre de $\pm 2,4$ à 13,3 %. Ces capteurs ont l'avantage de pouvoir être facilement intégrés dans des structures MEMS. De plus, leur sensibilité peut être ajustée après l'étape de fabrication, permettant ainsi une mesure précise de la pression. Néanmoins, certains points faibles ont été relevés par Kohl et al. : le besoin d'un système optique très précis pour capter de faibles déformations de la membrane, le coût élevé de la plateforme expérimentale (laser, système de détection, système de

positionnement...), la limitation de la plage de mesure par la résistance mécanique du matériau, etc.

b. Mesure de température

L'introduction de capteurs de température dans les microcanaux est également problématique. En effet, elle peut induire une perturbation non négligeable de l'écoulement. De plus, le capteur ne mesure pas la température du gaz mais plutôt celle de la paroi constituée par la surface sensible du capteur, laquelle est a priori différente en régime raréfié. Différents moyens de mesure de température sont possibles : les sondes à résistance *RTD* (*Resistance Temperature Detector*), les thermocouples en film mince *TFTC* (*Thin Film Thermocouples*) ainsi que les sondes semi-conductrices.

Sondes RTD ou thermomètres à résistance: ces sondes sont faciles à mettre en œuvre, ont une grande exactitude de mesure, et sont largement utilisées en micro-technologies. Elles exploitent le fait que la résistance électrique du matériau sensible varie selon la température.

Différents matériaux peuvent être utilisés (or, cuivre, tungstène, argent, nickel) pour l'élément sensible de la sonde (Tableau 2.5). Le platine est le plus souvent utilisé. La sonde Pt100 est le modèle le plus courant. Elle correspond à une résistance de 100 Ω à 0°C. Elle offre une grande plage de température et une très bonne linéarité.

Matériau	Caractéristiques	Utilisation
Cuivre	- Basse résistivité - Bonne linéarité - Prix réduit => très bonne alternative économique	Température limite d'utilisation : 120 °C
Tungstène	- Résistivité élevée - Matériau fragile et difficile à travailler	Applications à très haute température
Nickel	- Economique - Non linéaire	Température maximale d'utilisation : 550 °C

Tableau 2.5 : Différents matériaux possibles pour les sondes de type RTD

La couche de métal de l'élément sensible est déposée par évaporation ou par dépôt chimique en phase vapeur (*Chemical Vapor Deposition*). Différents groupes de recherche ont utilisé des micro-sondes *RTD* pour la mesure de température (Han et al., 2008; Jang et al., 2003).

Sondes TFTC ou thermocouples en film mince : il s'agit d'éléments actifs qui utilisent l'effet Seebeck pour obtenir la température au point de jonction (soudure) de 2 métaux différents. Le thermocouple génère une différence de potentiel électrique qui dépend de la différence de température entre deux jonctions (une soudure froide de référence dont la température est mesurée par un autre capteur –par exemple de type Pt100– et une soudure chaude placée au point de mesure). La fabrication des sondes *TFTC* est plus ou moins complexe, en fonction des matériaux utilisés. Différents types de thermocouples existent sur le marché (Tableau 2.6). Ils ont une épaisseur moyenne de l'ordre de la 100 μm (Han et al., 2008).

Type	Matériau	Gamme de mesure	Couleurs
E	Chromel + Constantan	Basses températures	Jaune / Orange
J	Fer + Constantan	Températures de 0 à 750 °C, non recommandé pour les basses températures	Jaune / Noir
K	Chromel + Alumel	Températures de -250 à 1372 °C	Jaune / Violet
N	Nicrosil + Nisil	Mesures à haute températures, conditions de vide	Non renseigné
T	Cuivre + Constantan	Basses températures (-200 à 350 °C)	Jaune / Bleu

Tableau 2.6 : Différents types de thermocouples à base de métaux standards

Zhang et al. (Zhang et al., 2006) ont développé une sonde *TFTC* avec une fine couche de Chrome intégrée sur un substrat de Nickel. Ils ont démontré que leur sonde avait un comportement similaire à celui d'un thermocouple de type K ainsi qu'une sensibilité thermique appropriée pour des jonctions de taille 25 à 80 μm .

Les sondes *TFTC* présentent néanmoins certaines limitations : la qualité de surface de la couche du film actif (spécialement sa rugosité) peut créer des problèmes au cours de la micro-fabrication des sondes et influencer la stabilité thermique du thermocouple. De plus, un défaut majeur des sondes *TFTC* est leur imprécision de mesure (de l'ordre de 0,1 à 0,2 °C) liée à la nécessité de mesurer la température de la soudure froide par un autre type de capteur.

Dans la plupart des travaux publiés, la mesure de température se fait par thermocouple ou sonde RTD. Bavière et al. (Bavière et al., 2004a; Bavière et al., 2004b) ont présenté des mesures indirectes de la température le long du canal par insertion de 4 thermocouples en ligne. Cependant, l'insertion de capteurs sur des dimensions micrométriques est une opération délicate pouvant causer des perturbations dans la distribution du champ de température. Ce point a été observé par Demsis et al. (Demsis et al., 2009) qui ont cherché à déterminer le coefficient de transfert thermique dans un écoulement contre-courant en intégrant un capteur de température à la sortie de l'échangeur.

2.2.3. Mesure de champs : pression, température, concentration et vitesse

Afin d'éviter certaines limitations observées lors des mesures locales de pression ou de température et également d'avoir des mesures de champ complète et non simplement ponctuelles, des techniques de mesure non intrusives ont été développées pour l'étude des micro-écoulements gazeux. Il s'agit de techniques optiques permettant de caractériser les écoulements gazeux avec une bonne résolution spatiale. Ces techniques permettent d'accéder aux champs de pression, de température, de concentration et de vitesse.

a. Mesure de pression

Les principes de base ainsi que quelques exemples d'application des techniques de mesure de champ de pression sont traités dans ce qui suit.

Les PSP (*Pressure Sensitive Paints*) : il s'agit de capteurs moléculaires développés pour la mesure de la distribution de pression sur les surfaces solides.

La mesure du champ de pression est basée sur l'analyse de l'extinction de la luminescence des molécules par la présence d'oxygène. Comme l'illustre la Figure 2.11, une couche de PSP est préalablement déposée sur la paroi du microcanal. Cette couche est illuminée par une lumière de faible longueur d'onde. L'illumination excite les molécules qui transitent vers un état d'énergie plus élevée. De cet état, elles reviennent à leur état électrique d'origine via une émission radiative ou non radiative.

L'émission radiative est appelée luminescence. Elle peut être affectée par la présence d'oxygène. Plus particulièrement pour les PSPs qui reviennent à leur état d'origine en interagissant avec les molécules d'oxygène : une augmentation de la concentration d'oxygène entraîne une diminution de l'intensité de luminescence des molécules.

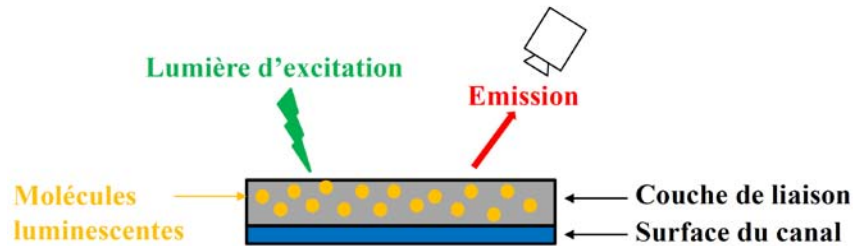


Figure 2.11 : Principe de mesure par PSP, d'après (Huang et al., 2007)

Le champ de pression est par la suite dérivé de la loi de Stern-Volmer, reliant la pression totale p à l'intensité I de luminescence des molécules par

$$\frac{I_{ref}}{I} = A_0(T) + A_1(T) \frac{p}{p_{ref}} \quad (2.43)$$

où T est la température de l'échantillon, I_{ref} l'intensité de luminescence à la pression de référence p_{ref} et A_i les constantes de Stern-Volmer déterminées par des tests de calibration et qui dépendent de la concentration du gaz en oxygène.

Les PSPs ont été utilisées pour la mesure de la distribution de pression sur des surfaces solides par Bell et al. (Bell et al., 2001) et par Niimi (Niimi, 2005) pour des régimes d'écoulement à nombre de Knudsen élevé.

Huang et al. (Huang et al., 2007) a utilisé les PSPs pour la mesure du champ de pression à la sortie de micro-buses. Les résultats expérimentaux étaient en accord avec les simulations numériques. Cependant, l'étude est limitée à des dimensions submillimétriques. Huang et al. ont également utilisé les capteurs PSPs pour la mesure de champ de pression dans un canal rectangulaire (de profondeur 235 μm et de largeur 12,7 mm) pour des nombres de Knudsen de 0,003 à 0,4. La distribution de pression obtenue dans le microcanal était non-linéaire, comme prévu du fait de la compressibilité. La résolution spatiale obtenue était de l'ordre de 5 μm .

Les PSPs sont appréciées pour leur faible coût et leur facilité d'utilisation.

Cependant, leur utilisation à micro-échelle présente certaines limitations:

- Les PSPs conventionnelles ont une épaisseur non négligeable par rapport aux dimensions du canal : de l'ordre du micromètre (Bell et al., 2001).
- Elles n'ont pas de résolution spatiale suffisante pour la mesure de pression à micro-échelle (en raison de la non-uniformité de l'épaisseur de leur couche).

- La technique est difficile à appliquer sur des canaux de section circulaire (le dépôt d'une couche de peinture n'étant pas très évident).

Pour éviter ces contraintes, les films moléculaires sensibles à la pression (*Pressure Sensitive Molecular Films*) constituent une solution alternative. Ils sont détaillés dans le paragraphe suivant.

Le PSMF (*Pressure Sensitive Molecular Film*) : il s'agit d'un film de peinture permettant la caractérisation des champs de pression à échelle micrométrique. Développée par Matsuda et al. (Matsuda et al., 2007), la technique de formation (Figure 2.12) des PSMFs est la suivante: une couche de gouttes de molécules amphiphiles diluées dans du solvant volatil est déposée sur une sous couche d'eau. Le solvant est par la suite vaporisé et une couche de molécules se forme alors. Elle est ordonnée en un film moléculaire par compression à l'aide d'un élément mécanique. Cette couche est finalement transférée au substrat avec une poussée constante ce qui permet de contrôler l'ordonnement des molécules.

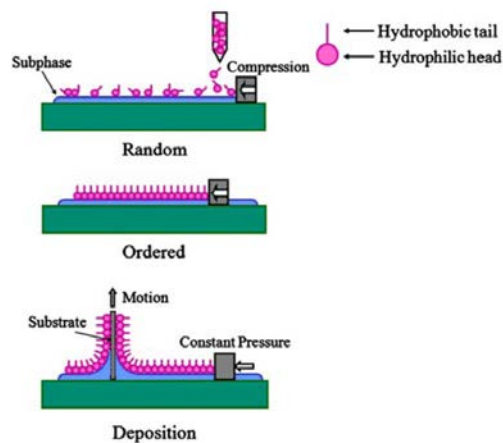


Figure 2.12 : Formation du PSMF (Matsuda et al., 2007)

Le principe de fonctionnement des PSMFs est par la suite identique à celui des PSPs : l'échantillon couvert de sa couche de PSMF détecte la pression partielle d'oxygène dans le gaz environnant. Matsuda et al. (Matsuda et al., 2009) utilisent alors une forme modifiée de l'équation de Stern-Volmer,

$$\frac{I_{ref}}{I} = A_2(T) + A_3(T) \frac{p_{O_2}/p_{O_2,ref}}{(p_{O_2}/p_{O_2,ref}) + \alpha} \quad (2.44)$$

dans laquelle p_{O_2} est la pression partielle d'oxygène et α est une constante supplémentaire relative à l'adsorption des molécules d'oxygène, également déterminée par des tests de calibration.

Plus de détails sur la procédure de fabrication des PSMFs et leur principe de fonctionnement sont disponibles dans (Matsuda et al., 2007; Matsuda et al., 2009).

Dans leur étude, Matsuda et al. ont observé une meilleure sensibilité des PSMFs à la pression, par comparaison aux PSPs. Ils ont également observé que les PSMFs ne sont pas sensibles à la température environnante.

La technique de mesure de champ de pression à l'aide des PSMFs a été validée dans (Matsuda et al., 2011b) pour un écoulement de gaz dans une buse convergente-divergente (Figure 2.13). Les dimensions de la buse sont présentées au Tableau 2.7.

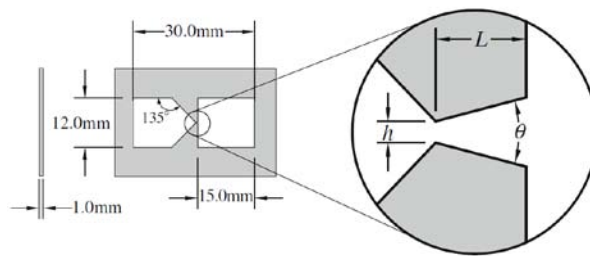


Figure 2.13 : Géométrie de la buse (Matsuda et al., 2011b)

Paramètres	Dimensions
Épaisseur de la buse	1 mm
Largeur de la buse	$h = 103 \mu\text{m}$
Longueur du divergent	$L = 492 \mu\text{m}$
Angle de divergence	$\theta = 23.5^\circ$

Tableau 2.7 : Propriétés géométriques de la buse

L'écoulement d'azote a été étudié pour une pression d'entrée de 10 kPa et une pression de sortie de 1 kPa. Les résultats expérimentaux ont été comparés à une simulation numérique par Simulation Directe de Monte Carlo (DSMC). Comme l'illustre la Figure 2.14, un très bon accord a été trouvé entre mesures expérimentales (haut de la Figure 2.14) et simulation numérique (bas de la Figure 2.14).

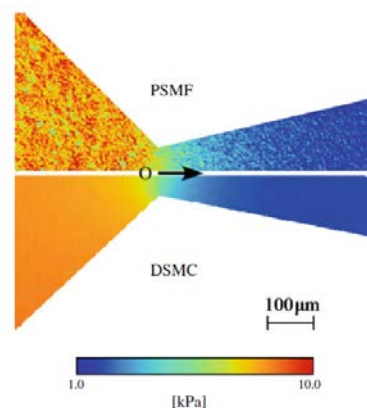


Figure 2.14 : Comparaison expérimentale-numérique d'écoulement gazeux dans une micro-buse (Matsuda et al., 2011b)

Ces résultats ont permis la validation de l'utilisation des PSMFs pour les micro-écoulements gazeux. Par rapport aux PSPs, les PSMFs présentent une meilleure uniformité dans la distribution d'intensité ainsi qu'un niveau d'intensité plus important. Leur résolution spatiale est jugée assez élevée pour permettre des mesures d'écoulements gazeux à micro-échelle (pour des surfaces de dimensions caractéristiques descendant jusqu'à $50 \mu\text{m}$). Ils présentent cependant certaines limitations : un processus de fabrication trop long et une application limitée aux surfaces planes.

Le PSCC (Pressure Sensitive Channel Chip) : il s'agit d'un microcanal sensible à la pression obtenu par combinaison de la technique des PSPs et des micro-moulages de PDMS. L'idée d'introduire des capteurs PSP dans un canal en PDMS a été développée par Matsuda et

al. (Matsuda et al., 2011a) après avoir identifié des difficultés dans l'utilisation des PSMFs pour la mesure de champ de pression dans les microcanaux.

Les PSCCs comportent 3 éléments (Figure 2.15):

- 1- Une couche capteur composée d'un mélange de PDMS et de PSP. Le PDMS a été choisi entre autres pour sa transparence optique élevée et sa perméabilité au gaz.
- 2- Une couche de Parylène jouant le rôle de barrière au gaz. Elle empêche la pénétration des molécules d'oxygène de la couche capteur au bloc support (et vice versa). Sans cette couche barrière, un changement de l'intensité de luminescence du PSCC est probable, ce qui introduirait des sources d'erreur.
- 3- Un bloc support en PDMS : il sert à fixer les couches précédentes.

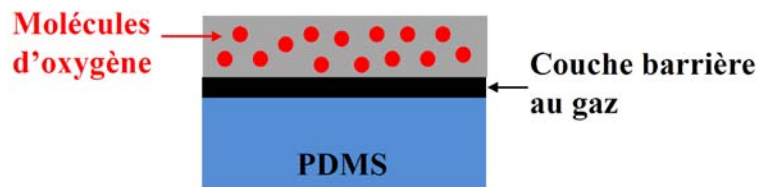


Figure 2.15 : Eléments d'un capteur PSCC, d'après (Matsuda et al., 2011a)

Des détails sur la procédure de fabrication de ces capteurs sont disponibles dans (Matsuda et al., 2011a).

La procédure de mesure de pression par les PSCCs est identique à celle par les PSPs : le capteur, préalablement illuminé, devient luminescent. Son intensité de luminescence est étouffée par l'oxygène (l'intensité diminue en fonction de la montée en pression de l'oxygène). Cette intensité est calculée selon la loi de Stern-Volmer. Matsuda et al. (Matsuda et al., 2011a) ont vérifié dans leurs travaux la nécessité de la couche barrière dans le PSCC en mesurant l'intensité de luminescence à différentes pressions avec et sans cette couche. L'utilisation du PSCC pour la mesure du champ de pression dans un micro-écoulement gazeux a été validée pour le cas d'une buse convergente-divergente, d'angles 90° et 24° respectivement. La profondeur de la buse est de $59 \mu\text{m}$. Les longueurs des côtés convergent et divergent sont respectivement de $120 \mu\text{m}$ et $485 \mu\text{m}$. Le champ de pression obtenu (Figure 2.16) présente moins de fluctuations de pression que celui obtenu par des PSMFs (Matsuda et al., 2011b).

Ces travaux ont permis de conclure que les PSCCs représentent un potentiel intéressant pour la mesure du champ de pression dans les micro-écoulements gazeux.

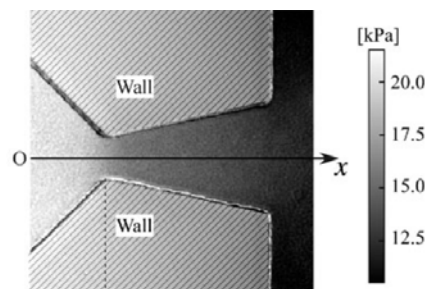


Figure 2.16 : Distribution de pression dans une micro-buse mesurée par PSCC (Matsuda et al., 2011a)

La MTM (*Molecular Tagging Manometry*) : il s'agit d'une nouvelle technique non intrusive pour la mesure des champs de pression dans les micro-écoulements gazeux comportant de l'oxygène. Développée par Basu et al. (Basu et al., 2010), cette technique se rapproche de celle des PSPs avec l'avantage de renseigner sur le champ de pression dans l'écoulement et non à la surface du canal.

La technique repose sur la mesure de l'extinction de la phosphorescence de molécules traceuses d'acétone préalablement excitées. A pression élevée, la densité en molécules d'oxygène devient importante, réduisant ainsi l'intensité de luminescence et la durée de vie du traceur. A la différence des PSPs, les molécules phosphorescentes en MTM ne sont plus intégrées à une peinture de revêtement de la surface d'étude : elles sontensemencées dans le gaz en écoulement. La quantification de l'extinction du signal de phosphorescence permet la mesure du champ de pression dans l'écoulement.

Cette technique a été validée (Basu et al., 2010) pour la mesure de champ de pression dans un écoulement isotherme d'azote à l'intérieur d'une chambre avec des conditions de pression contrôlées.

La technique de marquage moléculaire se rapproche de celle de la MTV (*Molecular Tagging Velocimetry*) qui sera détaillée par la suite. Dans l'étude de (Basu et al., 2010), les molécules d'acétone, qui ensemencent l'écoulement d'azote, sont excitées par un faisceau laser de longueur d'onde 308 nm. Leur signal de phosphorescence est détecté à l'aide d'une caméra CCD intensifiée. Basu et al. (Basu et al., 2010) ont observé la diminution de la durée de vie de la phosphorescence en fonction de l'augmentation de la concentration en oxygène. Leurs résultats expérimentaux correspondent bien aux prédictions théoriques. Les dimensions de la chambre d'essai ne constituent pas une limitation théorique à la technique, ce qui permet d'envisager dans le futur l'application de la MTM aux micro-écoulements gazeux.

b. Mesure de vitesse

Différentes techniques de mesure de champ de vitesse ont été développées dans la littérature. Certaines de ces techniques seront détaillées dans ce qui suit avec des exemples d'application aux micro-écoulements gazeux confinés.

La LDV (*Laser Doppler Velocimetry*) : cette 1^{ère} technique de mesure de champ de vitesse est également appelée *Laser Doppler Anemometry* (LDA). Il s'agit d'une technique non intrusive où des particules hautement réfléchissantes sont utilisées pour ensemencer l'écoulement. La technique la plus fréquente est appelée vélocimétrie laser à franges. La zone étudiée est éclairée par une figure d'interférences lumineuses générées par deux faisceaux laser de même fréquence. Lorsqu'une particule traverse la zone d'interférences, elle diffuse une lumière à une fréquence différente de celle du rayonnement laser. Le décalage fréquentiel dépend de la vitesse de la particule, selon l'effet Doppler.

Cette technique a été validée pour les macro-écoulements liquides. A micro-échelle, il est nécessaire de diminuer le volume d'étude et par conséquent la taille du faisceau laser, ce qui conduit à des limitations optiques. De plus la réduction du volume d'étude se traduit par une réduction du champ de vitesse mesurable et le nombre de particules (dont la concentration ne peut pas être augmentée) est réduit à son tour. Ainsi, en pratique cette technique ne peut être appliquée dans des canaux de diamètre hydraulique inférieur à 1mm, dimension à laquelle la

micro-vélocimétrie par imagerie de particules (μ PIV) s'avère une alternative intéressante. Une revue de la technique a été proposée par Tropa (Tropa, 1995).

Il a été reporté (Yoon et al., 2006) que la LDV a été préalablement appliquée à des mini-écoulements gazeux internes. Des profils de vitesse ont été obtenus dans une cellule réactive en U de section de passage $2 \times 2 \text{ mm}^2$. L'écoulement a étéensemencé par des gouttelettes d'eau mais les données obtenues jugées incomplètes n'ont pas encore été publiées.

La vélocimétrie par imagerie de particules ou *Particle Image Velocimetry* (PIV) : il s'agit de la technique la plus répandue pour la mesure de champ de vitesse. La résolution de cette technique dépend de la capacité des particules à suivre fidèlement l'écoulement. La PIV peut être divisée en 2 catégories : la PMV (*Pattern Matching Velocimetry*) et la PTV (*Particle Tracking Velocimetry*).

Le principe de fonctionnement de la **PMV** est le suivant : l'écoulement est préalablementensemencé par des particules. Ces particules sont illuminées par 2 flashes lasers successifs. Deux images, séparées par un intervalle de temps Δt , sont ainsi acquises. Les particules d'ensemencement apparaissent en spots lumineux dus à l'illumination du flash laser. Chaque image est par la suite quadrillée en un ensemble de fenêtres d'interrogation, donc chacune contient idéalement une dizaine de particules. Le déplacement d'un motif de particules dans sa fenêtre d'interrogation est repéré par inter corrélation entre les deux images, ce qui permet de déduire la vitesse moyenne des particules dans cette fenêtre d'interrogation. Notons qu'une technique alternative s'appuie sur une auto- corrélation à partir de l'acquisition des 2 pulses laser sur une même image. Quelle que soit la technique retenue, un vecteur vitesse peut finalement être associé à chaque fenêtre d'interrogation. La résolution spatiale étant définie par la taille des fenêtres d'interrogation.

En **PTV**, le champ de vitesse est estimé en suivant le déplacement des particules individuellement, généralement à partir d'images en pose longue, ou alternativement à l'aide d'une série de plus de deux images.

Une solution proposée dans la littérature consiste à combiner la PMV et la PTV afin d'améliorer la résolution spatiale de la PIV. Cette solution s'appellerait '*Super Resolution PIV*' (Keane et al., 1995). Avec cette technique le champ de vitesse est calculé en 2 temps : la 1^{ère} étape est une corrélation PIV standard dont le résultat est utilisé à la 2^{ème} étape pour identifier le mouvement des particules entre 2 images.

L'adaptation de la PIV à micro-échelle (μ PIV) a été introduite par Santiago et al. (Santiago et al., 1998) pour des micro-écoulements liquides. Elle a été suivie par le développement de modèles théoriques pour un traitement approprié des résultats (Meinhart et al., 2000; Wereley et al., 2001). Wereley et al. ont identifié de nouveaux aspects apparaissant à micro-échelle (Wereley et al., 2002) :

- Les particules utilisées deviennent petites par rapport à la longueur d'onde d'illumination car en μ PIV, la résolution requise est de l'ordre du micromètre. La taille des particules doit par conséquent être réduite, avec des diamètres classiques compris entre 100 et 300 nm.
- La taille réduite des particules crée une accentuation du mouvement Brownien. Les interactions particule-particule et particule-fluide deviennent significatives ce qui

empêche les particules de suivre fidèlement l'écoulement moyen. Cette amplification du mouvement Brownien, particulièrement marquée en écoulement gazeux, représente une source d'erreur significative dans la mesure du déplacement de particules entre 2 images, surtout pour des écoulements lents.

- Le volume complet de fluide est illuminé à la différence de la PIV classique Pour laquelle on n'illumine qu'une fine tranche de fluide. La résolution dans la direction de l'axe optique est alors définie par la faible profondeur de champ de l'optique utilisée. Le montage adopte une configuration d'épi-illumination où les lumières incidente et réfléchi traversent un même objectif de microscope. Cet objectif est à haute ouverture numérique (faible distance focale f) pour offrir une faible profondeur de champ. Un filtrage digital est appliqué pour éliminer les particules floues hors champ, qui perturbent l'analyse d'image.

Le dispositif expérimental typique utilisé en μ PIV est illustré sur la Figure 2.17.

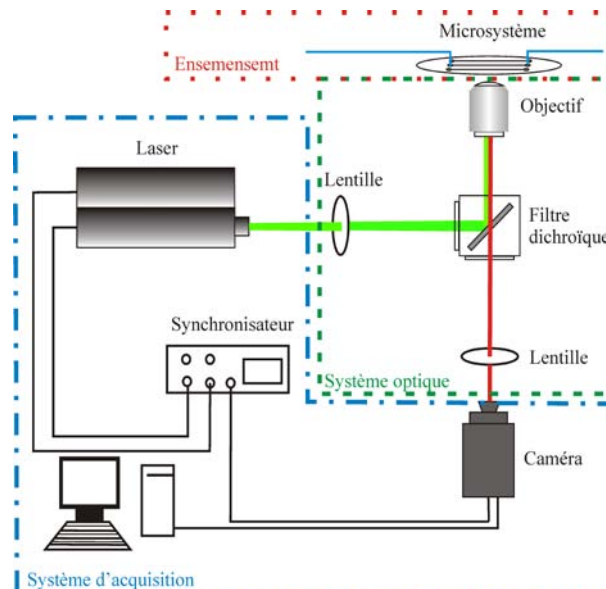


Figure 2.17 : Schéma de principe d'un système μ PIV (Barrot Lattes, 2007)

Il comporte un circuit d'ensemencement, un système optique (lentilles, filtres et objectif) ainsi qu'un système d'acquisition (caméra, laser, synchronisateur, microscope, ordinateur et logiciel d'acquisition). Pour les écoulements gazeux à macro-échelle, l'ensemencement se fait généralement par des particules d'huile ou de fumée.

La μ PIV a été appliquée à des écoulements gazeux internes (Yoon et al., 2006) pour la mesure de vitesse dans des canaux millimétriques. Deux types de particules d'ensemencement sont possibles en μ PIV gazeuse: des gouttelettes d'eau (produites par un brumisateuse) ou des particules de fumée (produites par un générateur de fumée). Une difficulté en μ PIV est la génération de ces particules. La technique d'ensemencement développée a permis d'obtenir des particules de fumée de diamètre inférieur à $1\ \mu\text{m}$. Elles ont été utilisées pour ensemenecer un écoulement d'air sec dans un canal en U. Des zones de recirculation et de séparation ont été observées au niveau du virage à 180° . La présence de ces zones est indésirable dans certaines applications biologiques. De plus, les particules de fumée présentent un risque de contamination des cellules biologiques, d'où l'intérêt d'utiliser des gouttelettes d'eau. La technique d'ensemencement développée par Yoon et al. (Yoon et al., 2006) a permis d'obtenir des gouttelettes d'eau de diamètre $1\ \text{à}\ 8\ \mu\text{m}$. En parallèle, des simulations ont été conduites en

vue de déterminer le diamètre maximum permettant aux particules de suivre fidèlement le fluide en écoulement. Elles ont permis de conclure que pour des micro-écoulements gazeux à nombres de Reynolds compris entre 50 à 400, les gouttelettes devaient avoir un diamètre maximal de 1 μm , ce qui représente un réel défi expérimental.

Sugii et Okamoto (Sugii et al., 2006) ont utilisé la μPIV pour étudier un écoulement gazeux dans un canal droit de 1 mm de largeur, 0,5 mm de profondeur et 100 mm de longueur. L'écoulement est visualisé à travers des particules d'huile d'olive fluorescentes (Figure 2.18) excitées par un double YAG (longueur d'onde de 532 nm). Un générateur de particules de diamètre 0,5 à 2 μm a été développé. Ce générateur permet d'optimiser le diamètre, l'intensité de fluorescence ainsi que la densité et la concentration des particules.

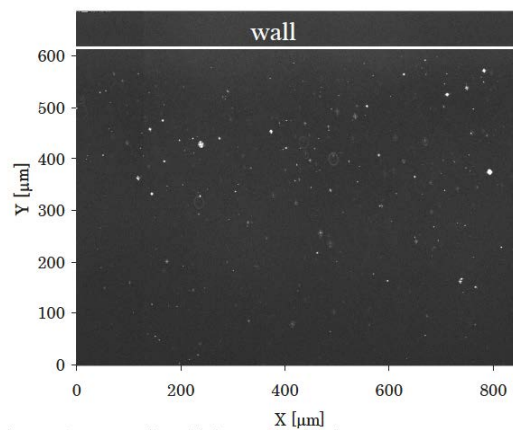


Figure 2.18 : Ecoulement gazeux avec des particules d'huile d'olive fluorescentes (Sugii et al., 2006)

Une comparaison réussie des profils expérimentaux avec des profils de vitesse théoriques pour un écoulement de Poiseuille a été obtenue avec des nombres de Reynolds compris entre 26 et 130.

Un autre type de particules a été utilisé par van der Schoot et al. (Schoot et al., 2010) pour l'étude de micro-écoulements gazeux dans des piles à combustibles. Il s'agit de particules d'éthylène-glycol-Rhodamine B de taille 61,5 nm. Ces particules bénéficient d'une taille constante (ce qui n'est pas le cas avec les gouttelettes d'eau), d'une concentration ainsi que d'une visibilité beaucoup plus importante que celle des particules solides.

A partir de ces différentes études, on peut lister les limitations de l'adaptation de la PIV aux micro-écoulements gazeux :

- L'ensemencement est problématique. Il est nécessaire d'utiliser des particules de taille optimisée. Si leur taille est trop petite, elle se traduit par une amplification des interactions fluide-particules. Ainsi, la taille des particules doit rester suffisamment grande pour réduire les effets du mouvement Brownien, mais suffisamment petite pour suivre fidèlement l'écoulement. Le compromis peut être difficile à respecter. De plus, leur masse volumique doit être proche de celle du fluide en mouvement pour garantir qu'elles le suivent fidèlement.
- L'illumination concerne tout le volume. A l'inverse d'une illumination de nappe fine en PIV, l'illumination de volume entraîne une réémission de toutes les particules présentes dans le fluide, notamment celles se trouvant hors plan focal. Ceci engendre une augmentation du niveau de bruit provenant des particules floues (surtout si la

concentration en particules est élevée, ce qui nécessaire en μ PIV) provoquant ainsi une diminution significative du rapport signal/ bruit.

La vélocimétrie par marquage moléculaire ou *Molecular Tagging Velocimetry* (MTV) : la vélocimétrie par marquage moléculaire est une technique optique de mesure de champ apparue il y a une trentaine d'année et qui connaît un développement important depuis une quinzaine d'années. Comparée à des techniques basées sur le suivi de particules (telle que la PIV) la MTV présente des avantages dans des configurations où l'ensemencement par des particules solides n'est pas souhaité ou présente des limitations quant à la génération de particules, leur concentration, l'illumination, etc. (Koochesfahani, 1999a).

C'est une technique non intrusive (Figure 2.19) qui consiste à marquer des molécules luminescentes, appelées traceurs, et à suivre leur évolution dans le temps. L'observation de leur évolution permet non seulement d'établir le champ de vitesse dans l'écoulement, mais également d'associer cette mesure de vitesse à une détermination de grandeurs scalaires telles que la concentration ou la température. Typiquement, le gaz d'étude estensemencé par des molécules traceuses (Figure 2.19 (a)). Elles sont marquées par un faisceau laser à une longueur d'onde appropriée : soit suivant une ligne (Figure 2.19 (b)), soit suivant un motif de grille (Koochesfahani et al., 2000). Elles deviennent alors luminescentes (Figure 2.19 (c)). La réémission lumineuse est détectée à deux instants successifs en fonction de la durée de vie de leur luminescence : un court instant après le marquage à $t = t_0$ (Figure 2.19 (d)) et un intervalle de temps plus tard à $t = t_0 + \Delta t$ (Figure 2.19 (e)). Le rapport entre le déplacement Lagrangien des molécules et l'intervalle de temps Δt nous renseigne sur le champ de vitesse. La MTV présente une excellente alternative à la PIV, surtout à micro-échelle, pour l'analyse des écoulements gazeux internes.

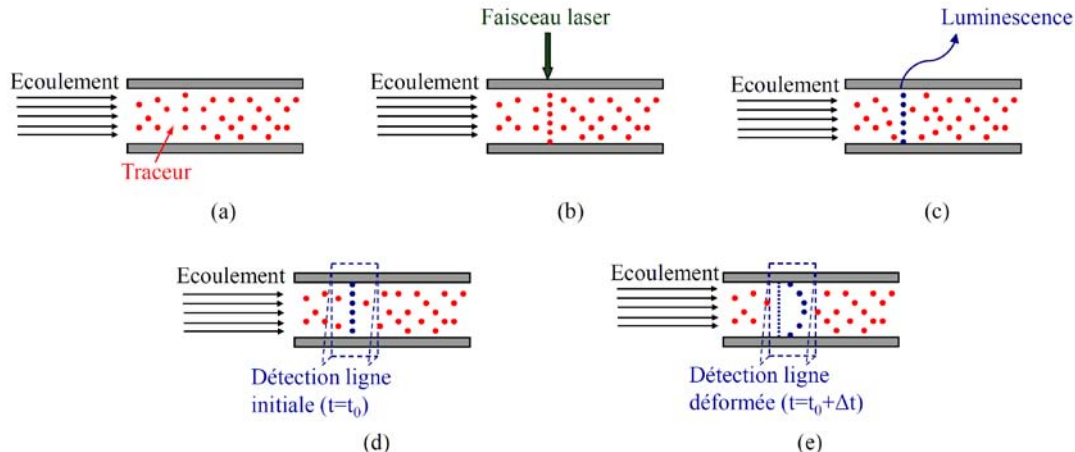


Figure 2.19 : Principe de la MTV : (a) ensemencement de l'écoulement par les molécules traceuses, (b) marquage des molécules traceuses par un faisceau UV, (c) luminescence des molécules traceuses, (d) détection de la fluorescence ou du début de phosphorescence, (e) détection de la phosphorescence après un délai Δt

Pour appliquer la MTV, l'utilisateur est généralement confronté au choix du traceur (en fonction du fluide d'étude) et au mécanisme de MTV impliquant le choix des systèmes de marquage, de détection et de traitement des signaux. Différents travaux bibliographiques présentent des détails de l'implémentation de cette technique, incluant marquage, détection et traitement (Falco et al., 1993; Gendrich et al., 1996; Lempert et al., 2000; Stier et al., 1999).

La MTV peut être implémentée suivant différents mécanismes : *Laser Induced Photochemical Anemometry* (LIPA) (Falco et al., 1987; Park et al., 1999) *Photo- Activated*

Non-intrusive Tracing Of Molecular Motion (PHANTOMM) (Lempert et al., 2000; Lempert et al., 1995), *Raman Excitation plus Laser Induced Electronic Fluorescence* (RELIEF) (Miles et al., 1987; Miles et al., 1989; Miles et al., 2000) et MTV par suivi de phosphorescence (Hiller et al., 1984; Hu et al., 2006a; Ponce et al., 1993; Stier et al., 1999). Ces différents mécanismes seront détaillés dans le chapitre 3.

La technique a été largement validée dans des configurations d'écoulements liquides à mini (Gendrich et al., 1997; Hu et al., 2006c; Lempert et al., 2000; Lempert et al., 1995) et micro-échelle (Elsnab et al., 2010; Maynes et al., 2002; Thompson et al., 2005; Thomson et al., 2000). En ce qui concerne les écoulements gazeux, l'application de la MTV s'est limitée à des micro-écoulements gazeux externes (Koochesfahani, 1999b; Pitz et al., 2005; Stier et al., 1999). D'où l'originalité de notre travail qui consiste à l'adaptation de la MTV à des écoulements gazeux internes dans des canaux de dimension millimétrique. Des détails de l'implémentation de la technique à mini-échelle (mécanismes, traceurs, dispositif expérimental, exemples d'application) seront présentés dans les chapitres suivants.

c. Mesure de concentration

Une des techniques les plus utilisées pour la mesure de champs de concentration est la fluorescence induite par laser ou *Laser Induced Fluorescence* (LIF). Elle renseigne sur la concentration moyenne dans un mélange. Sa résolution spatiale et temporelle dépend de la résolution de la chaîne de mesure (type du capteur, taille du pixel, etc.). Le traceur est préalablement mélangé au gaz en écoulement. Après excitation, sa fluorescence est mesurée à l'aide d'une caméra CCD. En écoulement liquide, des traceurs fluorescents sont utilisés (Lempert et al., 2000). En écoulements gazeux, des traceurs phosphorescents comme la diacétylène ou l'acétone sont utilisés (Lozano et al., 1992; Stier et al., 1999).

En 1992, la LIF a été appliquée pour la mesure de la concentration d'un jet d'airensemencé par des molécules d'acétone à la sortie d'une buse de 2,2 mm de diamètre (Lozano et al., 1992). La Figure 2.20 présente une image instantanée obtenue par LIF dans le jet d'air précédemment cité. Cette expérience a permis de valider l'utilisation de l'acétone comme traceur pour des mesures LIF en écoulements gazeux.

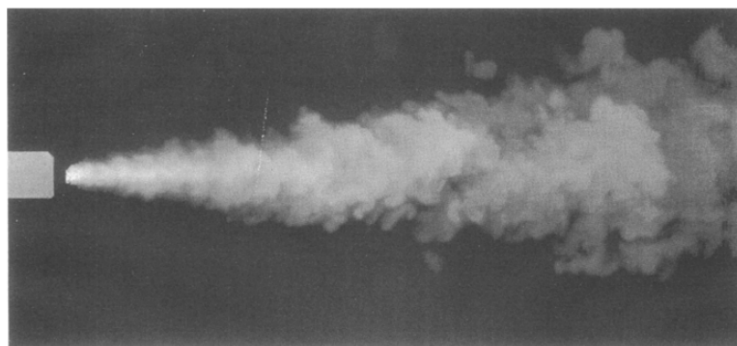


Figure 2.20 : Image instantanée obtenue par LIF dans un écoulement d'airensemencé par de l'acétone (Lozano et al., 1992)

La technique a également été appliquée pour la caractérisation d'un mélange gazeux (Hu et al., 2002) à la sortie d'un jet de 2 cm de diamètre. De l'acétone vapeur est excitée par un laser *excimer* XeCl ($\lambda = 308$ nm). Sa luminescence est détectée par une caméra intensifiée par un phosphore rapide (P46). La résolution de la mesure est de l'ordre de 100 μm . En 2000 également, Koochesfahani et al. (Koochesfahani et al., 2000) ont combiné la LIF et la MTV

pour la caractérisation d'écoulements liquides. L'intérêt d'une mesure simultanée de la concentration et de la vitesse est d'autant plus important si les deux se font à l'aide du même traceur (une supramolécule dans le cas de cette étude). Les auteurs ont jugé que cette mesure combinée MTV&LIF s'appliquerait très bien aux écoulements gazeux avec un traceur approprié tel que la diacétyle ou l'acétone.

d. Mesure de température

Deux techniques de mesure de champ de température ont été identifiées :

- La thermométrie par marquage moléculaire (*Molecular Tagging Thermometry - MTT*),
- Les peintures sensibles à la température (*Temperature Sensitive Paints - TSP*).

En ce qui concerne la thermométrie par marquage moléculaire (MTT), le principe de la technique est identique à celui de la vélocimétrie par marquage moléculaire (MTV) : les molécules traceuses sont préalablement mélangées au fluide en mouvement. Ces molécules sont ensuite marquées par un faisceau laser. Une image de référence de leur réémission phosphorescente est acquise à t_0 . Une deuxième image est acquise à $t_1 = t_0 + \Delta t$. L'intensité de phosphorescence relative est ensuite définie par le rapport entre l'intensité de l'image de référence et celle de la deuxième image. Ce rapport d'intensité entre les deux images successives est fonction de la durée de vie de phosphorescence, elle-même fonction de la température (Hu et al., 2003).

Thomson et Maynes (Thomson et al., 2000) ont été parmi les premiers à démontrer la faisabilité de la mesure de température dans des écoulements de liquides par suivi de phosphorescence induite par faisceau laser ; il s'agissait d'une version phosphorescente de la LIF. En 2003, Hu et Koochesfahani (Hu et al., 2003) ont développé la MTT pour la caractérisation d'écoulements liquides. La technique représente une extension de la MTV : le signal de phosphorescence est détecté à deux instants successifs pendant la durée de vie de phosphorescence du traceur. Cette dernière, étant estimée à partir d'un ratio d'intensité entre les deux images acquises, est par la suite calibrée de façon à avoir une quantification simultanée des champs de vitesse et de température dans un fluide en écoulement, tout en utilisant le même traceur ainsi que le même équipement expérimental. La technique de MTT développée a été appliquée à l'étude d'un jet pulsé de 6 mm de diamètre.

En 2006, la MTT a été couplée à la MTV (Hu et al., 2006b) : une mesure simultanée de champ de vitesse et de température moyennant un traceur unique a ainsi été réalisée dans un liquide. La technique MTV&T a été appliquée à la mesure des champs de vitesse et de température dans le sillage d'un cylindre chauffé. Les images de phosphorescence obtenues sont présentées Figure 2.21.

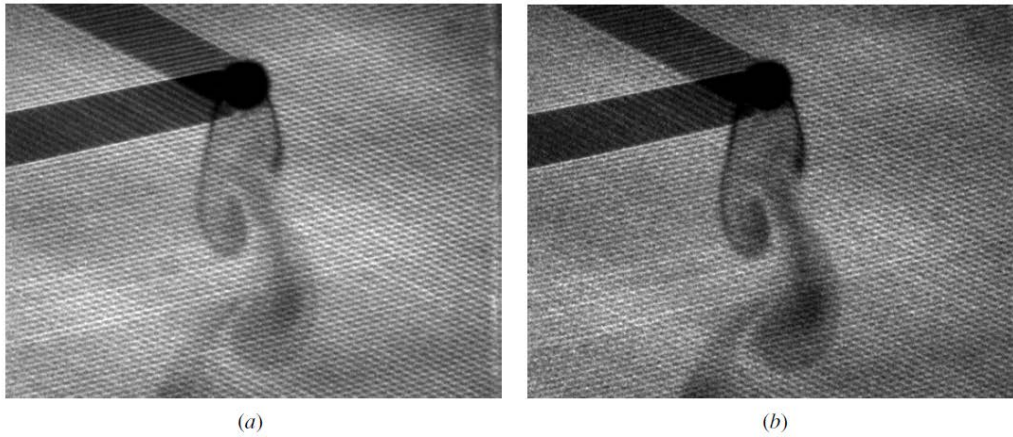


Figure 2.21 : Paire d'images de phosphorescence obtenue par mesures MTV&T. (a) image acquise 1 ms après le pulse laser. (b) image acquise 5 ms après le pulse laser (Hu et al., 2006b)

Les champs de vitesse et de température déduits sont respectivement présentés (Figure 2.22-a) et (Figure 2.22-b).

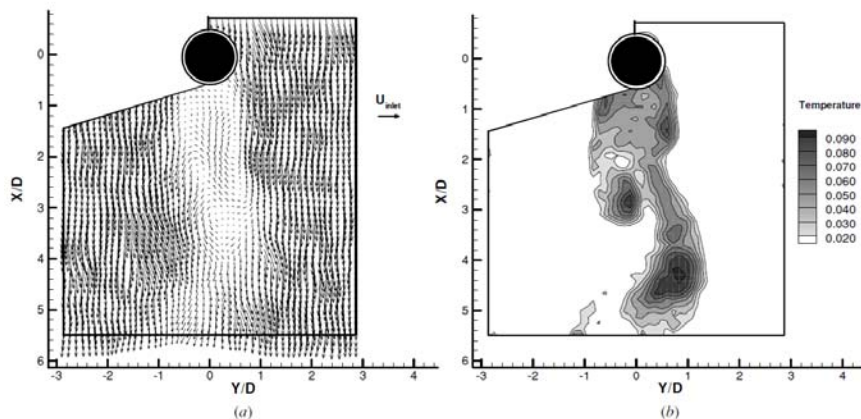


Figure 2.22 : (a) Champ instantané de vitesse. (b) Champ instantané de température (Hu et al., 2006b)

Une description détaillée de la technique est proposée par Hu (Hu et al., 2010) avec des détails sur l'implémentation ainsi que des exemples d'application pour des écoulements liquides.

Dans la mesure de nos connaissances au moment de la rédaction de ce manuscrit, la technique MTT n'a pas encore été appliquée à l'étude d'écoulements gazeux. Mais étant intimement proche de la MTV, qui est validée dans ce travail pour l'étude d'écoulements gazeux, la MTT est jugée fort prometteuse pour la caractérisation thermique de ces écoulements.

Des peintures sensibles à la température (*Temperature Sensitive Paint - TSP*) ont également été proposées pour l'étude des écoulements gazeux. Les TSPs sont des capteurs optiques de mesure de température sur une surface. Leur principe de fonctionnement est fondé sur l'extinction de molécules luminescentes sensibles à la température locale. Des détails de ces capteurs sont présentés par Liu et al. (Liu et al., 2008). Un capteur TSP typique consiste en une molécule luminescente et une couche d'oxygène. De la même manière que pour les PSPs, la molécule luminescente des TSPs passe à un état vibrationnel excité quand elle absorbe l'énergie d'un photon. Elle est ensuite désactivée en émettant un photon (Figure 2.11). L'augmentation de la température de la molécule luminescente augmente la probabilité qu'elle retourne à son état vibrationnel initial par une transformation non radiative appelée extinction (*quenching*) thermique. La température de la surface peinte est déduite de l'intensité de

fluorescence des molécules luminescentes. L'intensité de luminescence des TSPs ne dépend pas uniquement de la température. D'un point de vue pratique, la variation spatiale de l'illumination, la concentration du traceur, l'épaisseur de la couche de peinture ainsi que la sensibilité de la caméra, conduisent à une variation de l'intensité de luminescence détectée sur la surface peinte. Les variations spatiales sont éliminées en considérant le rapport entre l'intensité de phosphorescence de la peinture à un instant quelconque et l'intensité de la peinture à un instant de référence. Une étape de calibration est nécessaire pour établir la relation entre la température et l'intensité du signal. Pour réaliser cette étape, un échantillon peint de TSP est exposé à différentes températures. Son intensité de luminescence relevée pour chaque température est ensuite normalisée par une intensité de référence. Le rapport obtenu est tracé en fonction de la température, donnant ainsi une courbe de calibration.

Someya et al. (Someya et al., 2010) ont utilisé les TSPs pour l'étude de la convection naturelle dans un liquide (bain d'huile) simultanément à l'étude de vitesse par PIV. Grâce notamment à leur petite taille, les TSPs ont été jugés adaptées à l'étude d'écoulements gazeux (Someya et al., 2010).

Liu et al. (Liu et al., 2008) ont mis en oeuvre la technique des TSPs et PSPs pour l'étude des transferts de chaleur sur une surface refroidie par un jet d'air impactant. Les mesures de température et de pression obtenues étaient en accord avec les données disponibles dans la littérature. Liu et al. ont ainsi pu optimiser la distance entre la sortie du jet et la surface impactée. Les exemples précédents ont été réalisés dans dispositifs d'étude de dimensions millimétriques. L'utilisation des TSPs pour l'étude des micro-écoulements gazeux reste donc à valider. Dans tous les cas, elle ne pourra donner qu'un champ de température en paroi et non dans le gaz, ce qui reste insuffisant en micro-écoulement raréfié.

Conclusion

Nous avons présenté dans ce chapitre les différents régimes d'écoulements de micro-écoulements gazeux sur le plan théorique ainsi que sur le plan expérimental. Une attention particulière a été apportée au régime de glissement qui est le plus souvent rencontré dans les microsystèmes.

La partie modélisation a mis en évidence le besoin de mesures expérimentales locales afin de discuter de la validité et des limites d'applicabilité des différents modèles théoriques de conditions aux limites de glissement. Ces mesures locales devraient permettre de découpler le rôle joué par le modèle théorique lui-même et le coefficient d'accommodation, généralement ajusté empiriquement.

Dans la partie expérimentale, nous avons détaillé les techniques de mesures globale, locale et de champ utilisées pour l'étude des écoulements gazeux. Pour répondre à la question levée ci-dessus, la technique de vélocimétrie par marquage moléculaire (MTV), et plus particulièrement la MTV par suivi de phosphorescence, s'avère particulièrement indiquée. Cette technique est présentée en détails dans le chapitre 3.

Références

- Albertoni, S., C. Cercignani and L. Gotusso (1963). Numerical evaluation of the slip coefficient. *The Physics of Fluids* **6**(6, jul.): 993-996.
- Arkilic, E. B. (1997). Measurement of the mass flow and tangential momentum accommodation coefficient in silicon micromachined channels *Ph.D., Massachusetts Institute of Technology*.
- Arkilic, E. B., K. S. Breuer and M. A. Schmidt (2001). Mass flow and tangential momentum accommodation in silicon micromachined channels. *Journal of Fluid Mechanics* **437**: 29-43.
- Arkilic, E. B., M. A. Schmidt and K. S. Breuer (1997). Gaseous slip flow in long microchannels. *Journal of Microelectromechanical Systems* **6**(2): 167-178.
- Aubert, C. (1999). Ecoulements compressibles de gaz dans les microcanaux : effets de raréfaction, effets instationnaires *Thèse de Doctorat, Université Paul Sabatier*.
- Aubert, C. and S. Colin (2001). High-order boundary conditions for gaseous flows in rectangular microchannels. *Microscale Thermophysical Engineering* **5**(1): 41-54.
- Barrot Lattes, C. (2007). Développement de méthodes expérimentales pour l'analyse des écoulements de liquides dans les microcanaux *Thèse de Doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse*.
- Basu, R., A. Naguib and M. Koochesfahani (2010). Feasibility study of whole-field pressure measurements in gas flows: molecular tagging manometry. *Experiments in Fluids* **49**(1): 67-75.
- Bavière, R. and F. Ayela (2004a). Micromachined strain gauges for the determination of liquid flow friction coefficients in microchannels. *Measurement Science and Technology* **15**(2): 377-383.
- Bavière, R., M. Favre Marinnet and S. and Le Person (2004b). Bias effects on heat transfer measurements in microchannel flows. *International Journal of Heat and Mass Transfer* **49**, : 3325-3337. .
- Bell, J. H., E. T. Schairer, L. A. Hand and R. D. Mehta (2001). Surface pressure measurements using luminescent coatings. *Annual Review of Fluid Mechanics* **33**: 155-206.
- Beskok, A. and G. E. Karniadakis (1999). A model for flows in channels, pipes, and ducts at micro and nano scales. *Microscale Thermophysical Engineering* **3**(1): 43-77.
- Bird, G. (1978). Monte Carlo simulation of gas flows. *Annual Review of Fluid Mechanics* **10**: 11-31.
- Celata, G. P., M. Cumo, S. J. McPhail, L. Tesfagabir and G. Zummo (2007). Experimental study on compressible flow in microtubes. *International Journal of Heat and Fluid Flow* **28**(1): 28.
- Cercignani, C. and A. Daneri (1963). Flow of a rarefied gas between two parallel plates. *Journal of Applied Physics* **34**(12): 3509-3513.

- Cercignani, C. and S. Lorenzani (2010). Variational derivation of second-order slip coefficients on the basis of the Boltzmann equation for hard-sphere molecules. *Physics of Fluids* **22**(6): 062004-062008.
- Chapman, S. and T. G. Cowling (1952). The mathematical theory of non-uniform gases. *Cambridge, University Press*.
- Chen, S. and G. Doolen (1998). Lattice Boltzmann method for fluid flows. *Annual Review of Fluid Mechanics* **30**: 329-364.
- Chew, A. D., A. Chambers and A. P. Troup (1993). The gas species dependence of the performance of a rotating disc absolute pressure gauge in high vacuum. *Vacuum* **44**: 583-585.
- Colin, S. (2006). Chapter 2: Single-phase gas flow in microchannels. Heat Transfer and Fluid Flow in Minichannels and Microchannels. *S. G. Kandlikar, S. Garimella, D. Li, S. Colin and M. King, Elsevier*: 9-86.
- Colin, S., P. Lalonde and R. Caen (2004). Validation of a second-order slip flow model in rectangular microchannels. *Heat Transfer Engineering* **25**(3): 23-30.
- Cooper, S. M., B. A. Cruden, M. Meyyappan, R. Raju and S. Roy (2004). Gas transport characteristics through a carbon nanotubule. *Nano Letters* **4**: 377-381
- Deissler, R. G. (1964). An analysis of second-order slip flow and temperature-jump boundary conditions for rarefied gases. *International Journal of Heat and Mass Transfer* **7**: 681-694.
- Demsis, A., B. Verma, S. V. Prabhu and A. Agrawal (2009). Experimental determination of heat transfer coefficient in the slip regime and its anomalously low value. *Physical Review E* **80**(1): 016311.
- Elsnab, J. R., D. Maynes, J. C. Klewicki and T. A. Ameel (2010). Mean flow structure in high aspect ratio microchannel flows. *Experimental Thermal and Fluid Science* **34**(8): 1077-1088.
- Ewart, T. (2007). Etude des écoulements gazeux isothermes en microconduit : du régime hydrodynamique au proche régime moléculaire libre *PhD, Ecole Polytechnique Universitaire de Marseille*.
- Ewart, T., P. Perrier, I. Graur and J. G. Méolans (2006). Mass flow rate measurements in gas micro flows. *Experiments in Fluids* **41**(3): 487-498.
- Ewart, T., P. Perrier, I. Graur and J. G. Méolans (2007a). Tangential momentum accommodation in microtube. *Microfluidics and Nanofluidics* **3**: 689-695.
- Ewart, T., P. Perrier, I. A. Graur and J. G. Méolans (2007b). Mass flow rate measurements in a microchannel, from hydrodynamic to near free molecular regimes. *Journal of Fluid Mechanics* **584**: 337-356.
- Falco, R. E. and C. C. Chu (1987). Measurement of two-dimensional fluid dynamic quantities using a photochromic grid tracing technique. *SPIE* **814**: 706-710.
- Falco, R. E. and D. G. Nocera (1993). Quantitative multipoint measurements and visualization of dense solid-liquid flows using laser induced photochemical anemometru (LIPA). *Chapter 3, in Particulate two phase flow, ed. M.C. Roco*: 59-126.

- Gendrich, C. P. and M. M. Koochesfahani (1996). A spatial correlation technique for estimating velocity fields using molecular tagging velocimetry (MTV). *Experiments in Fluids* **22**: 67-77.
- Gendrich, C. P., M. M. Koochesfahani and D. G. Nocera (1997). Molecular tagging velocimetry and other novel applications of a new phosphorescent supramolecule. *Experiments in Fluids* **23**: 361-372.
- Hadjiconstantinou, N. G. (2003). Comment on Cercignani's second-order slip coefficient. *Physics of Fluids* **15**(8): 2352-2354.
- Han, I. Y. and S. J. Kim (2008). Diode temperature sensor array for measuring micro-scale surface temperatures with high resolution. *Sensors and Actuators* **141**: 52-58.
- Harley, J. C., Y. Huang, H. H. Bau and J. N. Zemel (1995). Gas flow in micro-channels. *Journal of Fluid Mechanics* **284**: 257-274.
- Hiller, B., R. A. Booman, C. Hassa and R. K. Hanson (1984). Velocity visualization in gas flows using laser-induced phosphorescence of biacetyl. *Review of Scientific Instruments* **55**(12): 1964-1967.
- Hsia, Y.-T. and G. A. Domoto (1983). An experimental investigation of molecular rarefaction effects in gas lubricated bearings at ultra-low clearances. *Journal of Lubrication Technology* **105**: 120-130.
- Hsieh, S.-S., H.-H. Tsai, C.-Y. Lin, C.-F. Huang and C.-M. Chien (2004). Gas flow in a long microchannel. *International Journal of Heat and Mass Transfer* **47**(17-18): 3877-3887.
- Hu, H., Z. Jin, D. Nocera, C. Lum and M. Koochesfahani (2010). Experimental investigations of micro-scale flow and heat transfer phenomena by using molecular tagging techniques. *Measurement Science and Technology* **21**(8): 085401:085401-085414.
- Hu, H., M. Koochesfahani and C. Lum (2006a). Molecular tagging thermometry with adjustable temperature sensitivity. *Experiments in Fluids* **40**(5): 753-763.
- Hu, H. and M. M. Koochesfahani (2002). A novel method for instantaneous, quantitative measurement of molecular mixing in gaseous flows. *Experiments in Fluids* **33**: 202-209.
- Hu, H. and M. M. Koochesfahani (2003). A novel technique for quantitative temperature mapping in liquid by measuring the lifetime of laser induced phosphorescence. *Journal of Visualization* **6**(2): 143-153.
- Hu, H. and M. M. Koochesfahani (2006b). Molecular tagging technique for the simultaneous measurements of flow velocity and temperature fields. 44th AIAA Aerospace Sciences Meeting and Exhibit. *Reno, Nevada, AIAA*: 2006-0041-2001:2012.
- Hu, H. and M. M. Koochesfahani (2006c). Molecular tagging velocimetry and thermometry and its application to the wake of a heated circular cylinder. *Measurement Science and Technology* **17**(6): 1269-1281.
- Huang, C., J. W. Gregory and J. P. Sullivan (2007). Microchannel Pressure Measurements Using Molecular Sensors. *Journal of Microelectromechanical Systems* **16**(4): 777-785.

- Ivchenko, I. N., S. K. Loyalka and R. V. Tompson (1997). Slip coefficients for binary gas mixtures. *Journal of Vacuum Science and Technology* **15** (4): 2375-2381.
- Jang, J. and S. T. Wereley (2006). Effective heights and tangential momentum accommodation coefficients of gaseous slip flows in deep reactive ion etching rectangular microchannels. *Journal of Micromechanics and Microengineering* **16**(3): 493-504.
- Jang, S. P., S. J. Kim and K. W. Paik (2003). Experimental investigation of thermal characteristics for a microchannel heat sink subject to an impinging jet, using a micro-thermal sensor array. *Sensors and Actuators A: Physical* **105**(2): 211-224.
- Jie, D., X. Diao, K. B. Cheong and L. K. Yong (2000). Navier-Stokes simulations of gas flow in micro devices. *Journal of Micromechanics and Microengineering* **10**(3): 372-379.
- Jousten, K., H. Menzer and R. Niepraschk (2002). A new fully automated gas flowmeter at the PTB for flow rates between 10-13 mol/s and 10-6 mol/s. *Metrologia* **39**(6): 519-529.
- Karniadakis, G. E. and A. Beskok (2002). Microflows : fundamentals and simulation. *New York, Springer-Verlag*.
- Keane, R. D., R. J. Adrian and Y. Zhang (1995). Super-resolution particle imaging velocity. *Meas. Sci Technol* **6**: 754-768.
- Kennard, E. H. (1938). Kinetic theory of gases. *New York, McGraw-Hill Book Company*.
- Kohl, M. J., S. I. Abdel- Khalik, S. M. Jeter and D. L. Sadowski (2005). A microfluidic experimental platform with internal pressure measurements *Sensors and Actuators* **118**: 212-212.
- Koochesfahani, M., R. Cohn and C. MacKinnon (2000). Simultaneous whole-field measurements of velocity and concentration fields using a combination of MTV and LIF. *Measurement Science and Technology* **11**(9): 1289.
- Koochesfahani, M. M. (1999a). Molecular tagging velocimetry (MTV): progress and applications. *In the 30th AIAA Fluid Dynamics Conference, Norfolk*.
- Koochesfahani, M. M. (1999b). Molecular tagging velocimetry (MTV): progress and applications. 30th AIAA Fluid Dynamics Conference. *Norfolk, VA, AIAA: AIAA99-3786*.
- Lalonde, P. (2001). Etude expérimentale d'écoulements gazeux dans les microsystèmes à fluides *PhD, Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse*.
- Lalonde, P., S. Colin and R. Caen (2001). Gas flow measurement in microsystems. *Mécanique et Industries* **2**(4): 355-362.
- Lempert, W. R. and S. R. Harris (2000). Flow tagging velocimetry using caged dye photo-activated fluorophores. *Measurement Science and Technology* **11**(9): 1251-1258.
- Lempert, W. R., P. Ronney, K. Magee, K. R. Gee and R. P. Haugland (1995). Flow tagging velocimetry in incompressible flow using photo-activated nonintrusive tracking of molecular motion (PHANTOMM). *Experiments in Fluids* **18**(4): 249-257.
- Lengrand, J.-C. and T. G. Elizarova (2004). Chap. 2 : microécoulements gazeux. Microfluidique. *S. Colin. Paris, Lavoisier*.

- Lim, C. Y., C. Shu, X. D. Niu and Y. T. Chew (2002). Application of lattice Boltzmann method to simulate microchannel flows. *Physics of Fluids* **14**(7): 2299-2308.
- Liu, Q., A. K. Sleiti and J. S. Kapat (2008). Application of pressure and temperature sensitive paints for study of heat transfer to circular impinging air jet *International Journal of Thermal Sciences* **47**: 749-757.
- Lozano, A., B. Yip and R. K. Hanson (1992). Acetone: a tracer for concentration measurements in gaseous flows by planar laser-induced fluorescence. *Experiments in Fluids* **13**(6): 369-376.
- Matsuda, Y., R. Misaki, H. Yamaguchi and T. Niimi (2011a). Pressure-sensitive channel chip for visualization measurement of micro gas flows. *Microfluidics and Nanofluidics* **11**(4): 507-510.
- Matsuda, Y., H. Mori, T. Niimi, H. Uenishi and M. Hirako (2007). Development of pressure sensitive molecular film applicable to pressure measurement for high Knudsen number flows. *Experiments in Fluids* **42**(4): 543-550.
- Matsuda, Y., H. Mori, Y. Sakazaki, T. Uchida, S. Suzuki, H. Yamaguchi and T. Niimi (2009). Extension and characterization of pressure-sensitive molecular film. *Experiments in Fluids* **47**(6): 1025-1032.
- Matsuda, Y., T. Uchida, S. Suzuki, R. Misaki, H. Yamaguchi and T. Niimi (2011b). Pressure-sensitive molecular film for investigation of micro gas flows. *Microfluidics and Nanofluidics* **10**(1): 165-171.
- Maurer, J., P. Tabeling, P. Joseph and H. Willaime (2003). Second-order slip laws in microchannels for helium and nitrogen. *Physics of Fluids* **15**(9): 2613-2621.
- Maxwell, J. C. (1879). On stresses in rarefied gases arising from inequalities of temperature. *Philosophical Transactions of the Royal Society* **170**: 231-256.
- Maynes, D. and A. R. Webb (2002). Velocity profile characterization in sub-millimeter diameter tubes using molecular tagging velocimetry. *Experiments in Fluids* **32**(1): 3-15.
- Meinhart, C. D., S. T. Wereley and M. H. B. Gray (2000). Volume illumination for two-dimensional particle image velocimetry. *Measurement Science and Technology* **11**: 809-814.
- Miles, R. B., C. Cohen, J. Connors, P. J. Howard, S. Huang, E. C. Markovitz and G. Russel (1987). Velocity measurements by vibrational tagging and fluorescent probing of oxygen. *Optics Letters* **12**: 861-863.
- Miles, R. B., J. Connors, E. C. Markovitz, P. J. Howard and G. J. Roth (1989). Instantaneous profiles and turbulence statistics of supersonic free shear layers by Raman Excitation plus laser induced electronic fluorescence (Relief) velocity tagging of oxygen. *Experiments in Fluids* **8**: 17-24.
- Miles, R. B., J. Grinstead, R. H. Kohl and G. Diskin (2000). The RELIEF flow tagging technique and its application in engine testing facilities and for helium-air mixing studies. *Measurement Science and Technology* **11**: 1272-1281.

- Mitsuya, Y. (1993). Modified Reynolds equation for ultra-thin film gas lubrication using 1,5-order slip-flow model and considering surface accommodation coefficient. *Journal of Tribology* **115**: 289-294.
- Morini, G. L., Y. Yang, H. Chalabi and M. Lorenzini (2011). Experimental analysis of gas flow forced convection in microtubes. Proceedings of the ASME 2011 9th International Conference on Nanochannels, Microchannels and Minichannels (ICNMM2011). **1**: 541-550.
- Morini, G. L., Y. Yang and M. Lorenzini (2012). Experimental analysis of gas micro-convection through commercial microtubes. *Experimental Heat Transfer* **25**(3): 151-171.
- Niimi, T. (2005). Application of pressure sensitive paints to low pressure range. *J. Thermophys Heat Transf* **19**: 9-16.
- Park, H., J. A. Moore, O. Trass and M. Ojha (1999). Laser photochromic velocimetry estimation of the vorticity and pressure field – two-dimensional flow in a curved vessel. *Experiments in Fluids* **26**(1): 55-62.
- Perrier, P., I. A. Graur, T. Ewart and J. G. Méolans (2011). Mass flow rate measurements in microtubes: from hydrodynamic to near free molecular regime. *Physics of Fluids* **23**(4): 042004:042001-042011.
- Pitakarnnop, J. (2009). Analyse expérimentale et simulation numérique d'écoulements raréfiés de gaz simples et de mélanges gazeux dans les microcanaux *PhD, Université de Toulouse*.
- Pitakarnnop, J., S. Varoutis, D. Valougeorgis, S. Geoffroy, L. Baldas and S. Colin (2010). A novel experimental setup for gas microflows. *Microfluidics and Nanofluidics* **8**(1): 57-72.
- Pitz, R. W., M. D. Lahr, Z. W. Douglas, J. A. Wehrmeyer, S. Hu, C. D. Carter, K.-Y. Hsu, C. Lum and M. M. Koochesfahani (2005). Hydroxyl tagging velocimetry in a supersonic flow over a cavity. *Applied Optics* **44**(31): 6692-6700.
- Ponce, A., P. A. Wong, J. J. Way and D. G. Nocera (1993). Intense phosphorescence triggered by alcohols upon formation of a cyclodextrin ternary complex. *Journal of Physical Chemistry* **97**: 11137-11142.
- Pong, K.-C., C.-M. Ho, J. Liu and Y.-C. Tai (1994). Non-linear pressure distribution in uniform microchannels. Application of microfabrication to fluid mechanics. *P. R. Bandyopadhyay, K. S. Breuer and C. J. Blechinger. New York, ASME. FED-197*: 51-56.
- Porodonov, B. T., P. E. Suetin, S. F. Borisov and V. D. Akinshin (1974). Experimental investigation of rarefied gas flows in different channels *Journal of Fluid Mechanics* **64**(3): 417-437.
- Roy, S. and S. Chakraborty (2007). Near-wall effects in micro scale Couette flow and heat transfer in the Maxwell-slip regimes. *Microfluidics and Nanofluidics* **3**(4): 437-449.
- Santiago, J. G., S. T. Wereley, C. D. Meinhart, C. D. Beebe and R. J. Adrian (1998). A particle image velocimetry system for microfluidics. *Experiments in Fluids* **25**: 316-319.
- Schoot, N., C. Asbach, J. Wartmann, H. Heinzl and R. Lindken (2010). Development of gas-phase micro-particle velocimetry for fuel cell investigations *Proceedings of the 2nd GASMEMS Workshop, Les Embiez, July 9-10, 2010*.

- Sharipov, F. and D. Kalempa (2003). Velocity slip and temperature jump coefficients for gaseous mixtures. I. Viscous slip coefficient. *Physics of Fluids* **15**(6): 1800-1806.
- Sharipov, F. and V. Seleznev (1998). Data on internal rarefied gas flows. *J. Phys. Chem. Ref. Data* **27**(3): 657-706.
- Shih, J. C., C.-M. Ho, J. Liu and Y.-C. Tai (1996). Monatomic and polyatomic gas flow through uniform microchannels. *New York, ASME. DSC-59*: 197-203.
- Someya, S., K. Tominaga, Y. Li and K. Okamoto (2010). Combined velocity and temperature measurements of natural convection using temperature sensitive particles *15th Int Symp on Applications of Laser Techniques to Fluid Mechanics, Lisbon, Portugal, 05-08 July, 2010*.
- Sreerkanth, A. K. (1969). Slip flow through long circular tubes. 6th International Symposium on Rarefied Gas Dynamics. *L. Trilling and H. Y. Wachman. New York, Academic Press*: 667-680.
- Stefanov, S. and C. Cercignani (1994). Monte Carlo simulation of a channel flow of a rarefied gas. *European Journal of Mechanics, B/Fluids* **13**(1): 93-114.
- Stier, B. and M. M. Koochesfahani (1999). Molecular Tagging Velocimetry (MTV) measurements in gas phase flows. *Experiments in Fluids* **26**: 297-304.
- Sugii, Y. and K. Okamoto (2006). Velocity measurement of gas flow using micro PIV technique in polymer electrolyte fuel cell. Proceedings of 4th International Conference on Nanochannels, Microchannels and Minichannels (ICNMM2006). *Limerick, Ireland, ASME: ICNMM2006-96216:96211-96216*.
- Thompson, B. R., D. Maynes and B. W. Webb (2005). Characterization of the hydrodynamically developing flow in a microtube using MTV. *Journal of Fluids Engineering* **127**(5): 1003-1012.
- Thomson, S. L. and D. Maynes (2000). Spatially resolved temperature measurements in a liquid using laser induced phosphorescence *Journal of Fluid Engineering* **123**: 293-309.
- Tison, S. A. (1993). Experimental data and theoretical modeling of gas flows through metal capillary leaks. *Vacuum* **44**(11-12): 1171-1175.
- Tropa, C. (1995). Laser doppler anemometry: recent developments and future challenges. *Meas. Sci Technol* **6**: 605-619.
- Tsien, H. S. and R. Schamberg (1946). Propagation of plane sound waves in rarefied gases. *The Journal of Acoustical Society of America* **18**(2): 334-341.
- Wang, M. and Z. Li (2004). Simulations for gas flows in microgeometries using the direct simulation Monte Carlo method. *International Journal of Heat and Fluid Flow* **25**(6): 975-985.
- Welander, P. (1954). The temperature jump in a rarefied gas. *Arkiv foer Fysik* **7**: 507-553.
- Wereley, S. T., L. Gui and C. D. Meinhart (2002). Advanced algorithms for microscale particle image velocimetry. *AIAA Journal* **40**(6): 1047-1055.

Wereley, S. T. and C. D. Meinhart (2001). Second-order accurate particle image velocimetry. *Experiments in Fluids* **31**: 258-268.

Willis, D. R. (1962). Comparison of kinetic theory analyses of linearized couette flow. *Physics of Fluids* **5(2)**: 127-135.

Wu, J.-S. and K.-C. Tseng (2001). Analysis of micro-scale gas flows with pressure boundaries using direct simulation Monte Carlo method. *Computers & Fluids* **30(6)**: 711-735.

Yamaguchi, H., T. Hanawa, O. Yamamoto, Y. Matsuda, Y. Egami and T. Niimi (2011). Experimental measurement on tangential momentum accommodation coefficient in a single microtube. *Microfluidics and Nanofluidics* **11(1)**: 57-64.

Yoon, S. Y. R., J W, M. M. Mench and K. V. Sharp (2006). Gas-phase particle image velocimetry (PIV) for application to the design of fuel cell reactant flow channels. *Journal of Power Sources* **160**: 1017-1025.

Zhang, X., H. Choi, A. Datta and X. Li (2006). Design, fabrication and characterization of metal embedded thin film thermocouples with various film thicknesses and junction sizes. *Journal of Micromechanics and Microengineering* **16(5)**: 900.

Chapitre 3

Vélocimétrie par marquage moléculaire

Dans le chapitre précédent, nous avons présenté les différents outils d'analyse expérimentale actuellement disponibles pour l'analyse des micro-écoulements gazeux. L'objectif de ce chapitre est de détailler plus particulièrement la technique de vélocimétrie par marquage moléculaire (MTV). Le chapitre commence par une présentation des phénomènes de luminescence sur lesquels est basée la MTV. Le principe, les mécanismes photo-chimiques et les traceurs possibles sont également détaillés. Une attention particulière est enfin portée sur la technique utilisant la phosphorescence directe, qui est celle qui a été mise en œuvre dans notre travail de thèse.

3.1. Phénomènes de luminescence

Une molécule dite luminescente présente la propriété d'absorber un rayonnement lumineux et de restituer en général rapidement (en quelques nanosecondes ou microsecondes) l'énergie absorbée sous forme d'émission lumineuse dans le visible ou proche de l'UV.

Le diagramme de Jablonski (Figure 3.1) illustre les différents états électroniques de la molécule ainsi que les transitions possibles entre ces états qui donnent lieu aux phénomènes de luminescence. Chaque état électronique correspond à un nombre de niveaux vibrationnels superposés. Chaque état vibrationnel fondamental est schématisé par un trait épais alors que les niveaux vibrationnels intermédiaires du même état sont en traits fins.

Une molécule est initialement à un état fondamental non excité S_0 . La molécule réside dans un état électronique où les électrons sont appariés : l'état fondamental singulet S_0 . En absorbant l'énergie d'un photon, l'un des électrons est envoyé vers une orbitale extérieure. La molécule évolue alors vers un état singulet excité d'énergie supérieure (S_1 ou S_2). L'état d'excitation ne dure pas longtemps et en moins d'une microseconde, la molécule retourne spontanément à son état fondamental S_0 en émettant un rayonnement. Cette transition radiative s'appelle luminescence.

Dans certains cas, le spin de l'électron peut s'inverser. On se retrouve par conséquent dans une configuration où deux électrons ont le même spin. On parle alors d'électrons non appariés. L'état électronique est un état triplet T_1 . Il correspond à un état excité qui se distingue des états singulets par un nombre impair de spins. Cet état n'est pas très stable mais sa durée de vie est plus longue que celle de l'état singulet.

Un chevauchement existe entre certains états électroniques : S_1 et S_2 , T_1 et S_2 . Le temps de passage d'un état électronique à un autre (de S_0 à S_1 par exemple) est de l'ordre de 10^{-15} s.

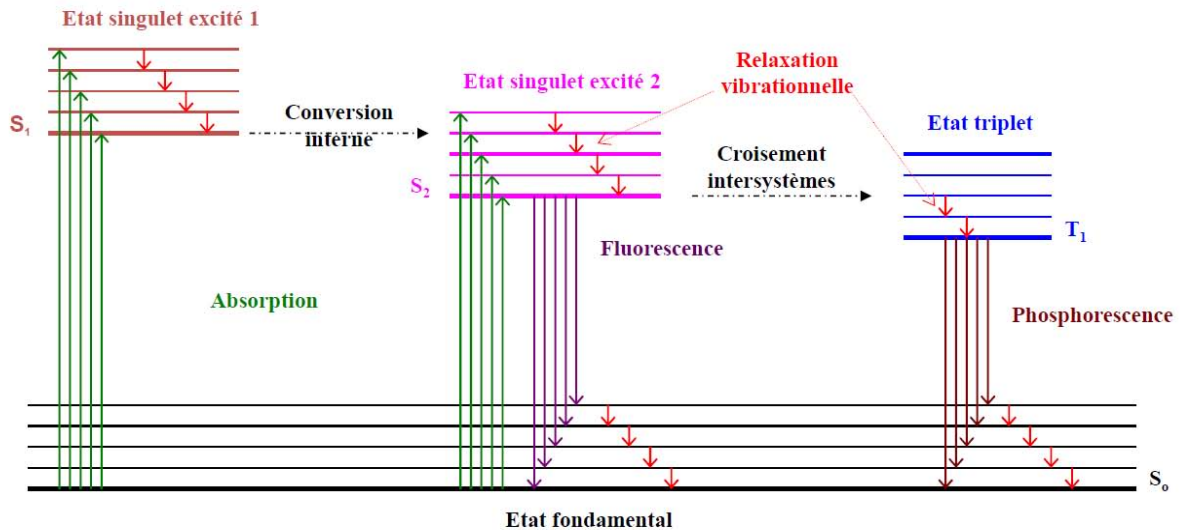


Figure 3.1 : Diagramme de Jablonski

Les transitions entre états électroniques peuvent ainsi être radiatives (luminescence) mais également non radiatives (relaxation vibrationnelle, conversion interne et croisement intersystèmes). Les circonstances d'apparition de ces différents processus sont :

- **Relaxation vibrationnelle** : en absorbant l'énergie d'un photon, la molécule évolue vers un état singulet excité S_1 , généralement à un niveau vibrationnel supérieur au niveau fondamental de l'état excité (traits fins sur le diagramme). De cet état, la molécule descend spontanément vers le plus bas niveau vibrationnel de son état excité (trait épais sur le diagramme). Ce processus non radiatif est appelé **relaxation vibrationnelle**.
- **Conversion interne** : la molécule excitée par absorption d'un photon peut arriver à un état singulet excité S_1 (état à énergie plus élevée que S_2). Suite à une succession de relaxations vibrationnelles, la molécule arrive par la suite au niveau vibrationnel le plus bas de cet état excité S_1 . De ce point, son sort dépend de la différence d'énergie entre les différents états singulets. Généralement, cette différence est plus petite entre S_1 et un état vibrationnel de S_2 qu'entre S_1 et S_0 . Il apparaît alors une transition entre S_1 et un état vibrationnel de S_2 : c'est le phénomène de conversion interne. Sa durée de vie est de l'ordre de 10^{-11} à 10^{-13} s.
- **Fluorescence** : une fois arrivée à l'état vibrationnel le plus bas de son état singulet excité S_2 , la molécule a la possibilité de retourner à son état fondamental initial S_0 . Ce retour se fait en émettant un photon : c'est le phénomène de **fluorescence**. La durée de vie de la fluorescence est généralement de l'ordre de 2 à 10 ns (Koochesfahani et al., 2007).
- **Croisement intersystèmes et phosphorescence** : un des états électroniques possibles de la molécule est l'état triplet T_1 . Il s'agit d'un état excité qui se distingue des états singulets par un nombre impair de spins. Le passage à cet état par absorption de photon à partir de l'état fondamental S_0 est très peu probable. Il est beaucoup plus probable à partir du plus bas niveau d'énergie vibrationnelle de l'état S_2 par un croisement intersystèmes. Ce dernier se produit en une durée de l'ordre de 10^{-8} s. De T_1 , la molécule revient à S_0 en passant par les différents niveaux de relaxation vibrationnelle de S_0 : c'est le phénomène de phosphorescence. La durée de vie de T_1 est beaucoup plus longue que celle de S_2 (de l'ordre de 10^{-4} à 10 s). La phosphorescence a ainsi une durée de vie plus longue que la

fluorescence en raison du passage $T_1 - S_0$ qui est quantiquement interdit. De plus, la phosphorescence a une longueur d'onde significativement décalée à cause du niveau d'énergie de l'état triplet T_1 plus bas que celui de l'état singulet S_2 . Ainsi, la différence des longueurs d'ondes entre absorption et émission est plus grande pour la phosphorescence que pour la fluorescence.

Les différents états électroniques d'une molécule du Diagramme de Jablonski peuvent finalement être résumés par le schéma simplifié suivant (Figure 3.2).

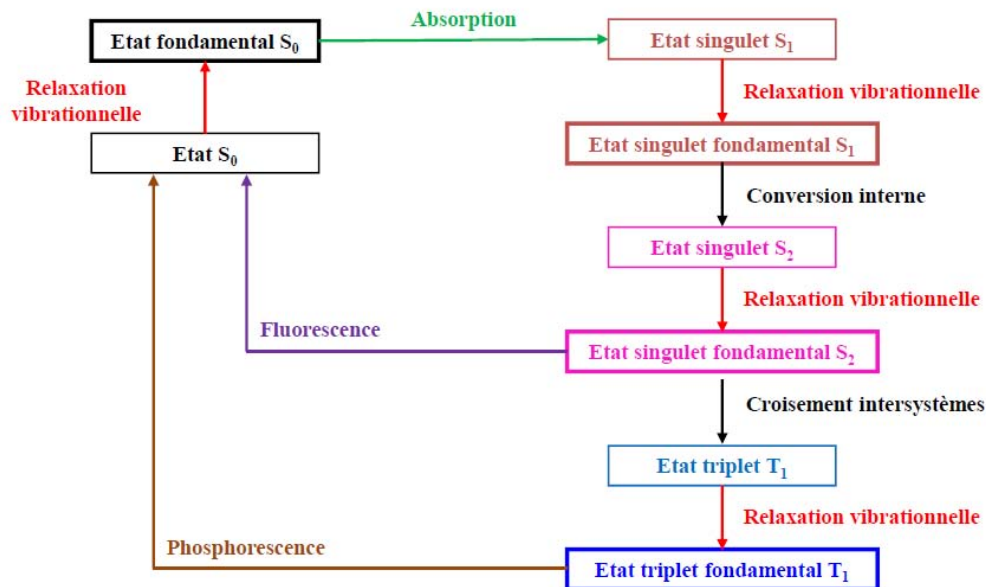


Figure 3.2: Schéma simplifié des états électroniques d'une molécule

3.2. Vélocimétrie par marquage moléculaire (MTV)

La vélocimétrie par marquage moléculaire (MTV) est une technique laser non intrusive considérée comme une alternative moléculaire à la PIV qui est quant à elle une technique particulaire (Koochesfahani, 1999). Ainsi, à la différence de la PIV où l'on suit le déplacement de particules, en MTV, on suit le signal de luminescence émis par des molécules traceuses. Le suivi de molécules et non de particules permet ainsi d'éliminer des problèmes relatifs à l'ensemencement de particules, leur concentration dans l'écoulement, etc... L'application de la MTV pour la visualisation des écoulements gazeux est encore plus intéressante à micro-échelle où la PIV présente des limitations encore assez contraignantes (voir chapitre 2). Quelques éléments de comparaison entre les techniques de μ PIV et la μ MTV sont résumés au Tableau 3.1.

	μ PIV	μ MTV
	Technique non intrusive	Technique non intrusive
Traceurs	Particules de taille nanométrique (100 à 300 nm)	Molécules
Zone illuminée	Illumination de volume	Marquage d'une ligne ou d'une grille
Résolution	Définie par la profondeur de champ	Définie par la taille du faisceau laser

Limitations / difficultés intrinsèques aux deux techniques	haute sensibilité au mouvement Brownien ; difficulté de génération des particules ; bruit de fond élevé par les particules éclairées hors champ focal, problème renforcé par le besoin d'une concentration élevée de particules	Limites en résolution du fait d'un diamètre minimal du faisceau laser ; manipulation de molécules luminescentes ; diffusion des molécules traceuses ; pas de repérage individuel des molécules marquées
--	---	---

Tableau 3.1 : Points de différence entre μ PIV et μ MTV

3.2.1. Principe de la MTV

Une source laser, généralement UV, est utilisée pour marquer les molécules. Deux images successives sont acquises pendant la durée de vie de luminescence de la molécule : une image de la ligne initiale marquée et une image de sa déformée. Différentes techniques permettent de déterminer ensuite le déplacement de la ligne marquée : par détection de la position du maximum d'intensité de phosphorescence dans les lignes initiale et déformée (Hill et al., 1994), par cross-corrélation (Gendrich et al., 1997), etc. Le champ de vitesse est finalement déterminé par le rapport entre le déplacement Lagrangien des points de la ligne marquée et l'intervalle de temps entre les 2 images.

La MTV se décompose en 3 étapes fondamentales (voir Figure 2.19) : le marquage, la réémission et la détection. La technique peut faire appel à différents mécanismes en utilisant divers types de traceurs détaillés dans la partie suivante.

3.2.2. Mécanismes photochimiques et traceurs

Comme on l'a vu, la MTV nécessite le passage d'une molécule à un état électroniquement excité. Cette transition peut se faire suivant différents mécanismes photochimiques en fonction des propriétés thermo-physiques la molécule excitée (Koochesfahani et al., 2007). Il en résulte différentes techniques qui dictent le choix du système de marquage (longueur d'onde d'excitation et type du laser) ainsi que celui du système de détection. Ces techniques sont connues sous le nom de :

- LIPA: *Laser Induced Photochemical Anemometry*
- RELIEF: *Raman Excitation plus Laser Induced Electronic Fluorescence*
- PHANTOMM: *Photo Activated Non-intrusive Tracing Of Molecular Motion*
- Phosphorescence directe

a. LIPA

Le mécanisme de la LIPA est schématisé sur la Figure 3.3 : une excitation laser de la molécule traceuse, initialement à l'état S_0 , la conduit à un état électriquement excité S_1 où elle rentre en relaxation non radiative. Une partie de l'énergie vibrationnelle achemine la molécule vers un état vibrationnel excité S_2 intermédiaire entre son état fondamental S_0 et l'état S_1 , avec un spectre d'absorption différent de celui de S_1 . Cette différence de longueurs d'onde est mesurée par la détection de l'absorbance d'une lumière blanche entre S_2 et S_2' .

Deux sources lasers sont donc nécessaires pour l'implémentation de la LIPA : une première source UV pour la production de S_2 . Une deuxième source (généralement de la lumière blanche) pour la mesure de l'absorbance du traceur.

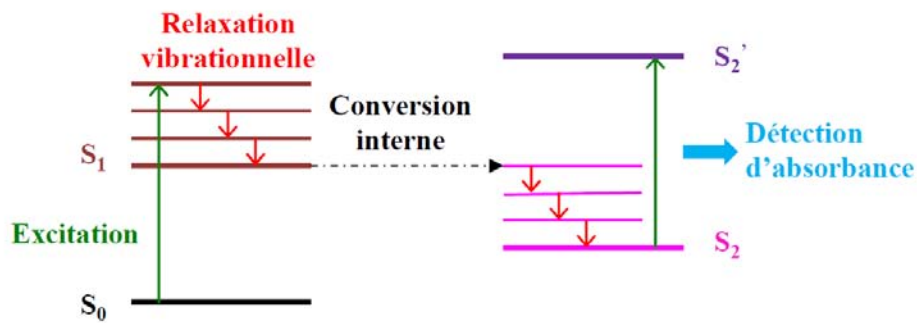


Figure 3.3: Mécanisme LIPA, d'après Koochesfahani and Nocera (Koochesfahani et al., 2007)

Les traceurs utilisés avec cette technique sont des colorants dits « photochromiques ». Sous l'excitation d'une source laser UV ces molécules migrent vers un état d'énergie élevée et prennent une nouvelle couleur. Cette dernière est détectée par une source de lumière blanche permettant d'interroger la zone marquée et déplacée par le fluide. Ces molécules ont l'avantage d'être réutilisables et d'avoir une longue durée de vie (de l'ordre de la seconde à la minute). D'après Koochesfahani and Nocera (Koochesfahani et al., 2007), ces molécules ont été initialement introduites par Miller (Miller, 1962) pour la visualisation d'écoulements liquides. Elles ont ensuite été utilisées pour des mesures de vitesse avec un marquage le long d'une ligne (Popovich et al., 1967) ou suivant une grille (Falco et al., 1987). Ojha et al. (Ojha et al., 1989) ont utilisé des colorants photochromiques solubles dans les solvants organiques pour la visualisation et la mesure de profils de vitesse instantanée dans un écoulement de kérosène à l'intérieur d'un tube de 5 mm de diamètre et de 1,2 m de long. Leur motivation étant de comprendre les effets de sténose à l'intérieur d'artères de type carotide. Park et al. (Park et al., 1999) ont introduit des molécules photochromiques dans un écoulement stationnaire de kérosène à l'intérieur d'une veine courbe à section circulaire (de diamètre 10 mm et de rayon de courbure 30 mm). Des champs de vitesse instantanée ont été établis, la motivation étant d'étudier les écoulements dans les sites de maladie artérielle coronaire.

La technique LIPA présente certains avantages et limitations résumés dans le Tableau 3.2.

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> - Passage de S_2 à S_0: opération réversible => traceur réutilisable - Longue durée de vie du traceur 	<ul style="list-style-type: none"> - Traceurs insolubles dans l'eau => majorité des études conduites dans des solvants organiques (exemple : kérosène) - Détection difficile de l'absorbance par comparaison à la luminescence

Tableau 3.2 : Avantages et inconvénients de la technique LIPA

b. RELIEF

A l'inverse de la LIPA, la RELIEF est basée sur la détection de luminescence et non d'absorbance. Son mécanisme est schématisé à la Figure 3.4 : de l'oxygène est amené à un état vibrationnel excité S_1 par diffusion Raman (diffusion d'un photon par un milieu

impliquant un échange d'énergie entre le photon incident et la molécule). Cette étape forme de l' O_2 et dure une dizaine de nanosecondes (Koochesfahani, 1999). Une 2^{ème} source laser conduit les molécules d'oxygène préalablement créées à un état électronique émissif S_1' . De cet état, la molécule émet des photons par fluorescence. Leur fluorescence est interrogée par une 3^{ème} source laser.

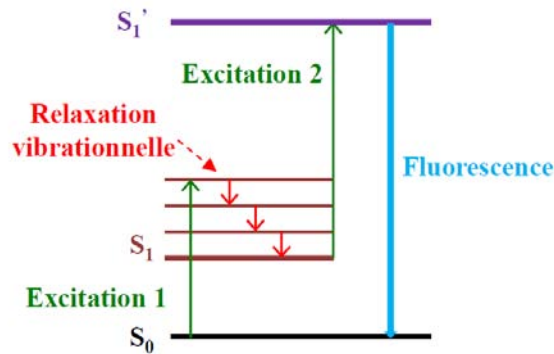


Figure 3.4 : Mécanisme RELIEF, d'après Koochesfahani and Nocera (Koochesfahani et al., 2007)

La technique RELIEF nécessite par conséquent 3 sources lasers : 2 pour exciter et une 3^{ème} pour détecter la fluorescence du traceur O_2 ce qui rend la technique coûteuse et difficile à mettre en place. Cette technique a été développée par Miles et al. [(Miles et al., 1987; Miles et al., 1989; Miles et al., 1993; Noullez et al., 1997) ; (Miles, Grinstead et al. 2000)] pour des mesures de vitesse dans un jet d'air. Un schéma du dispositif expérimental de RELIEF est représenté Figure 3.5 (Miles et al., 2000).

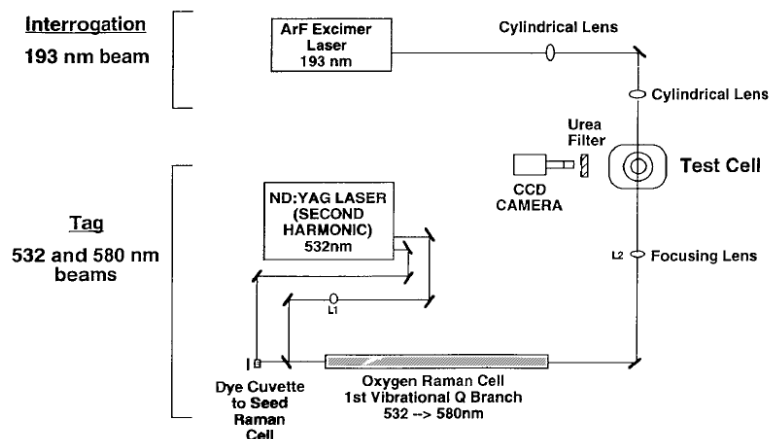


Figure 3.5 : Schéma du système RELIEF (Miles et al., 2000)

La technique RELIEF a également été appliquée pour l'étude de phénomènes de transport et de mélanges dans des écoulements gazeux [(Noullez et al., 1997) ; (Miles et al., 1989; Miles et al., 2000)].

c. PHANTOMM

Cette technique a été initialement introduite par Lempert et al. (Lempert et al., 1995) pour des mesures de vitesses dans des écoulements liquides. Elle utilise des molécules traceuses à longue durée de vie. Il s'agit d'espèces organiques fluorescentes initialement emprisonnées par photolyse dans un groupe chimique interdisant leur luminescence. La

décapsulation de ce groupe chimique libère la molécule et permet son utilisation dans des techniques de marquage moléculaire.

Comme le montre le schéma du mécanisme (Figure 3.6), deux sources lasers sont nécessaires :

- une 1^{ère} source pour décapsuler le groupe chimique et libérer la molécule fluorescente,
- une 2^{ème} source pour exciter la molécule libérée qui devient lumineuse avec une haute efficacité quantique.

Le déplacement de la région marquée est finalement révélé par illumination de l'écoulement et détection de la fluorescence du traceur.

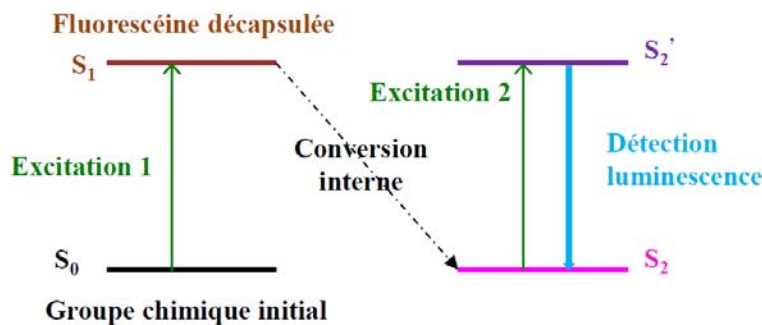


Figure 3.6 : Mécanisme PHANTOMM, d'après Koochesfahani and Nocera (Koochesfahani et al., 2007)

La technique PHANTOMM présente certains avantages et inconvénients qui sont listés dans le Tableau 3.4 :

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> - Intensité d'émission élevée => gain élevé du signal obtenu - Courte durée de vie de la fluorescence => la région marquée n'est pas étouffée par la présence d'oxygène - Excitation multiple possible de la fluorescéine une fois décapsulée 	<ul style="list-style-type: none"> - Opération de décapsulation irréversible => utilisation unique de la molécule - Besoin de 2 sources laser => difficulté dans la mise en œuvre de la technique - Courte durée de vie de la fluorescence => limitation aux écoulements à vitesse élevée

Tableau 3.4 : Avantages et inconvénients de la technique PHANTOMM

Pour les applications liquides, les traceurs utilisés sont des molécules de fluorescéine encapsulée (Lempert et al., 1995). Un groupe chimique est attaché à la fluorescéine pour la rendre non fluorescente.

La technique PHANTOMM existe aussi sous d'autres variantes : HTV (*Hydroxyl Tagging Velocimetry*), OTV (*Oxygen Tagging Velocimetry*), ou encore photo-blanchiment (*Photobleaching*).

- HTV (*Hydroxyl Tagging Velocimetry*) : le développement de la HTV a été initié par Pitz et al. [Pitz, Brown et al. 1996 ; Pitz, Wehrmeyer et al. 2000] ; (Pitz et al., 2005 ; Pitz et al., 2000)] et Ribarov et al. [(Ribarov et al., 2004) ; (Ribarov et al., 2002)] pour des études de phénomènes de combustion et d'écoulement d'air. Dans cette technique, des radicaux OH jouent le rôle de traceurs. Une première source laser (un excimer ArF de longueur d'onde 193 nm) est utilisée pour dissocier de la vapeur d'eau en radicaux OH. Une 2^{ème} source

(un excimer KrF de longueur d'onde 248 nm) permet d'exciter la fluorescence des radicaux OH. Ces traceurs ont cependant une courte durée de vie rendant la technique mieux adaptée à des écoulements rapides (Koochesfahani et al., 2007) ou encore à des études de combustion.

- OTV (*Ozone Tagging Velocimetry*) : cette technique a été initiée par le même groupe de travail [(Pitz et al., 2000); (Ribarov et al., 1999)]. La molécule encapsulée dans ce cas est l'ozone. Il est créé par dissociation de molécules de dioxygène. Cette étape de dissociation se fait souvent par un laser excimer ArF. Elle est suivie par une excitation de l'ozone à l'aide d'un laser excimer KrF ($\lambda = 248$ nm). Deux sources lasers sont par conséquent nécessaires pour ce traceur.
- Photo-blanchiment (*Photobleaching*) : dans cette technique, des espèces non luminescentes sont produites à partir de colorants fluorescents créant ainsi une image négative. La technique est difficile à mettre en place car la détection d'une luminescence réduite sur un fond brillant rend difficile son implémentation pour des mesures MTV. Néanmoins, Mosier et al. (Mosier et al., 2002) ont réussi à développer une technique utilisant le photo-blanchiment d'une solution diluée de fluorescéine pour visualiser des écoulements électroosmotiques ainsi que des écoulements générés par un gradient de pression dans des canaux rectangulaires de section $50 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$ et de longueur 4 à 14 cm.

d. Phosphorescence directe :

C'est la technique la plus simple et directe à implémenter. Elle consiste à suivre la phosphorescence d'un traceur préalablement excité par une longueur d'onde appropriée. Comme le montre la Figure 3.7, une seule source laser est nécessaire pour exciter la molécule qui devient luminescente avec une longue durée de vie (état S_1). Cette luminescence, plus précisément cette phosphorescence, est détectée à deux instants successifs par un dispositif optique (caméra CCD associée à un intensificateur).

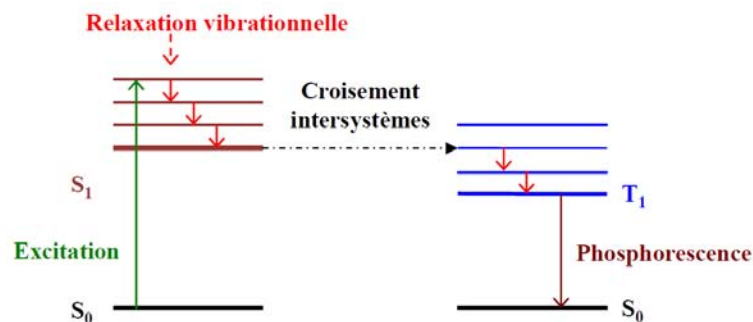


Figure 3.7 : Mécanisme MTV par phosphorescence directe, d'après Koochesfahani and Nocera (Koochesfahani et al., 2007)

Cette dernière technique est celle qui a été mise en œuvre dans notre étude. Une présentation détaillée pour l'analyse des écoulements gazeux en est faite dans le chapitre suivant.

La difficulté principale de la détection des molécules traceuses dans la MTV par suivi de phosphorescence est qu'elle est facilement étouffée par la présence de vapeur d'eau et

d'oxygène. L'oxygène représente l'extincteur le plus problématique surtout pour des applications gazeuses. Des traceurs comme la diacétyl et l'acétone peuvent être utilisés pour des mesures de MTV en phase gazeuse [(Stier et al., 1999) ; (Thurlow et al., 2000) (Hiller et al., 1984) ; (Stier et al., 1999) ; (Ismailov et al., 2006) ; (Lempert et al., 2003 ; Lempert et al., 2002) ; (Hu et al., 2002)], alors que des molécules spécifiques telles que certaines supramolécules peuvent être utilisées pour des applications liquides [(Gendrich et al., 1997) ; (Thompson et al., 2005) ; (Hu et al., 2006a)].

Le Tableau 3.3 résume les différents mécanismes et des références associées.

<u>LIQUIDES</u>	LIPA (Laser Induced Photochemical Anemometry)	
	Système: 2 sources de photons (UV et lumière blanche)	Traceur : colorant photochromique
	Références: Miller, 1962; Popovich and Hummel, 1967; Falco and Chu, 1987; Ojha et al, 1989 ; Falco and Chu, 1987; Park et al, 1999 ; Popovich et Hummel, 1967 ; Falco et Chu, 1987	
	PHANTOMM (Photo Activated Non-intrusive Tracing Of Molecular Motion)	
	Système: 2 sources de photons (une 1 ^{ère} pour décapsuler le traceur et une 2 ^{ème} pour exciter sa fluorescence) + un système de détection	Traceur : Fluorescéine encapsulée
Références: Lempert et al, 1995 ; Paul et al, 1998 ; Park et al, 2001; Lempert et Harris, 2000 ; Sinton et al, 2004 ; Ribarov et al, 2002, 2004 ; Pitz et al, 2000, 2005 ; Pitz et al, 1996, 2000; Ribarov et al, 1999 ; Mosier et al, 2002 ; Wang, 2005 ; Lempert et al, 1995 ; Harris et al, 1996 ; Biage et al, 1996 ; Garbe et al, 2008 ; Pitz et al, 1996 et 2000 ; Ribarov et al, 1999 ; Pitz et al, 2000, 2005 ; Ribarov et al, 2002		
<u>GAZ</u>	RELIEF (Raman Excitation plus Laser Induced Electronic Fluorescence)	
	Système: 3 sources de photons (deux pour le marquage du traceur et une pour son interrogation)	Traceur : dioxygène
	Références: Miles et al, 1987, 1989,1993, 1997 ; Noullez et al, 1997 ; Miles et al, 1989, 2000 ; Miles et al, 2000 ; Miles et al, 1987, 1989, 2000 ; Koochesfahani, 1999	
<u>GAZ / LIQUIDES</u>	Phosphorescence directe	
	Système : un laser	Traceurs : Acétone, Diacétyl/ Supramolécule
	Références: Stier and Koochesfahani, 1999 ; Thurlow and Klewicki, 2000;Gendrich et al, 1997 ; Thompson et al, 2005 ; Hu et al, 2006 ; Ponce et al, 1993 ; Hartmann et al, 1996 ; Gendrich et al, 1997; Hu et al, 2006 ; Hu and Koochesfahani, 2006 ; Hiller et al, 1984 ; Stier et Koochesfahani, 1999 ; Ismailov et al, 2006 ; Lempert et al, 2002 et 2003 ; Hu et Koochesfahani, 2002	

Tableau 3.3 : Mécanismes de MTV et références associées

3.3. MTV par phosphorescence directe

3.3.1 Cas des écoulements liquides

Le traceur le plus fréquemment rencontré dans le marquage moléculaire pour l'étude d'écoulements de liquide est une supramolécule soluble dans l'eau. Une source laser est nécessaire pour exciter la molécule qui devient phosphorescente. Sa réémission est par la suite détectée par un système optique approprié. La supramolécule a l'avantage d'être réutilisable. Cependant, sa luminescence peut être fortement réduite par l'oxygène ou la vapeur d'eau, ce qui représente une limite à son utilisation.

Ponce et al. (Ponce et al., 1993) et Hartmann et al. (Hartmann et al., 1996) ont développé une molécule présentant une bonne résistance à l'oxygène. Cette molécule, la glucosyl- β -cyclodextrine ($G\beta$ -CD), est obtenue à partir d'un mélange d'alcool et de solution aqueuse de cyclodextrine (CD) qui empêche l'extinction du luminophore par l'oxygène. La supramolécule est alors composée de la $G\beta$ -CD, d'un luminophore, le 1-bromonaphtène (1-BrNp) et d'un alcool comme le cyclohexanol. La formule finale de cette supramolécule est 1-BrNp $G\beta$ -CD ROH. Sa structure est présentée sur la Figure 3.8. Elle a une durée de vie de fluorescence et de phosphorescence de l'ordre de 9 ns et 10 ms respectivement. Plus de détails sur les propriétés de ce traceur sont disponibles dans la littérature [(Gendrich et al., 1997); (Hu et al., 2006a); (Hu et al., 2006b)].

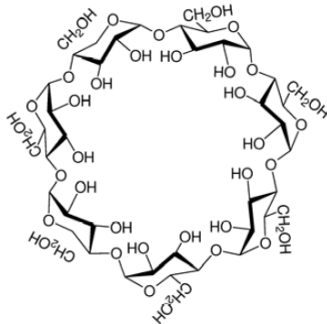


Figure 3.8 : Supramolécule 1-BrNp $G\beta$ -CD ROH (Koochesfahani et al., 2007)

Suite au développement de la MTV par phosphorescence directe, celle-ci a été appliquée à de nombreuses études de micro-écoulements liquides. Maynes and Webb (Maynes et al., 2002) ont ainsi étudié un écoulement liquide dans un micro-tube de 705 μm de diamètre. La plage de Reynolds investiguée est de 500 à 2500, correspondant à une vitesse moyenne d'écoulement de 0,7 à 3,5 m/s. Les profils de vitesse obtenus (Figure 3.9) adimensionnés par la vitesse moyenne sont en parfait accord avec un modèle d'écoulement laminaire. On note néanmoins la difficulté d'une mesure précise à la paroi, où la vitesse extraite de l'expérience n'est pas rigoureusement nulle.

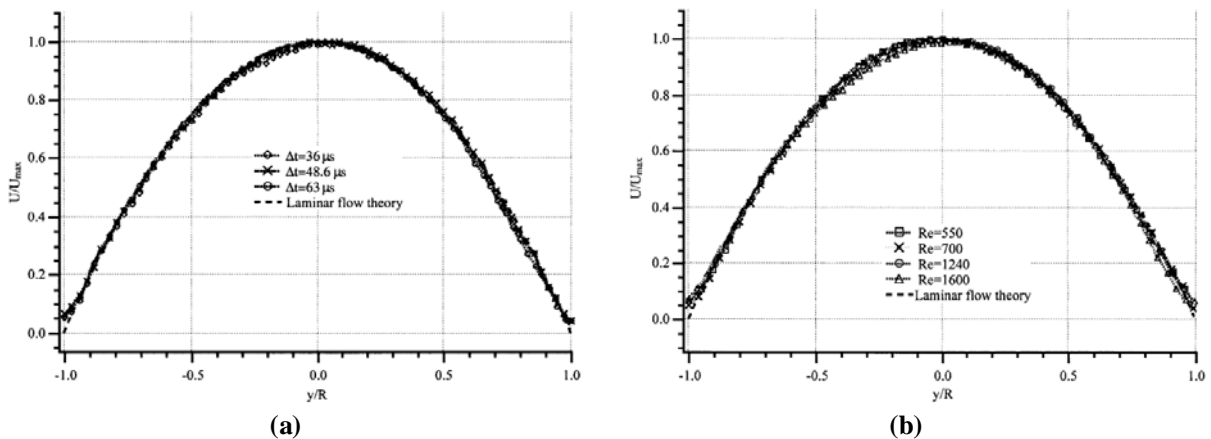


Figure 3.9 : Profils de vitesse adimensionnée obtenus par MTV par phosphorescence directe dans un écoulement liquide. (a) $Re = 1240$, profils mesurés à différents instants après le pulse laser ; (b) $Re = 500, 740, 1240$ et 1600 (Maynes et al., 2002)

Dans leur étude, Elsnab et al. (Elsnab et al., 2010) ont pu visualiser un écoulement de liquide dans un microcanal rectangulaire (de $500 \mu\text{m}$ de hauteur, 6 mm de largeur et $32,8 \text{ cm}$ de longueur) pour une gamme de Reynolds allant de 173 à 4830 . Les résultats trouvés sont en accord avec le modèle théorique laminaire. A partir des résultats obtenus, Elsnab et al. (Elsnab et al., 2010) ont validé l'utilisation de la MTV pour l'étude de micro-écoulements liquides. Ils sont confiants quant au potentiel de la technique en zone de proche paroi.

Thompson et al. (Thompson et al., 2005) ont de leur côté appliqué la MTV pour la visualisation d'un écoulement liquide en développement hydrodynamique à l'entrée d'un micro-tube de $182 \mu\text{m}$ de diamètre. Le nombre de Reynolds varie de 60 à 350 . Les vitesses correspondantes ont des valeurs entre $0,3$ et $1,9 \text{ m/s}$. Cette étude est la première étude d'écoulements non développés hydrodynamiquement à l'intérieur d'une conduite de diamètre hydraulique inférieur à 1 mm .

3.3.2. Cas des écoulements gazeux

Deux types de traceurs sont possibles pour des mesures en écoulements gazeux (Lozano, 1992) : l'acétone et la diacétyle, qui toutes deux des cétones.

a. Acétone

De formule chimique $\text{CH}_3\text{-CO-CH}_3$, l'acétone, également appelée 2-propanone, a une masse molaire de $58,08 \text{ g mol}^{-1}$. C'est à pression ambiante un liquide transparent hautement inflammable et très volatil. Sa pression de vapeur saturante (pression partielle de la vapeur à l'équilibre thermodynamique avec sa phase liquide, à une température donnée) est de l'ordre de $25,3 \text{ Pa}$ à 20°C . Il a une faible toxicité (par comparaison à d'autres molécules) mais peut être dangereux en cas d'une forte inhalation : sa vapeur peut irriter les yeux, les muqueuses ainsi que les voies respiratoires supérieures. Une exposition prolongée peut également causer des nausées et des maux de tête. Un système d'évacuation est obligatoire en cas d'utilisation prolongée de l'acétone.

Lozano (Lozano, 1992) a pu représenter le spectre d'absorption de l'acétone vapeur (Figure 3.10) à l'aide d'un spectrophotomètre (Perkin-Elmer Lambda 9).

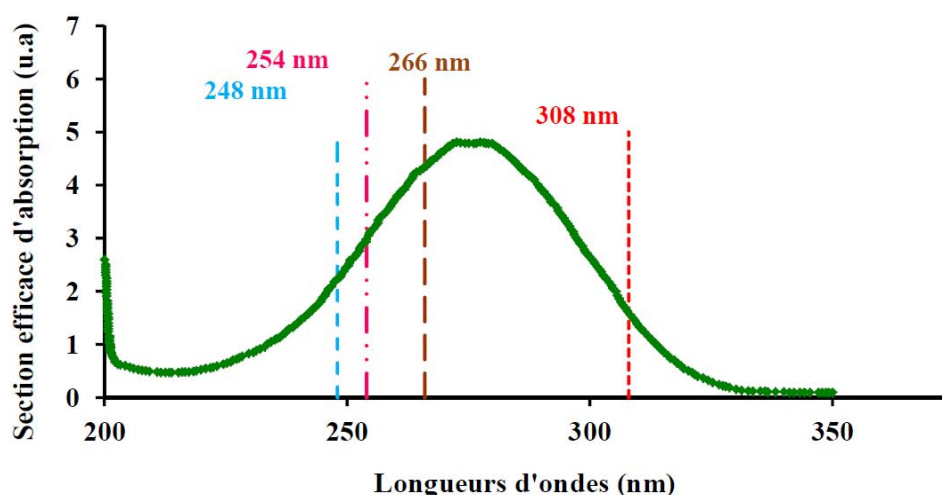


Figure 3.10 : Spectre d'absorption de l'acétone vapeur, d'après (Lozano, 1992)

Dans la Figure 3.10, la section efficace d'absorption se calcule à partir du rapport entre le coefficient d'absorption et la concentration des éléments absorbants d'un milieu traversé par une radiation lumineuse. Le coefficient d'absorption est déterminé à partir de la loi de Beer Lambert énonçant que l'intensité de cette radiation décroît exponentiellement avec l'épaisseur du milieu traversé.

L'acétone absorbe la lumière UV à une longueur d'onde entre 225 à 320 nm avec un pic d'absorption autour de 275 nm (section efficace d'absorption de $\sigma = 4,7 \cdot 10^{-20} \text{ cm}^2$). Le Tableau 3.5 présente les différents lasers ayant une longueur d'onde convenable pour l'excitation des molécules d'acétone. L'efficacité quantique de l'acétone vapeur (paramètre de caractérisation de la sensibilité électrique à la lumière d'un composé photosensible égal au rapport entre le nombre de charges électroniques collectées et le nombre de photons incidents) ne dépassant pas les 30 %, il vaut mieux utiliser un laser pulsé (efficacité quantique plus élevée qu'un laser non pulsé) pour exciter les molécules traceuses.

LASER	LONGUEUR D'ONDE	SECTION EFFICACE D'ABSORPTION
Excimer XeCl	308 nm	$1,6 \cdot 10^{-20} \text{ cm}^2$
Excimer KrF	248 nm	$2,3 \cdot 10^{-20} \text{ cm}^2$
Excimer ArF	254 nm	$3 \cdot 10^{-20} \text{ cm}^2$
Nd : YAG quadruplé	266 nm	$4,4 \cdot 10^{-20} \text{ cm}^2$

Tableau 3.5 : Sources lasers convenables pour excitation de l'acétone vapeur (Lozano, 1992)

En ce qui concerne la réémission, l'acétone est fluorescente dans le bleu de 350 à 550 nm (Figure 3.11). Sa fluorescence n'est influencée ni par la température ni par la présence d'extincteurs de luminescence tels que l'oxygène. Son spectre de phosphorescence est également dans le bleu (Figure 3.11). Cependant, la phosphorescence est très sensible à la présence d'oxygène. Son intensité diminue sous l'effet d'une augmentation de température (Tran et al., 2008a). Ainsi, avec le même spectre d'émission, la fluorescence et la phosphorescence de l'acétone ne sont pas facilement dissociables spectralement. Il est néanmoins possible de les dissocier par leur durée de vie (plus longue pour la phosphorescence que pour la fluorescence) et par leur intensité de luminescence (plus importante pour la fluorescence que pour la phosphorescence).

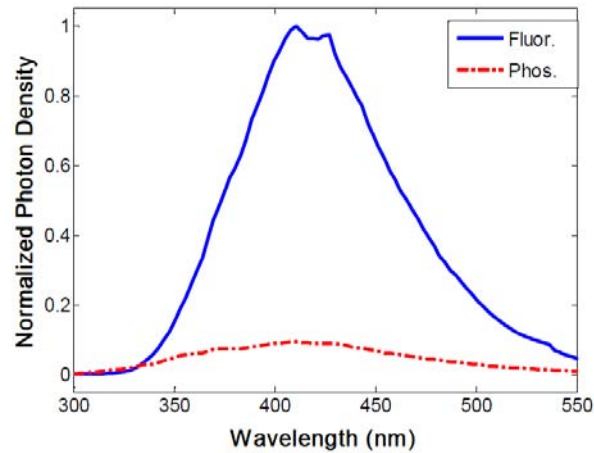


Figure 3.11 : Courbes de fluorescence et phosphorescence de l'acétone liquide (Tran, 2008)

A notre connaissance, le spectre de réémission de l'acétone vapeur n'est pas disponible dans la littérature.

Afin de compléter les données disponibles dans la littérature sur la réémission de l'acétone vapeur, nous avons étudié l'évolution de son signal de phosphorescence au cours du temps (Figure 3.12). Sur cette figure, un count correspond à une valeur de niveau de gris générée par le capteur. On observe un maximum d'intensité du signal de phosphorescence entre 5 et 520 ns après l'excitation. La phosphorescence chute alors rapidement mais reste cependant mesurable durant toute sa durée de vie (de l'ordre de 100 μ s) en intensifiant le signal. Les détails d'acquisition de ces données sont donnés dans le chapitre 5.

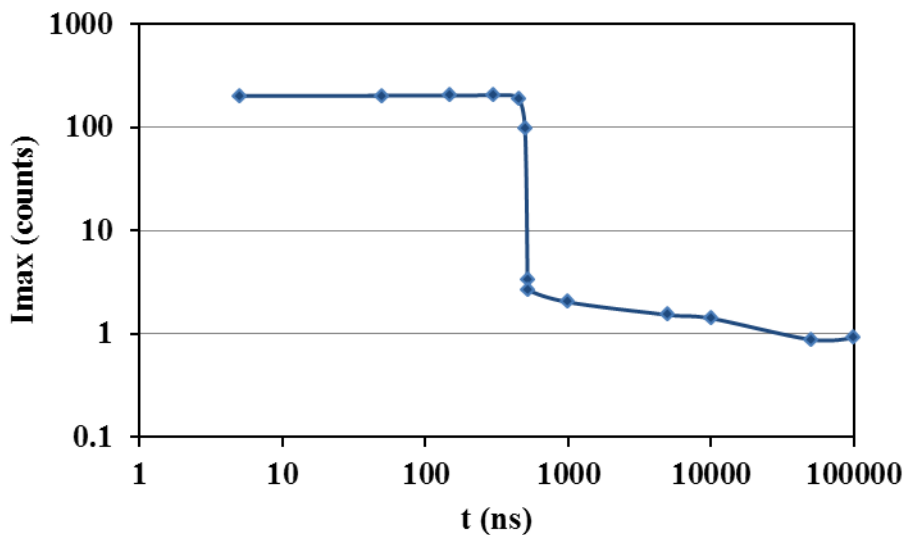


Figure 3.12 : Evolution de l'intensité maximale du signal de phosphorescence dans le temps à $p = 99$ kPa, $T = 21$ °C

Nous nous sommes également intéressés à l'évolution du signal de phosphorescence en fonction de la pression (Figure 3.13), étant donné qu'une des possibilités pour atteindre des régimes raréfiés est de descendre en pression. Les essais réalisés à des pressions de 99 à 1 kPa ont montré qu'une diminution de la pression s'accompagnait d'une diminution de l'intensité

du signal de phosphorescence obtenu. Les paramètres d'acquisition de ces données sont également précisés en chapitre 5 avec une discussion détaillée de cette observation.

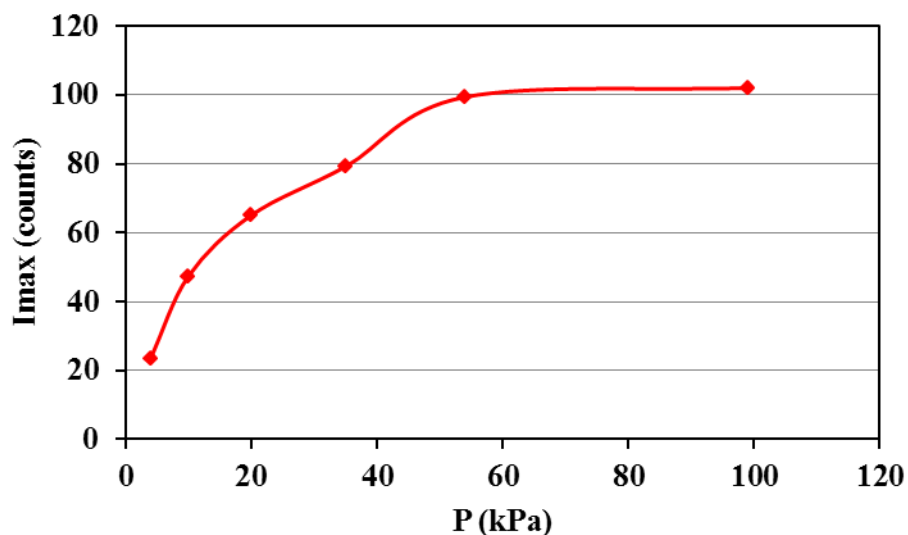


Figure 3.13 : Evolution de l'intensité maximale du signal de phosphorescence en fonction de la pression à $t = 500$ ns

b. Diacétyle

De formule chimique $\text{CH}_3\text{-(CO)}_2\text{-CH}_3$, la diacétyle, ou 2, 3-butanedione a une masse molaire de $86,1 \text{ g mol}^{-1}$. La diacétyle est une cétone liquide de couleur jaune-verte, moyennement toxique. Elle a une forte odeur qui se remarque même à faible concentration, nécessitant un système de récupération et de destruction du traceur non utilisé. L'utilisation de la diacétyle doit se faire dans un système bien étanche en raison des risques d'explosion lorsque la diacétyle vapeur est en contact avec de l'air. Elle est également très inflammable. C'est un liquide très dangereux en cas d'ingestion ou d'inhalation. Il s'absorbe par la peau (qui devient rouge) et est très irritant pour les yeux (rougeur, sensation de brûlure), les muqueuses et les voies respiratoires supérieures. Il peut également causer des maux de tête et des nausées. Sa pression de vapeur est de 5866 Pa à température ambiante. Elle augmente cependant exponentiellement avec la température.

La diacétyle a des propriétés optiques proches de celles de l'acétone mais à l'inverse de cette dernière, la diacétyle a une intensité de réémission beaucoup plus importante pour la phosphorescence que pour la fluorescence (Figure 3.14).

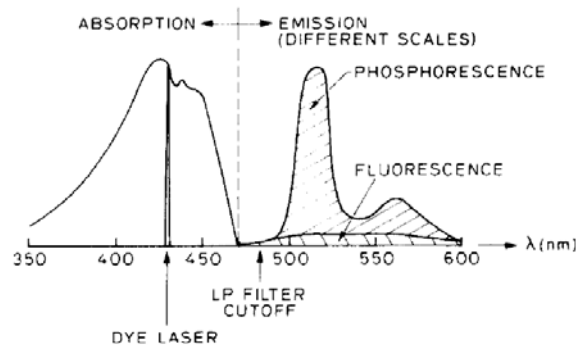


Figure 3.14 : Spectres d'absorption et d'émission de la diacétylène (Hiller et al., 1984)

La diacétylène absorbe dans l'UV, de 240 à 470 nm (Figure 3.15), avec des pics d'absorption à 270 et 417 nm. Il est donc possible de l'exciter avec un laser excimer XeF ($\lambda = 351$ nm) ou un Nd:YAG quadruplé triplé ($\lambda = 266$ nm), mais ce n'est pas une solution optimale, car on se trouve entre les deux pics d'absorption.

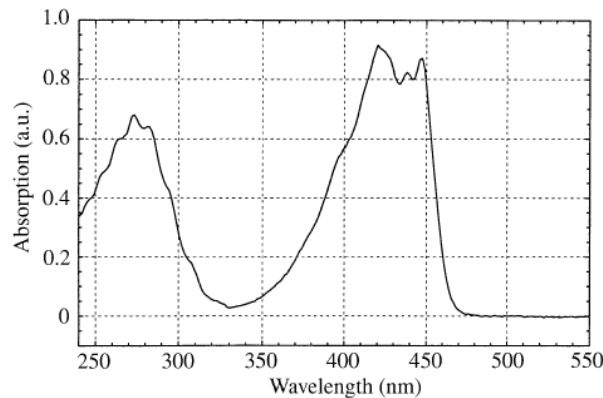


Figure 3.15 : Spectre d'absorption de la diacétylène (Stier et al., 1999)

La diacétylène émet dans le visible entre 450 et 700 nm selon un spectre de réémission similaire pour la fluorescence et la phosphorescence. Des pics de phosphorescence sont observés à 520 et 570 nm (Figure 3.16). La durée de vie de la fluorescence est de l'ordre de 10 ns. Celle de la phosphorescence, théoriquement estimée autour de 1,5 ms, est en pratique de l'ordre de 100 μ s car la phosphorescence est sévèrement étouffée par l'oxygène (Stier et al., 1999). Elle est de plus très dépendante de la température : son intensité diminue lorsque la température augmente (Lozano, 1992). La diacétylène polymérise rapidement en présence d'impuretés, ce qui réduit sa capacité d'ensemencement et par conséquent son intensité de phosphorescence (Hiller et al., 1984).

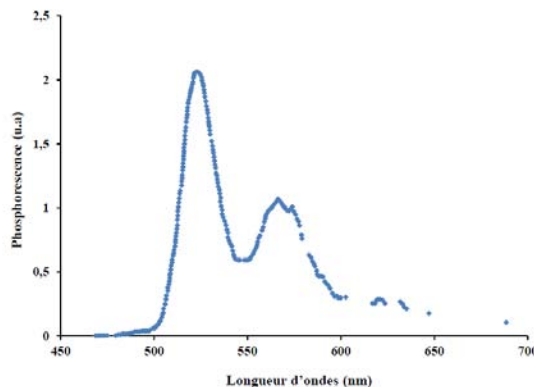


Figure 3.16 : Spectre de phosphorescence de la diacétylène, d'après (Stier et al., 1999)

La diacétylène a été utilisée par Hiller et al. (Hiller et al., 1984) pour des mesures de champs de vitesse 2D dans un écoulement de diazote à température ambiante, à travers une fente de 6 mm × 5 mm. Par la suite, différentes études ont présenté les propriétés de la diacétylène comme marqueur dans des écoulements gazeux (Liu et al., 1988; Lowry, 1987; Okabe et al., 1957). Ce traceur a été utilisé pour la visualisation d'écoulements (Paul et al., 1990). Hiller et al. (Hiller et al., 1984) ont réalisé des mesures de vitesse par suivi de phosphorescence de la diacétylène après marquage d'une ligne et observation de son déplacement à différents instants.

Le Tableau 3.6 résume les principales propriétés de l'acétone et de la diacétylène, traceurs utilisés pour l'étude des micro-écoulements gazeux.

Propriétés / Traceur	Acétone	Diacétylène
- Pression de vapeur	24 kPa à $T = 300$ K	5,32 kPa à $T = 300$ K
- Point de fusion	- 95 °C à $p = 10^5$ Pa	- 5,5 °C à $p = 10^5$ Pa
- Point d'ébullition	56 °C à $p = 10^5$ Pa	88 °C à $p = 10^5$ Pa
- <u>Absorption</u>		
Spectre	225 - 320 nm	240 - 470 nm
Pic d'absorption	275 nm ($\sigma = 4,7 \cdot 10^{-20}$ cm ²)	417 nm ($\sigma = 8 \cdot 10^{-20}$ cm ²)
- <u>Fluorescence</u>		
Plage	350 - 550 nm	420 - 520 nm
Pics	435 et 480 nm	485 nm
Durée de vie	4 ns	15 ns
- <u>Phosphorescence</u>		
Plage	350 - 550 nm	475 - 675 nm
Pic	405 nm	512 nm
Durée de vie	200 μ s	1,5 ms
Divers	Peu toxique, économique	Convient aux écoulements lents, traceur à toxicité moyenne
- Autres références bibliographiques	(Heicklen, 1959; Lozano, 1992; Ritchie et al., 2001; Tran, 2008; Tran et al., 2008b)	(Heicklen, 1959; Hiller et al., 1984)

Tableau 3.6 : Propriétés principales de l'acétone et de la diacétylène

c. Applications de la MTV à des écoulements gazeux

Concernant les écoulements gazeux, Stier and Koochesfahani (Stier et al., 1999) ont réalisé des mesures MTV basées sur le suivi de la phosphorescence de la diacétylène à la sortie d'un jet de 41 mm de diamètre. Le dispositif expérimental utilisé est présenté Figure 3.17.

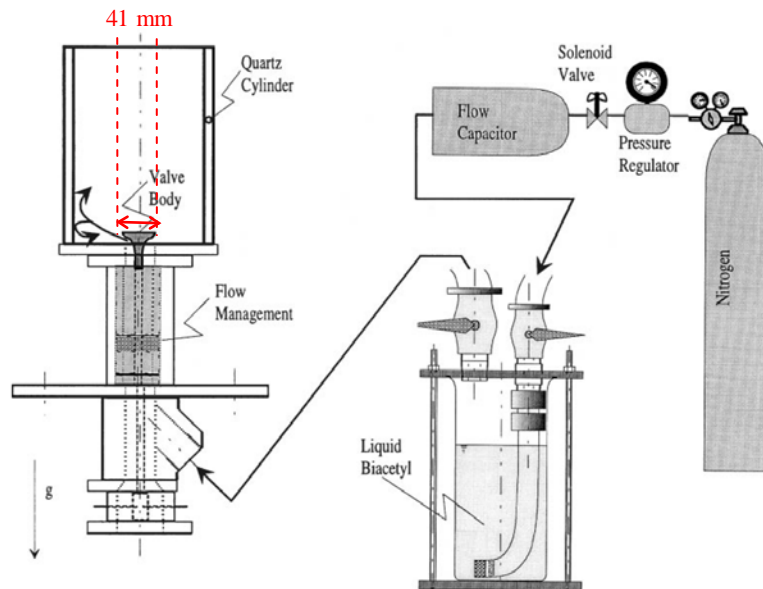


Figure 3.17 : Dispositif expérimental de MTV par suivi de phosphorescence de la diacétyle, d'après (Stier et al., 1999)

Les mesures ont permis de tracer le champ de vecteurs vitesses de l'écoulement à partir des motifs marqués initial et déformé (Figure 3.18).

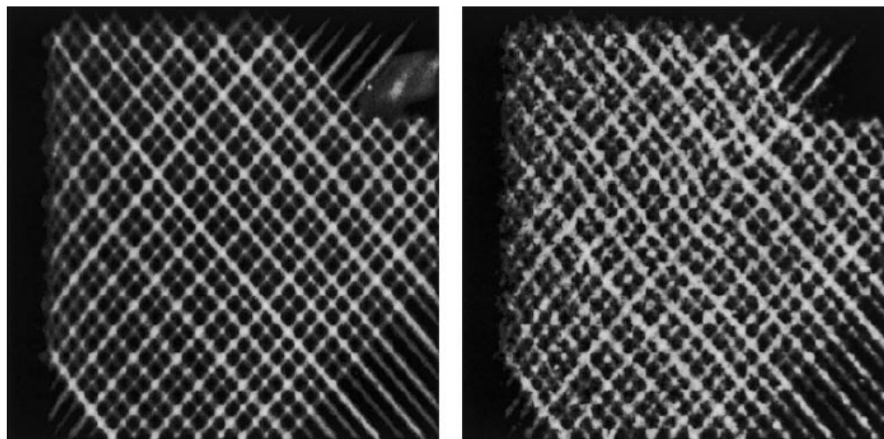


Figure 3.18 : Exemples d'images obtenues par MTV dans un écoulement gazeux : motif initial (à gauche) et motif déformé (à droite) (Stier et al., 1999)

Un des premiers papiers et parmi les plus intéressants de la MTV en micro-écoulements gazeux est celui de Lempert et al. (Lempert et al., 2002). Ce travail est basé sur le suivi de fluorescence de l'acétone. Il démontre le potentiel de la MTV pour la mesure de vitesses dans des écoulements gazeux soniques et supersoniques basse pression à la sortie d'une micro-buse de 1 mm de diamètre. Des pressions de 133 à 2394 Pa sont appliquées, permettant d'obtenir des vitesses d'écoulement de 6 à 10 m/s, pour une plage de Knudsen de 0,002 à 0,035. Une discussion sur la diffusion de masse y est présentée : la diffusion de l'acétone dans l'azote devient significative lorsque la pression diminue (Figure 3.19) mais également lorsque l'intervalle de temps entre marquage et acquisition augmente (Lempert et al., 2002).

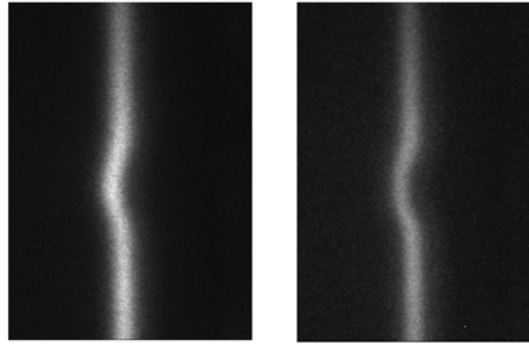


Figure 3.19 : Images de MTV dans un jet issu d'une buse de diamètre 1 mm, à une pression de 520 Pa (à gauche) et 790 Pa (à droite) (Lempert et al., 2002)

Ismailov et al. (Ismailov et al., 2006) ont de leur côté réalisé des mesures par MTV dans un moteur à combustion interne de dimensions millimétriques (86 mm de diamètre et 146,5 mm de longueur). La technique implémentée utilise un marquage de grille par un laser UV et le suivi de la phosphorescence de molécules de diacétyle qui ensemencent un écoulement d'azote. La Figure 3.21 montre une image du motif initial (à gauche) et de sa déformée par l'écoulement (à droite), obtenues par MTV.

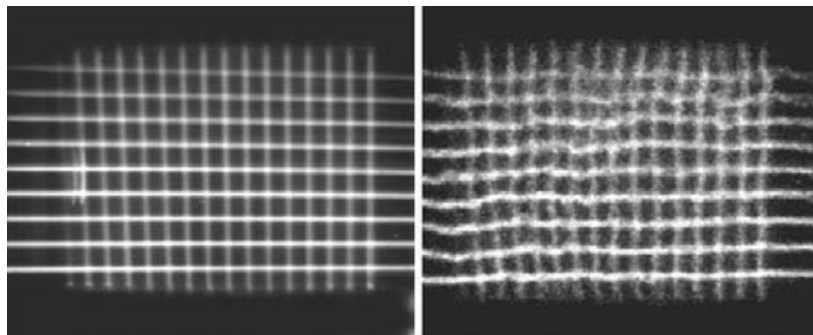


Figure 3.21 : Images par MTV des motifs initial (à gauche) et déformé (à droite) (Ismailov et al., 2006)

D'autres applications de la MTV aux mini- et micro-écoulements gazeux existent dans la littérature [(Stier et al., 1999) ; (Miles et al., 1989; Miles et al., 2000) ; (Hu et al., 2002) ; (Lempert et al., 2003 ; Lempert et al., 2002) ; (Hsu et al., 2009) ; (Pitz et al., 2000)]. Ces différents exemples sont relatifs à l'application de la technique pour des écoulements gazeux externes.

A notre connaissance, cette technique n'a pas encore été implémentée pour la caractérisation de micro-écoulements gazeux en configurations internes. C'est le but de notre travail de thèse.

Conclusion

Nous avons présenté dans ce chapitre la technique de vélocimétrie par marquage moléculaire avec ses différents principes et mécanismes chimiques. Une attention spéciale a été portée au mécanisme de MTV par phosphorescence directe, qui est la technique utilisée dans ce travail de thèse. Ce mécanisme a en effet été illustré par différents exemples en écoulements de liquides et de gaz. Les traceurs utilisés pour chaque type d'écoulement y ont été détaillés.

Dans le chapitre suivant nous présentons le banc expérimental de MTV que nous avons développé pour la mesure de champs de vitesse dans les micro-écoulements gazeux.

Références

- Elsnab, J. R., D. Maynes, J. C. Klewicki and T. A. Ameel (2010). Mean flow structure in high aspect ratio microchannel flows. *Experimental Thermal and Fluid Science* **34**(8): 1077-1088.
- Falco, R. E. and C. C. Chu (1987). Measurement of two-dimensional fluid dynamic quantities using a photochromic grid tracing technique. *SPIE* **814**: 706-710.
- Gendrich, C. P., M. M. Koochesfahani and D. G. Nocera (1997). Molecular tagging velocimetry and other novel applications of a new phosphorescent supramolecule. *Experiments in Fluids* **23**: 361-372.
- Hartmann, W. K., M. H. B. Gray, A. Ponce, D. G. Nocera and P. A. Wong (1996). Substrate induced phosphorescence from cyclodextrin-lumophore host-guest complexes. *Inorganica Chimica Acta* **243**(1-2): 239-248.
- Heicklen, J. (1959). The fluorescence and phosphorescence of biacetyl vapor and acetone vapor. *Journal of the American Chemical Society* **81**(15): 3863-3866.
- Hill, R. B. and J. C. Klewicki (1994). Developments and applications of laser induced photochemical anemometry. *ASME Fluid Egr Div 191, Laser anemometry: Advances and applications* 209-216.
- Hiller, B., R. A. Booman, C. Hassa and R. K. Hanson (1984). Velocity visualization in gas flows using laser-induced phosphorescence of biacetyl. *Review of Scientific Instruments* **55**(12): 1964-1967.
- Hsu, A. G., R. Srinivasan, R. D. Bowersox and S. W. North (2009). Molecular tagging using vibrationally excited nitric oxide in an underexpanded jet flowfield. *AIAA Journal* **47**(11): 2597-2604.
- Hu, H. and M. M. Koochesfahani (2002). A novel method for instantaneous, quantitative measurement of molecular mixing in gaseous flows. *Experiments in Fluids* **33**: 202-209.
- Hu, H. and M. M. Koochesfahani (2006a). Molecular tagging technique for the simultaneous measurements of flow velocity and temperature fields. 44th AIAA Aerospace Sciences Meeting and Exhibit. *Reno, Nevada, AIAA*: 2006-0041-2001:2012.

- Hu, H. and M. M. Koochesfahani (2006b). Molecular tagging velocimetry and thermometry and its application to the wake of a heated circular cylinder. *Measurement Science and Technology* **17**(6): 1269-1281.
- Ismailov, M. M., H. J. Schock and A. M. Fedewa (2006). Gaseous flow measurements in an internal combustion engine assembly using molecular tagging velocimetry. *Experiments in Fluids* **41**: 57-65.
- Koochesfahani, M. M. (1999). Molecular tagging velocimetry (MTV): progress and applications. 30th AIAA Fluid Dynamics Conference. *Norfolk, VA, AIAA: AIAA99-3786*.
- Koochesfahani, M. M. and D. G. Nocera (2007). Molecular Tagging Velocimetry. Handbook of Experimental Fluid Dynamics, *Springer-Verlag*.
- Lempert, W. R., M. Boehm, N. Jiang, S. Gimelshein and D. Levin (2003). Comparison of molecular tagging velocimetry data and direct simulation Monte Carlo simulations in supersonic micro jet flows. *Experiments in Fluids* **34**(3): 403-411.
- Lempert, W. R., N. Jiang, S. Sethuram and M. Samimy (2002). Molecular tagging velocimetry measurements in supersonic microjets. *AIAA Journal* **40**(6): 1065-1070.
- Lempert, W. R., P. Ronney, K. Magee, K. R. Gee and R. P. Haugland (1995). Flow tagging velocimetry in incompressible flow using photo-activated nonintrusive tracking of molecular motion (PHANTOMM). *Experiments in Fluids* **18**(4): 249-257.
- Liu, J. B., Q. Pan, C. S. Liu and J. R. Shi (1988). Principles of flow field diagnostics by laser induced biacetyl phosphorescence. *Experiments in Fluids* **6**: 505-513.
- Lowry, H. S. (1987). Velocity measurements using the laser-induced phosphorescence of biacetyl. *AIAA 2nd Thermophysics Conference AIAA-87-1529*.
- Lozano, A. (1992). Laser-excited luminescent tracers for planar concentration measurements in gaseous jets *PhD thesis, Stanford University*.
- Maynes, D. and A. R. Webb (2002). Velocity profile characterization in sub-millimeter diameter tubes using molecular tagging velocimetry. *Experiments in Fluids* **32**(1): 3-15.
- Miles, R. B., C. Cohen, J. Connors, P. J. Howard, S. Huang, E. C. Markovitz and G. Russel (1987). Velocity measurements by vibrational tagging and fluorescent probing of oxygen. *Optics Letters* **12**: 861-863.
- Miles, R. B., J. Connors, E. C. Markovitz, P. J. Howard and G. J. Roth (1989). Instantaneous profiles and turbulence statistics of supersonic free shear layers by Raman Excitation plus laser induced electronic fluorescence (RELIEF) velocity tagging of oxygen. *Experiments in Fluids* **8**: 17-24.
- Miles, R. B., J. Grinstead, R. H. Kohl and G. Diskin (2000). The RELIEF flow tagging technique and its application in engine testing facilities and for helium-air mixing studies. *Measurement Science and Technology* **11**: 1272-1281.
- Miles, R. B., D. Zhou, B. Zhang, W. R. Lempert and Z. S. She (1993). Fundamental turbulence measurements by RELIEF flow tagging. *AIAA Journal* **31**(3): 447-452.

- Miller, S. (1962). Photochemical reaction for the study of velocity patterns and profiles. *B.A.Sc. thesis, University of Toronto, Ontario, Canada.* .
- Mosier, B. P., J. I. Molho and J. G. Santiago (2002). Photobleached-fluorescence imaging of microflows. *Experiments in Fluids* **33**(4): 545-554.
- Noullez, A., G. Wallace, W. Lempert, R. B. Miles and U. Frisch (1997). Transverse velocity increments in turbulent flow using the RELIEF technique. *Journal of Fluid Mechanics* **339**: 287-307.
- Ojha, M., R. S. C. Cobbold, K. W. Johnston and R. L. Hummel (1989). Pulsatile flow through constricted tubes: an experimental investigation using photochromic tracer methods. *Journal of Fluid Mechanics* **203**: 173-197.
- Okabe, H. and W. A. Noyes (1957). The relative intensities of fluorescence and phosphorescence in biacetyl vapor. *J. Am. Chem. Soc.* **79**: 801-806.
- Park, H., J. A. Moore, O. Trass and M. Ojha (1999). Laser photochromic velocimetry estimation of the vorticity and pressure field – two-dimensional flow in a curved vessel. *Experiments in Fluids* **26**(1): 55-62.
- Paul, P. H., I. Cruyningen, R. K. Hanson and G. Kychakoff (1990). High resolution digital flowfield imaging of jets. *Experiments in Fluids* **9**: 241-251.
- Pitz, R. W., M. D. Lahr, Z. W. Douglas, J. A. Wehrmeyer, S. Hu, C. D. Carter, K.-Y. Hsu, C. Lum and M. M. Koochesfahani (2005). Hydroxyl tagging velocimetry in a supersonic flow over a cavity. *Applied Optics* **44**(31): 6692-6700.
- Pitz, R. W., J. A. Wehrmeyer, L. A. Ribarov, D. A. Oguss, F. Batliwala, P. A. DeBarber, S. Deusch and P. E. Dimotakis (2000). Unseeded molecular flow tagging in cold and hot flows using ozone and hydroxyl tagging velocimetry. *Measurement Science & Technology* **11**(9): 1259-1271.
- Ponce, A., P. A. Wong, J. J. Way and D. G. Nocera (1993). Intense phosphorescence triggered by alcohols upon formation of a cyclodextrin ternary complex. *Journal of Physical Chemistry* **97**: 11137-11142.
- Popovich, A. T. and R. L. Hummel (1967). A new method for non-disturbing turbulent flow measurement very close to the wall. *Chem. Eng. Soc.* **22**: 21-25.
- Ribarov, L. A., J. A. Wehrmeyer, F. Batliwala, R. W. Pitz and P. A. DeBarber (1999). Oxygen tagging velocimetry using narrowband excimer lasers. *AIAA Journal* **37**: 708-714.
- Ribarov, L. A., J. A. Wehrmeyer, S. Hu and R. W. Pitz (2004). Multiline hydroxyl tagging velocimetry measurements in reacting and nonreacting experimental flows. *Experiments in Fluids* **37**: 65-74.
- Ribarov, L. A., J. A. Wehrmeyer, R. W. Pitz and R. A. Yetter (2002). Hydroxyl tagging velocimetry (HTV) in experimental air flows. *Appl. Phys.* **74**: 175-183.
- Ritchie, B. D. and J. M. Seitzman (2001). Quantitative acetone PLIF in two phase flows. *AIAA Journal*.

Stier, B. and M. M. Koochesfahani (1999). Molecular Tagging Velocimetry (MTV) measurements in gas phase flows. *Experiments in Fluids* **26**: 297-304.

Thompson, B. R., D. Maynes and B. W. Webb (2005). Characterization of the hydrodynamically developing flow in a microtube using MTV. *Journal of Fluids Engineering* **127**(5): 1003-1012.

Thurlow, E. M. and J. C. Klewiwki (2000). Experimental study of turbulent Poiseuille-Couette flow. *Physics of Fluids* **12**(No.4): 865-875.

Tran, T., Y. Kochar and J. Seitzman (2008a). Acetone photophysics at near critical to supercritical conditions. Proceedings of 46th AIAA Aerospace Sciences meeting and Exhibit. *Reno, Nevada, USA, AIAA: AIAA 2008-2264*.

Tran, T. T. (2008). Acetone planar laser-induced fluorescence and phosphorescence for mixing studies of multiphase flows at high pressure and temperature *PhD thesis, Georgia Institute of Technology*.

Chapitre 4

Banc expérimental pour la mesure de vitesse par marquage moléculaire

L'analyse des différentes techniques de MTV présentées dans le chapitre précédent nous a permis d'identifier la plus appropriée pour l'étude des micro-écoulement gazeux.

L'objectif de ce chapitre est de présenter le banc expérimental que nous avons développé pour la vélocimétrie par marquage moléculaire utilisant la technique de MTV par phosphorescence directe. Chacun des éléments du dispositif y est détaillé mais également le circuit d'écoulement ainsi que les différents canaux développés pour cette étude. Enfin, les techniques d'acquisition, de traitement et d'analyse de l'image sont présentées dans une dernière partie de ce chapitre.

4.1. Description du banc d'essais

Une photo de l'ensemble des éléments constituant le banc expérimental que nous avons développé est représentée sur la Figure 4.1.

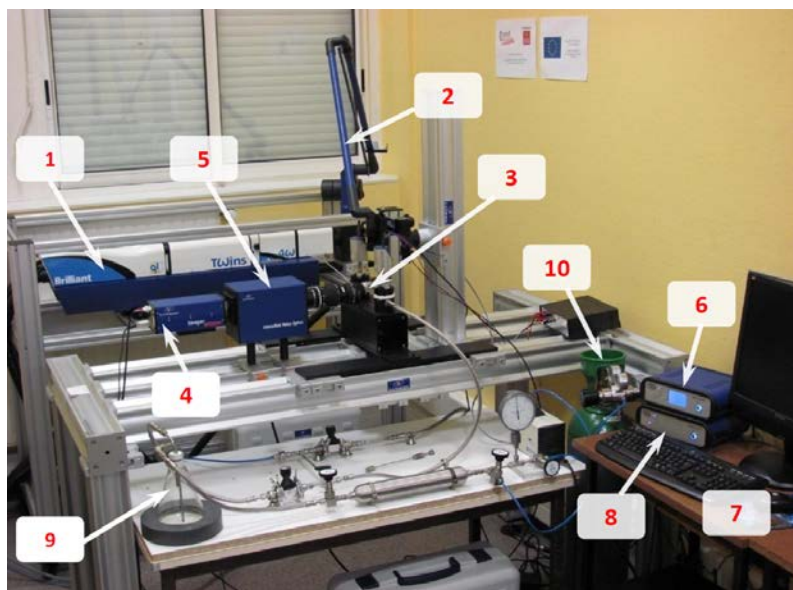


Figure 4.1 : Image globale du banc d'essai pour la μ MTV

- (1) Laser Nd:YAG quadruplé, (2) bras laser, (3) canal, (4) caméra CCD, (5) intensificateur (IRO), (6) contrôleur de l'IRO, (7) système d'acquisition et de traitement, (8) unité de synchronisation, (9) erlenmeyer d'ensemencement, (10) bouteille d'argon

Le banc d'essais se décompose en 2 sous-systèmes : un système de MTV regroupant tous les éléments nécessaires au marquage, à la détection et au traitement des données et un système d'écoulement du gaz comprenant le circuit d'ensemencement et le canal d'écoulement (Figure 4.2). Ces deux sous-systèmes sont détaillés dans la partie suivante du chapitre.

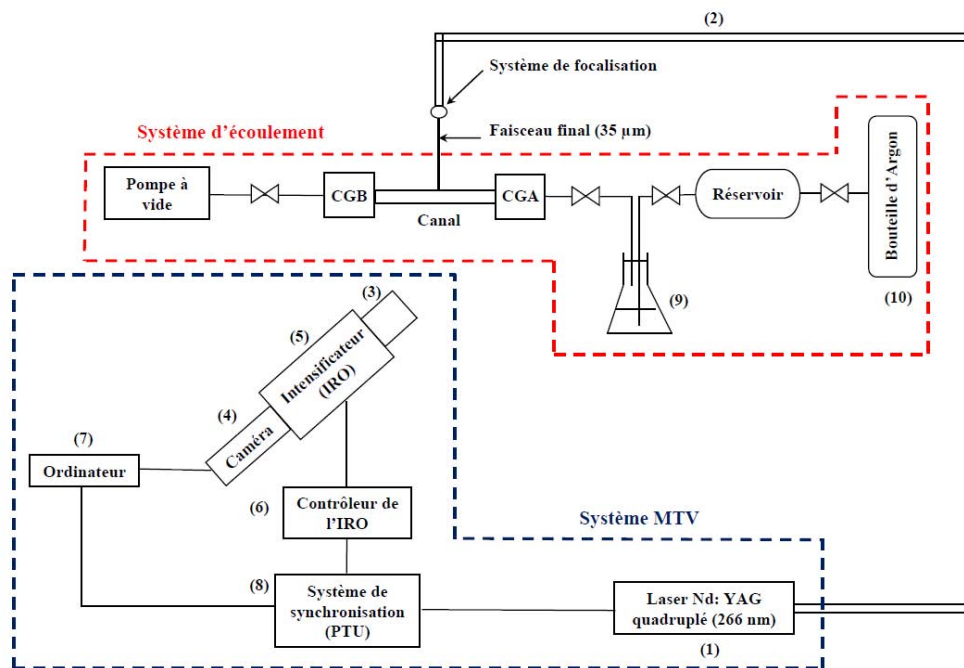


Figure 4.2 : Schéma simplifié du banc expérimental

4.1.1. Système d'écoulement

Le gaz en écoulement est de l'argon. Nous avons choisi ce dernier et non l'azote, gaz porteur également cité dans la littérature, car sa masse molaire est proche de celle de l'acétone, ce qui permet de minimiser les phénomènes de séparation en écoulement fortement raréfié.

Le circuit d'écoulement est représenté Figure 4.3. Il est alimenté par une bouteille d'argon sous pression (10). Une pompe à vide est connectée à l'aval du circuit pour générer l'écoulement et permettre de descendre le niveau de pression. Un réservoir est rajouté à la sortie de la bouteille d'argon pour créer un volume capacitif destiné à lisser les variations de pression possibles à l'amont du circuit d'écoulement.

Pour les essais à pression atmosphérique, les pressions amont et aval du canal sont contrôlées par des vannes pointeau de précision (VP1 et VP2) placées à l'entrée et la sortie du canal. Pour les essais à plus basse pression, une petite fuite est rajoutée à la sortie du système (vers l'air ou à travers un venturi) afin de stabiliser la pression de sortie (représentée en rouge sur la Figure 4.3). Le canal est connecté à l'ensemble du circuit via 2 petites chambres équipées de jauges capacitives (CGA et CGB) Inficon® de gamme adaptée aux conditions d'écoulement.

L'ensemencement par le gaz traceur se fait au sein d'un erlenmeyer (9) dans lequel le gaz en écoulement barbote dans l'acétone liquide.

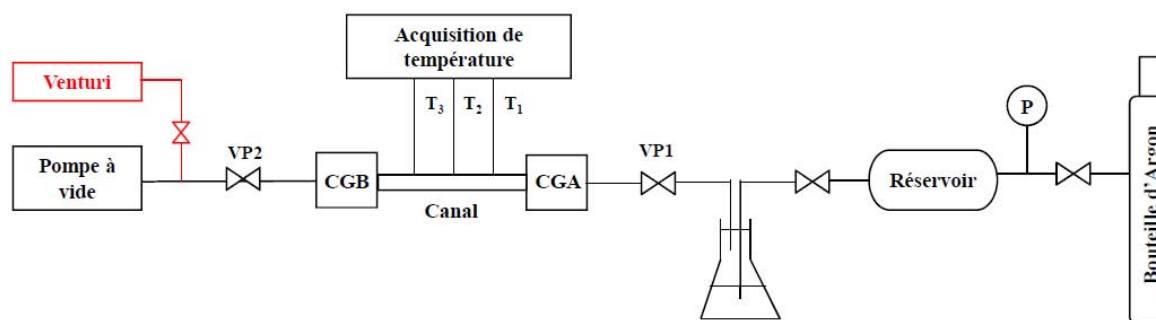


Figure 4.3 : Circuit d'écoulement

En raison de l'utilisation de l'acétone comme traceur, nous avons porté une attention particulière au matériau des joints d'étanchéité utilisés sur le banc expérimental, notamment ceux contenus dans les vannes. Nous avons donc réalisé des tests de résistance à l'acétone sur différents matériaux (dont le Viton® et le Téflon® ou PTFE®), notre choix s'est finalement porté sur le Kalrez®. Ce matériau possède une excellente résistance à l'acétone, ce qui n'est pas le cas du Viton® tout en conservant une bonne souplesse que n'offre pas le PTFE®. Ses propriétés sont présentées en Annexe 2.

4.1.2. Système de MTV

a. Présentation générale des différents éléments

Le système que nous avons développé (Figure 4.4) comporte des éléments nécessaires à la mise en œuvre de la technique de marquage moléculaire par phosphorescence directe.

Un laser Nd:YAG quadruplé (1) de longueur d'onde $\lambda = 266$ nm est utilisé pour marquer les molécules d'acétone. Un bras laser (2) est employé pour guider, en toute sécurité, le faisceau perpendiculairement au canal (3). Un système optique, placé à la sortie du bras laser, permet de focaliser le faisceau afin d'assurer une ligne de marquage la plus fine possible. Une fois marquées, les molécules d'acétone deviennent fluorescentes et phosphorescentes. Leur phosphorescence est détectée par une caméra CCD à balayage progressif (4) couplée à un intensificateur (5). Une unité de contrôle (6) permet de contrôler les grandeurs caractéristiques de l'IRO. Le signal est par la suite envoyé à un ordinateur (7) équipé du logiciel d'acquisition et de traitement Davis®. L'ensemble du système de MTV est coordonné par une unité de synchronisation (8) ou *Programmable Timing Unit* (PTU) (8). L'ensemble de ces éléments est détaillé dans la suite de ce chapitre.

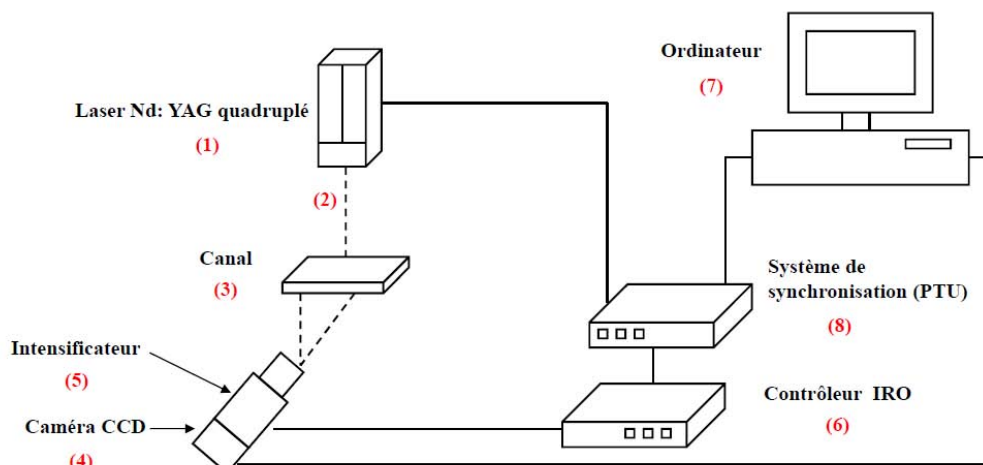


Figure 4.4 : Système de MTV

b. Laser

La source UV nécessaire pour marquer les molécules d'acétone est un laser Nd:YAG pulsé Quantel Twins de la marque Brilliant® à double cavité. De longueur d'onde initiale $\lambda = 1064 \text{ nm}$ (Figure 4.5-a), il est équipé d'un dédoubleur de longueurs d'ondes délivrant un faisceau de longueur d'onde 532 nm et d'un générateur d'harmonique 4W externe offrant une grande facilité pour un changement de longueur d'onde de 532 à 266 nm et inversement (Figure 4.5-b). Lorsqu'il délivre en sortie une longueur d'onde de 266 nm, le laser est appelé Nd:YAG quadruplé. Ce laser a été choisi parmi d'autres car, comme nous l'avons vu au Chapitre 3, section 3.4.2, sa longueur d'onde est une des plus appropriées pour l'excitation de l'acétone (en termes de pic et de section efficace d'absorption). Sa simplicité d'utilisation et son faible coût par comparaison aux lasers excimères ont également fait partie des critères de choix.

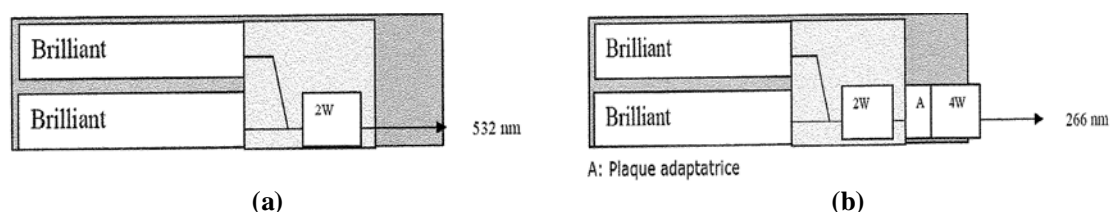


Figure 4.5 : Différentes configurations du laser *Quantel Twins Brilliant* [Quantel]

Les différents éléments constituant le Nd:YAG quadruplé sont représentés à la Figure 4.6.

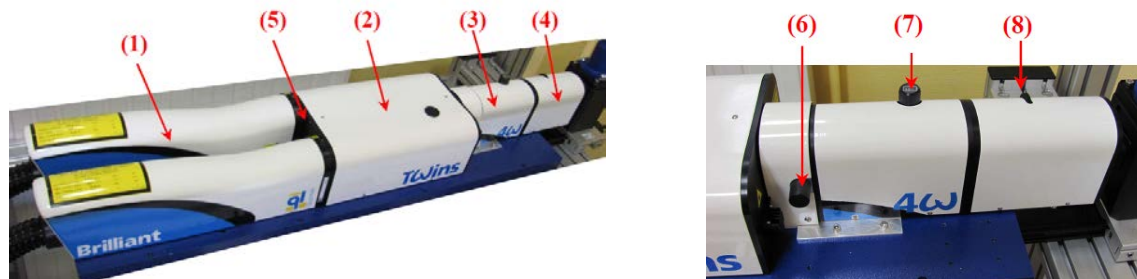


Figure 4.6 : Eléments du laser Nd YAG quadruplé
 (1) lasers à 1064 nm, (2) dédoubleur de fréquence, (3) quadrupleur de fréquence, (4) atténuateur, (5) Q-switch, (6) obturateur mécanique, (7) potentiomètre, (8) bouton de réglage de l'atténuateur

Il permet de délivrer des pulses de durée 4 ns, avec une énergie maximale de sortie de 50 mJ par pulse laser à la longueur d'onde de 266 nm.

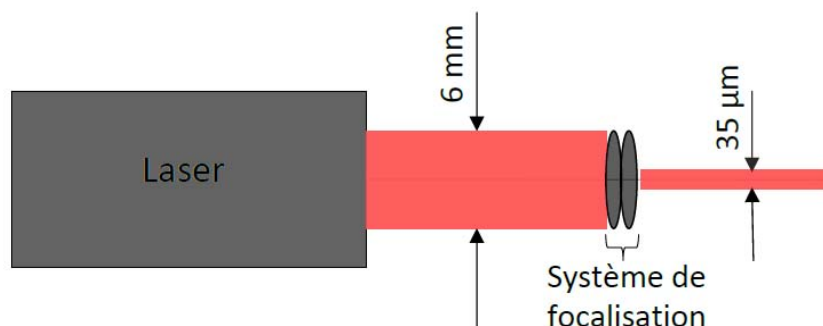


Figure 4.7 : Energie délivrée par le faisceau laser avant et après focalisation

Le laser a initialement un faisceau de 6 mm de diamètre. Ce dernier est focalisé le plus finement possible à l'aide d'un système optique de focalisation (Figure 4.7) calculé pour offrir un diamètre final de l'ordre de 35 µm et un faisceau collimaté sur une longueur minimale de 1 mm, ceci afin de pouvoir marquer avec précision une ligne de traceur dans le canal d'étude. Cette focalisation conduit à une concentration de l'énergie pouvant endommager le canal. En effet, le faisceau focalisé a pu creuser un trou dans un échantillon de Suprasil® (Figure 4.8), ce qui a permis indirectement d'en vérifier le diamètre approximatif.

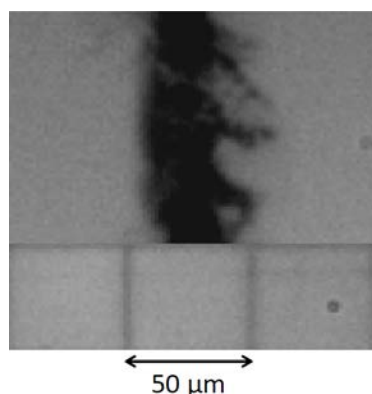


Figure 4.8 : Estimation du diamètre du faisceau laser à partir de la mesure de la région endommagée par un faisceau focalisé

Afin d'éliminer les risques d'endommagement du canal par l'énergie du faisceau focalisé, nous l'avons réduite à sa valeur minimale, c'est-à-dire 1 mJ. Ceci est possible grâce à un réglage fin de l'atténuateur mécanique du laser (4) via son bouton de réglage (8). Cette énergie s'est avérée suffisante pour marquer des molécules d'acétone et observer l'évolution de leur phosphorescence.

Les propriétés générales du laser utilisé sont résumées en Annexe 1.

Le Nd:YAG est un laser de classe 4. C'est une classe de lasers capable de produire des réflexions dangereuses. Il peut provoquer des dommages cutanés et constitue un risque potentiel d'incendie. Une grande précaution est par conséquent requise lors de son utilisation :

- port de lunettes de protection, de gants et de blouse de protection ininflammables,
- limitation de l'accès au local où les tirs ont lieu,
- confinement du trajet optique du faisceau,
- protection des surfaces métalliques voisines du tir par un revêtement anti réflexion.

Pour le banc expérimental de μ MTV, une tente de protection en tissu occultant traité anti feu permet d'encadrer la zone de tir.

c. Bras laser

Pour une question de sécurité mais également pour une facilité de manipulation, un bras de guidage du faisceau (Figure 4.9) est installé à la sortie du laser. Il achemine le faisceau de la sortie du laser vers le canal. Le bras laser est formé d'un ensemble de miroirs transmettant plus de 96 % de l'énergie du faisceau initial. Un système de fixation à trois degrés de liberté permet d'orienter et maintenir le bras perpendiculairement au canal.



Figure 4.9 : Bras laser

d. Système d'acquisition

L'acquisition des images de phosphorescence de l'acétone est assurée par l'ensemble caméra - intensificateur - optiques associées de marque LaVision® (Figure 4.10).



Figure 4.10 : Système d'acquisition

L'ensemble du système d'acquisition peut être présenté par le schéma simplifié suivant (Figure 4.11), l'objet étant dans notre cas le signal de phosphorescence.

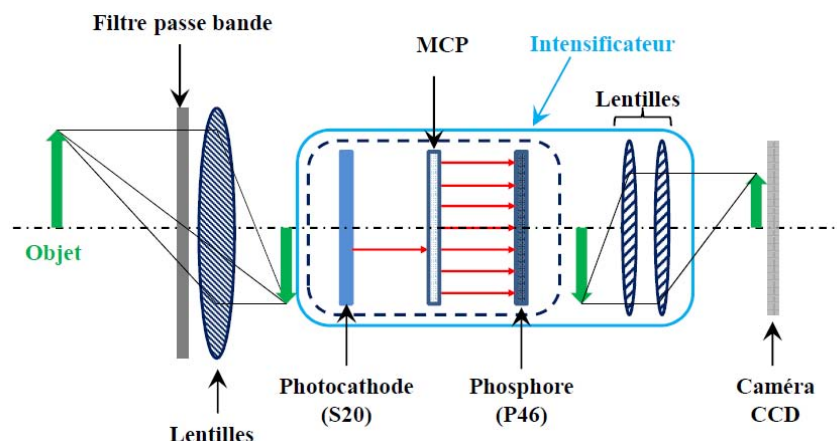


Figure 4.11 : Schéma simplifié du système d'acquisition, d'après LaVision

Une caméra *Imager Intense* avec capteur CCD (*Charge Coupled Device*) est utilisée. Ses paramètres d'acquisition sont contrôlés via l'interface Davis® : instant de déclenchement, durée d'exposition, nombres d'images à acquérir, mode d'enregistrement (image unique ou double image), binning (regroupement du signal de 4 ou 9 pixels voisins pour accroître le niveau de signal, au détriment de la résolution spatiale), paramètres de transformation de l'image (par exemple rotation, miroir, etc.), correction d'intensité (par exemple soustraction du bruit de fond), etc. Le capteur CCD acquiert le signal lumineux et le transforme en données numériques enregistrées par la caméra. La matrice du capteur comporte 1376×1040 pixels², avec une taille de pixel de $6,45 \times 6,45 \mu\text{m}^2$. La caméra permet d'acquérir 10 images par seconde avec une fréquence de lecture de 16 MHz. Elle est équipée d'un *digital frame grabber* permettant la numérisation du signal délivré par la caméra afin qu'il soit exploitable par l'ordinateur.

L'intensificateur (*Intensified Relay Optics-IRO*) permet d'obtenir la meilleure amplification possible de la réémission du traceur. Il s'agit d'un système à ouverture de porte périodique équipé d'un obturateur rapide et d'une galette de microcanaux (*Micro Chanel Plate- MCP*). Son temps d'ouverture de porte minimal est de 100 ns. Il comporte une photocathode S20 et un phosphore type P46. La photocathode permet de transformer la lumière d'entrée en électrons. Le MCP multiplie ces électrons qui sont par la suite accélérés dans le phosphore. Finalement, les lentilles à la sortie du phosphore aident à focaliser la lumière vers le capteur CCD.

L'IRO est entièrement contrôlable via un boîtier externe connecté au logiciel d'acquisition et de traitement Davis®. Ce dernier nous permet notamment le contrôle du gain (pourcentage d'intensification du signal), de la durée d'ouverture de porte de l'IRO et du délai de l'intensificateur (instant de déclenchement). Il est connecté à la caméra via des relais optiques. L'intensificateur est synchronisé par un boîtier le reliant à l'ordinateur, duquel il reçoit les réglages de déclenchement et d'acquisition. Ce même boîtier permet de relier l'intensificateur au reste des éléments du banc expérimental.

L'optique (Figure 4.12) associée à la caméra est un montage spécifique couplant 2 objectifs Nikkor : un 28 mm f: 2,8 monté de façon inversée sur un 105 mm f: 2,8. Ces objectifs sont réglés à l'infini à leur ouverture maximale (f/2,8). Le grandissement global est de 3,5, la distance de travail entre lentille frontale et zone nette est de 28 mm et l'ouverture

équivalente est $f/1,4$. Enfin, un filtre passe-bande permet de couper les signaux lumineux dont la longueur d'onde est inférieure à $\lambda = 355$ nm et supérieure à $\lambda = 500$ nm.



Figure 4.12 : Optique associée à la caméra

Les propriétés techniques de la caméra et de l'intensificateur sont présentées en Annexe 1.

e. Programmable Timing Unit (PTU)

Il s'agit d'un boîtier permettant la synchronisation entre les différents éléments du banc expérimental : caméra, intensificateur et laser. Il est important que le déclenchement de ces différents éléments soit synchronisé et provienne du même dispositif. Sa résolution est de 10 ns.

f. Logiciel d'acquisition et de traitement Davis®

Davis® est un logiciel d'acquisition et de traitement du signal développé par LaVision. Il permet notamment la gestion et le contrôle des paramètres de la caméra et de l'intensificateur à l'aide du PTU. En effet, une gestion externe de ces paramètres est possible avec Davis® : gain, durée d'ouverture et délai. Il permet également, grâce à des algorithmes de cross-corrélation de traiter par exemple, des images de PIV ou de LIF. Davis® est utilisé, dans ce travail, pour l'acquisition d'images de phosphorescence et leur pré-traitement (expliqué en section 3).

4.2. Canal

Le choix de l'acétone comme traceur a conduit au besoin d'une double transparence optique : transparence à l'UV pour le marquage de la molécule et transparence au visible pour la détection de sa phosphorescence. Deux générations de canaux ont été développées pour les mesures d'écoulements gazeux par μ MTV. Elles sont présentées dans cette section en détaillant les différents matériaux utilisés et la conception des canaux.

4.2.1. Choix du matériau

a. Verres quartz

Les verres quartz sont de 2 types : silice fondue et quartz fondu. Ils se différencient par leur matériau d'origine (Figure 4.13). La silice fondue est un matériau synthétique issu d'une technique d'hydrolyse à la flamme d'un précurseur chimique (SiCl_4). Le quartz fondu provient d'une technique de fusion à la flamme de cristaux ou de sable de quartz.

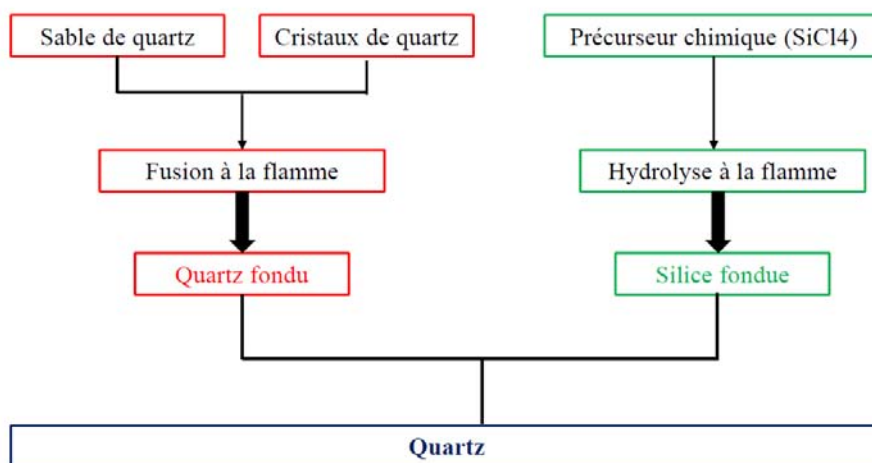


Figure 4.13 : Processus de fabrication du quartz, d'après Heraeus

Des détails de ces différents processus sont disponibles sur le site web d'Heraeus [Heraeus].

Silice et quartz fondus sont tous les deux composés de 99,7 % de dioxyde de silicium [Esco products]. Les deux matériaux ont des propriétés assez proches. La silice fondue présente néanmoins une transmission UV plus importante que celle du quartz fondu, résultant de l'élimination des différentes impuretés lors de son processus synthétique de fusion [Heraeus].

Ces deux matériaux deviennent cependant fluorescents sous l'effet d'une exposition à un rayonnement UV: le quartz fondu présente une forte fluorescence bleue alors que la silice fondue ne fluoresce pas à moins qu'elle ne soit exposée à une source UV intense de type excimère [Esco products]. La Figure 4.14 illustre la fluorescence (ligne verticale observée) que nous avons constatée dans les parois d'un canal en quartz fondu dans lequel s'écoule de l'acétone : la réémission du matériau est plus intense que la phosphorescence des molécules d'acétone.

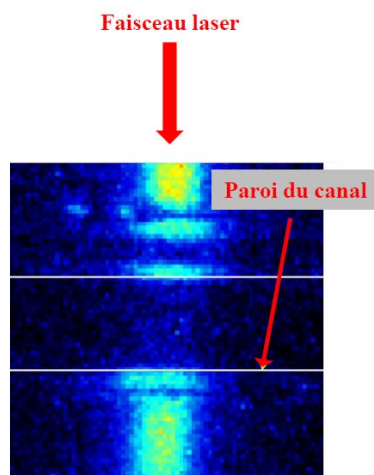


Figure 4.14 : Fluorescence du quartz fondu sous l'effet d'un faisceau UV

Les verres quartz sont connus pour leur bonne stabilité thermique, faibles expansion et conductivité thermiques ainsi que leur excellente résistance aux chocs thermiques. Ils ont également une excellente transmission optique et une très grande résistance chimique. Les différentes propriétés mécaniques, thermiques et optiques de la silice et du quartz fondus sont résumées en Annexe 2.

Différents types de silice et quartz fondus sont disponibles sur le marché (Tableau 4.1).

de silice	Fournisseur
Suprasil®, Herosil®, Infrasil®, Homosil®	Heraeus
JGS®	Day Optics
Spectrosil®	Saint Gobain
Corning, HPFS®	Corning
Dynasil®	Dynasil
Lithosil®	Schott
Suprasil®	HTM
Suprasil®	Optik-C
Dynasil®	Edmund Optics
Type de quartz	Fournisseur
TSC®	Heraeus, Optik-C
Quartz GE 214	ALC QUARTZ

Tableau 4.1 : Types et fournisseurs de verre quartz

Des informations pratiques sur les fournisseurs de quartz et de silice fondus identifiés sont présentées dans un tableau récapitulatif en Annexe 2. Chaque type de quartz ou de silice fondus représente en réalité une famille regroupant différentes classes. Elles se distinguent par des pourcentages différents d'éléments chimiques ainsi que par leur pureté.

Le TSC® par exemple se décline sous 3 formes : TSC3®, TSC4 (TSC3® comportant un plus faible pourcentage d'aluminium) et TSC synthétique (forme la plus pure du TSC). Les 3 formes du TSC ont les mêmes propriétés techniques (mécanique, électrique et thermique). Leur spectre de transmission optique est un peu différent pour $\lambda < 260$ nm. Un même taux de transmission est cependant observé pour $\lambda = 266$ nm.

Dans les types de silice fondue, la famille Suprasil® se décline également sous plusieurs formes (jusqu'à 11 formes différentes proposées chez Heraeus). Le Suprasil® standard par exemple est une classe de très haute pureté, avec des propriétés physiques excellentes et des caractéristiques optiques à large spectre de transmission, avec un taux de 99,9 % à 266 nm. De plus, il présente une très bonne résistance au dommage par un faisceau laser à haute énergie. Le Suprasil® standard est généralement exempt de bulles et inclusions. Il est utilisé en substrats, miroirs, lames de microscopes ou fenêtres UV. Les propriétés techniques du Suprasil® standard [Heraeus] sont présentées en Annexe 2.

b. Saphir

Le saphir (Al_2O_3) est largement utilisé comme matériau optique pour des applications en infrarouge (IR) : hublots, détecteur IR, diode, fibre optique, etc. Il supporte les environnements à haute température (jusqu'à 1800 °C). Il est caractérisé par une extrême dureté de surface ainsi qu'une excellente dureté faisant de lui le matériau le plus résistant après le diamant. Le saphir est chimiquement inerte, a une faible conductivité thermique. C'est un matériau céramique dur (dureté de Knoop = 2250 kg/mm²). Il présente une grande plage de transmission pour des longueurs d'onde allant de 150 à 6000 nm.

c. Rubis

Le rubis ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cr}$) a des propriétés mécaniques et optiques proches de celles du saphir. Sa couleur rouge provient de la présence d'oxyde de chrome (élément que ne contient pas le saphir).

Le saphir et le rubis présentent tous les deux des propriétés de fluorescence quand ils sont exposés à un rayonnement UV.

d. Autres matériaux

D'autres types de matériaux moins usuels ont également été identifiés :

- Le LBO (*Lithium Triborate*) transmet les longueurs d'ondes de 160 à 2600 nm avec un taux global de 88 % et une bonne homogénéité optique.
- Le CAF_2 (Fluorure de Calcium) transmet les longueurs d'ondes de 100 à 10000 nm avec un taux supérieur à 90 % entre 250 et 7000 nm et un faible indice de réfraction. Il est très utilisé dans les systèmes utilisant la cryogénie et les lasers excimères.
- Le MgF_2 (Magnésium de Fluorure) transmet de 100 à 8000 nm, avec une transmission excellente en UV et IR. C'est un matériau intéressant pour les applications lasers excimères. Il est connu pour sa résistance aux chocs thermiques et mécaniques.

Ces matériaux sont généralement utilisés pour la génération d'harmoniques dans les lasers de type Nd : YAG.

Comme déjà expliqué au chapitre précédent, la technique de MTV appliquée dans ce travail repose sur la détection de la phosphorescence de molécules d'acétone. Le signal de phosphorescence émis par l'acétone doit par conséquent être plus intense que celui de la fluorescence du matériau du canal afin qu'il puisse être détecté. Des mesures de cette fluorescence sont par conséquent nécessaires pour décider du choix optimal de matériau. Les mesures ont été réalisées par notre fournisseur de matériel LaVision® sur les échantillons listés dans le Tableau 4.2. Un essai consiste à appliquer un faisceau laser sur un hublot de matériau et de voir la réémission fluorescente de ce dernier.

Matériau	Fournisseur
TSC3®	Optik-C
Suprasil®	Optik-C
Silice fondue, type Dynasil® UNCTD	Edmund Optics
Silice fondue, type Dynasil® UVAR	Edmund Optics
Saphir	Edmund Optics

Tableau 4.2 : Matériaux utilisés pour les tests de fluorescence

La configuration technique utilisée pour ces essais se rapproche de celle de notre banc expérimental de MTV: un intensificateur muni d'une cathode S20 et d'un phosphore P43 (P46 pour notre cas), une caméra CCD de 2 MPixels et un laser PIV (*New Wave Solo 120-15*) délivrant une énergie de 15 mJ à 266 nm. Le temps d'ouverture de la caméra est de 3000 μ s. Celui de l'IRO est de 1 μ s pour un gain de 60 et 70 % (en fonction du matériau à mesurer). Un facteur correctif du gain permet de mettre les mesures des différents matériaux à la même échelle afin de pouvoir les comparer (Figure 4.15).

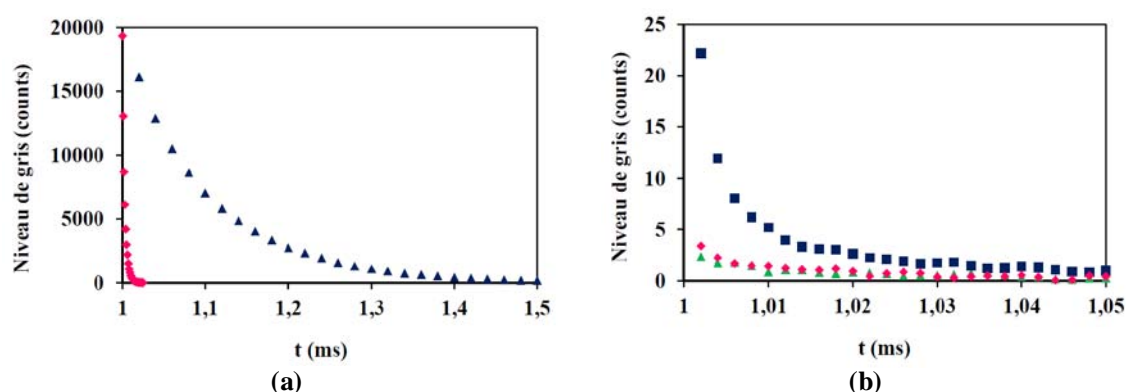


Figure 4.15 : Comparaison de l'intensité de luminescence des différents matériaux identifiés : (a) TSC3® (triangles bleus) et saphir (losanges roses) ; (b) Suprasil® (losanges roses), silice fondue UVAR (carrés bleus) et silice fondue UNCTD (triangles verts)

On observe sur la Figure 4.15 l'important niveau de fluorescence du saphir et du quartz fondu (TSC3®) par comparaison aux autres matériaux : les différents types de silice fondue ont une fluorescence environ 1000 fois moins intense que celle du saphir et du TSC3®. Le choix du matériau s'est par conséquent porté sur le Suprasil® vu qu'il présente le niveau de fluorescence le plus bas observé.

4.2.2. Géométrie du canal

Deux générations de canaux ont été développées.

a. Première conception

La première génération de canal est un canal rectangulaire de section $1,1 \times 5$ mm² et de longueur 150 mm. Il est formé de 4 pièces parallélépipédiques (Figure 4.16-a) de Suprasil® collées sur les faces indiquées en rouge (Figure 4.16-b). Le canal a été réalisé par la société Optik-C, spécialiste dans l'usinage de matériaux durs.

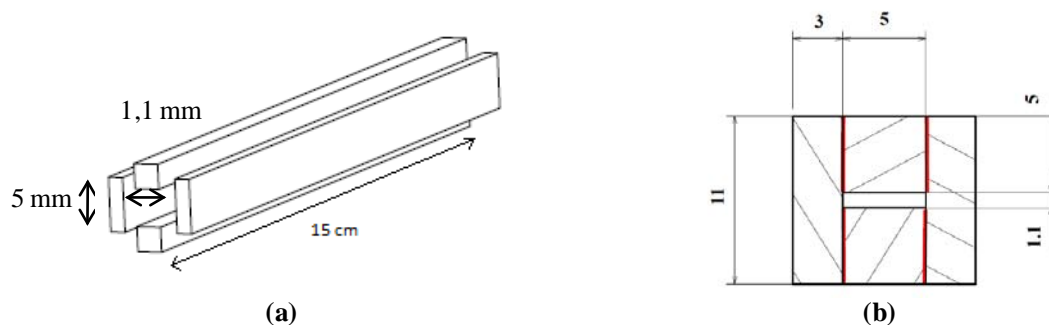


Figure 4.16 : 1^{ère} génération de canal ; (a) conception, (b) dimensions

La profondeur du canal (1,1 mm) a été choisie de dimension plus grande que celle techniquement possible pour le faisceau laser ($35 \mu\text{m}$) afin d'avoir un accès optique assez profond, sans pour autant être trop élevée afin de pouvoir atteindre le régime raréfié. Le canal a été défini relativement large (5 mm) afin d'obtenir un écoulement relativement plan et éviter les effets tridimensionnels. La longueur du canal (150 mm) a été définie suite à un calcul approximatif de la longueur d'entrée de l'écoulement, qui permet d'obtenir un écoulement pleinement développé. Avec cette géométrie, le régime de glissement peut être atteint à une pression moyenne de 200 Pa. La différence de pression entre entrée et sortie du canal est estimée à 200 Pa. Cette estimation permet d'avoir une vitesse compatible avec la durée de vie de la phosphorescence c'est-à-dire le temps entre marquage et analyse de la ligne déformée.

La colle utilisée, la NOA 61, est une résine monocomposant, réticulable à la lumière UV avec un maximum d'absorption dans la gamme des longueurs d'ondes entre 350 et 380 nm. Le polymère obtenu est transparent et présente une bonne adhérence au verre. Elle peut tenir à des températures de -15 à $+60$ °C et de -150 à $+125$ °C. Elle est commercialisée chez Epotecny. Présentant une bonne résistance chimique, la NOA 61 peut supporter des écoulements d'acétone.

Ce type de conception avec assemblage collé a un inconvénient majeur : des problèmes de débordement de colle ont été observés à l'intérieur du canal (Figure 4.17-a). Un décollage et réassemblage soigneux ont donc été nécessaires pour obtenir une cellule d'essais exploitable pour des mesures par MTV (Figure 4.17-b).

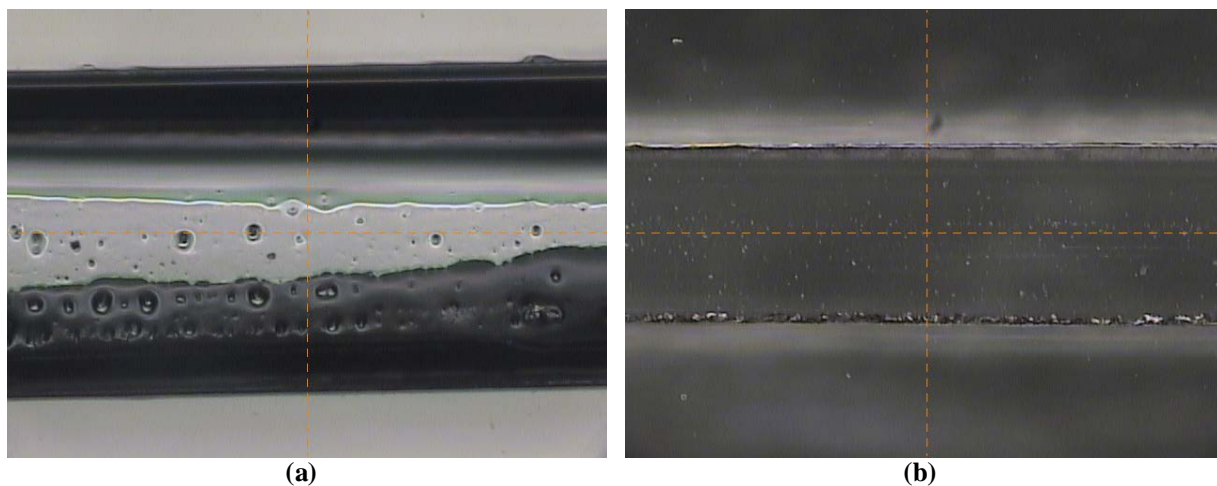


Figure 4.17 : (a) canal avec débordement de colle, (b) canal propre

Des essais de mesure de la profondeur du canal au niveau des deux extrémités ont été réalisés à l'aide de cales calibrées, une mesure de la profondeur ainsi qu'un contrôle de l'encollage sur toute la longueur du canal ont été réalisés au moyen d'un profilomètre optique (par projection de profil). Bien que difficiles à réaliser vu les dimensions à mesurer et les différents milieux optiques à traverser, ces deux types de mesure nous ont permis d'estimer la valeur de la profondeur du canal à 1,1 mm.

Le canal est relié au banc expérimental via deux chambres connectées au circuit d'écoulement (Figure 4.18). Ces chambres sont équipées de jauges capacitives permettant la mesure de pression aux 2 extrémités du canal. L'étanchéité du canal est assurée par un joint de colle mais des fuites ont été détectées au niveau de cette connexion. Ces fuites sont contraignantes sur deux aspects:

- De l'oxygène présent dans l'air ambiant peut pénétrer à l'intérieur du canal, or la présence d'oxygène étouffe la phosphorescence et réduit sa durée de vie (Tran et al., 2008).
- Les essais sont alors limités à des valeurs de pression proche de la pression atmosphérique.

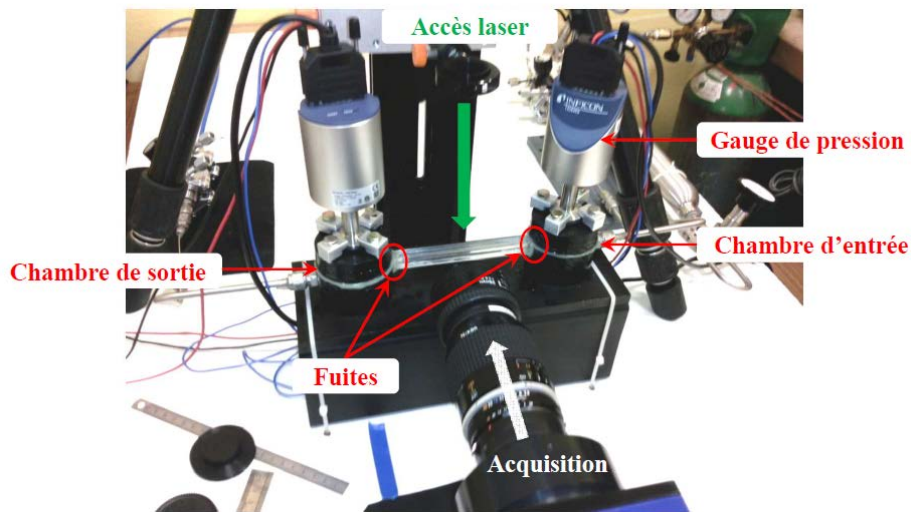


Figure 4.18 : Connexion du canal au banc expérimental

Malgré les différentes limitations de ce canal, des premières mesures de MTV ont été réalisées pour des valeurs de pression autour de 99 kPa. Elles ont permis de valider la technique de vélocimétrie par marquage moléculaire pour les écoulements gazeux internes dans des canaux de dimension millimétrique. Nous présentons ces résultats dans le dernier chapitre du manuscrit.

b. Deuxième conception

La deuxième génération de canal a une conception multi-couche telle que représentée en Figure 4.19.

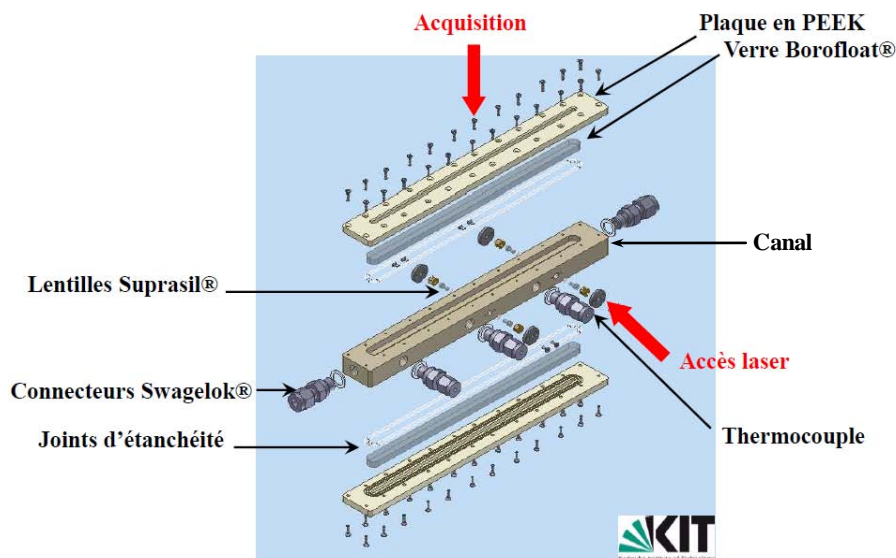


Figure 4.19 : 2^{ème} génération de canal, réalisé par KIT

Le canal a une profondeur de 1 mm, une largeur de 5 mm et une longueur de 200 mm. La profondeur du canal a été vérifiée à l'aide d'un microscope optique. L'incertitude de mesure relevée est de l'ordre de $\pm 30 \mu\text{m}$.

Une étude préliminaire a été menée afin de choisir le matériau du canal. Dans cette étude (Tableau 4.3), nous nous sommes intéressés à différents polymères thermoplastiques du point de vue de leurs propriétés mécaniques mais surtout de leur résistance à l'acétone et aux rayons ultra-violet (UV).

Polymère	Résistance à l'acétone	Résistance à l'UV
Polyacrylate (PA)	-	+
Polyétherétherkétone (PEEK)	+	-
Téca-peek	+	-
Polyphénylène sulphide (PPS)	+	-
Polyimide (PI)	+	-
Fluoropolymères : PFA/ FEP/ E-CTFE/ PCTFE	+	+
Téflon®	-	+
Polyamides (PA) : PAI/ Nylon®	+	+
Polysulfone (PS)	-	-
Polyéthylène (PE/ HDPE/ LDPE)	+	-
Polyoxyméthylène (POM)	+	-
Acrylique (A)	-	+
Polycarbonate (PC)	-	-
Polypropylène (PP)	-	-
Polyméthylméthacrylate (PMMA)	-	+
Polyvinylchloride (PVC)	+	-
Polystyrène (PS)	-	-

Tableau 4.3: Résistance des polymères thermoplastiques à l'acétone et aux UV

De ce tableau on observe que les Fluoro-polymères (PFA/ FEP/ E-CTFE/ PCTFE) ainsi que les Polyamides (PAI et Nylon®) sont résistants à l'acétone et aux UV. Cependant, les fluoro-polymères de type Téflon® chargés en carbone (PCTFE) présentent une meilleure résistance aux UV que les Polyamides grâce à leur liaison chimique « C-F ». Le PCTFE est également plus intéressant que le Téflon® non chargé en carbone (PTFE) en raison de sa haute résistance à la déformation.

En même temps, le PEEK (Polyétherétherkétone) présente d'excellentes propriétés chimiques (il ne peut être attaqué que par les acides nitrique et sulfurique) ainsi que d'intéressantes propriétés mécaniques. Il n'est a priori pas très résistant à l'UV. Pour le vérifier, des tests de marquage au laser ont été réalisés sur des échantillons de PEEK de différentes épaisseurs. Le laser utilisé est celui du banc expérimental, réglé à une énergie de sortie de 1 mJ avec un faisceau de l'ordre de 35 µm de diamètre. Ces tests ont confirmé que le PEEK ne résistait pas à ce faisceau collimaté. En effet, pour un gain laser de moins que 20 % , soit pour une énergie de 0,2 mJ, un trou apparaît sur l'échantillon de PEEK et le faisceau est alors réfléchi de manière diffuse à l'endroit impacté.

Ces mêmes tests ont été réalisés sur des échantillons de Téflon® et ont confirmé sa bonne résistance aux rayons UV.

PEEK et PTFE sont tous les deux d'excellents matériaux pour l'étanchéité. Néanmoins, le PEEK présente des propriétés mécaniques et thermiques [Annexe 2] plus intéressantes que celles du PTFE. De plus, le PEEK ne se déforme pas sous l'effet d'une pression d'assemblage, ce qui n'est pas le cas du PTFE. Ce critère est crucial dans une configuration multi-couches et nous avons donc porté notre choix sur le PEEK pour les différentes parois du canal.

Deux fenêtres optiques en Suprasil® sont intégrées le long du canal pour permettre l'accès au faisceau laser. Afin d'éviter d'endommager la paroi interne du canal en PEEK par le faisceau UV, 2 fenêtres supplémentaires ont été intégrées en face des premières pour transmettre, en dehors de la cellule, le faisceau laser non absorbé. L'étanchéité de ces fenêtres est réalisée à l'aide de joints toriques. Ces fenêtres sont positionnées au milieu et au quart de la longueur du canal (Figure 4.20). Trois thermocouples de type K ont également été intégrés le long du canal afin de renseigner sur le comportement thermique de l'écoulement et de vérifier la présence ou non d'une variation de température suite au marquage des molécules par le laser.

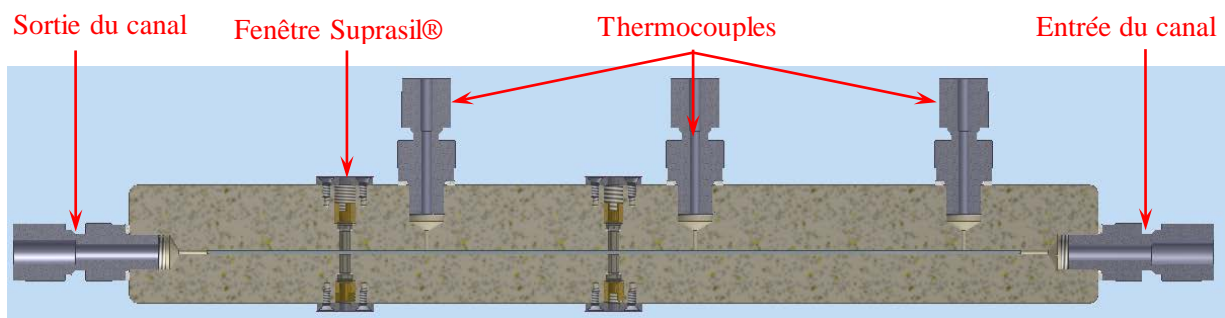


Figure 4.20 : Position des fenêtres Suprasil® et thermocouples

Plusieurs essais ont été nécessaires pour l'intégration des fenêtres optiques en Suprasil® : celles qui ne présentaient pas un polissage parfait (Figure 4.21-a) se cassaient à chaque essai de montage. La Figure 4.21-b montre une fenêtre optique avec un état de surface adéquat.

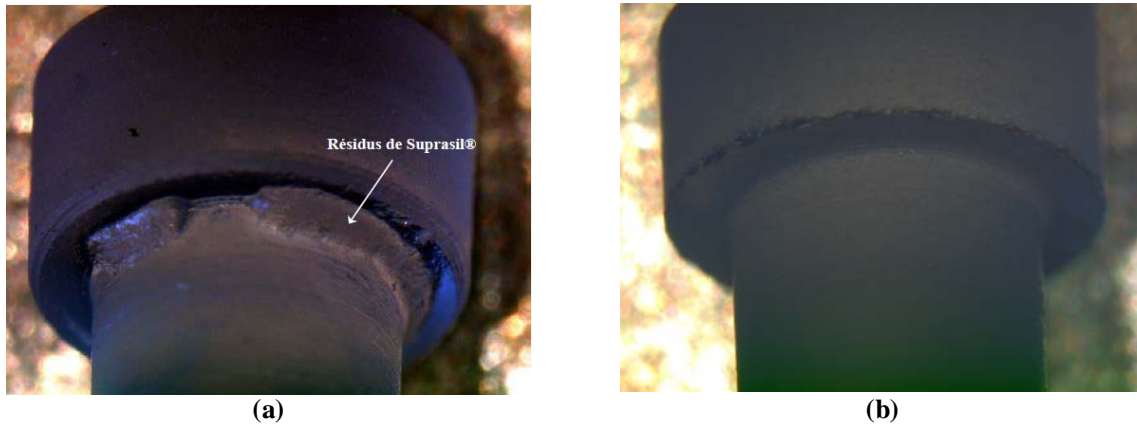


Figure 4.21 : Fenêtres optiques en Suprasil®

Un double accès optique pour la visualisation est assuré par 2 plaques latérales de verre Borofloat® placées sur les 2 côtés du canal. Il s'agit d'un verre borosilicate, avec une excellente transmission en UV, visible et IR et sujet à une faible fluorescence. Le Borofloat® est thermiquement stable. Il présente une faible expansion thermique, une résistance élevée aux chocs thermiques et aux hautes températures, jusqu'à 450 °C. Il a une très bonne résistance aux attaques chimiques. L'Annexe 2 présente les principales caractéristiques du Borofloat®.

Les connexions à l'entrée et la sortie sont placées parallèlement à l'axe du canal (Figure 4.22). Elles sont réalisées par des raccords Swagelok® afin d'assurer une étanchéité optimale à basse pression. Comme pour le premier canal, la connexion au reste du banc expérimental se fait également via deux petites chambres (2) munies de capteurs de pression (3-4).

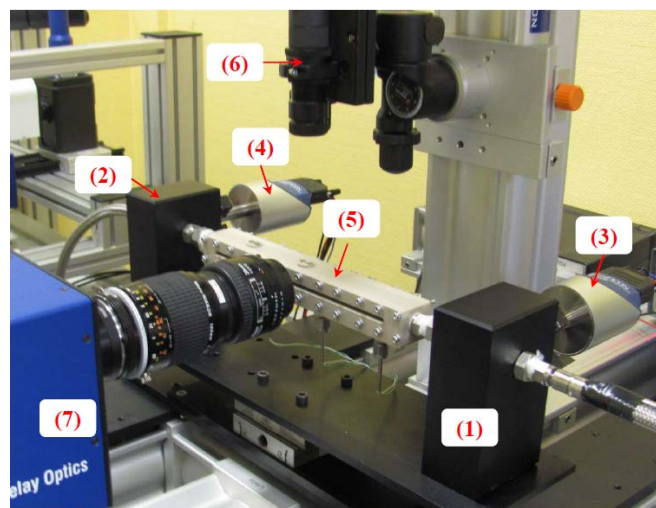


Figure 4.22 : 2^{ème} génération de canal et ses connexions ; (1) et (2) : chambres d'entrée et de sortie ; (3) et (4) : capteurs de pression, (5) : canal, (6) : sortie laser, (7) : intensificateur

Cette nouvelle conception du canal offre plusieurs avantages par rapport à la première :

- une meilleure étanchéité,
- un assemblage sans colle et donc plus propre,
- une connexion optimisée vers le reste du banc expérimental,
- une flexibilité de changement des fenêtres optiques pour l'accès laser,
- l'intégration de capteurs de température.

4.3. Techniques d'acquisition

Deux techniques d'acquisition des données ont été implémentées pour les mesures de vitesse par MTV: une technique de moyenne appelée '*Standard Averaging Technique*' et une technique de sommation dite '*On Chip Integration Technique*'.

Une fois acquises, les images de phosphorescence suivent une étape de prétraitement sur Davis® suivie d'un post-traitement sur Matlab® afin d'extraire les profils de vitesse. Ces différentes étapes sont détaillées dans ce qui suit. Tous les paramètres d'acquisition (durée d'ouverture de la caméra, gain, durée et délai d'ouverture de l'IRO) sont contrôlés par Davis®.

4.3.1. Technique de moyenne

Un chronogramme simplifié de cette première technique d'acquisition est schématisé sur la Figure 4.23.

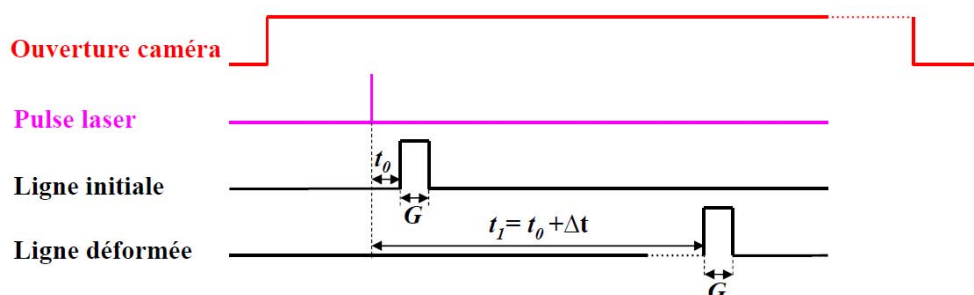


Figure 4.23 : Chronogramme simplifié de la technique de moyenne

Dans ce chronogramme, t_0 et t_1 représentent respectivement les instants d'acquisition de la ligne initialement marquée et de sa déformée. Les images à t_0 et t_1 sont prises séparément, c'est-à-dire lors de 2 ouvertures différentes de la caméra. La durée d'acquisition d'un signal ou *gate* (G), lors d'une ouverture de la caméra, est définie par la durée d'ouverture de l'intensificateur (*IRO gate*). Afin de réduire le niveau de bruit sur les images, la durée d'ouverture de l'intensificateur est généralement réglée à une valeur minimale garantissant la détection d'un signal de phosphorescence. Suite à différents essais, nous avons retenu une durée d'ouverture de l'ordre de $1 \mu\text{s}$. Les délais et durées d'ouverture sont optimisés afin d'avoir une valeur du rapport signal/bruit (*Signal to Noise Ratio - SNR*) la plus élevée possible. Le SNR est défini par le rapport entre intensité maximale et intensité minimale sur la région d'intérêt (*Region Of Interest - ROI*). L'intensité maximale est en fait une moyenne des intensités maximales relevées le long de la ligne illuminée, l'intensité minimale est la moyenne des intensités relevées sur une zone non affectée par le signal.

La technique de moyenne consiste à acquérir, à chaque instant (t_0 ou t_1) un ensemble d'images instantanées : une seule image par ouverture de caméra et par pulse laser. Ces images sont ensuite moyennées. L'image moyenne résultante est finalement lissée par un filtre Gaussien de dimension 7×7 . Sur une image, ce filtre considère une matrice de dimension 7×7 pixels et la remplace par une valeur moyenne du niveau de gris calculée sur les pixels de cette matrice.

Une image instantanée unique de phosphorescence est très difficilement exploitable (Figure 4.24-a), à l'inverse d'une moyenne de plusieurs images instantanées (Figure 4.24-b) qui fait clairement apparaître un profil parabolique de Poiseuille déformé par des effets de diffusion moléculaire.

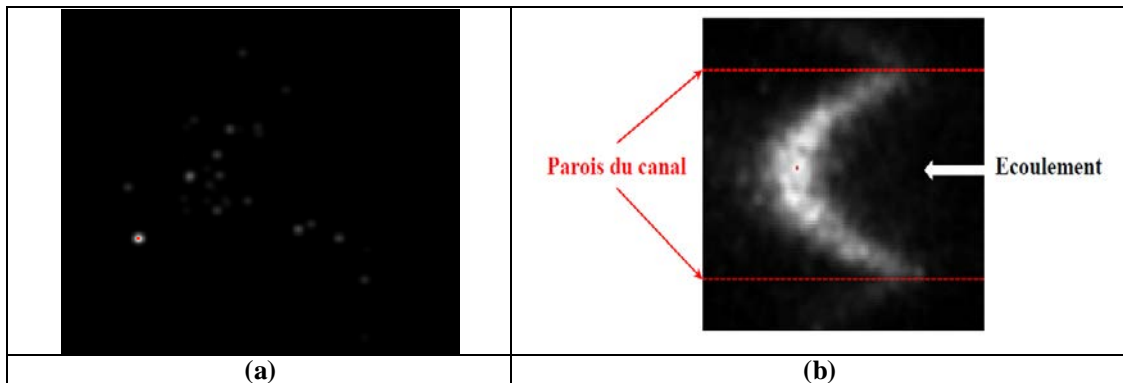
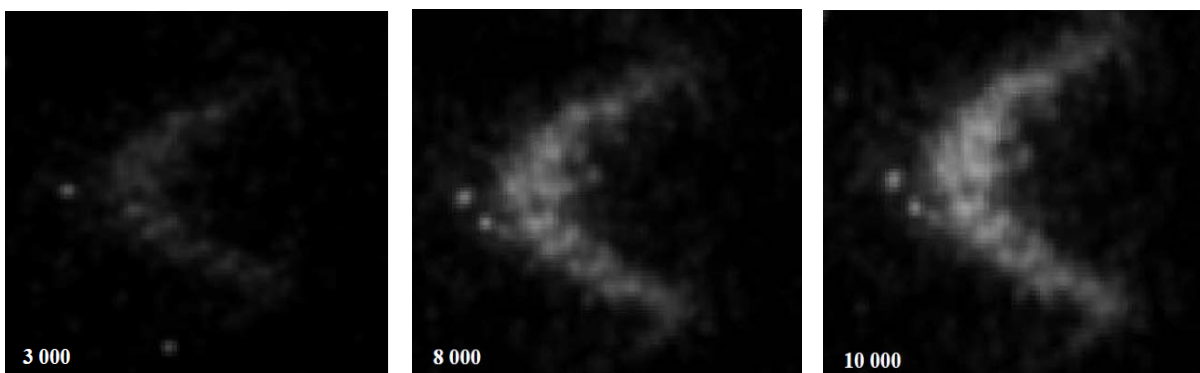


Figure 4.24 : (a) Image instantanée de phosphorescence, (b) moyenne de 50000 images instantanées de phosphorescence

Dans cette dernière image (Figure 4.24-b), la réflexion du signal lumineux sur les parois permet la détection des parois internes du canal, indiquées en pointillés rouges.

La Figure 4.25 présente des images moyennes obtenues à partir de n images instantanées et l'évolution du signal de phosphorescence en fonction du nombre d'images moyennées. La qualité de l'image augmente sensiblement avec le nombre d'échantillons, jusqu'à une moyenne effectuée sur plus de 30000 images instantanées.



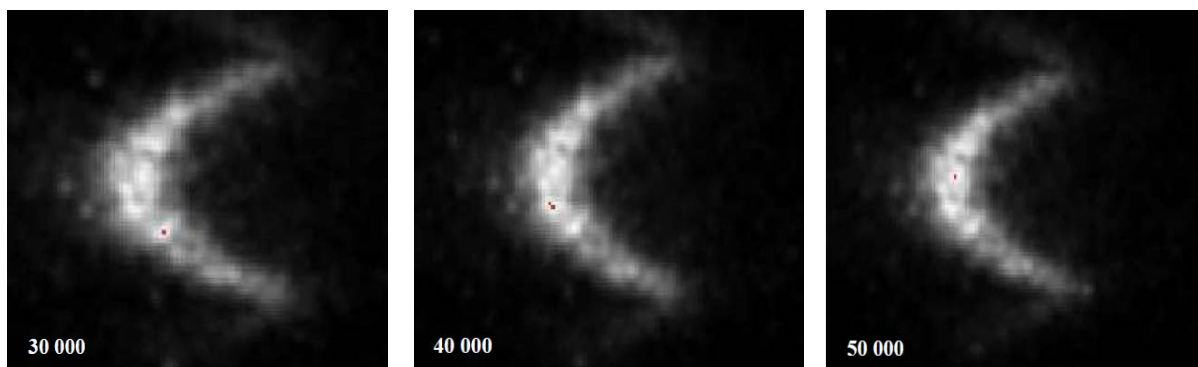


Figure 4.25 : Evolution de la ligne marquée à $t = t_1$ pour une moyenne effectuée à partir d'un nombre croissant d'images instantanées

Ces images ont été acquises pour une ouverture de la caméra d'une durée de $2000 \mu\text{s}$, un délai, un gain et une durée d'ouverture de l'intensificateur de $80 \mu\text{s}$, 80% et $1 \mu\text{s}$ respectivement.

La moyenne d'un grand nombre d'images instantanées est cependant une étape assez longue : elle nécessite approximativement 1h40 pour l'acquisition de 50000 images et environ 30 min pour leur traitement.

4.3.2. Technique de sommation

En vue d'écourter la durée de traitement des images obtenues par la technique de moyenne, mais également pour améliorer l'intensité du signal, une deuxième technique d'acquisition a été développée et testée : la technique de sommation. Pour cette technique, l'ouverture de la caméra est assez longue pour pouvoir acquérir et sommer sur une seule image une série de signaux résultant de différents pulses lasers. Deux images séparées sont donc obtenues à t_0 et t_1 , chacune résultant de la sommation de signaux lumineux individuels (Figure 4.26).

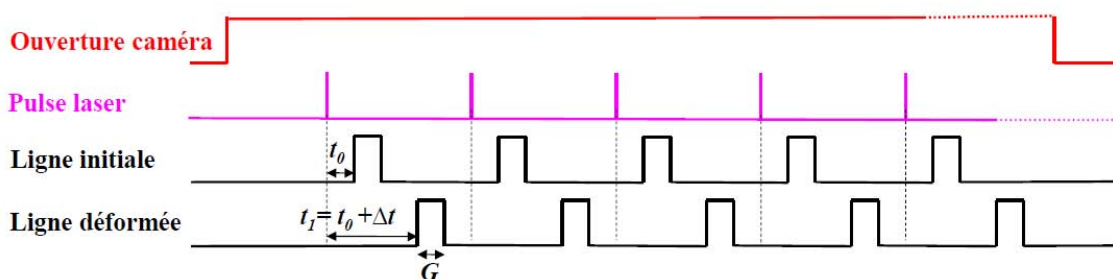


Figure 4.26 : Chronogramme simplifié de la technique de sommation

Cette technique permet d'améliorer significativement l'intensité du signal car une série de signaux lumineux est accumulée sur une seule prise qui n'est affectée qu'une seule fois par le bruit du capteur.

4.3.3. Comparaison des deux techniques

La Figure 4.27 illustre une comparaison entre les deux techniques : en (a) la technique de moyenne standard avec une moyenne de 2000 images instantanées (un pulse laser par image) et en (b) une moyenne de 100 images obtenues par la sommation de 20 signaux (20 pulses lasers par image). Le nombre de signaux individuels, donc l'information captée, sont les mêmes dans les deux cas et correspondent à 2000 pulses lasers.

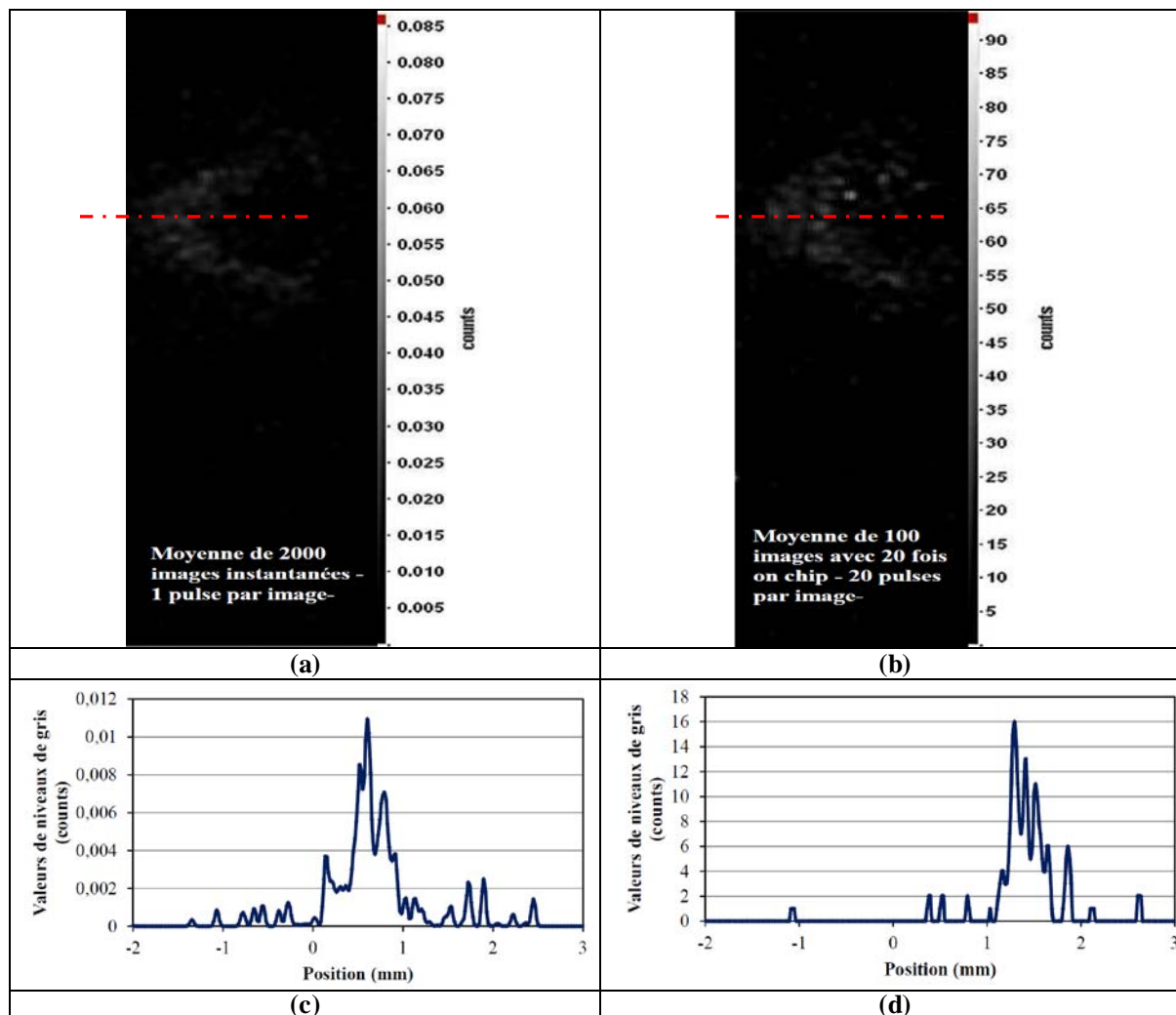


Figure 4.27 : Comparaison entre les 2 techniques d'acquisition pour 2000 pulses lasers :
 (a) image obtenue par la technique de moyenne (moyenne de 2000 images avec 1 pulse laser par image) et (c) son profil d'intensité lumineuse sur une ligne horizontale ;
 (b) image obtenue par la technique de sommation (moyenne de 100 images avec 20 pulses lasers par image) et (d) son profil d'intensité lumineuse sur la même ligne horizontale (trait rouge interrompu)

En comparant les Figures 4.27-a et b, on observe un signal plus contrasté avec la technique de sommation. Le niveau de gris maximal obtenu par cette technique (Figure 4.27-d) est plus de 1400 fois plus lumineux que celui obtenu par la technique de moyenne (Figure 4.27-c) pour un même niveau de bruit (intensité minimale approximativement nulle). Ainsi, le SNR est plus de 1000 fois supérieur avec la technique de sommation.

4.3.4. Binning

Une opération de *binning* peut être opérée par Davis® pendant l'acquisition des images. Il s'agit de combiner plusieurs pixels et de les lire comme un seul pixel plus grand (Figure 4.28). Cette opération augmente la sensibilité de la caméra et réduit la taille de l'image en mémoire mais diminue sa résolution.

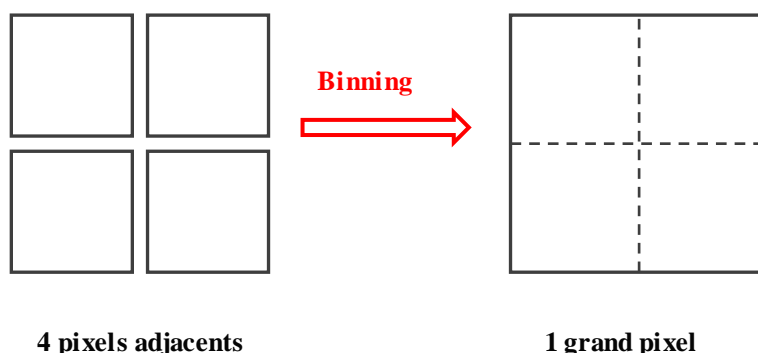


Figure 4.28 : Binning

Par exemple, un binning de 2×2 (4 pixels adjacents), augmente la sensibilité de la caméra d'un facteur 4 mais diminue la résolution de l'image d'un facteur 2. L'opération de *binning* est utilisée pendant l'acquisition des images de phosphorescence car cette dernière possède une très faible intensité.

4.4. Traitement des données

4.4.1. Traitement par Davis®

Davis® offre différentes possibilités de traitement des images acquises : opérations arithmétiques (addition, soustraction, multiplication, binarisation, etc.), transformation de l'image (rotation, redimensionnement, etc.), opérations statistiques (somme, moyenne, moyenne quadratique, etc.), réorganisation d'images et formation de séquences ; opérations de lissage (filtres linéaires et non linéaires), extraction de profils, correction d'intensités...

Avec une structure en arborescence, Davis® permet de traiter une succession d'opérations différentes sur un même paquet d'images instantanées. Après le test des différentes possibilités de traitement sur Davis®, une procédure simplifiée (Figure 4.29) a été appliquée pour les mesures présentées dans le chapitre 5.

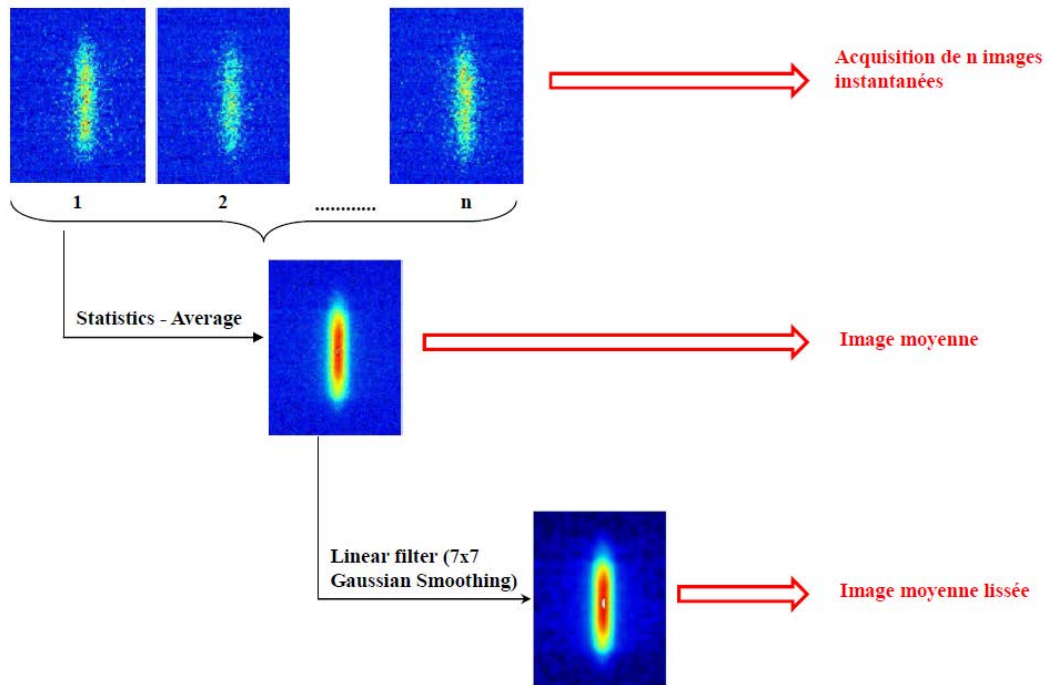


Figure 4.29 : Schéma simplifié du post- traitement Davis®

Cette procédure s'applique aussi bien aux images acquises par la technique de moyenne que celles acquises par la technique de sommation. Elle consiste à faire une moyenne statistique d'images instantanées. Un filtre gaussien est par la suite appliqué à l'image moyenne obtenue. L'image résultante est finalement traitée sous Matlab® afin d'en extraire le profil de vitesse.

4.4.2. Traitement Matlab

Le traitement des données expérimentales et l'extraction du profil de vitesse se fait dans Matlab®. Il consiste à déterminer la position du maximum d'intensité le long de la ligne marquée, sous sa forme initiale et déformée. La Figure 4.30 représente les différentes étapes de traitement, qui s'inspirent de (Hill et al., 1996) :

- de l'image initiale (Figure 4.30-a) on définit premièrement une région d'intérêt (*Region Of Interest* - ROI) (Figure 4.30-b). Ceci permet de réduire le temps de traitement et d'éviter de détecter tout autre pic d'intensité hors du profil et dû à un bruit de fond ou un artefact local.
- A chaque position y de la ROI, on extrait le profil d'intensité le long de l'axe x (Figure 4.30-c).
- Chaque valeur maximale d'intensité est ensuite relevée avec sa position correspondante x (Figure 4.30-d).
- La succession des positions des pics d'intensité permet de déterminer le profil brut de déplacement de la ligne marquée (Figure 4.30-e).
- Ce profil de déplacement est finalement lissé par un polynôme du second ordre (Figure 4.30-f).

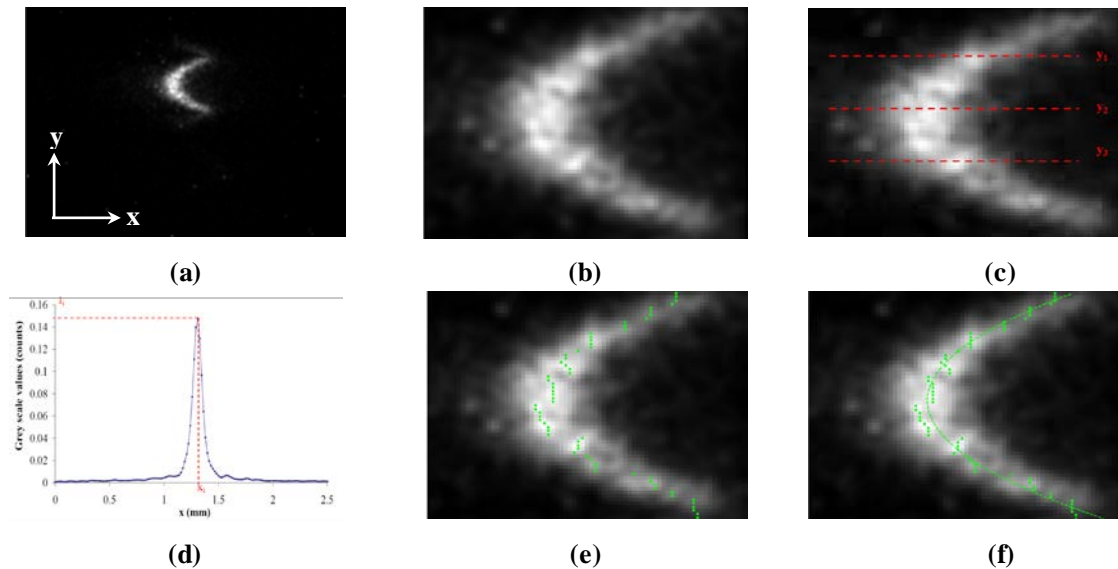


Figure 4.30 : Etapes d'extraction du profil de déplacement
 (a) Image initiale ; (b) ROI ; (c) lignes d'extractions des profils d'intensité ;
 (d) profil d'intensité le long de l'axe x pour une position y du canal ;
 (e) profil de déplacement ; (f) profil de déplacement lissé

Ces différentes étapes de traitement Matlab® sont appliquées sur les deux lignes phosphorescentes : la ligne initiale et celle déformée. Une même ROI est retenue pour traiter les deux images acquises séparées par un délai Δt . Les valeurs des positions x de ligne déformée sont ensuite soustraites aux valeurs des positions x de la ligne initiale. L'offset obtenu est divisé par le délai Δt , permettant ainsi d'obtenir le profil de vitesse. Ce dernier est lissé par un polynôme de second degré donnant un profil de vitesse lissé pouvant être comparé au profil calculé par le modèle théorique.

Conclusion

Nous avons présenté dans ce chapitre le banc expérimental développé pour des mesures de vélocimétrie en phase gazeuse par marquage moléculaire dans des canaux de dimensions millimétriques. Nous présentons les résultats obtenus et leur analyse dans le chapitre suivant.

Références

Hill, R. B. and J. C. Klewicko (1996). Data reduction methods for flow tagging velocity measurements *Experiments in Fluids* **20**(3): 142-152.

Tran, T., Y. Kochar and J. Seitzman (2008). Acetone photophysics at near critical to supercritical conditions. Proceedings of 46th AIAA Aerospace Sciences meeting and Exhibit. Reno, Nevada, USA, AIAA: AIAA 2008-2264.

Site web Heraeus: www.heraeus-quarzglas.com

Site web Esco products: www.escoproducts.com

Chapitre 5

Analyse expérimentale des résultats

Nous avons présenté dans le chapitre précédent le développement d'un banc expérimental pour la vélocimétrie par marquage moléculaire, réalisé à l'INSA Toulouse durant notre travail de thèse. Ce banc nous a permis de réaliser, pour la première fois, des mesures de vitesse dans des écoulements gazeux à l'intérieur de canaux rectangulaires de dimensions millimétriques.

Dans une première partie de ce chapitre, nous présentons une étude du signal de phosphorescence.

Ensuite, nous proposons une validation de la technique de MTV par des mesures de champ de vitesse à pression atmosphérique dans les deux générations de canaux développés au cours de cette thèse.

En vue d'évoluer par la suite vers les régimes raréfiés tout en conservant des dimensions de canal millimétriques, il sera nécessaire dans le futur de faire des mesures à basse pression. Ainsi, nous présentons dans ce chapitre des mesures de l'influence de la pression sur la phosphorescence des molécules d'acétone. Ces mesures permettent de discuter les limites d'applicabilité de la MTV dans les régimes raréfiés, et sa possible utilisation pour la mesure directe de glissement à la paroi. Des premières mesures de champ de déplacement sont présentées à des pressions inférieures à la pression atmosphérique.

Finalement, nous proposons une discussion de l'effet de la diffusion sur l'évolution de la ligne marquée.

5.1. Etude du signal de phosphorescence

A notre connaissance, peu d'études dans la littérature ont été menées sur les propriétés de luminescence de l'acétone. Nous n'avons notamment pas identifié de résultats mettant en évidence l'influence de la pression sur le signal phosphorescent. Pour bien comprendre les propriétés de notre traceur lorsqu'il est au repos (sans écoulement), nous avons donc réalisé un montage expérimental qui nous a permis, dans un premier temps, de caractériser la durée de vie de la phosphorescence de l'acétone (paragraphe 5.1.2) et dans un second temps, de suivre l'évolution du signal lumineux en fonction la pression (paragraphe 5.3.1).

5.1.1. Montage expérimental

Pour étudier la phosphorescence, nous avons donc conçu une enceinte fermée (Figure 5.1) équipée de fenêtres optiques (hublots de 20 mm de diamètre) pour les accès de marquage et d'acquisition, respectivement appelés accès laser et accès caméra sur la Figure 5.1. Un capteur de pression capacitif et un thermocouple permettent de contrôler les conditions de pression et de température à l'intérieur de l'enceinte. L'alimentation de cette dernière est

assurée par des entrées d'argon et d'acétone. Sa vidange est assurée par une sortie vers une pompe à vide. La plupart des connexions sont réalisées à l'aide de raccords Swagelok® afin de garantir des conditions d'étanchéité optimales. Cette étanchéité a été vérifiée par un capteur de fuites à hélium qui a relevé un taux de fuite de 2×10^{-8} mbar l/s.

Cette enceinte sera utilisée dans un second temps afin de mener une étude des propriétés de luminescence du traceur en fonction de sa pression ainsi que sa température.

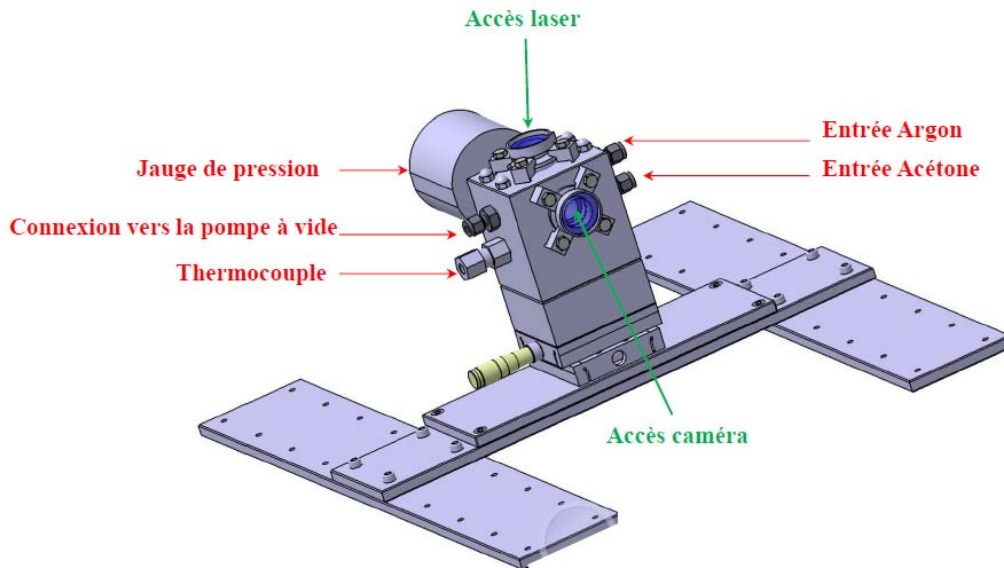


Figure 5.1 : Enceinte d'étude des propriétés de luminescence de l'acétone

5.1.2. Evolution de la phosphorescence dans le temps

Le fluide étant au repos, des mesures du signal de phosphorescence peuvent être réalisées dans des conditions de pression et température parfaitement contrôlées. L'enceinte est alimentée par le système de barbotage (erlenmeyer) décrit au chapitre 4. La Figure 5.2 et la Figure 5.3 présentent un exemple de l'évolution d'un signal de phosphorescence au cours du temps. Les essais présentés sont obtenus à pression atmosphérique et à une température de 21°C. La mise au point des objectifs est réglée sur l'infini comme décrit au chapitre 4.

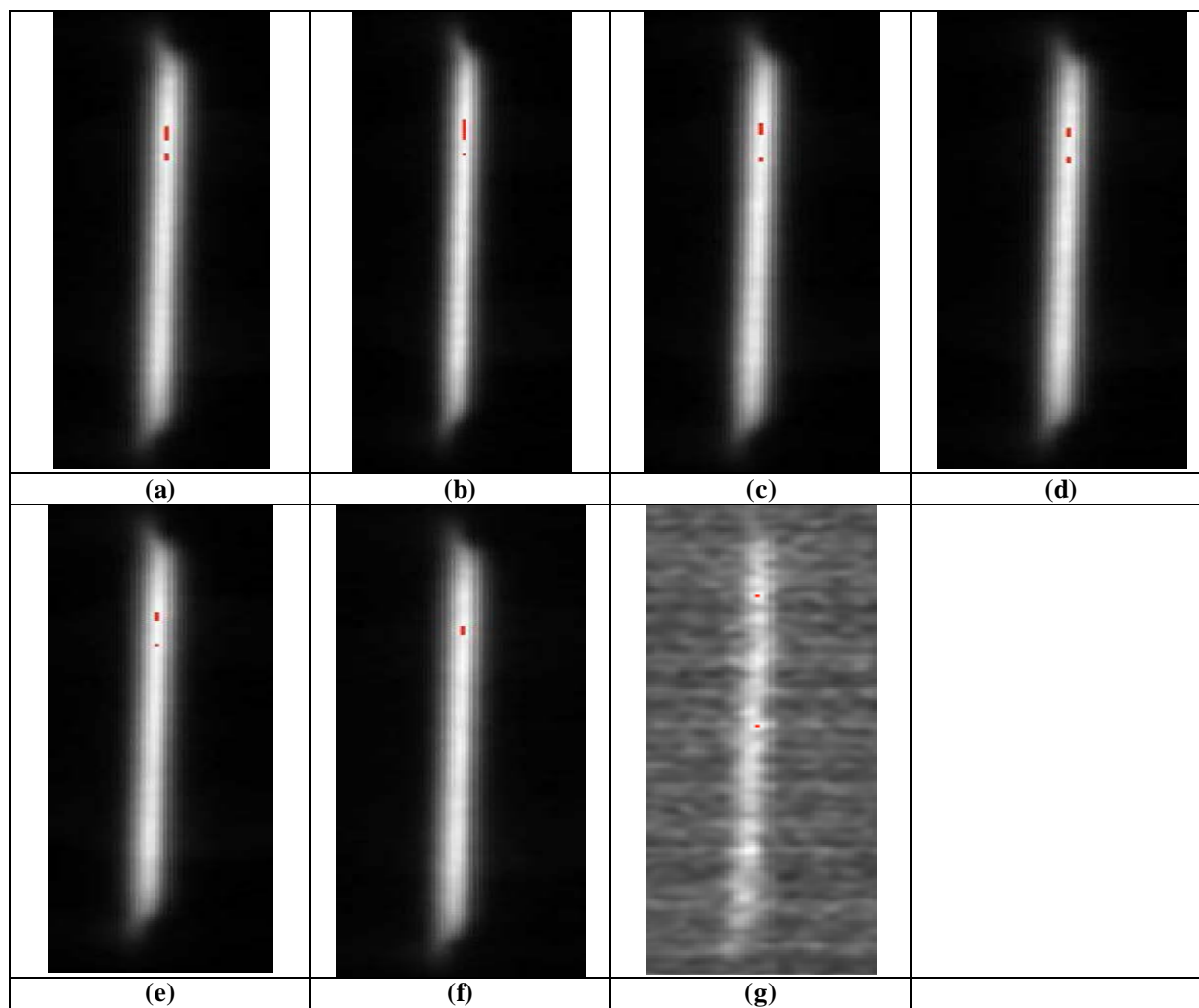
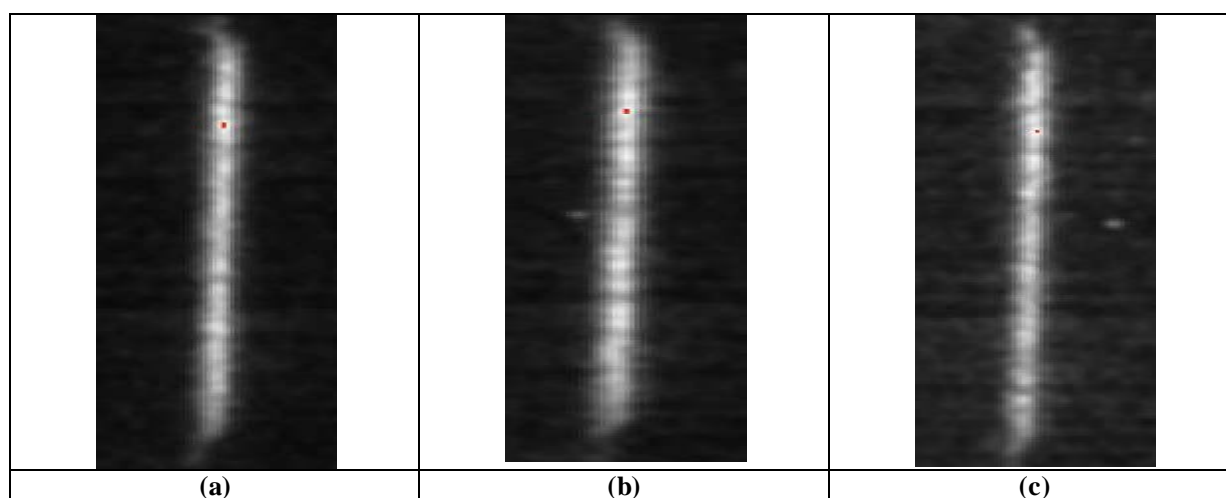


Figure 5.2 : Evolution du début du signal de phosphorescence au cours du temps. (a) $t = 5$ ns, (b) $t = 50$ ns, (c) $t = 150$ ns, (d) $t = 300$ ns, (e) $t = 450$ ns, (f) $t = 500$ ns, (g) $t = 520$ ns. Gain = 70 %



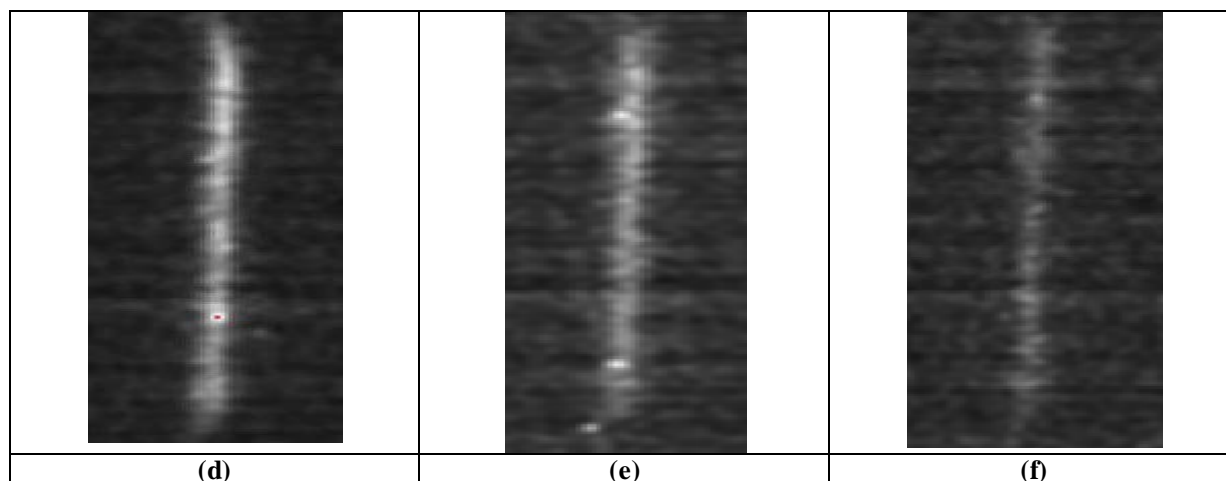


Figure 5.3 : Evolution de la suite du signal de phosphorescence dans le temps. (a) $t = 520$ ns, (b) $t = 1000$ ns, (c) $t = 5000$ ns, (d) $t = 10000$ ns, (e) $t = 50000$ ns, (f) $t = 100000$ ns. Gain = 80 %

Les images des Figures 5.2 et 5.3 ont été acquises par la technique de sommation (20 pulses lasers par image instantanée).

Pour la Figure 5.2, les réglages sont les suivants :

- chaque image est une moyenne de 20 images instantanées (400 pulses lasers au total),
- le gain de l'IRO est de 70 %,
- le temps d'ouverture de l'IRO est de 1 μ s,
- le délai entre pulse laser et acquisition varie de 5 ns à 520 ns.

Pour la Figure 5.3, l'intensité lumineuse devenant trop faible pour être détectée correctement avec les réglages précédents, les paramètres ont été modifiés :

- une moyenne de 50 images instantanées (comprenant chacune 20 pulses lasers) est acquise dans ce cas,
- le gain de l'IRO est réglé à une valeur supérieure (80 %),
- le temps d'ouverture de l'IRO est de 1 μ s,
- le délai entre pulse laser et acquisition varie de 520 ns à 100000 ns.

Sur le plan qualitatif, on constate que des niveaux d'intensité similaires sont obtenus au début de la phosphorescence (Figures 5.2 a-d). L'intensité du signal se dégrade nettement et subitement à partir de $t_l = 520$ ns mais reste détectable jusqu'à 100000 ns, le bruit de fond étant constant d'une image à l'autre (de l'ordre de 0,1 counts).

Les maximums d'intensité relevés sur une ligne horizontale au centre de l'image sont représentés Figure 5.4-a et Figure 5.4-b. Les paramètres d'acquisition (ouverture de l'IRO et nombres de pulses lasers par images) sont identiques pour les deux signaux. Seul le gain de l'IRO est différent. Un facteur de correction du gain est donc appliqué afin de pouvoir comparer l'évolution du signal de phosphorescence dans le temps. Le trait rouge (très proche du zéro) sur les Figures 5.4-a et b correspond au niveau minimal de gris, c'est-à-dire au bruit de fond.

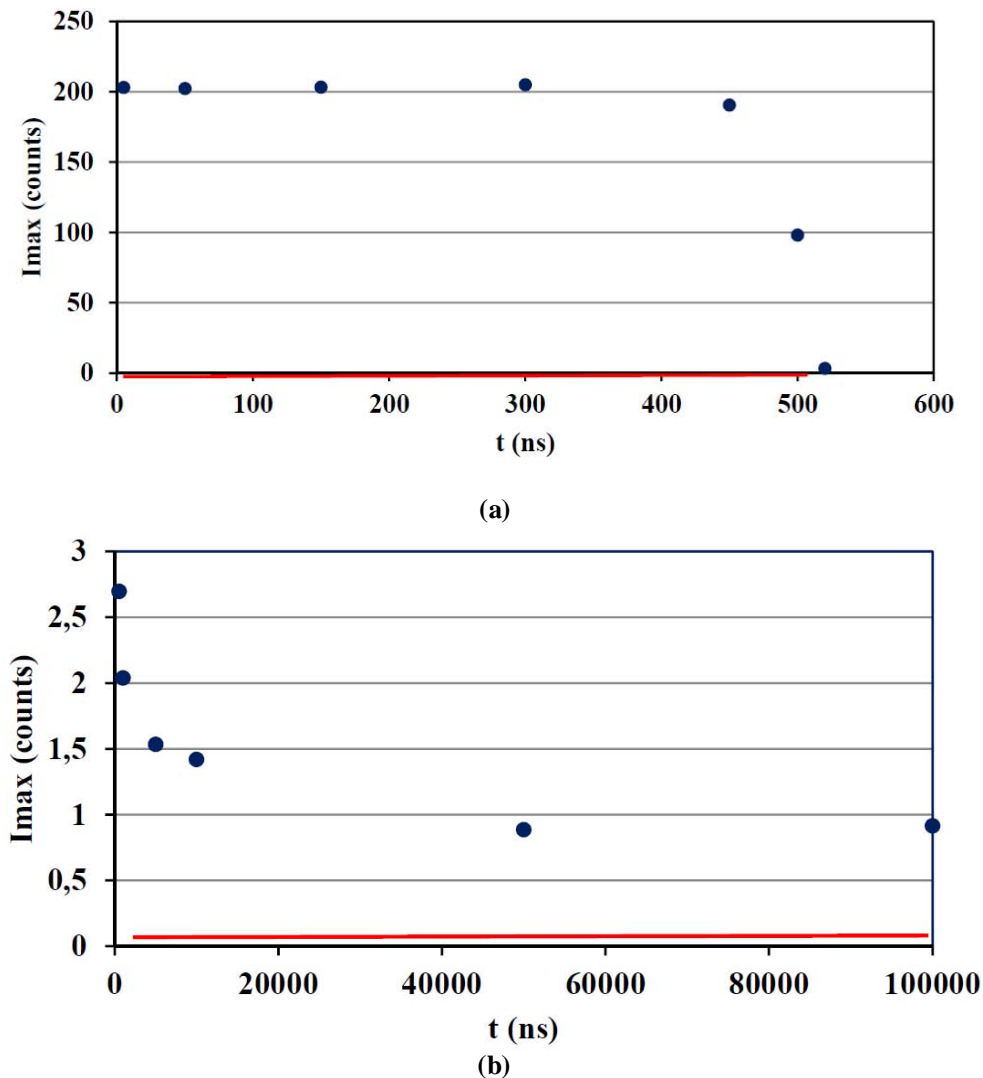


Figure 5.4 : Evolution du maximum d'intensité de la phosphorescence dans le temps

Comme on l'observe sur la Figure 5.4, la phosphorescence débute à un niveau élevé d'intensité (de l'ordre de 200 counts) et ce dès $t_1 = 5$ ns. Ce niveau d'intensité du signal reste constant pendant une durée de l'ordre de 450 ns, et s'écroule rapidement pour atteindre à $t_1 = 520$ ns un niveau de gris de l'ordre de 3 counts qui décroît ensuite progressivement sur un intervalle de temps plus long (de l'ordre de 50 μ s). Le niveau de bruit de fond étant à 0,1 counts, on peut en déduire qu'à l'instant $t_1 = 100000$ ns (niveau de gris de l'ordre de 0,9 counts), on observe encore un signal de phosphorescence exploitable. Nous pensons que ce signal peut encore être détecté plus tard en réglant le gain de l'IRO à une valeur plus élevée.

La durée totale du signal de phosphorescence serait alors en accord avec l'ordre de grandeur 150 μ s que l'on peut trouver cité dans la littérature (Lozano et al., 1992; Tran, 2008).

5.2. Validation de la technique de vélocimétrie par marquage moléculaire

Nous avons réalisé différents essais dans les deux types de canal afin de valider la technique de MTV, en comparant les profils de vitesse expérimentale obtenus avec des profils théoriques d'écoulement de Poiseuille. Nous présentons une comparaison qualitative des résultats suivie d'une comparaison quantitative qui nécessite cependant un paramètre de calage : le gradient de pression local au niveau de la section de mesure. En effet, les pressions p_A et p_B à l'entrée et à la sortie du système (Figures 4.18 et 4.22) sont mesurées à l'aide de capteurs de pression absolue connectés aux chambres à l'amont et à l'aval du canal. La différence de pression mesurée $p_A - p_B$ ne permet pas de remonter directement et précisément au gradient réel local de pression dans le canal au point de mesure par MTV, ceci principalement en raison de l'existence de pertes de charges localisées en entrée et sortie du canal. Ces dernières sont dues au changement de section entre les chambres et le canal, ainsi qu'aux différents raccords connectés aux extrémités amont et aval du canal. Les changements de section, avec passage d'une géométrie circulaire à rectangulaire, sont difficiles à connaître avec précision, particulièrement dans le cas du canal de seconde génération. D'autre part, la longueur d'établissement de l'écoulement est non négligeable et le gradient de pression dans la partie en développement n'est sans doute pas constant. Enfin, la mesure même de $p_A - p_B$ est fortement entachée d'erreur car sa valeur est du même ordre de grandeur que le bruit du capteur ; en effet $p_A - p_B$ ne représente typiquement que 0,5 % de la pression moyenne. Par conséquent, le lien entre $p_A - p_B$ et dp/dx ne peut être établi avec précision. Néanmoins, la longueur de développement (estimée à 4 cm pour les nombres de Reynolds les plus élevés) étant inférieure à la distance entre l'entrée du canal et la ligne de marquage (de l'ordre de 10 cm), l'écoulement est pleinement développé au point d'acquisition du signal de phosphorescence.

Ainsi, pour la comparaison des profils expérimental et théorique présentée dans ce chapitre, on considère le gradient local de pression dp/dx comme paramètre de calage. Le gradient retenu pour le calcul théorique est celui pour lequel la vitesse maximale (sur l'axe de la conduite) correspond à la vitesse maximale relevée expérimentalement.

Des perspectives sont ensuite présentées afin de réaliser, dans une prochaine étape, une comparaison totalement quantitative des profils de vitesse.

Nous avons ainsi analysé des écoulements à différents nombres de Reynolds ainsi que différentes pressions. Ces essais sont présentés ci-dessous.

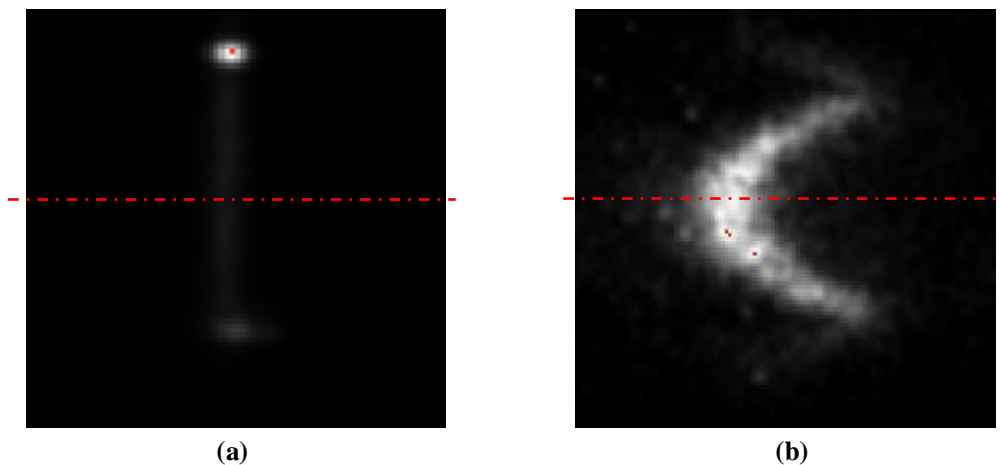
5.2.1. Canal de première génération en Suprasil®

Nous avons réalisé les premières mesures de MTV dans le canal en Suprasil® présenté en section 4.2. De l'argon barbote dans l'acétone liquide à température ambiante à l'amont du canal. Les pressions à l'entrée et la sortie du système sont respectivement $p_A = 107,5$ kPa et $p_B = 107,3$ kPa. Elles ont été mesurées à l'aide de capteurs capacitifs Inficon® de pleine échelle 133 kPa et qui offrent une résolution de 2 Pa (Tableau 5.1). La précision est de l'ordre de 200 Pa, aussi la différence de pression δp entre l'entrée et la sortie du canal n'est pas connue de manière très précise, d'autant qu'elle nécessite une connaissance exacte des pertes de charges localisées, en entrée et en sortie de canalisation.

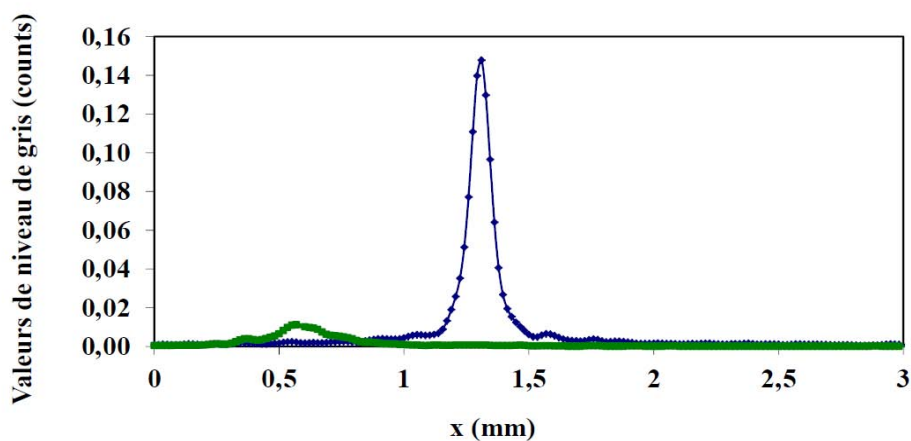
Pleine échelle (Pa)	1,333E +5
Pression maximale (Pa)	1,333E +5
Pression minimale (Pa)	1,333E +4
Précision de mesure	0,2 % de la lecture
Résolution	0,0015 % de la pleine échelle

Tableau 5.1 : Spécifications des capteurs capacitifs Inficon®

Un exemple d'images de phosphorescence de la ligne initiale marquée (Figure 5.5-a) et de sa déformée (Figure 5.5-b) est représenté ci-dessous. L'image initiale est obtenue par moyenne de 35000 images instantanées acquises pour un délai de l'IRO de 1 μ s, un temps d'ouverture de 1 μ s et un gain de 80 %. La ligne déformée résulte de la moyenne de 50000 images instantanées acquises à un délai de l'IRO de 80 μ s pour des mêmes réglages de gain et d'ouverture.

Figure 5.5 : Phosphorescence de la ligne marquée (a) initiale ($t = 1 \mu$ s) et (b) déformée ($t = 80 \mu$ s)

Sur la Figure 5.6 est représenté le profil d'intensité le long d'une ligne passant par le centre du canal (trait rouge sur la Figure 5.5). On observe une différence d'intensité maximale de phosphorescence entre lignes initiale et déformée : cette intensité est réduite d'un facteur 14 au bout de 79 μ s.

Figure 5.6 : Valeurs en niveaux de gris du signal de phosphorescence au centre du canal à $t_0 = 1 \mu$ s (courbe bleue) et $t_1 = 80 \mu$ s (courbe verte)

Cette diminution d'intensité de phosphorescence est prévisible vu la durée totale de phosphorescence (de l'ordre de 150 μs) mais l'image obtenue a un SNR suffisamment élevé pour pouvoir en extraire un profil de déplacement expérimental.

La superposition des images de la ligne initiale et de sa déformée (Figure 5.7) permet de localiser les parois du canal à l'aide de l'intersection entre les 2 lignes. La réflexion clairement identifiable de la ligne déformée sur les parois du canal permet également de confirmer cette position. La superposition des 2 images est réalisée à l'aide de l'outil ImageJ®. Visuellement, on observe que la ligne déformée a globalement une forme parabolique, conforme au profil de vitesse attendu dans un écoulement de Poiseuille. La ligne déformée semble couper la ligne initiale au niveau des parois, mettant en évidence le non glissement attendu dans ce régime d'écoulement non raréfié.

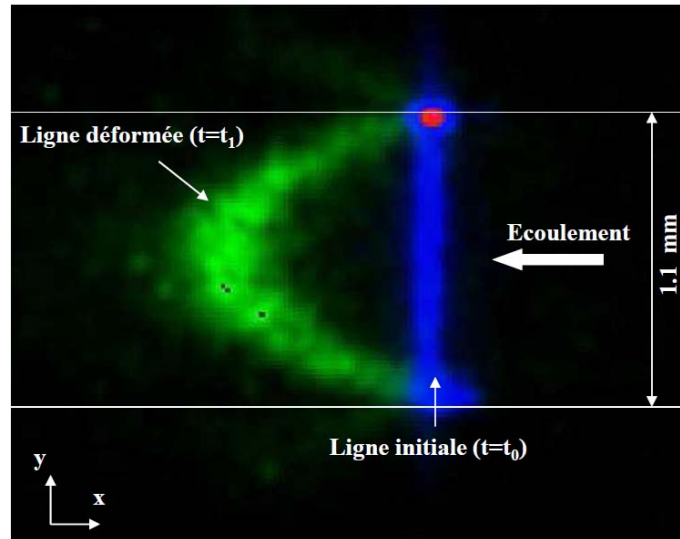


Figure 5.7 : Superposition des images de MTV initiale et déformée dans le plan médian du canal, à égale distance des deux parois, $\Delta t = 79 \mu\text{s}$, $Re = 423$.

L'extraction du profil de déplacement à partir de la Figure 5.7 selon la méthode décrite au chapitre 4 permet de tracer un profil de vitesse dans le plan médian du canal.

Le profil de vitesse expérimental alors obtenu est comparé au profil théorique d'un écoulement de Poiseuille, dont il existe une solution analytique pour un écoulement laminaire pleinement développé et non glissant à l'intérieur d'un canal rectangulaire. L'expression adimensionnée de la vitesse s'écrit par exemple (Morini, 2000) :

$$u(x, y) = \sum_{n=0}^{\infty} \sum_{m=0}^{\infty} u_{2n+1, 2m+1} \sin[(2n+1)\pi x] \sin\left[\frac{(2m+1)\pi y}{a^*}\right] \quad (5.1)$$

où x et y sont les coordonnées cartésiennes adimensionnées par la largeur du canal et où $u_{i,j}$ s'écrit sous la forme :

$$u_{i,j} = \frac{1}{i j (a^{*2} i^2 + j^2) A(a^*)}. \quad (5.2)$$

Dans cette équation, $A(a^*)$ est fonction du rapport de forme a^* et peut être approximé par le polynôme (Spiga et al., 1996) :

$$A(a^*) = 0,5059 - 0,3022a^* - 0,0642a^{*2} + 0,0747a^{*3} \quad (5.3)$$

Le profil de vitesse théorique est calculé par les équations ci-dessus au centre de la section pour un gradient de pression $dp/dx = 1 \text{ kPa m}^{-1}$ et une viscosité dynamique $\mu = 2,12 \cdot 10^{-5} \text{ Pa s}$, puis comparé au profil théorique correspondant à un écoulement entre plaques planes (Figure 5.8). A cet endroit de la section, les deux profils de vitesse sont très proches. A noter une légère dissymétrie observée sur le profil calculé avec le modèle rectangulaire, vraisemblablement due à l'approximation introduite par l'équation 5.3. Par la suite, par soucis de simplicité, les résultats expérimentaux seront directement comparés au modèle simplifié correspondant à un écoulement plan.

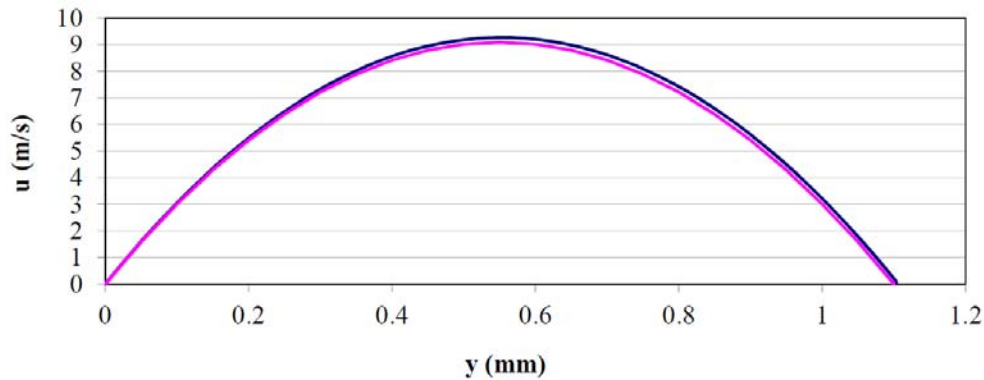
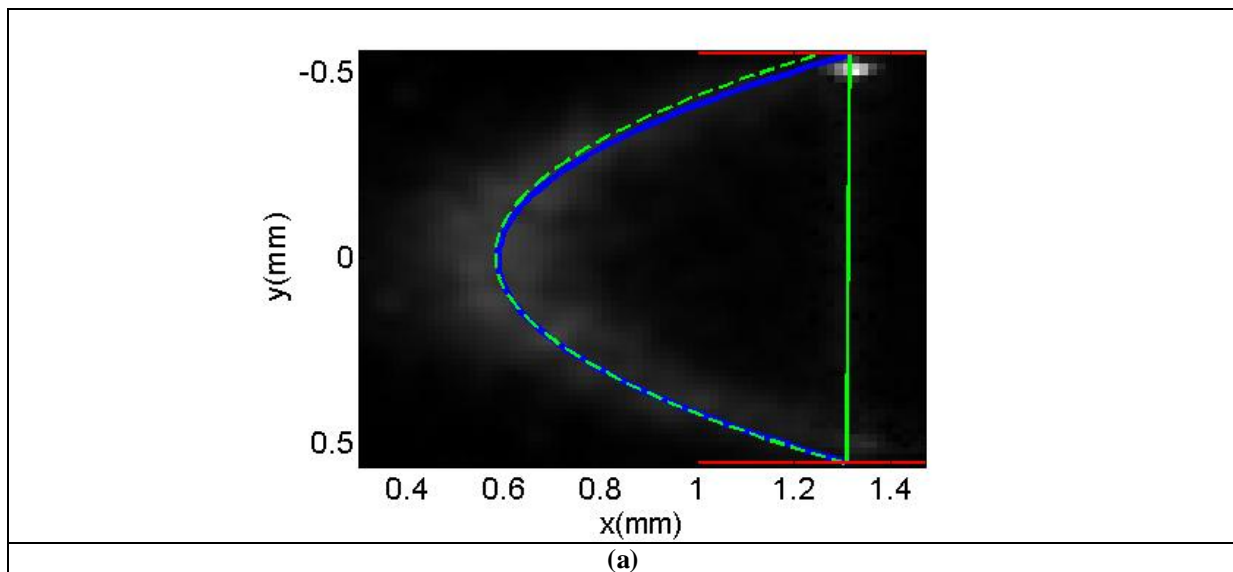


Figure 5.8 : Profils de vitesse théorique entre 2 plaques parallèles (trait bleu continu) et dans un canal rectangulaire (trait rose continu)

Le profil expérimental extrait de la Figure 5.7 est donc comparé au profil théorique (Figure 5.9-a). Les deux lignes parallèles rouges correspondent aux parois du canal. Un faible écart est observé entre le profil expérimental et théorique. Le profil expérimental apparaît très légèrement dissymétrique, mais peut-être est-ce dû à une localisation imprécise de la paroi supérieure et/ou à une légère imprécision dans la détermination expérimentale de la profondeur du canal.



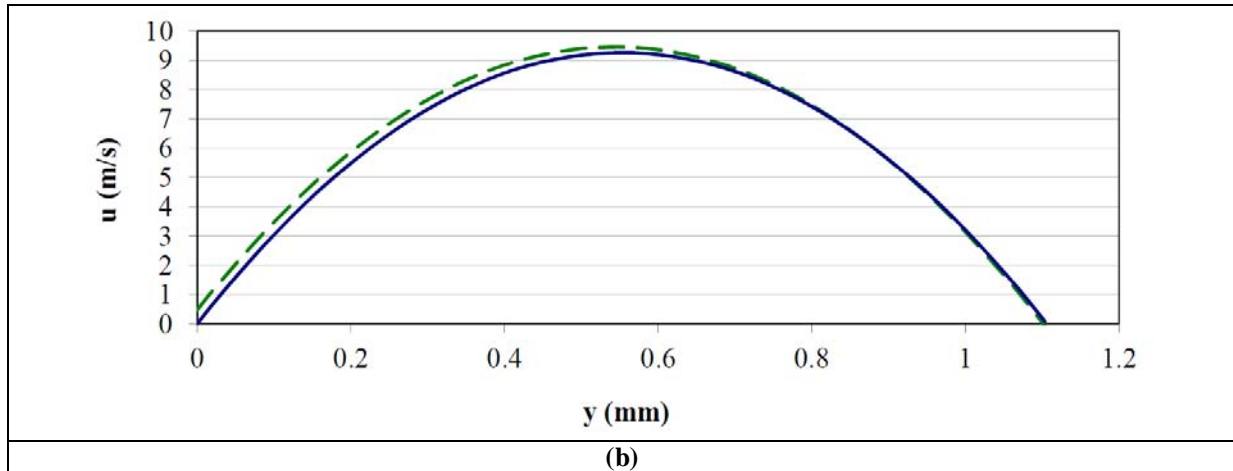


Figure 5.9 : Profils de (a) déplacement et de (b) vitesse le long du plan médian du canal rectangulaire. Données expérimentales : ligne initiale (trait vert continu), ligne déformée (trait vert interrompu). Profil théorique (trait bleu continu)

La bonne concordance entre profils expérimental et théorique permet de valider la technique de vélocimétrie par marquage moléculaire (MTV) pour la caractérisation d'écoulements gazeux confinés.

Les mesures obtenues par la technique de moyenne sur cette première génération de canal (canal Suprasil®) sont par la suite affinées avec l'application de la technique de sommation sur la deuxième génération de canal (canal en PEEK). Ces éléments sont présentés dans la section suivante du chapitre.

5.2.2. Canal de deuxième génération en PEEK

Nous avons exploité la deuxième génération de canal (canal en PEEK) pour des mesures de champs de vitesse par MTV dans un écoulement d'argonensemencé par des molécules d'acétone. Les mesures ont été réalisées pour une pression moyenne de l'ordre de la pression atmosphérique. La différence de pression $p_A - p_B$ mesurée au niveau des réservoirs par les capteurs Inficon® est de l'ordre de 2050 Pa. Dans ce montage, les pertes de charges localisées sont beaucoup plus significatives que pour le canal de première génération et le δp pris en compte aux bornes du canal est de l'ordre de 190 Pa.

Les deux signaux correspondant au trait initial et à la ligne déformée sont présentés sur la Figure 5.10.

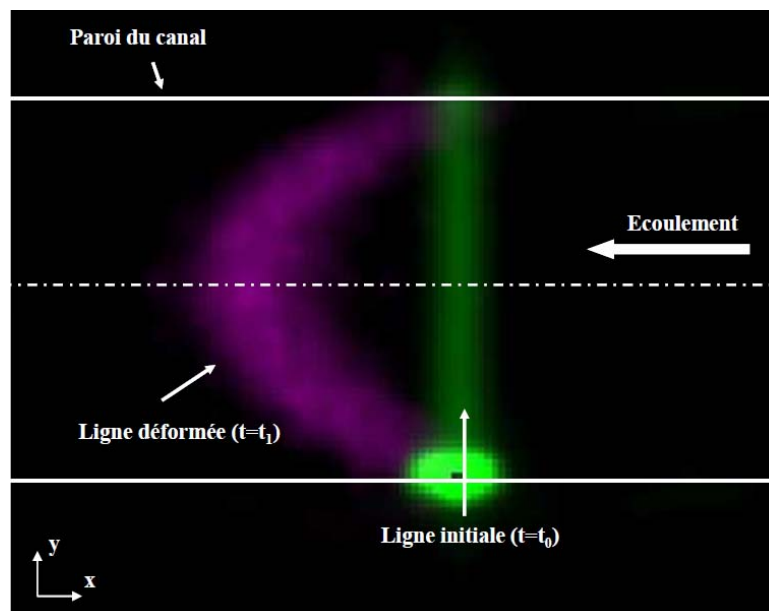


Figure 5.10 : Superposition de la ligne initiale ($t_0 = 550 \text{ ns}$) et déformée ($t_1 = 80 \mu\text{s}$)

Un spot lumineux est observé à l'intersection de la ligne initiale marquée et de la paroi inférieure du canal. Il peut être dû à différents paramètres : principalement une légère déviation de la perpendicularité du faisceau laser par rapport au canal, mais également une possible réflexion de la luminescence sur les parois du canal. En effet, l'intensité lumineuse de ce spot est très sensible au positionnement du faisceau laser par rapport au canal. Ce positionnement reste très délicat à réaliser.

La technique par sommation est mise en œuvre pour les résultats présentés sur les Figures 5.10 et 5.11 : 50 pulses lasers sont intégrés dans chaque image individuelle. L'image finale est obtenue par moyenne de 100 images individuelles pour la ligne initiale et de 1000 images individuelles pour la ligne déformée. Le temps d'ouverture et le gain de l'IRO sont respectivement réglés à $1 \mu\text{s}$ et 95 % pour l'acquisition des deux lignes initiale et déformée. Une opération de *binning* est opérée dans ces images afin d'optimiser l'acquisition de l'intensité de phosphorescence, particulièrement à un délai de $100 \mu\text{s}$.

Comme pour les mesures dans le canal en Suprasil®, une différence d'intensité est observée entre la ligne initiale (niveau de gris maximal de l'ordre de 85 counts) et sa déformée (niveau de gris maximal de l'ordre de 18 counts) (Figure 5.11). Le niveau d'intensité observé sur la ligne initiale est ainsi approximativement 5 fois plus important que celui sur la ligne déformée. La ligne initiale étant acquise avec un délai de 510 ns, le signal a déjà subi une forte atténuation (voir Figure 5.4) ce qui permet de réduire le contraste lumineux entre les lignes initiale et déformée. On constate également un élargissement du pic d'intensité lumineuse lorsqu'on passe de la ligne initiale (Figure 5.11-a) à la ligne déformée (Figure 5.11-b) dû à la diffusion moléculaire des molécules d'acétone. Le pic est de ce fait moins pointu, mais le bruit de fond similaire, bien qu'apparaissant amplifié par effet d'échelle sur la Figure 5.11-b.

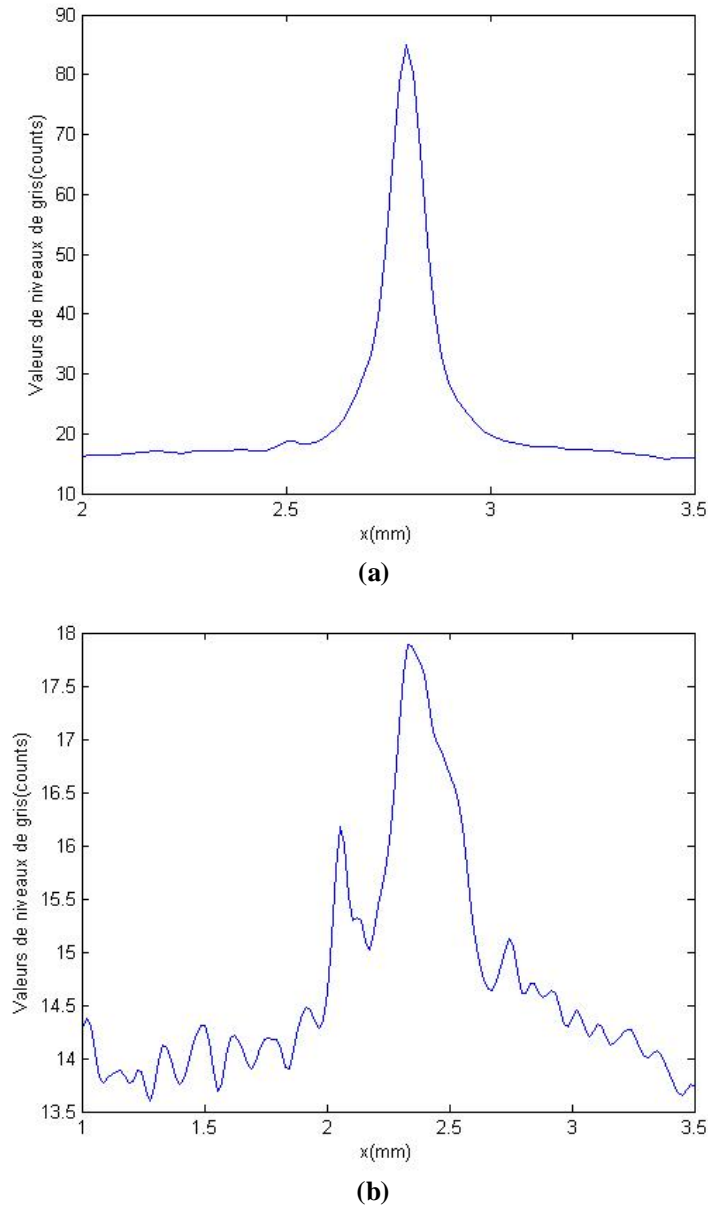


Figure 5.11 : Profils d'intensité de (a) la ligne initiale ($t_0 = 510$ ns) et de (b) la ligne déformée ($t_1 = 100$ μ s) au centre du canal (le long du trait pointillé sur la Figure 5.10)

La température, mesurée à trois différentes positions le long du canal, est observée constante pendant la durée de l'essai. La présence d'un point chaud local n'est néanmoins pas à écarter dans la région marquée ce qui peut influencer la durée de la phosphorescence mais reste difficile à mesurer pour le moment.

A partir de l'image présentée sur la Figure 5.10, on peut faire une première analyse approchée en superposant au signal observé à $t = t_1$ une courbe parabolique qui coupe la ligne droite initialement marquée au niveau des parois (Figure 5.12).

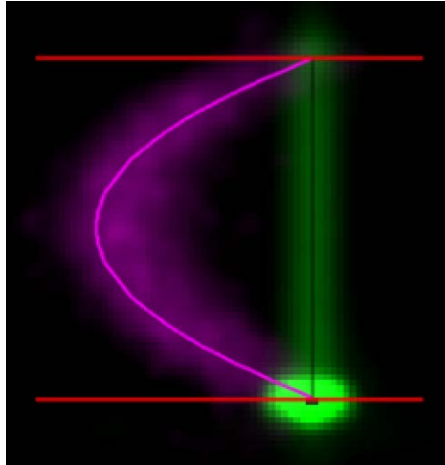


Figure 5.12 : Comparaison qualitative des profils expérimental et théorique obtenu pour $\delta p = 190$ Pa

Cette parabole correspond à un profil de Poiseuille obtenu avec une différence de pression aux bornes du canal $\delta p = 190$ Pa. Comme l'objectif à terme est d'analyser des écoulements avec glissement à la paroi, on cherche dans un deuxième temps à extraire le profil de vitesse sans supposer a priori que la vitesse à la paroi est connue. Pour cela, on extrait le profil de vitesse en se basant sur la technique d'extraction présentée au chapitre 4, section 4.4.2. Ce profil est comparé sur la Figure 5.13 à un profil théorique de Poiseuille calculé pour un écoulement plan avec $\delta p = 190$ Pa.

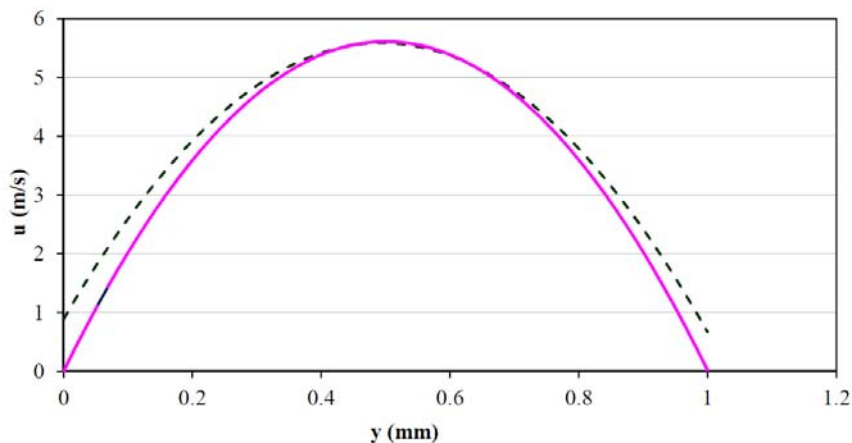


Figure 5.13 : Profils de vitesse expérimental (trait interrompu vert) et théorique (trait continu rose)

La comparaison des profils théorique et expérimental montre alors un accord moins bon en proximité des parois où un glissement est observé alors que le régime est non raréfié. Cette anomalie peut en partie être due à une incertitude sur la mesure de la profondeur du canal (de l'ordre de 3%), ou à un défaut de mise au point sur la zone marquée par le laser ou d'alignement de l'axe optique parallèlement aux parois. Il peut en résulter une difficulté d'accès optique qui s'avérera sensible au voisinage des parois du canal.

Un autre phénomène pouvant être à l'origine de cette différence est la diffusion moléculaire qui nécessiterait d'être prise en compte lors de l'analyse des images. Une discussion de ce phénomène est présentée à la fin de ce chapitre.

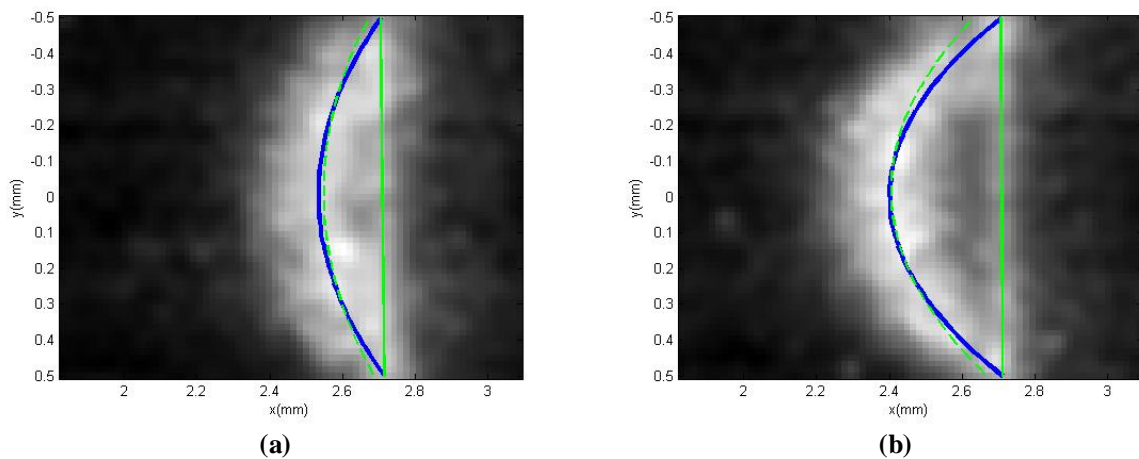
5.2.3. Investigation d'écoulements à différents nombres de Reynolds

Sur la Figure 5.14 sont représentés des profils de déplacement obtenus pour différents écarts de pression entre l'entrée et la sortie du canal. Les valeurs de la différence de pression $p_A - p_B$ mesurée entre les chambres amont et aval ainsi que du gradient local de pression dp/dx retenu comme paramètre de calage pour le calcul théorique sont données dans le Tableau 5.2 pour les essais de la Figure 5.14. A titre indicatif, la dernière colonne indique la différence de pression correspondante entre les bornes du canal si on supposait le gradient de pression constant le long de celui-ci, ce qui n'est vraisemblablement pas le cas à cause de la présence de la zone de développement hydrodynamique.

Essai	Différence de pression mesurée $p_A - p_B$ (Pa)	Gradient de pression local (paramètre de calage) dp/dx (Pa/m)	Différence de pression δp (Pa)
(a)	240	300	60
(b)	600	525	105
(c)	800	575	115
(d)	1500	875	175

Tableau 5.2 : Valeurs des différences de pressions mesurées, des gradient locaux retenus pour le calcul théorique ainsi que des différences de pression δp , pour différents nombres de Reynolds

Pour une valeur de pression moyenne de l'ordre de 99 kPa, δp varie de 60 à 175 Pa. Les valeurs des nombres de Reynolds obtenus compris entre 124 à 375) correspondent au régime laminaire.



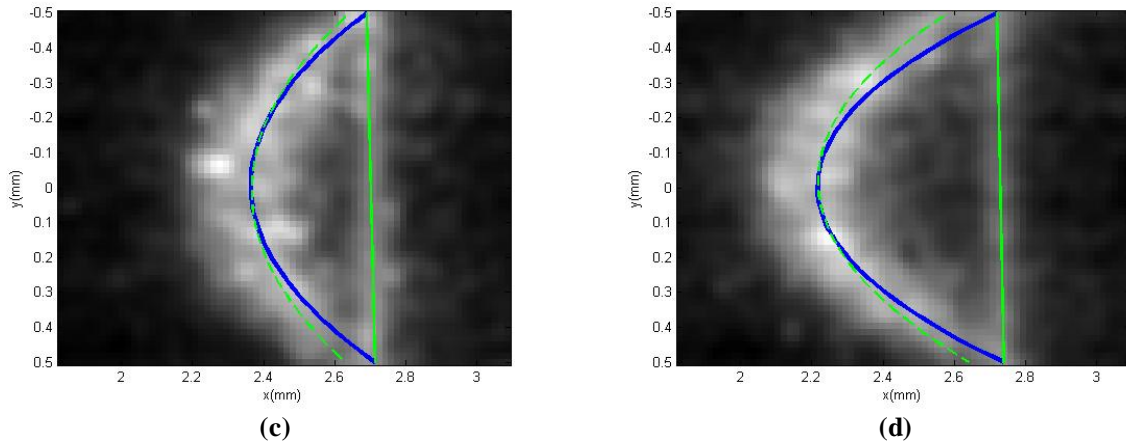


Figure 5.14 : Profils de déplacement le long d'une ligne médiane ($x = 0$) de la section rectangulaire à $p = 99$ kPa et $t = 100$ μ s. Profils expérimentaux : initial (trait vert continu), déformé (trait vert interrompu). Profils théoriques (trait bleu continu) obtenus pour des gradients de pression de (a) 300 Pa/m, (b) 525 Pa/m, (c) 575 Pa/m et (d) 875 Pa/m.

Nous observons de nouveau un moins bon accord en proximité des parois où un glissement non physique apparaît. Ce problème récurrent est discuté dans le paragraphe 5.4 et dans les perspectives.

Les valeurs des rapports signal/bruit et des nombres de Reynolds et de Mach obtenus pour les essais de la Figure 5.14 sont résumées dans le Tableau 5.3.

dp/dx (Pa/m)	Re	Ma	Rapport signal bruit à $t = t_0$	Rapport signal bruit à $t = t_1$
875	124	$2,7 \cdot 10^{-3}$	1,668	1,269
575	219	$4,8 \cdot 10^{-3}$	1,601	1,292
525	252	$5,5 \cdot 10^{-3}$	1,815	1,408
300	375	$8 \cdot 10^{-3}$	2,009	1,792

Tableau 5.3 : Valeurs des nombres de Reynolds, nombres de Mach et du rapport signal/bruit obtenus pour chaque gradient de pression

Le nombre de Reynolds

$$Re = \frac{\rho \bar{u} D_h}{\mu} \quad (5.4)$$

est basé sur la la vitesse débitante moyenne \bar{u} et sur la diamètre hydraulique de la section

$$D_h = \frac{4S}{P} \quad (5.5)$$

où S est l'aire de la section du canal et P son périmètre mouillé.

Le nombre de Mach est également calculé à partir de cette vitesse débitante :

$$Ma = \frac{\bar{u}}{a} \quad (5.6)$$

en notant $a = \sqrt{\gamma RT}$ la vitesse du son avec $\gamma = 1,67$ pour l'argon.

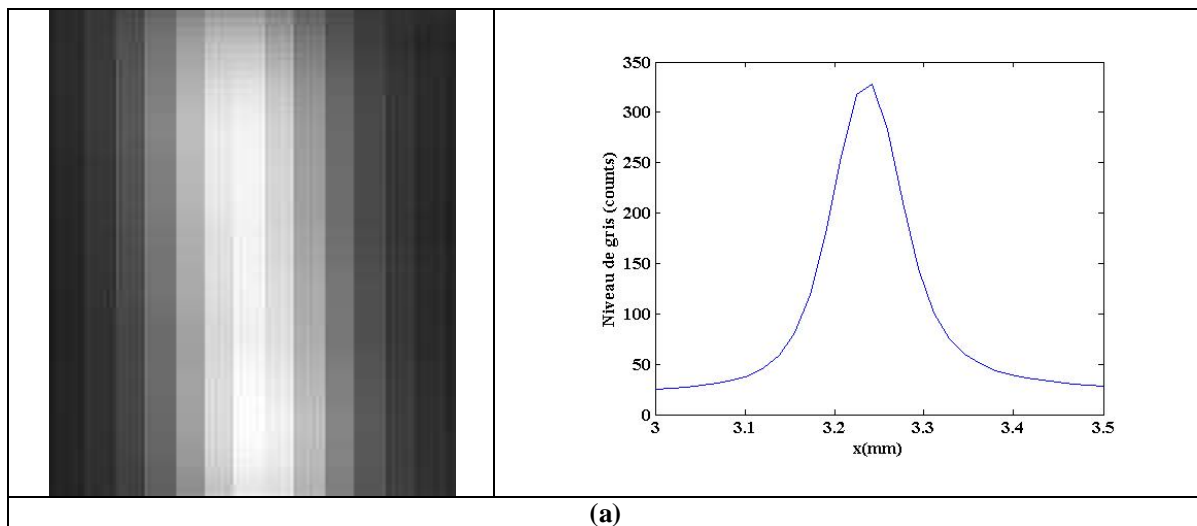
5.3. Vers le régime raréfié : Premières mesures à basses pressions

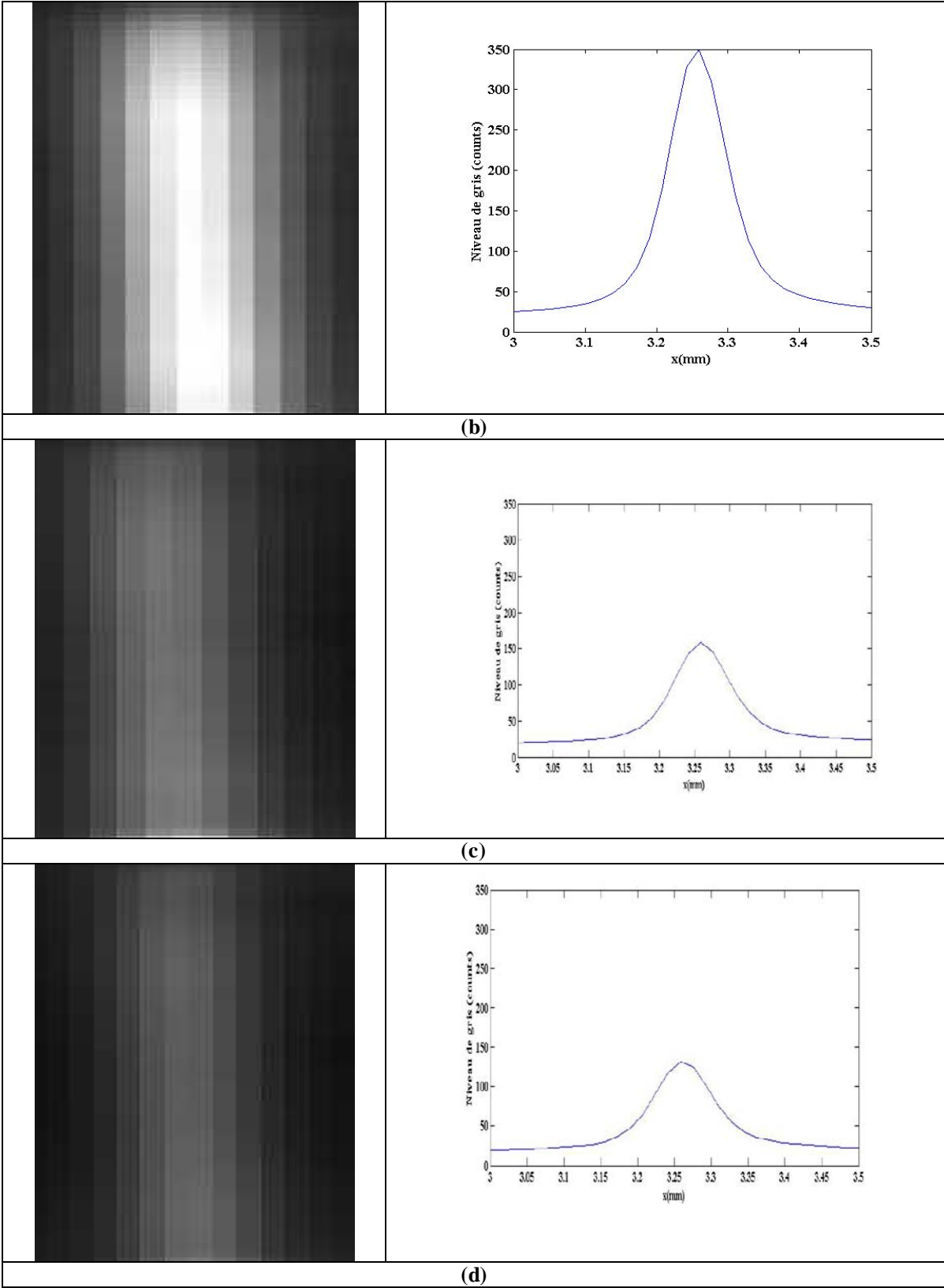
Après avoir validé la technique de MTV pour la mesure de champ de vitesse en régime non raréfié, nous présentons ici des premières mesures effectuées à basse pression. Notre objectif à ce stade est d'étudier le signal de phosphorescence à basse pression et de discuter la viabilité de la technique de MTV à des pressions inférieures à la pression atmosphérique.

Ensuite, nous présentons des mesures préliminaires obtenues à des pressions de 30 et 50 kPa. Ces mesures nous permettent enfin de discuter des perspectives de l'application de la MTV pour l'étude d'écoulements raréfiés.

5.3.1. Influence de la pression sur l'intensité de phosphorescence de l'acétone

Afin d'analyser l'influence de la pression sur l'intensité de luminescence de l'acétone, des images de la phosphorescence de lignes marquées ont été acquises. Nous avons réalisé les essais dans une configuration de canal isolé, sans écoulement. La technique de sommation est utilisée pour l'acquisition des données : une moyenne de 50 images instantanées comportant chacune 50 pulses lasers est réalisée pour les images représentées sur la Figure 5.15, sauf celle obtenue à $p=1$ kPa pour laquelle une moyenne de 100 images sommant 50 pulses lasers est opérée. Les différentes images de la figure ont été acquises pour un réglage ouverture de l'IRO de 1 μ s et un gain de 65 %. Ces images sont enregistrées à $t_1 = 200$ ns.





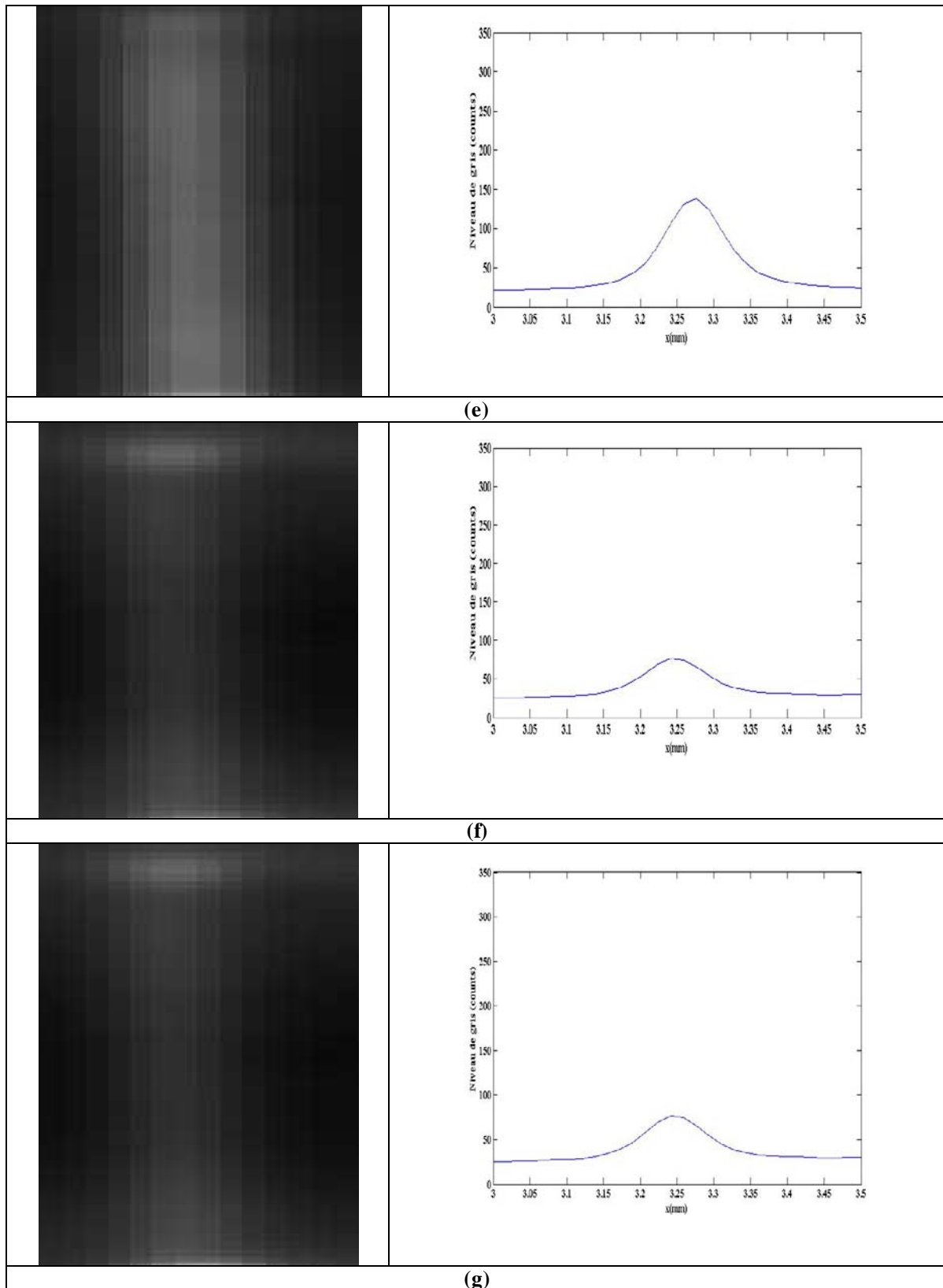


Figure 5.15 : Intensité de phosphorescence à différentes pressions, sans écoulement. Image de la ligne marquée (à gauche) et du profil d'intensité sur une ligne horizontale (à droite).
 (a) $p = 99$ kPa, (b) $p = 54$ kPa, (c) $p = 35$ kPa, (d) $p = 20$ kPa, (e) $p = 10$ kPa, (f) $p = 4$ kPa et (g) $p = 1$ kPa.

A la droite de chaque image du signal de phosphorescence (Figure 5.15) est tracé un profil d'intensité le long d'une ligne horizontale. On observe que la diminution de la pression est accompagnée d'une diminution du niveau de gris dans le profil d'intensité tracé. La ligne de phosphorescence reste néanmoins détectable pour la plus basse pression mesurée ($p = 1$ kPa). Le rapport signal/bruit diminue également avec la diminution de la pression : il est réduit d'un facteur 4,5 quand la pression est réduite d'un facteur 100. Le signal obtenu à $p = 1$ kPa (Figure 5.15-g) peut être amélioré en augmentant le nombre d'images instantanées moyennées augmentant ainsi le contraste dans l'image résultante : en effet, l'image obtenue représente une moyenne totale de 5000 images seulement, nombre qui peut être multiplié au moins une dizaine de fois.

Ceci est encourageant et prometteur pour l'analyse d'écoulements gazeux en conditions de raréfaction. En effet, pour une pression de 1 kPa, le début du régime raréfié est atteint et du glissement à la paroi peut alors être observé.

5.3.2. Premières mesures de MTV en écoulement laminaire à basses pressions

Nous avons réalisé des premières mesures à pression inférieure à la pression atmosphérique pour une configuration avec écoulement. Les profils de déplacement obtenus à des pressions moyennes de 50 kPa et de 30 kPa sont représentés Figure 5.16. Le gradient de pression pour chacun des deux tests est $dp/dx = 1$ kPa/m.

L'acquisition de la ligne initiale et déformée est respectivement à $t_0 = 510$ ns et $t_1 = 50\,000$ ns. Le rapport signal/bruit obtenu à 50 kPa est de 5,14 alors que celui des essais à 30 kPa est de 3,89.

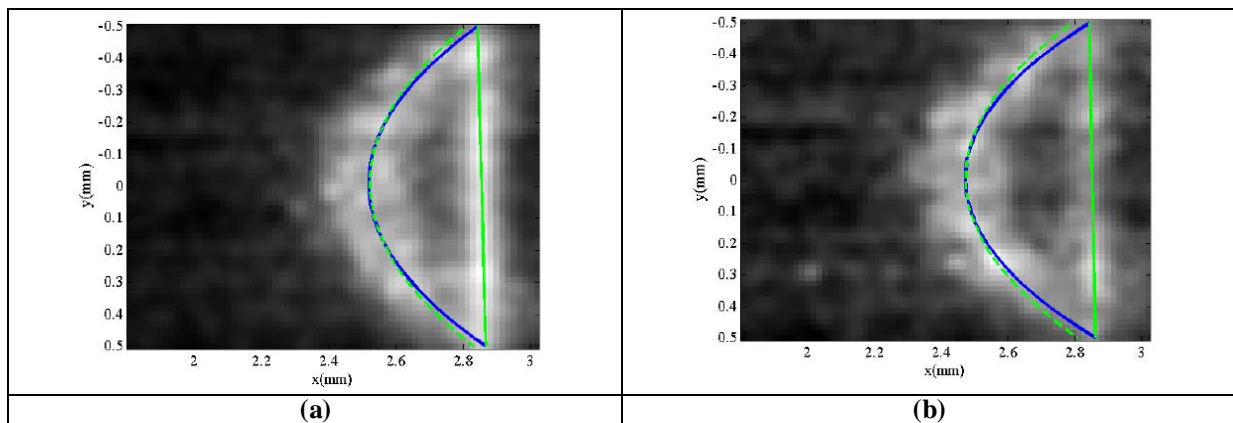


Figure 5.16 : Profils de déplacement le long d'une la ligne médiane ($x = 0$) du canal rectangulaire pour $dp/dx = 1$ kPa/m. (a) $p = 50$ kPa, (b) $p = 30$ kPa. Données expérimentales : ligne initiale (trait vert continu), ligne déformée (trait vert interrompu). Profil théorique (trait continu bleu).

Un bon accord est obtenu en comparant les profils expérimental et théorique à l'exception de la région proche de la paroi où un petit glissement est observé alors que le régime n'est pas raréfié. L'effet de la diffusion massique est significatif sur ces essais à $p < p_{atm}$.

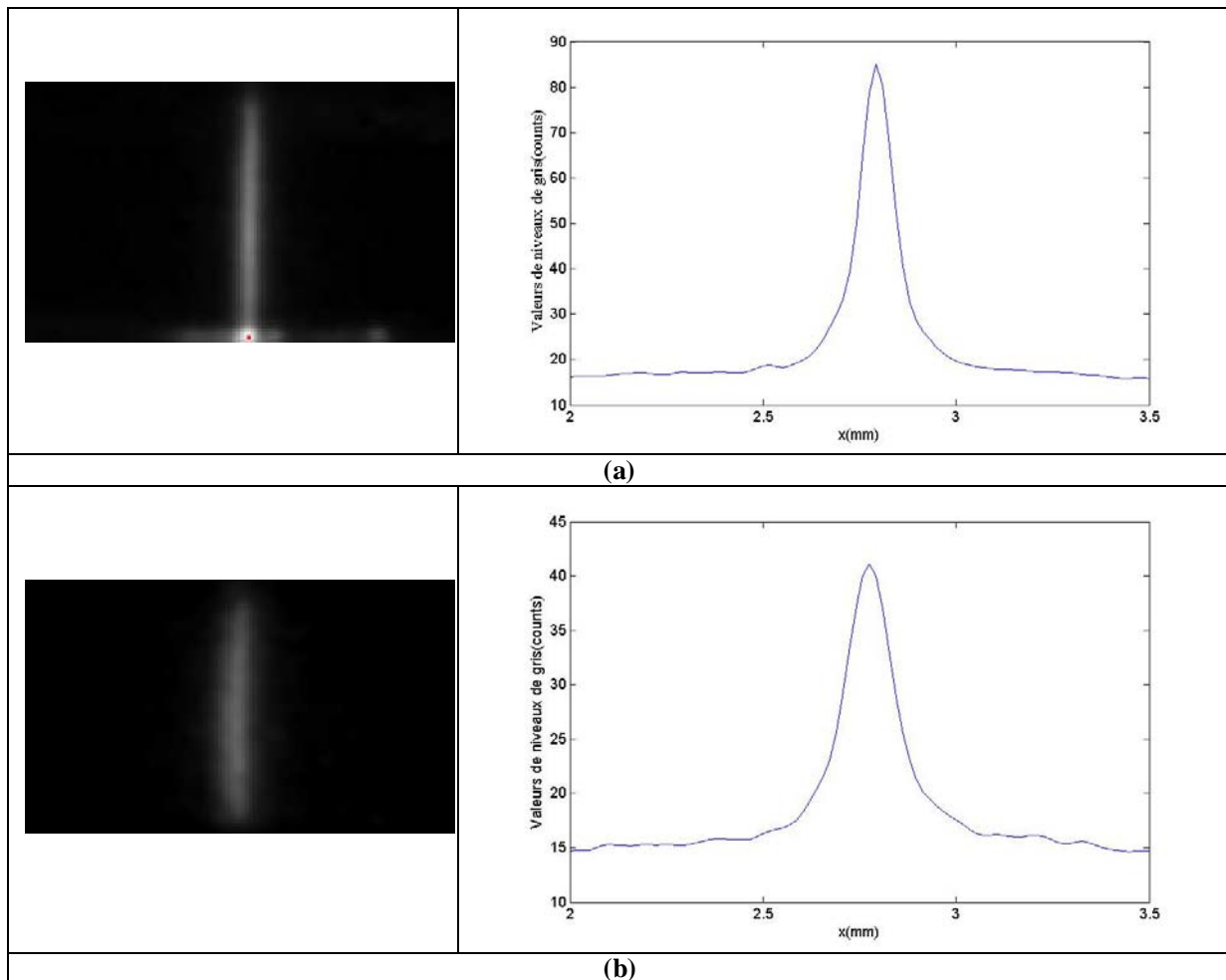
5.4. Evolution de la ligne de phosphorescence dans le temps : effet de la diffusion

Un des phénomènes pouvant expliquer l'écart observé entre le profil théorique et le profil expérimental en proximité de la paroi est la diffusion massique qui peut devenir d'autant plus significative que la pression diminue.

Nous avons donc cherché à étudier expérimentalement l'évolution d'une ligne marquée au cours du temps et en fonction de la pression.

5.4.1. Diffusion au cours du temps

La Figure 5.17 illustre l'évolution d'un profil de vitesse pendant la durée de vie de la phosphorescence du traceur. La plage de temps investiguée va de 550 ns à 100 μ s. Pour l'ensemble des images, le gain de l'IRO est réglé à 85 % pour une durée d'ouverture de 1 μ s. La technique de sommation est implémentée avec l'intégration de 50 pulses lasers par ouverture de caméra. Chaque image présentée Figure 5.17 est la moyenne de 150 images obtenues par sommation.



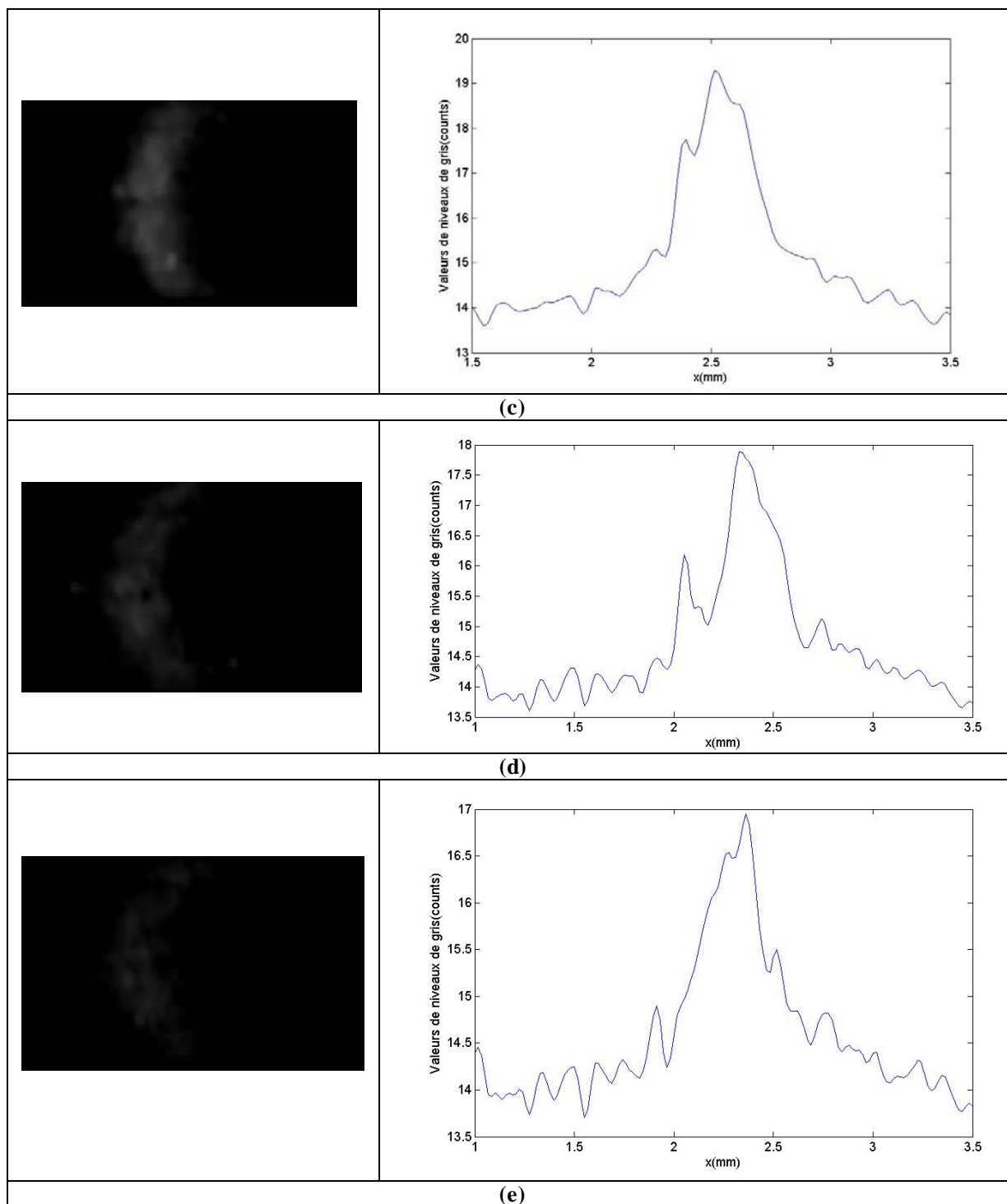


Figure 5.17 : Evolution d'une ligne de phosphorescence dans le temps (gauche) et du profil d'intensité correspondant (droite) : (a) $t = 550$ ns, (b) $t = 5000$ ns, (c) $t = 50000$ ns, (d) $t = 80000$ ns, (e) $t = 100000$ ns ; $p = 1$ bar.

A partir des images de phosphorescence (Figure 5.17-gauche) sont extraits des profils d'intensité le long d'une ligne axiale au centre du canal (Figure 5.17-droite). Une diminution attendue du niveau maximal du signal au cours du temps est observée dans les profils d'intensité. Avec un niveau de bruit (niveaux de gris minimal sur les courbes d'intensité) quasiment identique aux différents instants, cette diminution au cours du temps entraîne celle du rapport signal/bruit (Figure 5.18).

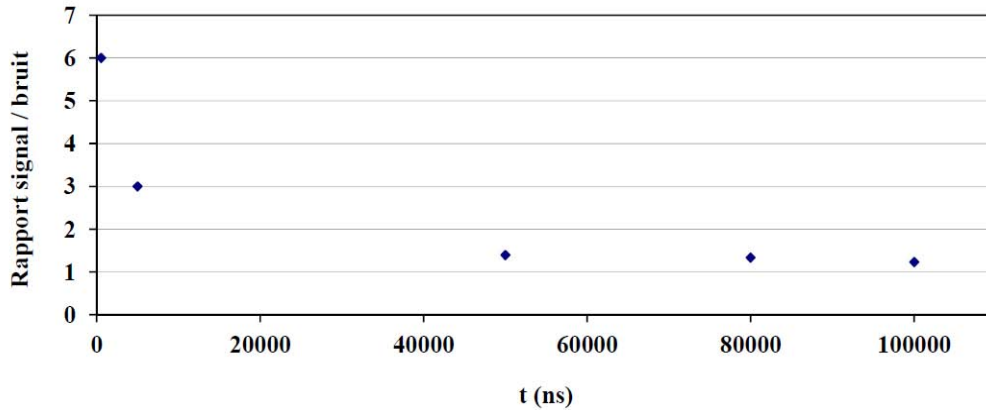


Figure 5.18 : Evolution du rapport signal/bruit d'un signal de phosphorescence au cours du temps

Sur la Figure 5.17, on observe également l'effet de la diffusion massique sur l'épaisseur de la ligne marquée qui augmente au cours du temps. Qualitativement, la demi-épaisseur w de la ligne marquée (demi-largeur du profil d'intensité relevé à mi-hauteur de la courbe comme illustré Figure 5.19, c'est-à-dire entre le niveau d'intensité du bruit de fond et celui du niveau maximal) devrait augmenter suivant l'équation rapportée par Lempert et al. (Lempert et al., 2002) :

$$w^2 = 4\Delta t D_m \ln(2) + w_0^2, \quad (5.7)$$

où Δt représente l'intervalle de temps entre la ligne initiale ($t = t_0$) et la ligne déformée ($t = t_1$), w_0 est la demi-épaisseur de la ligne marquée initiale et D_m est le coefficient de diffusion binaire du marqueur dans le gaz porteur. Pour un mélange acétone/argon à 303 K et à une pression de 1 bar, ce dernier est égal à $0,081 \text{ cm}^2/\text{s}$ (Kashirskaya et al., 2008).

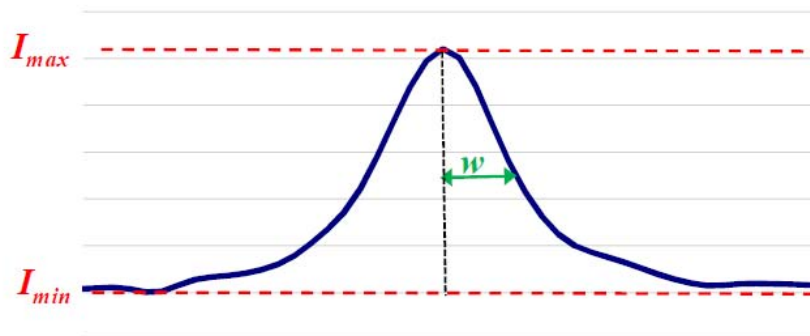


Figure 5.19 : Demi-épaisseur de la ligne marquée

Pour l'essai présenté sur la Figure 5.17, la demi-épaisseur w de la ligne marquée à $50 \mu\text{s}$ est 3 fois plus importante que celle de la même ligne à 550 ns . A $t = 100 \mu\text{s}$, l'équation (5.7) prévoit que cette demi-épaisseur soit 6 fois plus grande que celle de la ligne initiale (mesurée à $t = 550 \text{ ns}$). Ces calculs sont cependant délicats à vérifier au-delà de $50 \mu\text{s}$ pour différentes raisons :

- la dégradation du profil d'intensité obtenu et du rapprochement des niveaux de gris maximal et minimal sur une image,
- une deuxième diffusion due à la présence d'un gradient de vitesse dans l'écoulement.

5.4.2. Effet de la pression

Le coefficient de diffusion binaire D_m est inversement proportionnel à la pression p suivant l'expression donnée par Lempert et al. (Lempert et al., 2002) :

$$D_{m,AB} = 0,0018583 \left(\sqrt{T^3 \left(\frac{1}{M_A} + \frac{1}{M_B} \right)} / p \sigma_{AB}^2 \Omega_{m,AB} \right) \quad (5.8)$$

où M_A et M_B sont les masses molaires des espèces A et B, σ_{AB} la longueur de Lennard-Jones, et $\Omega_{m,AB} = KT / \varepsilon_{AB}$ où ε_{AB} est le paramètre de Lennard-Jones. Ces différents paramètres sont détaillés dans (Hirschfelder et al., 1964).

Ainsi, une diminution de la pression doit conduire à une augmentation du coefficient de D_m et par conséquent un élargissement de l'épaisseur de la ligne marquée, ce qu'on cherche à vérifier ci-dessous.

Sur la Figure 5.20 sont représentés les profils d'intensité relevés le long d'une ligne initiale ($t_0 = 200$ ns) et déformée ($t_1 = 5000$ ns) au centre du canal à des pressions de 54, 35 et 20 kPa.

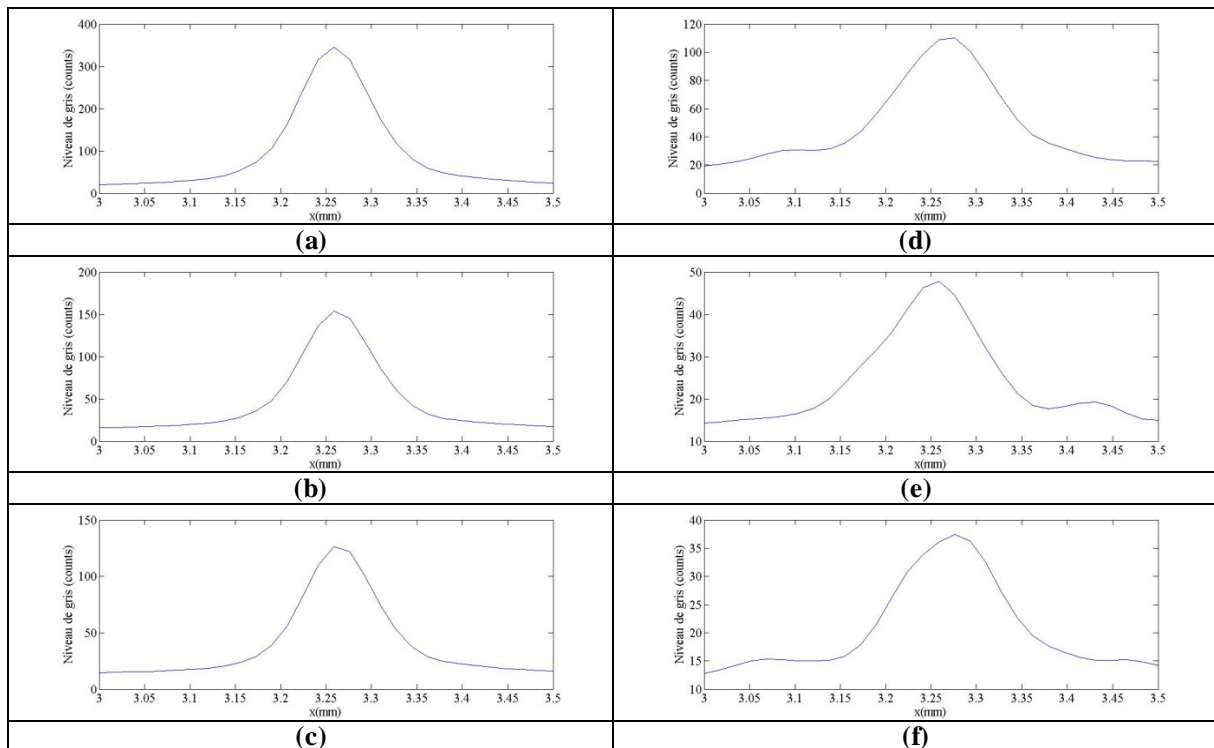


Figure 5.20 : Evolution de l'épaisseur d'une ligne marquée en fonction de la pression à deux instants différents : $t_0 = 200$ ns, (a) 54 kPa, (b) 35 kPa et (c) 20 kPa ; $t_1 = 5000$ ns, (d) 54 kPa, (e) 35 kPa et (f) 20 kPa

On observe entre les deux instants un élargissement de l'épaisseur de la ligne marquée qui augmente lorsque la pression diminue : cet élargissement est respectivement de 4, 6 et 9 % pour les pressions de 54, 35 et 20 kPa. De plus, si l'on observe cette épaisseur à un même instant à différentes pressions, on remarque l'effet de la diffusion massique qui augmente quand la pression diminue.

Pour les essais présentés en Figure 5.20, on représente la quantité $(w^2 - w_0^2)$ en fonction de l'inverse de la pression (Figure 5.21).

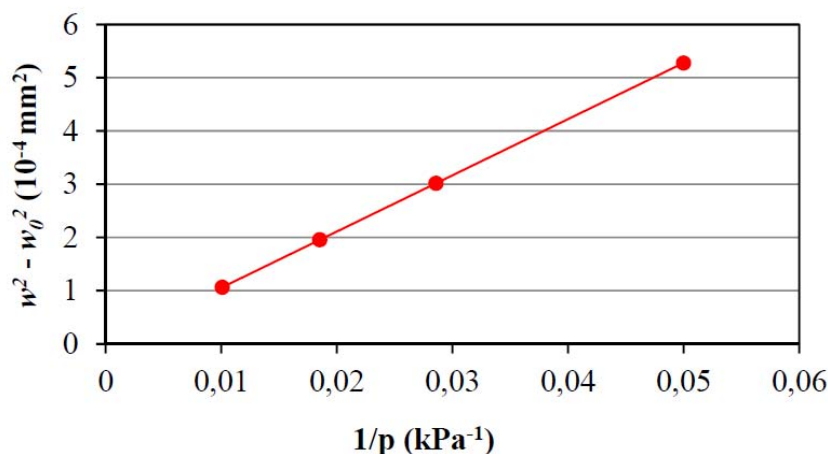


Figure 5.21 : Evolution de la quantité $(w^2 - w_0^2)$ en fonction de l'inverse de la pression

On observe que cette quantité est bien inversement proportionnelle à la pression : cette courbe expérimentale est parfaitement conforme à ce que prévoient les équations (5.7) et (5.8).

En dehors du centre du canal, le calcul de l'épaississement du trait initialement marqué devrait être affiné en tenant compte de la diffusion moléculaire qui a en réalité lieu dans les deux directions. Cette diffusion bi-directionnelle peut peut-être expliquer la sorte de glissement trouvée à la paroi alors que le régime est non raréfié, à partir d'une extraction du profil de déplacement qui suppose une diffusion uniquement axiale. Une réflexion approfondie sur une technique plus précise pour l'extraction des profils de vitesse est nécessaire à ce stade. Une simulation détaillée des effets de diffusion sur la déformation 2-D de la ligne marquée par le faisceau laser est indispensable avant d'effectuer et d'analyser des essais en conditions d'écoulement raréfié.

Conclusion et perspectives

Le banc expérimental dont nous avons présenté la conception dans le chapitre précédent est exploité dans ce chapitre pour les mesures de champs de vitesse dans les micro-écoulements gazeux. On a tout d'abord commencé par une étude du signal de phosphorescence suivie de la validation de la technique de MTV en réalisant des mesures à pression atmosphérique dans le canal de première génération en Suprasil®.

Ensuite, nous avons réalisé ces mêmes essais dans la deuxième génération de canal à pression atmosphérique, pour différents nombres de Reynolds. Le glissement fictif observé à la paroi dans ces résultats alors que le régime est non raréfié est ensuite discuté.

Puis, nous avons présenté une étude de l'influence de la pression sur le signal de phosphorescence. Les mesures réalisées à pression inférieure à la pression atmosphérique sont prometteuses elles montrent que le signal reste exploitable pour des pressions moyennes de l'ordre de 1 kPa. Ces résultats nous ont encouragé à faire des mesures préliminaires de profil de déplacement à des pressions moyennes de 30 et 50 kPa pour lesquelles on a obtenu un profil de déplacement parabolique, avec cependant un artefact au niveau des parois, comparable à celui observé à pression atmosphérique.

Cet aspect peut être dû à l'effet de la diffusion moléculaire, qui s'effectue dans les deux directions. Dans une première étude expérimentale, nous discutons de l'influence de la diffusion sur l'épaisseur de la ligne de molécules marquées en fonction de la pression et au cours du temps. Les résultats mesurés sont cohérents avec ce qu'on attend de la théorie.

Dans la confrontation entre profils de vitesses théoriques et expérimentaux, un paramètre de calage (le gradient local de pression) s'est avéré nécessaire. Dans une prochaine étape, il serait souhaitable de s'affranchir de ce calage, pour aboutir à une comparaison totalement quantitative pour laquelle un calcul d'incertitude précis pourrait alors être établi. Le gradient de pression pourrait être déterminé à l'aide d'une mesure de débit d'écoulement. Une deuxième possibilité consisterait à intégrer des capteurs de pression le long du canal. Mais cette option risque d'être délicate à réaliser techniquement de créer une perturbation locale de l'écoulement. Une autre solution consiste à faire des mesures à l'aide de capteurs de pression différentielle et de coupler ces mesures à une simulation numérique des effets d'entrée dans le canal.

Références

- Hirschfelder, J. O., C. F. Curtiss and R. B. Bird (1964). *Molecular theory of gases and liquids*. New York, John Wiley and Sons, Inc.
- Kashirskaya, O. A., V. A. Lotkhov and V. V. Dil'man (2008). The determination of Molecular Diffusion Coefficients by the Barometric Method. *Russian Journal of Physical Chemistry* **82**(7): 1225-1228.
- Lempert, W. R., N. Jiang, S. Sethuram and M. Samimy (2002). Molecular tagging velocimetry measurements in supersonic microjets. *AIAA Journal* **40**(6): 1065-1070.
- Lozano, A., B. Yip and R. K. Hanson (1992). Acetone: a tracer for concentration measurements in gaseous flows by planar laser-induced fluorescence. *Experiments in Fluids* **13**(6): 369-376.
- Morini, G. L. (2000). Analytical determination of the temperature distribution and Nusselt numbers in rectangular ducts with constant axial heat flux. *International Journal of Heat and Mass Transfer* **43**(5): 741-755.
- Spiga, M. and G. L. Morini (1996). Nusselt numbers in laminar flow for H₂ boundary conditions. *International Journal of Heat and Mass Transfer* **39**(6): 1165-1174.
- Tran, T. T. (2008). Acetone planar laser-induced fluorescence and phosphorescence for mixing studies of multiphase flows at high pressure and temperature *PhD thesis, Georgia Institute of Technology*.

Conclusion et perspectives

Notre travail de thèse a porté sur l'étude des micro-écoulements gazeux en milieux confinés. Nous nous sommes essentiellement intéressés au développement expérimental d'une technique de mesure de vitesse, la vélocimétrie par marquage moléculaire, apportant ainsi un nouvel outil de caractérisation des micro-écoulements gazeux par la mesure locale du champ de vitesse.

Dans le premier chapitre, nous avons présenté différentes applications possibles de la microfluidique gazeuse dans divers domaines d'activité. Ces microsystèmes gazeux fonctionnent pour la plupart dans un régime dit de glissement. Ce régime a fait l'objet de développements de modèles théoriques associés à des conditions aux limites souvent différentes d'un auteur à un autre.

Dans le deuxième chapitre, nous avons présenté une étude bibliographique des investigations théoriques menées en régime de glissement. Cette étude a mis en évidence le besoin urgent de mesures locales en micro-écoulements gazeux afin de pouvoir discuter de la précision et des limites d'applicabilité des différents modèles théoriques proposés dans la littérature. Sur le plan expérimental, nous avons exposé différentes méthodes d'analyse des écoulements gazeux dévolues à la mesure de température, de pression ou de concentration. Ces méthodes ont besoin d'être complétées par des mesures locales de champs de vitesse, qui ouvrent comme perspective finale la possibilité d'une mesure directe du glissement à la paroi. Ces mesures sont possibles par la technique de vélocimétrie par marquage moléculaire (MTV) sur laquelle porte ce travail de thèse.

Dans le troisième chapitre, nous avons expliqué les phénomènes de luminescence, le principe et les mécanismes photochimiques sur lesquels se base la MTV. Nous avons spécialement détaillé la MTV par suivi de phosphorescence, technique que nous avons développée dans ce travail et pour laquelle une première étude des propriétés de phosphorescence du traceur acétone a été effectuée.

Dans le quatrième chapitre, nous avons détaillé le banc expérimental que nous avons développé pour la vélocimétrie par marquage moléculaire. Le principe de ce banc est basé sur le suivi de la phosphorescence de molécules traceuses préalablement excitées. Nous avons ainsi présenté les différents éléments du banc, en expliquant les raisons du choix de chaque élément, des matériaux et de la géométrie du canal d'étude. Finalement, les techniques d'acquisition et de traitement des données ont été détaillées avec un intérêt particulier pour la technique d'intégration développée dans le cadre de ce travail de thèse.

Finalement, le cinquième chapitre a montré les résultats obtenus par la technique de MTV pour un écoulement d'argonensemencé par des molécules d'acétone en régime laminaire. Une étude de l'évolution du signal de phosphorescence dans le temps a démontré l'existence d'un palier de phosphorescence sur une durée approximative de 520 ns après le pulse laser. Ce signal décroît ensuite rapidement puis continue à émettre plus faiblement sur une durée de l'ordre de 100 μ s. L'étude du signal de luminescence a également montré que l'intensité de phosphorescence diminuait avec la pression mais qu'elle restait exploitable pour des pressions de 1 kPa. Ceci est très encourageant pour l'exploration d'écoulement en condition de basse pression, c'est-à-dire en régime raréfié. Nous avons par la suite validé la technique de MTV par la mesure de champs de vitesse dans un écoulement de Poiseuille à pression atmosphérique et à différents nombres de Reynolds. Enfin, le chapitre a été conclu par de premiers essais à des pressions de 30 et 50 kPa ainsi qu'une discussion sur l'effet de la diffusion massique sur l'élargissement du trait de la ligne marquée.

Le développement du banc d'essais et sa mise au point pour obtenir les premiers résultats exploitables a pris une majeure partie du temps de cette thèse et la phase d'exploitation du banc expérimental commence à peine, ce qui peut sembler quelque peu frustrant. En contrepartie, en termes de perspectives, nous avons le sentiment que ce travail préliminaire nécessaire a ouvert de nombreuses pistes de recherche prometteuses que nous souhaitons poursuivre dans les prochains mois. Les actions qui nous semblent les plus urgentes à mener sont les suivantes :

- compléter l'étude de l'influence de la pression sur la phosphorescence de l'acétone à des niveaux de basse pression en vue de converger vers le régime de glissement ;
- prendre en compte les effets de la diffusion dans l'extraction des profils de vitesse expérimentale, afin d'améliorer le traitement des données en proches paroi – une modélisation fine des phénomènes de diffusion va d'ailleurs faire l'objet d'une collaboration avec le professeur Aldo Frezzotti de Politecnico Milan ;
- ajouter au banc un système de mesure de débit qui permettra une confrontation directe entre mesure et calcul, sans nécessité d'utiliser le gradient de pression comme paramètre de calage ; développer un système permettant, de façon systématique, la mesure de la concentration d'acétone à l'entrée du canal, pour un meilleur contrôle des conditions d'ensemencement ;
- effectuer alors des mesures en régime d'écoulement glissant et mesurer le glissement à la paroi dans des configurations variées de raréfaction, de rugosité de paroi et de température et confronter ces mesures aux différents modèles de glissement proposés dans la littérature ;

- investiguer ensuite des configurations complexes d'écoulement 2-D (canaux courts ou avec courbure par exemple) qui nécessiteront de développer un système de traitement des données plus élaboré, peut-être basé sur un marquage plus complexe (selon un grille et non une simple ligne) ;
- étudier l'influence de la température sur la phosphorescence de l'acétone gazeux, et investiguer les possibilités d'exploitation du banc d'essais pour faire de la thermométrie par marquage moléculaire (MTT), en espérant à terme pouvoir analyser localement les transferts thermiques en micro-écoulement gazeux ;
- étudier le comportement lumineux (réémission phosphorescente) des molécules d'acétone quand elles ensemencent un autre gaz porteur (par exemple le diazote) avec pour objectif d'étudier des micro-écoulements de gaz plus complexes (molécules polyatomiques).

Liste des publications

Congrès Internationaux avec actes et comités de lecture

Samouda F., Colin S., Barrot C., Baldas L., and Brandner J.J., “Molecular tagging velocimetry for internal gas flows- From continuum to slightly rarefied regimes”, in *Proceedings of the 3rd European Conference on Microfluidics (μ Flu’12)*, Heidelberg, Germany.

Samouda F., Barrot C., Colin S., Baldas L., Laurien N., “Analysis of gaseous flows in minichannels by Molecular Tagging Velocimetry”, *ASME 2012, 10th International Conference on Nanochannels, Microchannels and Minichannels (ICNMM2012)*, Puerto Rico, USA.

Samouda F., Brandner J.J., Barrot C., Colin S., “Velocity field measurements in gas phase internal flows by Molecular Tagging Velocimetry”, in *Journal of Physics: Conference Series- Proceedings of 1st European Conference on Gas Micro Flows (GASMEMS 2012)*, Skiathos, Greece.

Samouda F., Colin S., Barrot C., “Molecular Tagging Velocimetry: experimental setup development”, in *Proceedings on CDROM of 3rd International GASMEMS Workshop (GASMEMS11)*, Bertinoro, Italy, pp. GASMEMS11-9:1-8, 2011.

Samouda F., Barrot C., Colin S., “Temperature influence on the hydrodynamics of gas flows in microchannels in the slip flow regime”, in *Proceeding on CDROM of 2nd European Conference on Microfluidics (μ Flu’10)*, Toulouse, France; S. Colin and G. L. Morini, Eds. SHF (Publisher), ISBN 978-2-906831-85-8, pp. μ FLU2010-88:1-7, 2010.

Samouda F., Colin S., Barrot C., “Molecular tagging velocimetry for gaseous microflows”, in *Proceedings on CDROM of 2nd International GASMEMS Workshop (GASMEMS10)*, Les Embiez, France, pp. GASMEMS2010-DY09:1-8, 2010.

Conférence Invitée dans un Congrès International avec comité de lecture

Samouda F., Colin S., Barrot C., Laurien N., Brandner J.J., “Towards Molecular Tagging Velocimetry in Rarefied Gas Flow Conditions”, *28th International Symposium on Rarefied Gas Dynamics (RGD 28)*, Zaragoza, Spain. Conférence présentée par S. Colin.

Conférence – poster

Samouda F., Colin S., Barrot C., “Gasmems network: example of collaboration and exchanges opportunities”, *Euroscience Open Forum (ESOF2010)*, Torino, Italy, July 2-7, 2010.

Carreras M. P., Li Y., Newport D., Samouda F., Colin S., Barrot C., and Baldas L., “Reinforcement and creation of collaboration networks to enhance joint research”, presented at *Euroscience Open Forum (ESOF2010)*, Torino, Italy, July 2-7, 2010.

Samouda F., Colin S., Barrot C., “Molecular tagging velocimetry: experimental setup development”, in *Proceedings on CDROM of 3rd International GASMEMS Workshop (GASMEMS11)*, Bertinoro, Italy, pp. GASMEMS11-9:1-8, 2011. Prix de la meilleure communication affichée.

Samouda F., Colin S., Barrot C., “Molecular tagging velocimetry for gaseous microflows”, in *Proceedings on CDROM of 2nd International GASMEMS Workshop (GASMEMS10)*, Les Embiez, France, pp. GASMEMS2010-DY09:1-8, 2010.

Annexe 1

Fiches techniques du banc MTV

Les caractéristiques techniques du laser *Quantel Twins Brilliant* utilisé dans le banc expérimental pour la MTV sont présentées Tableau 1.

Energie	2 x 50 mJ à 266 nm
Fréquence	10 Hz
Sécurité	Laser classe 4
Stabilité de l'énergie	$\pm 5 \%$ (tir à tir)
Stabilité du pointé	$< 50 \mu\text{rad}$
Durée du pulse	4 ns
Diamètre du faisceau	6 mm
Divergence du faisceau	$< 0,5 \text{ mrad}$
Jitter	$\pm 0,5 \text{ ns}$
Température de fonctionnement	18 à 28 °C
M^2	3,5 à 4
Puissance moyenne du laser	500 mW

Tableau 1 : Caractéristiques techniques du laser *Quantel Twins Brilliant* [Quantel]

Celles de la caméra Imager Intense sont présentées en Tableau 2.

Type	Imager Intense
Plage d'ouverture	De 500 ns à 1000 s
Taille du capteur	1376 x 1040 pixels
Taille d'un pixel	6,45 x 6,45 μm
Gamme spectrale	290 – 1100 nm

Température du CCD	-12 °C
Taux de lecture	16 MHz
Taux de trame (<i>frame rate</i>)	10 trames/s
Obturateur électronique	jusqu'à 500 ns
Binning	1-8 (h) x 1-32 (v)
Efficacité quantique	65 % à 500 nm

Tableau 2 : Caractéristiques techniques de la caméra *Imager Intense* [LaVision]

Les caractéristiques techniques de l'intensificateur également utilisé dans le banc MTV sont présentées en Tableau 3.

Gamme spectrale	190 - 900 nm
Ouverture de porte	100 ns à 80 ms
Diamètre	25 mm
Photocathode	S20
Phosphore	P46

Tableau 3 : Caractéristiques techniques de l'intensificateur [LaVision]

Finalement, les caractéristiques techniques de l'unité de synchronisation (PTU) sont présentées en Tableau 4.

Résolution	10 ns
Jitter (entre les différentes sorties)	< 1 ns

Tableau 4 : Caractéristiques techniques du PTU [LaVision]

Annexe 2

Propriétés des matériaux

Des propriétés du Suprasil® sont présentées Tableau 1.

Fluorescence	Non
Résistance aux radiations	Excellente résistance aux faisceaux UV à énergie élevée
Bulles et inclusions	Bulle de section efficace < 0,03 mm ² /100 cm ³
Diamètre maximum des bulles	≤0,15 mm

Tableau 1 : Propriétés du Suprasil® [Optik-c]

Le spectre de transmission du Suprasil® est présenté Figure 1.

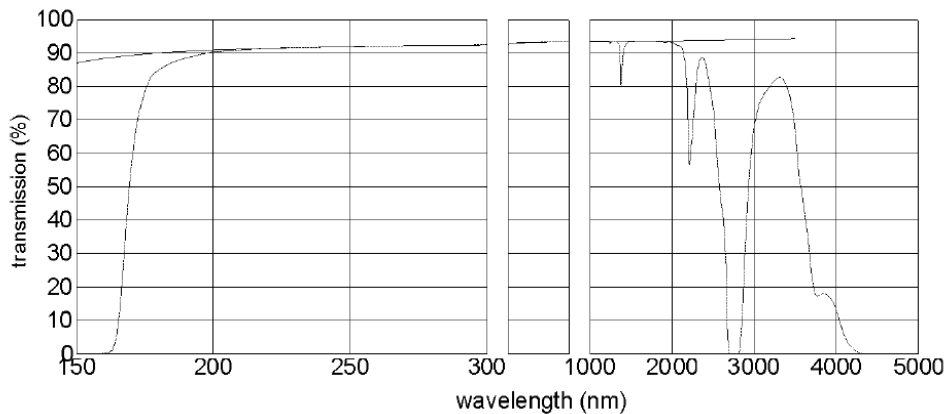


Figure 1: Spectre de transmission du Suprasil® [Optik-c]

Le spectre de transmission des différents types de quartz proposés par la société Heraeus est présenté Figure 2.

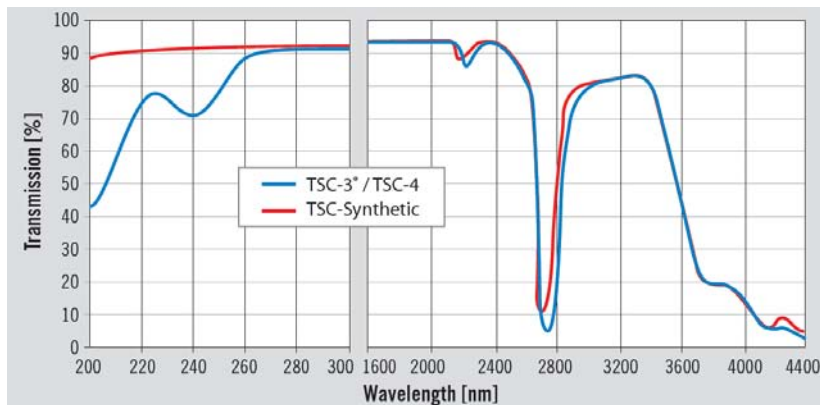


Figure 2 : Spectre de transmission du TSC sur un échantillon de 10 mm d'épaisseur [Heraeus]

Une liste détaillée des fournisseurs de quartz et de silice fondue identifiés est présentée Tableau 2.

Silice fondue		
Type	Fournisseur	Contact
Suprasil®	Optik-C	Christophe LORENTZ (France) T : 03 86 83 00 48 Email : optik-c@wanadoo.fr
Suprasil®, Herosil®, Infrasil®, Homosil®	Heraeus [www.heraeus.com]	Sandrine GAUTHIER (France) T : 04 76 67 52 20 Email : sgauthier@wanadoo.fr
JGS®	Day Optics	Chine
Spectrosil®	Saint Gobain [www.quartz.saint-gobain.com]	Localisation : France T : 01 64 45 45 00 Email : quartz.sales.fr@saint-gobain.com
Lithosil®	Schott [www.schott.com]	Florian RESCH T : +49 51 87 /771-382 Email : florian.resch@schott.com
Silice fondue (nr)	Esco Products [www.escoproducts.com]	Localisation : USA Email : sales@escoproducts.com
Silice fondue (nr)	UQG [www.uqgoptics.com]	Email : info@uqgoptics.com
Silice fondue	Edmund Optics	Nish HAYLEIGH Email : HaileighN@edmundoptics.co.uk
Silice fondue (nr)	Micronit [www.micronit.com]	Wouter BOLT T : +31 53 850 6 896 Email : wouter.bolt@micronit.com
Quartz fondu		
TSC®	Heraeus, Optik-C	Sandrine GAUTHIER et Christophe LORENTZ (précédemment introduits)
Quartz fondu (nr)	Esco Products	Précédemment introduit
Quartz fondu (nr)	Tempotec	
Quartz (nr)	Icoflex [www.icoflex.com]	Dominique SOLIGNAC (Suisse) T : +41 21 693 74 98 Email : d.solignac@icoflex.com
Quartz fondu (nr)	Prisme méca [www.prisme-meca.com]	José RODRIGUEZ (France) T : 04 76 55 88 99 Email : jose.prisme4@orange.fr
Quartz fondu (nr)	Alphanov [www.alphanov.com]	John LOPEZ T : 05 40 00 64 10 Email : info@alphanov.com
Quartz fondu (nr)	Gemma Quartz et Crystal [www.gemma-quartz.com/fr]	Daniel PICCHEDDA T : 04 50 67 99 50 Email : d.picchedda@gemma.fr
Quartz fondu (nr)	ALC Quartz	Email : alc.quartz@wanadoo.fr

Tableau 2 : Fournisseurs de quartz et de silice fondue identifiés sur le marché
(nr) : non renseigné

Les caractéristiques du saphir, testé pour les essais de fluorescence, sont présentées en Tableau 3.

Composition	Al ₂ O ₃
Pureté	99,998%
Densité	3,98
Chaleur spécifique	750 J/kg K à 300 K
Conductivité thermique	40 W/m K à 300 K
Dureté	9 Mohs
Module d'Young	4,4 10 ⁵ MPa à 300 K
Module de rupture	400 MPa à 300 K
Constante de Poisson	0,3
Transmission	Excellente en visible, jusqu'à 85 % en infrarouge et jusqu'à 60 % en ultraviolet

Tableau 3 : Propriétés du saphir [RSA Le rubis]

Les propriétés générales du PEEK sont présentées Tableau 4.

Couleur	Gris ou marron opaque
Densité	1,31 g/cm ³
Résistance à la traction	16000 psi
Elongation à la rupture	20 %
Dureté	M100
Coefficient d'expansion thermique	2,6 x 10 ⁻⁵ /°F
Température maximale de service	200 °C
Conductivité thermique	0,25 W/m K

Tableau 4 : Propriétés du PEEK [Broedeker]

Les propriétés générales du verre Borofloat® intégré dans le canal en PEEK sont présentées Tableau 5.

Couleur	Transparent
Transmission	De 300 à 5000 nm avec un palier de 90 % de transmission pour $\lambda < 2800$ nm
Fluorescence	Très faible
Température maximale de service	500 °C
Densité (25 C°)	2,2 g/cm ³
Module d'Young	64 kN/mm ²
Dureté de Knoop	480
Coefficient d'expansion thermique	3,25 x 10 ⁻⁶ K ⁻¹
Chaleur massique	0,83 kJ kg K ⁻¹
Conductivité thermique	1,2 W (m K ⁻¹)
Indice de réfraction	1,47

Tableau 5 : Propriétés du verre Borofloat® [Schott]

Les propriétés physiques du Kalrez®, matériau utilisé dans les joints d'étanchéité, sont présentées en Tableau 6.

Température maximale de service (°C)	327
Température minimale de service (°C)	-20
Résistance à l'acétone	Excellente
Dureté, <i>Shore A</i>	75
Traction à la rupture (MPa)	17,9
Allongement à la rupture (%)	160

Tableau 6 : Propriétés du Kalrez® [DuPont]

Titre : Développement de la technique de Vélocimétrie par Marquage Moléculaire pour l'étude expérimentale des micro-écoulements gazeux.

Résumé : Ce travail de thèse porte sur le développement de la technique de Vélocimétrie par Marquage Moléculaire (Molecular Tagging Velocimetry - MTV) pour l'analyse expérimentale des micro-écoulements gazeux internes. Les micro-écoulements gazeux sont des écoulements raréfiés, caractérisés par un nombre de Knudsen non négligeable. L'analyse de la littérature montre un besoin crucial de données expérimentales de grandeurs locales relatives aux micro-écoulements gazeux. Ces données permettraient une discussion pertinente de la précision et des limites d'applicabilité des différents modèles théoriques proposés dans la littérature pour l'étude du régime de glissement, régime raréfié le plus souvent rencontré en microfluidique gazeuse. Dans cette optique, un banc d'essais expérimental a été développé pour la mesure de champs de vitesses par MTV. La technique consiste à suivre des molécules traceuses d'acétone introduites dans le gaz en écoulement et qui deviennent phosphorescentes lorsqu'elles sont excitées par une source lumineuse UV. Les différents compromis pris en compte pour le développement de ce banc (choix du traceur et du matériau, conception du canal instrumenté,...), ainsi que les techniques d'acquisition et de traitement de signal sont détaillés dans le manuscrit. L'analyse expérimentale commence par une étude du signal de phosphorescence de l'acétone. Ensuite, la technique de vélocimétrie par marquage moléculaire est validée par la mesure de champs de vitesses dans des écoulements laminaires confinés en régime non raréfié. Les résultats obtenus sont comparés à des profils de vitesse théoriques d'un écoulement de Poiseuille à pression atmosphérique. Enfin, les premiers résultats obtenus à basse pression sont présentés et commentés. La détection du signal à un niveau de pression de 1kPa est encourageante et offre de nombreuses perspectives pour l'exploration d'écoulements en régime raréfié.

Mots clés : Microfluidique, micro-écoulements gazeux, vélocimétrie par marquage moléculaire (MTV), analyse expérimentale, écoulement raréfié, nombre de Knudsen.

Title: Development of Molecular Tagging Velocimetry technique for experimental study of gaseous microflows.

Abstract: This thesis focuses on the development of Molecular Tagging Velocimetry (MTV) technique for the experimental analysis of internal microflows of gases. Gaseous microflows are rarefied flows characterized by a non-negligible Knudsen number. A literature review highlights a crucial need of experimental data on velocity fields within gaseous microflows. These data are required for a relevant discussion on the validity and limits of applicability of the different boundary conditions proposed in the slip flow, which is a regime often encountered in gaseous microsystems. An experimental setup has been designed for analyzing by MTV the velocity distribution in microchannels. The technique consists in detecting the displacement of acetone molecules, introduced as tracers in a gas flow; these molecules exhibit phosphorescence once excited by a UV light source. The various compromises taken into account for the setup design (choice of tracer, laser, channel material and design, camera and intensifier...), as well as the acquisition and processing techniques are detailed in the manuscript. The experimental analysis starts with a study of the acetone phosphorescence signal. Then, the MTV technique is validated by velocity field measurements in internal laminar flows through a rectangular minichannel in non-rarefied regime. The obtained results are successfully compared to the theoretical velocity profile of a Poiseuille flow. Finally, preliminary results obtained at lower pressures are presented and commented. The signal detection at a pressure level as low as 1 kPa is encouraging and draws various perspectives for the exploration of rarefied regimes.

Key words: Microfluidics, gaseous microflows, molecular tagging velocimetry (MTV), experimental analysis, rarefied flow, slip flow, Knudsen number.
