



HAL
open science

ETUDE EXPERIMENTALE ET NUMERIQUE DE MICROECOULEMENTS LIQUIDES DANS LES MICROSYSTEMES FLUIDIQUES

Marc Anduze

► **To cite this version:**

Marc Anduze. ETUDE EXPERIMENTALE ET NUMERIQUE DE MICROECOULEMENTS LIQUIDES DANS LES MICROSYSTEMES FLUIDIQUES. Sciences de l'ingénieur [physics]. L'Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse, 2000. Français. NNT : . tel-01275398

HAL Id: tel-01275398

<https://theses.hal.science/tel-01275398>

Submitted on 19 Feb 2016

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THESE

Présentée devant

L'Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'I.N.S.A.T
spécialité - Génie Mécanique -

par

Marc ANDUZE

ETUDE EXPERIMENTALE ET NUMERIQUE DE MICROCOULEMENTS LIQUIDES DANS LES MICROSYSTEMES FLUIDIQUES

Soutenue le 23 février 2000

Composition du Jury :

Jean-Jacques BARRAU

Robert CAEN

Stéphane COLIN

Daniel ESTEVE

Michel FAVRE-MARINET

Christian FONADE

Olivier LEBAIGUE

Alain TEXIER

Professeur, Examineur

Professeur, Examineur

Maître de Conférences, Directeur de Thèse

Directeur de Recherche, Examineur

Professeur, Rapporteur

Professeur, Examineur

Docteur, Ingénieur au CEA, Examineur

Professeur, Rapporteur

Les travaux de recherche présentés dans ce mémoire ont été réalisés au Laboratoire de Génie Mécanique de Toulouse, dans l'équipe Modélisation Et Commandes des Automatismes à Fluides, sous la direction de Stéphane COLIN. Les différentes études expérimentales n'auraient pu arriver à terme sans une collaboration efficace avec plusieurs laboratoires :

- Les différents échantillons gravés sur support silicium ont été élaborés (gravure et bonding) et mesurés au L.A.A.S. (Henri CAMON, Monique DILHAN, Josiane TASSELLI),
- Les mesures expérimentales de viscosité ont été effectuées à L'I.M.F.T. (Michel SENDELIN),
- Les essais de mesure au profilomètre laser des dimensions des microcanaux ont été réalisés au L.E.S.I.R (Isabelle DUFOUR),
- Le perçage par ultrasons du Pyrex a été effectué au C.E.M.E.S.

Enfin, nos travaux ont été en partie financés par les projets MICROMED II et MICRODIODES du Programme Microsystèmes du CNRS.

Je ne saurais dire qui, durant ces quatre années passées au Laboratoire de Génie Mécanique, ne m'a pas apporté, un jour ou l'autre, une aide, un conseil, un soutien... C'est pourquoi j'exprime ma profonde gratitude à l'ensemble de ses membres ainsi qu'à l'ensemble du personnel du Département de Génie Mécanique de l'INSAT. Cependant, je tiens à remercier plus particulièrement Robert CAEN pour m'avoir chaleureusement accueilli dans son équipe de recherche ainsi que Stéphane COLIN qui a accepté la direction scientifique de cette thèse.

Mes remerciements s'adressent aussi à Alain TEXIER et Michel FAVRE-MARINET qui m'ont fait l'honneur d'examiner et de rapporter sur ce mémoire. Leurs remarques et conseils ont été particulièrement fructueux. Je remercie également Daniel ESTEVE d'avoir accepté de présider le jury ainsi que Jean Jacques BARRAU, Christian FONADE et Olivier LEBAIGUE d'avoir siégé à ce jury.

Je n'oublie pas Henri CAMON, Monique DILHAN et Josiane TASSELLI, sans lesquels je n'aurais pu avoir les échantillons pour mes études ainsi que Didier BARNAGAUD qui m'a apporté une aide conséquente et précieuse pour la réalisation des bancs d'essais.

Enfin, j'associe à ces remerciements "la petite famille MECAF" : Caubert, Gbalint, Jcmaré, Lbaldas, Plalonde, Sorieux et Silla avec qui j'ai eu énormément plaisir à travailler...

... à Cathy

Cette étude concerne l'analyse expérimentale d'écoulements liquides dans les microsystèmes fluidiques, ainsi que l'optimisation de certains de ces microsystèmes. La partie principale de notre travail a consisté à concevoir, réaliser et exploiter un banc d'essais spécifique. Ce banc a notamment été utilisé pour l'étude d'une micropompe à usage médical (projet *Micromed II* du CNRS).

Le premier chapitre présente les principaux microdispositifs fluidiques couramment utilisés, ainsi que leurs différents procédés d'élaboration, basés sur l'attaque du silicium. L'influence de la miniaturisation sur les écoulements de fluides est ensuite présentée et on met en évidence des problèmes de cohérence entre les différents résultats expérimentaux présents dans la littérature.

Le deuxième chapitre est consacré à l'analyse préalable et la conception du banc d'essais. Celui-ci peut mesurer des débits dans la plage 10^{-7} à 10^{-13} m³ s⁻¹, pour des pressions amont ou aval allant de 1,5 kPa à 0,35 MPa et des températures comprises entre 288 K et 318 K. Les procédures expérimentales, ainsi que la précision des mesures, ont été qualifiées à partir de mesures d'écoulements permanents de type Hagen-Poiseuille dans des microcanaux de section circulaire.

Le troisième chapitre présente une analyse comparative du nombre de Poiseuille théorique et expérimental pour des écoulements dans des microcanaux de sections triangulaires et trapézoïdales et de diamètres hydrauliques compris entre 3 et 15 μm. Une dépendance du nombre de Poiseuille en fonction du nombre de Reynolds est mise en évidence puis discutée.

Le quatrième chapitre expose le projet *Micromed II* et la micropompe attachée à cette étude. Une analyse expérimentale de ses microclapets a mis en évidence une fragilité importante et un manque certain de fiabilité. Une solution alternative est alors proposée. Il s'agit d'utiliser des microdiodes, éléments sans partie mobile. Une analyse numérique, confrontée à l'expérience, permet d'amorcer une optimisation géométrique en comparant les performances à celles d'autres microdiodes présentées dans la littérature. Ce travail en cours s'inscrit dans un contrat avec le CNRS, intitulé *Microdiodes*.

En annexe, on présente un générateur de signaux pneumatiques, que nous avons initialement mis au point pour permettre l'étude expérimentale de micro-écoulements gazeux pulsés dans des microcanaux. Ce travail est issu d'une collaboration avec une autre thèse soutenue dans l'équipe. Ce générateur est actuellement en cours d'adaptation sur le banc d'essai pour écoulements liquides présenté au chapitre II, dans le but de pouvoir y tester des microsystèmes fluidiques fonctionnant en régime pulsé.

Pour terminer, on dégage en conclusion les perspectives et développements futurs de notre travail, dans le contexte en constante évolution de la microfluidique et de ses applications.

Chapitre I - LES MICROSYSTEMES

1.1- Définition d'un microsysteme	1
1.2- Les techniques de gravure	4
1.2.1- La microphotolithographie	5
1.2.2- Gravure par voie chimique	7
1.2.3- Gravure par voie sèche	9
1.2.4- Scellement des substrats	10
1.3- Les microsystemes fluidiques	12
1.3.1- Les microvalves	12
1.3.2- Les micropompes	16
1.4- Les différents systemes de mesure de microdebit liquide	21
1.4.1- Position du probleme	21
1.4.2- Les microdispositifs	22
1.4.3- Les dispositifs macroscopiques	26
1.5- Influence de la miniaturisation sur les ecoulements de fluides	29
1.5.1- Ecoulements gazeux	30
1.5.2- Ecoulements liquides	32

Chapitre II - BANC DE MESURE DE MICRODEBITS LIQUIDES

2.1- Présentation	39
2.2- Bancs de mesure existants	40
2.3- Description du banc experimental	41
2.3.1- Moyens de mesures de pression	45
2.3.2- Moyens de mesures du debit	46
2.3.3- Régulation en température	54
2.4- Traitement du signal	66
2.5- Validation	70
2.5.1- Etanchéité	70

2.5.2- Influence de la température sur les mesures	71
2.5.3- Influence de la pression le volume des pipettes	75
2.5.4- Tests de validation	76
2.5.5- Incertitudes de mesure	80
2.6- Conclusion	83

Chapitre III - ECOULEMENTS PERMANENTS DE LIQUIDES

DANS LES MICROCANAUX GRAVES SUR SILICIUM

3.1- Ecoulement de Poiseuille	86
3.1.1- Microcanaux de section circulaire	87
3.1.2- Microcanaux de section non-circulaire	89
3.2- Présentation des échantillons testés	95
3.2.1- Fabrication des échantillons	95
3.2.2- Caractéristique des microcanaux	96
3.2.3- Montage d'essais	100
3.3- Exploitation des résultats	101
3.3.1- Premiers résultats	101
3.3.2- Mesure des dimensions au MEB	104
3.3.3- Comparaison des différents résultats	106
3.4- Conclusion	111

Chapitre IV - PROJETS CNRS : MICROMED II ET MICRODIODES

4.1- Présentation du projet MICROMED II	113
4.1.1- Système global	114
4.1.2- La micropompe	115
4.2- Etude expérimentale des microclapets	116
4.2.1- Procédure de fabrication	117
4.2.2- Analyse expérimentale	118
4.2.3- Conclusion de l'étude	125
4.3- Les microdiodes fluidiques	126
4.3.1- Fonctionnement d'une microdiode	126

4.3.2- Micropompes à diodes fluidiques	127
4.3.3 - Microdiode fluide Vortex	131
4.3.4- Simulation numérique	137
4.4- Conclusion	157
<i>CONCLUSION GENERALE</i>	160
<i>Annexe - REALISATION D'UN GENERATEUR PNEUMATIQUE BASSES FREQUENCES POUR L'ETUDE D'ECOULEMENTS GAZEUX PULSES EN MICROCANAU</i>	163
<i>BIBLIOGRAPHIE</i>	174

CHAPITRE I

LES MICROSYSTEMES

Ce chapitre est un chapitre d'introduction à notre travail de thèse. Après en avoir rapidement défini le cadre (la microfluidique), on consacre quelque temps à l'analyse des techniques de gravure pour la réalisation de microsystèmes à fluide sur support silicium. Une connaissance minimum de ces techniques est en effet indispensable, car elles sont responsables de certaines particularités des écoulements rencontrés dans les microsystèmes. Un panel des principaux types de microsystèmes utilisant des fluides est ensuite présenté. Il permettra de mieux situer les études appliquées que nous avons réalisées et qui sont détaillées dans le chapitre IV. Se pose alors le problème de la mesure expérimentale des grandeurs relatives à ces écoulements très confinés. On s'intéresse principalement aux dispositifs actuels de mesure de microdébits, puisqu'une partie importante de notre travail y est consacrée (banc d'essai présenté dans le chapitre II). Enfin, on termine ce chapitre par une analyse bibliographique des particularités des écoulements rencontrés. On évoque le cas des microécoulements gazeux, puis on détaille davantage celui des microécoulements liquides, notre propre contribution à leur étude étant par la suite exposée dans le chapitre III.

1.1- Définition d'un microsystème

Un microsystème est un système composé de divers éléments interagissant entre eux et remplissant des fonctions complémentaires. L'ensemble ainsi constitué doit avoir des dimensions caractéristiques extérieures de l'ordre du millimètre, ce qui implique que certains éléments le composant soient de taille micrométrique. Ces éléments ont pour fonction (Fig. 1.1-1) :

- la perception de l'environnement extérieur : mesure de grandeurs physiques ou chimiques (microcapteurs de pression, microaccéléromètres, microcapteurs de température, microdébitmètres),
- le traitement du signal : analyse des données puis prise de décision (puces logiques),
- le transfert des informations aux différents organes internes (circuits électriques, optiques ou fluidiques, liaisons mécaniques),
- la réaction sur l'environnement (microactionneurs).

Pour que le microsystème soit totalement autonome, il doit aussi comporter une source d'énergie, adaptée en puissance et en dimensions (piles, microgénérateurs...).

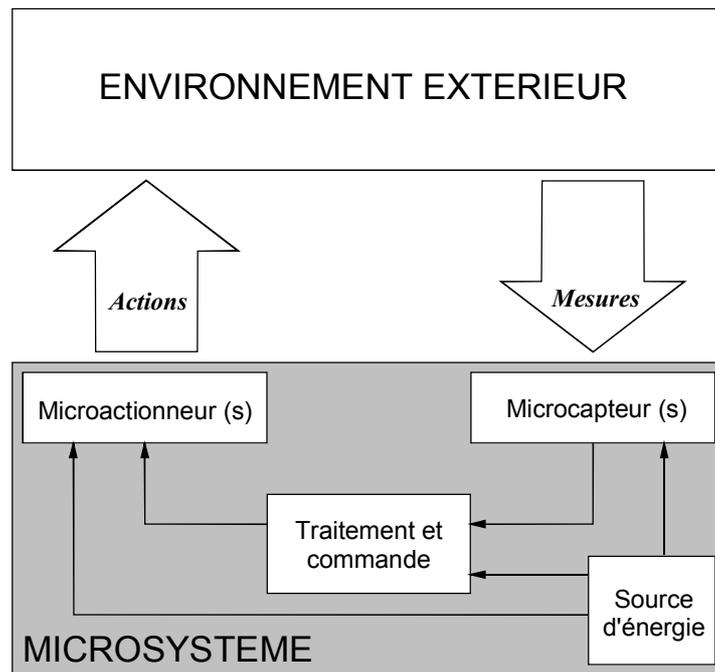


Fig. 1.1-1 : Principaux organes d'un microsystème

Les microsystèmes fluidiques sont des microdispositifs utilisant ou véhiculant des fluides liquides, gazeux, mono ou polyphasiques. Ils connaissent un essor considérable depuis ces dernières années car ils permettent l'accès à de nouvelles applications où la miniaturisation des systèmes est primordiale ; c'est le cas notamment des dispositifs biomédicaux implantables dans le corps humain et des μ TAS (Micro Total Analyzing Systems) qui prélèvent et analysent chimiquement de petites quantités de fluide. De plus, grâce aux techniques de gravures sur support silicium, développées dans les années 80 pour la microélectronique, les coûts de production sont considérablement diminués par rapport à des procédés classiques. En effet, l'aspect collectif de ces techniques permet la réalisation simultanée d'un grand nombre de microsystèmes identiques, sur le même support silicium. Ce facteur est déterminant dans les applications industrielles nécessitant une fabrication en grandes séries. Ainsi, nous rencontrons aujourd'hui dans le secteur automobile des capteurs de pression pour l'injection dans les moteurs, ainsi que des capteurs de crevaisson. Dans un autre domaine grand public, les injecteurs d'encre pour têtes d'imprimantes se sont considérablement développés. Les microsystèmes fluidiques sont aussi utilisés dans le domaine aéronautique. Les caractéristiques du silicium permettent la réalisation d'organes mécaniques fiables pour une taille réduite et donc un faible poids (capteurs silicium pour les mesures d'altitude et le contrôle des commandes hydrauliques, systèmes de mesures locales de

turbulence ou de cisaillement, actionneurs pour la modification des écoulements le long d'une aile d'avion).

De nombreux laboratoires de recherche travaillent dans le monde sur les microsystèmes et notamment sur les microsystèmes à fluides. Les plus importants se situent au Japon, en Europe et aux USA, où divers programmes de Recherche et Développement sont subventionnés par le secteur industriel. Sur le plan Européen, le projet NEXUS (Network of EXcellence on mUltifunctional microSystems) a débuté en 1992, financé par le programme ESPRIT de la Commission Européenne ; il regroupe plus de deux cents partenaires industriels et centres de recherche. En 1993, le projet BARMINT (Basic Research of Microsystem INTegration) a été lancé dans le cadre des recherches de base financées par la Commission des Communautés Européennes. Il s'insérait dans le cadre du programme ESPRIT du IV Programme Cadre de Recherche et Développement (IV PCRD). Il regroupait le L.A.A.S.¹, le C.N.M.², le N.M.R.C.³, l'I.N.P.G.⁴ dont T.I.M.A.⁵, T.I.M.C.⁶, T.H.D.⁷, l'U.K.A.⁸, L'U.B.⁹, la T.U.L.¹⁰ et enfin T.U.B.¹¹. Son objectif était de contribuer à la définition des méthodes, des outils informatiques et des techniques génériques nécessaires à l'intégration d'un microsystème. Les propositions devaient être validées par la réalisation d'un démonstrateur commun à toutes les équipes. Une micropompe volumétrique sur support silicium a joué ce rôle (fig. 1.1-2).

¹ Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes (Toulouse).

² Centre National de Microelectronica (Barcelone).

³ National Microelectronics Research Center (Cork).

⁴ Institut National Polytechnique de Grenoble.

⁵ Techniques de l'Informatique, de la Microélectronique pour l'Architecture (Grenoble).

⁶ Techniques pour l'Ingénierie, de la Modélisation et de la Cognition (Grenoble).

⁷ Technische Hochschule Darmstadt.

⁸ Universität Karlsruhe.

⁹ Universitat Barcelona.

¹⁰ Technical University of Lodz.

¹¹ Technical University of Budapest.

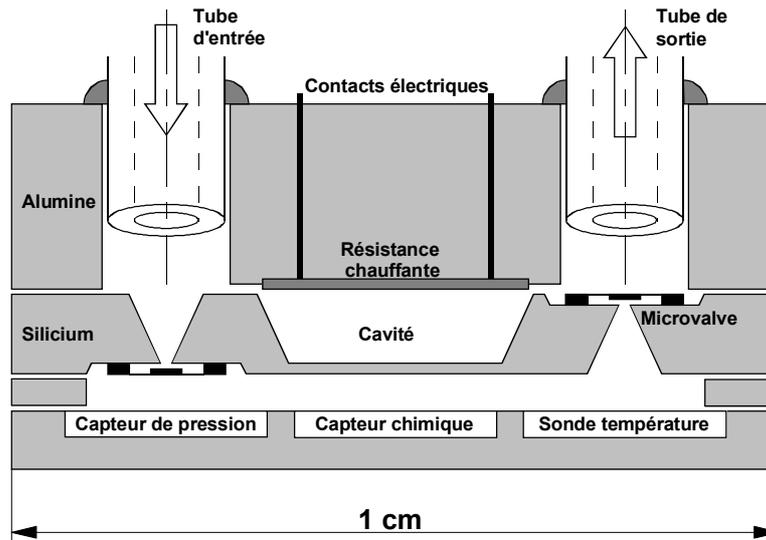


Fig. 1.1-2 : Démonstrateur BARMINT
Sbiaa (1997)

Au niveau français, en 1997, le C.N.R.S. a développé un Programme Interdisciplinaire de Recherche intitulé Microsystèmes. Ce programme comporte deux axes : la recherche de base pour les microsystèmes et la réalisation de démonstrateurs. Dans ce second axe apparaît le Projet MICROMED II, impliquant le L.A.A.S., T.I.M.C., l'I.E.F.¹², l'I.X.L.¹³, le L.E.S.I.R.¹⁴ et le L.G.M.T.¹⁵. Ce projet doit aboutir à la réalisation d'un microsystème implantable, destiné à la mesure et au contrôle ambulatoire de la pression artérielle chez l'homme. Ce microsystème comporte un capteur de pression, une micropompe pour l'administration du médicament, des réservoirs de stockage et une cellule logique de traitement des informations. Le L.G.M.T. est plus particulièrement chargé de la caractérisation théorique et expérimentale des écoulements générés par ce microsystème.

1.2- Les techniques de gravure

Le silicium monocristallin s'est largement imposé comme matériau de base des microsystèmes. En effet, ses caractéristiques mécaniques sont excellentes (charge à rupture : 7 GPa, dureté : 850 daN mm⁻²), permettant la réalisation de fonctions mécaniques fiables (membranes, poutres en flexion). Les techniques de gravure, issues de la microélectronique,

¹² Institut d'Electronique Fondamentale (Orsay).

¹³ Laboratoire d'Etudes de l'Intégration des Composants et des Systèmes Electroniques (Bordeaux).

¹⁴ Laboratoire d'Electricité, Signaux et Robotique (Cachan).

¹⁵ Laboratoire de Génie Mécanique de Toulouse.

permettent son usinage et l'obtention de structures de quelques microns en 2D ou 3D. L'apport de différents dérivés de silicium (nitrure, silice, polysilicium ...) permet la réalisation de structures complexes par enlèvement sélectif ou encore par électrodéposition. De plus, les éléments réalisés en silicium peuvent être associés ou interfacés avantageusement avec des circuits électroniques (selon les mêmes procédés d'élaboration), ce qui permet d'augmenter la compacité de l'ensemble, tout en réduisant les pertes inductives et capacitives ainsi que les bruits parasites dus à des connexions extérieures.

Nous trouvons les descriptions de beaucoup de procédés d'élaboration dans la littérature. Ameel *et al.* (1997) décrivent et comparent les principaux d'entre eux, utilisés pour la réalisation de microsystèmes fluidiques : le micro-usinage conventionnel, le micro-usinage par électrodéposition (LIGA), la gravure de volume et de surface sur silicium, les techniques de gravure plasma. Chacun de ces procédés possédant des spécifications différentes, le choix se fait en fonction des dimensions et des matériaux utilisés ainsi que des états de surface désirés.

L'ensemble des travaux présentés dans ce mémoire porte sur des microdispositifs réalisés par gravures sur silicium. Nous nous limiterons dans ce chapitre à la présentation de ces différentes techniques. Nous voulons apporter une connaissance de base sur ces procédés d'élaboration, afin de pouvoir estimer les limites d'utilisations propres à chaque technique de gravure.

1.2.1- La microphotolithographie

Ce procédé, commun à plusieurs techniques de gravure de volume ou de surface, permet de reproduire un motif désiré sur la surface d'un wafer (disque de silicium monocristallin) pour définir la zone délimitant la gravure. Ce motif est d'abord déposé, sous forme d'une fine couche de chrome, sur une plaque de silicium qui constitue le masque.

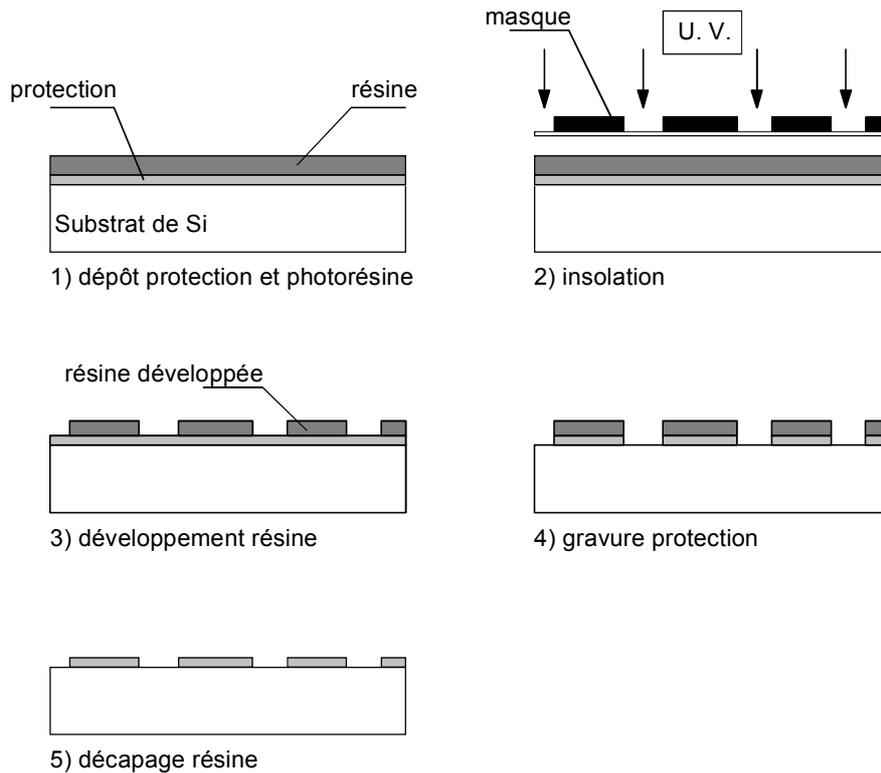


Fig. 1.2-1 : Principe de la microphotolithographie
Danel et Camon (1994)

La première étape (fig. 1.2-1) consiste à protéger l'intégralité de la surface du wafer. Une couche protectrice d'oxyde de silicium (SiO_2), de nitrure de silicium (Si_3N_4) ou de métal est donc créée, par dépôt ou par oxydation. Une résine photosensible est ensuite déposée par centrifugation sur la couche protectrice (1). L'épaisseur de celle-ci est typiquement de un à deux microns. Le masque est alors placé sur la surface recouverte de résine et l'ensemble est soumis à un rayonnement ultraviolet (2). Le dépôt métallique sur le masque étant totalement opaque, seule la résine en vis-à-vis des parties transparentes du masque est modifiée. L'opération suivante consiste à dissoudre les zones exposées en plongeant le substrat de silicium dans un bain révélateur (trichloréthylène). Suivant le type de résine (positive ou négative) il ne reste alors que le motif reproduit par la résine ou son motif complémentaire (3). Plongé dans un bain d'attaque (acide fluorhydrique), la couche protectrice est ensuite éliminée aux endroits où la résine a disparu (4). Ce bain dissout l'oxyde, mais est sans effet sur le silicium et sur le reste de résine lors du bref temps d'attaque. La dernière étape avant gravure consiste à supprimer la résine dans un bain d'acide nitrique. Il reste alors le motif décrit par la couche d'oxyde (5).

La diffraction de la lumière Ultra Violet (longueur d'onde : 360 à 410 nm) par le masque limite la résolution (largeur du trait minimal qui peut être reproduit) à environ 1 μ m. Cependant, différentes techniques alternatives permettent des résolutions supérieures : microphotolithographie à plus courte longueur d'onde (Deep U.V.), par jets d'électrons...

1.2.2- Gravure par voie chimique

La gravure par attaque chimique est la technique la plus répandue. Elle est obtenue en plongeant un substrat de silicium dans des bains chimiques après la phase de photolithographie. La vitesse d'attaque est fonction de la concentration des différents composants, de l'agitation et de la température du bain (Sbiaa (1997)). Les produits d'attaque du silicium sont nombreux :

- EDP : éthylène diamine pyrocathécol ;
- KOH : mélange de potasse et d'eau ;
- HNA : acide fluorhydrique (HF) et acide nitrique (HNO₃) dilués dans de l'acide acétique (CH₃COOH)...

L'attaque peut être isotrope ou anisotrope suivant les produits utilisés. Les agents isotropes attaquent le silicium cristallin avec une cinétique sensiblement identique dans toutes les directions, formant ainsi des cavités aux contours arrondis (Fig. 1.2-2). La gravure est plus ou moins importante en fonction de l'agitation du bain.

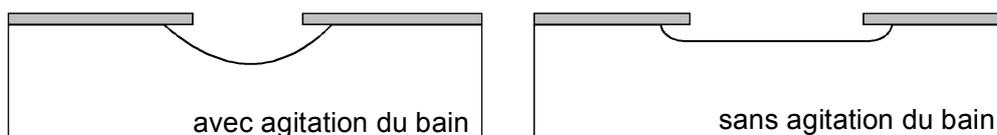


Fig. 1.2-2 : gravure isotrope

Les agents anisotropes ont des directions d'attaques préférentielles liées au réseau cristallin. En effet, la structure cristallographique du silicium est de type cubique à faces centrées. Le plan cristallin principal $\langle 111 \rangle$ a la plus grande densité atomique, ce qui le caractérise par une cinétique d'attaque plus faible par rapport aux deux autres plans $\langle 110 \rangle$ et $\langle 100 \rangle$ (Fig. 1.2-3).

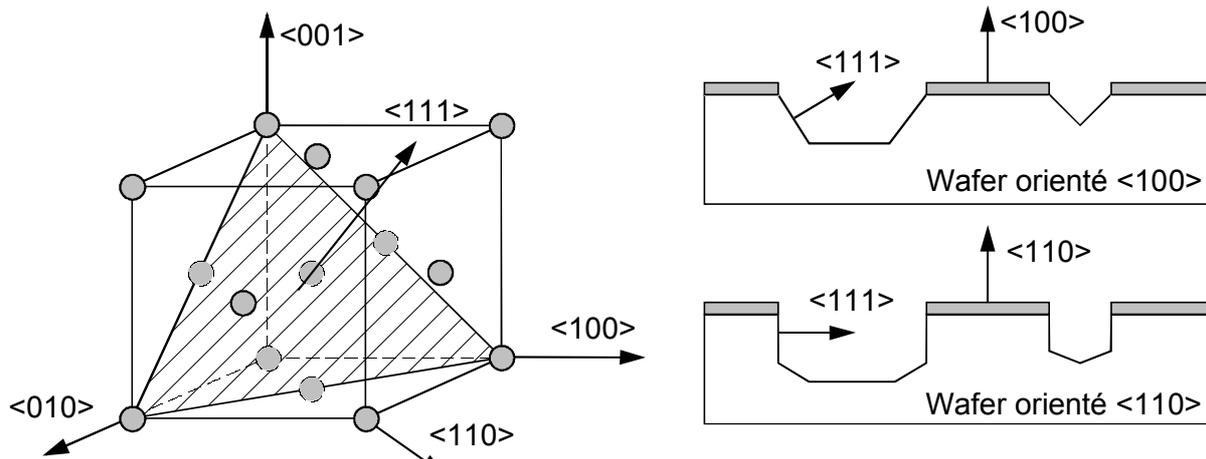


Fig. 1.2-3 : Gravure anisotrope

Ainsi, quelle que soit l'orientation du wafer de silicium, le motif de gravure s'appuie sur les plans $\langle 111 \rangle$. Les sections gravées peuvent alors être triangulaires ou trapézoïdales (suivant un angle d'attaque de $54,7^\circ$) pour un wafer orienté $\langle 100 \rangle$; elles sont à flancs verticaux pour des wafers $\langle 110 \rangle$. Cependant, les défauts de positionnement ou d'orientation du silicium peuvent perturber considérablement les géométries (problèmes de surgravures). Les motifs complexes sont aussi difficilement réalisables. En effet, pour tout type de géométrie du masque, l'attaque anisotrope conduit, si les temps de gravure sont trop importants, à une surgravure pyramidale à base rectangulaire définie par les plans $\langle 111 \rangle$ (fig. 1.2-4). Il faut alors avoir recours à des motifs de compensation qui prennent en compte les inerties de gravure (Danel et Camon (1994)).

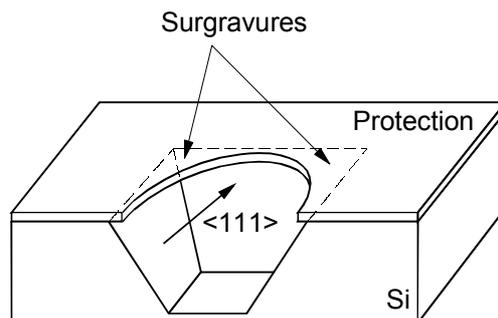


Fig. 1.2-4 : Problèmes de surgravures liés à la structure du silicium

Le contrôle de la profondeur gravée se fait en chronométrant le temps de gravure chimique. Le tableau suivant (Val (1996)) compare les vitesses d'attaque du silicium dans les principales directions et pour diverses températures, aux vitesses d'attaque de la couche protectrice (SiO_2), l'agent d'attaque étant ici la potasse (KOH) :

Température (°C)	$V (\mu\text{m min}^{-1}) <100>$	$V (\mu\text{m min}^{-1}) <110>$	$V (\mu\text{m min}^{-1}) \text{SiO}_2$
55	0,26	0,5	$5 \cdot 10^{-4}$
70	0,67	1,3	$2 \cdot 10^{-3}$
85	1,53	3,2	$7 \cdot 10^{-3}$

1.2.3- Gravure par voie sèche

Si la gravure humide permet l'usinage de volume du silicium (sur plusieurs dizaines, voire centaines de microns de profondeur), cette technique est fortement dépendante de la structure du silicium, rendant impossible la réalisation de certaines géométries. Les techniques utilisées en gravure sèche (laser, plasma) attaquent verticalement le silicium, permettant la création de motifs courbes. Cependant la profondeur de gravure n'excède pas quelques microns (on parle d'usinage de surface) pour les procédés classiques, ce qui limite fortement leur champ d'application. La technique la plus répandue est la gravure par plasma. Le plasma utilisé est un gaz ionisé possédant sensiblement le même nombre de particules chargées positivement et négativement. La gravure est effectuée dans une chambre à vide à l'aide d'un bombardement d'ions qui arrachent des atomes de silicium sur les parties non protégées du wafer, la protection ayant été réalisée au préalable par microphotolithographie (fig. 1.2-5).

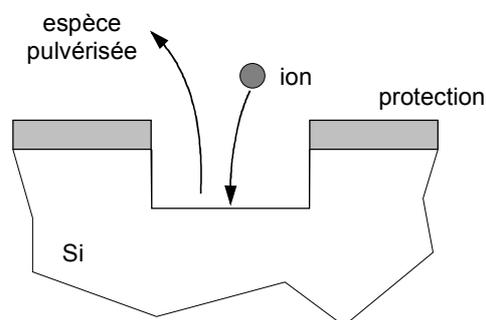


Fig. 1.2-5 : Principe de gravure plasma d'après Cantier (1998)

L'effet purement mécanique d'arrachement atomique n'engendre pas des vitesses de gravure importantes. Pour les augmenter, l'utilisation d'ions réactifs est nécessaire. C'est alors une gravure ionique réactive ou R.I.E. (Reactive Ion Etching). Le plasma peut être créé simplement entre deux électrodes ou encore par excitation micro-ondes. Cette dernière méthode est plus intéressante car elle permet d'augmenter considérablement la densité des ions réactifs et ainsi la vitesse de gravure. Les récentes techniques d'usinage à plasma, telles que la D.R.I.E. (Deep Reactive Ion Etching) ou encore l'A.D.R.I.E (ADvanced Reactive Ion Etching), permettent aujourd'hui d'augmenter les vitesses de gravure, de l'ordre de 6 μm par minute (Clerc *et al.* (1998)). Des géométries complexes peuvent alors être gravées à des profondeurs dépassant les 300 μm (figure 1.2-6).

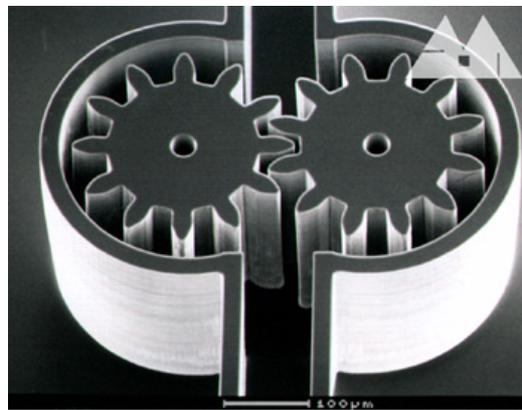


Fig. 1.2-6 : Micropompe à engrenage usinée par DRIE - AMMI (Advanced MicroMachines for Industrie) - www.memslink.com

La physique des plasmas reste cependant extrêmement délicate à maîtriser. Les règles de gravure dépendent ainsi de nombreux paramètres : composition des gaz, configuration du réacteur, matériaux utilisés...

1.2.4- Scellement des substrats

Dans la majorité des cas, les microsystèmes se composent d'un empilement de couches de silicium gravées, associées à des couches de matériaux tels que l'alumine ou encore le Pyrex, dont le rôle est d'assurer la rigidité de l'ensemble.

L'assemblage silicium-silicium est obtenu par collage atomique (*bonding*). Deux surfaces parfaitement polies sont mises en contact ; l'ensemble est ensuite porté à haute température (fig. 1.2-7). Le scellement anodique quant à lui est utilisé pour le bonding du silicium avec le

Pyrex (Münzel (1994)). Il est nécessaire de chauffer à 400 °C puis d'appliquer une forte tension entre les deux plaques (fig. 1.2-8).

Ces procédés permettent un assemblage totalement étanche, ce qui est indispensable pour les microdispositifs fluidiques. Certains dispositifs peuvent ainsi supporter des pressions de plusieurs dizaines de bar.

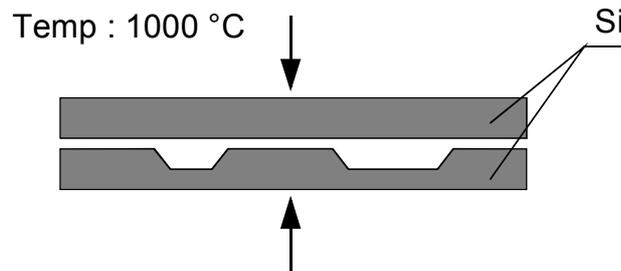


Fig. 1.2-7 : Scellement silicium/silicium
Münzel (1994)

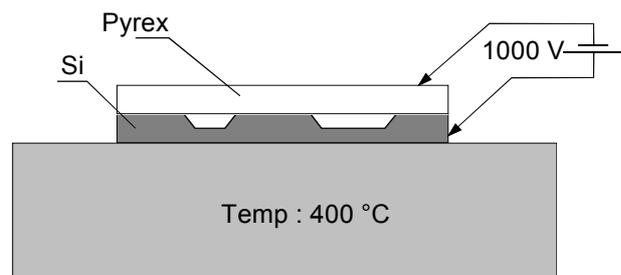


Fig. 1.2-8 : Scellement silicium/Pyrex
Münzel (1994)

1.3- Les microsystèmes fluidiques

De tous les microsystèmes existant actuellement, les micropompes et les microvalves sont de loin les plus présentes dans la littérature. En effet, leurs fonctions sont indispensables dans beaucoup d'applications microfluidiques puisqu'elles permettent de véhiculer les fluides et d'en contrôler le débit. Gravensen *et al.* (1993) ou encore Shoji et Esashi (1994) ont présenté une synthèse des différents dispositifs connus et de leurs principes de fonctionnement. Nous présentons dans ce paragraphe une liste non exhaustive mais représentative de l'état de l'art sur ces deux types de microdispositifs. L'objectif est simplement de montrer la diversité des microsystèmes à fluides qu'on peut être amené à concevoir ou à tester.

1.3.1- Les microvalves

Les microvalves sont dérivées des valves classiques utilisées à l'échelle macroscopique. Elles permettent l'ouverture ou la fermeture d'un orifice, commandant ainsi le passage du fluide. Elles peuvent être de type passif ou actif, normalement ouvertes ou fermées.

Dans le cas où elles sont passives (Van Lintel *et al.* (1988), Esashi *et al.* (1989), Tirén *et al.* (1989), Shoji *et al.* (1992), Rapp *et al.* (1994), Ulrich et Zengerle (1996), Yang *et al.* (1996), Koch *et al.* (1997) fig. 1.3-1, , Wang *et al.* (1998)), elles sont commandées directement par une différence de pression et laissent s'écouler le fluide dans un seul sens (fonction clapet antiretour). Elles ne nécessitent donc pas d'apport extérieur d'énergie, contrairement aux valves actives.

Dans ce second cas, elles peuvent être commandées par des actionneurs de type :

- *piezoélectrique* (Esashi *et al.* (1989) fig. 1.3-2) ;
- *magnétique* (Smith *et al.* (1990) fig. 1.3-3, Bosch *et al.* (1993), Yanagisawa *et al.* (1994), Adkins et Wong (1998)) ;
- *électrostatique* (Ohnstein *et al.* (1990) fig. 1.3-4, Wroblewski (1998)) ;
- *pneumatique* (Schomburg *et al.* (1994, 1998) fig. 1.3-5) ;
- *thermo-pneumatique* (Zdeblick et Angel (1987), Goll *et al.* (1996) fig. 1.3-6) ;
- *thermo-électrique* (Jerman (1990) fig. 1.3-7, Trah *et al.* (1993), Fahrenberg *et al.* (1995)).

Nous détaillons ci-dessous quelques exemples illustrant ces différents modes de fonctionnement.

La différence de pression commande ici directement la flexion de la poutre. Ainsi, lorsqu'elle fléchit, l'écoulement a lieu. Cette microvalve est de type normalement fermée. De conception simple, elle peut être adaptée en forme et en dimensions pour couvrir différentes plages de débit.

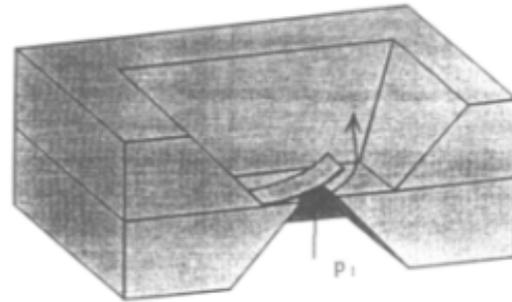


Fig. 1.3-1 : *Microvalve passive*
Koch et al. (1997)

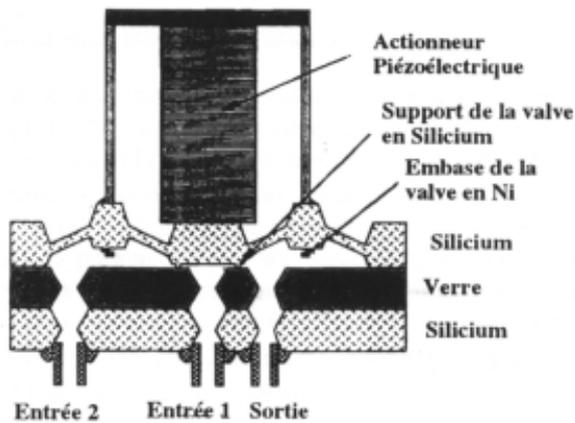


Fig. 1.3-2 : *Microvalve piézoélectrique*
Esashi et al. (1989)

Un champ magnétique, généré par un électroaimant extérieur, commande l'obturateur polysilicium/métal de cette microvalve. Ainsi, en fonction du sens du champ magnétique, l'obturateur ferme l'orifice inférieur ou supérieur. Il est aussi possible, en utilisant deux champs magnétiques, de maintenir l'obturateur en position centrale, permettant au fluide de sortir des deux cotés. Cependant cette configuration est assez instable.

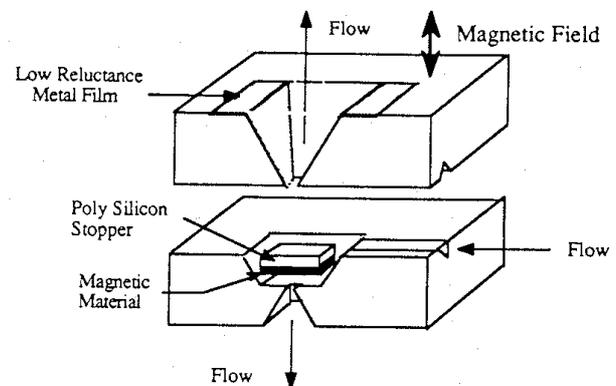


Fig. 1.3-3 : *Microvalve magnétique*
Smith et al. (1990)

L'obturateur de cette microvalve est une lame flexible à l'intérieur de laquelle a été insérée une première électrode, la seconde électrode se situant dans le corps de l'ensemble. On peut alors créer une force électrostatique entre celles-ci, pour commander la flexion de la lame et obturer ou non l'orifice d'entrée.

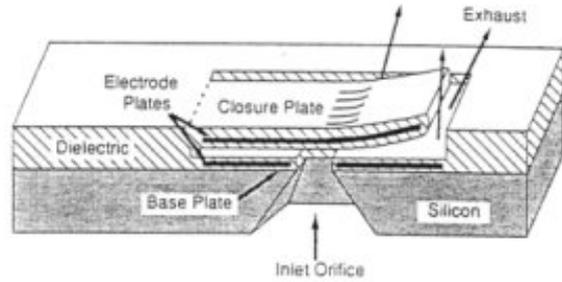


Fig. 1.3-4 : Microvalve électrostatique
Ohnstein *et al.* (1990)

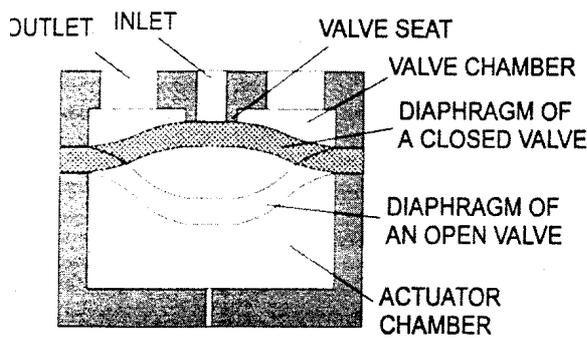


Fig. 1.3-5 : Microvalve pneumatique
Schomburg *et al.* (1998)

Le principe de fonctionnement est similaire à celui de la microvalve pneumatique précédente. L'impulsion de pression est ici générée à l'aide d'une résistance chauffante.

La plupart des microvalves actives nécessitent d'être alimentés en permanence pour rester dans leur état d'ouverture ou de fermeture. Schomburg *et al.* (1998) ont développé une microvalve pneumatique, qui ne nécessite de l'énergie que pendant le changement d'état. Une impulsion de pression permet de faire passer une membrane précontrainte d'un état d'équilibre à l'autre.

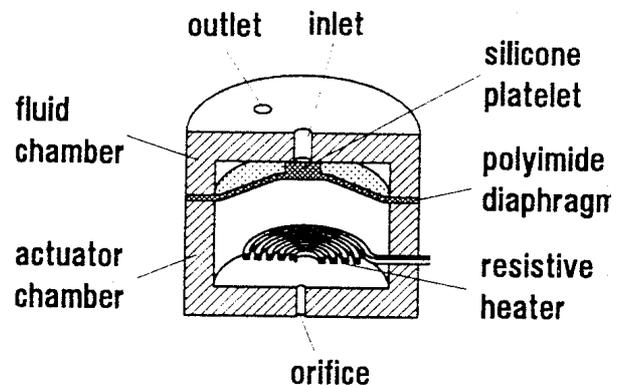


Fig. 1.3-6 : Microvalve électropneumatique
Goll *et al.* (1998)

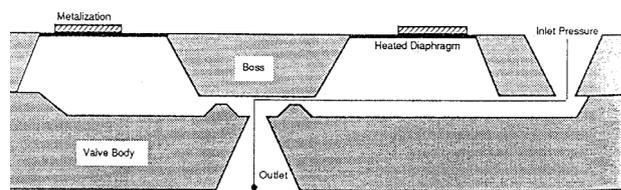


Fig. 1.3-7 Microvalve thermo-électrique
Jerman *et al.* (1990)

Cette valve utilise une membrane de silicium sur laquelle sont placées des résistances chauffantes. En chauffant, les résistances déforment la membrane, il en résulte un déplacement de l'obturateur

Le tableau suivant présente les caractéristiques de quelques-unes des microvalves citées ci-dessus :

Références	Dimensions Caractéristiques (μm)	Pressions Utilisées (mbar)	Débits ($\mu\text{l min}^{-1}$)	Débits de fuite ($\mu\text{l min}^{-1}$)	Fluide Utilisé	Actionnement
Esashi <i>et al.</i> (1989)	4 branches 200×500	1000	300	5	eau déionisée	Valve passive
Esashi <i>et al.</i> (1989)	50×50	750	85000	100	azote	Piézoélectrique
Ohnstein <i>et al.</i> (1990)	350×390	750 150	650 000 150 000	100	gaz	Electrostatique
Jerman <i>et al.</i> (1990)	Diamètre 2500	1400	70000	45	air	Thermoélectrique 2000 mW
Shoji <i>et al.</i> (1992)	70×70	100	5360	0,26	eau	Valve passive
Bosh <i>et al.</i> (1993)	31×31	2000	36000		air	Electromagnétique et Electrostatique
Trah <i>et al.</i> (1993)	14500×8500 ×1430	4000	150 000 75 000		eau	Thermoélectrique ⇐ sans actionneur ⇐ avec actionneur
Rapp <i>et al.</i> (1994)	Diamètre 1500	230	3000	24	eau	Valve passive
Zengerle <i>et al.</i> (1994)		100	6500		liquide	Electrostatique
Yang <i>et al.</i> (1996)	1580×600	40	1600	50	eau	Bivalve passive

Références (suite)	Dimensions Caractéristiques (μm)	Pressions Utilisées (mbars)	Débits ($\mu\text{l min}^{-1}$)	Débits de fuite ($\mu\text{l min}^{-1}$)	Fluide Utilisé	Actionnement
Goll <i>et al.</i> (1996)	Diamètre 5000	300	15000	0,06	azote	Thermo-pneumatique
Ulrich <i>et al.</i> (1996)	1700×1000×15	200	15000		liquide	Valve passive
Koch <i>et al.</i> (1997)	1000×1000 700×700 500×500	13 - 77 13 - 67 41 - 73	1100 420 90	1	eau	Valve passive
Wang <i>et al.</i> (1998)	200×700	1000	20000		liquide	Valve Passive

1.3.2- Les micropompes

Le nombre croissant d'applications faisant intervenir la mise en circulation d'infimes quantités de fluide a nécessité le développement d'un nombre important de micropompes. Les techniques actuelles permettent de miniaturiser des pompes déjà existantes, telles que les pompes à engrenage (fig. 1.3-9), ou de concevoir des micropompes spécifiques faisant intervenir des caractéristiques de fluides particuliers. C'est le cas pour les micropompes électro-hydrodynamiques (fig. 1.3-10) ou encore pour les micropompes magnéto-hydrodynamiques (Jang et Lee (1998)). Le principe de la plupart des micropompes est cependant basé sur le fonctionnement d'une pompe mécanique volumétrique (fig. 1.3-8). Dans ce cas, un actionneur crée une variation de volume dans une chambre connectée à deux valves. Celles-ci fonctionnent en opposition et permettent, pour un cycle de fonctionnement, la création d'un débit et d'une surpression en sortie de la pompe.

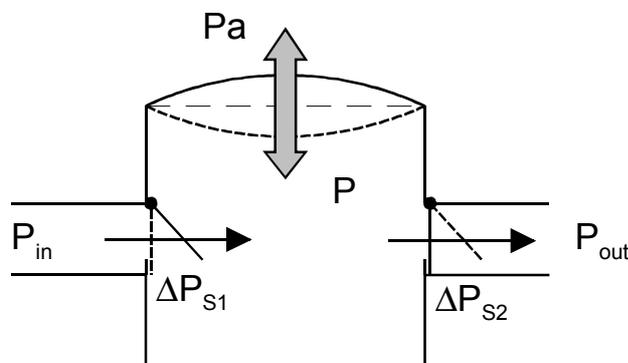


Fig. 1.3-8 : Principe de fonctionnement d'une pompe volumétrique

Les différences entre toutes ces micropompes se situent essentiellement au niveau de l'actionneur. Comme pour les microvalves, nous retrouvons des actionneurs :

- *piezoélectriques* (Van Lintel *et al.* (1988) fig. 1.3-11, Esashi *et al.* (1989), Shoji *et al.* (1990), Gass *et al.* (1993,1994), Stemme et Stemme (1993), Carroza *et al.* (1995), Forster *et al.* (1995), Gerlach et Wurmus (1995), Gerlach *et al.* (1995), Olsson *et al.* (1995,1997), Stehr *et al.*(1996), Ederer *et al.* (1997), Koch *et al.* (1997,1998), Nguyen *et al.* (1998), Richter *et al.* (1998) ;
- *électrostatiques* (Zengerle *et al.* (1995, fig. 1.3-12), Bourouina *et al.* (1997), Français *et al.* (1997,1998), Nguyen *et al.* (1998), Richter *et al.* (1998), Voigt *et al.* (1998);
- *pneumatiques* (Rapp *et al.* (1994), fig. 1.3-13) ;
- *thermo-pneumatiques* (Van de Pol *et al.* (1989,1990), Schomburg *et al.* (1994), fig. 1.3-14), Acero *et al.* (1997).

Comme dans le cas d'un système homologue macroscopique, le fluide est véhiculé entre les dents de deux pignons en rotation. En contrôlant leur vitesse, il est possible d'obtenir des débits précis. Cette micropompe est particulièrement adaptée pour des fluides fortement visqueux (Döpfer *et al.* (1997)).

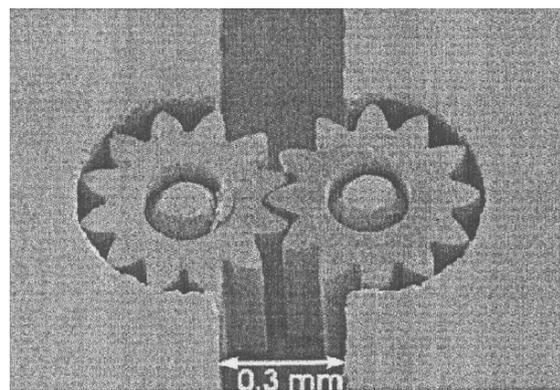


Fig. 1.3-9 : Micropompe à engrenages
Döpfer *et al.* (1997)

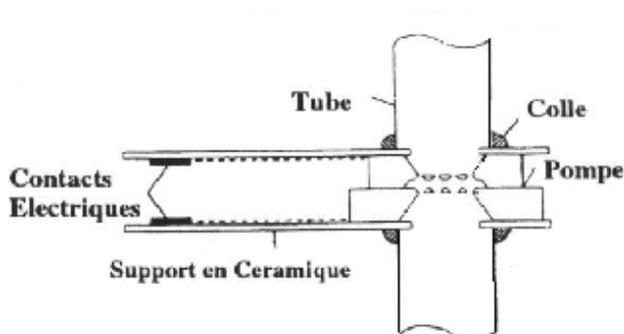


Fig. 1.3-10 : Micropompe électro-hydrodynamique
Richter *et al.* (1991)

Les micropompes électrohydrodynamiques (Richter *et al.* (1991), Ahn et Kim (1998)) présentent l'avantage de ne pas comporter de parties mobiles. En effet, la mise en mouvement du fluide se fait par l'intermédiaire de forces électriques (forces de Coulomb), générées entre deux grilles ou électrodes et agissant sur des fluides polarisés (alcools, acétone, eau distillée).

L'actionneur piézo-électrique ci-contre se compose d'une membrane de faible épaisseur sur laquelle sont collés un ou plusieurs disques de céramiques piézo-électriques. Il en résulte un élément bimorphe qui fléchit lorsqu'une tension est appliquée aux bornes des disques piézo-électriques. La variation de volume est ainsi générée.

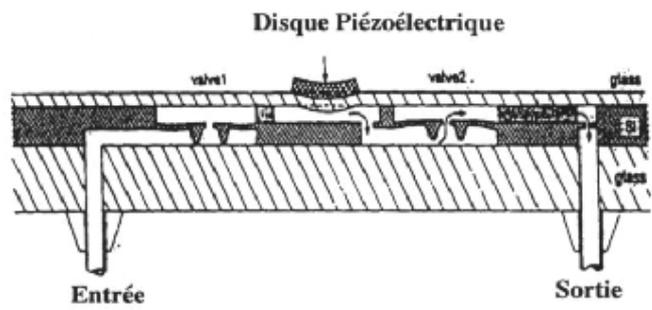


Fig. 1.3-11 : *Micropompe piézoélectrique*
Van Lintel et al. (1988)

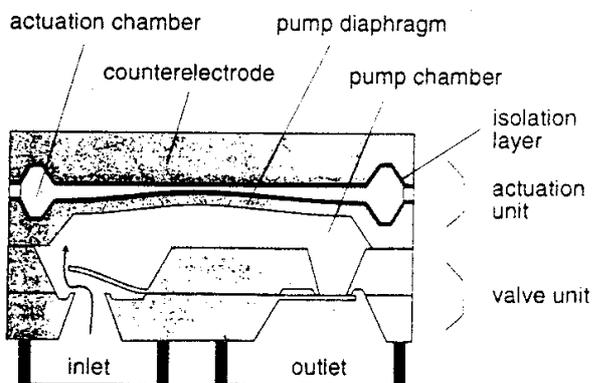


Fig. 1.3-12 : *Micropompe électrostatique*
Zengerle et al. (1995)

L'actionneur de cette micropompe pneumatique est un générateur de pression. Il commande directement la pression au niveau de la membrane et donc sa flexion. Le système est difficilement miniaturisable puisque ce générateur est extérieur à la micropompe.

L'actionneur électrostatique présenté utilise deux électrodes, l'une fixée sur le corps de la micropompe, l'autre mobile, solidaire de la membrane. Par application d'une tension entre ces deux électrodes, la membrane fléchit et génère la variation de volume dans la chambre de la pompe.

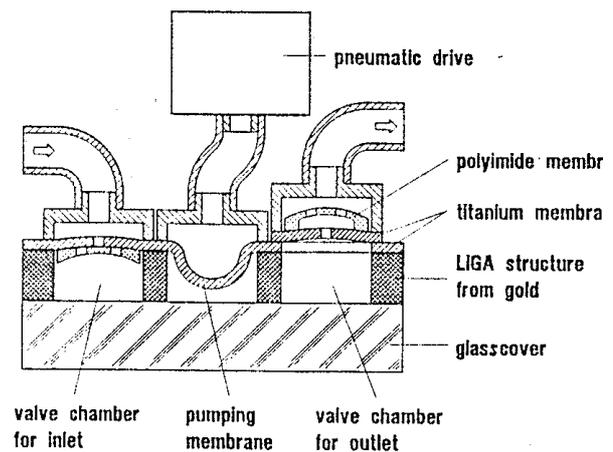


Fig. 1.3-13 : *Micropompe pneumatique*
Rapp et al. (1994)

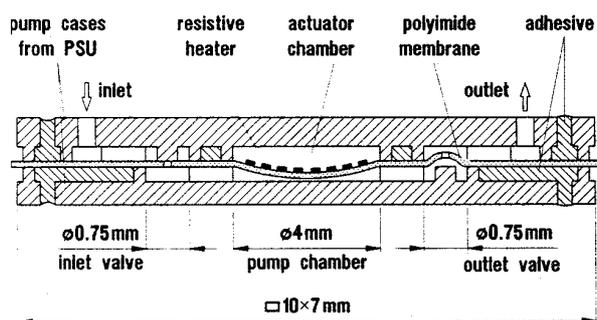


Fig. 1.3-14 : Micropompe thermo-pneumatique
Schomburg *et al.* (1994)

Cet actionneur thermopneumatique est constitué d'une cavité d'air fermée dans laquelle est placée une résistance chauffante. Celle-ci, en augmentant la température de l'air, permet l'augmentation de la pression et la flexion de la membrane. Le temps de réponse dépend de la puissance fournie à la résistance. le temps de relaxation dépend de l'échange de chaleur avec le milieu extérieur.

Le tableau ci-dessous synthétise les caractéristiques hydrauliques de quelques micropompes :

Références	Longueur Caractéristique (μm)	Pressions (mbars)	Débits ($\mu\text{l min}^{-1}$)	Fluide Utilisé	Actionnement	Fréquence Utilisée (Hz)
Van Lintel <i>et al.</i> (1988)	diamètre valve 7000	700	50	eau	Piézo-électrique	0,1 - 1
Esashi <i>et al.</i> (1989)	diamètre valve 100	78	20	eau déminéralisée	Piézo-électrique	20
Shoji <i>et al.</i> (1990)		100	40	eau	Piézo-électrique	20
Van de Pol <i>et al.</i> (1990)		50	64	liquide	Thermo-pneumatique	0,5
Richter <i>et al.</i> (1991-a)	entre les grilles 10 - 60	0 - 12	0 - 1700	eau déminéralisée	Electro-hydro dynamique	
Richter <i>et al.</i> (1991-b)	entre les grilles 350	3 - 25	14 000	fluides polarisés	Electro-hydro dynamique	
Gass <i>et al.</i> (1993)		0 - 100	10 - 1000	liquide	Piézo-électrique	
Stemme <i>et Stemme</i> (1993)	diamètre valve 230 et 530	200 25	16 000 35 000	eau air	Piézo-électrique	110 6
Gass <i>et al.</i> (1994)		100	10 - 1000	liquide	Piézo-électrique	10 40 ; 80
Rapp <i>et al.</i> (1994)	diamètre valve 500 1000 ; 1500	230 - 320	60 800	eau argon	Pneumatique	5
Schomburg <i>et al.</i> (1994)	diamètre valve 750	38	44	air	Thermo-pneumatique	5
Carroza <i>et al.</i> (1995)	microcanaux 500		600 2700	eau	Piézo-électrique	12 70

Références (suite)	Longueur Caractéristique (μm)	Pressions (mbars)	Débits ($\mu\text{l min}^{-1}$)	Fluide Utilisé	Actionnement	Fréquence Utilisée (Hz)
Gerlach et Wurmus (1995)	orifice valve 143×143, 9×9	0 - 70	0 - 400	eau méthanol	Piézo- électrique	100 - 10000
Gerlach <i>et al.</i> (1995)	orifice valve 163×163		260	eau	Piézo- électrique	100 - 1000
Olsson <i>et al.</i> (1995)	orifice valve 300×300	170	16	eau	Piézo- électrique	540
Zengerle <i>et al.</i> (1995-a)		350	800		Electrostatique	1 - 900
Zengerle <i>et al.</i> (1995-b)	orifice valve 400×400	310 7	250 - 850 400 - 200		Electrostatique	0,1- 800 2 - 6000
Stehr <i>et al.</i> (1996)	orifice valve 800×800	170	2000	eau	Piézo- électrique	10 - 2000
Döpfer <i>et al.</i> (1997)	diamètre engre : 596, 1192	1200	1000	fluide visqueux	engrenage	200 - 2000 (tr min ⁻¹)
Olsson <i>et al.</i> (1997)	orifice valve 80×20 ; 80×80	600 760	3500 2300	méthanol eau	Piézo- électrique	3 - 4000
Koch <i>et al.</i> (1997)	orifice valve 700×700	750	900	eau	Piézo- électrique	1 - 1000
Jang et Lee (1998)	diamètre 1000	1,8	63	liquide conducteur	Magnéto-hydro dynamique	
Richter <i>et al.</i> (1998)	orifice valve 400×400	10	700	eau	Piézo- électrique	220

Pour compléter ce tour d'horizon, on peut également dire quelques mots à propos d'un type original de micropompe pour gaz, qui utilise une propriété intéressante : l'effusion thermique, ou thermal creep. Lorsque deux réservoirs contenant un même gaz, mais porté à des températures différentes, sont mis en communication par un microcanal, il apparaît un écoulement allant des plus basses vers les plus hautes températures (Kennard (1938)). Ce phénomène est lié au caractère raréfié de l'écoulement dans le microcanal, au sein duquel le libre parcours moyen des molécules n'est pas petit comparé au diamètre hydraulique. Une association judicieuse de microcanaux, reliant des chambres qui comportent des points de chauffage localisés, peut conduire à la réalisation d'une micropompe fonctionnant sans aucune partie mobile (Vargo *et al.* (1999), Vargo et Muntz (1999), Hudson et Bartel (1999)).

1.4- Les différents systèmes de mesure de microdébit liquide

1.4.1- Position du problème

La mesure du débit revêt une importance fondamentale dans les réseaux de transport de fluides, plus généralement dans toute installation industrielle où doit être contrôlée la quantité de fluide intervenant dans un processus. Ceci est particulièrement vrai dans les applications médicales où les quantités de produits actifs doivent être rigoureusement contrôlées. Si cette mesure est relativement simple à réaliser à l'échelle macroscopique, puisqu'il existe un grand nombre de débitmètres massiques ou volumiques (fig. 1.4-1 et 1.4-2), il n'en est pas de même lorsque les systèmes à tester sont à l'échelle millimétrique, voire micrométrique.

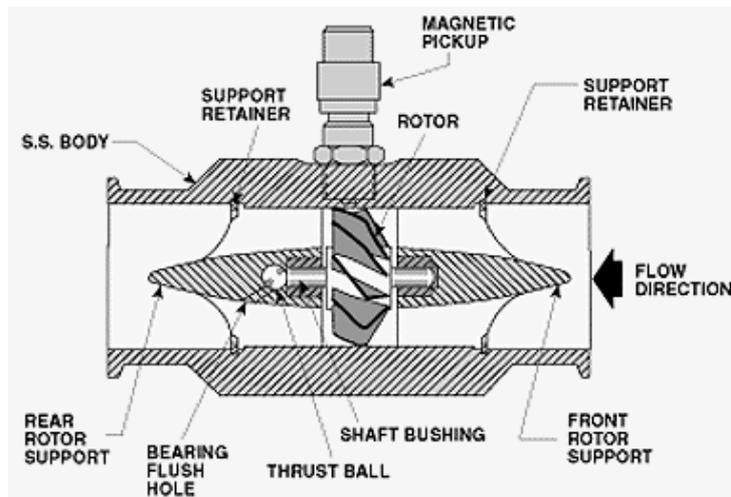


Fig. 1.4-1 : Débitmètre à turbine¹⁶

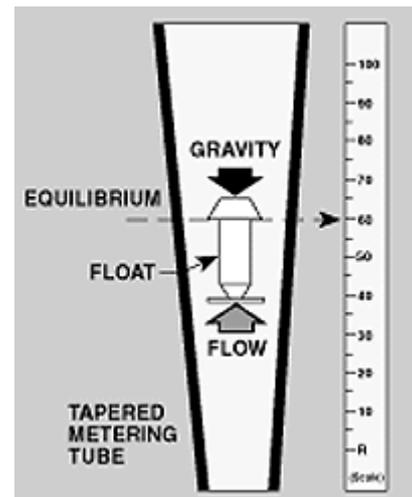


Fig 1.4-2 : Rotamètre¹⁶

En effet, les débits mis en jeu étant de quelques microlitres par minute, les débitmètres usuels atteignent leur limites. Par exemple, dans le cas de débitmètres mécaniques, tels que les compteurs à turbine ou à piston, le débit n'atteint plus une valeur suffisante pour vaincre les frottements des organes mobiles. Il faut alors mettre au point des débitmètres spécifiques. Ainsi, plusieurs prototypes de microdébitmètres ont été développés par des laboratoires à des fins de recherche. La principale difficulté réside alors dans la phase

¹⁶ "Liquid Flowmeters", www.omega.com

d'étalonnage de ces microdispositifs, puisqu'il n'existe pas de microdébitmètre étalon. Nous détaillons dans ce paragraphe quelques microdébitmètres présents dans la littérature. Le but est de présenter les possibilités d'adaptation des principes de mesures macroscopiques au cas de mesures de microdébits liquides, ainsi que les divers types d'étalonnages rencontrés.

1.4.2- Les microdispositifs

Ces microdébitmètres utilisent la technologie silicium. De la taille des microsystèmes à tester, ils peuvent être directement implantés dans ceux-ci. Ils simplifient et compactent les bancs d'essais, puisqu'ils n'ont plus besoin d'être raccordés à l'élément de test. Toutefois, ils demeurent très spécifiques à un microdispositif donné. Différents principes de mesures apparaissent.

1.4.2.1- Mesures par flexion d'une poutre

Le principe de fonctionnement de ce débitmètre est basé sur la mesure de flexion d'une poutre (Gass *et al.* (1993) fig. 1.4-3, Schmidt *et al.* (1997)). A la base de cette poutre ont été déposées des résistances piézo connectées à un pont de Wheastone. Lorsqu'elle est soumise à un écoulement, la poutre fléchit, faisant varier la tension de sortie du pont. Le débit est obtenu en fonction de la tension, à la suite d'un calibrage réalisé par mesure volumétrique.

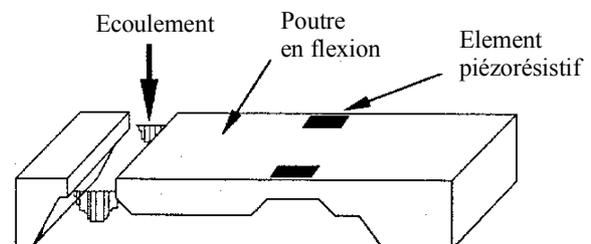


Fig 1.4-3 : Débitmètre Gass *et al.* (1993)

La sensibilité du capteur développé par Gass *et al.* (1993) est d'environ 10 mV par $\mu\text{l min}^{-1}$, ce qui permet une plage de mesure allant de 1 $\mu\text{l min}^{-1}$ jusqu'à 200 $\mu\text{l min}^{-1}$. Il est très facilement intégrable en sortie d'une micropompe ou d'une microvalve. Cependant, le capteur devant se situer à l'intérieur de l'écoulement, il augmente les pertes de charge en sortie du

microsystème. Pour diminuer au maximum ces perturbations, il est nécessaire de concevoir une poutre de très faible épaisseur, ce qui rend le capteur particulièrement fragile.

1.4.2.2- Mesures par échanges thermiques

En plaçant dans un écoulement une résistance chauffante, portée par effet Joule à une température supérieure à la température de cet écoulement, on génère un échange de chaleur convectif. Cet échange est fonction des propriétés physiques du fluide, de la vitesse de l'écoulement et de l'écart de température entre l'élément chauffé et le fluide. Il est ainsi possible d'accéder à la vitesse ou au débit volumique en analysant les transferts de chaleur Q (principe de l'anémométrie thermique). Nous trouvons dans la littérature différentes sortes de configurations de capteurs (Ashauer *et al.* (1998-a)). La première (Fig. 1.4-4, ①) se compose d'une résistance chauffante et d'une thermistance, placées à l'intérieur d'une canalisation. La vitesse du fluide est calculée à partir de la puissance électrique P_{el} nécessaire pour maintenir la résistance à une température constante.

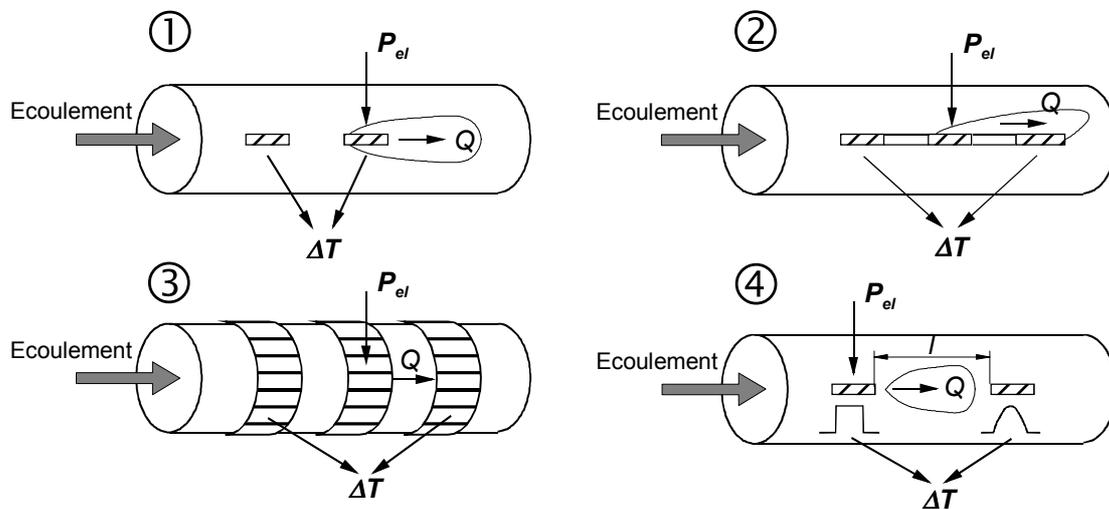


Fig. 1.4-4 : Principe de fonctionnement

Le deuxième type de capteur (②) est constitué d'une résistance chauffante, placée entre deux thermistances. Le fluide est chauffé par l'intermédiaire de celle-ci. Le débit est alors calculé à partir de la mesure de température en amont et en aval du point chaud. Il est nécessaire de concevoir des thermistances de faible épaisseur afin de perturber au minimum

l'écoulement. Pour éviter ce problème, il existe des capteurs (③) reprenant le même principe mais dans lesquels les thermistances sont placées à l'extérieur de la canalisation. L'écoulement est moins perturbé, puisqu'il n'y a plus d'obstacles dans l'écoulement, mais la sensibilité et le temps de réponse sont plus faibles, puisque la mesure de la température du fluide est dans ce cas indirecte. Enfin, dans la dernière configuration (④) on n'émet qu'une petite quantité d'énergie. La résistance envoie une impulsion de chaleur dans le fluide. La vitesse est calculée à partir du temps que met cette impulsion à arriver à la thermistance, située à une longueur l du point chaud.

Les réalisations basées sur un principe d'échanges thermiques sont nombreuses (Johnson et Higashi (1987), Yang et Soeberg (1992), Robadey *et al.* (1995), Hsieh et Zemel (1995), Qiu *et al.* (1996), Nguyen *et al.* (1998), Ashauer *et al.* (1998-a), Toda *et al.* (1998). Lammerink *et al.* (1993) ont développé deux microdébitmètres basés sur la troisième configuration. La figure 1.4-5 montre la structure des trois résistances (réalisées par dépôt métallique sur du polysilicium) à l'intérieur d'un canal de 1mm de large.

Ce système peut être intégré dans la fabrication même d'une micropompe ou constituer un capteur indépendant. Dans ce cas, les possibilités d'utilisation sont multiples. Les plages de mesure des vitesses vont de $2,5 \cdot 10^{-4}$ à $1,8 \cdot 10^{-2} \text{ m s}^{-1}$.

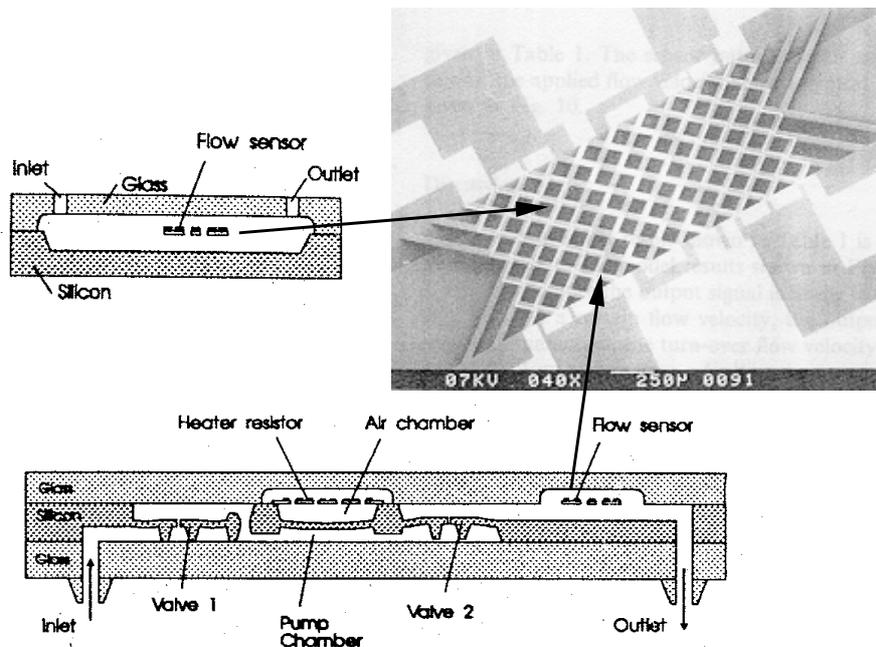


Fig. 1.4-5 : Microdébitmètres
Lammerink *et al.* (1993)

1.4.2.3- Mesures par le principe du tube de Prandtl/Pitot

Ashauer *et al.* (1998-b) ou encore Berberig *et al.* (1998) ont développé des micro dispositifs fonctionnant sur le principe d'un tube de Pitot. Ces capteurs permettent donc de déterminer la vitesse du fluide à partir d'une mesure de la différence entre pression statique et pression totale.

Le système conçu par Berberig *et al.* se compose d'un tube de Pitot associé à un capteur de pression capacitif (fig. 1.4-6 a). Lorsqu'il est placé dans un écoulement, la cavité du capteur se trouve portée à la pression totale. L'extérieur de la membrane en silicium étant à la pression statique, elle fléchit, faisant varier la distance entre deux électrodes et par voie de conséquence la capacité de l'ensemble (b). La vitesse est alors reliée à cette variation de capacité.

Ce capteur est particulièrement adapté pour la mesure de vitesse dans des écoulements externes, puisqu'il doit être directement placé au sein de l'écoulement. Du fait de sa très bonne compacité, il peut aussi être utilisé dans des canalisations d'assez petites dimensions où des capteurs standards ne peuvent pas être insérés. Les dimensions de la canalisation doivent cependant rester suffisamment importantes pour que le système de mesure ne perturbe pas l'écoulement.

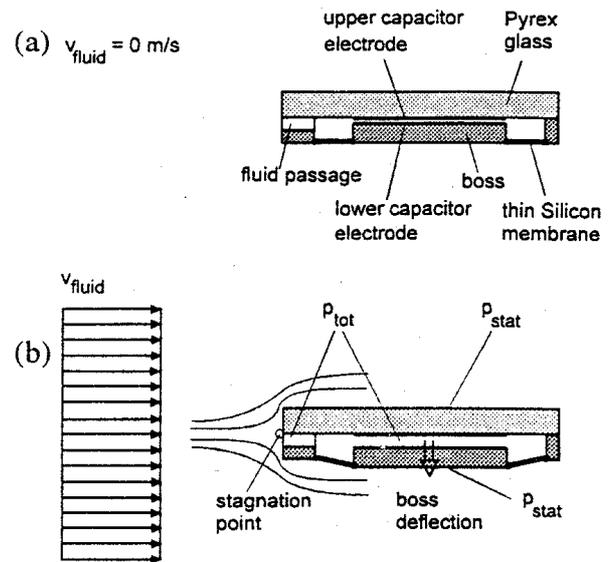


Fig. 1.4-6 : Principe de fonctionnement

1.4.2.4- Etalonnage

Tout système de mesure nécessite d'être étalonné. Cet étalonnage, qui consiste à relier la grandeur électrique de sortie du capteur à la grandeur physique mesurée, doit tenter de prendre en compte tous les paramètres pouvant perturber la mesure (température, humidité, tension d'alimentation...). Dans le cas de mesure de microdébits, l'étalonnage direct est impossible puisqu'il n'existe pas de système de mesure étalon. Pour les microdispositifs décrits plus haut, la solution consiste alors à comparer la sortie du capteur avec une valeur de

référence. Cette valeur peut être obtenue, par exemple, par mesure volumétrique ou massique du liquide en fonction du temps. Dans ce cas de figure, il est cependant nécessaire de disposer de systèmes de mesures étalons de volume ou de masse. Une autre solution consiste à régler initialement le débit traversant le capteur, par exemple par l'intermédiaire de pompes à seringue pour applications médicales (PERFUSOR *secura* FT de B.BRAUN Malsungen AG). Dans ce type d'étalonnage indirect, les possibilités de mesures sont limitées par les plages de réglage de la pompe (0,1 à 99,9 ml h⁻¹).

Il est également possible d'obtenir la valeur de référence à partir d'un écoulement dont on connaît parfaitement le comportement (ex : écoulement de Poiseuille dans des microtubes de diamètre convenable). Le débit est alors obtenu analytiquement à partir d'une mesure de différence de pression, grandeur physique plus facilement mesurable.

L'étalonnage des microdispositifs est aussi rendu délicat par le faible niveau de sortie électrique. Il est nécessaire d'amplifier le signal, ce qui a pour inconvénient d'augmenter les bruits électriques parasites.

1.4.3- Les dispositifs macroscopiques

Les dispositifs présentés dans cette partie ont l'avantage d'effectuer des mesures plus directes de débit. Celles-ci sont essentiellement obtenues par le relevé des variations temporelles de volume ou de masse du liquide de test dans un réservoir.

1.4.3.1- Mesures par pesée du liquide

Richter *et al.* (1997) utilisent simplement une balance de précision pour déterminer la masse d'un volume de liquide dans un réservoir en fonction du temps. La précision de mesure dépend directement de la précision de la balance. La plage de mesure va de 1 à 1000 µl min⁻¹. Schnell (1997) a développé un système original (Fig. 1.4-7) utilisant un capteur optique (2) pour accéder à la masse d'une goutte de liquide sortant en bout du tube de test. Le capteur détecte la flexion du tube créée par la formation de la goutte. L'ensemble est placé dans une chambre (1) pour éviter toute perturbation extérieure. Les débits ainsi obtenus se situent dans une plage allant de 10 à 1600 µl min⁻¹, l'étalonnage ayant été effectué à l'aide d'une balance de précision Mettler PM 100.

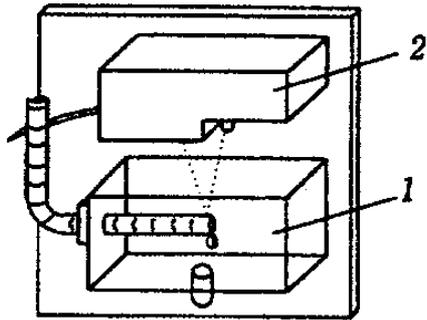


Fig. 1.4-7 : Débitmètre à pesée de liquide
Schnell et al. (1997)

Ce système de mesure est délicat à mettre en œuvre. Il doit être positionné parfaitement horizontalement, pour que la formation de la goutte s'effectue de façon identique pour toutes les mesures. Le choix de la matière du tube est primordiale. En effet, ce tube doit permettre la mesure d'une flèche lors de la formation de la goutte mais les déformations doivent rester faibles, pour qu'un comportement totalement élastique permette le retour à la position initiale, après chaque largage de goutte. Le capteur utilisé mesure des flèches de 80 μm avec une précision de 0,5 μm . Ce système est malheureusement très sensible aux vibrations.

1.4.3.2- Mesures par relevé d'une variation de pression

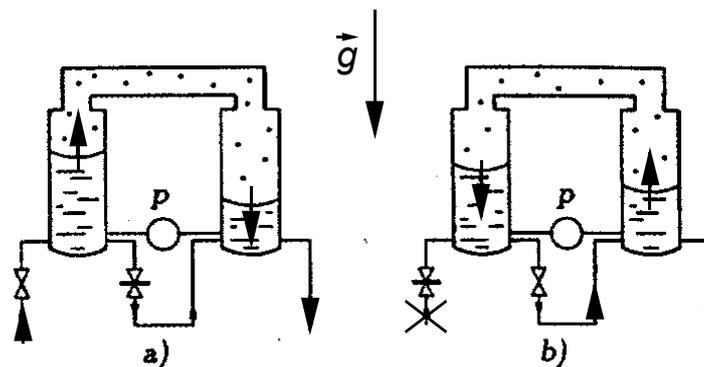


Fig. 1.4-8 : Détermination du volume écoulé par mesure de variations de pression - Schnell et al. (1997)

Ce système, conçu par Schnell (1997) mesure une variation de pression statique dans un réservoir au cours du temps, convertie ensuite en variation de volume (fig. 1.4-8 a). Afin d'éliminer l'influence de certains paramètres (température du liquide notamment) et

d'augmenter la sensibilité du système de mesure, le volume est obtenu par mesure différentielle de pression dans deux tubes connectés entre eux.

Cette configuration permet aussi de réaliser un système "pendulaire", permettant de rééquilibrer les pressions pour une prochaine mesure (b). Ce système autorise la mesure de débits compris entre 10 et 2000 $\mu\text{l}/\text{min}$, le microsysteme pouvant être connecté en amont ou en aval du système de mesure. Il ne peut toutefois fonctionner qu'en position verticale.

1.4.3.3- Mesures par déplacement d'un ménisque

Le débit volumique est dans ce cas obtenu par la mesure de vitesse d'une interface liquide/gaz dans une pipette calibrée (fig. 1.4-9). Cette vitesse est calculée en connaissant le temps t que va mettre ce ménisque pour parcourir une distance d . La précision de la mesure est fonction de l'étalonnage du volume de la pipette et des erreurs de mesure de la distance. Afin de réduire ces incertitudes de mesures, Phfaler *et al.* (1991), Urbanek *et al.* (1994) ou encore Richter *et al.* (1997) utilisent le réticule d'un microscope

optique pour suivre la progression du ménisque. A partir de la connaissance de la vitesse et de la section de la pipette, il est ensuite aisé de déterminer le débit volumique. Ce système permet une large gamme de mesure, en adaptant le volume de la pipette aux débits à mesurer. Ce principe peut aussi être utilisé pour la mesure de débits gazeux. Le ménisque est alors obtenu en injectant une bulle de liquide dans la pipette de test (Pong *et al.* (1994)). Une seringue, connectée entre l'élément testé et la pipette, permet l'initialisation du système de mesure en ramenant le ménisque à sa position de départ.

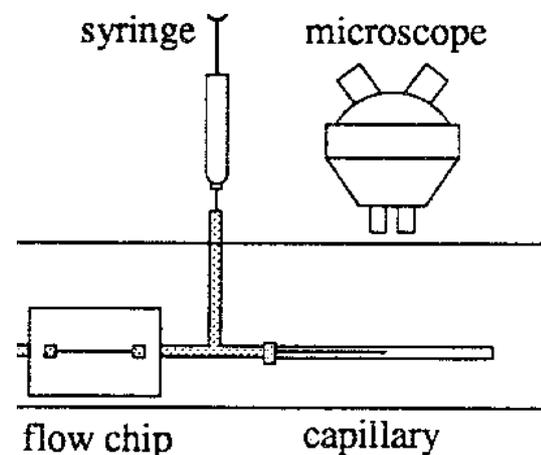


Fig. 1.4-9 : Système de mesure par suivi de ménisque
Urbanek *et al.* (1994)

Schell (1997) a imaginé un système de mesure par déplacement de bulle d'air qui ne nécessite pas d'initialisation (Fig. 1.4-10 a). Quatre vannes, commandées deux à deux, permettent une configuration "pendulaire". La bulle peut alors être utilisée dans les deux sens d'écoulement (b) . Nous pouvons noter que sur ce système, la mesure n'est plus effectuée manuellement mais par l'intermédiaire de capteurs optiques.

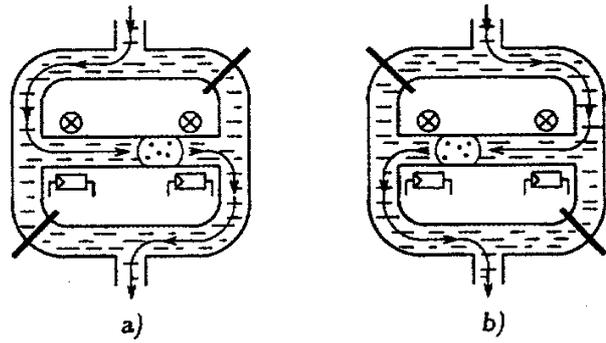


Fig. 1.4-10 : Système de mesure à bulle d'air
Schnell et al. (1997)

1.5- Influence de la miniaturisation sur les écoulements de fluides

Les microsystèmes fluidiques ont typiquement des dimensions caractéristiques comprises entre le micron et le millimètre. Dans ce cas, certains phénomènes physiques ne peuvent plus être négligés dans l'étude des écoulements internes de fluides, comme c'est souvent le cas à l'échelle macroscopique. Ceci est lié au fait que le rapport surface/volume est nettement supérieur dans les microsystèmes. En effet, pour un dispositif à l'échelle humaine, ce rapport est de l'ordre de 1 m^{-1} , alors que pour un microsystème de dimensions caractéristiques de $1 \text{ }\mu\text{m}$, ce rapport atteint 10^6 m^{-1} . Cette forte augmentation affecte sensiblement les flux de masse, de quantité de mouvement et d'énergie à travers les surfaces et notamment les interfaces fluide/fluide et fluide/paroi. L'importance des conditions limites et particulièrement des états de surfaces, s'en trouve fortement accrue. Ho et Tai (1998) et Gad-el-Hak (1999) présentent l'état des connaissances sur les divers phénomènes liés aux microécoulements. Ils proposent une réflexion sur les différents modèles continus ou moléculaires utilisables pour l'analyse du comportement des microécoulements, en fonction de la nature du fluide et des conditions d'écoulement.

1.5.1-Ecoulements gazeux

En ce qui concerne les microécoulements gazeux, la première conséquence du confinement est la raréfaction de l'écoulement. En effet, les parois se rapprochant, les collisions entre molécules gazeuses perdent de leur importance devant les collisions de celles-ci avec la paroi. Un des pionniers dans ce domaine des écoulements raréfiés internes fut Knudsen qui, notamment, mit en évidence dès 1909 l'apparition de glissement à la paroi, dans certains écoulements de gaz raréfiés. De façon plus générale, il introduisit un nombre adimensionnel, auquel il donna son nom, qui permet de caractériser le taux de raréfaction de l'écoulement. Ce nombre est défini comme le rapport du libre parcours moyen $\bar{\ell}$ des molécules sur une longueur caractéristique L_c de l'écoulement :

$$Kn = \frac{\bar{\ell}}{L_c} \tag{1-1}$$

Il permet de délimiter différents régimes d'écoulements, représentés sur la figure 1.5-1.

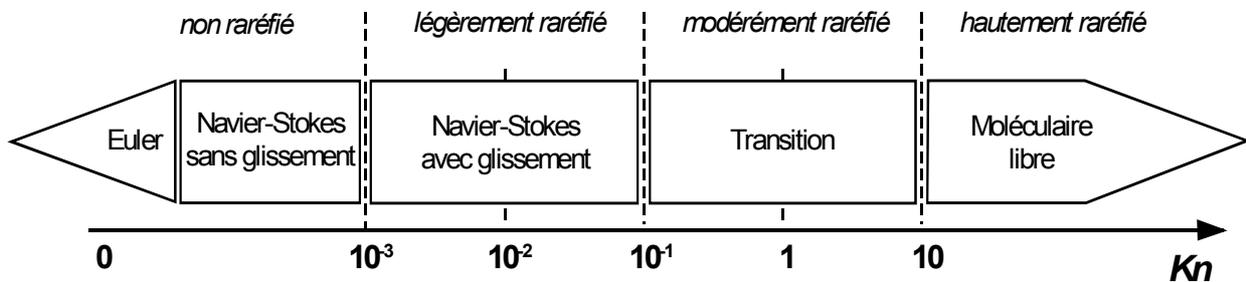


Fig. 1.5-1 : Différents régimes de Knudsen
Gad-el-Hak (1999)

Typiquement, pour des nombres de Knudsen inférieurs à 10^{-3} , on se trouve dans un régime classique, convenablement modélisé par une approche de type milieu continu. On peut alors employer les équations de Navier-Stokes, associées à des conditions limites traduisant le non-glissement et la continuité de la température à la paroi. En particulier, lorsque Kn tend vers 0, la diffusion moléculaire devient négligeable et les équations de Navier-Stokes dégénèrent en équations d'Euler, l'écoulement devenant alors non visqueux et isentropique. Il est à noter que le modèle d'Euler donne de très bon résultats pour des écoulements industriels dans des

canalisations de dimensions millimétriques, en dehors des zones de fort changement de section ou de choc. On se trouve alors dans le domaine de la pneumatique.

Pour des nombres de Knudsen supérieurs à 10^{-3} , les effets de raréfaction apparaissent et deux hypothèses vont être mises en défaut. Tout d'abord, les conditions aux limites ne sont plus correctement vérifiées par l'expérience. Ainsi, pour des valeurs de Kn comprises entre 10^{-3} et 10^{-1} , l'écoulement est dit "glissant" : le concept de milieu continu et les équations de Navier-Stokes restent valables, à condition de les associer à des conditions traduisant un saut de vitesse (conditions de Maxwell) et de température (conditions de Smoluchowski) à la paroi. Ce type de régime est fréquemment qualifié de légèrement raréfié.

Au-delà, pour des nombres de Knudsen compris entre 10^{-1} et 10, le régime devient modérément raréfié. Il s'agit en fait d'un régime de transition, pour lequel l'approche de type milieu continu n'est plus valable, car il n'y a plus de relation linéaire entre contraintes et vitesses de déformation (le fluide n'est plus newtonien) et entre flux de chaleur et gradient de température (le fluide ne répond plus à la loi de Fourier). Toutefois, l'écoulement n'est pas suffisamment raréfié pour pouvoir être qualifié de moléculaire libre. C'est ce type de régime qui est à l'heure actuelle le moins bien modélisé, les approches testées pouvant être semi-analytiques ou numériques.

Lorsque Kn devient supérieur à 10, le régime est hautement raréfié. La modélisation est alors nécessairement numérique et peut être déterministe (*Molecular Dynamics* - MD) ou statistique (*Equation de Boltzmann, Direct Simulation Monte Carlo* - DSMC). Les simulations nécessitent cependant de puissants systèmes de calcul pour pouvoir traiter un nombre suffisant de particules représentatives de l'écoulement considéré. Les simulations DSMC semblent être les plus adaptées pour les écoulements internes de gaz raréfiés. Piekos *et al.* (1996), ou encore Oran *et al.* (1998) présentent les possibilités de telles simulations dans le domaine des écoulements au sein de microsystemes. Elles permettent aussi de mettre en évidence les écoulements glissants ou le passage à un régime transitoire.

Pour des écoulements en microcanal générés par gradient de pression, Kn étant fréquemment compris entre 10^{-3} et 10^{-1} , le régime est glissant. On constate bien expérimentalement (fig. 1.5-2) une augmentation du débit par rapport à la prévision d'un modèle continu associé à des conditions aux limites classiques.

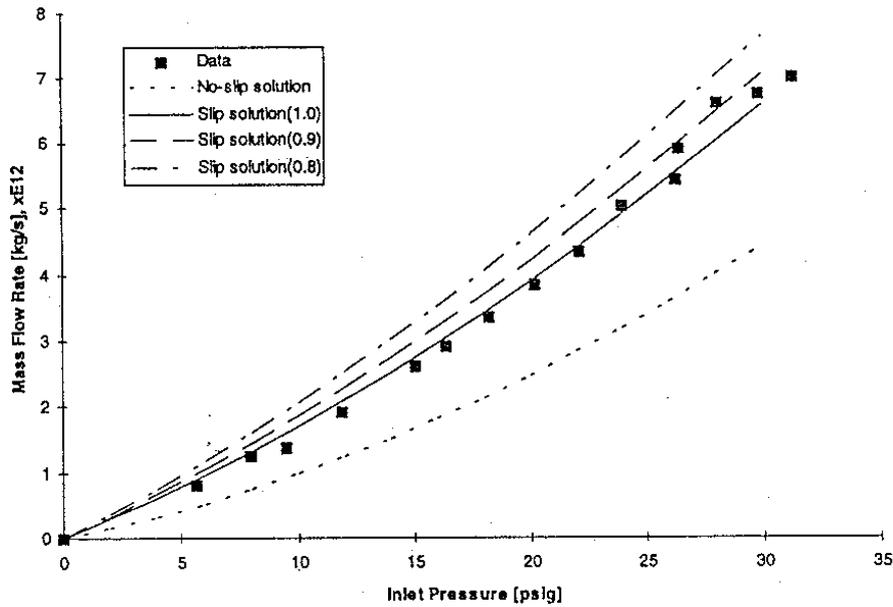


Fig. 1.5-2 : *Ecoulement d'Helium dans un microcanal*
Shih *et al.* (1996)

On vérifie également que le modèle de Navier-Stokes reste valable, à condition de lui associer des conditions limites de glissement et de saut de température à la paroi. Ces conditions sont établies à partir d'un bilan local de quantité de mouvement et d'énergie à proximité immédiate de la paroi. Elles sont malheureusement très sensibles à un coefficient d'accommodation, qui traduit le type de réflexion des particules à la paroi. De récentes études expérimentales ont permis de mettre en évidence ce régime glissant (Choi *et al.* (1991), Pfahler *et al.* (1991), Arkilic *et al.* (1994), Pong *et al.* (1994), Harley *et al.* (1995), Shih *et al.* (1996)). Le fluide généralement utilisé est l'hélium. Il permet d'atteindre des nombres de Knudsen plus élevés qu'avec de l'air ou de l'azote.

1.5.2- Ecoulements liquides

A l'échelle microscopique, les mécanismes de transport de masse, de quantité de mouvement et d'énergie sont très différents selon que le fluide est un liquide ou un gaz. Dans les écoulements gazeux, et plus particulièrement en écoulements gazeux raréfiés, les forces intermoléculaires sont négligeables du fait du faible taux de collision entre les molécules. Dans le cas d'un liquide, les distances intermoléculaires sont de l'ordre de grandeur des dimensions moléculaires. Les molécules sont alors toujours en "état de collision". Les effets

des forces intermoléculaires sont donc prépondérants dans le transport local de quantité de mouvement (Batchelor (1967)).

A priori, pour des écoulements de liquides simples, rien ne laisse présager un comportement différent entre macro et microécoulement. En effet, les distances intermoléculaires restent toujours nettement inférieures aux dimensions caractéristiques du microsystème. En utilisant une approche dynamique moléculaire (MD), Koplik *et al.* (1989) retrouvent la condition limite de non glissement à la paroi solide, pour des écoulements de type Couette et Poiseuille. Par contre, les résultats expérimentaux relatifs à des écoulements du même type sont souvent contradictoires. Ils sont généralement exploités à partir d'une analyse du nombre de Poiseuille Po , coefficient sans dimension défini comme le produit d'un facteur de frottement f (forme adimensionnée d'une moyenne $\overline{\tau_p}$ de la contrainte tangentielle à la paroi) et du nombre de Reynolds Re . Pour des écoulements de fluide newtonien unidirectionnels, supposés laminaires, pleinement développés et isothermes, dans des conduites cylindriques de section quelconque, ce coefficient reste constant et ne dépend que de la géométrie de la section. Les différents auteurs comparent alors un coefficient Po_{exp} obtenu expérimentalement à partir d'une mesure de débit et de gradient de pression, à un coefficient de Poiseuille théorique Po_{th} calculé par différentes méthodes approchées, détaillées au chapitre III. Le résultat est ensuite

souvent présenté sous la forme d'un coefficient réduit Po^* , défini comme le rapport $\frac{Po_{exp}}{Po_{th}}$, en fonction du nombre de Reynolds Re ou du diamètre hydraulique D_H de la section. Ainsi, sous réserve que la mesure expérimentale soit fiable, lorsque $Po^* = 1$, on peut conclure que la théorie de Poiseuille est vérifiée. Lorsque $Po^* < 1$, la théorie sous-estime le débit passant dans la conduite pour un gradient de pression donné ; à l'inverse, si $Po^* > 1$, le débit est surestimé. Dans ces deux cas, certaines hypothèses de l'écoulement de Poiseuille doivent être remises en cause. Nous avons rencontré les trois cas de figures dans la littérature.

- $Po^* = 1$: Flockhart et Dhariwal (1998) ont étudié les caractéristiques de l'écoulement dans des microcanaux de section trapézoïdale. Ils trouvent une bonne corrélation entre théorie et expérience pour des microcanaux de diamètre hydraulique compris entre 50 et 120 μm , dans le cas d'écoulements d'eau distillée. Différentes longueur L de microcanaux ont été

testées, afin de mettre en évidence les effets d'entrée. Ceux-ci deviennent non négligeables lorsque le rapport $\frac{L}{D_H}$ est inférieur 100.

- $Po^* < 1$: les premiers résultats relatifs à des microcanaux gravés sur silicium ont été réalisés par Harley *et al.* (1989). Les auteurs constatent un net écart entre les valeurs des nombres de Poiseuille expérimental et théorique, se traduisant par $Po^* = 0,8$ pour des microcanaux de section rectangulaire. Harley *et al.* demeurent prudents quant à l'analyse de ce résultat, l'écart pouvant être selon eux dû à des erreurs expérimentales. Pfahler *et al.* (1991) ont continué cette étude. Leurs essais ont été réalisés avec de l'isopropanol (liquide polaire) et une huile silicone. La figure 1.5-3 montre une diminution significative de Po^* en fonction de la profondeur du microcanal, traduisant une augmentation du débit par rapport à la théorie.

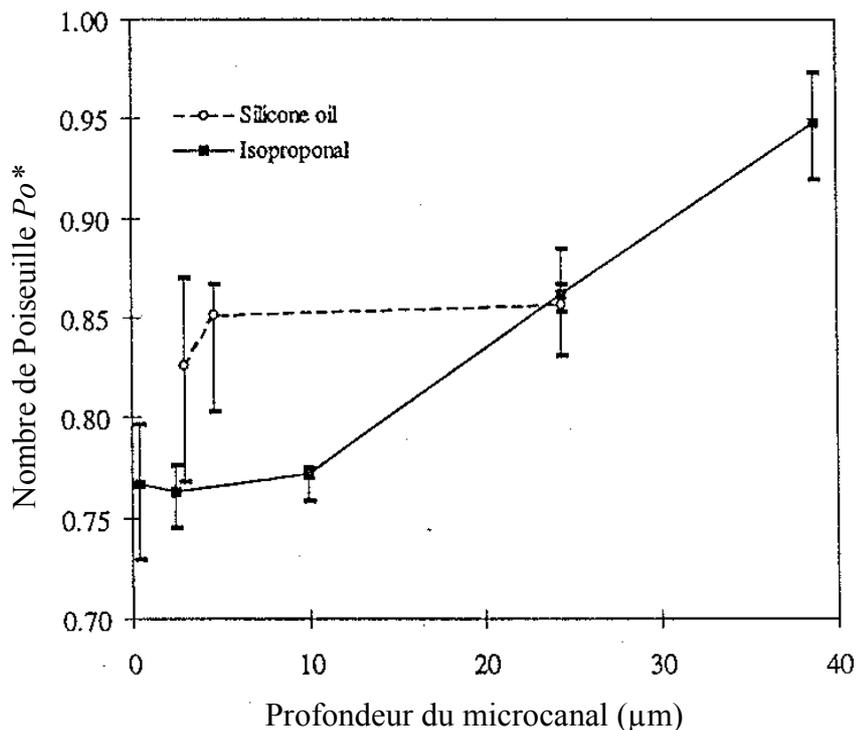


Fig. 1.5-3 : Evolution de Po^* en fonction de la profondeur du microcanal
Pfahler *et al.* (1991)

Pfahler (1992) propose deux explications possibles pour justifier l'accroissement du débit dans le microcanal. Dans sa première hypothèse, il suppose que cette augmentation peut être causée par la réduction de la viscosité du liquide, lorsque les dimensions caractéristiques de

l'écoulement sont très faibles. Il introduit alors une viscosité apparente μ_a qui dépend non seulement de la température, de la pression et de la nature du fluide, mais aussi de la distance à la paroi¹⁸. Ce modèle n'est cependant pas prédictif puisqu'il nécessite un calage expérimental. La seconde hypothèse émise pour justifier l'augmentation du débit porte sur l'état de surface du microcanal. La mesure de la profondeur de celui-ci étant réalisée à partir des "pics" d'aspérité (fig. 1.5-4), Pfahler suppose que le fluide peut aussi s'écouler dans les "creux", ce qui augmente la section de passage, la zone de rugosité se comportant un peu comme un milieu poreux. Cette explication semble cependant n'avoir d'influence que pour de très faibles profondeurs.

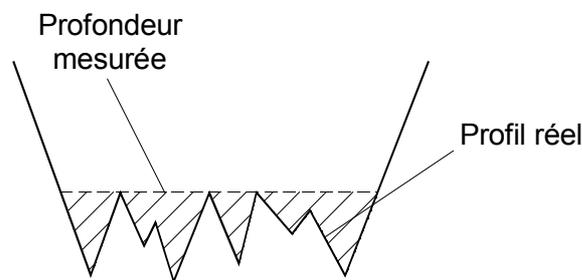


Fig. 1.5-4 : Erreur de mesure sur de la profondeur - Pfahler (1992)

- $Po^* > 1$: Migun et Prokhorenko (1988) présentent une étude de l'influence du rayon de microcapillaires, compris entre 0,4 et 1 μm , sur la mesure de la viscosité de liquides polarisés. Ils mettent en évidence une augmentation de la viscosité apparente du liquide en fonction de la diminution du rayon. Cette augmentation se traduit par un coefficient de frottement plus important, le débit expérimental étant alors inférieur au débit théorique de Poiseuille. Les auteurs justifient leurs résultats en s'appuyant sur la théorie des liquides polaires. Ils l'attribuent ainsi à l'apparition d'interactions moléculaires (sous forme de micromoments) qui ont un effet significatif lorsque le rayon du microtube devient suffisamment petit. Urbaneck *et al.* (1993) constatent de leur côté l'influence de la température

¹⁸
$$\mu_a = \mu_\infty + (\mu_p - \mu_\infty) e^{-\left(\frac{y}{\delta}\right)^m}$$

avec y = distance à la paroi

δ = longueur représentant les influences de la paroi

m = facteur d'échelle

μ_p = viscosité du fluide à la paroi

μ_∞ = viscosité du fluide loin de la paroi

sur le coefficient Po^* . Ils trouvent que celui-ci augmente avec la température. Ils observent également qu'une diminution des dimensions des microcanaux se traduit par une augmentation de Po^* . Plus récemment, Mala *et al.* (1997-a -b) mettent en évidence expérimentalement l'influence d'une couche électrique EDL (Electric Double Layer) sur un écoulement entre deux plans parallèles distants de 10 à 280 μm . Cette couche, dont l'épaisseur peut varier de 0,3 nm à 1 μm , se situe à l'interface solide-liquide. Elle est due à des forces électrostatiques intermoléculaires, fonctions du potentiel électrique de la surface solide et de la nature du liquide. Elle a tendance à réduire la vitesse des ions proches de l'interface et donc celle des molécules. De ce fait, il apparaît un débit volumique inférieur à celui prédit par la théorie d'un écoulement de Poiseuille plan. Mala et Li (1999) ont réalisé une étude avec des microtubes de section circulaire, de diamètres compris entre 50 et 254 μm et réalisés avec différents matériaux (acier inoxydable et silice). Les résultats expérimentaux indiquent aussi une divergence par rapport à la prédiction théorique. Dans ce cas, ils expliquent la diminution du débit par l'influence des états de surface. Selon eux, la présence de la rugosité modifie le profil laminaire de vitesses et diminue le nombre de Reynolds de transition. Enfin, Weilin *et al.* (2000) ont étudié l'écoulement dans des microcanaux de section trapézoïdale dont les diamètres hydrauliques sont compris entre 51 et 169 μm . Ils ont aussi mis en évidence une différence significative entre les résultats expérimentaux et la théorie, qui va dans le même sens que les études précédentes. Ils proposent alors un modèle comportemental rugosité/viscosité afin d'interpréter ces différences.

La divergence des résultats expérimentaux publiés par divers auteurs n'est finalement pas clairement expliquée. La précision même des mesures est souvent difficilement quantifiée. D'autre part, il apparaît nettement un manque d'explications théoriques convaincantes. L'analyse plus fine des phénomènes passe notamment par l'étude des forces intermoléculaires à l'interface liquide-solide, cette étude n'étant pour l'instant qu'approchée numériquement. Les états de surfaces doivent aussi être analysés pour quantifier leur influence sur l'écoulement. Ainsi, une modélisation plus précise des microécoulements reste sans doute nécessaire afin de pouvoir concevoir et optimiser de nouveaux systèmes véhiculant des fluides, comme par exemple des micro-refroidisseurs pour circuit intégrés (Tuckerman et Pease (1981), Pieyi et Little (1983), Peng et Peterson (1996)) ou encore pour déterminer les pertes de charges dans des microcanaux reliant différents microsystèmes fluidiques sur une même puce (fig. 1.5-5).

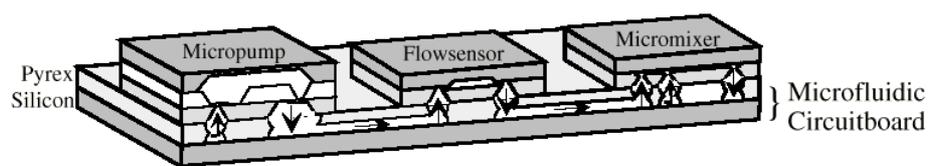


Fig. 1.5-5 : *Intégration de plusieurs microsystèmes fluidiques sur une même puce* - Schabmueller *et al.* (1999)

CHAPITRE II

BANC DE MESURES DE MICRODEBITS LIQUIDES

Ce chapitre est consacré à la présentation et à la validation du banc de mesures de microdébits liquides. Après une analyse des bancs d'essais existants, nous détaillons le principe de fonctionnement et les avantages de notre banc, en présentant ses différents systèmes de mesures et leurs étalonnages, son enceinte thermique et le traitement du signal. La validation des procédures de test et des mesures a ensuite été effectuée, en s'intéressant à un écoulement simple de type Poiseuille dans des microtubes de différents diamètres. Enfin, les incertitudes de mesures sont déterminées, afin de quantifier la précision de celles-ci.

2.1- Présentation

Nous avons présenté au paragraphe 1.3 différents microsystèmes fluidiques, dont les performances varient en fonction de leurs dimensions et de leurs actionneurs. Dans la conception de tels dispositifs, plusieurs étapes sont nécessaires pour aboutir au produit final. Pour la mise au point d'une micropompe par exemple, il est recommandé de valider l'actionneur, les valves (actives ou passives) et les connections avec l'environnement extérieur, avant d'assembler et de tester le dispositif complet. Dans chacune des phases d'élaboration, les grandeurs physiques telles que la pression, le débit massique ou volumique, ou encore la température de l'élément ou du fluide de test, doivent être mesurées avec précision. Ceci permet de valider ou au contraire de déceler d'éventuels défauts relatifs aux choix technologiques utilisés, qu'il convient de corriger.

Dans cette optique, nous avons conçu un banc d'essais destiné à la caractérisation hydraulique de tout type d'élément fluidique, actif ou passif, tel que des micropompes, microvalves, microcanaux, microrestrictions... Les conditions de pression et de température étant généralement du même ordre que celles mesurées pour des systèmes macroscopiques, la difficulté de conception réside essentiellement dans la mesure précise des microdébits. Nous avons recensé dans le paragraphe 1.4 différentes techniques utilisées pour cette mesure. Les systèmes miniaturisés ont l'avantage de pouvoir être directement implantés dans le microsystème. Utilisant la technologie silicium, ils nécessitent cependant eux-mêmes une étude complète, qui est longue et coûteuse. Leur étalonnage est souvent rendu difficile par de faibles niveaux de sortie (25 μ V maximum pour le capteur de Lammerink *et al.* (1993), quelques mV pour ceux de Gass *et al.* (1993) et de Nguyen *et al.* (1998)). De plus, leur signal de sortie est

entaché de bruits électriques parasites qui limitent aussi les possibilités de mesure de très faibles débits. Nous avons vu que Schnell (1997) ou encore Richter *et al.* (1997) mesurent le débit par pesée du liquide de test. Même si les plages d'utilisation sont intéressantes, ils mettent en évidence les limites de cette technique ($10^{-11} \text{ m}^3\text{s}^{-1}$) dues à la sensibilité des balances et à l'évaporation du liquide.

Pour réaliser un banc d'essais polyvalent, capable de tester n'importe quel microsystème fluide, il est important de pouvoir couvrir une large gamme de débits (typiquement entre 10^{-13} et $10^{-7} \text{ m}^3\text{s}^{-1}$). La dernière solution, développée par Pfahler *et al.* (1991), Urbanek *et al.* (1993) ou encore Richter *et al.* (1997) et qui consiste à mesurer le déplacement d'un ménisque, constitue le meilleur compromis (fig. 2.1-1).

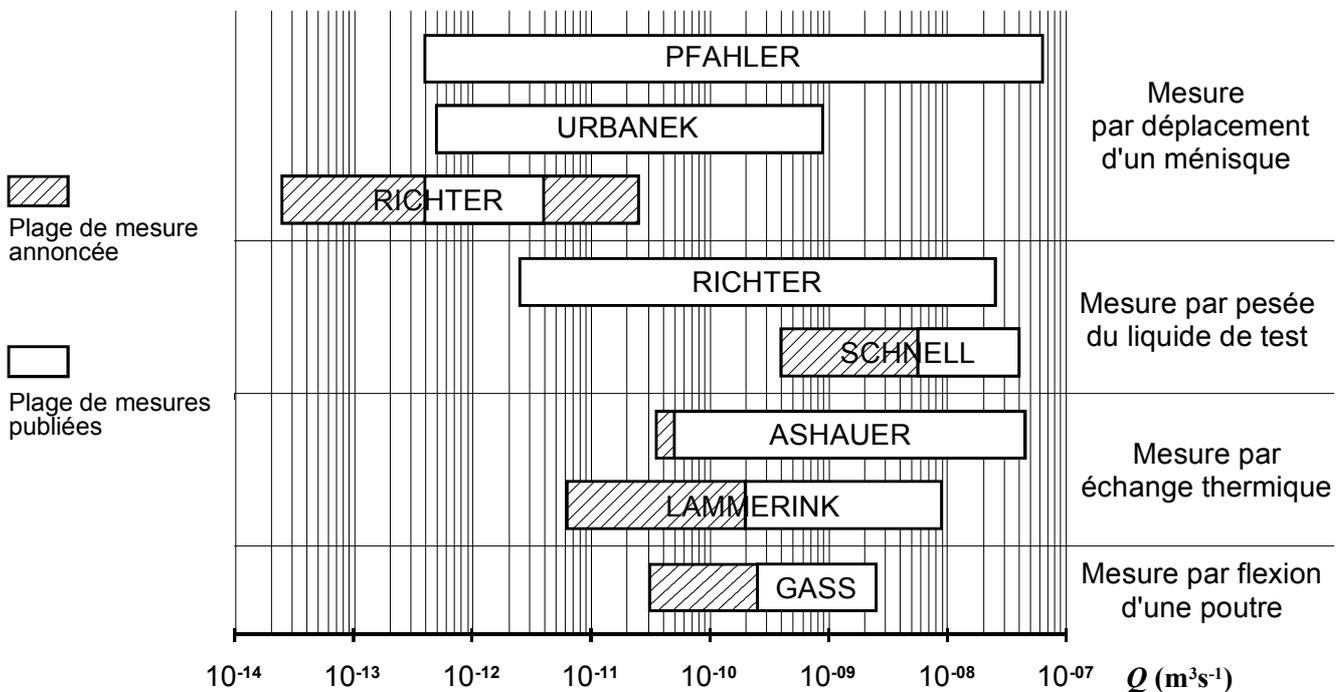


Fig. 2.1-1 : Plages d'utilisation de divers bancs d'essais pour la mesure de microdébits

2.2- Bancs de mesures existants.

Les différents bancs d'essais utilisant le principe de mesure par déplacement de ménisque sont de conceptions similaires (fig. 2.2-1 et 2.2-2).

Le liquide est pressurisé en amont du microsystème, par l'intermédiaire d'un détendeur connecté sur une bouteille de gaz comprimé (hélium, azote). Cette pression, mesurée à l'aide

d'un capteur, génère un écoulement dans le microsysteme. Un filtre est placé à l'amont du capteur afin de protéger le microsysteme d'éventuels colmatages. Le débit volumique est alors mesuré en suivant, dans une pipette calibrée connectée en aval, le ménisque formé entre le liquide de test et l'air ambiant.

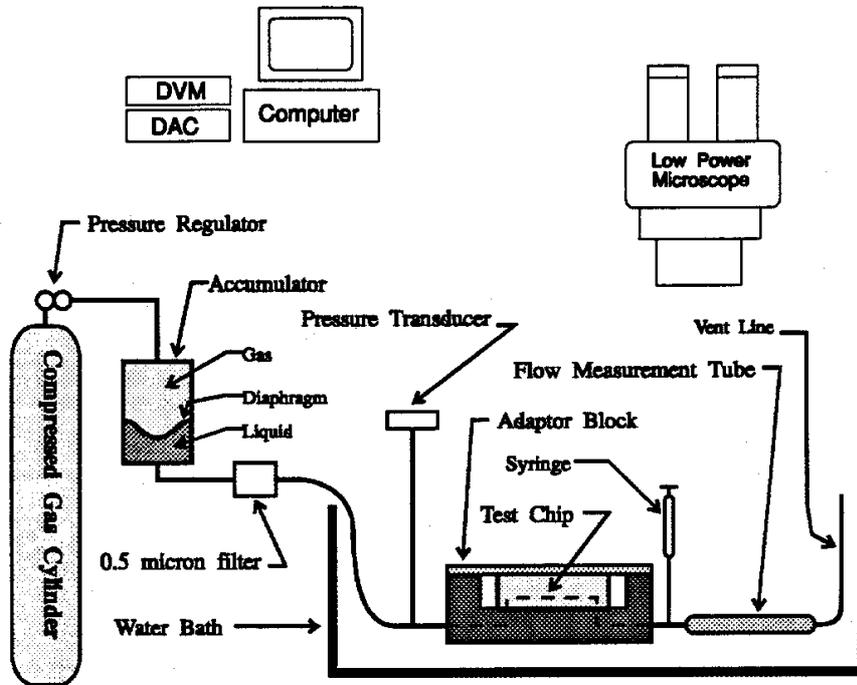


Fig. 2.2-1 : Banc de mesure de Pfahler et al. (1992)

La pression dans cette partie aval du circuit est supposée être égale à la pression atmosphérique. Pour obtenir une mesure précise, un microscope optique est utilisé pour détecter le passage du ménisque.

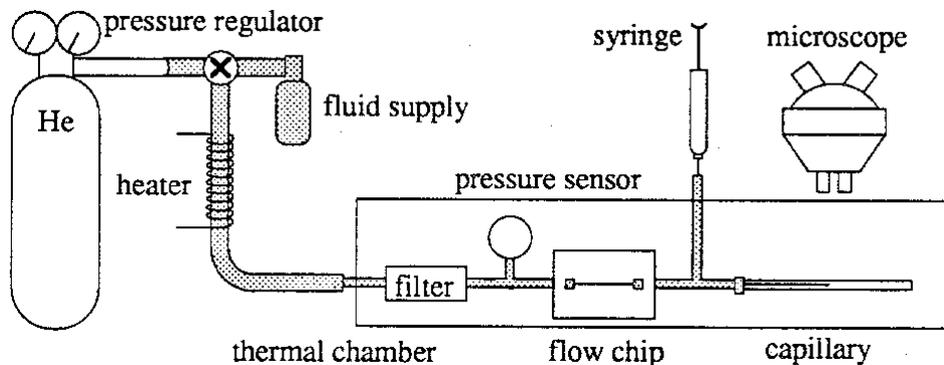


Fig. 2.2-2 : Banc de mesure d'Urbanek et al. (1994)

Le système étant pressurisé à l'aide d'un gaz, il est nécessaire de prévoir un dispositif évitant la dissolution du gaz dans le liquide de test, ce qui aurait pour effet de modifier les caractéristiques du liquide. Pfahler *et al.* (1992) séparent les deux phases à l'aide d'une membrane ; Urbanek *et al.* (1994) chauffent la zone de mélange des deux fluides à une température proche du point d'ébullition du liquide de test, afin de le dégazer. Chaque banc possède aussi une enceinte thermique, qui permet d'éviter les fluctuations de température pendant la durée de la mesure.

Ces systèmes, bien que fonctionnels, ont cependant quelques inconvénients :

- la configuration du banc est de type "ouverte". Le liquide de test est donc en contact avec l'environnement extérieur : il peut dès lors être pollué par des poussières qui modifient la progression du ménisque dans la pipette. Il peut également s'évaporer lors de mesures à température élevée, particulièrement s'il s'agit d'un liquide volatile (éthanol, propanol...). De plus, cette configuration ne permet de réaliser des mesures que dans un seul sens d'écoulement, puisque le liquide ne peut être pressurisé qu'en amont du microsystème. Il est donc nécessaire de démonter tous les microdispositifs qui ont besoin d'être testés dans les deux sens (c'est le cas des microclapets). Ces éléments étant fragiles, les risques d'endommagement augmentent.

- la mesure de débits se faisant dans les deux cas manuellement (déclenchement manuel d'un chronomètre au passage du ménisque), les incertitudes de mesures sont importantes.

- les fuites pouvant être de l'ordre de grandeur des débits mesurés, ces bancs ne comportent pas de système pouvant vérifier la présence de fuites. Il est alors difficile de certifier l'exactitude des mesures.

2.3- Description du banc expérimental.

Nous avons mis au point un banc expérimental de mesures de microdébits liquides en régime permanent, basé sur le principe de mesure par déplacement de ménisque. Il essaie de palier aux problèmes rencontrés sur les bancs d'essais existants et décrits ci-dessus.

Le banc se compose de trois circuits distincts (fig. 2.3-1) :

- *circuit de dégazage* (ligne épaisse),
- *circuit pneumatique de commande* (ligne pointillée).
- *circuit hydraulique de test* (ligne fine),

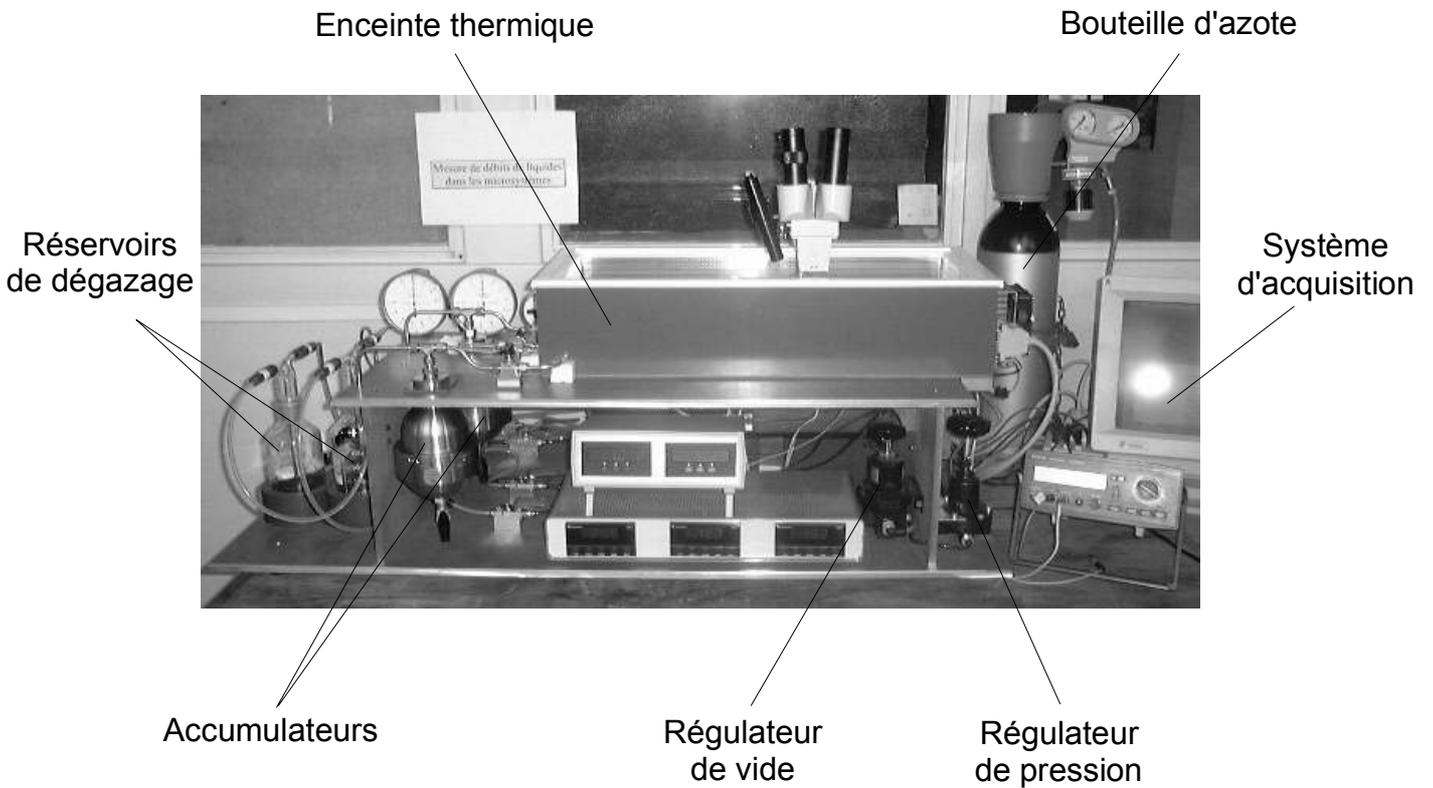
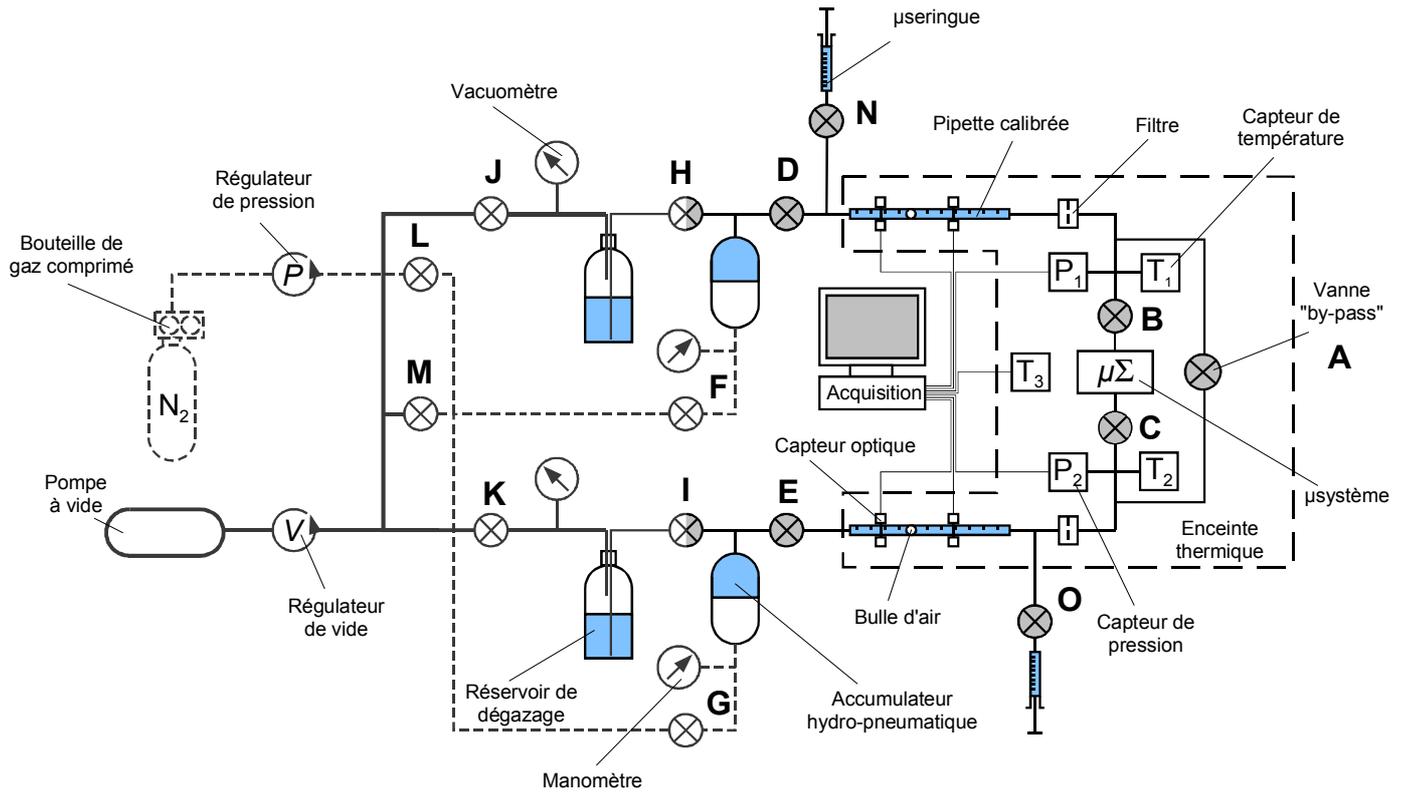


Fig. 2.3-1 : Présentation du banc d'essais

a- Schéma de principe

b- Photo d'ensemble

Le circuit de dégazage permet d'obtenir un liquide dépourvu de toute bulle qui pourrait modifier les caractéristiques de celui-ci. Cette opération est réalisée dans deux réservoirs en verre, placés aux extrémités du circuit de test. Un régulateur de vide de précision, accouplé à une pompe à vide, règle le taux de vide en fonction du liquide à dégazer. Ce circuit simplifie aussi l'opération de remplissage du banc. Celle-ci est réalisée en appliquant le vide à une extrémité, du circuit pour aspirer le liquide directement de l'autre côté, ce qui évite de piéger des microbulles.

Le circuit pneumatique de commande permet la pressurisation du circuit de test par l'intermédiaire de deux accumulateurs hydropneumatiques en acier inoxydable. Ce circuit est alimenté en azote par une bouteille pressurisée (20 MPa), un détendeur de précision réglant la pression indépendamment dans chaque accumulateur, dans une plage de 0 à 0,4 MPa. La transmission de la pression entre le gaz et le liquide est assurée par une membrane souple qui évite la dissolution de l'azote dans le liquide. Cette membrane est en Viton afin d'être compatible avec différents liquides de test. Les accumulateurs, une fois isolés du circuit de commande par l'intermédiaire des vannes F et G, permettent de maintenir des conditions expérimentales constantes durant l'essai (pression de commande). D'une capacité de 500 ml, ils doivent être remplis au maximum de 250 ml de liquide, afin que les variations de volume du gaz pressuriseur, donc les variations de pression, soient négligeables. Ces variations sont typiquement inférieure à 1/250 en valeur relative, le volume déplacé pendant la mesure étant inférieurs à 1 ml, volume des pipettes calibrées. Cette solution est plus économique en azote que celle retenue par Pfahler ou Urbanek, qui consistait à réguler en permanence la pression par l'intermédiaire d'un détendeur à fuites.

Le banc d'essais possède donc un accumulateur de chaque côté du microsystème, ce qui permet de fonctionner selon des configurations variées. En effet, nous pouvons imposer n'importe quelle différence de pression aux bornes de l'élément de test. L'écoulement peut donc se faire dans les deux sens, avec ou sans contre-pression. Nous évitons ainsi le démontage des microdispositifs nécessitant une caractérisation dans les deux sens d'écoulement, contrairement aux bancs d'essais décrits au paragraphe 2.2. Le circuit de test est donc totalement fermé, indépendant des conditions extérieures (pression atmosphérique, poussières). Comme il est entièrement réalisé en acier inoxydable, différents liquides peuvent être utilisés sans risque de corrosion ou d'oxydation. Les éléments à tester pouvant avoir des dimensions caractéristiques de l'ordre du micron, il est nécessaire de filtrer le liquide afin de protéger celui-ci d'éventuels

colmatages. Ce filtrage est assuré par 2 portes-filtres en Inox, comportant chacun une membrane filtrante en PTFE (Téflon) à 0,45 µm, placés de part et d'autre du microsysteme. Des vis de purge en Inox sont prévues sur le circuit, afin d'évacuer les bulles résiduelles pouvant se loger aux points hauts de celui-ci.

Le volume réservé au microsysteme est relativement important, de l'ordre de 100×100×100 mm³. Il permet d'accepter les différents microsystemes et leur montage d'essais.

2.3.1- Moyens de mesures de pression.

Le banc comporte plusieurs sortes de capteurs de pression. Deux manomètres (0-1 MPa) ainsi que deux vacuomètres permettent la mesure de pression, respectivement dans les circuits de commande et de dégazage. Ils sont tous de classe 1 (précision : 1 % de l'étendue de mesure). Cette précision est suffisante pour régler le taux de vide lors du dégazage ou pour pressuriser grossièrement les accumulateurs. La pression en amont et en aval du microsysteme est mesurée plus précisément à l'aide de deux capteurs de pression piézorésistifs Kulite® HKM 375, dont les caractéristiques sont présentées ci-dessous :

<i>Référence capteurs</i>	HKM 375-3,5A
<i>Plage de mesure</i>	0 à 0,35 MPa absolu
<i>Non-linéarité, hystérésis et répétabilité combinées</i>	± 0,1 % de l'étendue de mesure
<i>Sortie pleine échelle</i>	100 mV
<i>Température de fonctionnement</i>	-55°C à +80°C

Ils sont situés sur le banc au niveau des deux blocs en acier inoxydable, sur lesquels vient se connecter le microsysteme par l'intermédiaire de deux minivannes. Celles-ci possèdent un raccord à trois joints toriques de différentes dimensions, qui permettent d'accepter des tubes de raccordement de différents diamètres extérieurs (de 1,3 à 4 mm). Cette solution standardise la connexion du microsysteme au banc d'essais. La mesure de pression se faisant après les tubes

de raccordement, nous supposons leurs pertes de charge négligeables. En effet, dans le cas le plus défavorable (débit volumique maxi de $10^{-7} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$), pour un tube de diamètre intérieur 1 mm et de longueur 100 mm, la chute de pression est d'environ 850 Pa.

Chaque capteur a été étalonné avec sa propre chaîne de mesure pour prendre en compte les erreurs de chaque élément : capteur, conditionneur, afficheur, sortie analogique. Ces capteurs ayant un comportement linéaire, une fois cette linéarité vérifiée, le calage est effectué seulement à l'aide de deux points. Le premier point correspond à la pression atmosphérique (référence : baromètre à mercure), le second représente la pression maximum (référence : manomètre étalon).

2.3.2- Moyens de mesure du débit.

Comme pour la pression, deux systèmes de mesure du débit sont présents sur le banc. L'un en amont, l'autre en aval du microsystème. Ceci permet de vérifier la conservation du débit et donc de déceler d'éventuelles fuites, au niveau du microsystème lui-même ou de son raccordement au circuit de test.

2.3.2.1- Description du système de mesure.

Notre circuit de test étant complètement fermé, il nous est impossible de suivre la progression d'un ménisque représentant l'interface liquide/air ambiant. Nous avons donc besoin d'injecter une bulle d'air (comportant 2 ménisques) dans une pipette calibrée. Les deux pipettes (ASPIN[®]) utilisées sont de classe A+, dont les caractéristiques (longueur et volume de référence L_{ref} et V_{ref}), obtenues en laboratoire pour une température de 20 °C, sont données dans le tableau suivant :

	Référence	$V_{ref} (10^{-6} \text{ m}^3)$	$L_{ref} (10^{-3} \text{ m})$	incertitudes $\Delta V_{ref} (10^{-6} \text{ m}^3)$	incertitudes $\Delta L_{ref} (10^{-3} \text{ m})$
Pipette 1	N° 69678	1,002	180,75	0,005	0,1
Pipette 2	N° 69686	1,001	185,3	0,005	0,1

La mesure du débit volumique est alors obtenue par suivi des bulles d'air dans les pipettes étalons. Celles-ci étant raccordées au circuit de test par l'intermédiaire de raccords Omnifit® en Téflon, nous pouvons les changer afin d'adapter leur volume au débit à mesurer. Initialement, le temps de déplacement de la bulle était obtenu à l'aide d'un chronomètre, que l'on déclenchait manuellement au moment du passage de la bulle devant le repère du réticule d'un microscope. Nous avons rencontré des difficultés avec ce système de mesure, lorsque la vitesse de la bulle était soit très rapide soit très lente. Dans le premier cas, des erreurs importantes étaient dues au temps de réaction du manipulateur lors du passage de la bulle. Dans le second cas, il était très difficile de savoir exactement quand la bulle passait devant le repère de mesure. Finalement, cette solution a été abandonnée, les incertitudes de mesures étant trop importantes et liées au manque de répétabilité de l'opérateur. Elle a été remplacée par une mesure optique. Celle-ci est effectuée par l'intermédiaire de deux capteurs optiques distants d'une longueur l réglable en fonction du débit à mesurer. Ces capteurs, de type Omron® EE-SX4070 à fourches, comportent une photodiode et un phototransistor placés de chaque côté de la pipette (figure 2.3-2). Un faisceau infrarouge d'une largeur de 0,5 mm part de la diode et traverse la pipette. La différence de luminosité que reçoit le phototransistor entre le liquide et l'air permet de détecter le passage de la bulle.

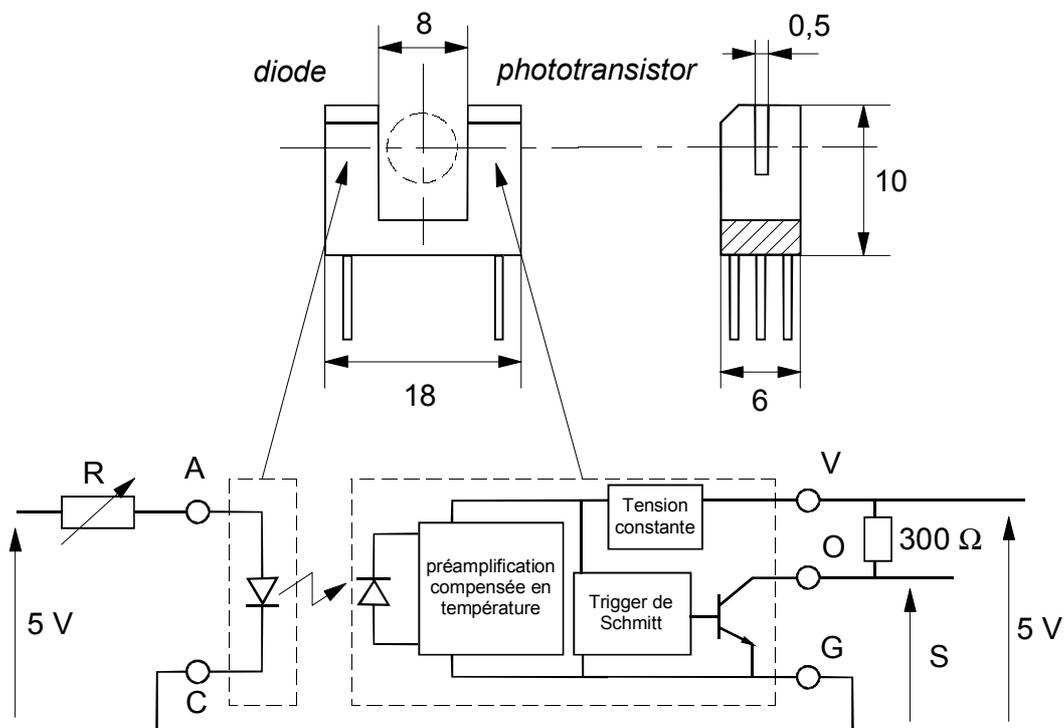


Fig. 2.3-2 : Capteur optique à fourche

Afin de régler indépendamment la luminosité de chaque capteur, il a été ajouté une résistance réglable R . Elle permet l'ajustement du courant qui arrive à chaque diode (courant maxi : 50 mA). Au passage de la bulle, un système d'acquisition enregistre la variation de signal de tension. Un préamplificateur, compensé en température (de $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$ à $+85\text{ }^{\circ}\text{C}$) et couplé à un dispositif de mise en forme (trigger de Schmitt), permet d'obtenir des signaux de type carré avec un temps de réponse de quelques microsecondes (fig. 2.3-3), négligeable devant les temps d'acquisition.

Le signal carré correspond donc au passage de la bulle devant le capteur. Après traitement de celui-ci, nous obtenons les deux valeurs des instants t_1 et t_2 (correspondant au front montant du signal). Le débit volumique est ensuite obtenu par la relation :

$$Q = \frac{lV_{ref}}{L_{ref}} \frac{1}{(t_2 - t_1)} \quad (2-1)$$

où l est la distance entre les deux faisceaux lumineux (mesurée précisément par un microscope binoculaire posé sur une platine de précision), V_{ref} et L_{ref} étant respectivement le volume et la longueur de référence de la pipette étalon.

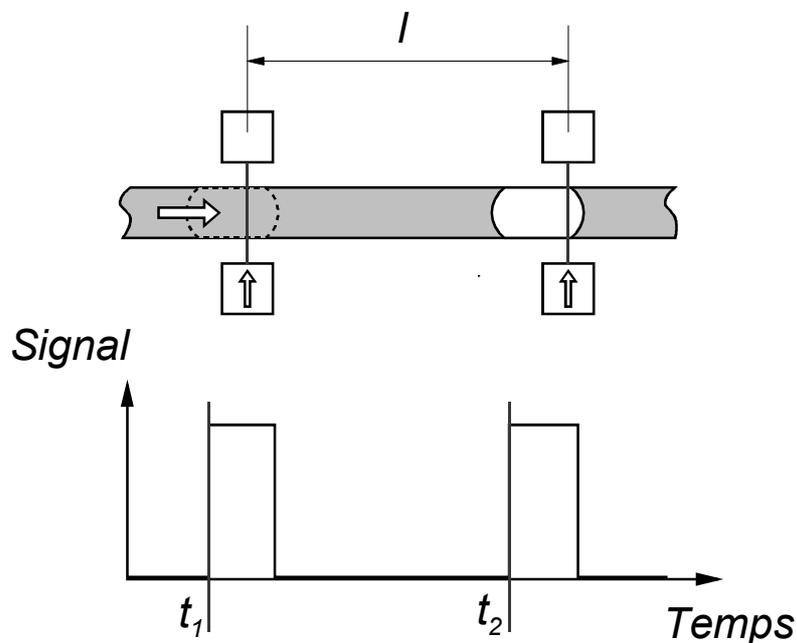


Fig. 2.3-3 : Principe de mesure du débit volumique

Avant d'effectuer la mesure, nous procédons à l'injection des bulles d'air. Pour pouvoir convenablement positionner ces bulles et maîtriser leur volume, il est nécessaire de les injecter directement dans les pipettes. Ceci est réalisé à l'aide d'un microtube connecté à une microseringue, dont le diamètre extérieur (1,8 mm) est suffisamment faible pour passer dans les pipettes.

Le premier système optique adapté sur le banc ne se composait que de deux capteurs par pipette. Même si les résultats étaient satisfaisants, il restreignait les informations à la détermination d'un débit volumique moyen de chaque coté du microsystème. Sur la durée de l'essai, il est cependant important de contrôler l'évolution du débit afin de vérifier que l'écoulement reste permanent.

Nous avons alors conçu un nouveau système de mesure comportant une batterie de douze capteurs optiques sur chaque pipette. Ces capteurs sont distants d'une longueur l constante (environ 10 mm) et étalonnée une fois pour toutes. Cette solution permet d'obtenir onze valeurs de débit. De ce fait, nous pouvons observer les évolutions de l'écoulement au cours du temps. Il est de plus intéressant de mesurer le débit en utilisant non seulement le front montant (F_m) mais aussi le front descendant (F_d) du signal de sortie. De cette façon, les deux ménisques de la bulle sont pris en compte pour la mesure. Ceci nous permet de doubler le nombre de mesures de débits et aussi de contrôler si les deux ménisques de chaque bulle ont la même vitesse. Dans le cas contraire, cela mettrait en évidence des variations de volume de la bulle pendant le test, pouvant être dues par exemple à la dissolution de la bulle dans le liquide, favorisée par de fortes pressions.

Le système amont (qui fournit une mesure notée "débit 1") ainsi que le système aval (qui fournit une mesure notée "débit 2") délivrent donc chacun 22 valeurs distinctes. Les figures 2.3-4 et 2.3-5 présentent deux cas différents d'écoulement. La première met en évidence une diminution du débit moyen représentative d'un écoulement non permanent, ce qui n'est pas le cas dans la seconde où l'écoulement reste permanent. Les ordonnées sont très dilatées, de façon à mettre en évidence ces variations.

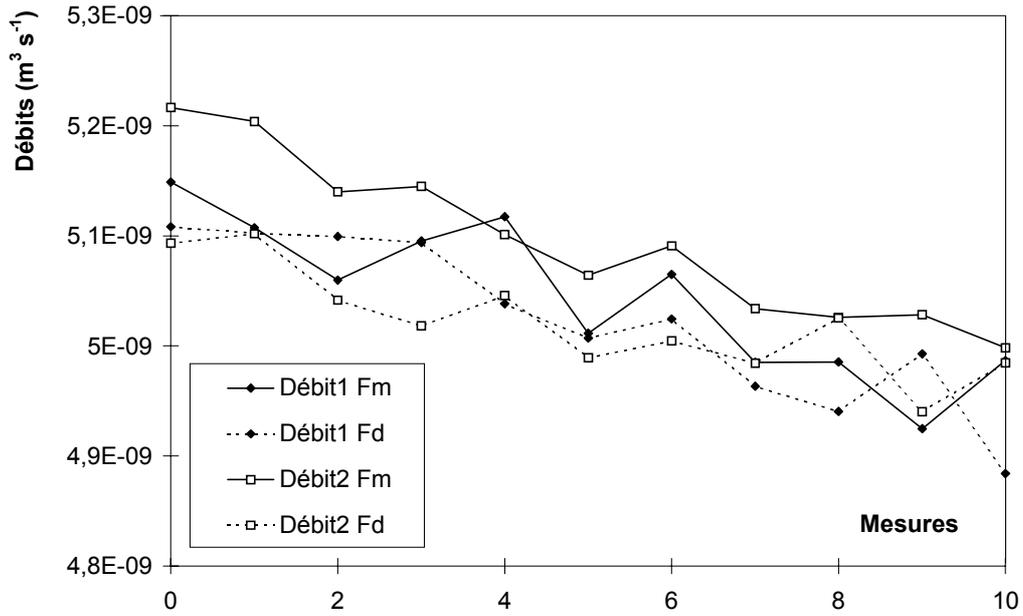


Fig. 2.3-4 : *Ecoulement non-permanent - Débit1 : amont du microsystème
 Débit2 : aval du microsystème
 Fm : front montant du signal
 Fd : front descendant du signal*

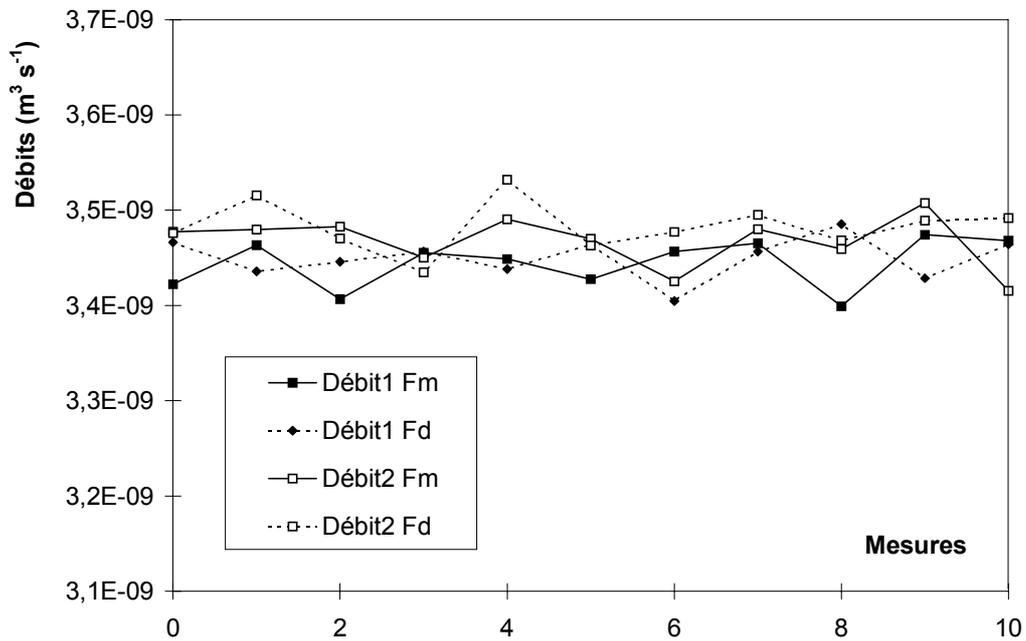


Fig. 2.3-5 : *Ecoulement permanent - Débit1 : amont du microsystème
 Débit2 : aval du microsystème
 Fm : front montant du signal
 Fd : front descendant du signal*

La double mesure du débit permet d'autre part de vérifier un élément fondamental pour la mesure de microdébits : la présence éventuelle de fuites au niveau de la connexion du microsystème. La figure 2.3-6 montre un écart trop important entre les mesures amont et aval, non expliqué par les incertitudes de mesures. Les fuites sont dans ce cas de l'ordre de $10^{-10} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$. Cette double mesure est très importante, puisqu'elle permet d'observer des fuites indécélables par des moyens conventionnels.

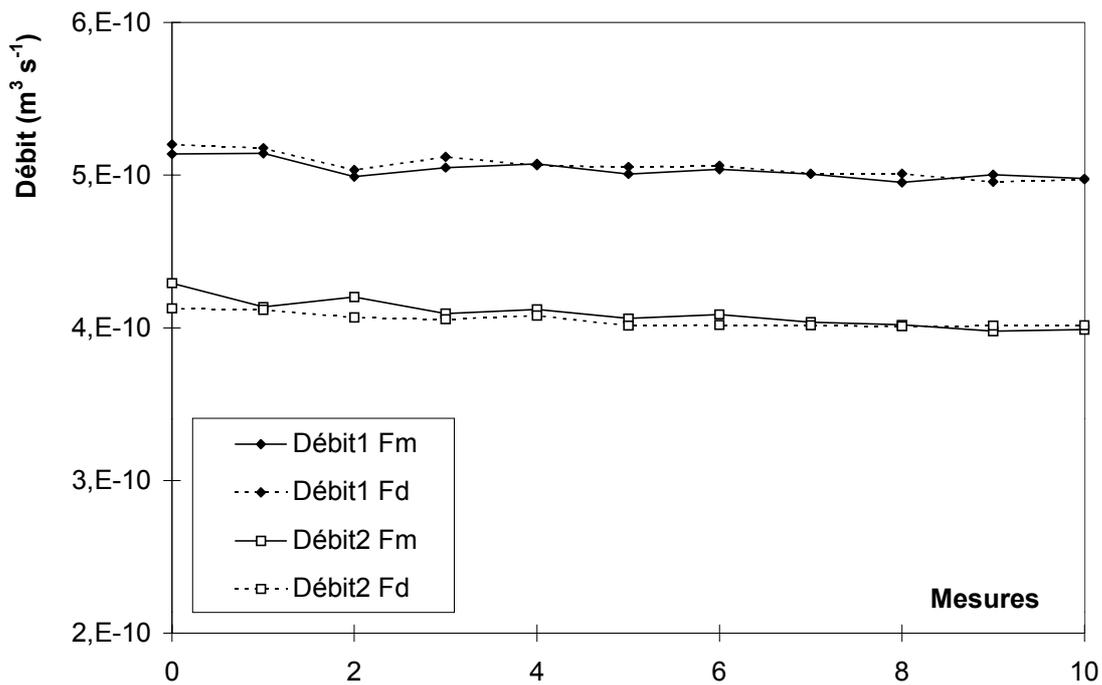


Fig. 2.3-6 : Présence de fuites lors de la mesure - Débit1 : amont du microsystème
 Débit2 : aval du microsystème
 Fm : front montant du signal
 Fd : front descendant du signal

2.3.2.2- Etalonnage.

L'étalonnage du système initial de mesure, composé de deux capteurs seulement, consistait à mesurer la distance entre les deux faisceaux à partir de repères (flèches) incrustés dans le corps en plastique des capteurs. Cet étalonnage grossier, puisqu'il ne représentait pas réellement la distance entre les faisceaux mais uniquement la position des corps des capteurs, permettait d'obtenir des résultats satisfaisants avec des répétabilités sur les mesures de débit de

l'ordre de 5 % à 10%. Ce système nécessitait cependant un nouvel étalonnage chaque fois que la distance entre les capteurs changeait, pour s'adapter aux débits à mesurer.

Dans la deuxième configuration (système multi-capteurs), les différents capteurs (distants d'environ 10 mm) restent immobiles les uns par rapport aux autres. De ce fait, un seul étalonnage est nécessaire. Nous avons essayé cette fois-ci de mesurer directement les distances entre les faisceaux lumineux, afin de diminuer les incertitudes de mesures. Pour cela, le système multi-capteurs est placé sur une platine de précision à lecture numérique du déplacement (précision : 0,01 mm). Une pipette, contenant une bulle d'air et identique à celle présente sur le système de mesure, est fixée par rapport au bâti. Le déplacement longitudinal du système multi-capteur permet à la bulle de passer devant tous les capteurs, le signal étant simultanément enregistré. Il suffit alors d'associer à chaque changement d'état du signal de sortie une distance l_i , représentant la distance entre le faisceau du capteur i qui vient de se déclencher et celui du capteur 0 qui sert d'origine de mesure (fig. 2.3-7).

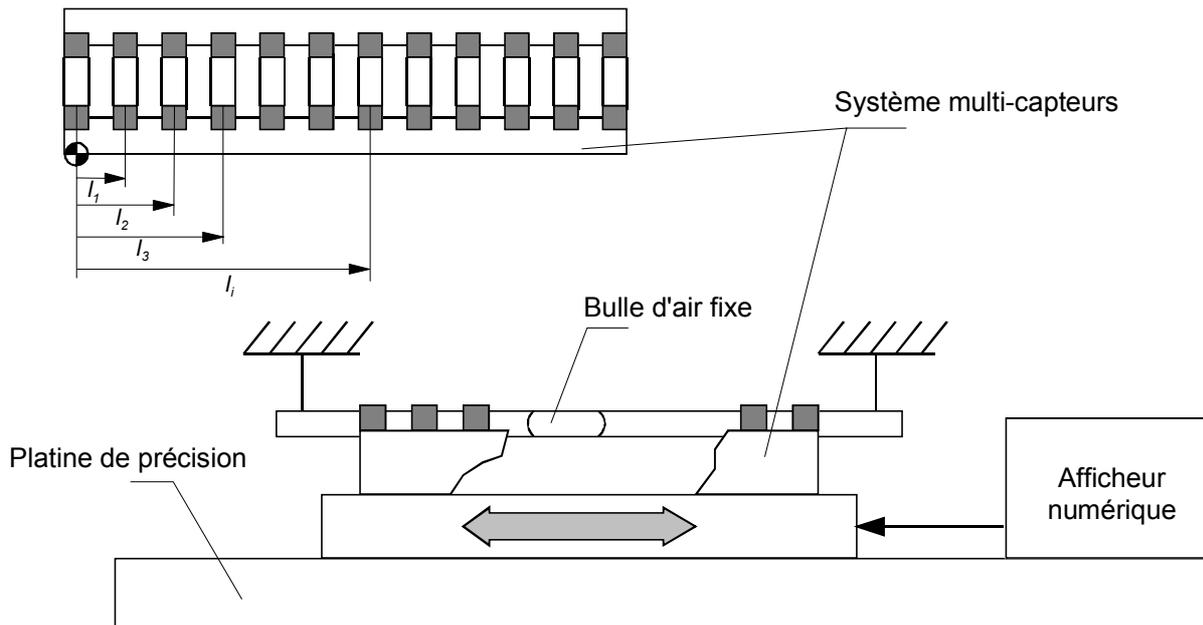


Fig. 2.3-7 : Etalonnage du système multi-capteurs

Nous avons cependant observé pendant cet étalonnage des écarts significatifs sur les distances mesurées en fonction du sens de déplacement du système multi-capteurs. Pour comprendre ces écarts, il faut s'intéresser de près au fonctionnement des capteurs. Ceux-ci ne se déclenchent pas lorsque le faisceau est totalement obturé mais à partir d'un seuil de luminosité donné. Des essais constructeurs mettent en évidence ce comportement. La distance d (fig. 2.3-8), qui représente

la largeur d'un obstacle nécessaire pour déclencher le capteur, est mesurée en fonction de l'intensité du courant alimentant la photodiode. Nous pouvons constater que plus le courant augmente, plus la luminosité de la diode est importante et plus la surface visible du phototransistor, nécessaire pour le déclenchement, est faible. Pour une largeur de capteur de 6 mm, une largeur de faisceau de 0,5 mm, et des intensités de 4 ; 7 et 15 mA, les distances typiques d valent respectivement 2,9 ; 3,06 et 3,16 mm. Ces capteurs n'ont pas un fonctionnement symétrique, puisque le déclenchement se s'effectue pas au milieu du faisceau. Ce comportement non symétrique et le fait que les capteurs soient alimentés séparément imposent donc d'effectuer un étalonnage distinct suivant les deux sens de passage de la bulle. De plus, même si les conditions d'alimentation étaient rigoureusement identiques pour tous les capteurs, il existerait un écart type de l'ordre de 0,1 mm sur la mesure de d (fig. 2.3-9). Cet écart, obtenu sur un échantillon de 50 capteurs, est directement liée à la conception de ceux-ci . Les différents éléments actifs sont "clipés" dans le corps du capteur en plastique, introduisant alors un jeu de montage dont la valeur est du même ordre de grandeur.

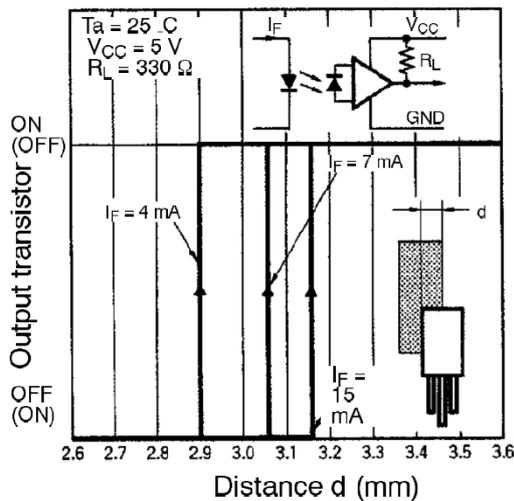


Fig. 2.3-8 : Influence de la luminosité sur le déclenchement du capteur¹

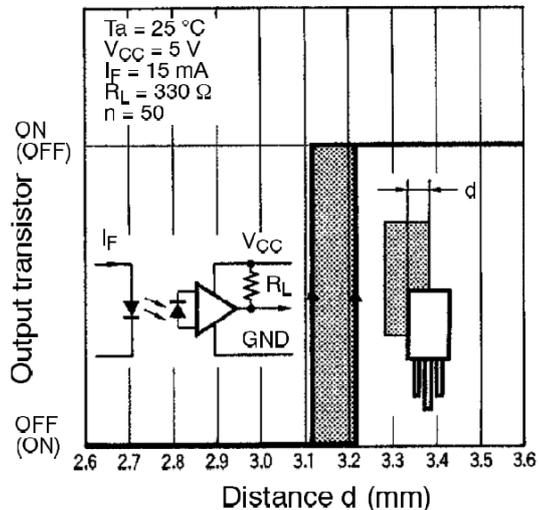


Fig. 2.3-9 : Ecart type sur la valeur de d ¹

Ainsi, les écarts de mesures entre les deux sens peuvent atteindre plus de 0,4 mm, lorsque l'obstacle est parfaitement opaque, la frontière parfaitement définie. Pour notre système de mesure, où la frontière est courbe puisqu'elle représente le ménisque de la bulle, nous avons obtenu des écarts moyens respectivement de 0,19 mm et 0,23 mm pour les deux systèmes. La

¹ Notice technique capteurs EE-SX30770/4070 (www.omron.com)

répétabilité des mesures est, selon le constructeur, égale à 0,01 mm pour un obstacle parfait (fig. 2.3-10). Du fait des changements potentiels de la géométrie du ménisque (rayon de courbure) ou de la luminosité ambiante, nous estimons la justesse de nos mesures à 0,1 mm, soit 1% de la distance entre les capteurs.

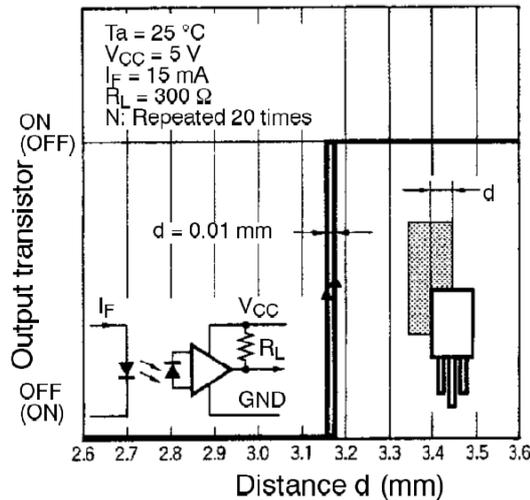


Fig. 2.3-10 : Répétabilité des mesures¹

2.3.3- Régulation en température.

Le système multi-capteurs positionné sur une pipette de 1 ml couvre 60 % de son volume total, soit 0,6 ml. Le volume restant sert à positionner la bulle d'air et à éviter les régimes transitoires, en laissant le régime permanent s'établir avant le déclenchement du premier capteur. Pour des débits allant de 10^{-7} à $10^{-13} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$, le temps de mesure, c'est-à-dire le temps pour que la bulle passe devant tous les capteurs, varie de quelques secondes à plusieurs heures. Dans ce dernier cas, il est nécessaire que les conditions de test restent constantes afin de maintenir un écoulement permanent. Nous avons supposées négligeables les variations de pression dues à la variation de volume dans l'accumulateur. Il faut aussi que les caractéristiques du fluide et en particulier sa viscosité, restent constantes. Pour un fluide newtonien, la viscosité varie en fonction de la pression et de la température, mais l'influence de la pression est négligeable devant celle de la température pour de faibles pressions (dans notre cas 0,35 MPa au maximum). Il est alors nécessaire de maintenir constante la température durant le test ou une campagne d'essais, afin de ne pas faire varier la viscosité du fluide. L'utilisation d'une enceinte

thermique s'avère donc indispensable et permet aussi de réaliser des mesures à différentes températures de consigne. Ceci est intéressant pour tester dans les conditions réelles d'utilisation certains microsytèmes, comme par exemple divers microdispositifs biomédicaux qui sont appelés à fonctionner à 37 °C.

2.3.3.1- Bancs existants.

Les bancs d'essais décrits plus haut présentent tous les deux une enceinte thermique. Pfahler *et al.* (1992) utilisent simplement un réservoir d'eau dans lequel sont plongés le microsytème et les systèmes de mesure. Ceci permet d'atténuer les fluctuations de température de l'air ambiant durant la mesure. Cependant, ce bain ne disposant pas de système de régulation, les essais ne peuvent être faits qu'à température ambiante.

Urbanek *et al.* (1994) ont développé une enceinte plus complexe (fig. 2.3-11).

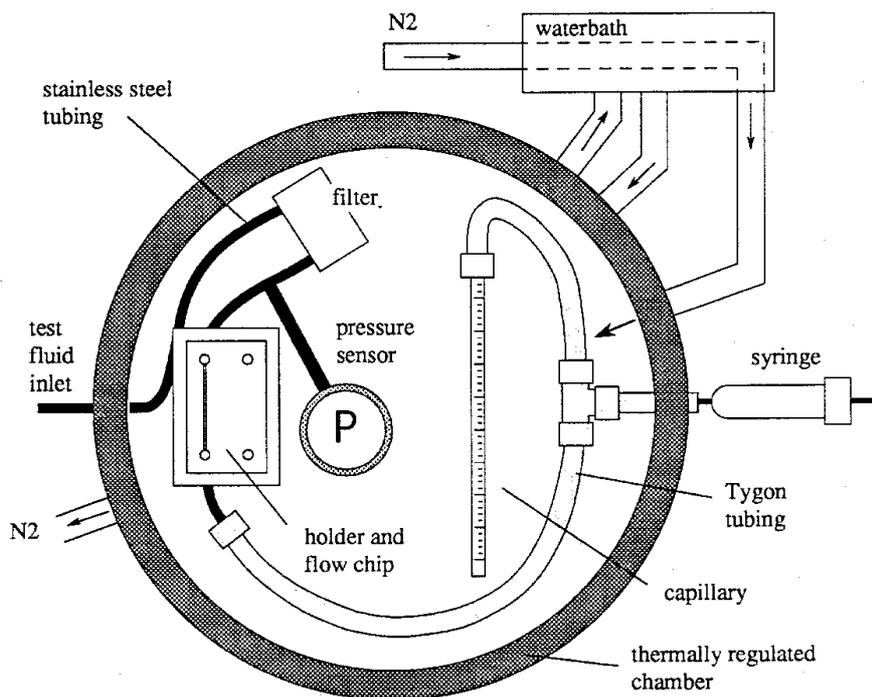


Fig. 2.3-11 : Enceinte thermique
Urbanek *et al.* (1994)

Elle englobe le microsystème et les différents systèmes de mesure. Elle est constituée d'un socle et de parois latérales en cuivre, dans lesquelles circule de l'eau régulée en température. Une plaque en verre sert de couvercle et permet la visualisation du ménisque. L'ensemble est isolé par l'intermédiaire de feuilles d'aluminium et de polystyrène. Afin d'uniformiser au mieux la température à l'intérieur de l'enceinte, une circulation d'azote est utilisée. Le gaz est mis à la même température que l'eau à l'aide d'un système de contrôle de température (NESLAB RTE-100). Dans ces conditions, la température de test peut être réglée dans une plage allant de 0 à 85 °C.

2.3.3.2- Enceinte thermique.

Notre enceinte thermique (fig. 2.3-12) est prévue pour englober la partie principale du circuit de test comprenant le microsystème, les pipettes de mesure, les capteurs de pression et de température.

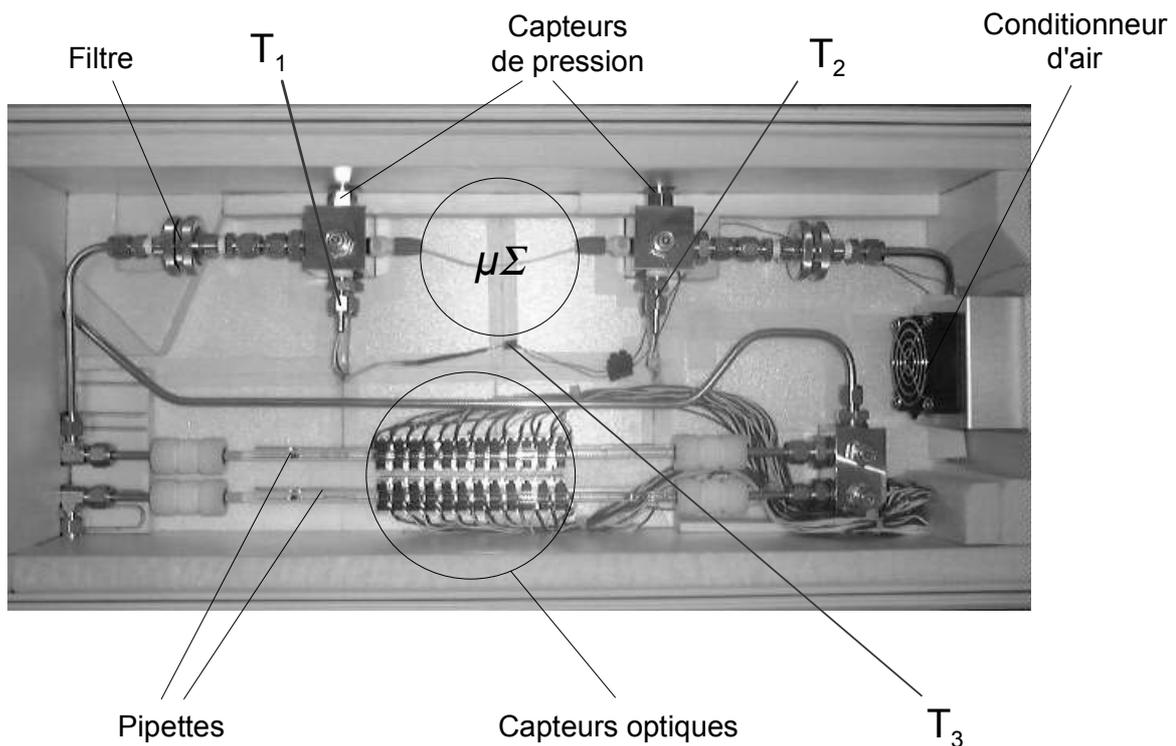


Fig. 2.3-12 : Enceinte thermique

Le fluide n'est cependant pas rigoureusement à la même température dans tout le circuit de test, puisque les accumulateurs sont externes. Pour éviter l'influence de ce front de température sur l'écoulement dans le microsystème, l'enceinte thermique doit avoir des dimensions assez

importantes. Ainsi, le fluide a le temps de se mettre en température suffisamment loin du microsystème. Nous avons choisi de réguler la température sur une plage allant grossièrement de 10°C à 50 °C.

Dans les bancs cités dans la littérature, différents fluides sont utilisés pour la régulation (hélium, azote, air, eau ...). Les liquides ont l'avantage de mieux homogénéiser la température, mais le contrôle de celle-ci est plus délicat du fait de l'inertie thermique. De plus, il est dans ce cas impératif de concevoir une enceinte parfaitement étanche, ce qui est difficile lorsqu'il existe des connections avec l'environnement extérieur (passages de tubes, de fils électriques...). De plus, les capteurs optiques utilisés ne supportent pas un environnement liquide. Nous avons donc réalisé une régulation à l'air. Pour que la température soit la plus uniforme possible, un système de ventilation permettant un brassage de l'air dans l'enceinte a été prévu. Deux sondes (dont T₃ positionnée près du microsystème) permettent de vérifier cette l'homogénéité de la température. Nous avons placé en amont et en aval du microsystème deux autres sondes PT 100 (T₁ et T₂) afin de mesurer la température du liquide aux bornes du microsystème. Ces capteurs sont placés en vis-à-vis des capteurs de pression. Les conditions expérimentales sont donc toutes mesurées au même endroit. Un capteur supplémentaire (thermistance) est rattaché au module de régulation et permet le contrôle de la température de consigne.

Les caractéristiques de ces différents capteurs sont présentées dans le tableau suivant :

	<i>Capteur T1 et T2</i>	<i>Capteur T3</i>	<i>Capteur de régulation</i>
<i>Références</i>	S614PDZ12 (Minco®)	S651PDZ24A (Minco®)	TCS610 (Wavelength®)
<i>Type</i>	Pt 100 Ω (± 0,12% à 0°C) Classe B (norme IEC 751)	Pt 100 Ω (± 0,12% à 0°C) Classe B (norme IEC 751)	Thermistance 10 kΩ
<i>Tolérances</i>	± 0,3 °C à 0°C	± 0,3 °C à 0°C	-
<i>Temps de réponse</i>	2 s	0,15 s	-
<i>Dimensions</i>	φ 4,8 × 61 mm ²	7,6 × 7,6 × 0,7 mm ³	-

Les parois de l'enceinte sont réalisées en polychlorure de vinyle (PVC) afin d'obtenir un bon compromis entre rigidité et isolation thermique (conductivité thermique $\lambda_{PVC} = 0,16 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$). L'isolation est renforcée par une couche de polystyrène expansé ($\lambda_{poly} = 0,025 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$) sur

toutes les parois latérales ainsi que sur le fond de l'enceinte. Pour pouvoir convenablement suivre la progression de l'essai, il est nécessaire de visualiser les mouvements des bulles d'air. C'est pourquoi nous avons adapté un couvercle transparent en verre double vitrage ($\lambda_{\text{verre}} = 1,2 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$; $\lambda_{\text{air}} = 0,024 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$).

Dans cette configuration, il était nécessaire de caractériser les pertes de chaleur à travers les différentes parois, afin de déterminer au mieux les dimensions et la puissance du module de régulation. Le flux de chaleur ϕ échangé entre l'air de l'enceinte (T_{∞_1}) et l'air ambiant (T_{∞_2}) est fonction des caractéristiques de chaque paroi (conductivité thermique λ_i , épaisseur e_i) et des coefficients d'échange convectif libre (h_i). La figure 2.3-13 montre l'évolution de la température à travers une paroi composée de différents matériaux homogènes. Le problème étant unidimensionnel, la conservation du flux en régime permanent se traduit par l'égalité des différents flux (convectif ou conductif).

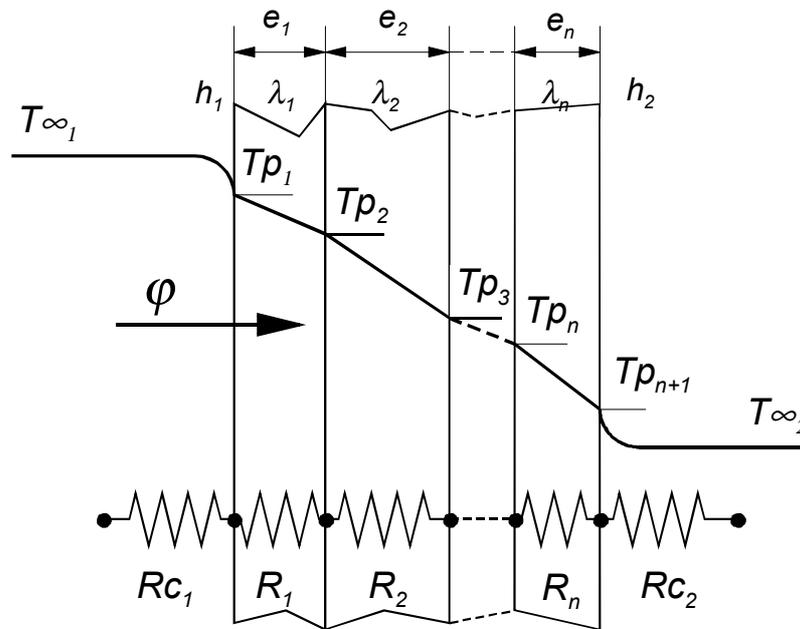


Fig. 2.3-13 : Evolution de la température à travers une paroi de l'enceinte

Nous pouvons ainsi écrire la puissance thermique traversant une surface d'aire S sous la forme :

$$\Phi = \phi S = (T_{\infty_1} - T_{p_1})h_1 S = \lambda_1 \frac{T_{p_1} - T_{p_2}}{e_1} S = \dots = \lambda_n \frac{T_{p_n} - T_{p_{n+1}}}{e_n} S = (T_{p_{n+1}} - T_{\infty_2})h_2 S \quad (2-2)$$

ou encore :

$$\Phi = \frac{T_{\infty_1} - T_{p_1}}{1/(h_1 S)} = \frac{T_{p_1} - T_{p_2}}{e_1/(\lambda_1 S)} = \dots = \frac{T_{p_n} - T_{p_{n+1}}}{e_n/(\lambda_n S)} = \frac{T_{p_{n+1}} - T_{\infty_2}}{1/(h_2 S)} \quad (2-3)$$

Par analogie électrique, nous pouvons alors définir des résistances convectives R_{c_i} et conductives R_i , nous permettant d'écrire simplement :

$$\Phi = \frac{T_{\infty_1} - T_{\infty_2}}{R_{c_1} + R_1 + R_2 + \dots + R_n + R_{c_2}} \quad (2-4)$$

avec $R_{c_i} = \frac{1}{h_i S}$ et $R_i = \frac{e_i}{\lambda_i S}$.

Dans notre cas, l'équation 2-4 concerne les parois latérales, le couvercle en verre, ainsi que le fond de l'enceinte. Pour fixer les ordres de grandeurs, nous envisageons le cas où la température à l'intérieur de l'enceinte atteint 50°C pour une température extérieure ambiante de 25°C. Les dimensions intérieures de l'enceinte, représentant le volume d'air régulé, ont été mesurées et valent 572(L)×215(P)×110(H) mm³. Les parois se composant de deux couches de matériaux (PVC + Polystyrène expansé), le calcul des pertes de chaleur s'écrit :

$$\Phi_{\text{parois}} = \frac{2(T_{\infty_1} - T_{\infty_2})(LH + PH)}{\frac{2}{h_{\text{air}}} + \frac{e_{\text{pvc}}}{\lambda_{\text{pvc}}} + \frac{e_{\text{poly}}}{\lambda_{\text{poly}}}} \quad (2-5)$$

avec $T_{\infty_1} = 50^\circ\text{C}$; $T_{\infty_2} = 25^\circ\text{C}$

$e_{\text{pvc}} = 10 \text{ mm}$; $e_{\text{poly}} = 20 \text{ mm}$

$\lambda_{\text{pvc}} = 0,16 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$; $\lambda_{\text{poly}} = 0,025 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$

$h_1 = h_2 = h_{\text{air}} = 10 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$

$$\Phi_{\text{parois}} = 4,1 \text{ W}$$

Pour le fond de l'enceinte, seules la surface d'échange et les épaisseurs des constituants diffèrent, d'où :

$$\Phi_{\text{fond}} = \frac{(T_{\infty_1} - T_{\infty_2})LP}{\frac{2}{h_{\text{air}}} + \frac{e_{\text{pvc}}}{\lambda_{\text{pvc}}} + \frac{e_{\text{poly}}}{\lambda_{\text{poly}}}} \quad (2-6)$$

avec : $e_{\text{pvc}} = 4 \text{ mm}$; $e_{\text{poly}} = 2 \text{ mm}$

$$\Phi_{\text{fond}} = 10,1 \text{ W}$$

Le double vitrage du couvercle se compose de deux plaques de verre séparées par une épaisseur d'air. Nous supposons l'effet conductif prépondérant dans la lame d'air :

$$\Phi_{\text{couvercle}} = \frac{(T_{\infty_1} - T_{\infty_2})LP}{\frac{2}{h_{\text{air}}} + \frac{2e_{\text{verre}}}{\lambda_{\text{verre}}} + \frac{e_{\text{air}}}{\lambda_{\text{air}}}} \quad (2-7)$$

avec : $T_{\infty_1} = 50^\circ\text{C}$; $T_{\infty_2} = 25^\circ\text{C}$

$e_{\text{verre}} = 4 \text{ mm}$; $e_{\text{air}} = 6 \text{ mm}$

$\lambda_{\text{verre}} = 1,2 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$; $\lambda_{\text{air}} = 0,026 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$

$$\Phi_{\text{couvercle}} = 7 \text{ W}$$

La puissance thermique totale dissipée est donc approximativement de 22 W. Au vu des épaisseurs des parois du fond de l'enceinte, il est évident que l'isolation est la moins efficace à cet endroit.

La plage de température choisie impose de concevoir un système de régulation capable de chauffer ou de refroidir l'air de l'enceinte. Nous avons alors choisi d'utiliser un module de régulation à effet Peltier (fig. 2.3-14).

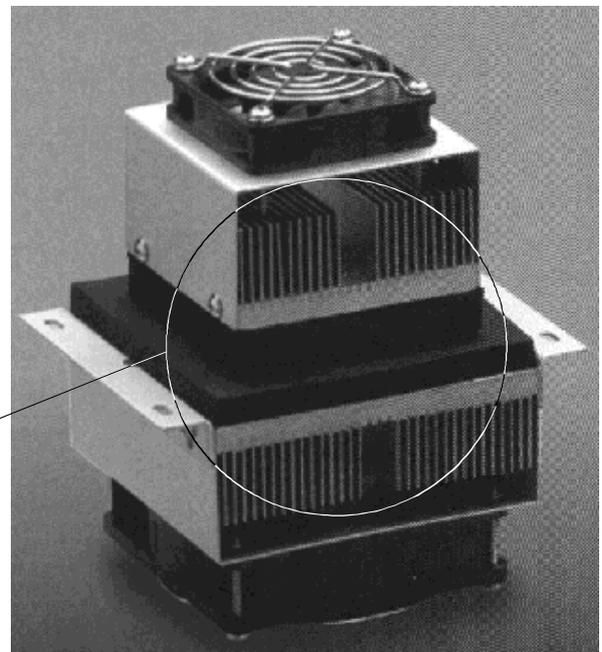
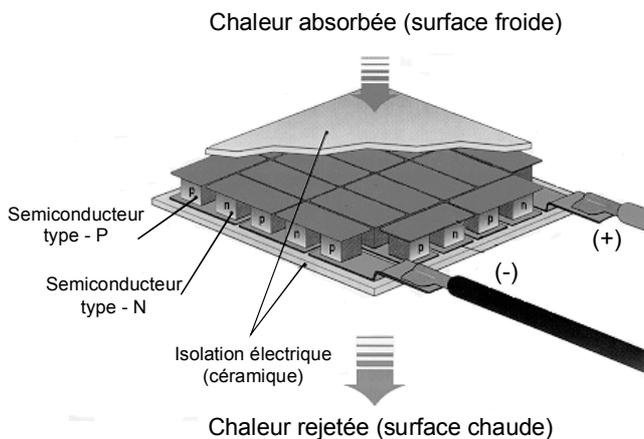


Fig. 2.3-14 : Conditionneur d'air à effet Peltier

Ce dispositif thermoélectrique est formé d'une série de matériaux semi-conducteurs de types P et N pris en sandwich entre 2 plaques de céramique. La céramique apporte la rigidité et l'isolation électrique nécessaires. Les couples d'éléments P-N sont disposés électriquement en série. Lorsqu'un courant est appliqué aux bornes du module, le transfert d'électrons entre N et P s'accompagne d'un transfert d'énergie sous forme de chaleur. Cette chaleur est absorbée d'un côté (surface froide) et est rejetée de l'autre (surface chaude). L'effet Peltier est totalement réversible. Ainsi, en fonction du sens du courant d'alimentation, les surfaces du module peuvent être soit chaudes, soit froides, permettant un contrôle efficace de la température de l'enceinte. Afin d'améliorer le rendement du système, ce module est assemblé avec deux échangeurs à ailettes munis de ventilateurs. Le transfert de chaleur avec l'air se fait alors par convection forcée et permet l'évacuation des calories au niveau du module, afin de maintenir une différence de température optimale entre les deux surfaces (typiquement de 60 °C). L'ensemble constitue le conditionneur d'air complet. Compte tenu des calculs d'échanges thermiques et de l'encombrement disponible, notre choix s'est porté sur le conditionneur d'air MAA070T-12 (Melcor[®]) dont les caractéristiques sont données dans le tableau suivant :

<i>Référence</i>	MAA070T-12
<i>Puissance (maxi)</i>	21 W
<i>Tension (maxi)</i>	± 12 V
<i>Courant (maxi)</i>	± 4,9 A
<i>Dimensions</i>	102×140×165 mm ³

Il est couplé à un régulateur spécifique MPT 5000 (Wavelength[®] Electronics). Celui-ci commande directement dans les deux sens le module à effet Peltier. Nous pouvons régler sur celui-ci la température de consigne ainsi que le gain de la boucle de contrôle Proportionnel-Intégral-Dérivé (PID). Pour une température de consigne de 37°C, la figure 2.3-15 montre l'influence du gain du PID sur les fluctuations de température dans l'enceinte thermique (T_3) et donc sur les possibilités de la régulation.

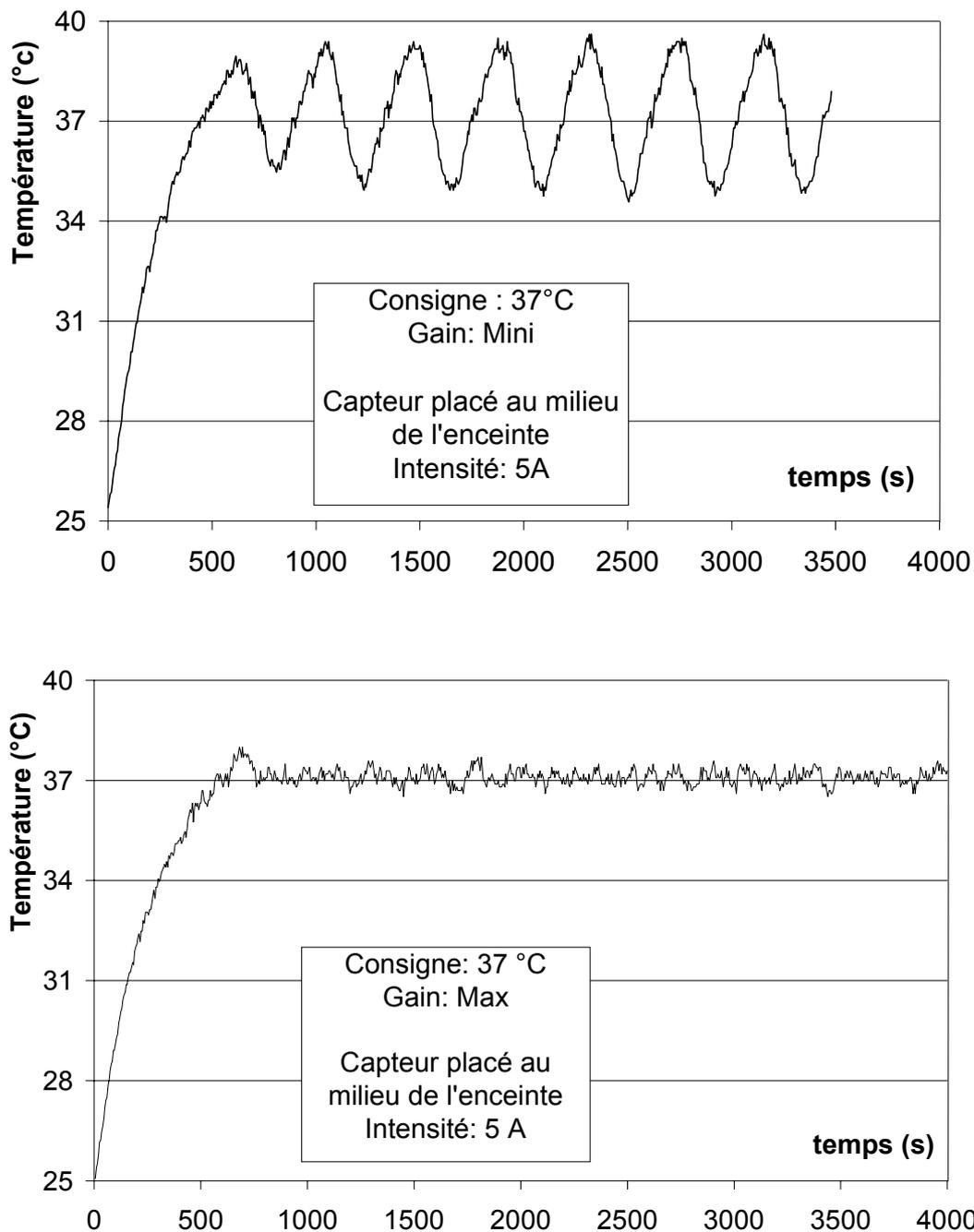


Fig 2.3-15 : Influence du réglage du gain sur la stabilité de la température

Pour un gain réglé au minimum, nous avons des variations de température de l'ordre de 4°C par rapport à la température de consigne. Il est donc souhaitable de régler le gain du PID à sa valeur maximum afin de minimiser ces fluctuations. Au vu de ces résultats, on peut penser que le

terme gain, employé par le constructeur, n'est pas judicieux. En effet, ce réglage doit certainement jouer sur l'ensemble des paramètres de la boucle PID.

Les différents capteurs et leur chaîne de mesure ont été étalonnés simultanément dans un bain d'eau thermostatée dans une plage de 0 à 90°C, à l'aide d'une sonde étalon de précision 0,1°C.

La figure 2.3-16 présente les courbes de conversion :

- pour T_1 (sonde à l'amont du microsystème) : $T_1 (^{\circ}\text{C}) = 16,1 S_1 - 50,322$;
- pour T_2 (sonde à l'aval du microsystème) : $T_2 (^{\circ}\text{C}) = 16,025 S_2 - 40,434$;
- pour T_3 (sonde à l'intérieur de l'enceinte) : $T_3 (^{\circ}\text{C}) = 27,1 S_3 - 50,322$.

avec S_i : signal mesuré en Volts pour la sonde T_i .

Les performances de la régulation ont ensuite été estimées en réalisant différents paliers de température (fig. 2.3-17). Pour une température ambiante de 27°C, les températures limites dans l'enceinte sont 14°C et 49°C, ce qui permet de réguler convenablement la température dans une plage de 15°C à 45 °C. De plus, la stabilité de celle-ci est satisfaisante dans le temps, quelles que soient les variations de température ambiante. Ceci permet d'effectuer des mesures de longue durée, ou des séries de mesures à température constante avec des écarts maximum de l'ordre de 0,2°C.

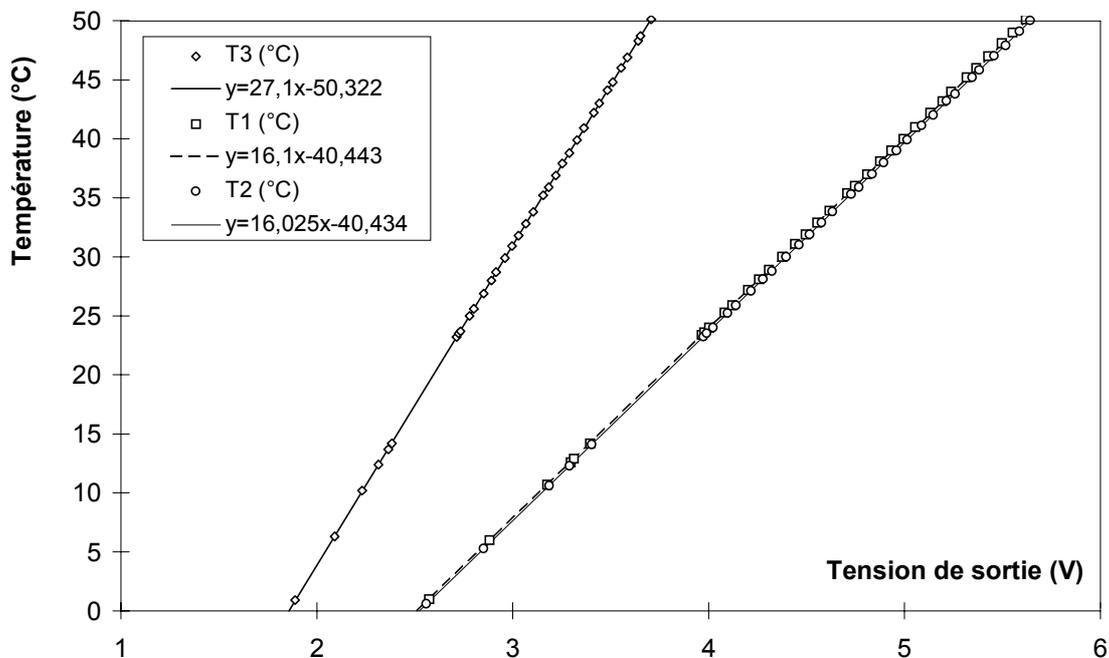


Fig. 2.3-16 : Etalonnage des capteurs de température

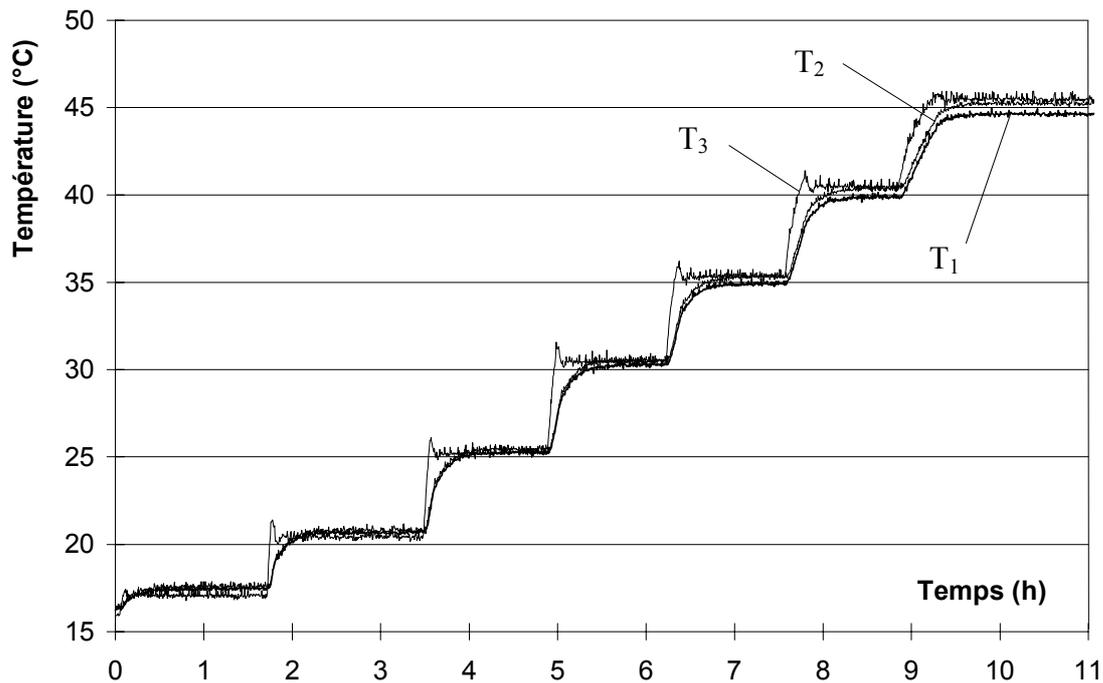
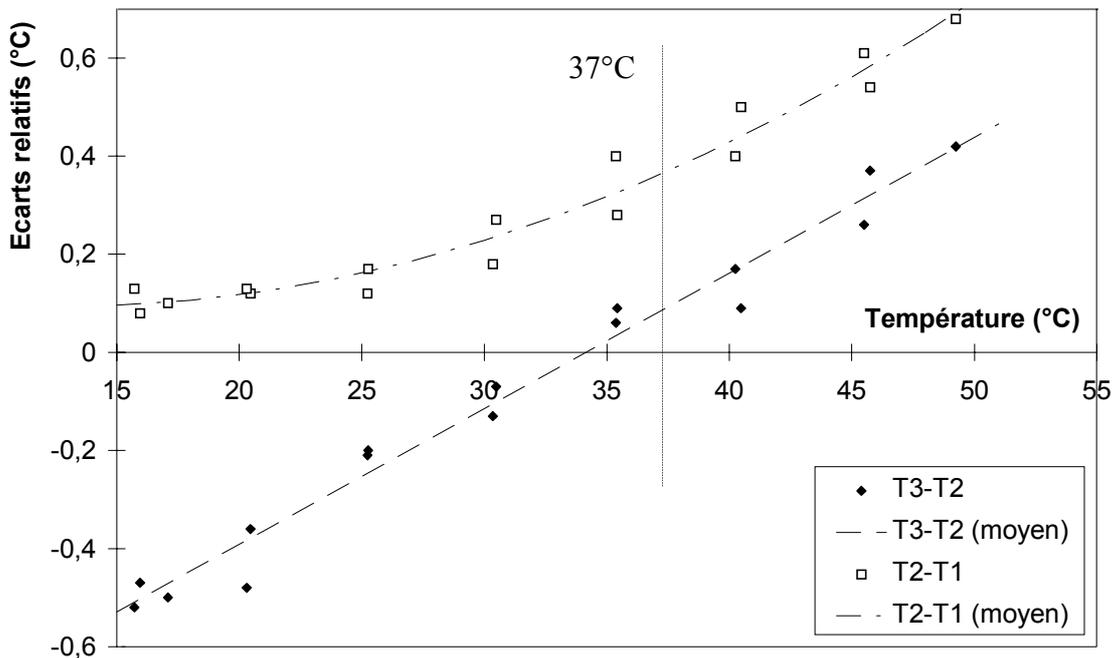


Fig. 2.3-17 : Plage de régulation (température ambiante 27°C)

Pour les températures limites, nous pouvons constater un léger écart entre les mesures de chaque capteur. Ces écarts peuvent être dus à l'étalonnage des capteurs, ou plus vraisemblablement à l'homogénéité de la température dans l'enceinte. En effet, les écarts $T_2 - T_1$ (fig. 2.3-18), qui représentent les différences de température du liquide de chaque côté du microsystème, sont de plus en plus importants en fonction de la température. Le capteur T_1 étant plus éloigné de la source chaude, la température à cet endroit semble être légèrement inférieure. Les écarts maximum mesurés sont cependant inférieurs à 1°C. De même, la différence de mesure entre la température de l'air dans l'enceinte et celle du liquide ($T_3 - T_2$) varie en fonction de la température de consigne. Pour les faibles températures, les écarts maximum sont de l'ordre de 0,5°C. La température du liquide est alors supérieure à celle de l'air. Pour les hautes températures, ces écarts s'inversent et sont de l'ordre de 0,3°C. Ce comportement semble montrer les limites d'isolation de l'enceinte thermique pour les températures extrêmes. Cependant, ces écarts restent relativement faibles (de l'ordre de grandeur des précisions des capteurs). Nous pouvons donc considérer le fonctionnement de l'enceinte convenable dans la plage de température 15°C à 45°C.

Fig. 2.3-18 : *Ecart de mesure des différentes températures*

Pour les études de microdispositifs biomédicaux, les conditions réelles de fonctionnement peuvent donc être simulés sur le banc (mesures à 37°C). Nous nous sommes alors intéressés à l'évolution temporelle de la mesure de chaque capteur pour cette température de consigne (fig. 2.3-19). Nous constatons qu'il faut environ 1 heure 20 minutes pour que la température soit stabilisée et homogène dans l'enceinte et le circuit de test, en partant de la température ambiante. Les écarts sont alors de 0,1 °C entre les deux mesures aux bornes du microsysteme (T_2-T_1), et de 0,3 °C entre la température de l'air et du liquide (T_3-T_2). Ces écarts sont assez faibles pour qu'on puisse estimer que la température de test est uniforme et constante dans l'enceinte thermique. Cette température subit ensuite peu de fluctuations. Le système met sensiblement le même temps pour revenir à la température ambiante. Ceci montre un bon fonctionnement de la régulation pour la montée mais aussi pour la descente en température.

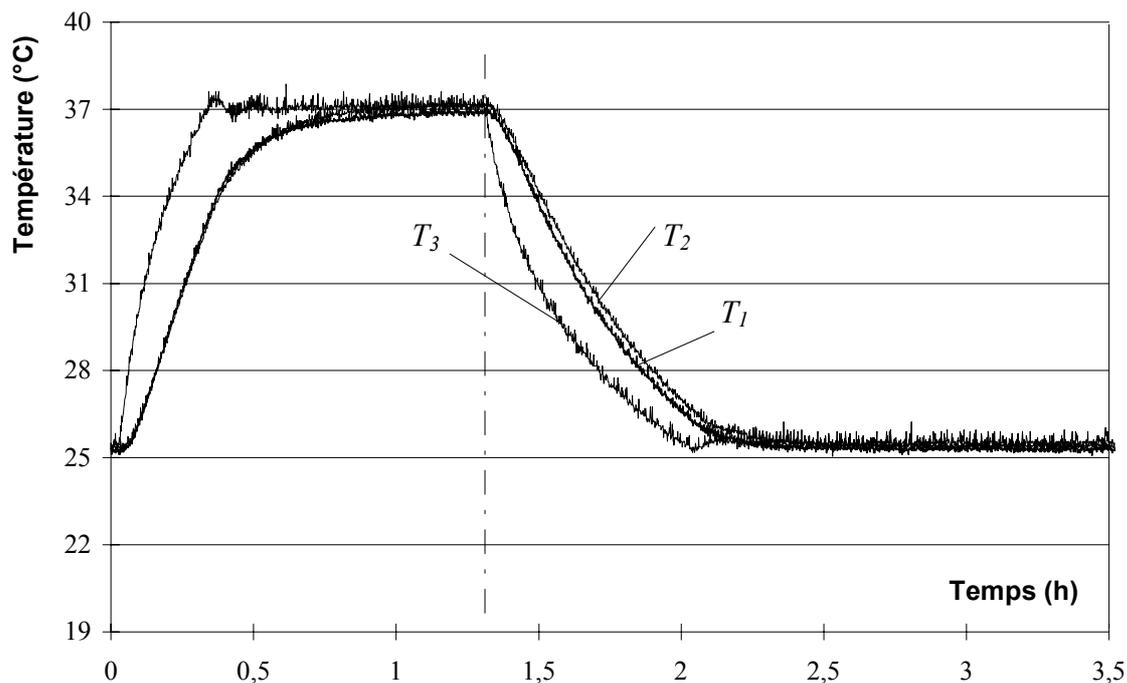


Fig. 2.3-19 : Evolution des températures à 37°C

2.4- Traitement du signal

Un système d'acquisition, composé d'une carte d'acquisition DAS-1602 (Keithley®), d'un PC et d'un logiciel de commande et de traitement du signal (TESTPOINT), permet d'enregistrer les différentes données (températures T_i , pressions P_i). Ainsi, nous pouvons contrôler au mieux les conditions expérimentales en visualisant leur évolution au cours du temps. De plus, un traitement des signaux générés par les capteurs optiques est nécessaire afin d'accéder aux débits volumiques. Pour simplifier ce traitement, nous avons utilisé les entrées digitales de la carte d'acquisition. Cette carte dispose de 24 entrées regroupées en 3 voies (A, B et C) formant ainsi des mots en 8 bits, chaque entrée correspondant à un bit. Une conversion est nécessaire pour transformer ces mots 8 bits en 2 mots 12 bits, représentatifs de nos deux systèmes de mesure (2×12 capteurs). Cette transformation est réalisée en partageant l'information de la voie B et en la répartissant sur les autres voies (fig. 2.4-1) à partir des relations logiques :

$$\text{voie -1- : (B et 15) } \times 256 + A \quad (2-8)$$

$$\text{voie -2- : (B et 240) } \times 16 + C \quad (2-9)$$

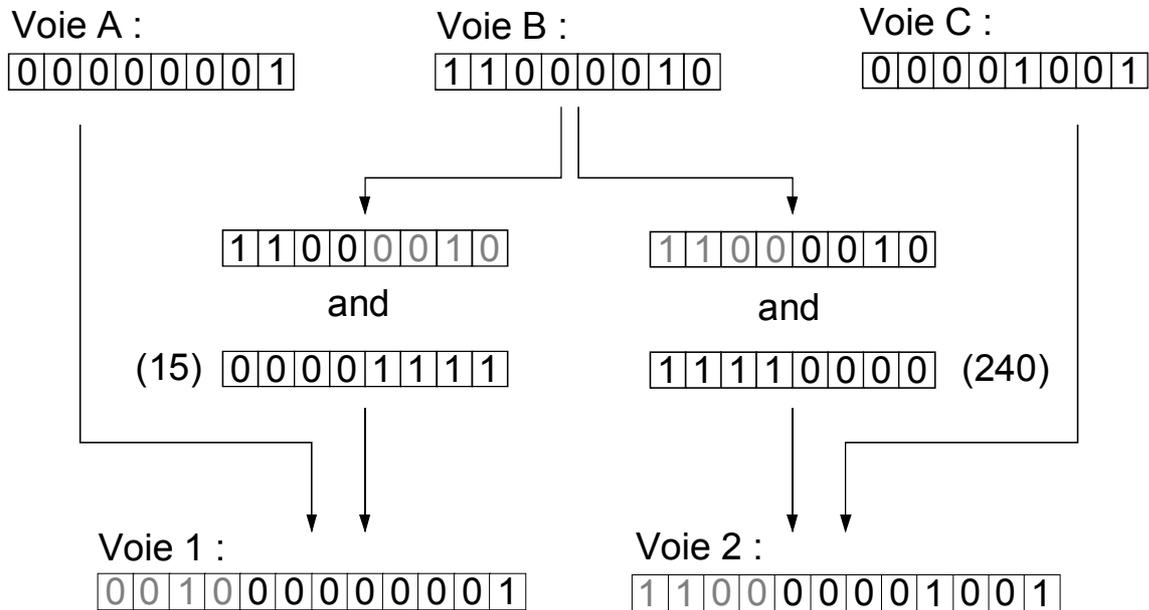


Fig. 2.4-1 : Conversion de mots 8 bits en mots 12 bits

Nous obtenons ainsi deux informations distinctes représentant le comportement des deux lignes de mesure. Chaque voie est traitée séparément et permet de connaître à chaque instant l'état des capteurs optiques. Chaque capteur étant connecté sur une entrée indépendante, nous connaissons les capteurs actifs par lecture directe du mot.

Pour le calcul du débit, nous avons ensuite besoin de connaître le temps entre le changement d'état de deux capteurs voisins. Ce temps de passage est obtenu en utilisant les front montants et descendants des signaux enregistrés (fig. 2.4-2). La détection des différents fronts est réalisée en comparant, pour chaque point d'acquisition i , la valeur V_i du signal par rapport à la valeur précédente V_{i-1} en utilisant les relations logiques :

$$\text{- front montant : } \quad \overline{V_{i-1}} \text{ et } V_i > 0 \quad (2-10)$$

$$\text{- front descendant : } \quad V_{i-1} \text{ et } \overline{V_i} > 0 \quad (2-11)$$

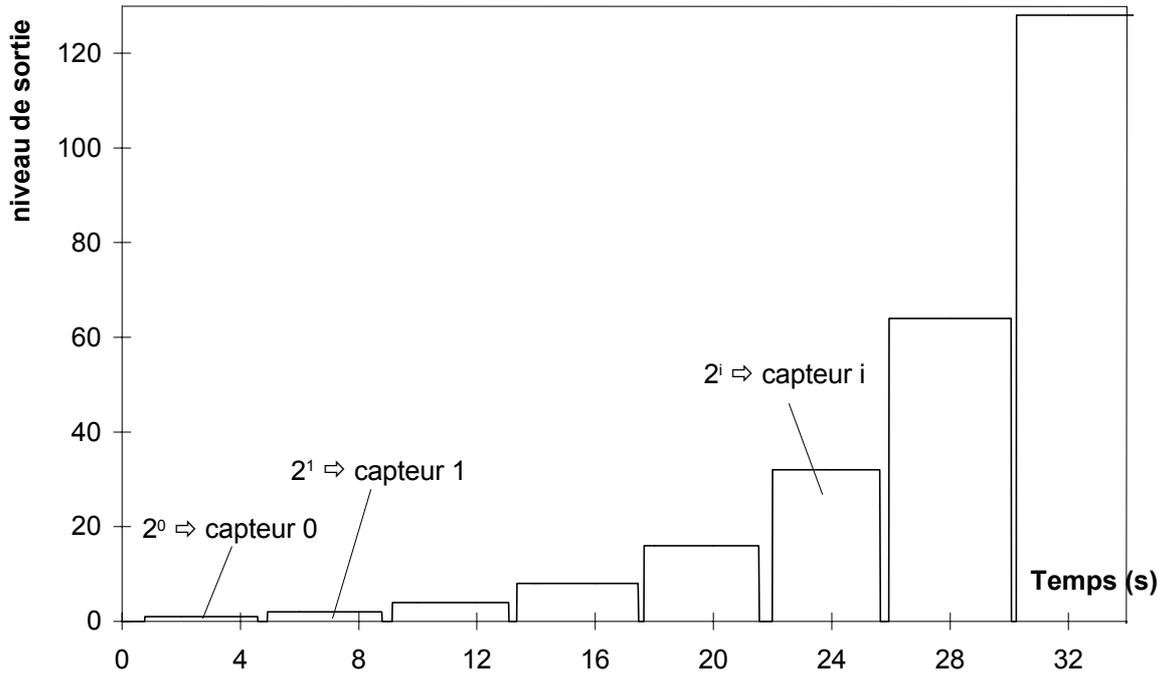


Fig. 2.4-2 : Correspondance capteur actif / niveau de sortie

L'opération suivante consiste à traiter séparément les fronts montants et descendants. Dans chaque cas, connaissant le temps de passage du front (t_j) associé au capteur j , d'après la fréquence d'acquisition f_a , le calcul du débit est obtenu entre deux capteurs voisins (j et $j-1$) :

$$Q_j = \frac{(l_j - l_{j-1}) V_{ref}}{(t_i - t_{i-1}) L_{ref}} \quad (2-12)$$

L'algorithme suivant (fig. 2.4-3) résume les étapes pour obtenir ce débit. Les temps de mesure pouvant aller de quelques secondes à quelques jours, la fréquence d'acquisition f peut être réglée dans la plage de 0,01 à 100 Hz.

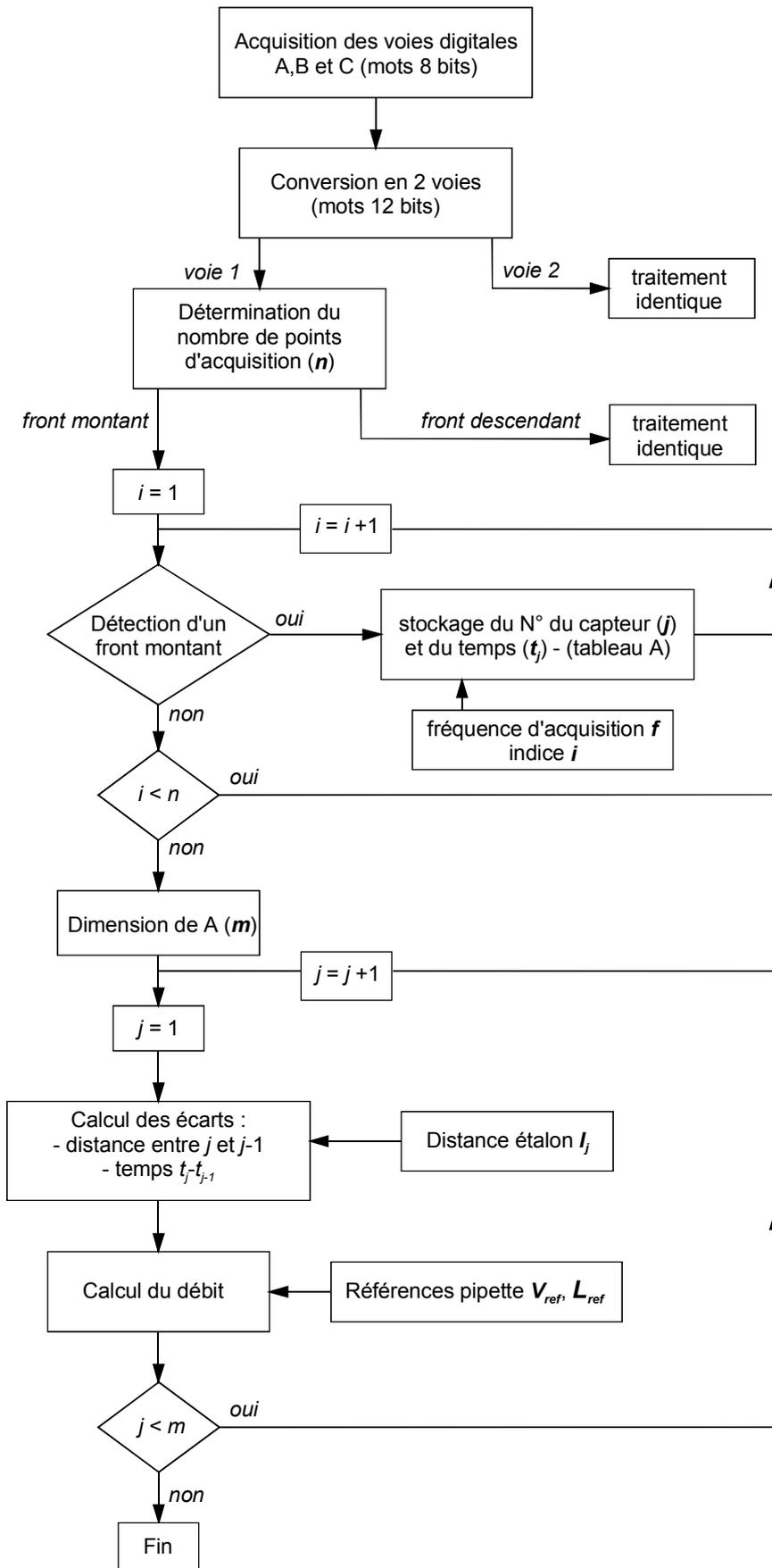


Fig. 2.4- 3 : Algorithme de calcul du débit volumique

2.5- Validation

Plusieurs phases de validation du banc d'essais sont nécessaires afin de mettre en évidence d'éventuelles anomalies, non seulement sur les procédures de tests (dégazage du liquide, insertion des bulles d'air,...) mais aussi sur les mesures (fuites, incertitudes de mesures, écarts avec la théorie).

2.5.1- Étanchéité

Le circuit de test doit être éprouvé afin de déterminer ses limites d'utilisation en pression ainsi que son niveau éventuel de fuite. Il se compose d'une succession de raccords Inox à filetage droit et de vannes de commande (série 40) Swagelok[®]. Ces éléments ont été testés sans fuite, à l'Hélium, à des débits de $4 \cdot 10^{-15} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$ (tests sous vide poussé réalisé par le constructeur). L'étanchéité de ces raccords par rapport aux différentes pièces du circuit de test est réalisée en respectant la norme DIN-ISO 228/1. Un joint métallique muni d'un anneau intérieur en Viton assure cette étanchéité. Les raccords Omnifit[®] en Téflon, utilisés pour la connexion des pipettes calibrées en verre, possèdent de larges joints plats qui supportent facilement les variations de diamètres de celles-ci, en assurant une étanchéité parfaite.

L'ensemble du circuit de test ainsi constitué a été éprouvé jusqu'à des pressions de 0,5 MPa et aucune fuite n'a été détectée visuellement. Un second contrôle plus rigoureux de l'étanchéité du banc a été ensuite réalisé, le banc étant pressurisé, en contrôlant l'évolution de la pression mesurée dans le circuit pendant plusieurs jours. Nous n'avons pas constaté de baisse de pression sur toute la durée de mesure. Par contre, nous avons remarqué une légère fluctuation de cette pression pendant l'acquisition. Pour des raisons de conception de l'enceinte et de manipulation des vannes de commande du circuit de test, les accumulateurs ont été placés à l'extérieur de l'enceinte thermique, subissant alors les variations de la température ambiante au cours d'une journée. Ainsi, lorsque le temps de mesure dépasse quelques heures, ces fluctuations de pression, de l'ordre de 1,5 %, correspondent aux fluctuations de température (fig. 2.5-1) entre le jour et la nuit. Pour les mesures de longue durée, un caisson isolant a été prévu pour limiter l'influence de la température sur les accumulateurs et donc sur la pression de commande.

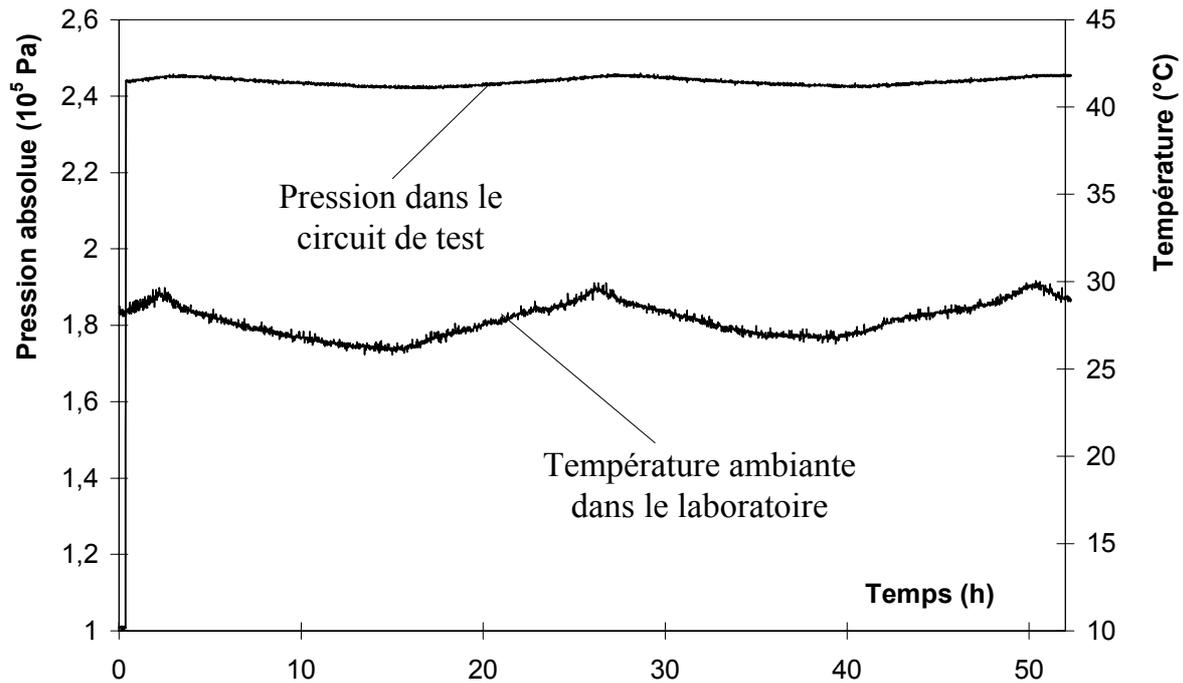


Fig. 2.5-1 : Contrôle de l'étanchéité du banc de mesures

L'étanchéité a été vérifiée sous différentes pressions d'alimentation. Dans tous les cas, nous n'avons pas rencontré de problèmes de fuites sur le circuit de test, ces mesures étant faites sans aucun microsystème connecté.

2.5.2- Influence de la température sur les mesures

2.5.2.1- Liquide de test

Les essais de validation ont été effectués en utilisant un alcool isopropylique (C_3H_8O). Ce liquide de test a été préféré à de l'eau déminéralisée pour des questions de mouillabilité. Dans le cas de l'eau, nous avons en effet rencontré des problèmes de partage des bulles de test lors d'essais relativement rapides, la bulle "accrochant" le verre de la pipette.

Pour le propanol-2, fluide newtonien, la viscosité dépend fortement de la température (la variation est de l'ordre de 100% à température ambiante pour un $\Delta T = 25^\circ C$). Du fait de la faible compressibilité des liquides, l'influence de la pression est négligeable devant celle de la

température pour des faibles conditions de pression. L'évolution de la viscosité dynamique du propanol-2 en fonction de la température a été obtenue expérimentalement en utilisant un viscosimètre Low Shear de Contraves®. Les principales caractéristiques de ce viscosimètre de type Couette sont décrites dans le tableau suivant :

<i>Type de viscosimètre</i>	cylindres coaxiaux
<i>Pilotage</i>	vitesse de rotation constante
μ (mPa s)	de 10^{-1} à 10^4
T (°C)	de 0 à 80
<i>Dimensions (mm)</i>	rayon intérieur : $R_1 = 2,75$ rayon extérieur : $R_2 = 6$ hauteur : $h = 20$

Dans ce viscosimètre, le liquide étudié est soumis à un mouvement laminaire de cisaillement indépendant du temps (vitesse et contrainte de cisaillement entre les couches de fluide sont constantes). Le liquide est emprisonné entre deux cylindres de révolution coaxiaux. Le mouvement de cisaillement est obtenu en communiquant à l'un des cylindres un mouvement de rotation uniforme (ω_0), l'autre cylindre demeurant immobile. La vitesse ω_0 étant connue, le couple résistant M , nécessaire pour maintenir le cylindre intérieur immobile, est mesuré. La viscosité, pour une température donnée, est ensuite obtenue en utilisant la relation suivante, déduite de l'équation de Newton (Couarraze et Grossiord (1991)) :

$$\mu = \frac{M}{4\pi h \omega_0} \left[\frac{1}{R_1^2} - \frac{1}{R_2^2} \right] \quad (2-13)$$

Les points mesurés (fig. 2.5-2) sont corrélés par le modèle d'Arrhénus, généralement utilisé dans le cas d'un fluide Newtonien :

$$\mu = Ae^{(B/T)} \quad (2-14)$$

avec : A : coefficient de viscosité (Pa s).
 B : coefficient de température (K).
 T : Température du fluide (K).

Pour l'alcool choisi, les coefficients A et B sont déterminés par régression linéaire :

$$A = 4,182 \cdot 10^{-4} \text{ Pa s}$$

$$B = 2536,19 \text{ K}$$

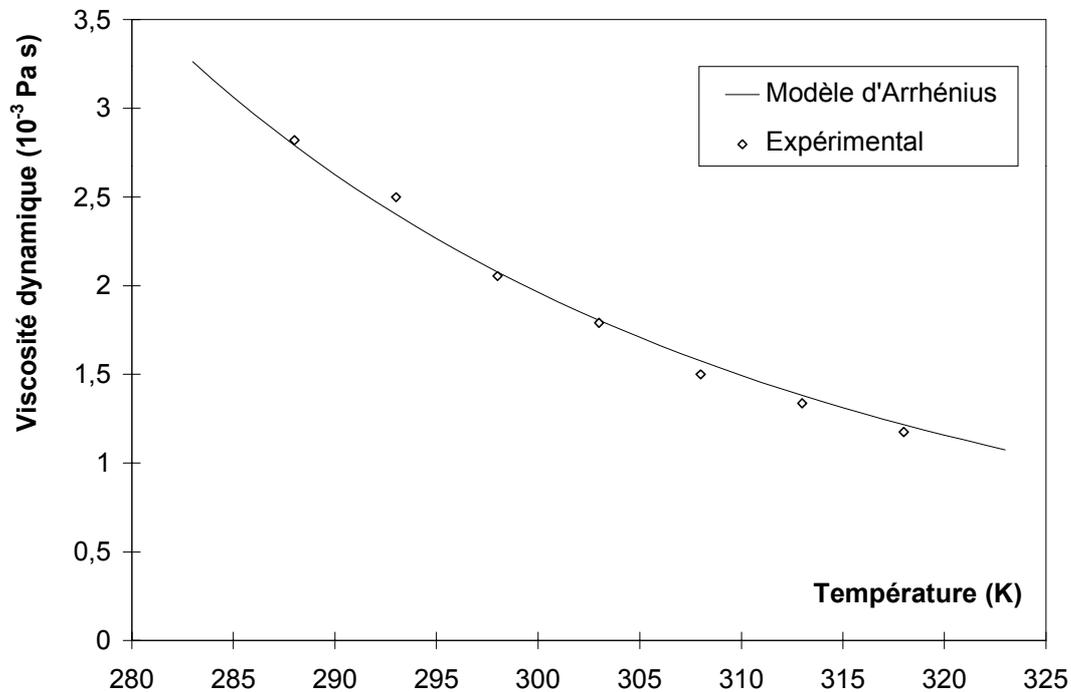


Fig. 2.5-2 : Variation de la viscosité du propanol-2 en fonction de la température

2.5.2.2- Capteurs de pression

Nous avons vu que le banc d'essais permettait de régler la température dans la plage de 15 à 45 °C. Dans cette plage, la température a des effets non seulement sur la viscosité du fluide, mais aussi sur les appareillages électroniques. Dans ce dernier cas, les effets de la température se manifestent par une dérive thermique des capteurs, principalement des capteurs

de pression. Même si ceux-ci sont compensés en température (de 25°C à 80°C), leur dérive thermique est typiquement de $\pm 1\%$ de l'étendue de mesure pour une variation de 55°C. La figure 2.5-3 présente les variations expérimentales de mesure de pression atmosphérique pour chaque capteur en fonction de la température. Dans ce cas, nous avons fait varier la température (cycles de montée et de descente) en maintenant la pression atmosphérique dans le circuit de test. Nous pouvons constater que le comportement des deux capteurs est différents, le capteur N°2 étant plus sensible aux variations de température. Dans la plage de réglage, celui-ci présente une dérive de 31 hPa, contre seulement 8 hPa pour le capteur N°1. Plusieurs séries de mesures ont ensuite été réalisées avec des pressions d'alimentation différentes, montrant que ces dérives restent constantes. Il est nécessaire de les prendre en compte dans le calcul de la différence de pression, surtout pour de faibles valeurs où leur influence peut être importante.

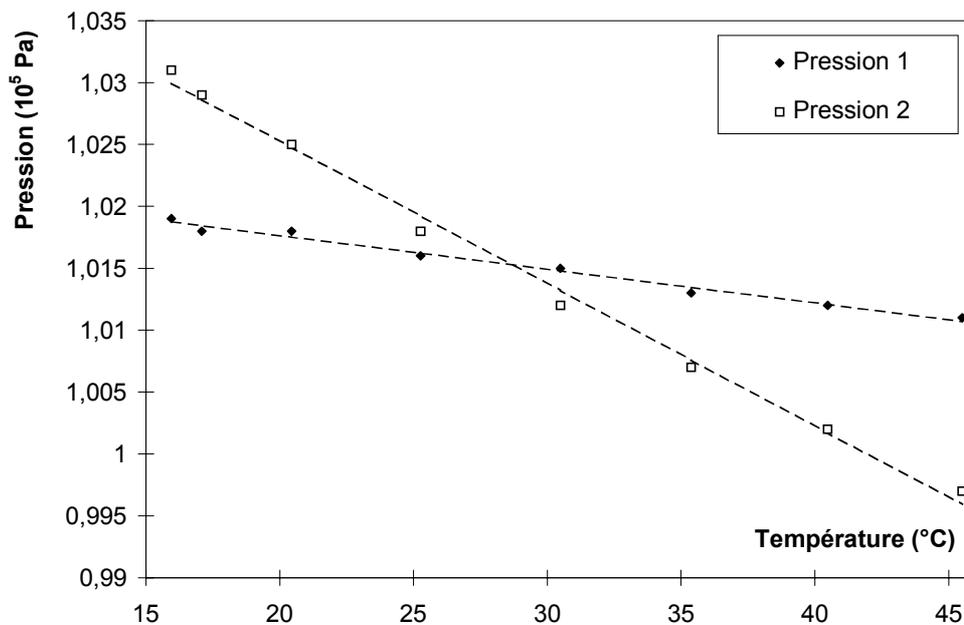


Fig. 2.5-3 : Dérives thermiques des capteurs de pression

2.5.2.3- Influence de la température sur le volume des pipettes

Il est aussi intéressant de vérifier si la température a une influence sur la mesure du débit volumique, en créant une variation significative du volume de la pipette en verre. Pour un matériau isotrope et des variations de température ΔT restant faibles, nous supposons que les

déformations d'origine thermiques ε_i sont linéaires et isotrope (Bazergui *et al.* (1993)). Ainsi nous pouvons écrire :

$$\varepsilon_x = \varepsilon_y = \varepsilon_z = \alpha \Delta T \quad (2-15)$$

où α est le coefficient de dilatation thermique du matériau constituant la pipette ($\alpha = 3,25 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$). Nous pouvons alors calculer la variation de volume de la pipette engendrée par une variation de température :

$$\Delta V = \frac{\pi}{4} \left((D_{ref} + \Delta D_{ref})^2 - D_{ref}^2 \right) (L_{ref} + \Delta L_{ref}) \quad (2-16)$$

où D_{ref} et L_{ref} sont respectivement le diamètre et la longueur de référence de la pipette. Pour une variation de température de 25°C , l'équation 2-16 conduit à une variation de volume de $1,62 \cdot 10^{-10} \text{ m}^3$, soit une variation relative de 0,016 %. Nous pouvons donc négliger l'influence de la dilatation thermique de la pipette sur la mesure du débit volumique.

2.5.3- Influence de la pression sur le volume des pipettes

Si l'influence de la température est peu significative sur la mesure du débit, il est nécessaire de vérifier que la pression dans le circuit de test n'engendre pas non plus de variations importantes de volume des pipettes.

Lorsqu'un cylindre circulaire, dont la paroi a une épaisseur constante, est soumis à l'action de pressions intérieures et extérieures uniformément réparties, la déformation résultante est symétrique suivant l'axe du cylindre et reste invariable sur toute la longueur (il s'agit de déformations planes). Timoshenko (1968) présente cette déformation sous forme d'une expression générale donnant le déplacement radial u d'un point quelconque de la paroi du cylindre :

$$(u)_r = \frac{(1-\nu)}{E} \frac{a^2 P_i - b^2 P_o}{b^2 - a^2} r + \frac{(1+\nu)}{E} \frac{a^2 b^2 (P_i - P_o)}{(b^2 - a^2) r} \quad (2-17)$$

où a et b sont respectivement les rayons intérieur et extérieur du cylindre, P_i et P_o les pressions intérieure et extérieure, E le module d'Young et ν le coefficient de Poisson du matériau. Dans le cas où ce cylindre n'est soumis qu'à une surpression intérieure par rapport à l'état initial ($P_o = 0$), nous pouvons calculer le déplacement radial d'un point de la surface intérieure :

$$(u)_{r=a} = \frac{a P_i}{E} \left(\frac{a^2 + b^2}{b^2 - a^2} + \nu \right) \quad (2-18)$$

avec : $a = 1,32 \cdot 10^{-3} \text{ m}$; $b = 3,23 \cdot 10^{-3} \text{ m}$;

$E = 64 \text{ GPa}$; $\nu = 0,2$;

$P_i = 0,3 \text{ MPa}$

$$(u)_{r=a} = 9,9 \cdot 10^{-9} \text{ m}$$

La variation relative de rayon est alors de $7,5 \cdot 10^{-4} \%$, engendrant une variation de volume très faible, de l'ordre de $1,5 \cdot 10^{-11} \text{ m}^3$. L'influence de la pression de commande est nettement inférieure à celle de la température. C'est pourquoi son effet est aussi négligé.

2.5.4- Tests de validation

L'absence de fuites sur le banc ayant été vérifiée, nous avons validé l'ensemble des procédures de test à partir de la mesure d'un écoulement simple. Nous avons choisi de caractériser un écoulement dans des microtubes, dont on connaît parfaitement le comportement théorique² (écoulement de Poiseuille) afin d'estimer les erreurs relatives de nos mesures. Ces tubes en silice sont de section circulaire et recouverts d'une couche de polyimide. Ils sont fournis par Polymicro Technologies Inc. Leurs différentes caractéristiques sont présentées dans le tableau ci-dessous :

² En fait, comme on le verra dans le chapitre suivant, il existe vraisemblablement une petite déviation par rapport à la théorie de Poiseuille, mais elle demeure très faible pour les diamètres retenus dans cette étude.

<i>Référence</i>	<i>Diamètre intérieur mesuré (μm)</i>	<i>Diamètre extérieur (μm)</i>	<i>Longueur L mesurée (mm)</i>
TSP010375	13 \pm 0,5	375 \pm 16	30 \pm 0,1
TSP025375	27 \pm 0,5	375 \pm 16	30 \pm 0,1
TSP050375	53 \pm 0,5	375 \pm 16	30 \pm 0,1
TSP075375	77 \pm 0,5	375 \pm 16	30 \pm 0,1
TSP250350	258 \pm 4	350 \pm 15	100 \pm 0,1

Ces microtubes ont été préférés à des microtubes métalliques en acier inoxydable pour leur qualité de fabrication. En effet, de par leur procédé d'élaboration (étirage à chaud), le contour du diamètre intérieur est beaucoup mieux défini (fig. 2.5-4), ce qui permet une mesure plus précise de celui-ci.

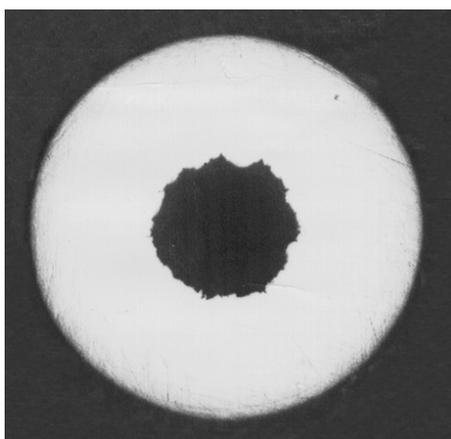


Fig. 2.5-4-a : Microtube métallique (Inox)

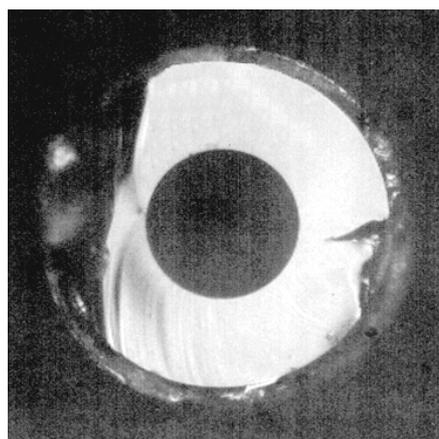


Fig. 2.5-4-b : Microtube en silice

La connexion entre ces microtubes et le circuit de test est réalisée à l'aide de flexibles en Téflon dont le diamètre intérieur est de 800 μm . Après avoir vérifié l'étanchéité du montage (réalisé par collage), les mesures de débits volumiques Q ont été obtenues en faisant varier la différence de pression ΔP dans la plage 0-0,35 MPa. Ces essais ont été réalisés avec du propanol-2.

L'écoulement à l'intérieur des tubes étant supposé pleinement développé (les effets d'entrée sont supposés négligeables : $\frac{L}{d} \geq 390$), laminaire, incompressible et isotherme, le débit théorique est alors calculé par l'équation d'Hagen-Poiseuille :

$$Q = \frac{\pi d^4}{128 \mu L} \Delta P \quad (2-19)$$

avec : d : diamètre intérieur du microtube
 L : longueur du microtube
 μ : viscosité dynamique du fluide

Nous avons effectué deux campagnes de validation afin de comparer les performances des deux systèmes de mesures. La première série d'essais a été réalisée sans régulation thermique, le débit étant mesuré à l'aide du premier système, composé de 2 capteurs optiques. Nous pouvons constater (fig. 2.5-5) une bonne corrélation entre les points expérimentaux et la théorie. Le comportement théorique est présenté sous la forme d'une zone limitée par deux droites, prenant en compte les incertitudes de mesures sur le diamètre intérieur ($\pm 0,5 \mu\text{m}$) et la longueur ($\pm 0,1 \text{ mm}$) du microtube, ainsi que sur la température ($\pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$), qui influencent la valeur de la viscosité. Les erreurs de mesures augmentent cependant lorsque les débits diminuent et atteignent des valeurs de l'ordre de $10^{-10} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$. Le fait de devoir rapprocher les capteurs pour les faibles débits et de mesurer de manière trop imprécise la distance entre les deux faisceaux lumineux, semble être à l'origine de l'augmentation des erreurs. De plus, la température n'est pas maîtrisée sur toute la durée de l'essai (pour les mesures durant plus d'une heure, une température moyenne a été calculée). Cette série de mesures nous a donc permis de valider les procédures d'essais, mais a mis en évidence la nécessité de contrôler plus finement la distance entre les capteurs ainsi que la température de test.

La deuxième campagne d'essais a ensuite été réalisée en utilisant l'enceinte thermique et le système multi-capteurs (fig. 2.5-6). Nous obtenons aussi une bonne corrélation théorie-expérience. Dans ce cas, les erreurs de mesures sont plus faibles à niveau de débit équivalent, la température ayant pu être régulée sur toute la campagne d'essais à $25,2^\circ\text{C}$ (chaque point sur le graphe représente les quatre valeurs moyennes de débit calculées à partir de chaque série de 11 valeurs).

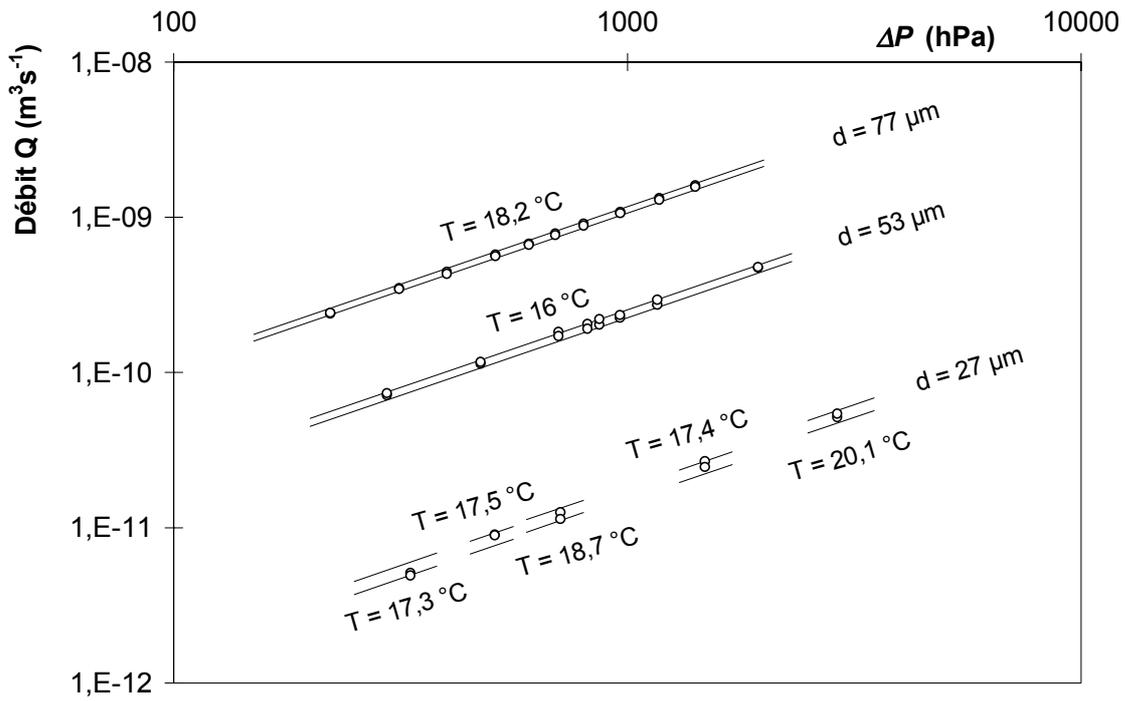


Fig. 2.5-5 : Mesures effectuées avec le système à 2 capteurs, sans régulation de température

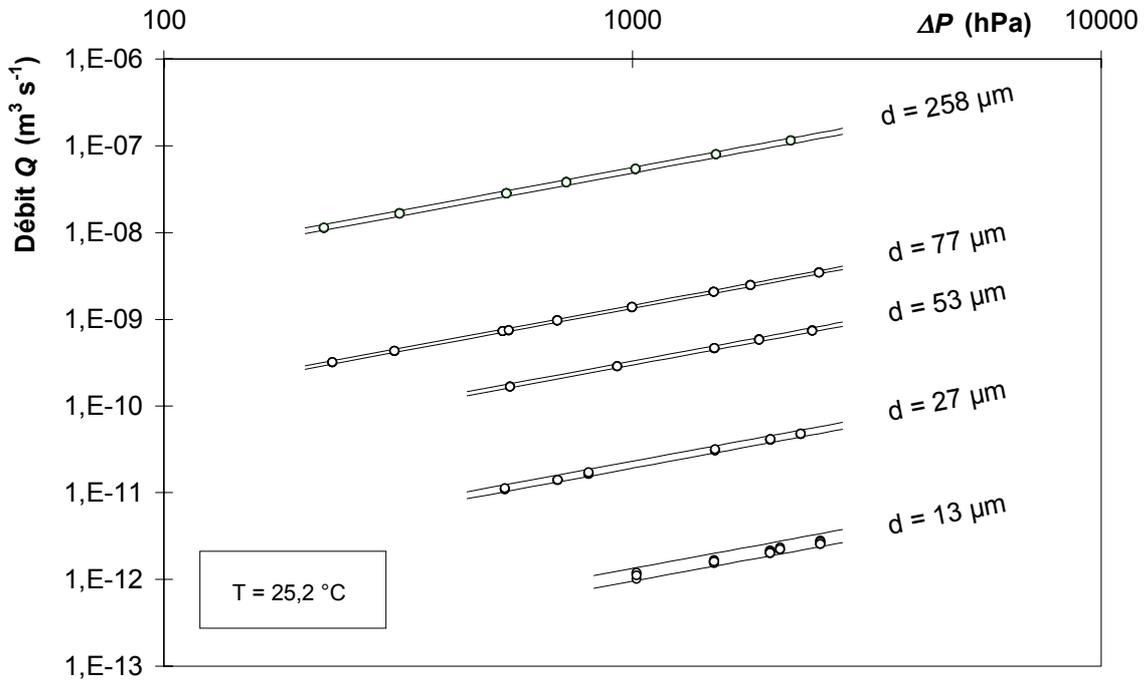


Fig. 2.5-6 : Mesures effectuées avec le système multi-captors, avec régulation de température

2.5.5- Incertitudes de mesures

Les mesures expérimentales ne peuvent être considérées comme valables que dans un domaine plus ou moins restreint et avec une précision plus ou moins grande. En effet, quelque soit le système de mesure utilisé, la vraie valeur d'une grandeur physique ne peut qu'être approchée. Elle est toujours pondérée d'un intervalle de tolérance représentant les incertitudes de mesure. Nous détaillons dans ce paragraphe les incertitudes absolues ou relatives pour les différentes grandeurs mesurées directement ou indirectement. Ces incertitudes prennent en compte les erreurs aléatoires et systématiques dues aux capteurs eux-mêmes ainsi qu'à l'étalonnage.

- Pression :

Nous avons vu dans la description du banc que la pression était mesurée à l'aide de deux capteurs piézo-électriques, mesurant des pressions absolues dans une plage de 0 à 3500 hPa. Après avoir vérifié la linéarité de leur comportement, nous avons étalonné simultanément les deux capteurs à partir de deux points : le premier point représente la pression atmosphérique, mesurée à l'aide d'un baromètre à mercure. L'incertitude est de 0,5 mmHg; soit $\Delta P_{atm} = 0,67$ hPa. Le second point représente la pression maximum. Dans ce cas, nous avons utilisé un manomètre de classe 0,6%, qui conduit à une incertitude absolue $\Delta P_{maxi} = 15$ hPa. Pour des mesures de pressions comprises entre la pression atmosphérique et la pression maximum, l'incertitude relative varie donc entre 0,07 % et 0,4 %.

Nous avons cependant besoin de déterminer les incertitudes de mesures sur la différence de pression $\Delta P = P_{amont} - P_{aval}$. Les variables étant indépendants, nous pouvons écrire :

$$\frac{\Delta(\Delta P)}{\Delta P} = \frac{\Delta P_{amont} + \Delta P_{aval}}{|P_{amont} - P_{aval}|} \quad (2-20)$$

Dans ce cas, l'incertitude absolue est comprise entre 1,33 hPa et 30 hPa. Pour pouvoir obtenir des incertitudes relatives de l'ordre de 5 %, les mesures de différence de pression doivent alors ne pas être inférieures à 20 hPa (pour des mesures proches de P_{atm}) ou à 600 hPa (pour des mesures proche de P_{maxi}).

- Température et viscosité :

L'ensemble des sondes thermique PT100 présentes sur le banc a été étalonné à partir d'un thermomètre étalon, dont l'incertitude absolue est de 0,1 K. Pour prendre en compte les phénomènes liés à l'homogénéité de l'enceinte, nous avons estimé l'incertitude de la température à 0,5 K (cf. fig. 2.3-18). Ainsi, pour des températures comprises entre 288 K et 318 K, l'incertitude relative est de l'ordre de 0,2 %. Cette incertitude sur la température joue un rôle sur la détermination de la viscosité. Celle-ci est obtenue à partir du modèle d'Arrhénius, dont on estime les incertitudes $\frac{\Delta M}{M}$ à 1 %, en incluant l'incertitude sur les mesures avec le viscosimètre et les erreurs d'approximation du modèle.

Ainsi, nous pouvons calculer les incertitudes relatives totales sur la viscosité, qui comprennent les erreurs sur le modèle ainsi que l'influence de la température, à partir de l'équation 2-14 :

$$\frac{\Delta \mu}{\mu} = B \frac{\Delta T}{T^2} + \frac{\Delta M}{M} \quad (2-21)$$

Pour $\Delta T = 0,5$ K et $T = 298$ K, nous obtenons : $\frac{\Delta \mu}{\mu} = 2,5$ % .

- Mesure des dimensions des microtubes :

Une mesure au pied à coulisse (de précision 0,02 mm) nous permet de déterminer la longueur de chaque microtube. Comme chaque extrémité n'est pas parfaitement plane, les microtubes ayant été coupés par clivage, nous avons estimé les incertitudes absolues à 0,1 mm. Ainsi, l'incertitude relative sur la détermination de la longueur est de 0,3 %.

La mesure du diamètre intérieur est obtenue à l'aide d'un microscope optique (grossissement de l'objectif : $\times 500$) muni d'un réticule de précision. Nous avons estimé l'incertitude absolue à 0,5 μm . Ainsi, l'incertitude relative, pour les microtubes de 77 μm à 13 μm , est donc comprise respectivement entre 0,6 % et 4 %. Pour le microtube de diamètre 258 μm , nous avons été obligés de changer de microscope optique, ce qui conduit à une incertitude absolue de 4 μm , soit 1,5 %.

- Débit volumique :

Le débit volumique est obtenu à partir de l'équation 2-12. L'incertitude est donc déterminée à partir des incertitudes sur les longueurs étalons (Δl_i), sur le temps de déplacement de la bulle entre deux capteurs (Δt), ainsi que sur les dimensions de référence des pipettes étalons ($\Delta V_{ref}, \Delta l_{ref}$) :

$$\frac{\Delta Q_j}{Q_j} = \frac{2\Delta l}{|l_j - l_{j-1}|} + \frac{2\Delta t}{|t_j - t_{j-1}|} + \frac{\Delta V_{ref}}{V_{ref}} + \frac{\Delta l_{ref}}{l_{ref}} \quad (2-22)$$

Comme nous l'avons précisé au paragraphe 2.3.2.2, nous avons estimé à 0,1 mm les incertitudes absolues sur la mesure des distances étalons. Enfin, le temps d'acquisition est choisi en fonction de la durée de la mesure et les incertitudes sur les dimensions de la pipette sont données par l'étalonnage constructeur. Dans le cas le plus défavorable (mesure rapide), nous obtenons alors :

$$\frac{\Delta Q_j}{Q_j} = 2,8 \text{ \%} .$$

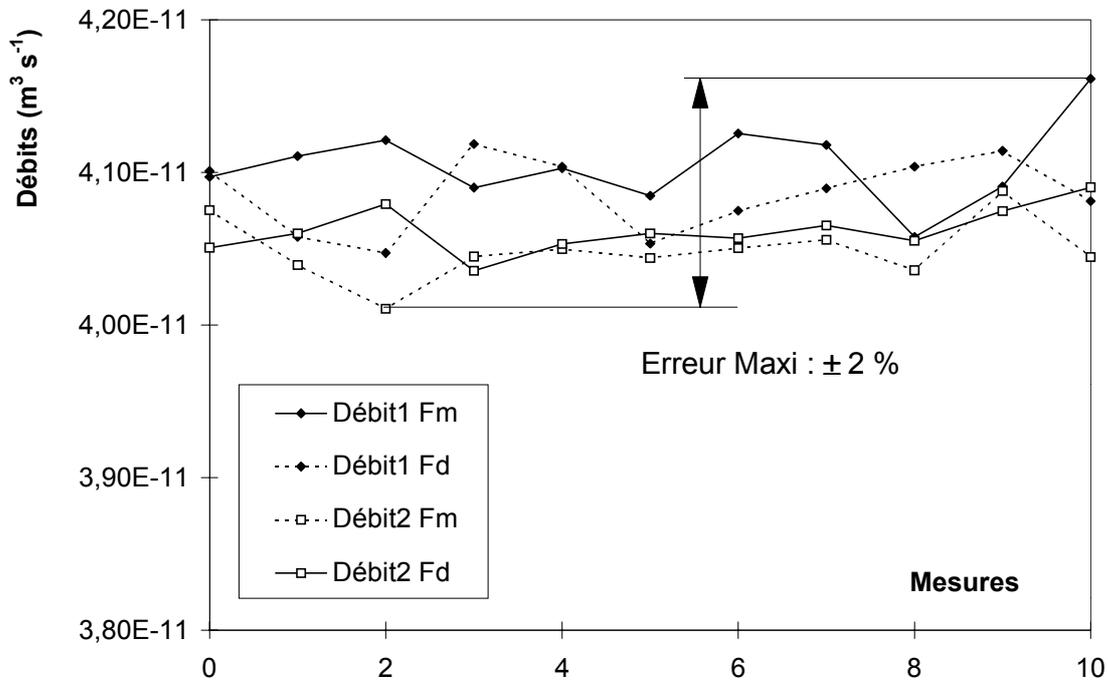


Fig. 2.5-7 : Exemple de dispersion de mesures ($27 \mu\text{m}$)

La figure 2.5-7, présente la dispersion de la mesure pour un test sur le microtube de 27 μm . L'ensemble des 44 mesures se situe dans une zone d'erreur de 4 %, compatible avec l'incertitude qui vient d'être déterminée. Afin d'améliorer la précision de la mesure, nous réalisons la moyenne arithmétique Q_m de chaque série de onze mesures. Elle représente la "valeur la plus probable" puisque la somme algébrique des écarts $\varepsilon_j = Q_j - Q_m$ est égale à zéro. Nous pouvons prendre alors pour incertitude de mesure ΔQ_m l'incertitude maximale qui représente le plus grand écart (en valeur absolue) par rapport à la moyenne. Une estimation plus optimiste consiste cependant à adopter l'incertitude moyenne, c'est-à-dire la moyenne arithmétique des valeurs absolues de tous les écarts par rapport à la moyenne :

$$\Delta Q_m = \frac{|\varepsilon_1| + |\varepsilon_2| + \dots + |\varepsilon_{11}|}{11} \quad (2-23)$$

Nous obtenons alors des écarts entre les différentes moyennes de l'ordre de 1%. Nous pensons donc pouvoir garantir nos mesures à $\pm 1\%$.

2.6- Conclusion

Nous avons mis au point et validé un banc d'essais pour la mesure de microdébits liquides. Ce banc est adapté pour tout type de microsystème (micropompes, microclapets, microrestrictions, microcanaux...) ou encore tout dispositif dont les débits volumiques sont compris dans une plage allant de 10^{-7} à $10^{-13} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$, dans des conditions usuelles de pression et de température.

Les résultats de mesures effectuées sur des microtubes en silice montrent une bonne corrélation entre la théorie de Poiseuille et l'expérience. Une double mesure est effectuée à l'amont et à l'aval du microsystème testé, ce qui permet de vérifier la validité des essais en contrôlant d'éventuelles fuites. Ceci est fondamental car celles-ci sont souvent indécélables par des moyens conventionnels, mais peuvent être du même ordre de grandeur que la mesure. Une enceinte thermique a été réalisée pour pouvoir maîtriser parfaitement la température sur toute la durée de la mesure, ou encore pour permettre de simuler des conditions réelles d'utilisation (mesures à 37°C pour des systèmes biomédicaux). Un système de mesure optiques multi-

capteurs à été conçu afin de réduire les incertitudes de mesures, par rapport à des mesures manuelles. Il permet aussi de contrôler l'évolution du débit moyen au cours de la mesure, ce qui permet de vérifier que l'écoulement reste bien permanent.

CHAPITRE III

ÉCOULEMENTS PERMANENTS DE LIQUIDES DANS DES MICRO- CANAUX GRAVES SUR SILICIUM

Le manque de cohérence des résultats expérimentaux présentés dans la littérature (cf. §1.5.2) nous a conduits à étudier expérimentalement le comportement d'écoulements permanents de liquides dans les microcanaux. Nous avons ainsi réalisé des mesures de débit dans des microcanaux cylindriques de section triangulaire ou trapézoïdale, gravés sur support silicium et soumis à un gradient de pression. Pour l'exploitation des mesures, nous nous intéressons essentiellement à la valeur du nombre de Poiseuille Po , qui selon la théorie classique, ne dépend que de la forme de la section. Expérimentalement, une fois connues les dimensions de la section et la valeur de la viscosité, on peut accéder à sa valeur Po_{exp} à partir de la mesure du débit et de la différence de pression entre amont et aval, grandeurs facilement mesurables sur notre banc. Sous sa forme réduite, le coefficient $Po^ = \frac{Po_{exp}}{Po_{th}}$ nous permet d'estimer les écarts entre l'expérience et la théorie de Poiseuille, puis d'en tirer un certain nombre de conclusions. Celles-ci sont présentées sous la forme d'une analyse de Po^* en fonction du nombre de Reynolds Re .*

3.1- Ecoulement de Poiseuille

Considérons un écoulement visqueux de fluide newtonien, décrit par les trois équations de conservation de la masse (3-1), de la quantité de mouvement (3-2) et de l'énergie (3-3) :

$$\frac{d\rho}{dt} + \text{div } \rho \vec{V} = 0 \quad (3-1)$$

$$\rho \frac{\partial \vec{V}}{\partial t} + \rho (\vec{V} \cdot \overrightarrow{\text{grad}}) \vec{V} = \rho \vec{F} - \overrightarrow{\text{grad}} P + \mu \Delta \vec{V} + \left(\frac{\mu}{3} + \xi\right) \overrightarrow{\text{grad}}(\text{div } \vec{V}) \quad (3-2)$$

$$\rho \frac{dE}{dt} + P \text{div } \vec{V} = \Phi + \text{div}(\lambda \overrightarrow{\text{grad}} T) \quad (3-3)$$

avec : ρ : masse volumique

\vec{V} : vitesse

μ : viscosité dynamique

ξ : viscosité de volume

E : énergie interne par unité de masse

Φ : puissance dissipée par unité de volume

λ : conductivité thermique

T : température

Les principales études menées pour mettre en évidence l'influence du confinement sur l'écoulement de fluide, ont été effectuées sur des écoulements internes dans des microcanaux de section constante (Pfhaler *et al.* (1992), Urbaneck *et al.* (1994), Migun et Prokhorenko (1988), Mala et Li (1999)). L'écoulement, induit par un gradient de pression, est généralement supposé laminaire, isotherme, unidirectionnel et pleinement développé. Le fluide étant supposé incompressible, la masse volumique est indépendante du temps ($\frac{\partial \rho}{\partial t} = 0$) et l'équation de continuité se réduit à :

$$\frac{\partial w}{\partial z} = 0 \quad (3-4)$$

L'équation de conservation de la quantité de mouvement se simplifie également en l'équation de Poisson

$$\frac{\partial P}{\partial z} = \mu \left(\frac{\partial^2 w}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 w}{\partial y^2} \right) \quad (3-5)$$

et

$$\frac{\partial P}{\partial x} = \frac{\partial P}{\partial y} = 0 \quad (3-6)$$

en notant w la composante de la vitesse selon l'axe longitudinal z du microcanal.

3.1.1- Microcanaux de section circulaire

3.1.1.1- Nombre de Poiseuille expérimental

Différents types de sections ont été étudiées dans la littérature, selon les procédés d'élaboration mis en œuvre pour créer les microcanaux. Dans le cas de microcapillaires de section circulaire (Migun et Prokhorenko (1988), Mala et Li (1999)), le débit est donné par l'équation d'Hagen-Poiseuille, issue de l'intégration de l'équation de Poisson :

$$Q = \frac{\pi d^4}{128 \mu L} \Delta P \quad (3-7)$$

où d et L sont respectivement le diamètre et la longueur du tube et ΔP est la différence de pression aux bornes du canal. Le profil de vitesse est alors classiquement parabolique :

$$w = W_0 \left(1 - 4 \frac{r^2}{d^2}\right) \quad (3-8)$$

avec

$$W_0 = \left(-\frac{dP}{dz}\right) \frac{d^2}{16\mu} \quad (3-9)$$

L'écoulement étant unidirectionnel, la contrainte de cisaillement τ suivant la direction parallèle à l'écoulement

$$\tau = \mu \left(-\frac{dw}{dr}\right) \quad (3-10)$$

apparaît comme une fonction linéaire du rayon r . Elle atteint sa valeur maximum à la paroi :

$$\tau_p = \frac{d}{4} \left(-\frac{dP}{dz}\right) \quad (3-11)$$

Nous pouvons alors introduire un facteur de frottement f , forme adimensionnalisée de la contrainte tangentielle à la paroi, ainsi que le nombre de Reynolds Re . L'écoulement peut alors être caractérisé par ces deux nombres adimensionnels :

$$f = \frac{2\tau_p}{\rho W^2} \quad (3-12)$$

$$Re = \frac{\rho W d}{\mu} \quad (3-13)$$

où W est la vitesse moyenne dans la section (vitesse débitante). Le produit de ces deux termes adimensionnels est connu comme le nombre de Poiseuille Po :

$$Po_{exp} = f Re = \frac{d^2}{2\mu W} \left(-\frac{dP}{dz}\right) = \frac{S d^2}{2\mu Q} \frac{\Delta P}{L} \quad (3-14)$$

avec $Q = SW$

3.1.1.2- Nombre de Poiseuille théorique

Pour un tube de section circulaire, les équations 3-7 et 3-14 montrent que la valeur du nombre de Poiseuille théorique est parfaitement définie et égale à 16.

Il est intéressant de remarquer que ce nombre est constant : il ne dépend pas du fluide utilisé, des dimensions du canal, de la valeur de la vitesse ou de la température. Il ne dépend que de la géométrie de la section.

3.1.2- Microcanaux de section non-circulaire

3.1.2.1- Nombre de Poiseuille expérimental

Les différentes techniques de gravure du Silicium imposent des sections spécifiques de canal. Pour la gravure chimique anisotrope (*cf.* §1.2.2), les sections couramment obtenues sont de type triangulaires isocèles ou trapézoïdales (wafer orienté <100>). Les techniques de gravure aux plasmas (*cf.* §1.2.3) permettent de réaliser des sections rectangulaires. Dans ces différents cas, nous introduisons la notion de diamètre hydraulique

$$D_H = \frac{4 \times \text{section droite du canal}}{\text{périmètre mouillé}} \quad (3-15)$$

Pour une section de forme quelconque, la contrainte tangentielle n'est plus constante sur le périmètre du microcanal. Nous définissons alors $\overline{\tau_p}$, forme généralisée de la contrainte τ_p , qui représente une valeur moyenne de la contrainte à la paroi :

$$\overline{\tau_p} = \frac{D_H}{4} \left(- \frac{dP}{dz} \right) \quad (3-16)$$

De la même façon que dans le paragraphe précédent, on définit :

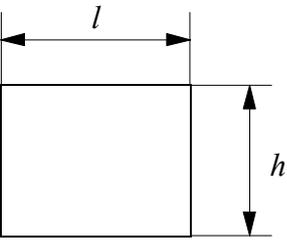
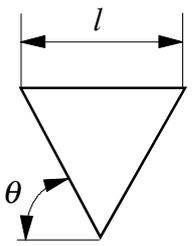
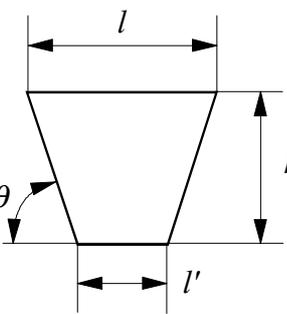
$$\overline{f} = \frac{2\overline{\tau_p}}{\rho W^2} \quad (3-17)$$

$$\overline{Re} = \frac{\rho D_H W}{\mu} \quad (3-18)$$

$$\overline{Po}_{exp} = \overline{f} \overline{Re} = \frac{D_H^2}{2\mu W} \left(-\frac{dP}{dz} \right) = \frac{S D_H^2 \Delta P}{2\mu Q L} \quad (3-19)$$

On constate que les équations 3-18 et 3-19 généralisent respectivement les équations 3-13 et 3-14, qui définissaient les nombres de Reynolds et de Poiseuille dans un canal de section circulaire, pour lequel $d = D_H$. Dès lors, il n'est plus nécessaire de distinguer les deux écritures et on notera à partir de maintenant Re le nombre de Reynolds et Po le nombre de Poiseuille, quelle que soit la forme de la section.

Pour les différentes sections simples pouvant être réalisées par les techniques de gravure du silicium, nous présentons les équations permettant de calculer D_H ainsi que Po_{exp} à partir des dimensions caractéristiques de la section et des mesures expérimentales de ΔP , μ et Q :

	$D_H = \frac{2lh}{(l+h)}$	$Po_{exp} = \frac{2l^3 h^3}{(l+h)^2} \frac{\Delta P}{\mu L Q}$
	$D_H = \frac{l \tan \theta}{\left(1 + \frac{1}{\cos \theta}\right)}$	$Po_{exp} = \frac{l^4 (\tan \theta)^3}{8 \left(1 + \frac{1}{\cos \theta}\right)^2} \frac{\Delta P}{\mu L Q}$
	$D_H = \frac{2(l \tan \theta - h)h}{l \tan \theta + h \left(\frac{1}{\cos \theta} - 1\right)}$	$Po_{exp} = \frac{2(l \tan \theta - h)^3 h^3}{\tan \theta \left(l \tan \theta + h \left(\frac{1}{\cos \theta} - 1\right) \right)^2} \frac{\Delta P}{\mu L Q}$

3.1.2.2- Nombre de Poiseuille théorique

Quelle que soit la nature de la section, Po permet d'obtenir un résultat qui ne dépend que de la géométrie du microcanal. En effet, le rapport $\frac{\Delta P}{\mu QL}$ peut s'exprimer (analytiquement ou numériquement) uniquement en fonction des dimensions de la section, comme on l'a vu dans le cas du canal circulaire, suite à l'intégration de l'équation de Poisson (éq. 3-5). On obtient alors un nombre de Poiseuille, dit théorique et noté Po_{th} , qui ne dépend que de la forme de la section, et apparaît invariable pour une transformation homothétique de celle-ci, ceci du fait de l'adimensionnalisation de Po_{th} .

Pour les sections rectangulaires ou triangulaires équilatérales, l'équation de Poisson peut encore être résolue analytiquement, sous forme d'un développement en série dans le cas de la section rectangulaire. Pour les autres cas (section triangulaire isocèle ou trapézoïdale), la perte d'une symétrie géométrique ne permet plus d'obtenir une solution analytique. Shah et London (1975) présentent différentes méthodes approchées de résolution de cette équation, dont une basée sur les moindres carrés (méthode Golub), qui leur permet de déterminer le champs de vitesse et le débit dans la section. Le nombre de Poiseuille théorique est ensuite déduit du produit du facteur de frottement f et du nombre de Reynold Re .

- Section rectangulaire : dans le cas de microtubes de section rectangulaire, le nombre de Poiseuille théorique peut s'exprimer en fonction du rapport de forme $r^* = \frac{h}{l}$. La figure 3.1-1 présente la comparaison entre trois modèles approchés de Po_{th} présentés par Shah et London :

- Shah et London (1978) :

$$Po_{th} = 24 \left[1 - 1,3553r^* + 1,9467r^{*2} - 1,7012r^{*3} + 0,9564r^{*4} - 0,2537r^{*5} \right] \quad (3-20)$$

- Tirunarayanan et Ramachandran (1965) :

$$Po_{th} = 14,277 + 1402,5 \left(\frac{1 + r^* (\sqrt{2} - 1)}{4(1 + r^*)} - \frac{\sqrt{2}}{8} \right)^{1,9} \quad (3-21)$$

- Natarajan et Lakshmanan (1967) :

$$Po_{th} = 8,968 \left(\frac{1+r^*}{\sqrt{r^*}} \right)^{0,75} \quad (3-22)$$

Nous pouvons observer que la valeur du nombre de Poiseuille théorique varie de 24, pour $r^* = 0$ (cas d'un écoulement entre plans parallèles) jusqu'à 14 pour $r^* = 1$ (cas d'un écoulement en conduite de section carrée). L'erreur maximum entre les deux premiers modèles (équations 3-20 et 3-21) est seulement de 1,7 % pour une valeur de $r^* = 0,2$. Le troisième modèle présente des écarts plus importants par rapport aux deux premiers. Ces écarts restent cependant inférieur à 6 % pour $r^* \geq 0,125$.

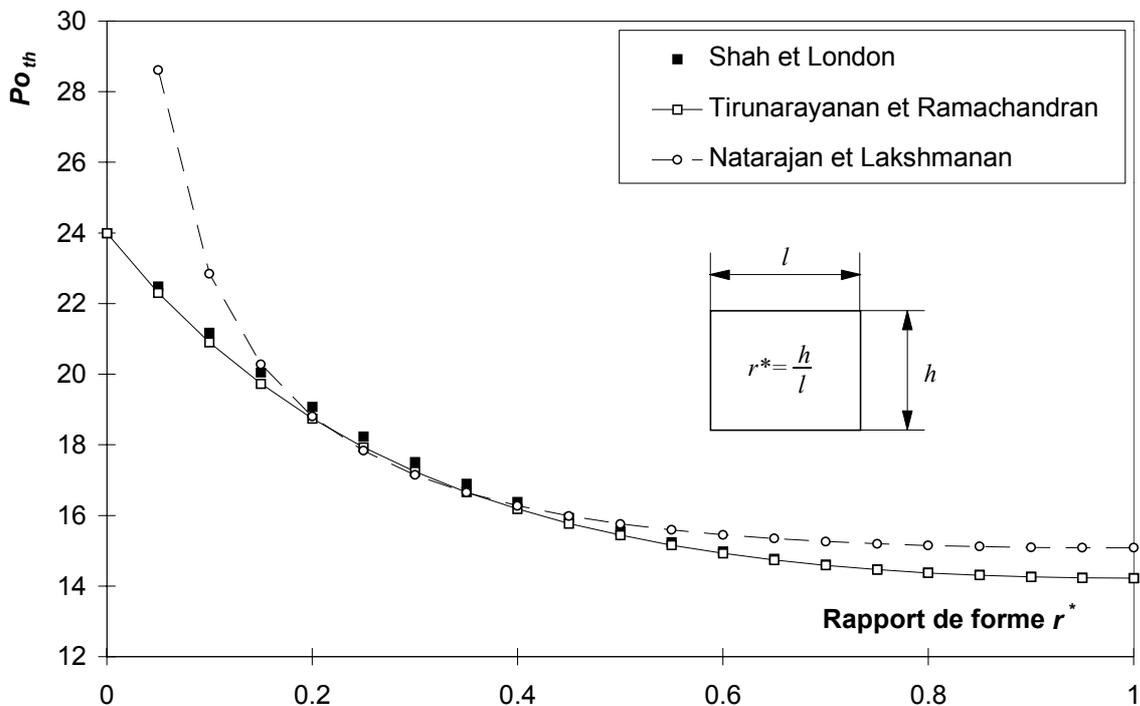


Fig. 3.1-1 : Nombre de Poiseuille théorique, modèles approchés, section rectangulaire

- Section triangulaire isocèle : de la même manière, différents auteurs ont exprimé le nombre de Poiseuille théorique pour un canal de section triangulaire isocèle. Dans ce cas de figure, Po_{th} ne varie qu'en fonction de l'angle θ définissant la section. Migay (1963) propose une valeur approchée sous la forme :

$$Po_{th} = \frac{12 \left(\sqrt{4 + \frac{5}{2} (\tan^2(\theta - 1)) + 2} \right) (\tan^2 \theta - 1)}{\left(\sqrt{4 + \frac{5}{2} (\tan^2(\theta - 1)) - 2} \right) (1 + \sqrt{\tan^2 \theta + 1})^2} \quad (3-23)$$

Tirunarayanan et Ramachandran (1967) présentent le nombre de Poiseuille sous la forme approchée :

$$Po_{th} = 13,33 \left[3,878 \left(\frac{\sin \theta - \tan(\theta/2) \cos \theta + 2 \tan(\theta/2) \cos \theta \csc(\theta/2)}{6(1 + \cos \theta)} - \frac{1}{3\sqrt{3}} \right) + 1 \right] \quad (3-24)$$

Les résultats obtenus par ces deux méthodes sont comparés sur la figure 3.1-2 à ceux de Shah et London, obtenus par une méthode des moindres carrés. Pour les faibles valeurs de l'angle, les trois modèles divergent sensiblement, les écarts allant jusqu'à 4 %.

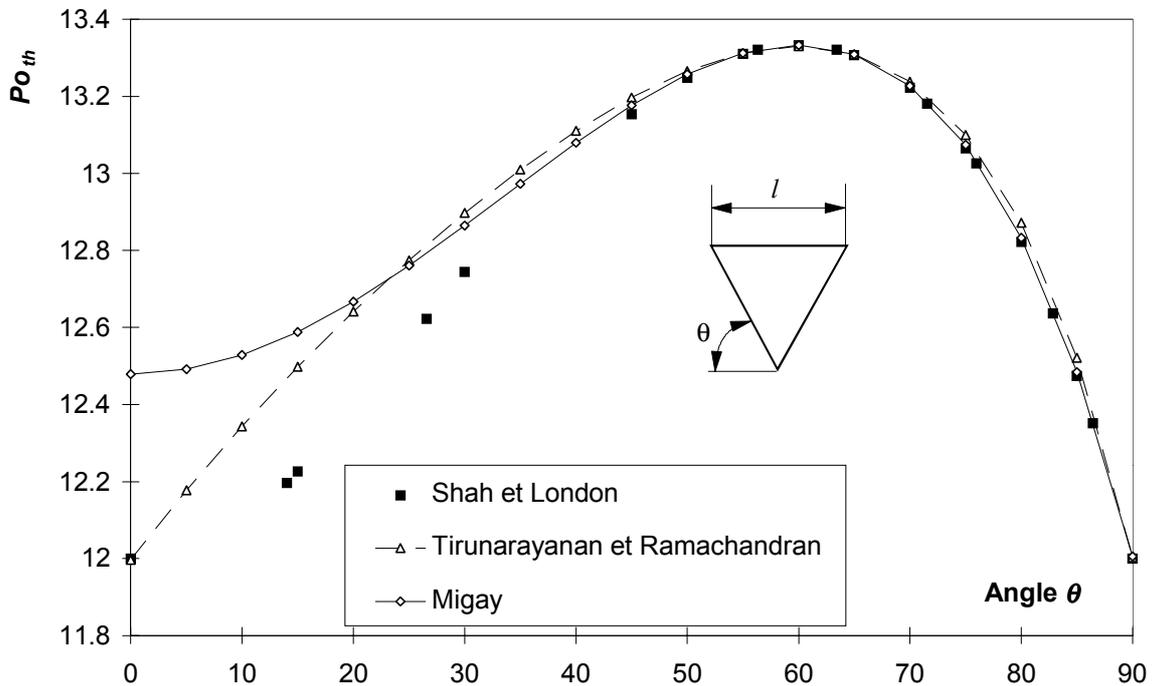


Fig. 3.1-2 : Nombre de Poiseuille théorique, modèles approchés, section triangulaire isocèle

Cependant, pour des valeurs proche de 60° (triangle équilatéral pour lequel la solution analytique donne $Po_{th} = \frac{40}{3}$), les écarts sont très faibles, de l'ordre de 0,02 %. Dans le cas de microcanaux gravés sur silicium, θ correspond à l'angle d'attaque chimique ($54,74^\circ$). La valeur théorique approchée est alors $Po_{th} = 13,31$. Ce résultat a aussi été retrouvé par Urbanek (1994) en résolvant l'équation de Poisson (3-7) par une méthode de différences finies.

- Section trapézoïdale : pour les microcanaux de section trapézoïdale, le nombre de Poiseuille théorique varie avec le rapport de forme $r^{*'} = \frac{h}{l'}$ et avec l'angle θ .

Shah et London ont calculé leurs valeurs pour des angles de 45° et 60° (fig. 3.1-3). Pour des microcanaux gravés sur silicium, c'est à dire pour $\theta = 54,74^\circ$, Urbanek a déterminé l'évolution de Po_{th} par une méthode de différences finies. Nous pouvons constater sur la figure que pour $r^{*'} = 0$, nous retrouvons le résultat d'un écoulement entre deux plans parallèles. Lorsque $r^{*'}$ tend vers l'infini, la solution est proche de celle du triangle équilatéral. Les résultats sont en accord avec ceux obtenus par Flockhart et Dhariwal (1998) ou encore Weilin *et al.* (2000)

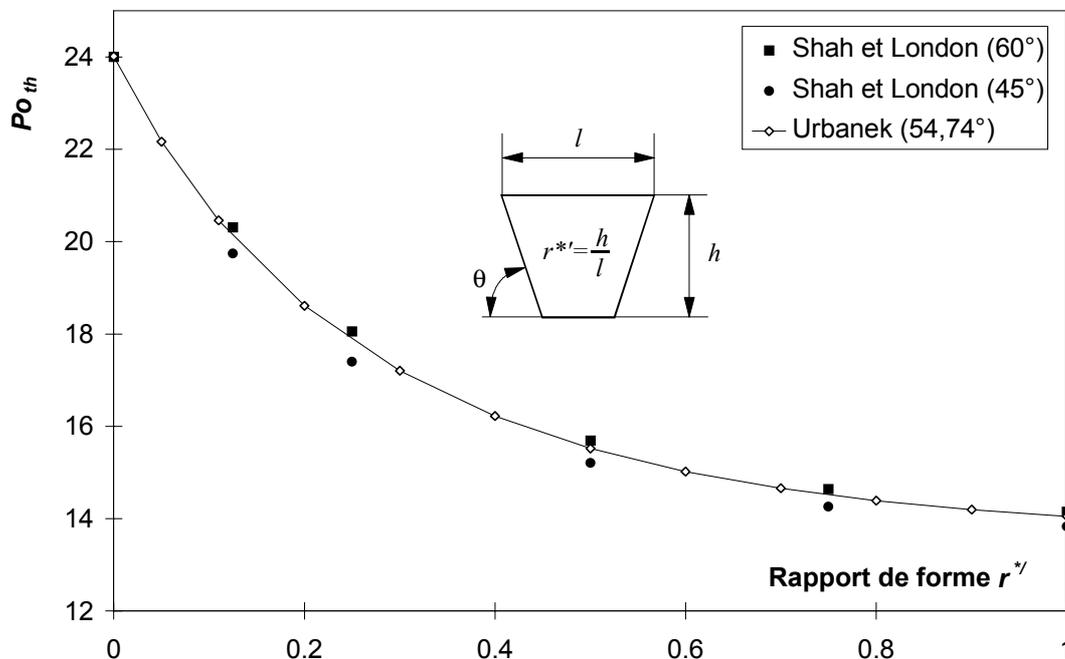


Fig. 3.1-3 : Nombre de Poiseuille théorique, modèles approchés, section trapézoïdale

3.2- Présentation des échantillons testés

3.2.1- Fabrication des échantillons

Chaque élément testé se compose de deux réservoirs de profondeur 100 μm , gravés dans le silicium, entre lesquels sont gravés n microcanaux parallèles (fig. 3.2-1).

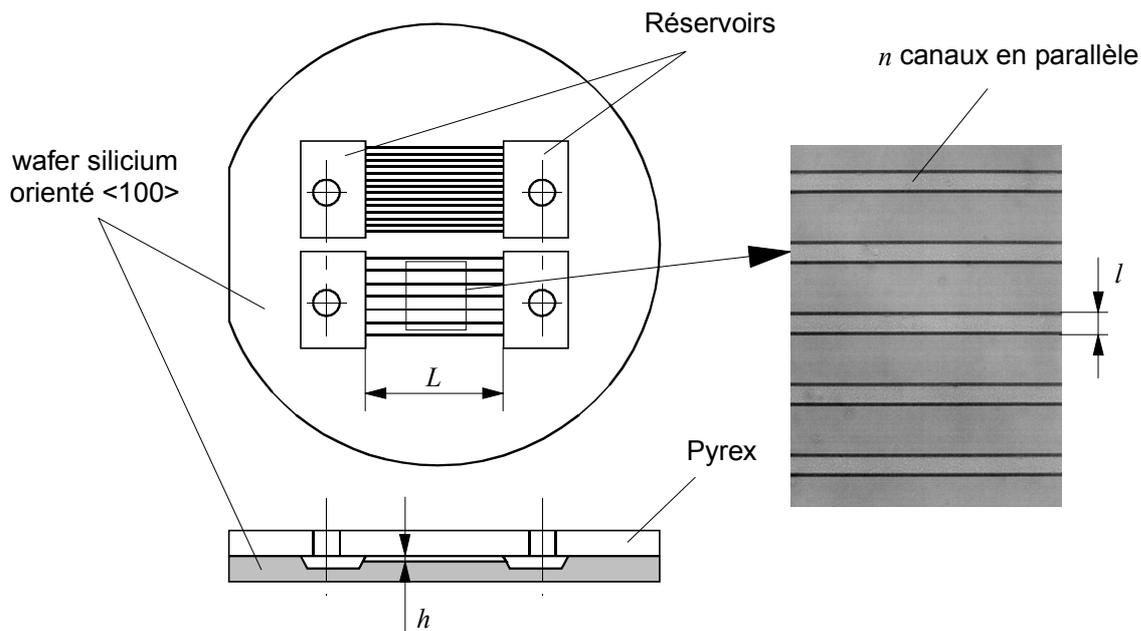


Fig. 3.2-1 : Définitions des microcanaux

Les dimensions caractéristiques de ces microcanaux (l , h) ont été choisies afin d'obtenir une gamme de diamètres hydrauliques compris entre 1 et 15 μm . Le nombre de microcanaux n a été déterminé afin de mesurer des débits globaux assez importants, ce qui évite d'atteindre les limites de mesure du banc (conduisant à une augmentation des erreurs). Les gravures ont été réalisées au L.A.A.S., sur des wafers orientés $\langle 100 \rangle$, par attaque chimique anisotrope de KOH. Selon les largeurs l définies sur les masques de gravure et les temps de plongée dans les bains chimiques, nous avons obtenu des microcanaux de section trapézoïdale ou triangulaire isocèle. Les profondeurs de gravure étant différentes pour les réservoirs et les microcanaux, deux opérations distinctes de gravure ont été nécessaires. Entre chacune d'entre elles, un dépôt de SiO_2 a permis de protéger les parties ne devant pas être gravées. Lors de gravure anisotrope sur le silicium, il faut de plus s'assurer que l'alignement du masque par rapport à l'orientation du silicium (direction $\langle 110 \rangle$) est rigoureux.

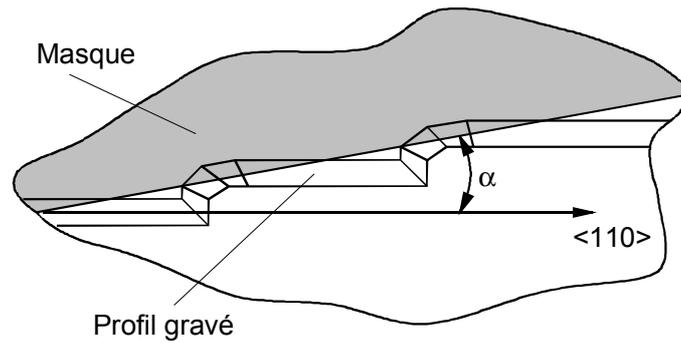


Fig. 3.2-2 : Défaut d'orientation du masque

En effet, pour des géométries où le rapport $\frac{L}{l}$ est important, comme c'est le cas pour les microcanaux, un défaut d'alignement α du masque peut engendrer des discontinuités sur le profil gravé (fig. 3.2-2). Nous n'avons cependant pas rencontré ce problème sur nos échantillons, le contrôle ayant été effectué au microscope optique.

La structure a été ensuite complétée par une plaque de Pyrex de 2 mm d'épaisseur, scellée sur le silicium par "bonding anodique". Ce collage atomique assure une étanchéité parfaite sur toute la longueur des microcanaux. De plus, la transparence du verre permet, par visualisation directe de l'écoulement, d'optimiser le remplissage du système en évitant de piéger des bulles d'air. En vis-à-vis des réservoirs, le Pyrex a été percé (de trous de 3 mm de diamètre) par ultrasons, afin d'obtenir les orifices d'entrée et de sortie du fluide. Cette opération a été réalisée au C.E.M.E.S.¹ avant la phase de bonding.

3.2.2- Caractéristiques des microcanaux

3.2.2.1- Dimensions

Nous avons fait réaliser différentes plaques contenant chacune deux séries de microcanaux. Pour chaque série la longueur L a été mesurée à l'aide de la platine micrométrique d'un microscope optique (longueur de mesure : 25 mm, grossissement $\times 100$). Afin de prendre en compte les éventuels défauts entre les n canaux d'une même série, nous avons déterminé L en moyennant un échantillon de 10 mesures prises aléatoirement. La

¹ Centre d'Elaboration de Matériaux et d'Etudes Structurales (Toulouse).

platine étant précise à $5\mu\text{m}$ (appréciation de la demi-division), nous avons relevé un écart type compris entre 5 et $20\mu\text{m}$. Nous estimons donc l'erreur maximum sur la détermination de L à $0,8\%$. Les deux autres dimensions, qui sont la largeur l et la profondeur h définissant la section transversale, ont été obtenues avant la phase de bonding du Pyrex par deux systèmes de mesures différents.

La largeur a aussi été vérifiée à l'aide d'un microscope optique, en utilisant cependant un grossissement plus important ($\times 500$). Un réticule muni d'un vernier permet de mesurer cette largeur avec des précisions de $0,16\mu\text{m}$. La mesure consiste à positionner successivement le réticule sur les deux arrêtes du microcanal, pour déterminer la distance les séparant. En prenant en compte les erreurs de positionnement du réticule au niveau des deux arrêtes, erreurs dues à la netteté de l'image (focalisation), nous estimons les incertitudes absolues sur l à $0,3\mu\text{m}$. Une largeur moyenne a également été obtenue en procédant à une série de mesures, aléatoirement réparties sur les n canaux. Les incertitudes relatives sont comprises entre $0,5$ et 3% .

La profondeur h est déterminée à l'aide d'un profilomètre TENCOR P-1. Un stylet, de rayon de courbure $5\mu\text{m}$, se déplace transversalement au microcanal et reproduit le profil de la section (fig. 3.2-3).

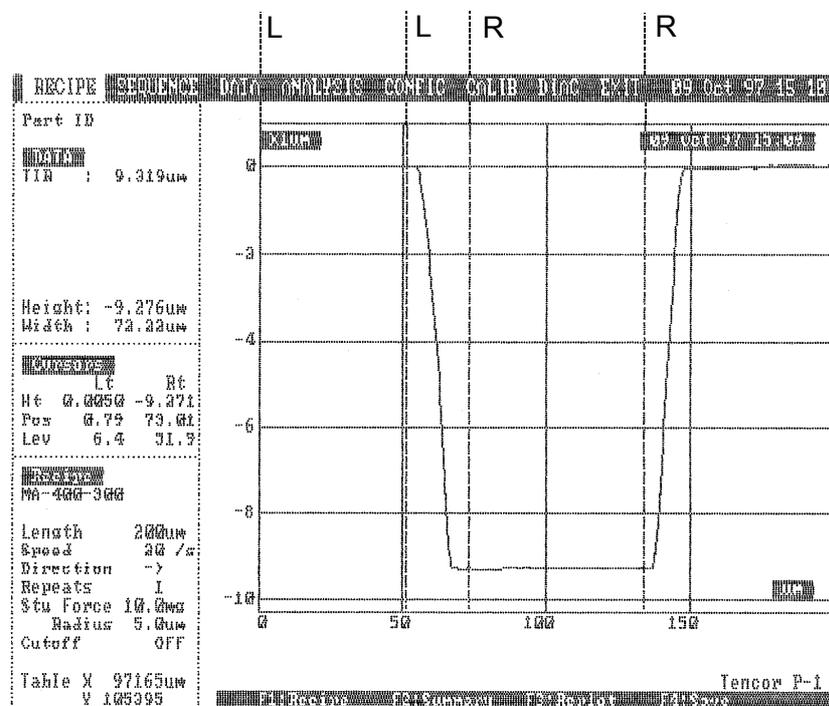


Fig. 3.2-3 : Exemple de mesure de profondeur h effectuée au Tencor sur l'échantillon P3

La mesure est obtenue par différence de niveau entre la surface haute du wafer et le fond du microcanal. Pour prendre en compte les défauts de rugosité ou de forme des surfaces, les niveaux sont intégrés entre les repères L-L et R-R. Sur l'exemple de mesure concernant l'échantillon *P3* (fig. 3.2-3), nous pouvons lire directement la valeur de h , qui est de $9,276 \mu\text{m}$. Comme précédemment, nous avons effectué des mesures aléatoirement sur tous les microcanaux en parallèle pour prendre en compte les irrégularités de profondeur. Ces irrégularités peuvent être dues à une attaque chimique non homogène. L'écart type obtenu sur un échantillon d'une dizaine de mesures est d'environ $0,05 \mu\text{m}$ pour chaque profondeur mesurée. Les incertitudes absolues sur la profondeur sont estimées à $0,15 \mu\text{m}$, ce qui donne des incertitudes relatives comprises entre 1,5% et 8%.

Le tableau suivant résume les différentes caractéristiques dimensionnelles pour chaque série de microcanaux, ainsi que le nombre de Poiseuille théorique calculé à l'aide du modèle développé par Urbanek (1994) :

<i>Désignation</i>	<i>n</i>	<i>L</i> (μm)	<i>l</i> (μm)	<i>h</i> (μm)	<i>D_H</i> (μm)	<i>P_{Oth}</i>
<i>P1</i> ▽	100	7474	55	1,85	3,55	22,71
<i>P3</i> ▽	100	7362	51,1	9,32	14,83	18,89
<i>P4A</i> ▽	57	7471	26,8	5,19	8,14	18,69
<i>P4B</i> ▽	153	7478	16,8	5,19	7	17,11
<i>P5A</i> ▽	66	7363	20,8	-	10,79	13,31
<i>P5B</i> ▽	250	7336	10,4	-	5,38	13,31

mesures de h au TENCOR et de (l, L) au microscope optique

3.2.2.2- Rugosité

L'attaque chimique du silicium engendre un état de surface plus ou moins rugueux au fond des microcanaux. Cette rugosité a été déterminée au profilomètre TENCOR P-1 à partir d'une série de mesures effectuées longitudinalement au milieu des microcanaux, sur des longueur de $100 \mu\text{m}$.

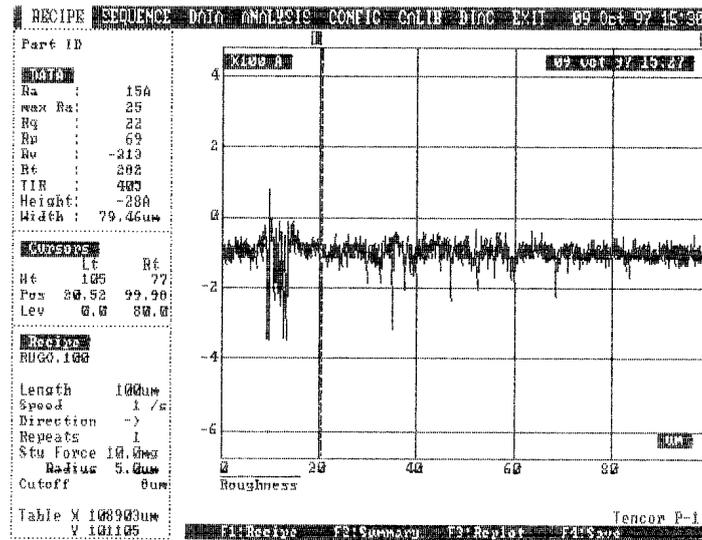


Fig. 3.2-4 : Mesure de rugosité sur l'échantillon P1

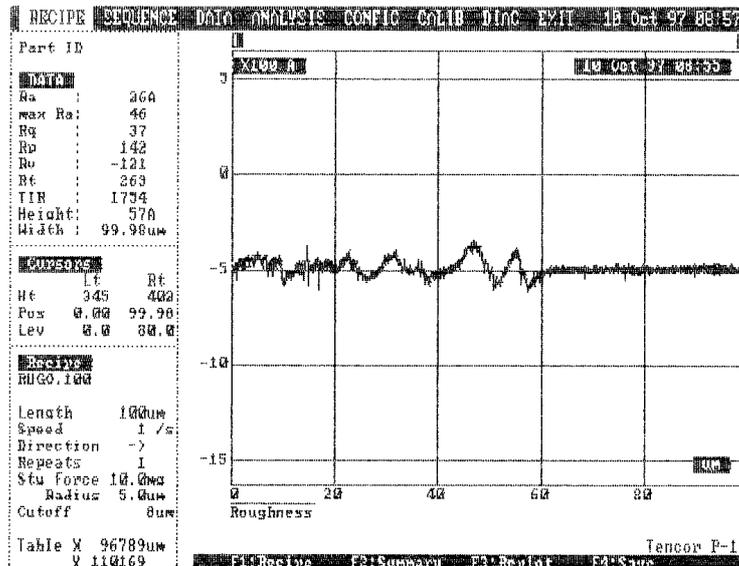


Fig. 3.2-5 : Mesure de rugosité sur l'échantillon P3

Les figures 3.2-4 et 3.2-5 présentent un exemple de déplacement du stylet sur cette distance pour les échantillons P1 et P3. Cette mesure permet ensuite de déterminer des critères physiques de rugosité, tels que R_p (hauteur du pic max.), R_v (profondeur du creux max.) et R_t ($R_p - R_v$), ou des critères statistiques (R_a , R_q). Afin d'évaluer l'importance relative de cette rugosité par rapport à la profondeur du microcanal, nous avons considéré le critère R_t , qui définit l'écart maximum entre pics et creux. Pour les deux séries de microcanaux P1 et P3 présentées ci-dessus, les valeurs de R_t valent respectivement 282 et 263 Å. Les différentes plaques ayant été réalisées simultanément dans le même bain chimique, nous obtenons des

rugosités sensiblement identiques pour chaque plaque. Dans le pire des cas, c'est-à-dire pour la plaque *PI*, la rugosité représente alors 1,5 % de la profondeur totale.

Ce système de mesure n'est cependant pas idéal. En effet, c'est une mesure par contact et du fait de son rayon de courbure, le stylet ne peut pas suivre parfaitement la surface réelle du canal (non prise en compte de creux trop étroits). D'autres solutions existent, comme par exemple la mesure de rugosité par microscope interférométrique (Pfahler (1992)), mais elles sont plus lourdes à mettre en œuvre. Le niveau de précision obtenu avec le profilomètre reste cependant suffisant pour nos ordres de grandeur de rugosité.

3.2.3 - Montage d'essais

Les différentes plaques ont été conçues de manière identique, afin de pouvoir utiliser le même montage d'essais (fig. 3.2-6). Celui-ci se compose d'un châssis et d'un couvercle, entre lesquels se logent les plaques de test. Il est nécessaire que le couvercle soit transparent afin de visualiser proprement le remplissage des microcanaux. Nous avons donc choisi de la réaliser en polycarbonate, pour son excellente transparence et sa bonne résistance chimique aux liquides utilisés.

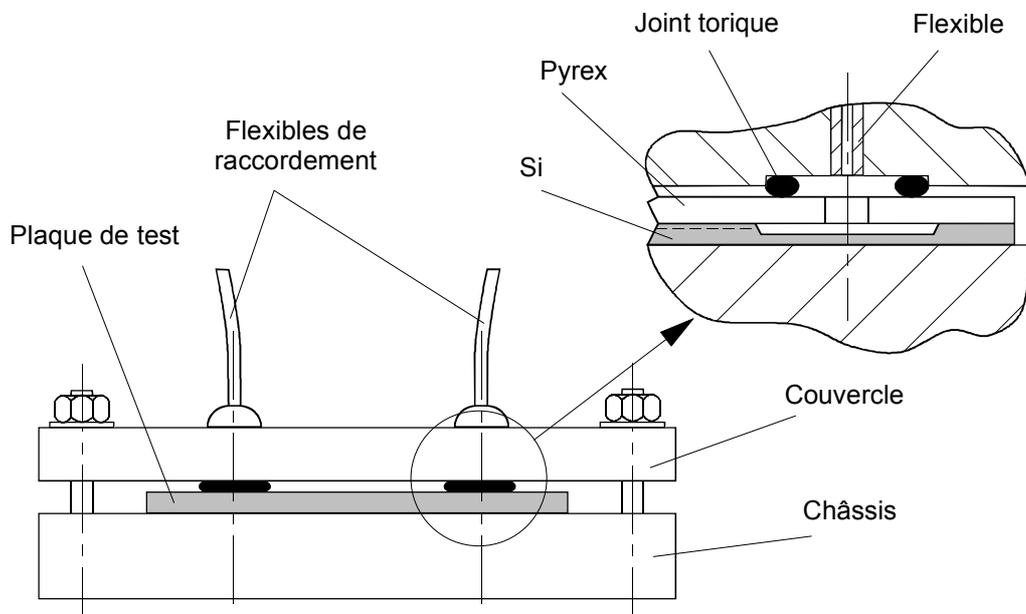


Fig. 3.2-6: Montage d'essais

Le raccordement au banc de mesure est assuré par deux flexibles collés au couvercle, dont le diamètre intérieur est de 800 μm . L'étanchéité entre le Pyrex et le couvercle est assurée par des joints toriques en Viton, de diamètre assez important pour prendre en compte les dispersions de position des trous de passage du fluide, d'une plaque à l'autre.

3.3- Exploitation des résultats

3.3.1- Premiers résultats

L'ensemble des microcanaux a été soumis à un écoulement permanent de propanol-2, à une température régulée de 25°C. La figure 3.3-1 présente un exemple typique de caractéristique expérimentale débit/pression ; elle est relative à l'association de 100 microcanaux de section trapézoïdale placés en parallèle (configuration P3).

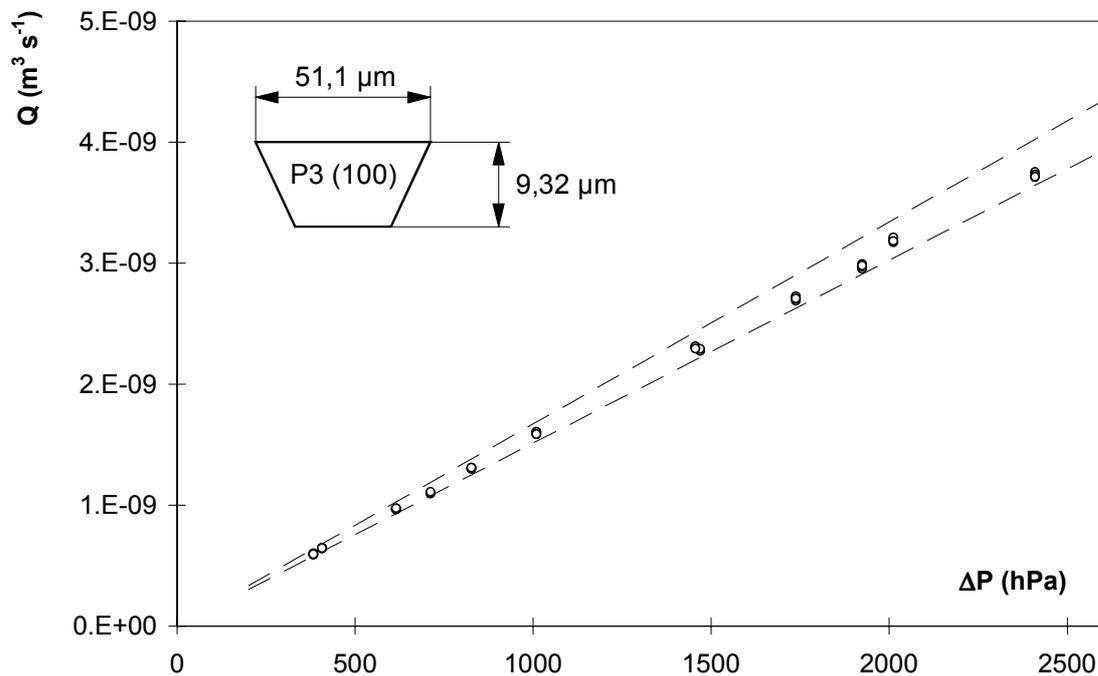


Fig. 3.3-1 : Caractéristique débit/pression de l'échantillon P3 en écoulement permanent (propanol-2 à 25 °C)

Comme au chapitre II, à partir des mesures expérimentales sont extraites quatre valeurs moyennes de débit. Comme on peut le constater, ces quatre mesures sont quasiment

identiques. La prévision théorique d'après le modèle de Poiseuille est représentée par deux lignes pointillées, qui prennent en compte les incertitudes de mesures des dimensions de la section du microcanal ($\pm 0,3 \mu\text{m}$ pour la largeur l et $\pm 0,15 \mu\text{m}$ pour la profondeur h). Le nombre de Poiseuille théorique nécessaire au tracé de ces courbes est calculé d'après la méthode d'Urbanek (1994).

A partir de ces résultats bruts, il est possible d'isoler un seul microcanal et de calculer le débit expérimental correspondant, afin d'exprimer ensuite le nombre de Poiseuille sous sa forme réduite

$$Po^* = \frac{Po_{exp}}{Po_{th}} \quad (3-25)$$

en fonction du diamètre hydraulique D_H . Cette étape permet une première analyse de l'influence du confinement sur la validité du modèle de Poiseuille. La figure 3.3-2 présente l'ensemble des résultats obtenus pour chaque plaque testée. Pour chacune de ces plaques, on a effectué une moyenne à partir des mesures réalisées dans la plage $\Delta P \in [0 ; 2500 \text{ hPa}]$ (fig. 3.3-1).

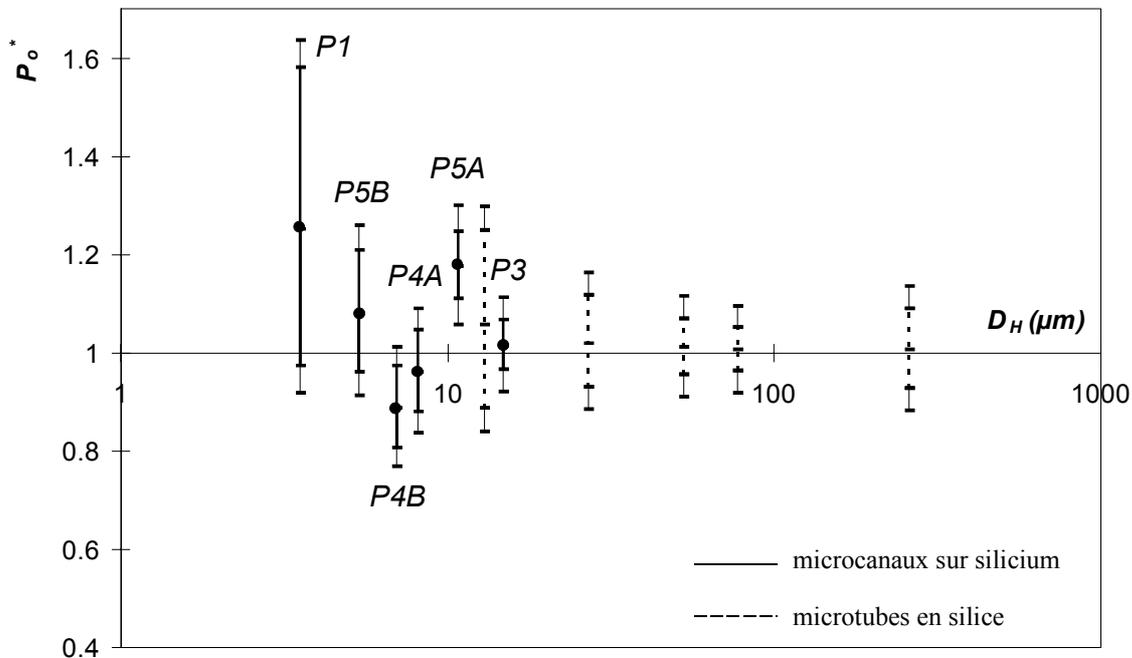


Fig. 3.3-2 : Nombre de Poiseuille réduit Po^* en fonction du diamètre hydraulique D_H

Les valeurs de Po^* relatives aux microcanaux sur silicium sont comparées aux valeurs de Po^* calculées pour des microtubes de section circulaire, de diamètres 13, 27, 53, 77 et 258 μm (cf. §2.5.4). Nous avons porté en gras sur la figure 3.3-2 les incertitudes de calcul de Po^* , issues des incertitudes de mesures sur les dimensions l et h des échantillons. Les incertitudes relatives à l'écoulement sont représentées en traits fins ; elles sont de l'ordre de $\pm 4,5\%$ et comprennent l'incertitude de mesure du débit ($\pm 1\%$), de la pression ($\pm 1\%$), de la viscosité et de la température ($\pm 2,5\%$). On constate donc que le gros de l'incertitude est lié à l'imprécision de mesure des dimensions des sections.

Dans le cas des microtubes de section circulaire étudiés dans le chapitre précédent, nous vérifions que Po^* reste très proche de 1. Une tendance apparaît cependant. Elle semble montrer que Po^* augmente lorsque D_H diminue, ce qui traduit une surestimation du débit par la théorie de Poiseuille. Remarquons toutefois que les incertitudes augmentent également lorsque D_H diminue. En effet, la partie de l'incertitude due aux dimensions (traits gras) passe de $\pm 5\%$, pour le microtube de 77 μm de diamètre, à $\pm 15\%$ dans le cas du microtube de 13 μm de diamètre. Ceci est directement lié à la précision du microscope utilisé pour la mesure des diamètres, qui est de $\pm 0,5 \mu\text{m}$. En ce qui concerne les différentes plaques de silicium testées, nous pouvons noter que Po^* est compris entre 0,9 et 1,23 , avec des incertitudes plus marquées encore que précédemment lorsque D_H diminue.

On comprend mieux l'importance du rôle joué par les incertitudes de mesures des dimensions de la section, en regardant l'équation 3-26 déterminée à partir des équations 3-19 et 3-25. On voit que ces incertitudes interviennent à la fois dans le terme $\frac{\Delta S}{S}$ et dans le terme $\frac{\Delta D_H}{D_H}$.

$$\frac{\Delta Po^*}{Po^*} = \frac{\Delta S}{S} + \frac{2\Delta D_H}{D_H} + \left(\frac{\Delta \mu}{\mu} + \frac{\Delta Q}{Q} + \frac{\Delta(\Delta P)}{\Delta P} + \frac{\Delta Po_{th}}{Po_{th}} \right) \quad (3-26)$$

Ainsi, dans le cas de l'échantillon *PI*, les incertitudes relatives concernant la largeur l restent faibles, de l'ordre de 1%, mais les incertitudes relatives sur la profondeur $h = 1,85 \mu\text{m}$ sont importantes et égales à 8%. Ainsi, Po^* est donc supposé connu à $\pm 30\%$, alors que pour l'échantillon *P3*, l'incertitude estimée sur Po^* n'est que de $\pm 5\%$.

En conséquence, il semble à ce stade difficile de conclure sur la validité du modèle de Poiseuille dans le cas d'écoulements liquides en microcanaux. Pour aller plus loin, l'effort

doit être porté sur la mesure des dimensions des sections, et plus particulièrement sur la mesure de la profondeur h .

3.3.2- Mesure des dimensions au MEB

Ainsi, après la campagne d'essais, nous avons essayé de mesurer à nouveau, mais avec d'autres moyens, chaque plaque. Nous avons tout d'abord testé différents systèmes de mesures non destructifs, malheureusement sans succès. Notamment, le LESIR nous a offert ses services en tentant d'utiliser un profilomètre laser, mais l'épaisseur importante du Pyrex (2mm) fut à l'origine de phénomènes parasites de diffraction et n'a pas permis une focalisation suffisamment précise du faisceau. Les mesures fournies se sont ainsi avérées difficilement exploitables. Nous nous sommes alors tournés vers une méthode destructive, réalisée au LAAS. Les plaques ont été découpées à l'aide d'un disque diamant suivant un axe orthogonal aux microcanaux, ce qui a permis une visualisation des sections au microscope électronique à balayage (MEB) (fig. 3.3-3). Grâce à l'emploi de grossissements importants, le MEB permet d'augmenter la précision de la mesure. Celle-ci est effectuée en comparant, pour un grossissement identique, une grille étalon de 0,5 μm de résolution et les différentes sections. La visualisation directe des sections est riche d'enseignements. On constate par exemple que pour les échantillons trapézoïdaux de faible profondeur (P4A et P4B), l'angle de gravure n'est pas de 55°, comme attendu et vérifié sur les autres échantillons. Il est en fait de 70° et on constate à mi-hauteur de la section une petite aspérité. Ces deux configurations étant obtenues à partir du même wafer, il est possible qu'un problème (attaque chimique interrompue, puis reprise) soit survenu lors de la phase de réalisation. Toujours est-il que les calculs de la section et du diamètre hydraulique, obtenus à partir de la profondeur h et de la largeur supérieure l , ont dû être repris en tenant compte de ces nouveaux angles, pour les échantillons P4A et P4B. La connaissance de la section et du diamètre hydraulique sont en effet nécessaires pour le calcul du nombre de Poiseuille expérimental.

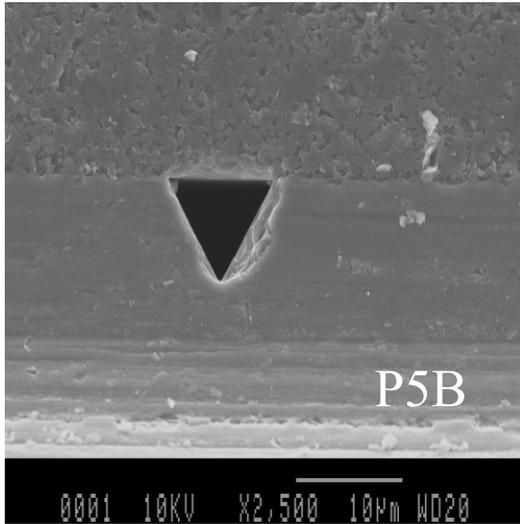
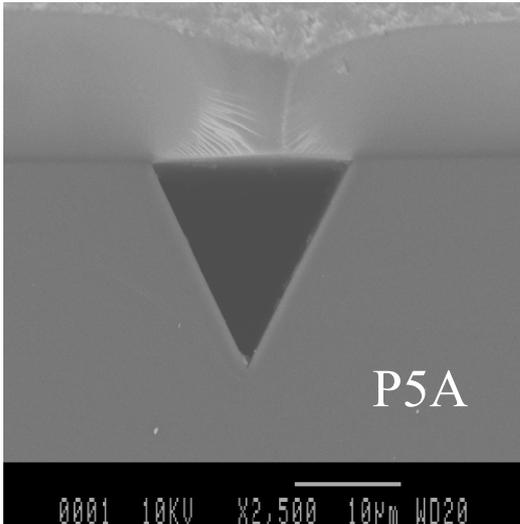
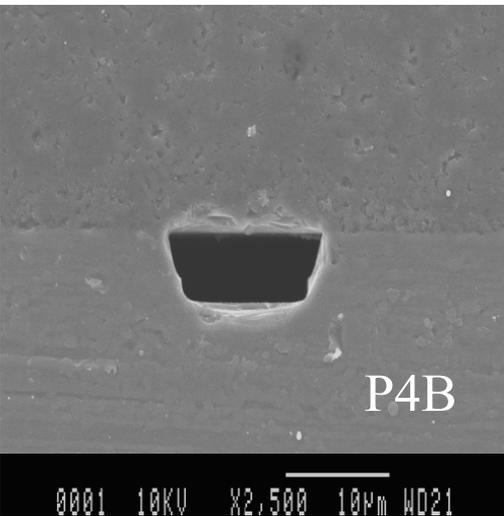
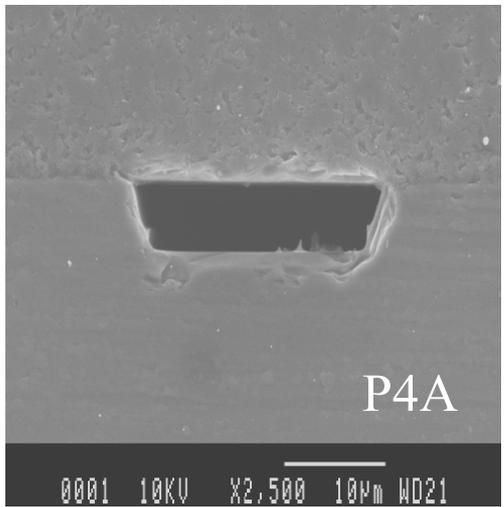
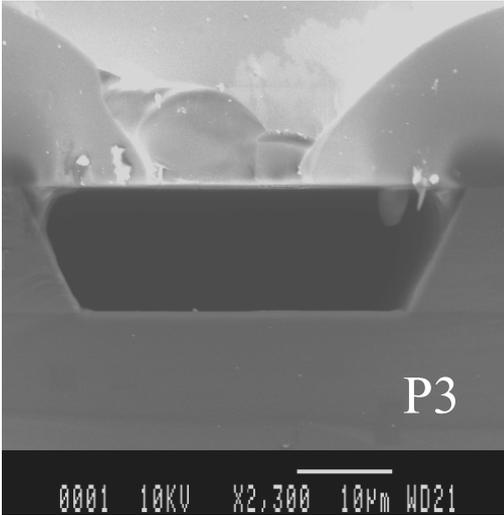
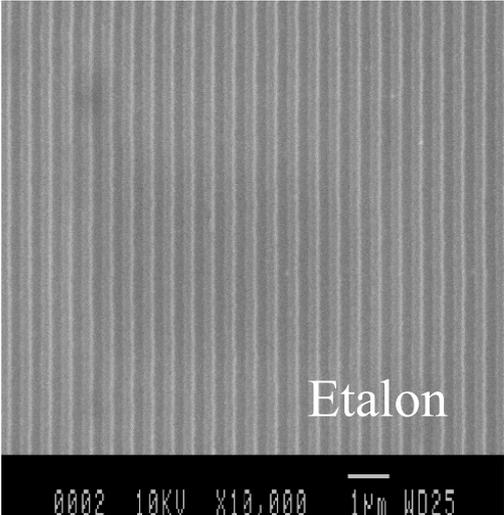


Fig. 3.3-3 : Visualisation des différents microcanaux par MEB

Les nouvelles mesures alors obtenues sont présentées dans le tableau ci-dessous :

Désignation	l (μm)	h (μm)	D_H (μm)	Po_{th}
$P1 \nabla$	51,6 (55)	1,74 (1,85)	3,34 (3,55)	22,7 (22,71)
$P3 \nabla$	49 (51,1)	10,7 (9,32)	16,25 (14,83)	18,29 (18,89)
$P4A \nabla$	24,3 (26,8)	5 (5,19)	7,72 (8,14)	18,49 (18,69)
$P4B \nabla$	15,25 (16,8)	5,3 (5,19)	6,77 (7)	16,71 (17,11)
$P5A \nabla$	19,5 (20,8)	-	10,09 (10,79)	13,31
$P5B \nabla$	9,9 (10,4)	-	5,12 (5,38)	13,31

comparaison des mesures de l et h : **MEB** (TENCOR, microscope)

Nous pouvons remarquer des écarts relativement importants entre les deux systèmes de mesures, qui ne peuvent pas a priori s'expliquer par les imprécisions des appareils de mesure utilisés. En effet, pour la mesure des largeurs l , les écarts sont compris entre 4% et 9%. Pour la profondeur h , ils sont compris entre 3% et 13 %.

3.3.3- Comparaison des différents résultats

Ces nouvelles mesures des dimensions des sections nous fournissent de nouvelles valeurs de Po^* . La figure 3.3-4 présente une comparaison des valeurs de Po^* , obtenues à partir des deux séries de mesures, en fonction du nombre de Reynolds. Nous relevons un écart systématique de l'ordre de 25% entre les deux séries de mesures, les courbes subissant une translation vers le bas. Dans le cas des échantillons $P4A$ et $P4B$, la correction angulaire a une influence qui joue dans l'autre sens, réduisant la translation vers le bas (cas du $P4A$) ou se traduisant par une translation vers le haut (cas du $P4B$).

La translation systématique vers le bas (hors effet de correction angulaire) tend à montrer qu'il existe une erreur systématique sur la mesure. Il est possible que des défauts d'alignement des échantillons dans le MEB soient la cause de ces erreurs.

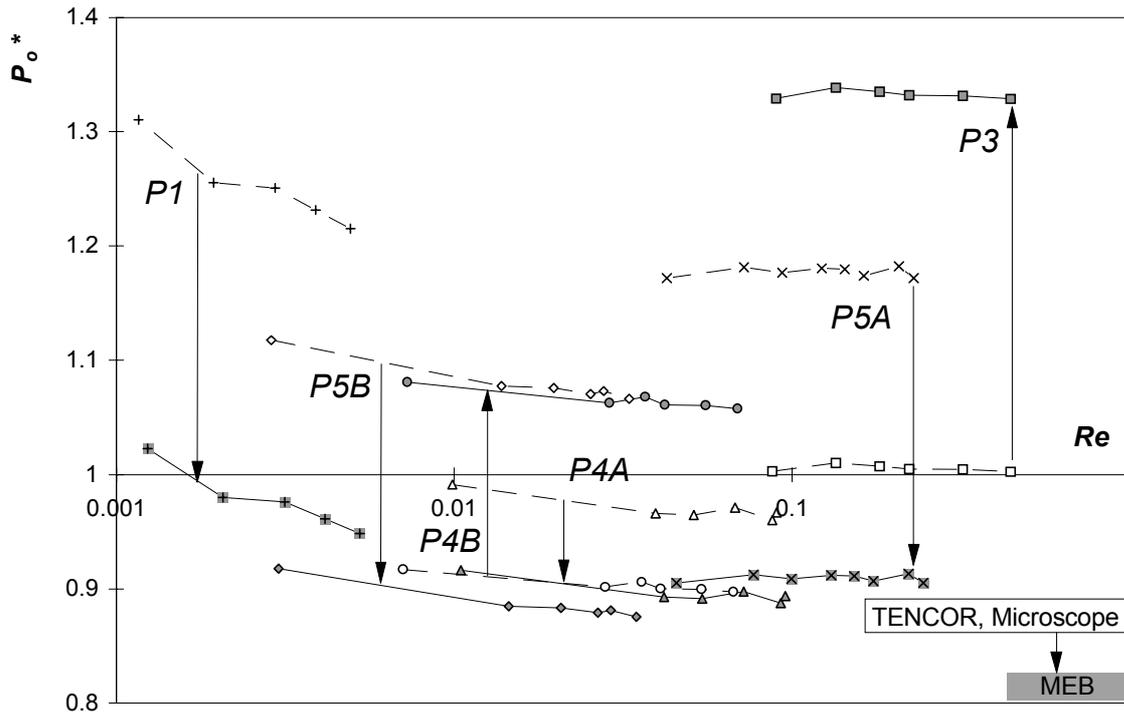


Fig 3.3-4 : Comparaison de l'évolution de Po^* en fonction de Re
résultats obtenus par les deux systèmes de mesures

De plus, lors de ces mesures, la grille étalon et la section ne sont pas visualisées simultanément, la mise au point étant d'abord réalisée sur l'étalon puis sur la section. Il est alors possible que le grossissement ne soit pas rigoureusement respecté entre les deux clichés. De la même façon, une erreur systématique sur la mesure fournie par le Tencor n'est pas à exclure.

Si, dans l'absolu, il nous est donc difficile d'analyser quantitativement les valeurs de Po^* , il apparaît quand même nettement que, pour un échantillon donné, Po^* a tendance à augmenter lorsque le nombre de Reynolds diminue. Ce constat étant fait à partir des différentes mesures réalisées sur un même échantillon, on s'affranchit ici des problèmes liés à l'imprécision de mesure des cotes de la section.

Cette tendance très nette est mise en évidence sur la figure 3.3-5, sur laquelle sont représentées les valeurs de Po^* issues des premières mesures au Tencor, les valeurs issues des mesures effectuées au MEB étant déduites par différentes translations verticales.

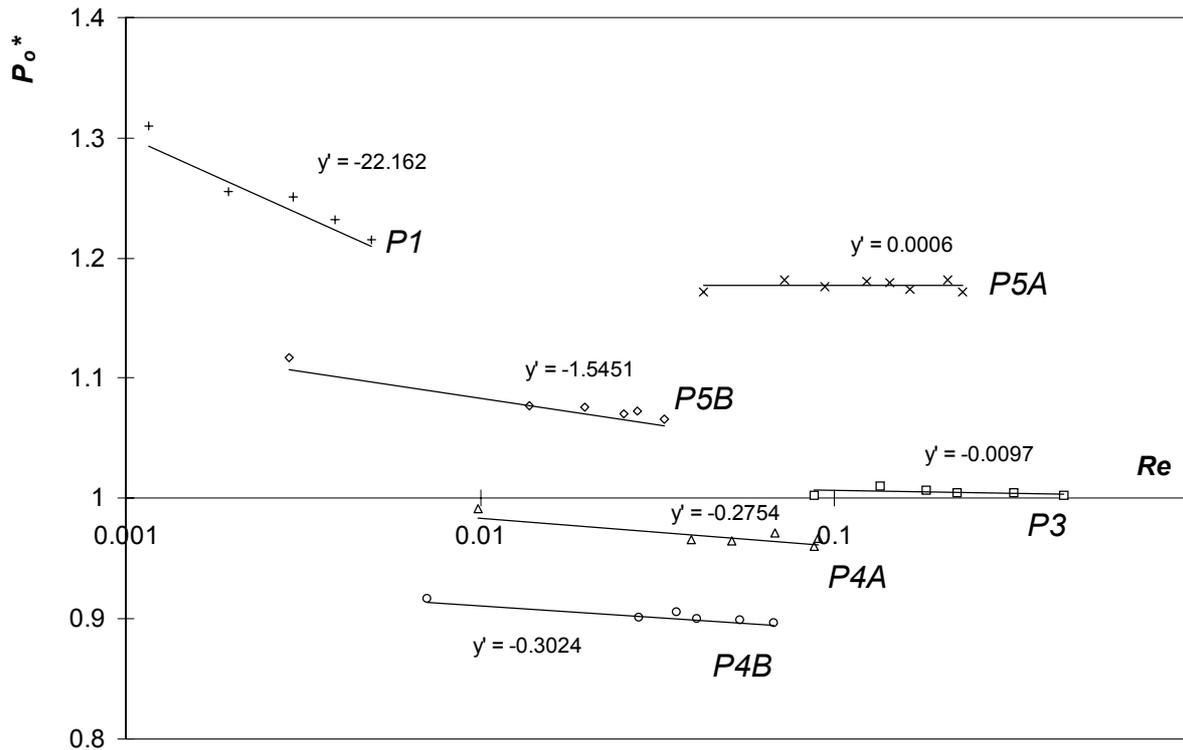


Fig 3.3-5 : Mise en évidence, pour chaque échantillon testé, du gradient de Po^* en fonction de Re

Nous ne nous intéressons donc maintenant qu'au gradient, représenté par la pente de chaque droite extrapolant (par régression linéaire) les valeurs de Po^* , obtenues pour chaque échantillon testé. Il est clair que ce gradient augmente lors le Reynolds diminue, alors qu'il tend vers zéro pour des nombres de Reynolds supérieurs à 0,1 (cas des échantillons P3 et P5A). En ne tenant pas compte de P3 et P5A, nous relevons pour chacun des autres échantillons la valeur du gradient $\frac{\partial Po^*}{\partial Re}$, que nous portons sur la figure 3.3-6 en fonction de Re_{moy} , qui représente la moyenne des nombres de Reynolds relevés pour chaque point relatif à l'échantillon considéré.

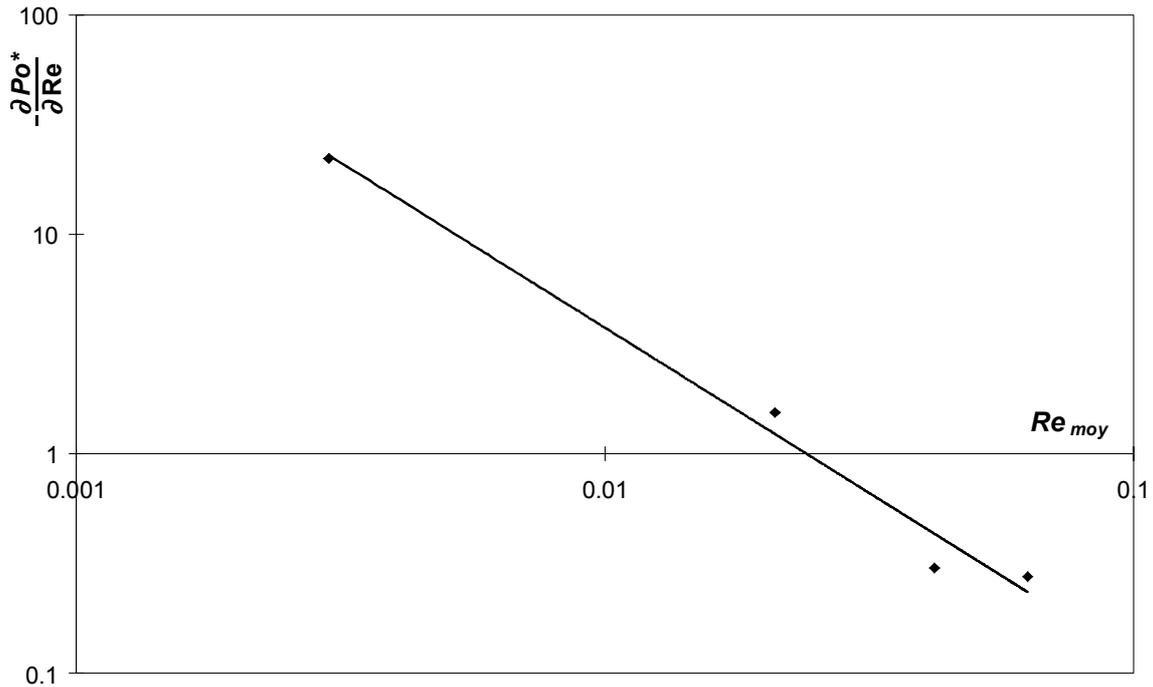


Fig 3.3-6 : $\frac{\partial Po^*}{\partial Re}$ en fonction de Re_{moy} , représenté en échelle Log-Log.

Malgré le peu de points retenus (quatre échantillons sont pris en compte), une évolution en échelle logarithmique semble se dégager. Une extrapolation met en évidence une pente précisément égale à $-3/2$. D'autre part, cette extrapolation n'est pas seulement linéaire, mais affine. Elle s'écrit, en revenant à une échelle arithmétique :

$$\frac{\partial Po^*}{\partial Re} = -0,0036 Re_{moy}^{-\frac{3}{2}} \quad (3-27)$$

L'intégration de cette équation conduit alors à :

$$Po^* = \frac{0,0072}{\sqrt{Re}} + 1 \quad (3-28)$$

en supposant que pour des nombres de Reynolds suffisamment grands (mais demeurants tels que l'écoulement soit laminaire), la théorie de Poiseuille est vérifiée et Po^* vaut 1.

L'expression (3-28) a été obtenue à partir de mesures locales du gradient du nombre de Poiseuille réduit. Pour le calcul de ce gradient $\frac{\partial Po^*}{\partial Re}$, la variation du nombre de Reynolds était due à une variation du gradient de pression ΔP générateur de l'écoulement. Il serait intéressant de vérifier que le résultat (3-28) proposé reste valable lorsque la variation de Re est due à une variation du diamètre hydraulique. Du fait de l'imprécision des mesures de dimensions des microcanaux sur support silicium, que nous avons évoquées plus haut, cette analyse est faite sur les microtubes circulaires en silice. La plage de Reynolds concernée (Fig. 3.3-7) est toutefois plus élevée ($Re \in [0,05 ; 100]$).

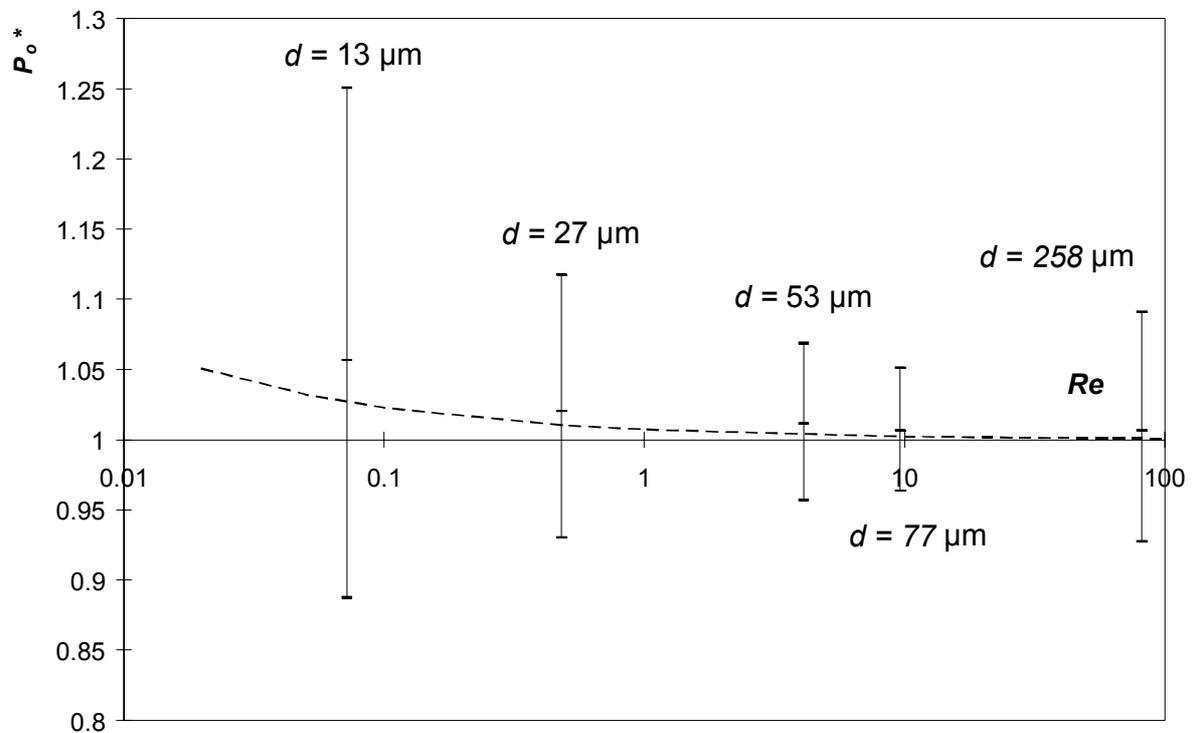


Fig 3.3-7 : $Po^*=fct(Re)$. Confrontation entre l'équation 3-28 et les mesures effectuées sur des microtubes.

On constate que l'adéquation entre l'équation (3-28) et les mesures effectuées sur les différents microtubes est satisfaisante. Là encore, les données sont trop peu nombreuses pour pouvoir conclure de façon définitive et il convient de rester prudent. A ce stade, l'équation 3-28 doit sans doute être considérée comme une proposition, qu'il conviendra de confirmer et peut-être d'affiner par des essais complémentaires.

3.4- Conclusion

Afin d'estimer l'influence du confinement sur un écoulement de Poiseuille dans des microcanaux, nous avons étudié expérimentalement un écoulement forcé par gradient de pression, dans des microcanaux de section circulaire, trapézoïdale et triangulaire. Nous nous sommes intéressés au nombre de Poiseuille Po , qui selon la théorie classique, ne dépend que de la géométrie de la section et est donc indépendant du fluide, de la température et des dimensions. De manière expérimentale, connaissant la viscosité, on peut accéder à la mesure de Po , à partir de la mesure du débit, de la différence de pression, et des dimensions de la section. Mis sous forme réduite, Po^* permet une comparaison entre expérience et théorie de Poiseuille.

Des incertitudes trop importantes sur la mesure des dimensions des microcanaux, nous ont conduits à étudier le gradient $\frac{\partial Po^*}{\partial Re}$ plutôt que Po^* , en fonction de Re . On a ensuite proposé

une forme du nombre de Poiseuille réduit en puissance $-1/2$ du nombre de Reynolds.

Ce résultat est nouveau, mais il reste à vérifier cette tendance à l'aide de mesures complémentaires. Aussi allons-nous nous attacher à effectuer d'autres essais, dans le but notamment d'essayer de découpler l'influence de différents paramètres :

- nature du fluide
- température
- longueur des microcanaux (pour mettre en évidence d'éventuels effets d'extrémité : ceci est réalisable avec des microtubes qu'on peut facilement raccourcir par clivage)
- état de surface (à partir de microcanaux usinés par des techniques différentes)
- valeur du nombre de Poiseuille théorique (les essais effectués jusqu'alors portent sur des Po_{th} du même ordre de grandeur, compris entre 13 et 22. Il faudrait vérifier que la recherche d'une solution de la forme $Po^* = fct(Re)$ est plus pertinente qu'une solution du type $Po = fct(Re)$)

Parallèlement, un effort devra être fait au niveau de la métrologie², afin d'aboutir à des valeurs quantitatives plus précises du nombre de Poiseuille expérimental.

Enfin, si la tendance relevée se confirme, il conviendra de s'attacher à l'expliquer physiquement, ce qui constitue un challenge intéressant.

² Des essais sont actuellement en cours au LAAS afin de mesurer la grille puis les sections sans changer le réglage du faisceau (grossissement). Ceci devra à terme diminuer les erreurs de mesures.

CHAPITRE IV

PROJETS CNRS :
MICROMED II ET MICRODIODES

Nous présentons dans le chapitre IV deux projets financées par le CNRS, qui ont nécessité une utilisation intensive du banc de mesure de microdébits liquides. Effectuée dans le cadre du projet MICROMED II, une étude expérimentale du fonctionnement statique des microclapets d'une micropompe à usage médical est exposée. Le second projet, intitulé MICRODIODES, est relatif à une solution technologique alternative à ces microclapets. On y étudie le fonctionnement de microdiodes fluidiques, éléments sans partie mécanique mobile. Une analyse numérique, confrontée à des résultats expérimentaux, met en évidence leurs performances. Elle constitue une première étape vers l'optimisation de tels microdispositifs.

4.1- Présentation du projet MICROMED II

En France, près de 300 000 personnes sont concernées par des problèmes d'hypertension artérielle. Les traitements actuels sont souvent mal adaptés, l'administration des médicaments se faisant essentiellement par voie orale (comprimés, capsules, ..). Dans ce cas, l'assimilation est lente et ne permet pas de contrôler parfaitement les doses dont le patient a besoin aux moments forts des crises.

L'idée consiste alors à injecter les produits actifs directement dans le corps humain, au moment précis où un pic d'hypertension est détecté. Ceci nécessite de concevoir et de mettre au point un microsystème totalement autonome et fonctionnant *in vivo*. Les enjeux économiques sont importants puisqu'ils permettraient d'augmenter le confort des patients, ainsi que la base de données médicales dans le domaine de l'hypertension. Le projet MICROMED II (partie du Programme Microsystème du CNRS) propose une étude de faisabilité et un microdispositif implantable, qui permet la mesure et le contrôle ambulatoire de la pression artérielle. Celui-ci doit avoir pour principales caractéristiques :

- la biocompatibilité, pour une utilisation *in vivo*,
- une longue autonomie (3 ans de fonctionnement),
- une périodicité rapprochée des mesures de pression artérielle (précision : 5 mm Hg),
- une analyse en temps réel pour le déclenchement de l'injection.

Le projet étant fortement pluridisciplinaire, plusieurs laboratoires de recherche participent à l'étude et à l'élaboration de ce microsystème (l'I.E.F., l'I.M.F.C., le L.A.A.S, le L.E.S.I.R, le L.G.M.T. et le T.I.M.C.), sous la direction de Daniel Estève (LASS).

4.1.1- Système global

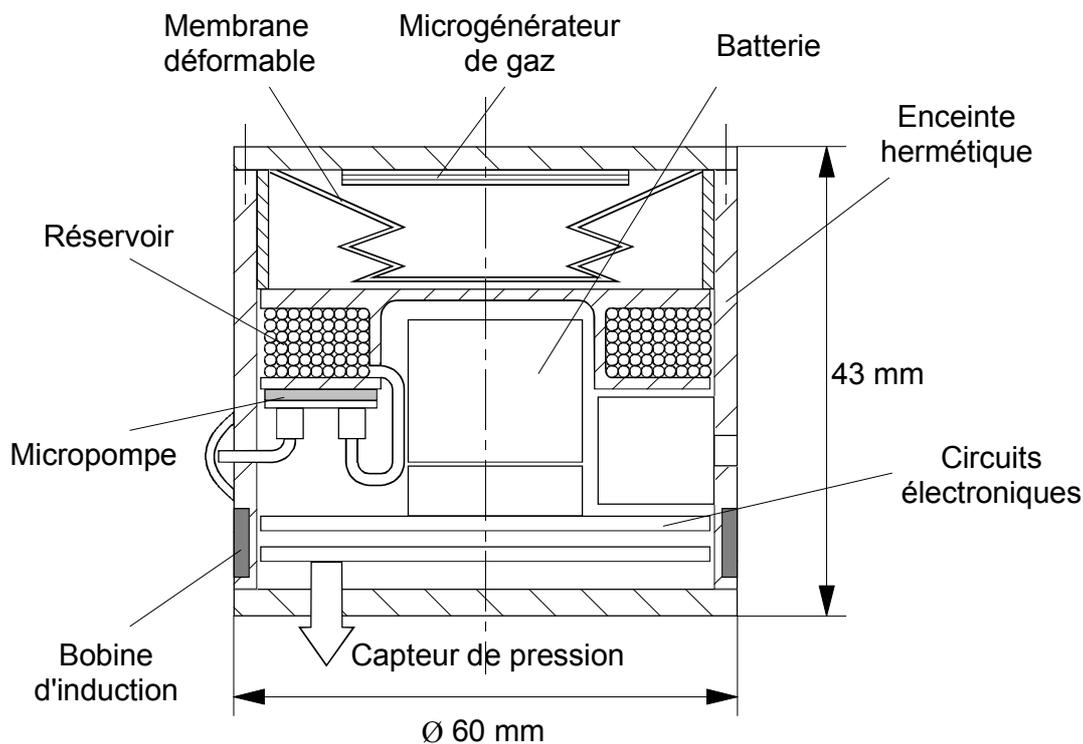


Fig. 4.1-1 : MICROMED II - schéma du prototype, génération 01

Le microsystème global est représenté figure 4.1-1. Il se compose de différentes sous-parties assurant chacune une fonction complémentaire. Nous présentons ici sommairement ces différents sous-ensembles :

- *L'alimentation* : comme nous l'avons expliqué précédemment, la source d'énergie doit être embarquée dans le dispositif, puisque celui-ci doit être entièrement autonome. Le choix s'est porté sur une batterie de 3,6 V pouvant alimenter l'ensemble des composants pendant 1 mois. Le rechargement de celle-ci est donc nécessaire pour un bon fonctionnement sur 3 ans. Il est envisagé par le L.A.A.S d'effectuer cette recharge par induction magnétique à travers la peau, entre une bobine extérieure et une bobine d'induction entourant le microsystème.

- *La mesure de pression* : la tension artérielle est mesurée par tonométrie à l'aide de capteurs (en cours de développement au T.I.M.C) situés en périphérie de l'artère sous-clavière. Le signal est ensuite traité par des circuits électroniques qui analysent ces mesures en fonction de l'activité physique du patient, afin de détecter l'hypertension.

- *Les actionneurs* : le produit actif est délivré sous forme de microdoses à l'aide d'une micropompe (L.A.A.S) connectée à un réservoir de 3 cm³ de contenance. L'enceinte étant totalement hermétique, il est nécessaire de compenser la variation de volume et donc de pression engendrée par l'aspiration du médicament, pour ne pas désamorcer la micropompe. Un microgénérateur de gaz, de type pyrotechnique, a été prévu pour rétablir la pression initiale, en faisant exploser des microcharges à l'intérieur d'un volume délimité par une membrane déformable.

- *Le traitement de l'information* : La mesure de la pression artérielle doit être effectuée toutes les 5 minutes, avec des durées d'enregistrement de 20 s. Le traitement des informations doit prendre en compte les anciens enregistrements, l'activité physique du patient (détectée par des accéléromètres) ainsi que l'instant de mesure (position sur un cycle de 24h). Il est donc nécessaire de mémoriser l'historique des mesures. La communication avec l'extérieur, pour le suivi du patient, doit aussi être prévue. Le transfert de données peut être réalisé comme le rechargement de la pile, par induction magnétique.

4.1.2- La micropompe

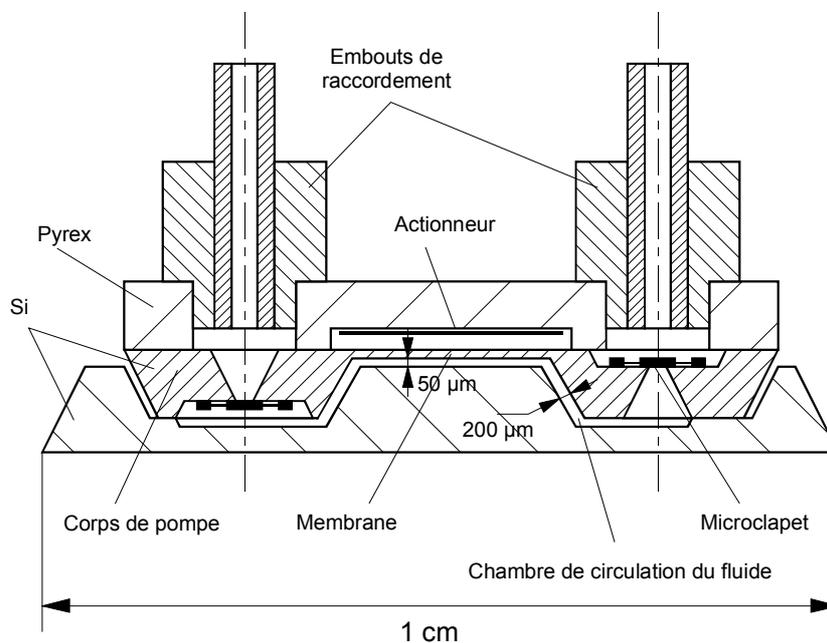


Fig. 4.1-2 : Prototype de micropompe de Micromed II (L.A.A.S.)

La micropompe retenue (fig. 4.1-2) pour cette application est une micropompe volumétrique, développée en collaboration avec le L.A.A.S, L'I.E.F et le L.P.M.O-I.M.F.C.

Elle se compose de 3 éléments micro-usinés séparément, puis assemblés par les techniques de bonding et de collage U.V.

L'originalité de cette micropompe réside dans le fait que le corps de celle-ci est "monobloc" (Dilhan *et al.* (1999)). Il comporte donc la membrane ainsi que les deux microclapets d'entrée et de sortie. Cette configuration lui permet d'une part d'être compatible avec les procédés standards de fabrication des circuits intégrés et d'autre part de pouvoir être adapté à différents types d'actionneur.

L'actionneur choisi pour cette micropompe est de type électrostatique. Il est composé de deux électrodes, l'une fixe, l'autre solidaire de la membrane de la micropompe. Des essais ont été réalisés au LESIR afin de déterminer la déflexion maximum de la membrane en fonction de la tension d'alimentation. De fortes tensions d'alimentation sont nécessaires (250 V) pour obtenir des déflexions de l'ordre du micron (rapport Micromed II (1999)). Cet actionneur, dont le support est en Pyrex 7740, est directement scellé par bonding sur la face supérieure du corps de pompe.

La dernière partie, collée sur la surface inférieure, permet de compléter et de former la chambre de pompage. La géométrie de ce composant a été déterminée afin de diminuer au maximum les volumes morts à l'intérieur de la chambre (dont la profondeur est de : 50 μm). Ceci permet à la micropompe d'être moins sujette aux effets de compressibilité du fluide (renforcés par la présence d'éventuelles microbulles) et donc de voir son efficacité augmenter (Richter *et al.* (1998)).

4.2- Etude expérimentale des microclapets

Deux microclapets ont été réalisés sur le corps de pompe. Leur fonction est d'assurer tour à tour les phases d'aspiration et de refoulement du fluide. Composants essentiels au bon fonctionnement de la micropompe, ils nécessitent une attention toute particulière, car de leur comportement découlera le rendement de la micropompe. C'est pourquoi les microclapets doivent être caractérisés dans un premier temps seuls, le fonctionnement global de la micropompe pouvant être ensuite étudié. L'ensemble des échantillons servant pour cette étude ont été élaborés au L.A.A.S, les tests de caractérisation ont ensuite été réalisés dans notre laboratoire sur le banc de mesures de microdébits liquides présenté dans le chapitre II. Les premiers essais ont été effectués à température ambiante, en utilisant comme liquide de test du

propanol-2. La finalité de cette étude est de valider les procédures de fabrication et de définir les géométries optimales.

4.2.1- Procédure de fabrication

La géométrie initiale des microclapets a été définie lors d'une première étude de faisabilité par Sbiaa en 1997, dans le cadre du projet BARMINT. Il développa aussi la procédure de fabrication. Celle-ci est longue et complexe, puisqu'elle comporte 16 étapes distinctes, alternant des phases de gravure et de dépôt. Les deux clapets sont réalisés simultanément, hors de la phase de réalisation de la membrane. Nous nous proposons de résumer cette procédure (fig. 4.2-1) :

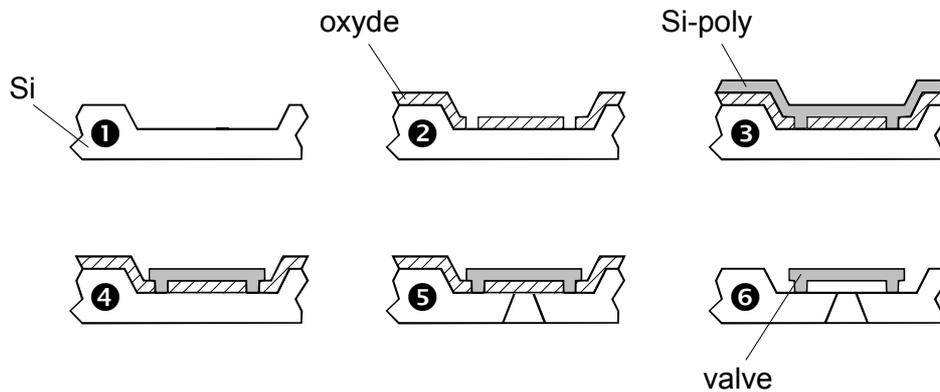


Fig. 4.2-1 : Procédure de fabrication des microclapets (ou microvalves)

- Etape ① : Réalisation de la cavité contenant le microclapet :

Après une phase de nettoyage de la plaquette de silicium (wafer d'épaisseur 350 μm), un dépôt de nitrure (Si_3N_4) d'une épaisseur de 800 \AA est réalisé pour protéger le silicium. A l'emplacement des cavités, une gravure par RIE (photolithographie masque 1) permet de définir la géométrie de celles-ci. Les cavités sont ensuite obtenues par attaque chimique anisotrope (agent de gravure : KOH) sur une profondeur de 20 μm . L'élimination du nitrure est effectuée par attaque à l'acide fluorhydrique (HF).

- Etape ② : Dépôt de l'oxyde sacrificiel supportant le microclapet :

La couche sacrificielle d'oxyde (SiO_2) d'une épaisseur de 1,5 μm est obtenue (photolithographie masque 2) par une oxydation thermique sèche (1150°C pendant 9h). Les points d'ancrage du microclapet sur le silicium sont ensuite réalisés par attaque chimique (HF).

- Etape ③ : Définition du corps du microclapet :

La structure du microclapet est créée par dépôt de polysilicium en utilisant la technique Low Pressure Chemical Vapor Deposition (LPCVD).

- **Etape ④** : *Définition de la géométrie* :

Plusieurs gravures RIE sont utilisées (faces avant et arrière) pour définir la géométrie annulaire des microclapets (photolithographie masque 3).

- **Etape ⑤** : *Définition du trou de passage du fluide* :

Les trous d'entrée du microclapet sont réalisés par attaque anisotrope, après avoir protégé l'ensemble du wafer (nitrure) et dégagé l'emplacement des trous par RIE (photolithographie masque 4).

- **Etape ⑥** : *Libération des microclapets* :

Cette étape consiste à éliminer la couche sacrificielle sous le polysilicium par attaque HF afin d'obtenir le microclapet. Une procédure de nettoyage est enfin nécessaire pour éviter le "collage spontané" du polysilicium sur le silicium.

4.2.2- Analyse expérimentale

Les microclapets ainsi réalisés sont de type passif. Leur fonctionnement dépend donc directement de la différence de pression qui leur est appliquée et sans sollicitation, le clapet est de type normalement fermé. Les mesures sont effectuées sur le corps de pompe sur lequel a été collée une plaque d'alumine. L'ensemble est connecté au banc d'essais par l'intermédiaire de deux tubes flexibles (fig. 4.2-2). Nous avons alors imposé des conditions de pression de chaque côté du microclapet, puis mesuré le débit volumique. Nous obtenons ainsi la caractéristique débit/pression de chaque microclapet dans les deux sens de passage du fluide.

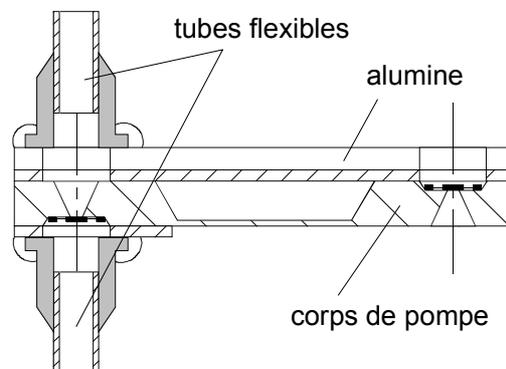


Fig. 4.2-2 : *Etude d'un microclapet : montage d'essais*

- *Microvalve initiale* : la géométrie des premiers microclapets est définie sur la figure 4.2-3. Un anneau extérieur permet la fixation du clapet sur le silicium ; l'obturateur est un disque de 400 μm de diamètre.

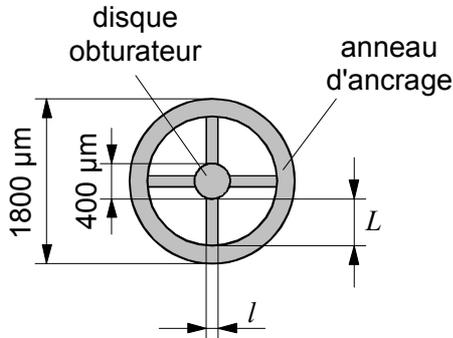


Fig. 4.2-3 : Géométrie du microclapet

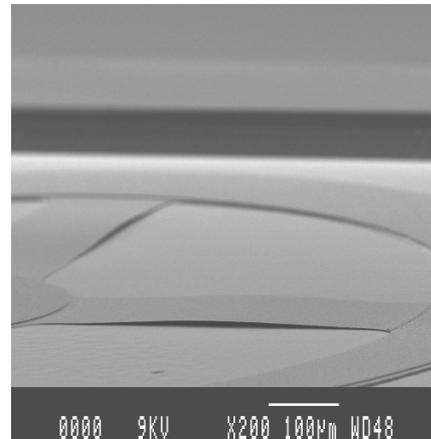


Fig. 4.2-4 : Visualisation au MEB

Ces microvalves comportent de 4 branches définies par leur longueur ($400 \leq L \leq 500 \mu\text{m}$) et leur largeur ($100 \leq l \leq 200 \mu\text{m}$). Après libération de la partie mobile, les visualisations au MEB ont mis en évidence le flambage de toutes les branches (fig. 4.2-4). Lors de la phase de dépôt de 4 μm de polysilicium, les températures élevées ($> 600 \text{ }^\circ\text{C}$) ont engendré des contraintes internes qui, après libération de la valve, ont déformé les branches. Lors des tests de remplissage, trois des quatre microclapets testés sont restés en position fermée. Dans ce cas, il a été impossible de les remplir, même sous des conditions de pression importante (de l'ordre de 0,1 MPa). Avec de telles pressions, nous avons abouti à la rupture du microclapet. Nous avons aussi observé des configurations où le microclapet restait ouvert. Sous des conditions de pression du même ordre de grandeur, nous n'avons pas réussi à le fermer. L'ensemble, trop rigide et trop précontraint, se comportait alors comme une simple restriction.

- *Microvalves V1B et V4B* : pour diminuer alors la rigidité des branches, il a été décidé de diminuer l'épaisseur du dépôt et de modifier la section des branches. Une deuxième génération de microclapets a été réalisée, l'épaisseur du dépôt de polysilicium est passée de 4 à 2 μm et le profil des branches est devenu "ondulé" (fig. 4.2-5) afin d'augmenter l'élasticité de la partie mobile. Les essais sur des microclapets à une branche (obtenus à partir d'un microclapet à trois branches dont deux sont sectionnées) et sur des microclapets à quatre branches (notés respectivement V1B et V4B) ont été concluants. En effet, nous avons pu observer une différence significative de comportement dans les deux sens d'écoulement.

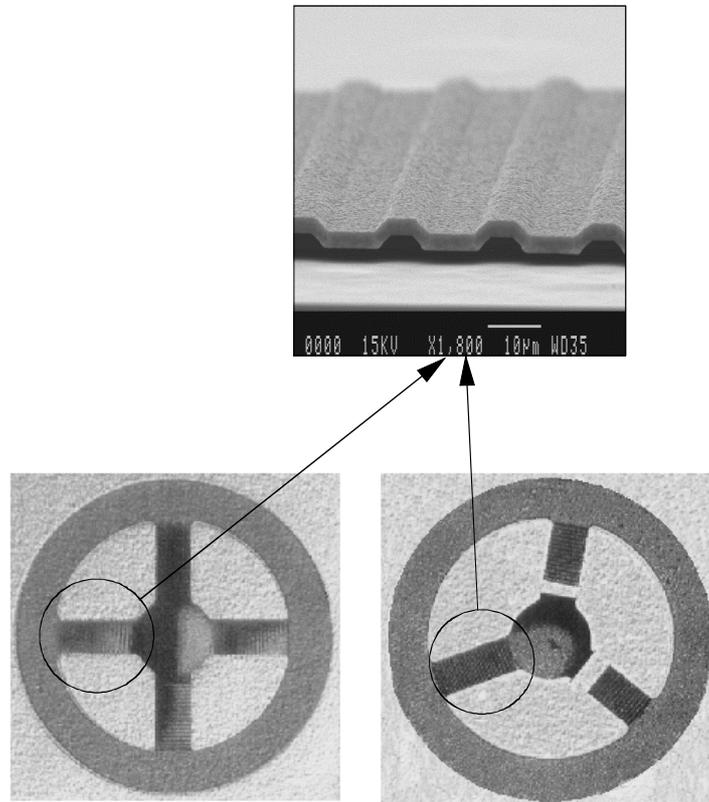


Fig 4.2-5 : Géométrie des microvalves V4B et V1B

La figure 4.2-6 présente une comparaison des caractéristiques des microvalves V1B et V4B et des microclapets de même géométrie, développés par Esashi *et al.* (1989) et Koch *et al.* (1997).

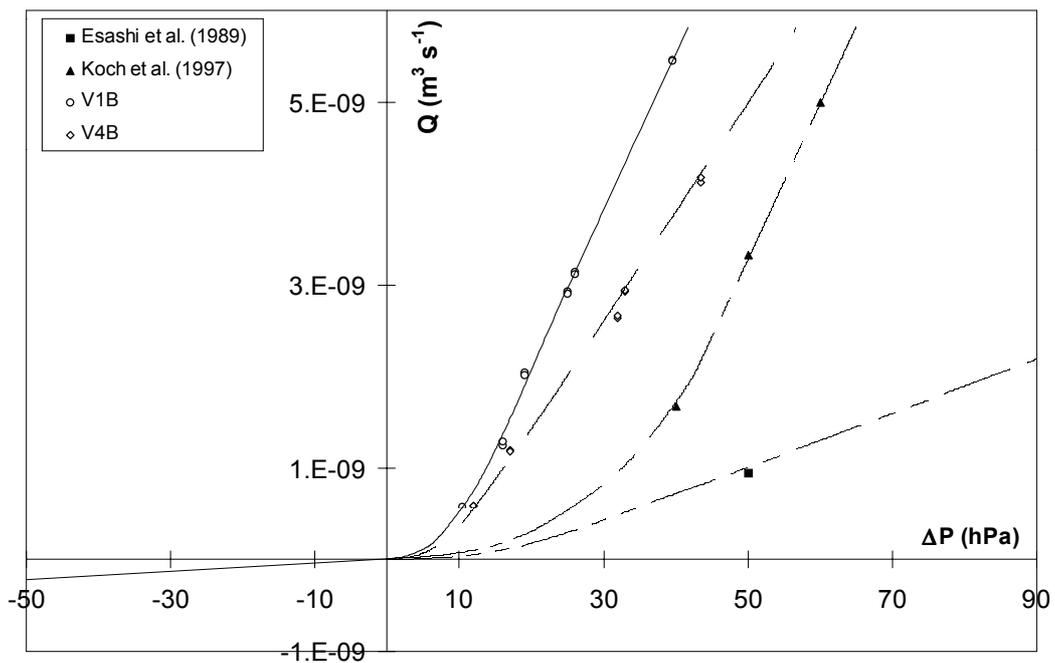


Fig. 4.2-6 : Caractéristique des microclapets V1B et V4B

Les débits passants de nos valves sont supérieurs (à différence de pression identique) et la différence de pression nécessaire au décollement de l'obturateur est plus faible, de l'ordre de 5 hPa. Cependant, le taux de fuite est relativement important¹. Ceci peut s'expliquer par un mauvais appui de l'obturateur sur son siège, à l'origine d'une section de fuite. A partir de ces caractéristiques, nous pouvons déterminer une efficacité

$$E_{ff} = \frac{Q_p - Q_r}{Q_p} \Big|_{\Delta P} \quad (4-1)$$

où Q_p et Q_r sont les débits, pour des conditions de pressions ΔP identiques, respectivement dans le sens passant et le sens résistant. Ainsi, si $E_{ff} = 1$ pour tout ΔP , le microclapet est supposé parfait, sans fuites. Pour V1B et V4B, E_{ff} vaut respectivement 0,9 et 0,8 pour une différence de pression de l'ordre de 15 hPa.

L'absence de butée pour bloquer en position d'ouverture maximum l'ensemble mobile, en particulier pour le modèle V1B, limite aussi considérablement les plages d'utilisation de pression. En effet, pour des différences de pression de plus de 150 hPa, nous avons observé la rupture d'un nombre important d'échantillons, les branches étant trop fragiles.

En fait, le profil ondulé des branches de ce type de microclapets a permis de limiter les précontraintes mais fragilisé la structure. Le manque de fiabilité qui en résulte impose donc de revenir à des configurations avec profil lisse. Dans ce cas, la diminution du flambage peut être obtenue en modifiant la phase de fabrication. C'est pourquoi de nouveaux microclapets ont été réalisés par dépôt LPCVD dans un autre four, permettant d'obtenir des couches d'épaisseurs plus importantes avec des températures de dépôt plus basses. La géométrie initiale est conservée, l'épaisseur de la couche de polysilicium étant maintenue dans un premier temps à 2 μm . Après la phase de libération des valves, nous avons obtenu différentes configurations. Soit l'ensemble mobile était flambé (fig. 4.2-7), les débits passants étant alors similaires dans les deux sens d'écoulement, soit les microclapets étaient tendus, mais se sont avérés très fragiles du fait des faibles épaisseurs (la rupture du clapet intervenant pour une différence de pression de l'ordre de 50 hPa).

¹ Nous n'avons pas de données sur ce point concernant les microvalves d'Esashi *et al.* ou de Koch *et al.*

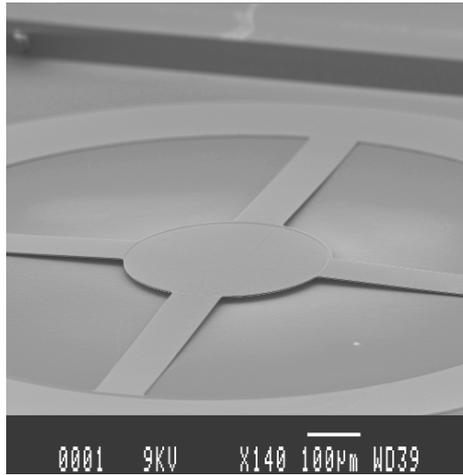


Fig : 4.2-7 : Flambage du microclapet de type V4B

- Microvalve VNG-1 : le manque de répétabilité comportementale et de fiabilité de l'ensemble des échantillons testés jusqu'à présent impose la conception de nouvelles géométries. En fait, le type V4B est fortement hyperstatique, ce qui engendre d'importantes précontraintes sur chaque branche. La partie mobile peut alors prendre deux états d'équilibre distincts (dits "normalement ouvert" ou "fermé"), que seules d'importantes différences de pression peuvent perturber. La solution ne comportant qu'une seule branche en flexion (V1B) est préférable, mais reste très fragile en l'absence de butée. La nouvelle géométrie doit donc essayer de palier ces problèmes.

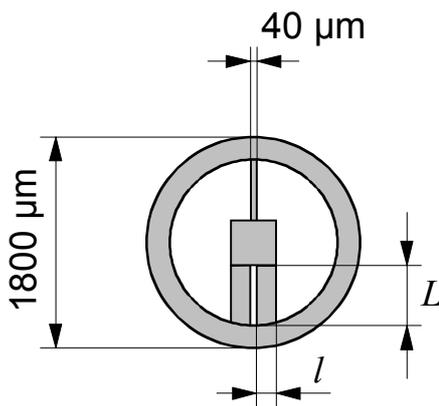


Fig. 4.2-8 : Nouvelle géométrie VNG-1

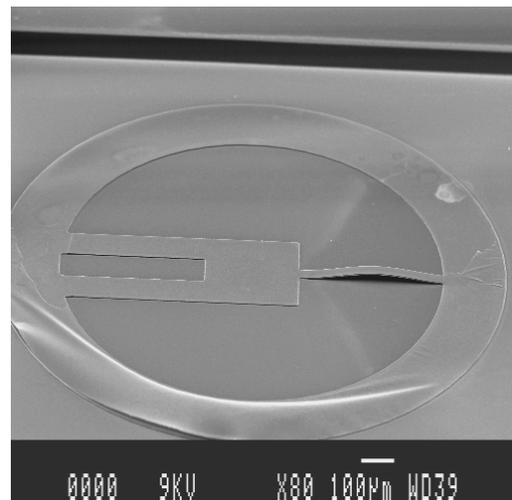


Fig. 4.2-9 : Visualisation au MEB de VNG-1

Une butée étant difficilement réalisable à partir du process établi, il a été envisagé d'associer à un microclapet de type V1B une branche plus fine (de 40 µm de large) servant de "ressort de

rappel", la branche principale pouvant être simple ou doublée (fig. 4.2-8 : $l(\times 1) = 200 \mu\text{m}$ ou $l(\times 2) = 100 \mu\text{m}$). Le procédé de dépôt du polysilicium ainsi que l'épaisseur de la couche sont conservés. Pour simplifier la réalisation des masques de gravure, la forme circulaire de l'obturateur a été abandonnée. Après libération du microclapet, nous avons observé du flambage au niveau de la branche fine, le reste de l'ensemble mobile semblant bien plaqué (fig.4.2-9). Au regard des résultats expérimentaux (fig. 4.2-10), cette fine branche, placée en opposition des deux branches principales, semble assurer convenablement sa fonction. Elle permet de garder bien plaquée la partie mobile, réduisant considérablement le taux de fuite par rapport aux premières séries de microclapets, qu'ils soient de type V1B ou V4B.

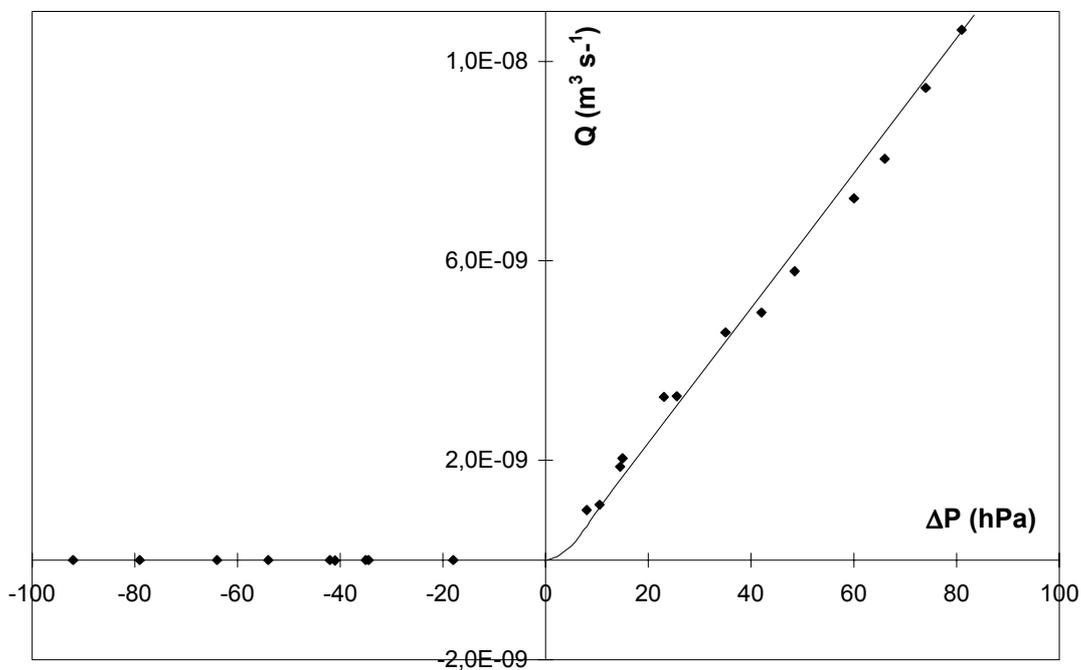


Fig. 4.2-10 : Comportement du microclapet de type VNG-1

L'efficacité calculée pour une différence de pression de 35 hPa atteint 0,99. Le rendement de ce type de clapet est donc très satisfaisant. La différence de pression de décollement est du même ordre de grandeur que précédemment. Le seul problème reste cependant la fragilité de la branche de rappel, qui ne mesure que $40 \mu\text{m}$ de large et $2 \mu\text{m}$ d'épaisseur. Nous avons ainsi constaté la rupture d'un bon nombre d'échantillons de cette série.

- *Valve VNG-2* : la dernière évolution envisagée a consisté à augmenter une nouvelle fois l'épaisseur du dépôt, pour l'amener à 4 μm (VNG-2). Dans ce cas, la visualisation par MEB ne montre pas de flambage, le microclapet semblant toutefois correctement plaqué contre la surface de silicium (fig. 4.2-11).

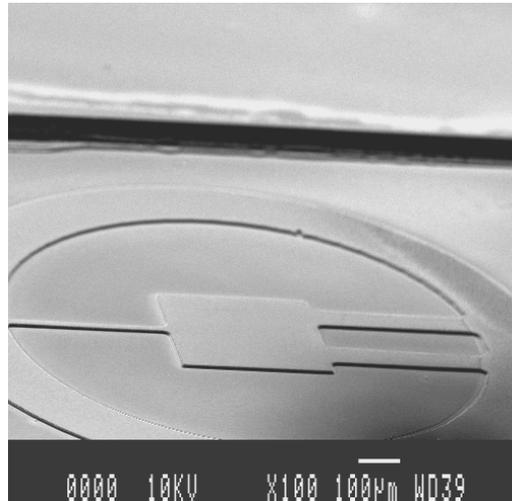


Fig. 4.2-11 : Visualisation au MEB de VNG-2

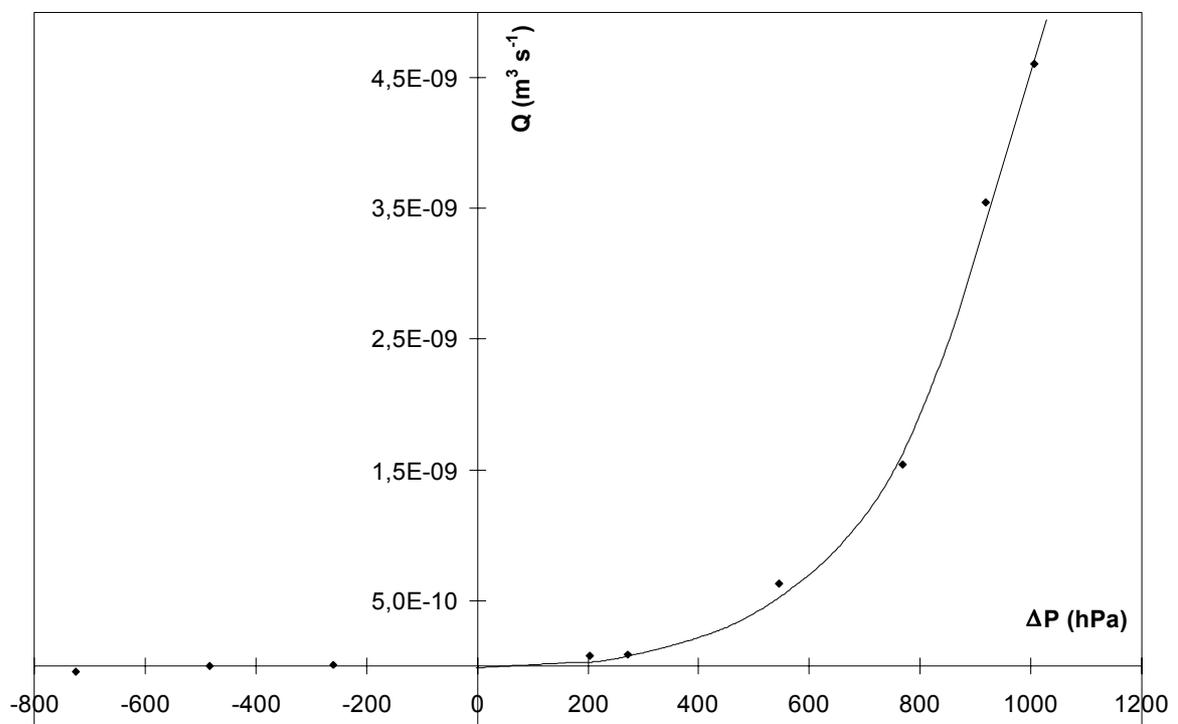


Fig. 4.2-12 : Comportement du microclapet de type VNG-2

Lors des essais de remplissage, nous avons constaté sur tous les échantillons une augmentation importante de la différence de pression de décollement. Elle est passée d'environ 15 Pa à presque 200 hPa. Pour obtenir alors des débits volumiques du même ordre que précédemment, il faut appliquer des différences de pression d'environ 0,1 MPa (fig. 4.2-12), proches de la différence de pression conduisant à la rupture du microclapet. Celle-ci a été déterminée expérimentalement à partir d'échantillons prélevés dans chaque série de microclapet ; sa valeur est typiquement de 0,12 MPa. En conclusion, ce microclapet est nettement plus rigide et inutilisable sous les conditions de pression générées par la micropompe.

4.2.3- Conclusion de l'étude

Différents types de microclapets ont été étudiés expérimentalement. Nous avons constaté que les process de fabrication et plus particulièrement la phase de dépôt du polysilicium, engendraient de fortes contraintes dans les branches qui se traduisaient, après la phase de libération du microclapet, par un flambage de celles-ci. Une partie importante des échantillons se trouvait dans des positions d'équilibre très stables, interdisant l'écoulement, ou encore laissant passer le fluide indifféremment dans les deux. Les géométries initiales étant hyperstatiques et les branches fonctionnant essentiellement en traction, les seuls résultats exploitables étaient ceux des microclapets de type V4B, avec un profil ondulé qui augmentait la souplesse mais aussi la fragilité de l'ensemble. L'idée d'utiliser un microclapet fonctionnant en flexion simple a été étudiée. Dans ce cas et en absence de butée de fin de course, ces clapets fonctionnent convenablement mais restent très fragiles. L'ajout d'une branche fine en opposition de la branche principale permet d'augmenter l'efficacité du microclapet en diminuant son taux de fuite, mais cette configuration, pour des épaisseurs de 2 μm , reste tout aussi fragile. L'augmentation de l'épaisseur de cette couche rigidifie le microclapet, la différence de pression de décollement étant dans ce cas trop importante pour une utilisation dans la micropompe MICROMED.



Fig. 4.2-13 : Nouvelles géométries en cours de réalisation

La solution la plus satisfaisante en efficacité est donc un microclapet de type VNG-1. Cependant, nous n'avons pas observé une bonne répétabilité de fonctionnement sur l'ensemble des échantillons testés. D'autres géométries sont par ailleurs en cours de réalisation au L.A.A.S., qui visent à augmenter la souplesse de la branche fine (fig. 4.2-13-a), ou à faire travailler la partie déformable davantage en flexion qu'en traction (fig. 4.2-13-b).

4.3- Les microdiodes fluidiques

Le manque évident de reproductibilité du comportement et de fiabilité des microvalves testées jusqu'à présent nous a conduit à étudier une solution alternative. En effet, dans tous les cas de figure, le risque de rupture de la partie mobile est important, soit sous des conditions de pressions trop fortes, soit en fatigue. Nous avons alors envisagé leur remplacement par des microdiodes ne comportant plus de parties mobiles. Nous nous sommes inspirés des éléments fluidiques sans parties mobiles étudiés dans les années 70, qui servaient à commander ou à contrôler des automatismes (cellules logiques, amplificateurs...).

Après une présentation du fonctionnement global de ce type de dispositif, une analyse numérique à l'aide du code FLUENT, confrontée à l'expérience, permet d'amorcer une optimisation du design d'une nouvelle microdiode. Ses performances sont comparées à celles d'autres microdiodes existantes.

4.3.1- Fonctionnement d'une microdiode

Les diodes fluidiques sont des singularités hydrauliques, qui ont la particularité d'avoir des impédances différentes selon le sens de passage du fluide (Baker (1967)). Ainsi, pour une même différence de pression ΔP , les débits volumiques Q seront différents lorsque le fluide

passera dans un sens ou dans l'autre. Dans une approche globale, cet élément fluïdique peut être modélisé, en écoulement permanent, comme une simple résistance dont la valeur est différente selon le sens d'écoulement (fig. 4.3-1) :

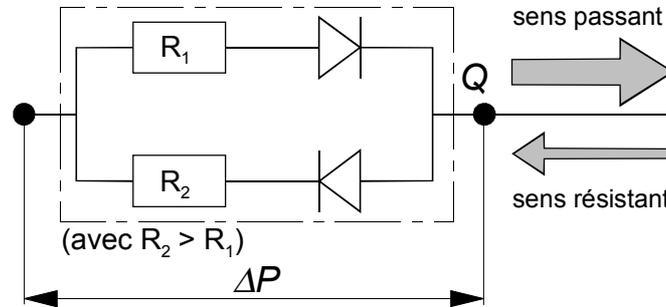


Fig. 4.3-1 : Schéma de principe d'une diode fluïdique

Le comportement de la microdiode fluïdique peut alors être assimilé à celui d'un microclapet possédant un taux de fuite important. Le sens passant est défini comme étant le sens pour lequel le débit est prépondérant, l'autre sens étant appelé sens résistant. Son efficacité est donc nettement inférieure à celle des microclapets passifs classiques. Par contre, l'absence de parties mobiles augmente considérablement la fiabilité et limite fortement les risques d'endommagement et de colmatage (Jang *et al.* (1999)).

4.3.2- Micropompes à diodes fluïdiques

En remplacement de microclapets classiques, les microdiodes permettent de concevoir des micropompes plus fiables puisqu'elles ne comportent plus de parties mobiles. L'usage de celles-ci est aussi simplifié, puisque les diodes ne nécessitent en général qu'une phase de gravure. La première micropompe comportant des diodes fluïdiques a été réalisée en cuivre par Stemme et Stemme (1993). Deux diodes, usinées par des techniques conventionnelles, sont nécessaires pour le bon fonctionnement de celle-ci. En effet, ces diodes vont tour à tour assurer l'aspiration et le refoulement du fluïde. Elles sont de type divergent/convergent (fig. 4.3-2) et de section circulaire. Leurs dimensions restent cependant importantes, la longueur étant comprise entre 3 et 4 mm, le diamètre au col variant de 0,23 à 0,53 mm. L'efficacité $E_{ff\ maxi}$, obtenue lors d'essais avec de l'eau en régime permanent, est de l'ordre de 0,4 pour une différence de pression de 700 hPa, le nombre de Reynolds, calculé à la plus petite section de la diode, atteignant dans ce cas 5000.

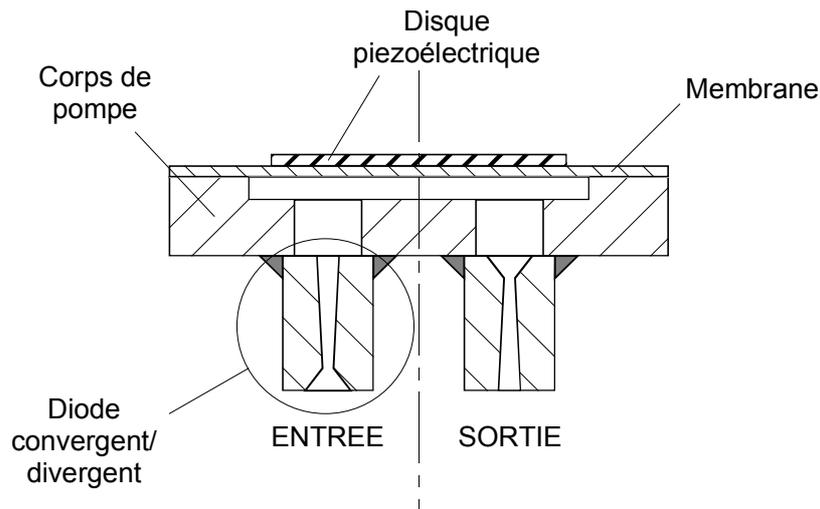


Fig. 4.3-2 : Pompe à diodes fluidiques de type convergent/divergent
Stemme et Stemme (1993)

A la suite de ces premiers travaux, deux autres micropompes ont été développées sur une base de diodes fluidiques de type convergent/divergent (fig. 4.3-3). Ces micropompes étant réalisées en silicium, la géométrie des diodes a donc été adaptée en fonction du type de gravure. Ainsi, Gerlach *et al.* (1994) présentent une micropompe usinée par attaque chimique anisotrope (agent d'attaque KOH). Les diodes sont gravées dans l'épaisseur du wafer et prennent alors automatiquement la forme pyramidale définie par les plans denses $\langle 111 \rangle$.

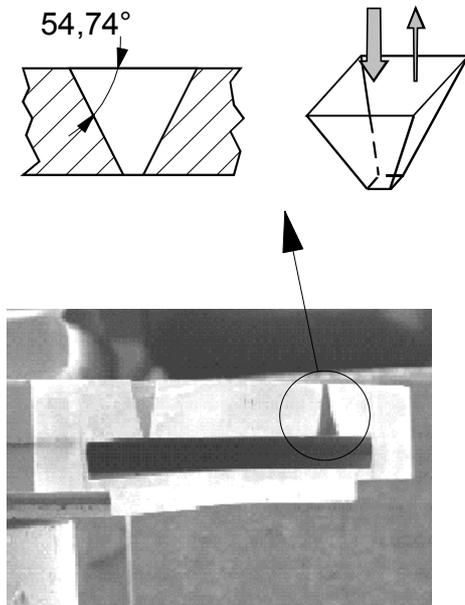


Fig. 4.3-3-a : Micropompe à diodes convergent/divergent de forme pyramidale
Gerlach *et al.* (1994)

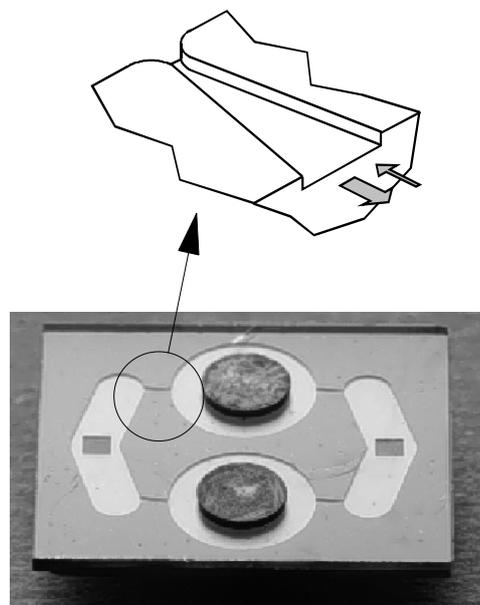


Fig. 4.3-3-b : Micropompe double effet à diodes convergent/divergent de section rectangulaire
Olsson *et al.* (1997)

L'angle d'ouverture est donc directement lié à l'angle d'attaque chimique $54,74^\circ$ (fig. 4.3-3-a). L'efficacité de cette diode est de 0,13 lorsqu'une différence de pression de 210 hPa est appliquée (le nombre de Reynolds est alors de 600).

Après la réalisation d'une micropompe en cuivre par usinages conventionnels (Olsson *et al.* (1995)) et d'une micropompe en silicium gravée par attaque isotrope HNA (Olsson *et al.* (1996)), Olsson *et al.* (1997) présentent une micropompe à diodes fluidiques double effet, qui comporte quatre diodes moins épaisses de section rectangulaire (fig. 4.3-3-b). Cette configuration permet d'augmenter le rendement de la pompe et la régularité de l'écoulement, en mettant en parallèle deux micropompes simples qui travaillent en opposition. Comme les diodes sont usinées par DRIE, il est possible d'obtenir différents angles d'ouverture. L'efficacité d'une diode de section au col $80 \times 80 \mu\text{m}^2$, de longueur $1093 \mu\text{m}$ et d'angle d'ouverture 7° , atteint 0,2 pour une différence de pression de 800 hPa, avec un nombre de Reynolds de 500.

Nous pouvons remarquer que pour les deux designs de diodes ci-dessus (fig. 4.3-3-a et 4.3-3-b), le sens passant est inversé. Olsson (1998) explique ce phénomène en analysant l'influence de l'angle d'ouverture θ sur le comportement des microdiodes. En effet, il montre que cet angle a essentiellement une influence sur l'écoulement dans le sens divergent. Pour un angle important (fig. 4.3-4), comme c'est le cas pour la diode pyramidale, il se crée un décollement à la paroi qui génère une recirculation et augmente les pertes de charges dans ce sens, les pertes de charges dans le sens convergent restant sensiblement identiques quel que soit l'angle d'ouverture.

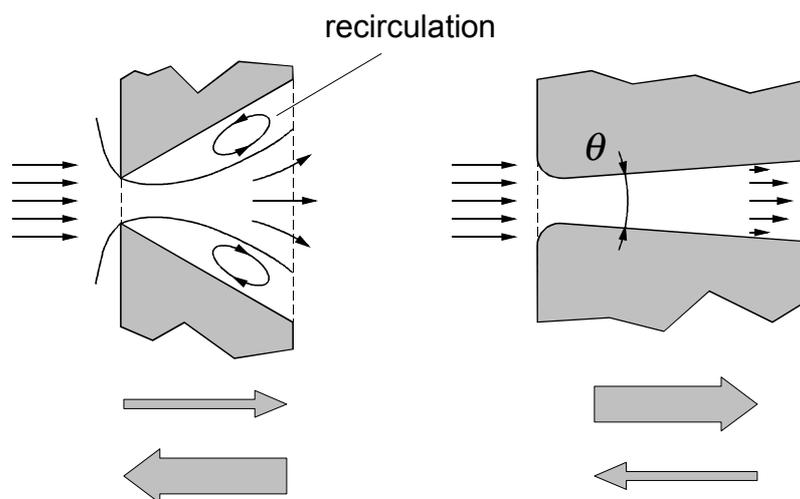


Fig. 4.3-4 : Type d'écoulement en fonction de l'angle d'ouverture

Olsson (1998)

Une troisième micropompe en silicium, apparue en 1995, comporte une géométrie différente de diode fluïdique (Forster *et al.* (1995)), dont le design (fig. 4.3-5) est basé sur les travaux de Tesla (1920). La technique de gravure utilisée est aussi le DRIE.

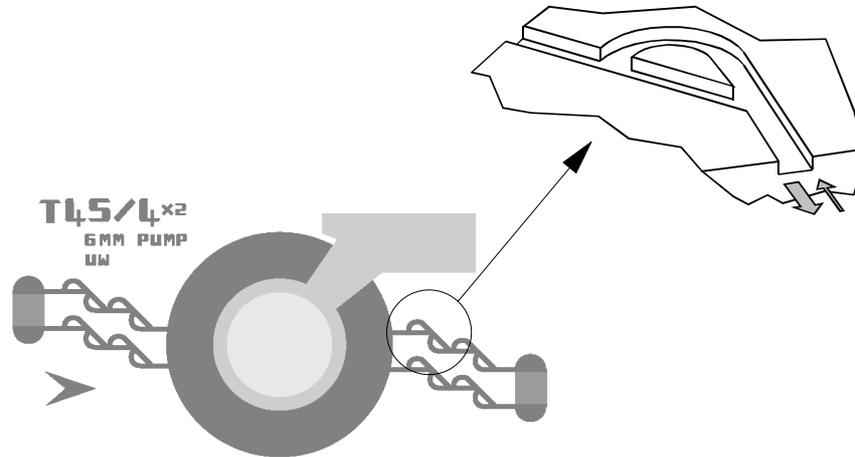


Fig. 4.3-5 : Micropompe à diodes fluïdiques Tesla
Forster *et al.* (1995)

Cette technique permet de réaliser proprement la partie courbe de la diode, qui joue un rôle important dans le sens résistant. Les essais en régime permanent avec de l'eau ont montré une augmentation sensible des performances par rapport aux formes coniques convergent/divergent définies plus haut. Pour des conditions de pression de 600 hPa, E_{ff} est égal à 0,3 pour une diode de section $114 \times 120 \mu\text{m}^2$, avec un nombre de Reynolds de l'ordre de 900 (Deshpande *et al.*(1998)).

En conclusion, les diodes fluïdiques ouvrent de nouvelles possibilités pour la conception de micropompes. En plus d'une élimination des problèmes de vibration mécanique, de rupture et de colmatage, l'absence de partie mobile s'accompagne d'une grande simplification du processus de fabrication. Ces éléments fonctionnant comme des microclapets à fort taux de fuite, il est cependant nécessaire d'optimiser leur design afin de limiter la chute de rendement global de la micropompe. C'est pourquoi nous proposons une nouvelle géométrie de microdiode fluïdique, dans l'espoir que son efficacité sera à terme plus importante que celle des microdiodes déjà existantes.

4.3.3 - Microdiode fluide Vortex

4.3.3.1- Première étude à une échelle millimétrique

Une étude préliminaire nous a permis de déterminer, à l'échelle millimétrique, la géométrie la plus satisfaisante en terme d'efficacité parmi les formes simples citées dans la littérature (Yastrebova (1971)). La diode retenue (fig. 4.3-6) est adaptée d'un amplificateur fluide à Vortex (Papantonis (1977)). Cette diode est appelée diode Vortex.

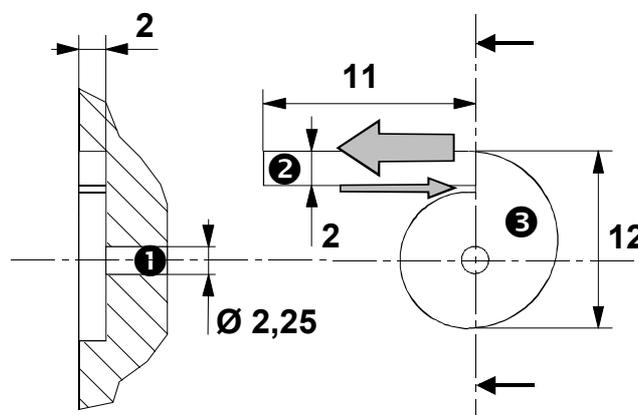


Fig. 4.3-6 : Diode Vortex (dimensions en mm)

Elle est constituée de deux canaux ❶ et ❷ et d'une chambre centrale ❸ en forme de spirale. Le canal ❷ de section rectangulaire débouche tangentiellement dans la chambre ❸. Le canal ❶ de section circulaire est placé axialement au centre de la spirale.

Lorsque le fluide entre par l'orifice tangentiel, il se crée à l'intérieur de la diode un tourbillon. Les pertes de charges dans ce sens sont importantes, du fait de la dissipation visqueuse dans le tourbillon et de la mise en vitesse de l'écoulement au niveau de l'élargissement brusque en sortie de la diode ❶. Ce sens est le *sens résistant*.

Au contraire, lorsque le fluide rentre dans la chambre par le canal axial, il ressort par le canal tangentiel sans avoir tourbillonné, ce qui crée moins de pertes de charge. Ce sens de passage du fluide est le *sens passant*.

La diode présentée ci-dessus (fig. 4.3-6) a été réalisée en Plexiglass® par mini-fraisage à commande numérique (CHARLYROBOT). Les essais avec de l'eau ont permis d'obtenir sa caractéristique hydraulique "statique" en écoulement permanent (fig. 4.3-7). Les pressions amont et aval ont été mesurées à l'aide de tubes piézométriques, le débit volumique étant

mesuré en aval de la diode par différents rotamètres (KROHNE®). L'efficacité de la diode est de 0,6 pour une différence de pression appliquée de 70 hPa. Les nombres de Reynolds sont calculés à partir de la vitesse moyenne à la plus petite section ($2 \times 2 \text{ mm}^2$) et sont compris entre 160 et 3000.

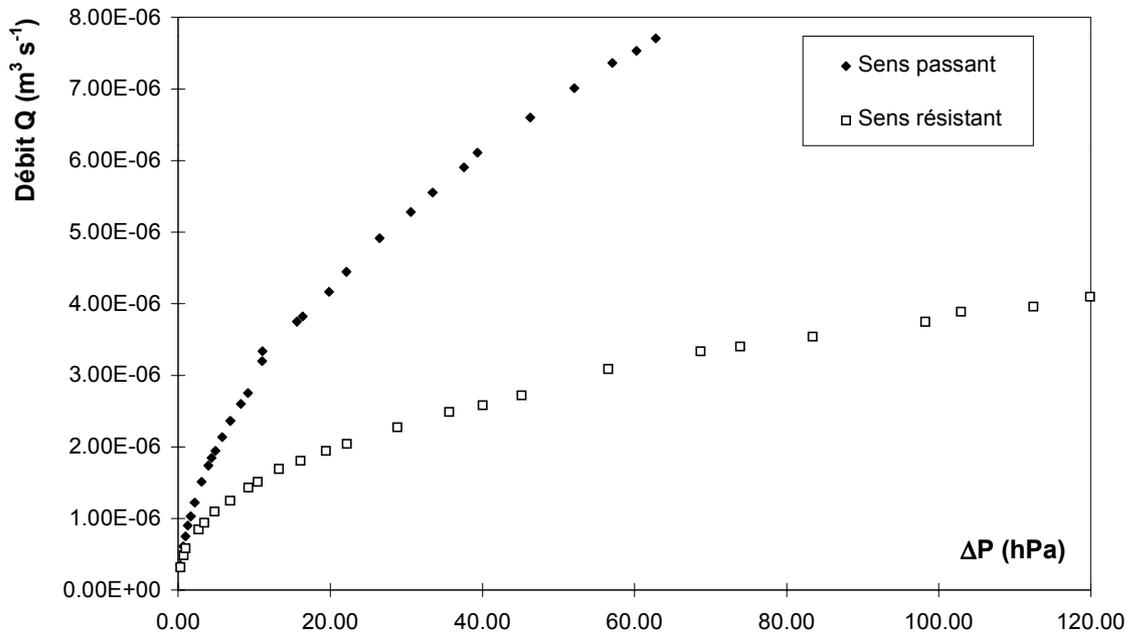


Fig. 4.3-7 : Caractéristiques de la diode vortex à l'échelle millimétrique (essais à l'eau)

4.3.3.2- Définition géométrique et fabrication des microdiodes

Les performances de la diode vortex à l'échelle millimétrique nous ont conduit à choisir cette géométrie pour miniaturiser ce composant.

Pour réaliser cette microdiode sur support silicium, peu de phases d'usinages sont nécessaires, en comparaison à la procédure longue et complexe de réalisation des microclapets (cf. §4.2.1). Une première gravure (fig.4.3-8 ①) est nécessaire pour définir la géométrie de la diode.

Nous avons testé deux types de gravures. Une première série de microdiodes a été réalisée au LAAS par attaque chimique anisotrope (agent d'attaque : KOH). Les géométries obtenues n'ont pas dans ce cas été convenables. En effets, les motifs étaient surgravés, la géométrie de la chambre apparaissait plutôt de forme carrée et une partie importante de la diode avait même disparu (fig. 4.3-9-a).

L'ajout de motifs de compensation (cf. §1.2.2), pour essayer de diminuer ces effets, a été dans ce cas impossible du fait des faibles dimensions transversales. Nous avons donc abandonné cette technique qui n'était pas adaptée pour l'usinage de la diode vortex, les motifs étant difficilement reproductibles à cause de la structure du silicium.

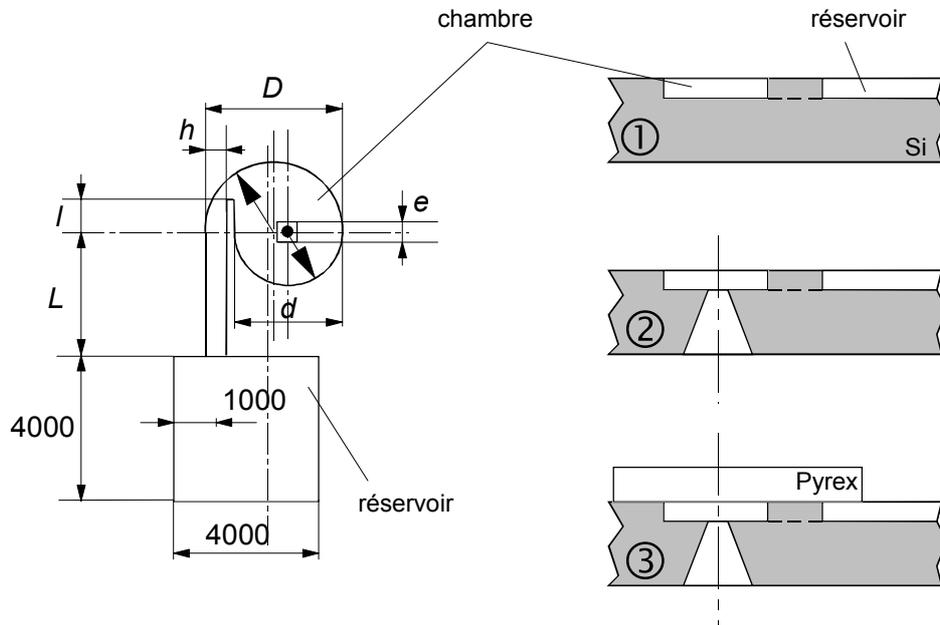


Fig. 4.3-8 : Définition géométrique de la microdiode

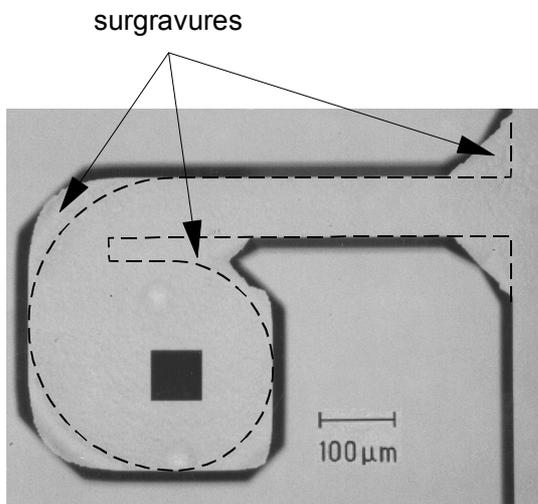


Fig. 4.3-9-a : diode réalisée par gravure anisotrope

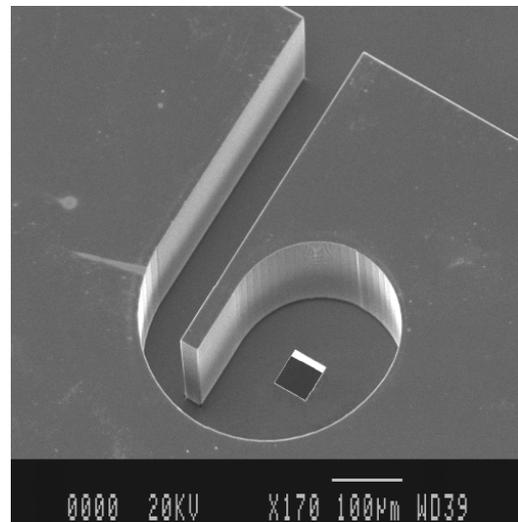


Fig. 4.3-9-b : diode réalisée par gravure DRIE

Nous avons alors réalisé deux autres séries de diodes en utilisant cette fois la technique DRIE, avec une profondeur de gravure de 40 et 80 μm . Dans ce cas, la géométrie a été parfaitement respectée (fig. 4.3-9-b), quelle que soit la profondeur de gravure choisie.

Une seconde étape de gravure fut nécessaire afin d'obtenir le canal axial (fig. 4.3-8 ②). Dans les deux séries de gravure présentées ci-dessus, cette opération a été effectuée en face arrière du wafer de silicium par attaque anisotrope KOH. Le canal ainsi obtenu est un tronc de pyramide de section carrée, contrairement au cas du modèle millimétrique, où il est cylindrique de section circulaire.

La dernière opération a ensuite consisté à coller par bonding une plaque de Pyrex sur la diode (fig. 4.3-8 ③). Un réservoir de grandes dimensions ($4000 \times 4000 \mu\text{m}^2$), gravé à la même profondeur que la diode, a été ajouté afin de faciliter les connections extérieures. Les profondeurs de gravure ainsi que la rugosité ont été mesurées avant cette étape de bonding.

Au total, 10 diodes différentes ont été réalisées. Leurs cotes sont précisées dans le paragraphe suivant. Elles ont été fixées à partir d'une démarche intuitive. En effet, la durée et les coûts élevés de fabrication ne nous ont pas permis de réaliser, dans le cadre de cette première étude, un plan d'expérience complet, permettant d'étudier l'influence de tous les paramètres dimensionnels sur les performances de la diode.

4.3.3.3- Essais expérimentaux

Dans le but de déterminer expérimentalement son efficacité en régime permanent, chaque microdiode a été testée sur le banc de mesures de microdébits liquides. La figure 4.3-10 présente le montage d'essai.

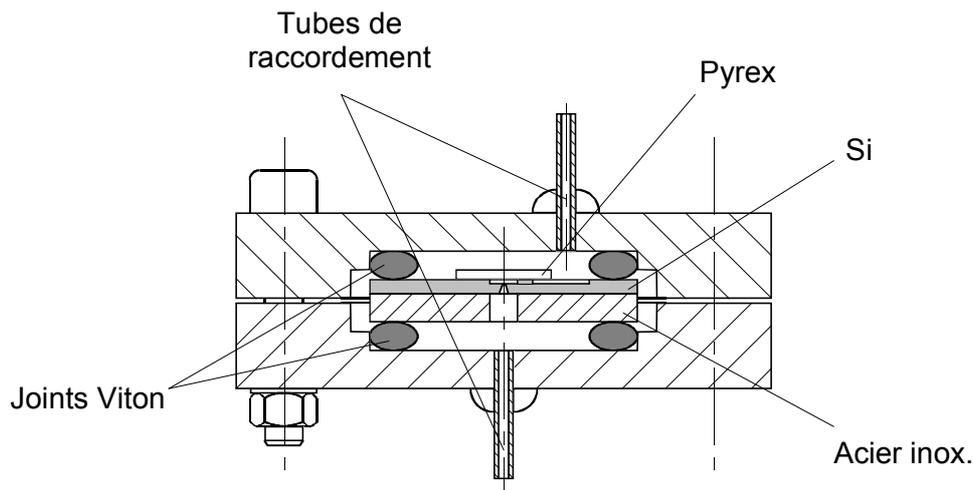
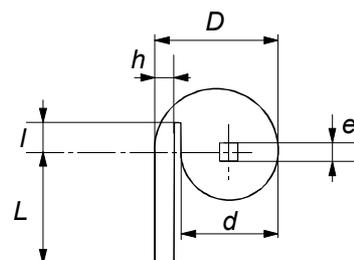


Fig. 4.3-10 : Montage d'essai des microdiodes Vortex

Les échantillons de test sont obtenus par clivage du wafer de Silicium sur lequel toutes les microdiodes ont été gravées simultanément. Les dimensions de ces échantillons sont de

20×20 mm². Pour éviter l'étape de perçage du Pyrex, nous avons collé la plaque de verre seulement au dessus de la diode et non au dessus du réservoir. L'étanchéité de celle-ci est donc assurée ; par contre, le verre n'assure plus la rigidité de l'ensemble. C'est pourquoi il a été nécessaire de coller sur la surface opposée une plaque d'acier inoxydable de mêmes dimensions latérales et de 1 mm d'épaisseur. L'échantillon est ensuite pincé entre deux plaques de polycarbonate sur lesquelles sont collés les tubes de raccordement au banc de mesures. L'étanchéité de l'ensemble est assurée par deux joints toriques en Viton. L'absence de fuites sur cet assemblage a été par la suite contrôlée en laissant le dispositif sous pression pendant plusieurs heures.

Les essais ont été effectués au propanol-2 à une température régulée de 25°C et ont permis d'obtenir l'efficacité de chaque microdiode testée pour une différence de pression de 1000 hPa. Le tableau ci dessous présente ces résultats , les diodes 40.x ont une profondeur de 40 µm et les diodes 80.x, une profondeur de 80 µm.



Désignation	D	d	e	h	l	L	E_{ff}
40.1	750	400	80	300	210	750	0,05
40.3	1500	1100	80	300	395	1000	0,04
40.5	1500	1000	250	400	420	1000	0,08
80.2	750	500	150	200	210	750	0,16
80.3	750	625	100	100	170	750	0,09
80.4	2250	1700	200	300	520	1500	0,08
80.5	1500	1100	200	300	395	1000	0,12
80.6	1500	1000	250	400	420	1000	0,13
80.7	1500	1200	150	200	345	1000	0,06
80.8	2250	1700	300	400	575	1500	0,05

L'interprétation de ces résultats n'est pas évidente. Cependant, nous pouvons dégager un certain nombre de points intéressants. Tout d'abord, la profondeur de gravure a une influence certaine. En effet, les autres dimensions étant identiques, les diodes 40.5 et 80.6 ont des efficacités respectives de 0,08 et 0,13. Nous pouvons ensuite analyser l'influence de certains paramètres dimensionnels sur l'efficacité. Les rapports de forme $\frac{d}{e}$ et $\frac{d}{h}$, correspondant au rapport des largeurs d'entrée/sortie sur la dimension de la chambre, sont présentés sur la figure 4.3-11 en fonction de l'efficacité obtenue expérimentalement.

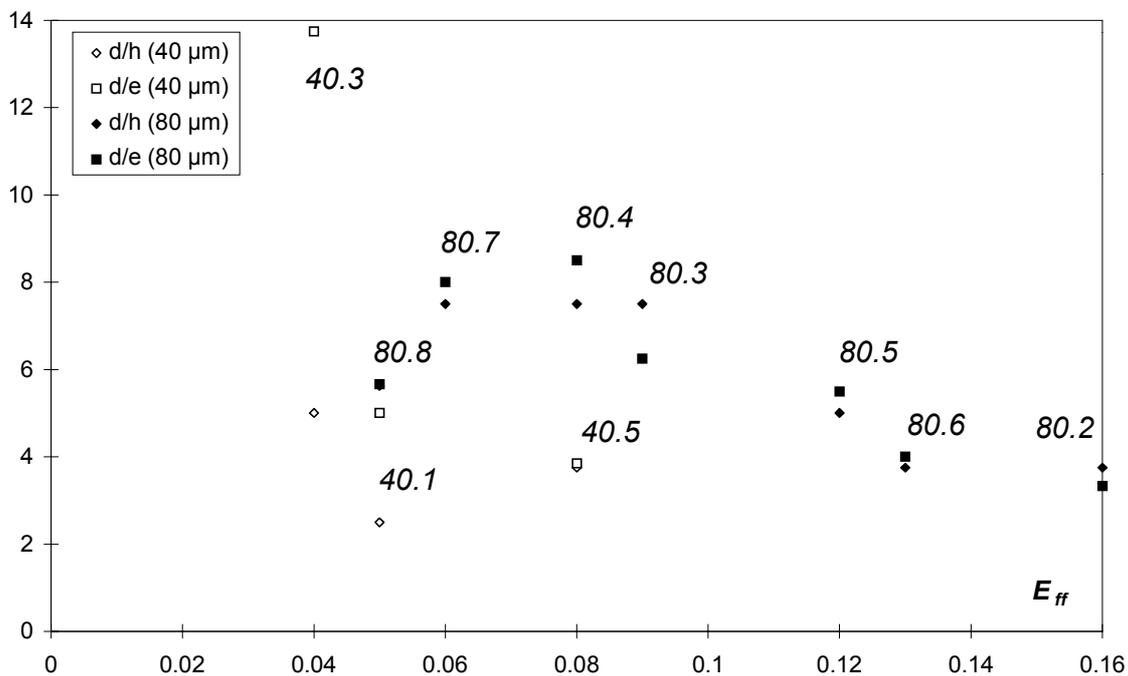


Fig. 4.3-11 : Rapports de forme des différentes diodes en fonction de l'efficacité

Les diodes les plus performantes sont les diodes 80.6 et 80.2. Pour ces deux échantillons, les rapports de formes sont du même ordre et sont inférieurs à ceux des autres diodes. Ceci tend à montrer que plus ces rapports sont faibles, plus l'efficacité est importante, du moins pour une profondeur de 80 μm.

A ce stade, les données sont trop peu nombreuses. Elles vont cependant servir à valider une modélisation, qui permettra à moindre coût de réaliser une optimisation des paramètres.

4.3.4- Simulation numérique

La complexité de la géométrie de cette microdiode limite fortement les possibilités de modélisation analytique ou semi-analytique. Nous nous sommes naturellement orienté vers une modélisation par voie numérique. De nombreux codes de calculs commerciaux CFD (Computational Fluid Dynamic) sont apparus ces dernières années. Ils sont basés sur différentes méthodes de discrétisation : méthodes de différences finies, méthodes des éléments finis et méthodes des volumes finis. Leur utilisation devient de plus en plus courante dans le domaine des microsystèmes. En effet, les phases de conception, de réalisation et d'expérimentation étant souvent longues, difficiles et coûteuses, les simulations numériques sont d'un grand apport. Pour les microdispositifs qui nous intéressent, les résultats des simulations sont essentiellement utilisés afin d'accéder aux les grandeurs globales de l'écoulement (débit et différence de pression). Forster (1995), Deshpande *et al.* (1998), Koch *et al.* (1998) comparent ainsi leurs modèles numériques à des essais expérimentaux. Les simulations numériques permettent également de visualiser l'évolution des vitesses ou des pressions le long de l'écoulement, afin d'étudier l'influence locale d'un paramètre géométrique (Olsson (1998)).

Dans cette étude, nous avons simulé le fonctionnement global de deux diodes existantes (Deshpande *et al.* (1998)) et de la diode 80.2, en utilisant le code de calcul Fluent (FLUENT Inc.). Une étude de l'influence de la finesse du maillage sur la plus simple des trois diodes est présentée, pour aboutir à un critère de choix de la densité du maillage. La simulation des deux autres diodes, confrontée à l'expérience, permet de tester Fluent sur ces microécoulements complexes, de calculer les efficacités respectives et de présenter une première analyse des phénomènes locaux influençant les performances globales de ces microdiodes.

4.3.4.1- Présentation du code de calcul FLUENT

Le code de calcul Fluent est un ensemble de programmes (pré-processeur, processeur, post-processeur) permettant de simuler des écoulements stationnaires ou instationnaires, externes ou internes, de fluides newtoniens ou non, compressibles ou incompressibles, en résolvant les équations de Navier-Stokes tridimensionnelles par la méthode des volumes finis. Ce code permet aussi de traiter des problèmes de transfert d'énergie (conductif ou convectif)

ainsi que des problèmes de réactions chimiques. La méthode des volumes finis repose sur une interprétation physique des équations de la mécanique des fluides. En effet, les équations sont toutes de type conservatif, appliquées à un volume. Le domaine fluide est donc discrétisé en un nombre fini de volumes de contrôle (cellules), définis par des surfaces. Les équations ne sont plus alors traitées sous leur forme différentielle mais sous leur forme intégrale. Cette méthode permet de simuler des écoulements dans des géométries complexes, à partir de différents types de maillage plus ou moins fins.

Fluent permet de réaliser toutes les étapes nécessaires à la simulation :

- définition géométrique du domaine fluide ;
- maillage de ce domaine ;
- choix du modèle de résolution (modèle laminaire, turbulent k- ϵ , RSM...);
- choix du fluide et imposition des conditions aux limites (vitesse, pression ...);
- initialisation et lancement du calcul (surveillance de la convergence);
- post-traitement (déterminations des grandeurs globales, visualisations ...).

4.3.4.2- Maillage des différents diodes

La première étape de la modélisation consiste donc à définir le domaine fluide et à le discrétiser en mailles élémentaires. Le maillage est l'une des étapes importantes de la modélisation numérique. En effet, du type de maillage et de son affinement dépendront la précision des résultats et le temps de calcul.

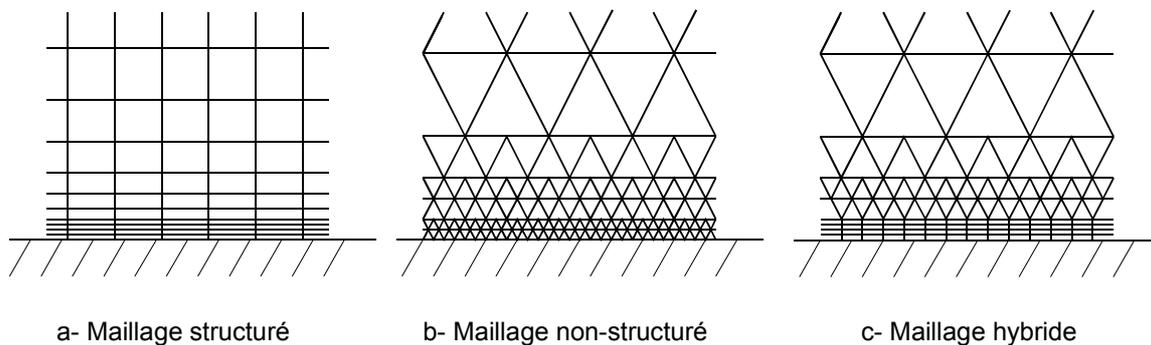


Fig. 4.3-12 : Les différents types de maillage

Le maillage structuré (fig. 4.3-12-a) permet la meilleur solution numérique, mais il conduit à des raffinements obligatoires dans des régions où cela n'est pas utile, ce qui augmente donc

considérablement le nombre de cellules. Pour des formes très complexes, on lui préférera un maillage non structuré (fig. 4.3-12-b), à base d'éléments triangulaires, qui même s'il est moins précis numériquement, permet aisément des affinements locaux ou des maillage automatiques. Une solution mixte peut être envisagée afin de conserver les avantages de chaque solution. Le maillage hybride (fig. 4.3-12-c) permet de garder un maillage non structuré sur la majorité de la géométrie et de l'affiner à la paroi, à base d'éléments quadrangulaires, afin de mieux prendre en compte les effets proches de la paroi (couche limite).

Pour la simulation des microdiodes fluidiques, nous nous sommes limités à des maillages structurés, en les affinant à chaque fois à proximité de la paroi. Le maillage suit pour cela une loi de type parabolique. Après des essais de maillages et de simulations 2D, nous avons choisi de modéliser en 3D chaque diode.

- Diode convergent/divergent : la première diode étudiée est la plus simple : la diode de type convergent/divergent. Les dimensions retenues pour cette simulation sont celles définies par Deshpande *et al.* (1998) et sont présentées sur la figure 4.3-13 :

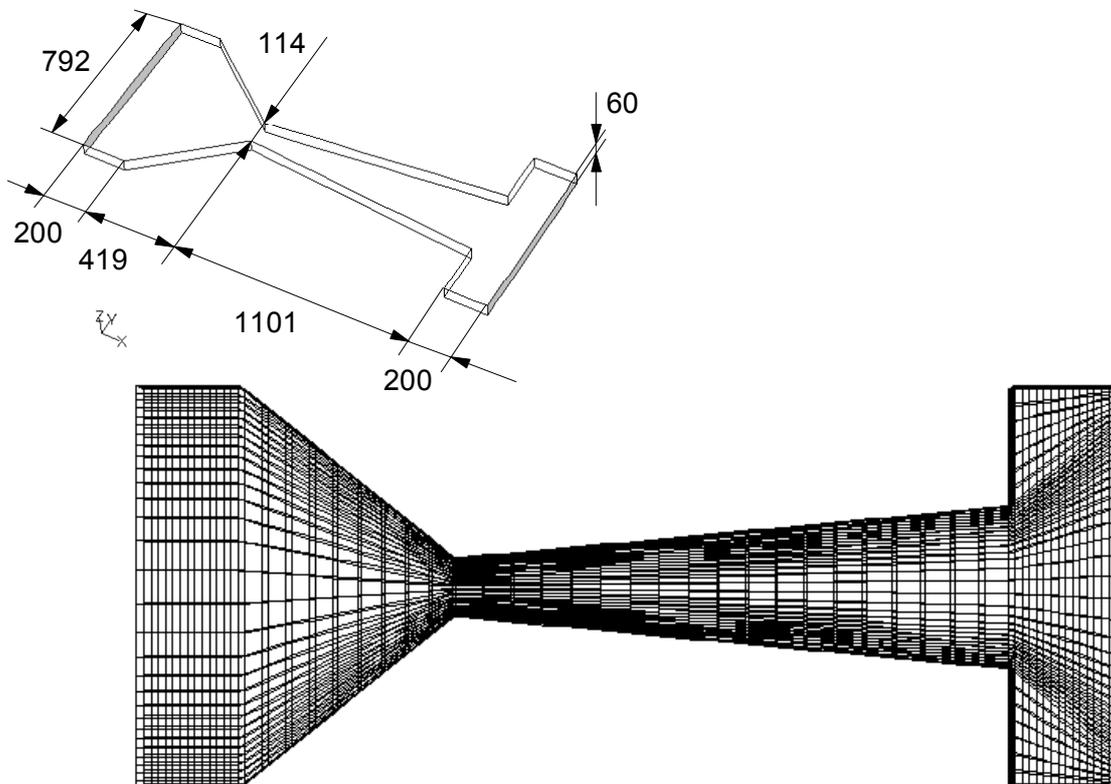


Fig. 4.3-13 : Définition géométrique et maillage de la diode de type convergent/divergent
(dimensions en μm)

La densité du maillage a été définie à partir d'une étude de l'influence de sa finesse sur la convergence des résultats. Nous avons alors réalisé une étude comparative du débit volumique Q à partir des résultats de simulation, sur des maillages comportant entre 464 et 54264 cellules, ce qui correspond à un nombre de 25 à 900 mailles sur la plus petite section transverse de la diode. Les paramètres de simulations, définis au paragraphe 4.3.4.3, sont identiques : même différence de pression (400 hPa) appliquée aux conditions limites d'entrée et de sortie (surfaces grisée), même fluide (eau), modèle laminaire, convergence en résidus à 10^{-3} , et nous avons simulé les deux sens d'écoulement. Le graphe 4.3-14 présente les résultats obtenus en fonction du nombre de cellules.

Nous pouvons constater que les résultats de simulation convergent asymptotiquement lorsque le nombre de cellules augmente, le comportement étant de plus similaire dans les deux sens d'écoulement. Le nombre de cellules a donc bien sûr une influence directe sur la précision des résultats. Cette influence n'est plus significative lorsque le maillage atteint 4400 cellules : nous trouvons très peu de différence (de l'ordre de 1 %) entre les débits calculés pour les trois derniers maillages,

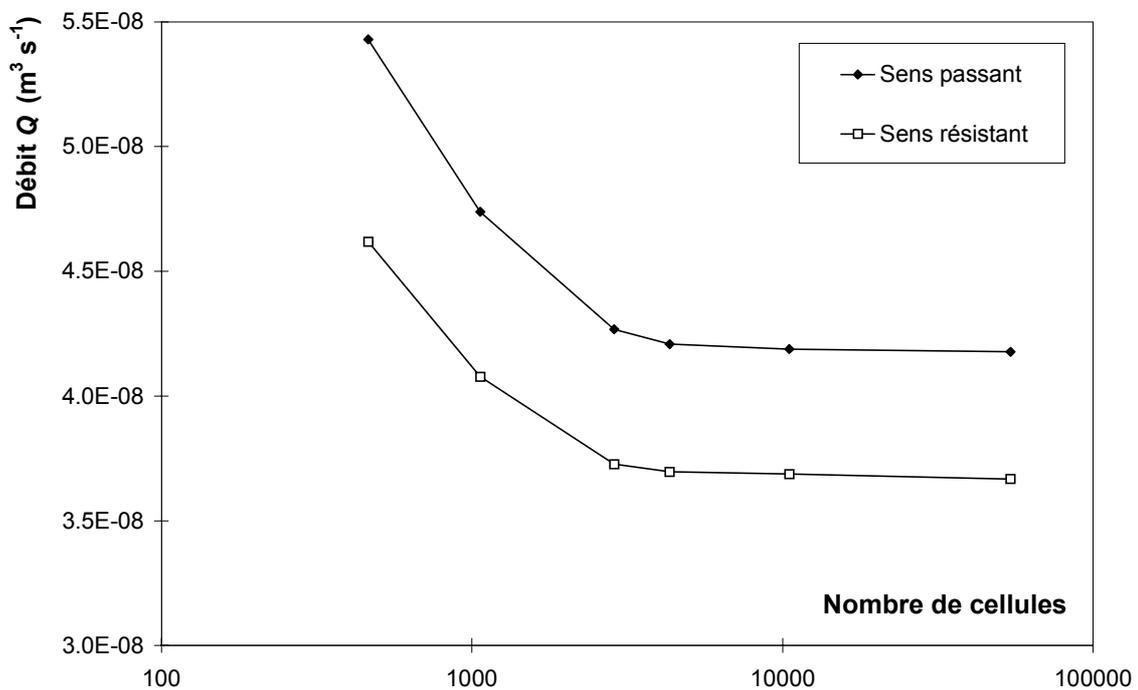


Fig. 4.3-14 : Evolution du débit volumique Q en fonction du nombre de cellules

Nous pouvons alors introduire un critère de densité du maillage, portant sur un nombre minimum m de mailles dans une section caractéristique de l'écoulement. Dans le cas précédent, le nombre de cellules dans la section au col étant de 162, le critère de densité choisi s'écrit $m \geq m_0$ avec $m_0 = 162$. La section moyenne d'une maille au col a alors une aire de 42 μm . En fait, on choisira $m = m_0$, ce qui constitue un bon compromis entre temps et précision du calcul.

Les dimensions des autres diodes étant comparables, nous définirons également la finesse de leur maillage à partir de ce critère de densité.

- Diode Tesla : la deuxième diode simulée est la diode Tesla, également testée expérimentalement par Deshpande *et al.* (1998). Nous avons maillé le domaine fluide de façon similaire, en affinant le maillage proche de la paroi. La géométrie ainsi que le maillage obtenu sont présentés sur la figure 4.3-15. Dans ce cas, le critère de résolution du maillage est appliqué sur la section transverse. Nous avons cependant affiné localement le maillage aux intersections, afin d'être plus précis en ces points clés de l'écoulement. La maillage final comporte 24276 cellules.

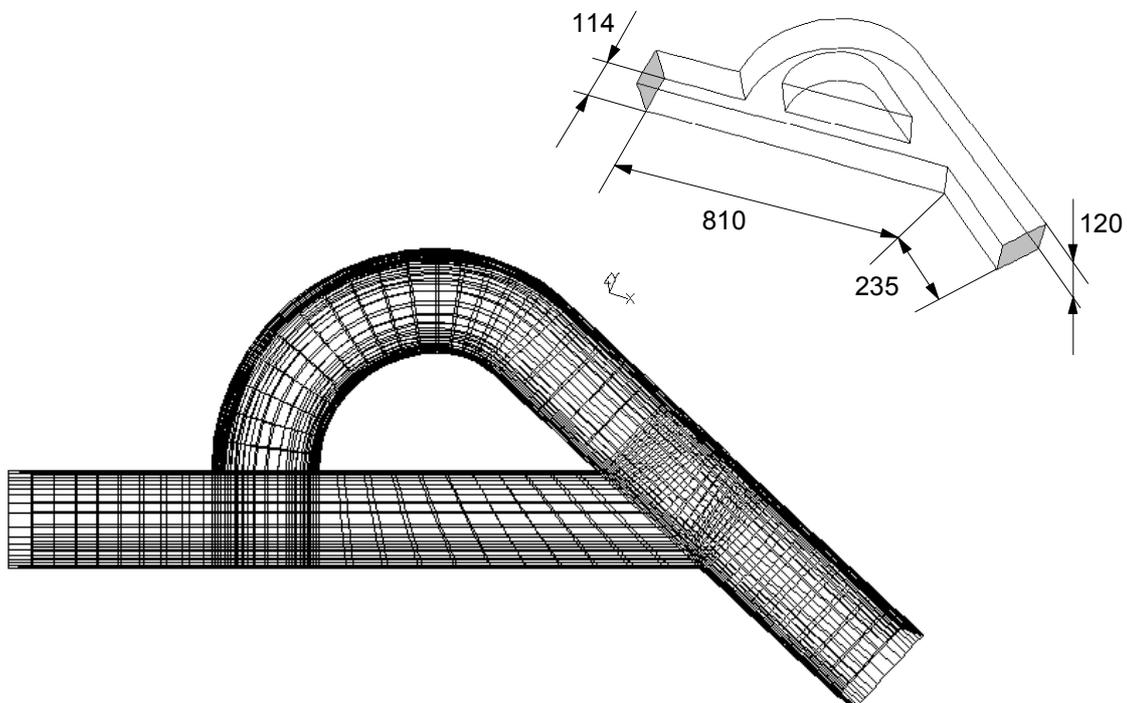


Fig. 4.3-15 : Définition géométrique et maillage de la diode Tesla
(dimensions en μm)

- *Diode vortex* : le maillage du domaine est un peu plus complexe à réaliser dans ce cas de figure, mais nous avons essayé de garder les mêmes critères de maillages (maillage structuré, critère de densité, affinement du maillage proche de la paroi). La diode est présentée sur la figure 4.3-16. Nous avons choisi de simuler une diode qui possède des dimensions comparables aux diodes précédentes. Le critère de maillage a été appliqué à la plus petite section transverse, c'est-à-dire à la section de jonction (J) entre le canal tangentiel et la chambre. Le critère de densité conduit à des mailles ayant une section moyenne d'aire $49 \mu\text{m}^2$. Le maillage étant structuré, pour pouvoir garder une uniformité de mailles, nous avons été obligé d'augmenter considérablement le nombre de cellules dans la chambre de circulation. Nous avons de plus modélisé la région du réservoir qui se trouve recouverte par le Pyrex afin d'imposer des conditions limites numériques (sur les surfaces grisées) proches de celles mesurées expérimentalement. Le maillage final comporte alors 107767 cellules.

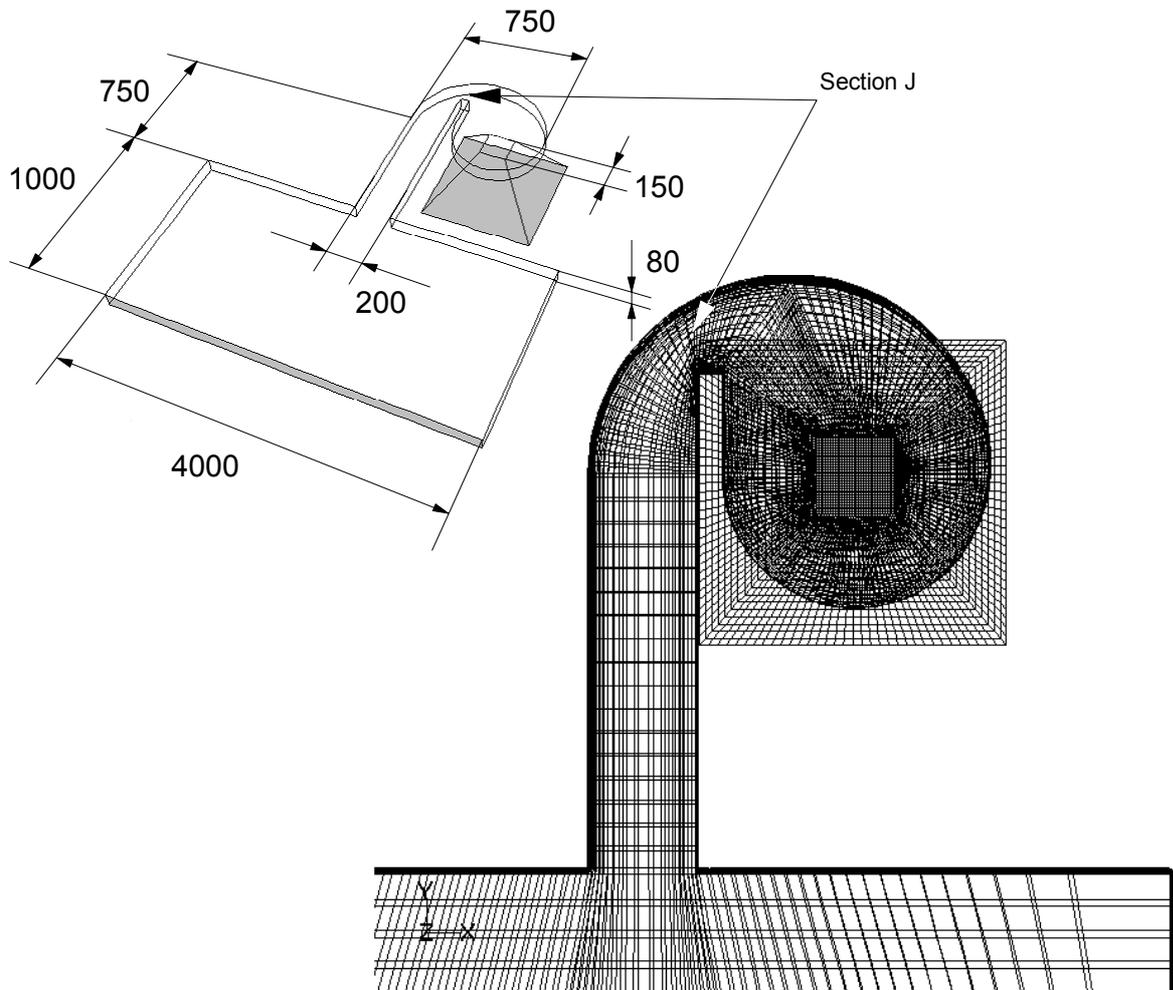


Fig. 4.3-16 : Définition géométrique et maillage de la diode vortex
(dimensions en μm)

4.3.4.3- Paramètres de simulation

Nous présentons ici l'ensemble des paramètres de simulation nécessaires à l'exécution et au contrôle du calcul numérique.

- conditions aux limites : afin de représenter au mieux les essais expérimentaux, nous imposons à l'entrée et à la sortie des conditions de pression, sous forme d'une pression totale en entrée du domaine et d'une pression statique en sortie. Ces conditions sont ensuite inversées afin de simuler l'autre sens d'écoulement. Les autres frontières du domaine sont définies comme étant des parois solides indéformables, où les conditions de vitesse sont nulles à la paroi.

- fluides : les fluides utilisés pour les simulations sont des liquides newtoniens et incompressibles (eau et propanol-2). Toutes les simulations étant isothermes, nous définissons simplement ces liquides par leur masse volumique et leur viscosité dynamique à une température donnée :

<i>Fluides</i>	<i>Masse volumique (kg m⁻³)</i>	<i>Viscosité (Pa s)</i>	<i>Température (°C)</i>
eau	998,2	1,003 10 ⁻³	20
propanol-2	784	2,07 10 ⁻³	25

- modèle de calcul et critères de convergence : le modèle choisi pour toutes les configurations est le modèle laminaire. Il est logique de choisir celui-ci, puisque les Reynolds calculés à partir des essais expérimentaux sont compris entre 50 et 900. L'ensemble des variables est initialisé avant le déclenchement du calcul. L'algorithme de calcul est de type SIMPLE et nous avons choisi une discrétisation du 2^o ordre afin d'augmenter la précision. La convergence numérique est contrôlée en surveillant l'évolution des résidus, écarts de résultats entre deux itérations, pour les trois équations de quantité du mouvement et l'équation de continuité. Le critère de convergence retenu est le suivant : nous estimons que la simulation a

convergé convenablement lorsque chaque résidu est inférieur à 10^{-3} . L'écoulement étant permanent, nous vérifions la conservation du débit entrant et sortant du domaine.

4.3.4.4- Exploitation des résultats

4.3.4.4.1- Analyse des paramètres globaux

Il est possible de calculer après simulation une grandeur physique globale, en réalisant une moyenne surfacique G de la variable g :

$$G = \frac{1}{S} \sum_{i=1}^n g_i S_i \quad (4-1)$$

où S est l'aire de la surface globale moyenne, g_i est la valeur de la variable g au noeud i et S_i est l'aire de la surface affectée à ce noeud .

Pour pouvoir comparer les résultats de simulations aux essais expérimentaux, nous avons donc calculé le débit d'entrée Q (égal au débit de sortie) ainsi que la pression moyenne à l'entrée $P_{entrée}$ et à la sortie P_{sortie} . Nous présentons les résultats sous la forme du débit volumique Q en fonction de la différence de pression $\Delta P = P_{entrée} - P_{sortie}$.

- Diode de type convergent/divergent : nous trouvons une bonne corrélation entre le résultat de simulation par Fluent et les points expérimentaux obtenus avec un écoulement d'eau (fig. 4.3-17). Dans les deux sens de passage, les écarts entre la simulation et l'expérience n'excèdent pas 3%. Nous pouvons alors calculer l'efficacité expérimentale et numérique pour cette diode. Pour une différence de pression de 330 hPa, E_{ff} vaut respectivement 0,15 et 0,12. Le modèle numérique décrit donc de manière satisfaisante le comportement de cette diode. Les nombres de Reynolds calculés à la section au col sont compris entre 100 et 500.

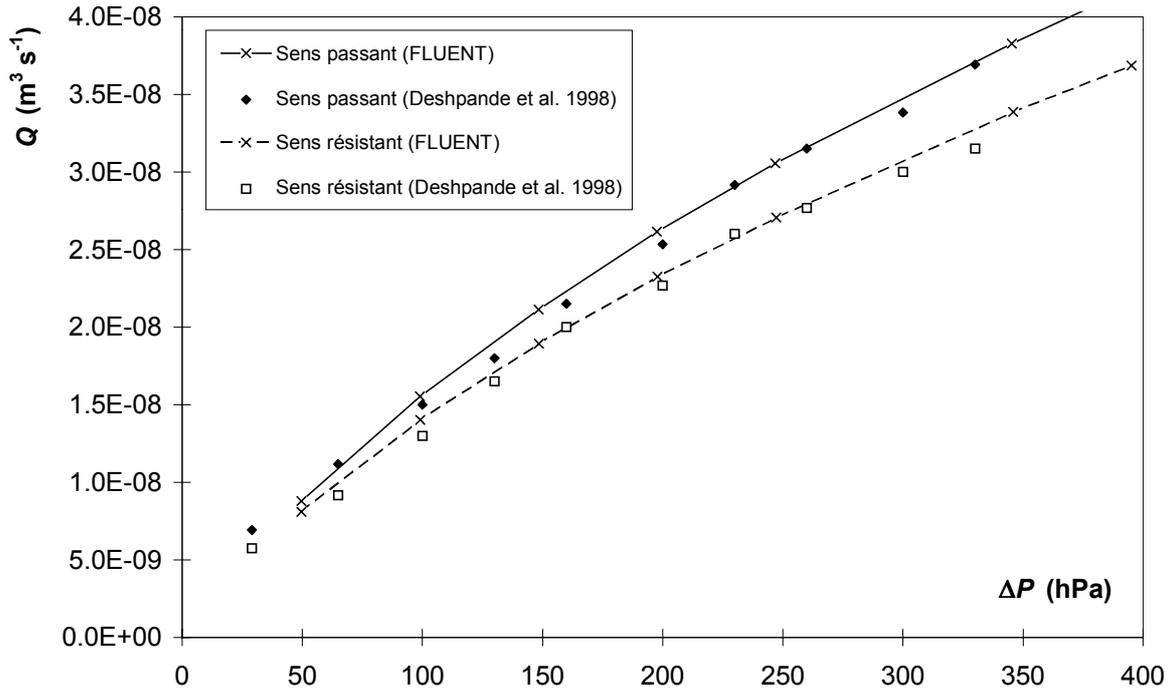


Fig. 4.3-17 : Comparaison expérience-modèle numérique pour la diode de type convergent/divergent courbes de caractérisation statique (eau)

- Diode tesla :

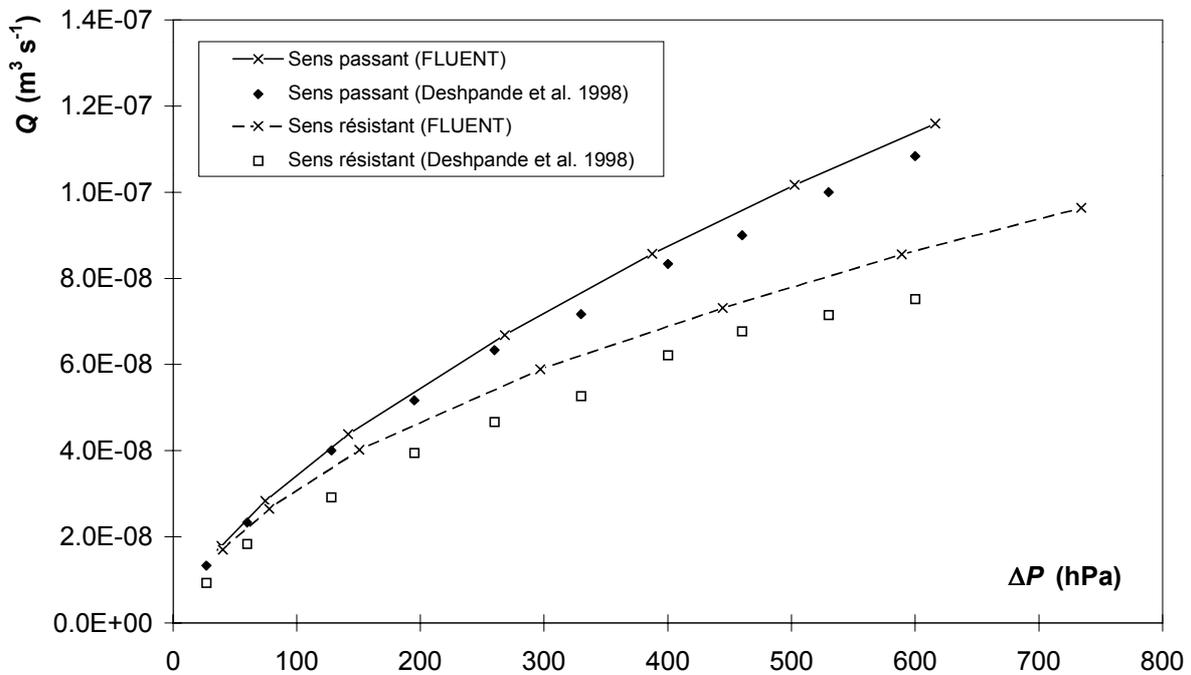


Fig. 4.3-18 : Comparaison expérience-modèle numérique pour la diode Tesla courbes de caractérisation statique (eau)

Nous pouvons constater sur la figure 4.3-18 que le modèle numérique décrit aussi convenablement le fonctionnement de cette microdiode. Cependant, les écarts entre simulation numérique et expérience sont plus importants. Les écarts maximum mesurés sont respectivement de 5 % et 11 % pour le sens passant et le sens résistant. L'efficacité est néanmoins assez bien rendue par le modèle : à 600 hPa, elle vaut 0,25 contre 0,29 calculée à partir de l'expérience, le liquide étant toujours de l'eau. Les nombres de Reynolds sont compris entre 150 et 1000.

Nous pouvons remarquer que la simulation surestime systématiquement le débit volumique Q . Pour tenter d'expliquer cet écart systématique, plusieurs hypothèses peuvent être proposées. Le fait de ne pas maîtriser parfaitement les conditions expérimentales imposées par Deshpande *et al.*, essentiellement sur la mesure des pressions, ne nous permet pas de reproduire correctement les conditions aux limites. En effet, les pressions à l'entrée et à la sortie de la microdiode ne sont pas mesurées à l'endroit où sont imposées les conditions limites pour la simulation numérique. Ainsi, nous avons modélisé la diode seule, sans prendre en compte les effets d'entrée d'éventuels réservoirs en amont ou en aval de la microdiode. Nous n'avons pas non plus pris en compte les effets dus à la rugosité de la paroi. Ces différents phénomènes tendent à augmenter la dissipation énergétique, diminuant alors le débit pour une même différence de pression. Baudry (1999) a aussi mis en évidence une erreur systématique lors de calcul par Fluent du débit d'huiles à travers différentes restrictions. De la même façon, la perte de charge était systématiquement sous-estimée (de 9 à 13 %). Il a tenté d'expliquer cette erreur non seulement par une mauvaise définition des conditions aux limites, mais aussi par la possibilité que le modèle numérique prévoyait mal la dissipation énergétique. Remarquons toutefois que les modèles utilisés dans ses travaux étaient des modèles turbulents.

- Diode vortex : nous retrouvons cette surestimation du débit lors de la modélisation de la diode vortex. Pour les essais de caractérisation avec le propanol-2 (fig. 4.3-19), ces écarts sont respectivement de 6% et de 8% pour le sens passant et le sens résistant. L'efficacité calculée numériquement est de 0,14 à comparer à la valeur 0,16 déterminée expérimentalement (pour une différence de pression de 1000 hPa). Les nombres de Reynolds sont par contre plus faibles que dans les cas précédents et sont compris entre 30 et 300.

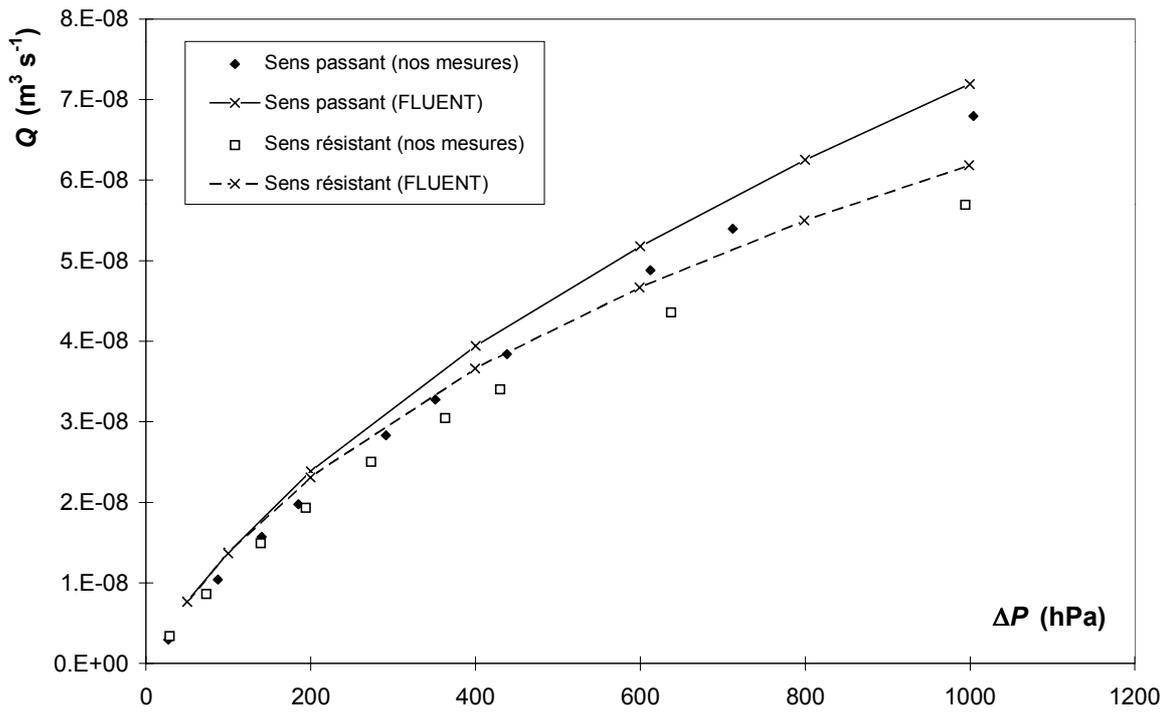


Fig. 4.3-19 : Comparaison expérience-modèle numérique pour la diode vortex courbes de caractérisation statique (propanol-2)

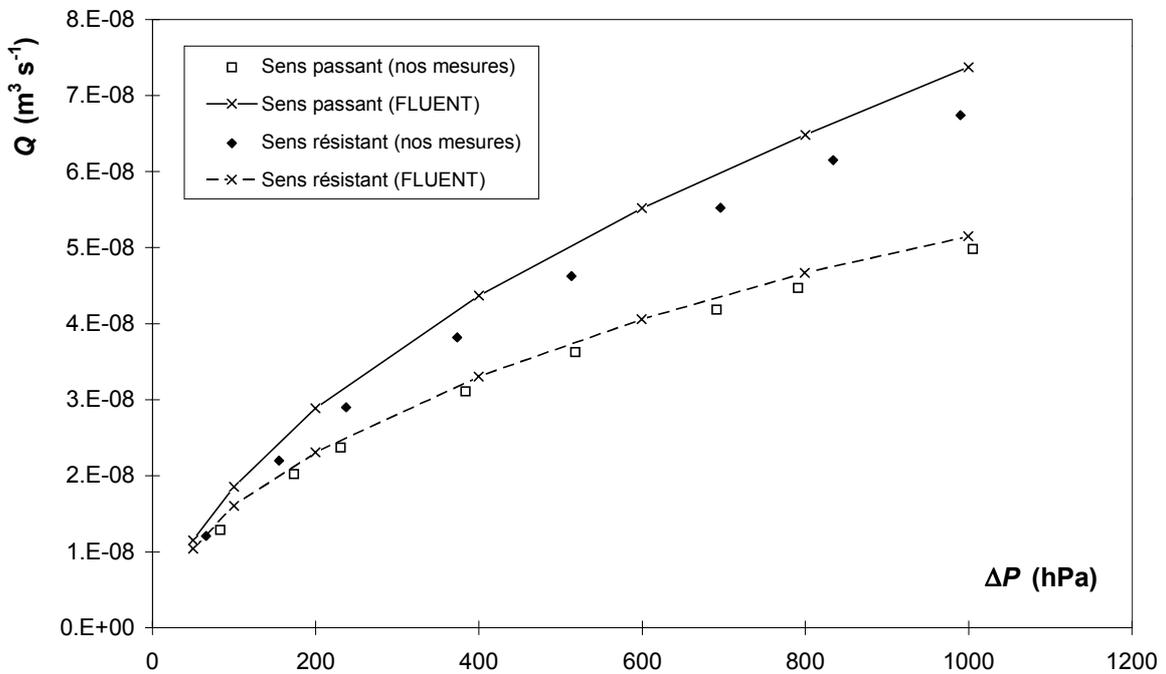


Fig. 4.3-20 : Comparaison expérience-modèle numérique pour la diode vortex courbes de caractérisation statique (eau)

Lorsque la différence de pression est inférieure à 200hPa, l'effet diode semble disparaître progressivement, le nombre de Reynolds devenant dans ce cas inférieur à 100. Nous pouvons remarquer que ce phénomène est aussi bien vérifié sur les courbes expérimentale qu'à partir du modèle numérique.

Nous avons par la suite réalisé une deuxième caractérisation expérimentale et numérique avec de l'eau, qui a permis de comparer directement les performances des trois diodes. En ce qui concerne la diode vortex, nous constatons que l'efficacité est meilleure que lors de l'emploi de propanol. En effet, à même différence de pression (1000 hPa), l'efficacité passe de 0,16 à 0,27 expérimentalement et de 0,14 à 0,29 numériquement (fig. 4.3-20). Nous constatons encore une fois l'écart systématique entre les différentes courbes expérimentales et numériques, écart qui vaut respectivement 9 % et 4 % dans le sens passant et dans le sens résistant. Le nombre de Reynolds est compris dans ce cas entre 100 et 800. Lorsque nous comparons les deux graphes, nous pouvons remarquer que la diminution de viscosité du fluide ($\mu = 1,003$ Pa s pour l'eau et $\mu = 2,07$ Pa s pour le propanol-2) a peu d'influence sur les pertes de charges dans le sens passant. Par contre, ces pertes de charges ont considérablement augmenté dans le sens résistant, ce qui entraîne l'augmentation d'efficacité. Quel que soit le fluide utilisé, le modèle numérique permet de retrouver assez correctement le comportement global de la diode vortex que nous avons obtenu expérimentalement.

Pour une différence de pression de 600 hPa et avec de l'eau, les simulations numériques pour les trois diodes présentées donnent respectivement une efficacité de 0,15 (convergent/divergent); 0,25 (Tesla) et 0,27 (vortex). Nous pouvons constater que les performances de la diode convergent/divergent sont nettement inférieures aux deux autres diodes (tesla et vortex) qui elles, sont comparables. Ceci est encourageant pour la suite, car la géométrie de la diode vortex n'a pas à ce stade été réellement optimisée.

Il est également intéressant d'analyser l'influence de la miniaturisation de la diode vortex. Nos résultats expérimentaux montrent que la diode de dimensions millimétriques possède une efficacité plus importante que son homologue de dimensions micrométriques, qui lui est sensiblement homothétique. Nous pouvons noter cependant que les nombres de Reynolds calculés ne sont pas identiques. A même nombre de Reynolds, par exemple 800, l'efficacité expérimentale de la minidiode chute à 0,4 mais reste supérieure à celle de la microdiode (0,27).

4.3.4.4.2- Analyse locale

L'outil numérique est aussi intéressant pour l'analyse et la compréhension des phénomènes locaux.

- Diode de type convergent/divergent : la figure 4.3-21 présente un exemple de distribution des champs de vitesses (exprimées en $m\ s^{-1}$) et des champs de pressions statiques (exprimées en Pa) dans le plan médian de la diode et pour les deux sens d'écoulement ($\Delta P = 400\ hPa$).

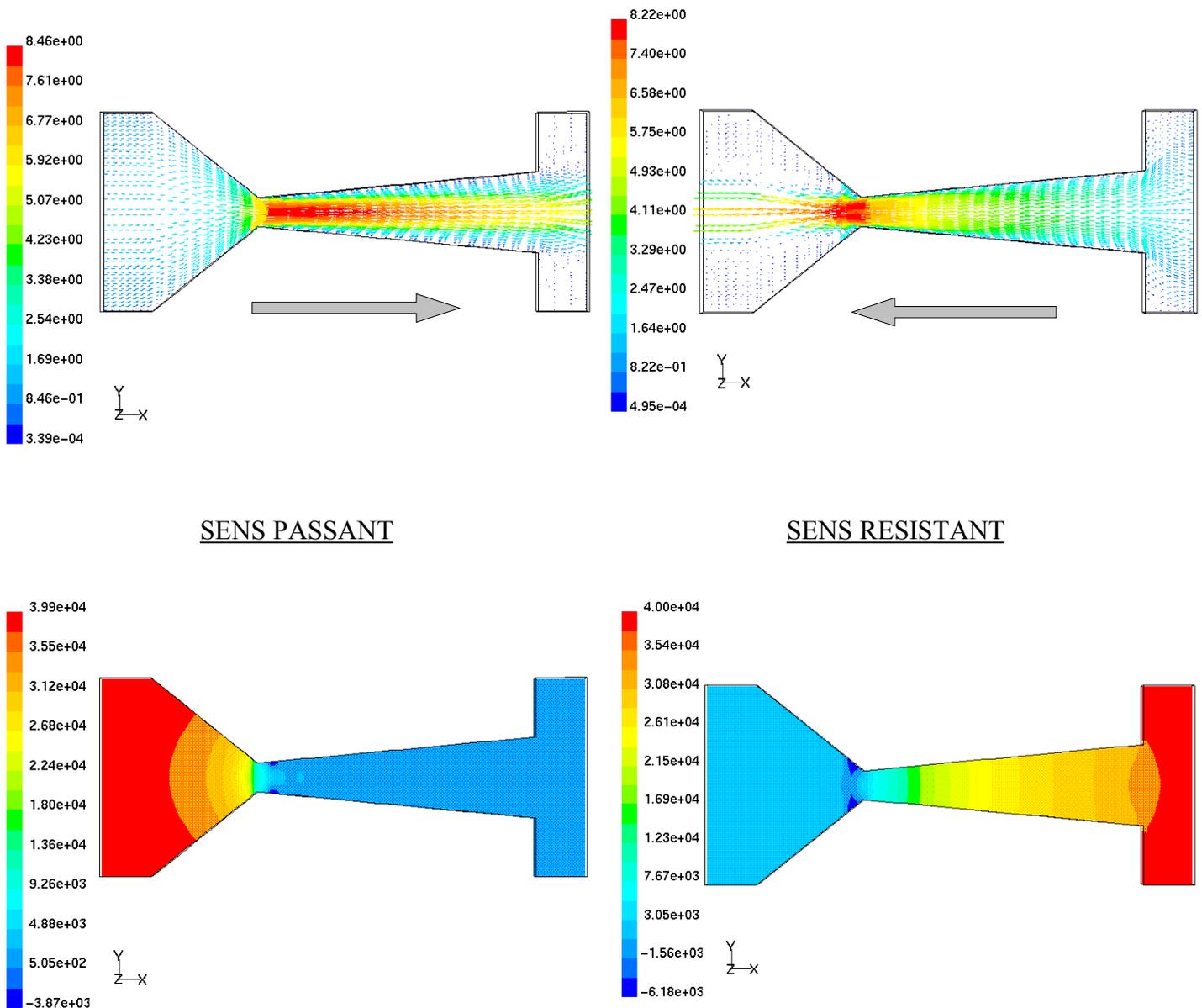


Fig. 4.3-21 : Champs de vitesses et de pressions statiques (diode de type convergent/divergent)

La dissymétrie de fonctionnement se manifeste surtout par la présence de régions de recirculation de l'écoulement dans le sens résistant (fig. 4.3-22), au niveau de l'élargissement brusque de section. Ces zones de recirculation sont dissipatives et diminuent localement la section de l'écoulement. Dans le sens passant, l'écoulement reste par contre plus régulier, sans décollement à la paroi, car les vitesses au niveau de l'élargissement brusque sont beaucoup plus faibles (fig. 4.3-23).

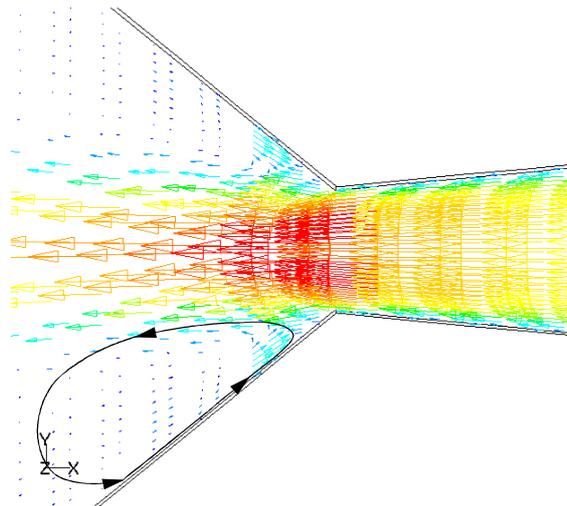


Fig. 4.3-22 : Zones de recirculation (sens résistant - $\Delta P = 400 \text{ hPa}$)

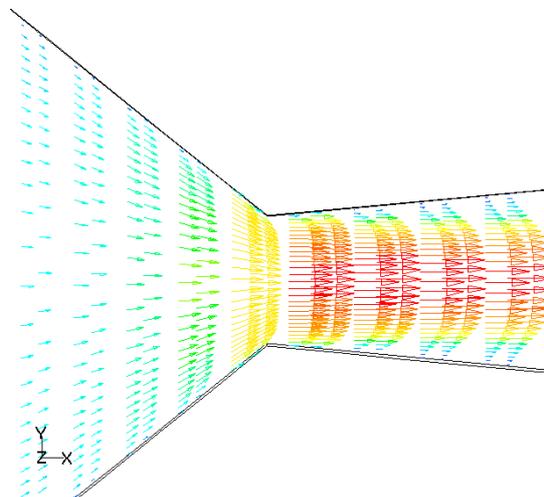


Fig. 4.3-23 : Ecoulement sans décollement (sens passant - $\Delta P = 400 \text{ hPa}$)

Au niveau des répartitions des pressions, nous remarquons que la chute de pression est essentiellement localisée dans les parties convergentes de l'écoulement, du fait de l'accélération de l'écoulement. Cette chute est cependant plus progressive dans le sens résistant

et n'est pas totalement achevée au niveau de l'élargissement brusque, ce qui favorise le décollement et l'apparition de zones de recirculation.

- *Diode Tesla* : la figure 4.3-24 présente de la même manière la répartition des champs de vitesses et de pressions statiques dans le domaine fluide ($\Delta P = 800$ hPa).

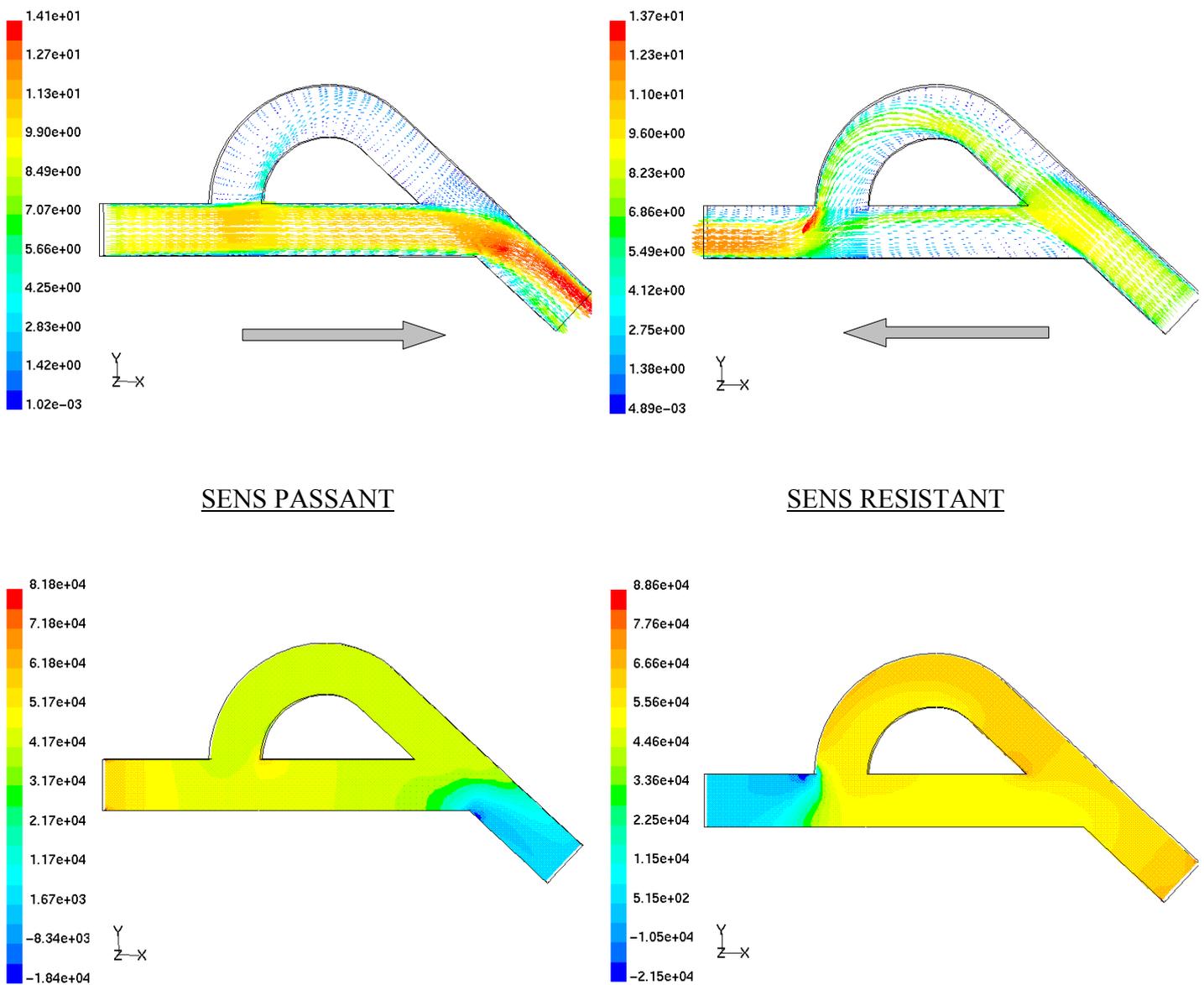


Fig. 4.3-24 : Champs de vitesses et de pressions statiques (diode Tesla)

Ces distributions nous permettent d'analyser l'écoulement dans les deux sens de passage du fluide. Dans le sens passant, l'écoulement est très peu perturbé par la présence de la boucle (fig. 4.3-25-a).

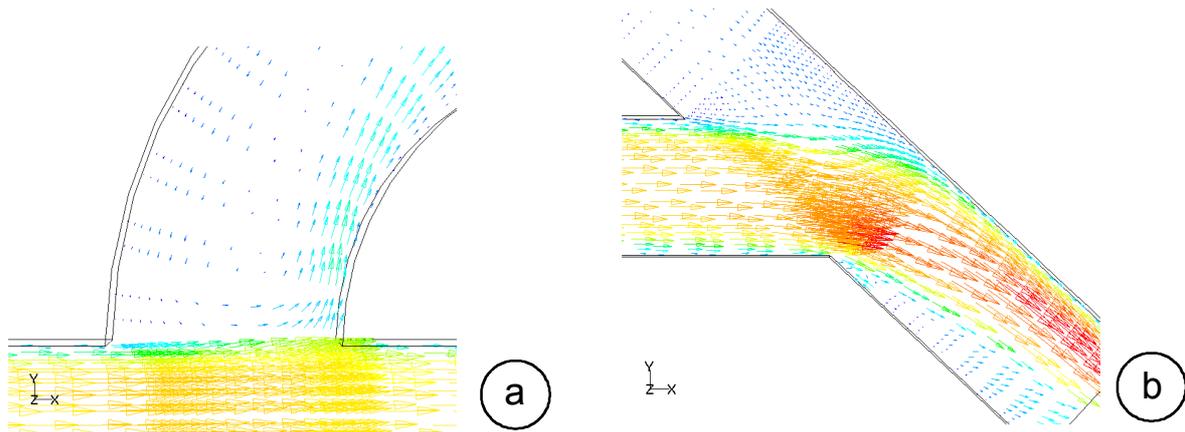


Fig. 4.3-25 : Détails de l'écoulement dans le sens passant
(simulation à l'eau - $\Delta P = 800 \text{ hPa}$)

Les pertes de charges sont assez bien réparties sur la longueur de la diode. Le virage situé à l'extrémité droite de la diode a cependant pour effet d'augmenter les vitesses : c'est dans cette zone que les pertes de charges sont les plus importantes (fig. 4.3-25-b).

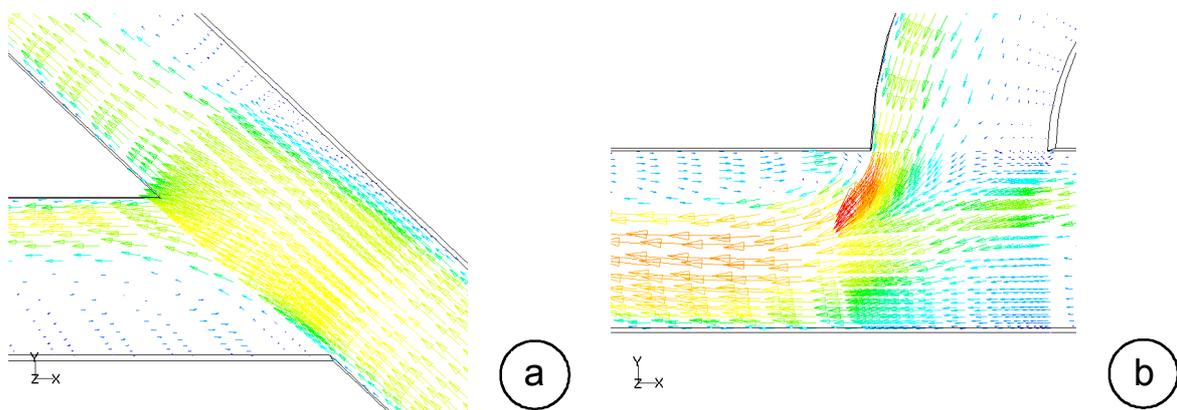
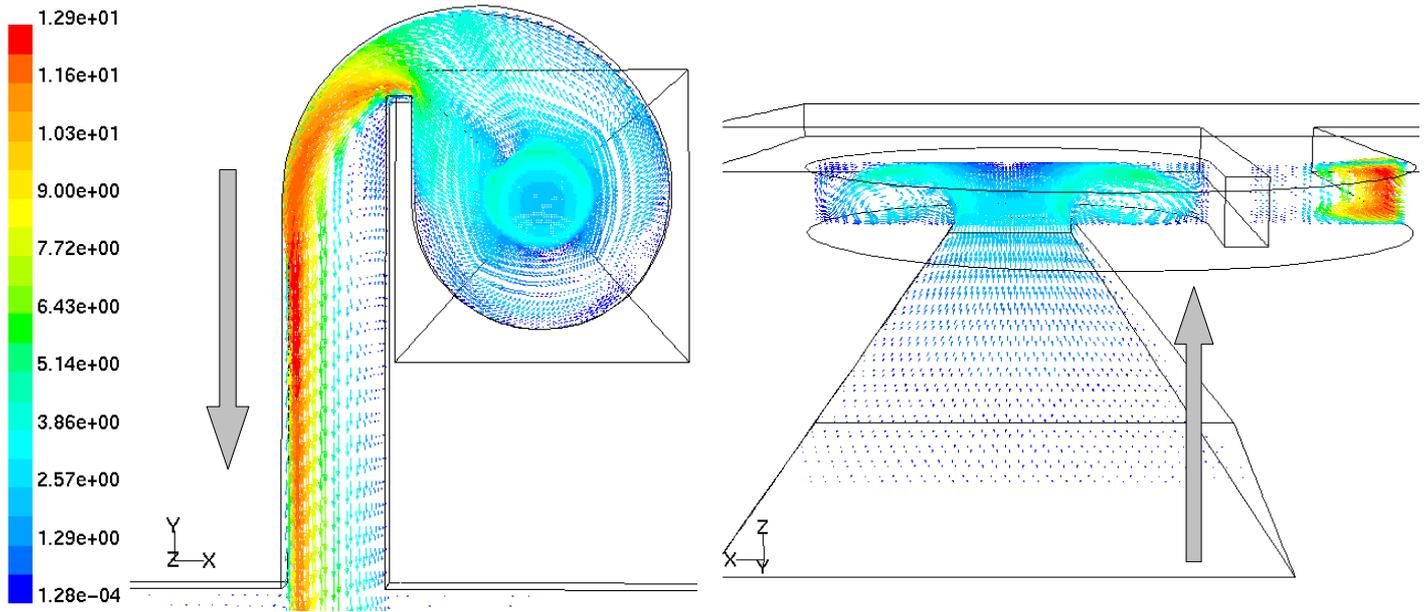


Fig. 4.3-26 : Détails de l'écoulement dans le sens résissant
(simulation à l'eau - $\Delta P = 800 \text{ hPa}$)

Dans le sens résissant, l'écoulement entrant se scinde en deux (4.3-26-a). La partie de l'écoulement passant dans la boucle vient par la suite perturber l'écoulement principal, les directions des deux vitesses étant perpendiculaires, ce qui a pour effet de plaquer l'écoulement principal vers la paroi opposée, diminuant ainsi considérablement la section de passage du fluide (fig. 4.3-26-b). Ceci s'accompagne d'une augmentation importante des vitesses et d'une zone de recirculation. D'autre part, la zone de mélange est elle-même dissipative. Parallèlement, les gradients de pression apparaissent essentiellement dans cette zone de mélange.

- *Diode vortex* : les figures 4.3-27 et 4.3-28 présentent aussi les distributions de vitesses et de pressions statiques, respectivement dans le sens passant et le sens résistant, suivant deux plans perpendiculaires et pour des simulations effectuées avec de l'eau ($\Delta P = 1000$ hPa).



SENS PASSANT

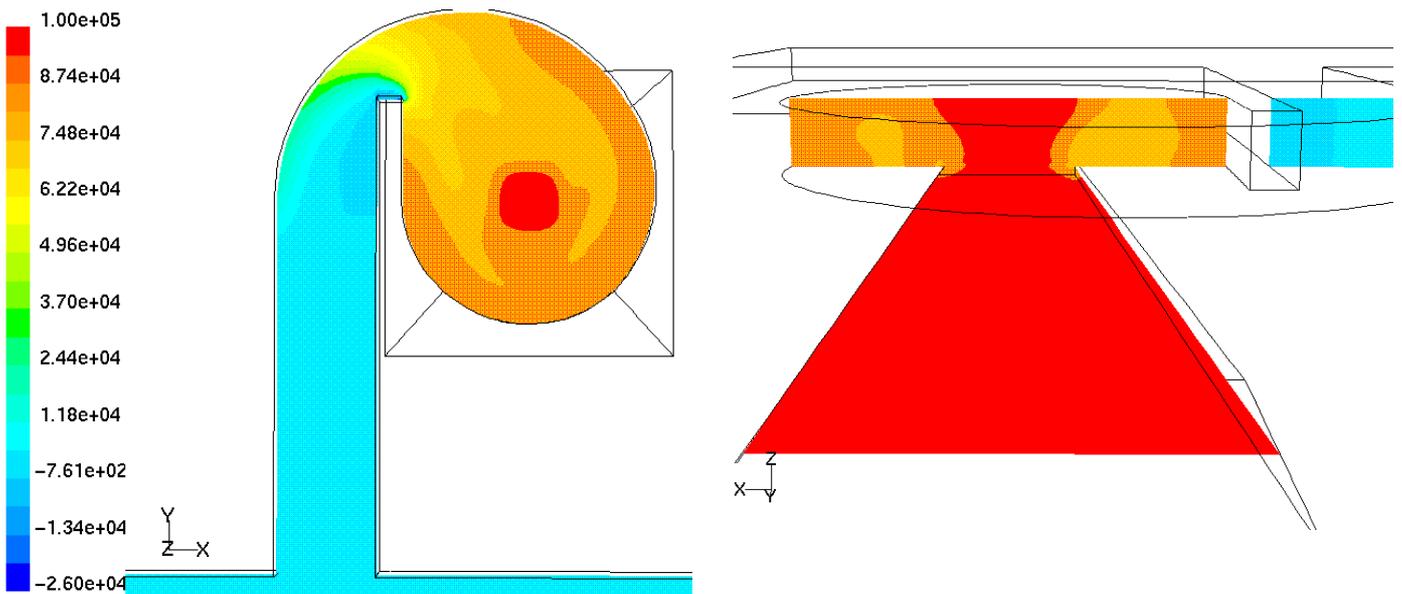
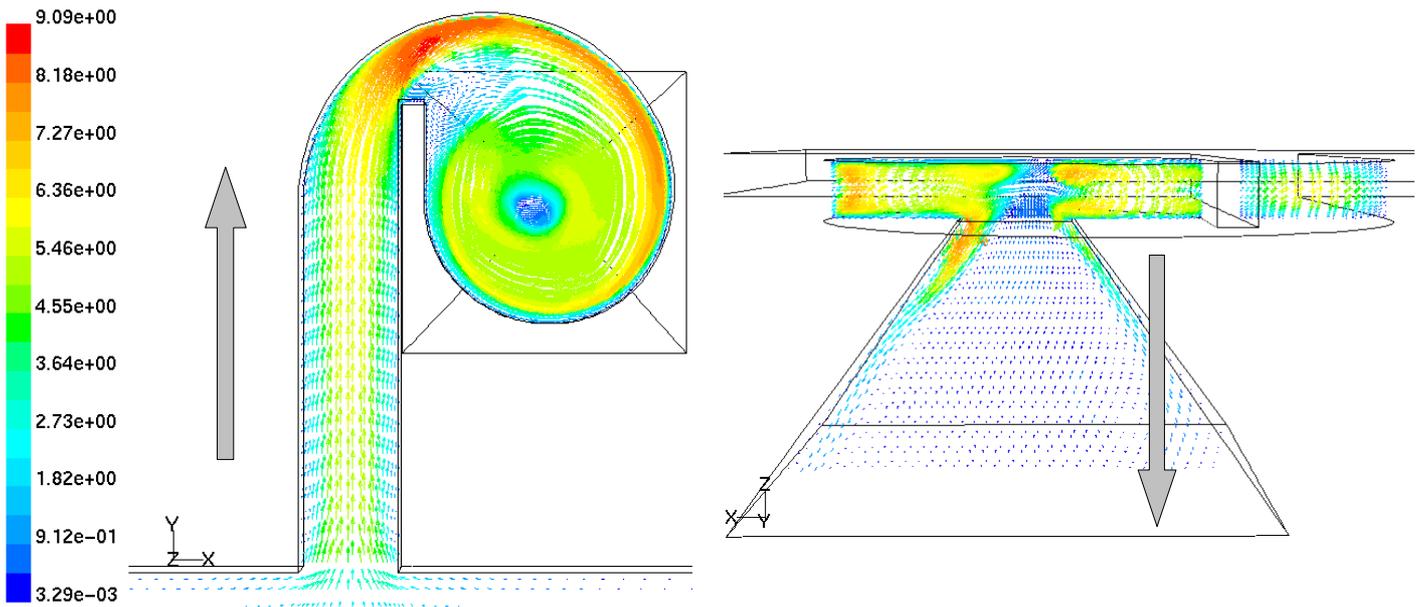


Fig. 4.3-27 : Champs de vitesses et de pressions statiques dans le sens passant (diode vortex)



SENS RESISTANT

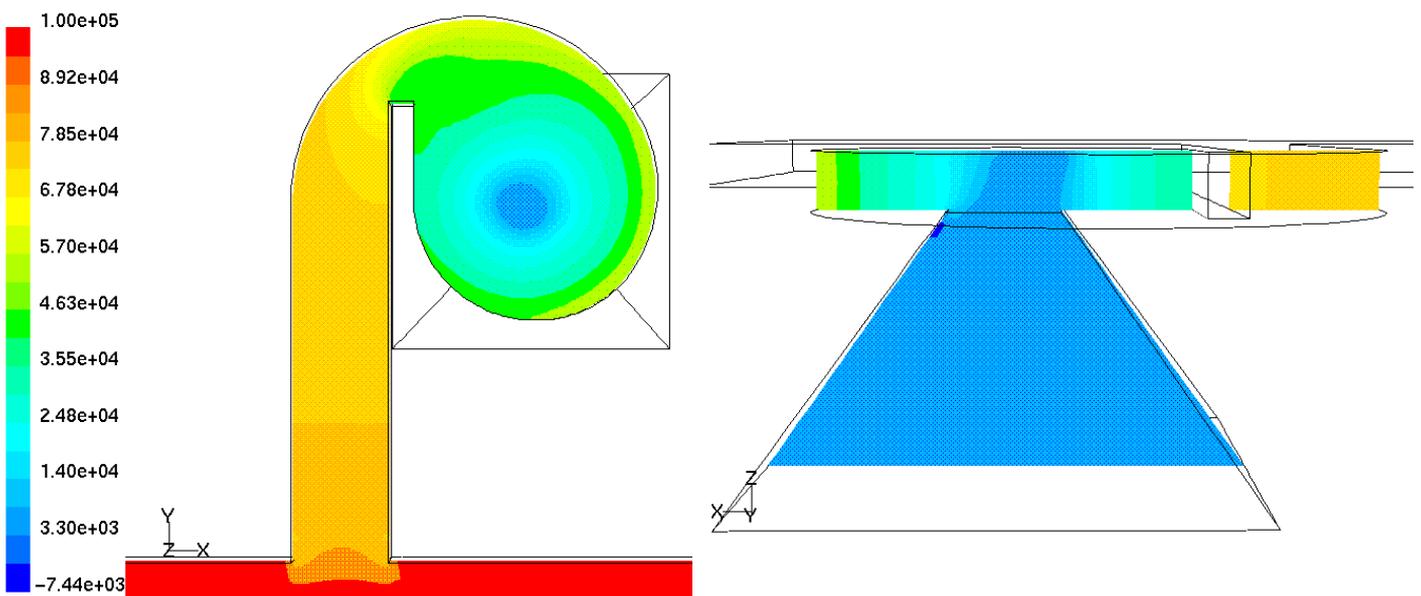


Fig. 4.3-28 : Champs de vitesses et de pressions statiques dans le sens résistant (diode vortex)

Lorsque la diode est dans la configuration passante, le fluide entre dans la chambre par le canal axial placé sous la spirale. Quelques zones de recirculation apparaissent au niveau de l'entrée dans la spirale mais leur influence sur les pertes de charges reste faibles. Par contre,

lorsque l'écoulement quitte la spirale et rejoint le canal tangentiel (parallèle à y) il est considérablement accéléré, du fait du changement important de section et de direction à la jonction canal/spirale. La chute de pression est donc essentiellement localisée à cet endroit. Une zone de recirculation apparaît alors en sortie de la chambre (figure 4.3-29).

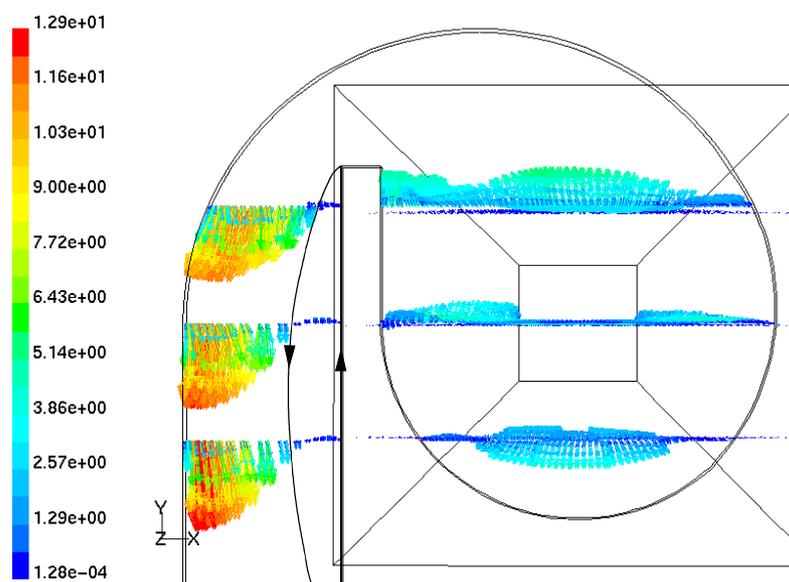


Fig. 4.3-29 : Profil des vitesses dans le sens passant
(simulation à l'eau - $\Delta P = 1000$ hPa)

Dans le sens résistant, il apparaît que les pertes de charges en entrée de la diode ne sont pas négligeables (chute de pression d'environ 200 hPa). Il était donc important d'intégrer le réservoir amont dans le domaine, afin d'obtenir une simulation plus réaliste. L'écoulement se développe ensuite dans le canal tangentiel, puis est accéléré au niveau de la restriction avant la rentrée dans la chambre. Cette augmentation de vitesse a pour effet de plaquer l'écoulement contre la paroi dans la chambre en spirale, facilitant la création du tourbillon. Ce tourbillon est représenté sur la figure 4.3-30 par l'intermédiaire de profils de vitesses répartis dans la chambre. Nous pouvons remarquer que les composantes tangentielles restent élevées dans toute la chambre et augmentent au voisinage de l'orifice de sortie. Les pertes de charges générées par ce tourbillon sont dans ce cas importantes, comme le montre la distribution des pressions (fig. 4.3-28). Pour les simulations avec du propanol-2, la figure 4.3-31 présente des profils de vitesses comparables. Les composantes tangentielles sont dans ce cas beaucoup moins élevées, ce qui tend à montrer que le tourbillon est plus atténué, malgré des vitesses d'entrée plus importantes. Ceci est lié aux effets inertiels moins marqués dans ce cas de figure,

puisque les nombres de Reynolds calculés à la restriction, qui correspond à la plus petite section, passent respectivement de 570 à 260. Le tourbillon étant moins prononcé, les pertes de charges qui lui sont associées sont elles aussi moins importantes. L'effet tourbillonnaire s'atténuant, l'efficacité de la diode chute de manière sensible. Comme nous l'avons vu dans le paragraphe précédent, la différence de fonctionnement lorsqu'on double la viscosité du fluide est directement mise en évidence dans le sens résistant, alors que dans le sens passant, les comportements restent sensiblement identiques.

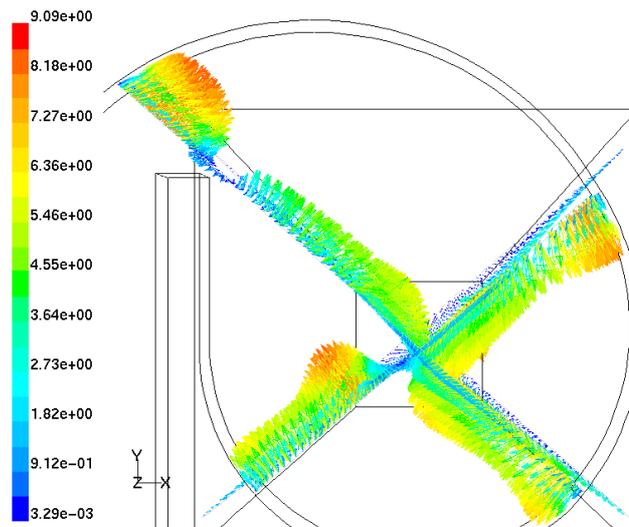


Fig. 4.3-30 : Profil des vitesses dans le sens résistant - plan médian de la diode (simulation à l'eau - $\Delta P = 1000$ hPa)

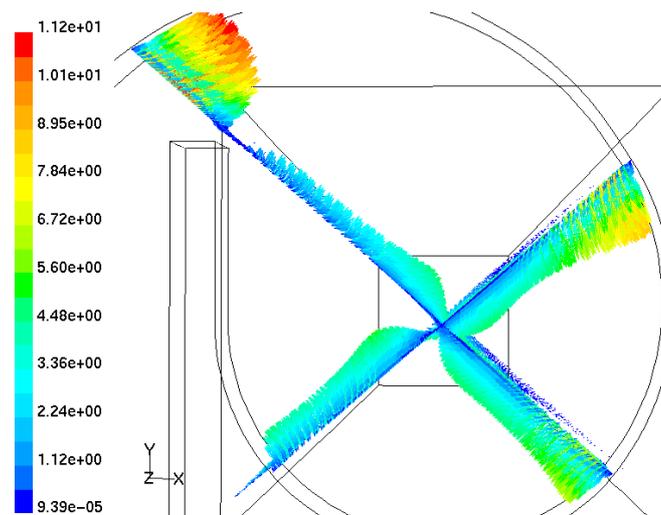


Fig. 4.3-31 : Profil des vitesses dans le sens résistant - plan médian de la diode (simulation au propanol-2 - $\Delta P = 1000$ hPa)

4.4- Conclusion

Une analyse expérimentale des microclapets, réalisée sur le banc de mesure de microdébits, a mis en évidence des problèmes de fragilité et de fiabilité qui persistent quelle que soit la géométrie, le nombre de branches supports ou l'épaisseur de la partie mobile. De nouvelles géométries sont en cours d'étude, mais ce manque de fiabilité étant lié à la très faible épaisseur de la partie mobile, nous avons présenté une étude expérimentale et numérique portant sur des composants sans parties mobiles, les diodes fluidiques. Celles-ci ayant un comportement en régime permanent similaire à des microclapets à taux de fuites important, il est nécessaire d'optimiser leur design afin de limiter la diminution résultante du rendement de la micropompe.

L'étude numérique a été réalisée sur trois types de microdiodes différentes à l'aide du code Fluent. Nous avons montré que ce code de calcul était intéressant pour une analyse globale du fonctionnement des microdiodes. L'efficacité, qui est le rapport entre la différence de débit dans les deux sens sur le débit passant, est correctement retrouvée dans tous les cas. La simulation surestime cependant systématiquement le débit, de l'ordre de 5% à 10% suivant les cas, par rapport aux essais expérimentaux et ce, quel que soit le fluide utilisé. Ce code nous a permis par visualisation directe des distributions des vitesses et des pressions, d'obtenir une première analyse phénoménologique de l'écoulement, afin de mettre en évidence les régions où les motifs devront être optimisés.

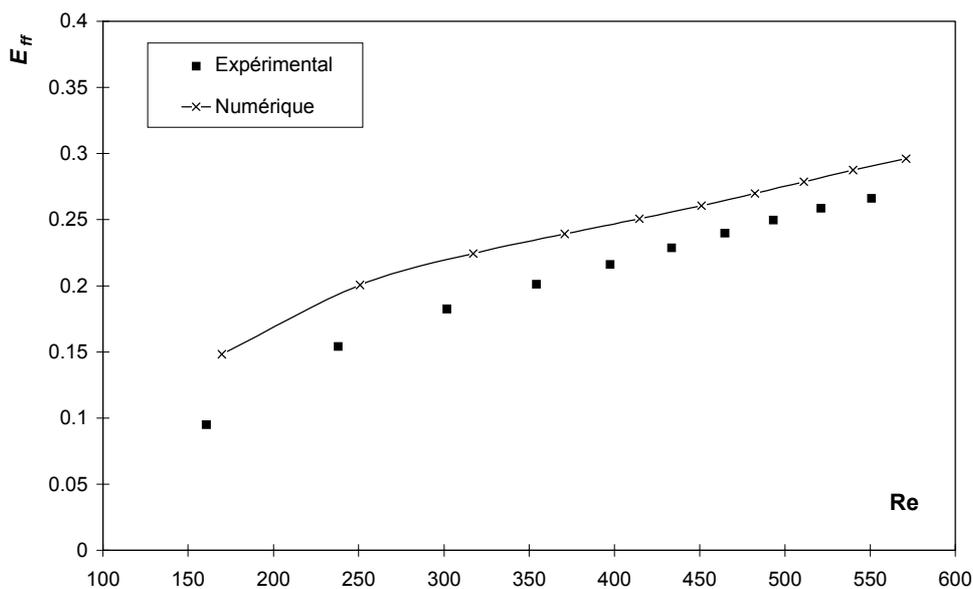


Fig. 4.1-1 : Evolution de l'efficacité de la diode vortex en fonction de Re (eau)

La diode vortex étudiée a pour l'instant des performances identiques aux meilleures microdiodes présentées dans la littérature. La phase d'optimisation de celle-ci peut maintenant réellement commencer. Elle consistera à modifier la géométrie afin d'augmenter les pertes de charges dans le sens résistant, en jouant essentiellement sur la formation du tourbillon, le nombre de Reynolds devant être le plus grand possible (fig. 4.4-1) dans le sens résistant afin d'augmenter les effets inertiels par rapport aux effets visqueux. Nous avons cependant besoin de plus de simulations pour obtenir une base de données numériques permettant de dégager des règles d'optimisation, en faisant varier à chaque fois un paramètre dimensionnel. Il n'est pas non plus exclu de modifier la forme générale de la diode, afin par exemple de supprimer la zone de recirculation dans le sens passant, ou encore d'imposer plus franchement la création du tourbillon dans le sens résistant.

L'optimisation de cette diode pourrait par la suite déboucher sur la conception de microsytèmes fluidiques originaux, telles que des micropompes sans valves (Fig. 4.4-2), dont la fabrication serait rendue aisée par la simplicité du dessin.

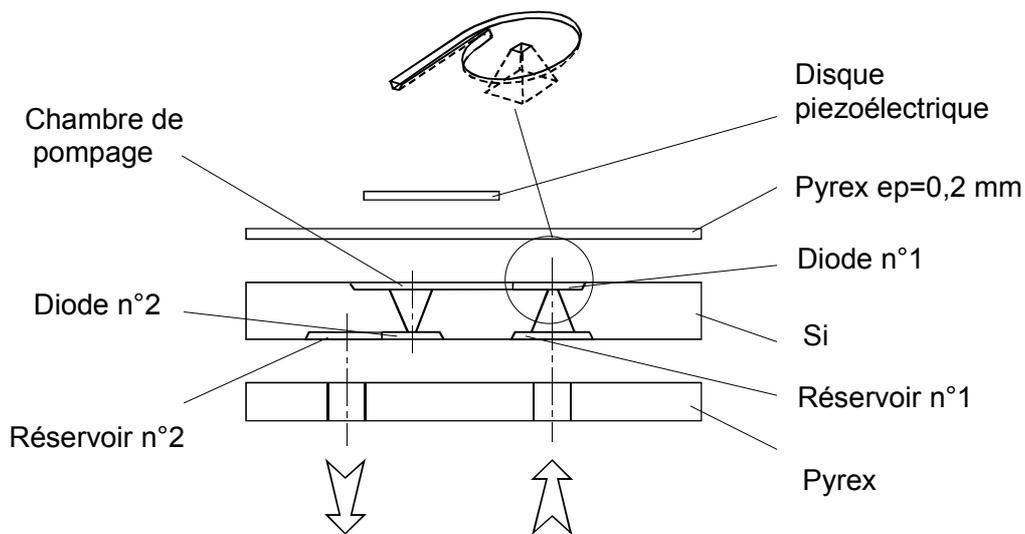


Fig. 4.4-2 : Schéma de principe d'une micropompe utilisant deux microdiodes vortex

Les micropompes fonctionnant essentiellement en régime pulsé, il sera nécessaire de tester (expérimentalement et numériquement) la diode vortex en régime instationnaire forcé. Nous allons bientôt démarrer cette nouvelle étape sur le plan expérimental, en exploitant le système de génération de pression fluctuante, présenté en annexe. Ce système conçu à l'origine pour l'étude d'écoulements instationnaires de gaz est en cours d'adaptation sur notre banc d'essais, afin de lui permettre de générer des écoulements liquides pulsés.

CONCLUSION GENERALE

Notre travail de thèse a présenté trois aspects principaux.

- Un banc d'essai pour la mesure de microdébits liquides a été conçu. Il présente un certain nombre d'améliorations par rapport aux bancs déjà existants présentés dans la littérature. Ainsi, il permet notamment une double mesure amont/aval, indispensable pour détecter d'éventuelles fuites ou des effets instationnaires non désirés. Ensuite, il offre une réelle régulation en température dans la gamme 15-45°C. Enfin, les pressions amont aussi bien qu'aval peuvent être réglées, ce qui autorise une caractérisation complète (notamment en charge) des microsystèmes testés, qui peuvent d'ailleurs être actifs ou passifs.

- Ce banc a déjà été utilisé pour plusieurs études à caractère finalisé :

Dans le *Projet Micromed II* du *Programme Microsystèmes* du CNRS, nous avons analysé le comportement expérimental de diverses microvalves et nous devons prochainement tester une micropompe complète utilisant ces microvalves. Cette analyse expérimentale est particulièrement importante si l'on veut aboutir à un design fonctionnel et optimisé. Elle a été menée en parfaite complémentarité avec les chercheurs du LAAS, chargés de la mise au point des process de fabrication.

Le *Projet Microdiodes* du même programme Microsystèmes porte sur l'étude de microdiodes de type vortex, visant à remplacer dans certains cas les microvalves, dont la fragilité et la difficulté de fabrication limitent l'intérêt. L'étude expérimentale a été ici complétée par une étude numérique à l'aide du code Fluent. Les premiers résultats obtenus sont très encourageants ; nous pensons que la phase d'optimisation engagée va conduire à la réalisation de microdiodes dont l'efficacité sera supérieure à celle des éléments actuellement cités dans la littérature.

Parallèlement, nous avons travaillé avec le *CNES*, dans le cadre d'un contrat à caractère confidentiel, qui n'a pour cela pas été présenté dans ce mémoire. Nous pouvons simplement dire qu'il concerne une minipompe utilisant des diodes vortex du même type que les microdiodes évoquées ci-dessus, avec des dimensions toutefois supérieures. Ce travail s'est soldé par des rapports confidentiels et par un dépôt de brevet national, puis international.

- Le banc a également été exploité pour des études à caractère plus fondamental. Nous nous sommes intéressés à des écoulements de type Poiseuille dans des microcanaux de section circulaire, triangulaire ou trapézoïdale. Nous en avons déduis que les conclusions souvent

contradictoires tirées par différents auteurs, au sujet de l'influence du confinement sur le nombre de Poiseuille, pouvaient être sujettes à caution. Selon nous, ceci est principalement dû à la difficulté de mesurer avec une précision suffisante les dimensions géométriques des microcanaux. Par contre, en axant l'analyse sur différentes mesures effectuées sur un même échantillon, nous avons mis en évidence une tendance intéressante, qui tend à prouver que le nombre de Poiseuille augmente lorsque les dimensions, et par conséquent le nombre de Reynolds, diminuent. Une loi, montrant une évolution du nombre de Poiseuille réduit en raison inverse de la racine carrée du nombre de Reynolds, a été proposée. Elle devra toutefois être validée par des expériences complémentaires.

Enfin, un dernier aspect de notre travail peut paraître un peu marginal. Dans le cadre d'une coopération entre notre thèse (de spécialité Génie Mécanique) et celle de Cécile Aubert (de spécialité Mécanique des Fluides, soutenue en 1999 dans notre laboratoire), nous avons conçu et validé un banc d'essai pour l'étude des écoulements pulsés de gaz dans les microcanaux. Notre apport à ce travail est résumé en Annexe, sous la forme des actes d'une communication, présentée en novembre 1998 à l'International Mechanical Engineering Congress and Exposition de l'ASME.

Nous concluons en évoquant l'avenir. La plupart de nos travaux sont encore actuellement en cours, notamment dans le cadre de contrats. Sur le plan expérimental, les essais demandent beaucoup de temps et de minutie. D'autre part, la réalisation d'échantillons sur support silicium est également particulièrement délicate et longue ; elle ne peut d'ailleurs s'effectuer que dans le cadre d'un partenariat (particulièrement efficace) entre le LAAS et notre laboratoire. Aussi, les perspectives et prolongements de notre travail sont nombreux, et nous sommes conscients de n'avoir posé que les premières pierres, dans un domaine actuellement en plein essor et qui intéresse de plus en plus de chercheurs et d'industriels. Nous pensons quand même, que dans ce domaine tout particulièrement, l'approche expérimentale est extrêmement importante et doit être poursuivie.

ANNEXE

REALISATION D'UN GENERATEUR
PNEUMATIQUE BASSES FREQUENCES
POUR L'ETUDE D'ECOULEMENTS
GAZEUX PULSES EN MICROCANAU

Cadre de ce travail

Ce travail, relatif à des microécoulements gazeux, apparaît un peu en marge des autres travaux menés au cours de cette thèse et présentés dans ce mémoire, puisqu'ils concernent les microécoulements liquides.

Il a été effectué dans le cadre d'une coopération entre notre thèse (de spécialité Génie Mécanique) et celle de Cécile Aubert (de spécialité Mécanique des Fluides, qui s'est déroulée dans notre équipe et a été soutenue en 1999). La thèse de Cécile Aubert, à caractère assez fondamental, concernait l'étude des écoulements gazeux en microcanaux et plus précisément des effets raréfiés et instationnaires. Dans le but de compléter son étude théorique par des mesures expérimentales, nous avons conçu un banc d'essai pour l'étude des écoulements pulsés de gaz dans les microcanaux. Nous avons également effectués les premiers essais, qui portaient sur des microtubes dont les diamètres étaient de l'ordre de 100 μm .

Notre propre contribution à ce travail d'équipe est résumée dans la publication ci-jointe.

Résumé de l'article (S. Colin, M. Anduze, and R. Caen, "A pneumatic frequency generator for experimental analysis of unsteady microflows", *ASME International Mechanical Engineering Congress and Exposition*, Anaheim, USA, vol. DSC-66, pp. 231-239, 1998.)

Peu d'auteurs se sont intéressés aux écoulements gazeux instationnaires en microcanaux, et parmi les études présentées dans la littérature, aucune ne concerne des résultats expérimentaux. Pour combler cette lacune, nous nous sommes intéressés à l'étude expérimentale d'écoulements pulsés de gaz dans des microtubes. La taille des capteurs de pression nécessite d'effectuer ce type d'étude à basse fréquence, pour éviter une atténuation trop forte du signal, due aux dimensions du capteur, grandes devant celle des microcanaux étudiés. Un générateur de pression original a donc été créé, sur une base de potentiomètre pneumatique de type buse-palette, équipé d'un obturateur dont le profil a été précisément calculé. Les signaux fournis sont alors parfaitement sinusoïdaux. La pression moyenne et l'amplitude de sa fluctuation sinusoïdale peuvent être réglées indépendamment, ce qui permet d'étudier les effets de compressibilité (plus marqués avec de fortes pressions moyennes) et les effets non linéaires (dus à des fluctuations de forte amplitude). Les premiers essais effectués sont en bon accord avec les prévisions théoriques du comportement fréquentiel de microtubes de section circulaire.

A PNEUMATIC FREQUENCY GENERATOR FOR EXPERIMENTAL ANALYSIS OF UNSTEADY MICROFLOWS

Stéphane Colin

Marc Anduze

Robert Caen

Laboratoire de Génie Mécanique de Toulouse
Département de Génie Mécanique
Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse
Toulouse, France

ABSTRACT

It is shown that the frequency analysis of pneumatic microchannels is experimentally limited to low frequencies, because of the large difference between the microchannels and the current pressure sensors areas. From this remark, a new pneumatic low-frequency generator has been devised. Firstly, the good quality of the sinusoidal pressure signal has been checked. Secondly, first experimental data have been obtained for microtubes about 100 μm in diameter; regarding the gain and the phase of the pressure signal, they show a good agreement with a previously elaborated model. Finally, the feasibility of performing measurements on smaller microchannels, with hydraulic diameters about 1 μm , has been demonstrated. Since it requires to associate several microchannels in parallel, first experimental measurements with a few microtubes in parallel have been made; they have confirmed theoretical predictions, with discrepancies in the same region as for data about millimetric systems reported in the literature.

INTRODUCTION

Unsteady Flows in Microsystems

The development of microfluidics has been rather striking during the past ten years. Microfluidic devices were relatively rare in 1990 (Van de Pol and Branebjerg, 1990); but in the following years, noticeable progress appeared, reported in the reviews of basic microfluidic components (microvalves, micropumps, mass flow microsensors, microamplifiers,...) from Gravesen *et al.* (1993) and Shoji and Esashi (1994). At that time, efforts were mainly concentrated on the fabrication, the modeling of these devices being still often rudimentary and limited to incompressible flows (Zengerle and Richter, 1994). Since 1994, numerous papers, among which those of Schomburg *et al.* (1994), Bourouina and Grandchamp (1996), or Carmona *et al.* (1996), have presented new microfluidic devices.

Modeling was more focused then on a system approach, integrating the flow simulation in the complete microsystem model.

However, these different studies failed to take into account the effects of scale. In the case of gaseous flows, these effects are principally due to rarefaction, the Knudsen number (ratio of the mean free path over a characteristic dimension) ranging typically from .01 to .1 for air flows when the cross dimensions are of the order of 1 μm . In this range, the flow is called slip flow and it is properly modeled by the Navier-Stokes equations supplemented by velocity slip and temperature jump conditions at the walls. Although several papers are concerned with analytical (Kennard, 1938; Ebert and Sparrow, 1965; Thomson and Owens, 1975; Barron *et al.*, 1997), numerical (Stefanov and Cercignani, 1994; Sone *et al.*, 1996; Piekos and Breuer, 1996; Beskok *et al.*, 1996) and experimental (Sreekanth, 1968; Choi *et al.*, 1991; Pfahler *et al.*, 1991; Tison, 1993; Pong *et al.*, 1994; Arkilic *et al.*, 1994; Harley *et al.*, 1995) studies of steady internal gas flows in this regime, little work is reported on unsteady microflows, and it mainly concerns theoretical approaches (Bestman *et al.*, 1995; Caen *et al.*, 1996; Norberg *et al.*, 1997; Colin *et al.*, 1998). In fact, a number of experimental studies have been run during the heydays of fluidics, about the frequency response of pneumatic lines; but as far as we know, the smallest hydraulic diameters encountered were of the order of .5 mm (Healey and Carlson, 1969).

Experimental Challenge

The lack of experimental data about unsteady gaseous microflows is unfortunate, since most of the microfluidic devices (chiefly the micropumps) are asked to work in a pulsed regime. The canonical case that would be primordial to experimentally study, concerns a microchannel closed at its outlet and submitted to sinusoidal pressure fluctuations at its inlet; the purpose being to analyze its frequency response, that is the amplitude and the phase of the pressure signal at its outlet as a function of the frequency.

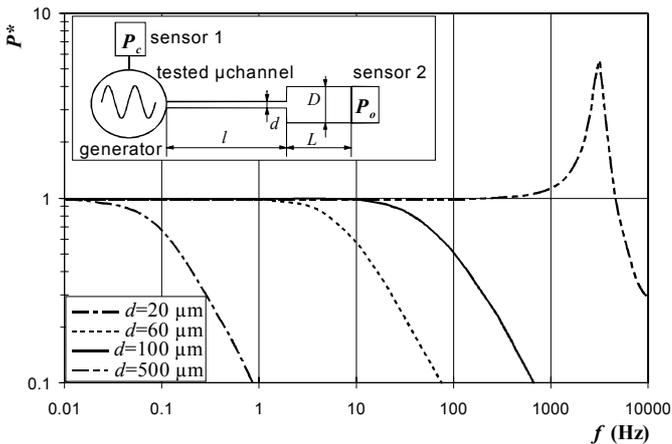


Figure 1: Theoretical Gain P^* of the Association of a Microtube Connected in Series to a Minichannel,
 $D = 1 \text{ mm}$, $L = 5 \text{ mm}$, $l = 10 \text{ mm}$

The main experimental difficulty is due to the size of commercially available pressure sensors. Their pressure sensitive area, of the order of 1 mm in diameter, requires the sensor to be placed in a minichannel connected in series to the studied microchannel. Unfortunately, this leads to a significant attenuation in the frequency range of interest. As an example, Fig. 1 presents the results obtained with a typical experimental setup. The microchannel to be tested is a microtube with a length $l = 10 \text{ mm}$ and a diameter d ranging from $20 \text{ }\mu\text{m}$ to $500 \text{ }\mu\text{m}$. Sinusoidal pressure fluctuations are generated at its inlet and a pressure sensor, 1 mm in diameter, is placed at the end of a minichannel connected in series to the test microchannel. This minichannel has a diameter $D = 1 \text{ mm}$ and a length $L = 5 \text{ mm}$; this minimum length seems necessary to ensure a quasi plane pressure wave on the sensor sensitive area, which guarantees an accurate measurement. Moreover, this allows neglecting the volume displaced by the sensor diaphragm during the measurement and to assume that this displacement does not disturb the flow. The ratio P^* of the outlet over inlet fluctuating pressure amplitudes (i.e. the gain of the two lines in series) is plotted in Fig. 1 as a function of frequency f . It can be seen that, if the test channel has a diameter of the order of 1 mm, significant frequencies range from 1 to 10 kHz, whereas they are much less than 1 Hz if the diameter is of the order of about $10 \text{ }\mu\text{m}$. Finally, note that the necessity to connect a minichannel in series to the microchannel, does not restrict the possibilities of analysis of the microchannel behavior. The presence of the downstream minichannel has indeed the effect of mainly moving back the gain P^* characteristic to low frequencies; but the sensibility of this gain to different parameters is kept. As an illustration, Fig. 2 compares the theoretical gains of two microchannels, respectively $20 \text{ }\mu\text{m}$ and $21 \text{ }\mu\text{m}$ in diameter and both 10 mm in length, with the theoretical gains of the association of each microchannel with a minichannel 1 mm in diameter and 5 mm in length. The evolution is similar in this second layout, but it is observed about three magnitudes in frequency lower. The influence of the microchannel diameter is even more important in that case. In the same way, it has been verified that the influence of other significant parameters (Knudsen number, fluctuation amplitudes,

...) is also properly pointed out by a low-frequency study of the microchannel connected to a minichannel.

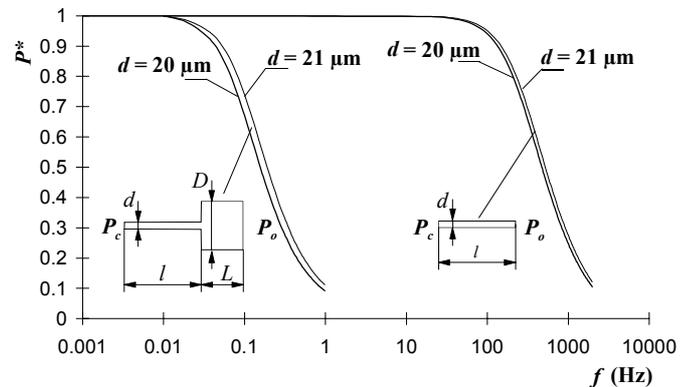


Figure 2: Theoretical Influence of the Microchannel Diameter d on the Gain P^* : Comparison Between the Microchannel and the Association of the Microchannel and a Minichannel in Series, $l = 10 \text{ mm}$, $L = 5 \text{ mm}$, $D = 1 \text{ mm}$

To conclude, the need of experimental data about pressure signal transmission in a microchannel (less than $100 \text{ }\mu\text{m}$ in hydraulic diameter) is obvious, and this requires a pneumatic generator able to provide low-frequency pressure fluctuations.

Generation of Low-Frequency Pressure Fluctuations

In fact, a usual pressure generator using a loudspeaker is sufficient to study the frequency response of pneumatic lines of the order of 1 mm in diameter, the frequency ranging in that case from a few Hz to a few kHz (Caen, 1979). On the other hand, for frequencies about two orders of magnitude lower, it does not work except with a close-loop regulation system. Even in that case, the mean pressure level, as well as the fluctuating pressure amplitude, are very limited. These limitations do not permit checking properly the influence of the mean pressure and the importance of non-linear effects (for large pressure fluctuations). For these reasons, it is more suitable for studying microchannels to use another type of generator. For frequencies lower than 1 Hz, a flapper-nozzle type generator seems to be particularly appropriate, providing it is able to offer the following features:

- for harmonic analysis, the distortion of the generated pressure signal is as small as possible (very close to a sine signal),
- the amplitude of the pressure sinusoidal signal is able to keep a constant value in the whole frequency range. Moreover, the ratio of this constant amplitude over the mean relative pressure $(\bar{P}_c - P_a)$ can be changed if it is needed: it may be adjusted from low values (for the generation of small pressure perturbations) to values close to unity (for the generation of large pressure variations, with the aim of pointing out non-linear behaviors),
- the mean pressure \bar{P}_c is able to take any value in a large range, up to about .7 MPa (notably in order to study compressibility effects, in case of large pressure fluctuations).

In fact, the two first purposes cannot be reached with a classic flapper-nozzle system, because the pressure versus flapper-nozzle distance relationship is not at all linear. To avoid this disadvantage, one idea consists in modifying the flapper-nozzle design, so as to obtain a closely linear behavior.

NEW PRESSURE GENERATOR

Flapper-Nozzle With Linear Behavior

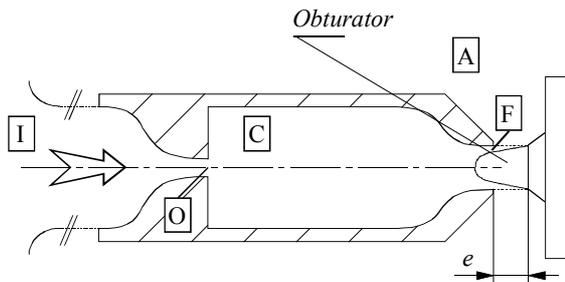


Figure 3: Diagram of the Flapper-Nozzle With Obturator

With this aim in view, the flapper is equipped with an obturator (Fig. 3), the shape of which is precisely determined in order to provide the flapper-nozzle system with a strictly linear characteristic. The patented technique used to obtain this design has been developed in a previous paper (Colin *et al.*, 1996). The flow inside the flapper-nozzle, from the reservoir I to atmosphere A, via the orifice O, the chamber C and the clearance F between the nozzle and the obturator, is analytically modeled, taking into account four different regimes, depending on whether the flow is subsonic or sonic in sections O or F. The obturator design is then obtained from a two-stage computation. The first stage involves the calculation of the minimum cross-sectional area S_f of the flow between the nozzle and the obturator, so that pressure P_c in chamber C is a linear function of the obturator displacement e . The second stage involves the calculation of the obturator profile given the narrowest area S_f of the flow cross-section, the shape of which is a progressive frustum. Note first that the obturator profile is calculated for a given supply pressure P_i ; consequently, the static behavior of the system will be truly linear only once this supply pressure is applied. Note also that the choice of the maximum value e_{max} of the obturator displacement e is free, providing it is larger than the quarter of the nozzle diameter. A series of obturators, calculated for different supply pressures, have been machined on a lathe with numerical control. Fig. 4 is a typical example of pressure P_c versus nozzle-obturator distance e characteristic. The supply and atmospheric pressures are denoted by P_i and P_a respectively. e_{max} is the distance between the nozzle and the obturator or the flapper, beyond which the pressure P_c does not vary since the narrowest flow section area becomes equal to the nozzle area $S_{f_{max}} = \pi D_n^2 / 4$. The orifice diameter D_o is 1 mm, the nozzle diameter D_n is 2.5 mm and $(e_{max})_{obturator} = 3.5\text{mm}$. As theoretically

expected, the behavior is closely linear, and it can be compared, in a dimensionless form, to the behavior of a classic flapper-nozzle without obturator. Moreover, although in the case of a classic flapper-nozzle, the maximum value $(e_{max})_{flapper} \approx D_n/4 = .625\text{mm}$ of e is fixed, a value $(e_{max})_{obturator} = 3.5\text{mm}$ has been chosen for the present application with obturator, which significantly increases the ratio $\Delta e / \Delta P_c$ and allows a much more precise control of pressure P_c .

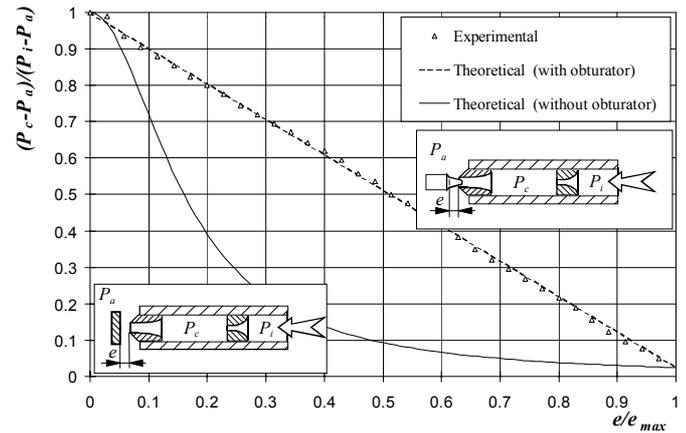


Figure 4: Dimensionless Linear Characteristic of Pressure Versus Obturator Displacement. Comparison Between Theory and Experiment, and With a Classic Flapper-Nozzle Characteristic

Experimental Setup

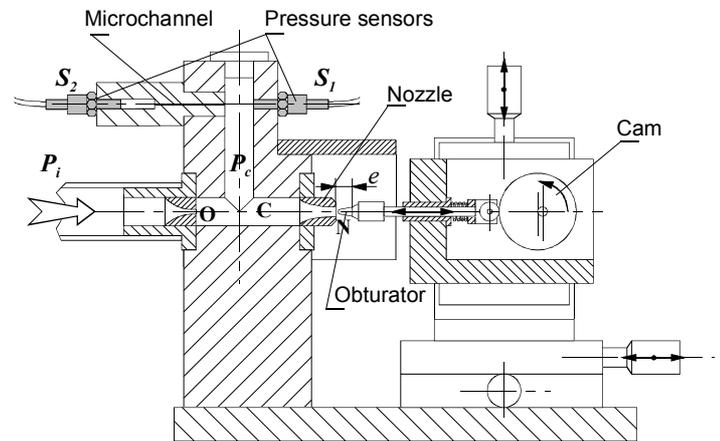


Figure 5: Diagram of the Experimental Setup

To generate sinusoidal pressure fluctuations, the obturator is associated to a cam moved by a motor equipped with a speed reducer (Fig. 5). A set of interchangeable cams is in fact used, in order to choose the amplitude of the generated pressure fluctuations. The obturator can also be easily changed, if another value of the supply pressure P_i is needed. The adjustment of the obturator in front of the

nozzle is performed by a three-axes micrometric stage. The microchannel is supplied by air, from the chamber C placed between the orifice O and the nozzle N. The microchannel input pressure $P_c(t)$ is measured with a miniature Kulite type XT-190 100 PSI pressure sensor (S_1). The output pressure $P_o(t)$, downstream from the minichannel connected in series to the microchannel, is measured by a Kulite type XCQ-062 100 PSI ultra-miniature pressure sensor (S_2).

Analysis of the Generated Signal

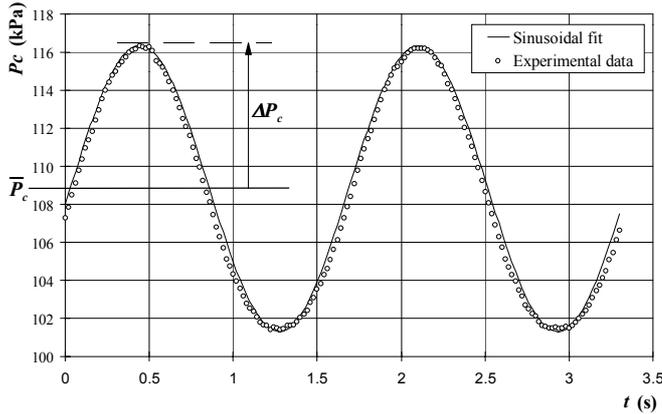


Figure 6: Generated Pressure Signal

The quality of signal P_c as a function of time t has been analyzed, for each frequency f in the range allowed by the motor used for these experiments, that is for $f(\text{Hz}) \in [0.1; 1]$. A typical example of experimental data is shown in Fig. 6, for $f = 58 \text{ Hz}$, $\bar{P}_c = 108.9 \text{ kPa}$ and $\Delta P_c = 7.3 \text{ kPa}$. These data are compared with a pure sinusoidal signal, obtained by a sinusoidal fit. The quality of the experimental signal can be quantified by the correlation coefficient

$$r = \sqrt{\frac{S_t - S_r}{S_t}} \quad (1)$$

where

$$S_t = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n_{\text{points}}} (\bar{y} - y_i)^2}{n_{\text{points}} - 1}} \quad (2)$$

is the standard deviation, and

$$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n_{\text{points}}} (y - y_i)^2}{n_{\text{points}} - n_{\text{parameters}}}} \quad (3)$$

is the standard error of the estimate. In equations 2 and 3, y denotes the value calculated from the regression model, y_i denotes the data points (whose mean value is \bar{y}), n_{points} is the number of data and

$n_{\text{parameters}}$ is the number of parameters in the particular model (4 for a sinusoidal fit). In the case of Fig. 6, $r = 0.996$, which shows the good quality of the pressure signal. A complementary approach to appreciate this quality, consists in performing a Fast Fourier Transform of the signal (Fig. 7) and in comparing the amplitude of the fundamental peak to the amplitudes of the first harmonics. In the case of Fig. 7, which corresponds to the data of Fig. 6, the ratio

$$\kappa = \frac{\sum_{i=1}^3 A_i}{A_0} \quad (4)$$

is less than 8%. This satisfactory value is representative of the ones obtained for over values of the frequency f , the mean pressure \bar{P}_c and the amplitude of the fluctuation ΔP_c .

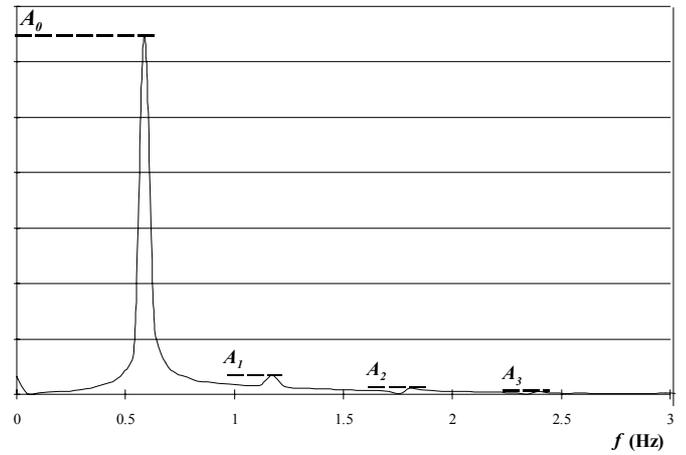


Figure 7: Fast Fourier Transform of the Generated Pressure Signal

EXPERIMENTAL AND THEORETICAL FREQUENCY RESPONSES

Modeling

Two models have previously been developed to analyze unsteady gaseous flows in microchannels. The first one concerns flows in microtubes (Caen *et al.*, 1996). The second is devoted to flows in rectangular microchannels (Colin *et al.*, 1998). Indeed, the choice of silicon as the standard basic material for microsystems leads to microchannels with rectangular cross-sections, if they are milled by the LIGA process (Schomburg *et al.*, 1994). With more conventional processes such as photolithography, the cross-sections are approximately trapezoidal, but generally remain close to rectangular sections, the depths being often very small compared to the widths. In both cases (microtubes or rectangular microchannels), the flow has been modeled by the Navier-Stokes equations combined with velocity slip and temperature jump conditions at the walls. The main results concern the frequency response of a microchannel submitted to pressure fluctuations at its inlet, as a function of the Knudsen number

$$\text{Kn} = \frac{\lambda}{D_H} = \frac{\mu}{\rho D_H} \sqrt{\frac{\pi}{2r'T}} \quad (5)$$

which gives information about the rarefaction of the flow. This number is the ratio of the molecular mean free path λ over a typical dimension of the microchannel cross-section, for example its hydraulic diameter D_H . In Eq. (5), μ denotes the shear viscosity, ρ and T are respectively the density and the temperature and r' represents the gas constant. As the first experimental data presented in this paper have been obtained for microtubes, we only summarize below the model developed for studying the frequency response of a microtube, characterized by its diameter $d = D_H$ and its length l .

For the fluctuating flow, first-order Maxwell-Smoluchowski boundary conditions become

$$u_0 = -\text{Kn} d \left[\frac{\partial u}{\partial r} \right]_0 \quad (6)$$

and

$$\tau_0 = -\left(\frac{2\gamma}{\gamma+1} \right) \frac{\text{Kn} d}{\text{Pr}} \left[\frac{\partial \tau}{\partial r} \right]_0 \quad (7)$$

if longitudinal temperature gradients are neglected. The component of the fluctuating velocity along the microtube z -axis is denoted by u and the fluctuating temperature is denoted by τ . Subscript 0 refers to conditions at the walls, and Pr is the Prandtl number. A point is defined by its cylindrical coordinates (r, θ, z) . The main assumptions are:

- the flow is assumed to be laminar and to behave as an ideal gas flow. The shear viscosity and thermal conductivity are assumed constant.

- the gas, initially at rest, is subjected to small pressure fluctuations. As regards the pressure, the density and the temperature, their fluctuations are supposed small compared with their mean values.

- the microtube diameter is small compared with its length, so as inlet effects can be neglected.

- a plane wave hypothesis is made; the fluctuating flow is then supposed parallel to the z -axis. In the same way, the fluctuating pressure p is assumed constant within each cross-section.

As a result of these assumptions, the fluctuating flow much satisfy the momentum balance equation

$$\frac{\partial p}{\partial z} = -\bar{\rho} \frac{\partial u}{\partial t} + \mu \left[\frac{\partial^2 u}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial u}{\partial r} \right] \quad (8)$$

and the energy conservation equation

$$\frac{\partial p}{\partial t} = \bar{\rho} C_p \frac{\partial \tau}{\partial t} - k \left[\frac{\partial^2 \tau}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial \tau}{\partial r} \right] \quad (9)$$

where k is the coefficient of thermal conductivity, t is the time and C_p is the specific heat at constant pressure. In the pulsed regime, sine

variations in the form $p = P_A e^{i\omega t}$, with $i^2 = -1$, are now considered. The integration of Eqs. (8) and (9) using boundary conditions (6) and (7) gives the velocity complex amplitude

$$U_A(r, \omega) = -\frac{1}{i\bar{\rho}\omega} \left[1 - \frac{J_0\left(i^{3/2}r\sqrt{\frac{\omega\bar{\rho}}{\mu}}\right)}{J_0\left(i^{3/2}\sqrt{\Omega_c}\right) - \text{Kn}d\sqrt{\frac{\omega\bar{\rho}}{\mu}}i^{3/2}J_1\left(i^{3/2}\sqrt{\Omega_c}\right)} \right] \frac{\partial P_A}{\partial z} \quad (10)$$

and the temperature complex amplitude

$$T_A(r, \omega) = \frac{P_A}{\bar{\rho}C_p} \left[1 - \frac{J_0\left(i^{3/2}r\sqrt{\frac{\text{Pr}\omega\bar{\rho}}{\mu}}\right)}{J_0\left(i^{3/2}\sqrt{\Omega_c\text{Pr}}\right) - \frac{2\gamma}{\gamma+1}\text{Kn}d\sqrt{\frac{\omega\bar{\rho}}{\text{Pr}\mu}}i^{3/2}J_1\left(i^{3/2}\sqrt{\Omega_c\text{Pr}}\right)} \right] \quad (11)$$

with $\sqrt{\Omega_c} = \frac{d}{2} \sqrt{\frac{\omega\bar{\rho}}{\mu}}$, where ω is the frequency (rad s^{-1}), γ is the ratio of specific heats and J_0 and J_1 respectively denote the Bessel functions of order 0 and 1. The continuity equation for the fluctuating movement gives the longitudinal gradient

$$\frac{\partial \dot{M}_A}{\partial z} = i\omega \left(-\frac{S P}{r'T} + \frac{\bar{p}}{T} \iint_S T_A dS \right) \quad (12)$$

of the mass flow complex amplitude $\dot{M}_A = 2\bar{\rho} \int_0^{d/2} U_A \pi r dr$, in a cross-section of the channel, the area of which is S . Then, we may define:

$$Z = -\frac{\partial P_A / \partial z}{\dot{M}_A} = \frac{i\omega}{S} \left[1 - \frac{2J_1\left(i^{3/2}\sqrt{\Omega_c}\right)}{i^{3/2}\sqrt{\Omega_c} \left[J_0\left(i^{3/2}\sqrt{\Omega_c}\right) - 2\text{Kn}i^{3/2}\sqrt{\Omega_c} J_1\left(i^{3/2}\sqrt{\Omega_c}\right) \right]} \right]^{-1} \quad (13)$$

and

$$Y = -\frac{\partial \dot{M}_A / \partial z}{P_A} = \frac{i\omega S \bar{p}}{\gamma \bar{P}} \times \left[1 + \frac{2(\gamma-1)J_1\left(i^{3/2}\sqrt{\Omega_c\text{Pr}}\right)}{i^{3/2}\sqrt{\Omega_c\text{Pr}} \left[J_0\left(i^{3/2}\sqrt{\Omega_c\text{Pr}}\right) - \frac{2\gamma}{\gamma+1}2\text{Kn}i^{3/2}\sqrt{\frac{\Omega_c}{\text{Pr}}}J_1\left(i^{3/2}\sqrt{\Omega_c\text{Pr}}\right) \right]} \right] \quad (14)$$

Introducing the propagation factor $\alpha = \sqrt{ZY}$ and the characteristic impedance $\beta = \sqrt{\frac{Z}{Y}}$ of the microtube, the solution of the system (13-14) may be written in the matrix form:

$$\begin{bmatrix} P_{Ac} \\ \dot{M}_{Ac} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cosh(\alpha l) & \beta \sinh(\alpha l) \\ 1/\beta \sinh(\alpha l) & \cosh(\alpha l) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} P_{Ao} \\ \dot{M}_{Ao} \end{bmatrix} \quad (15)$$

for a single microtube, and

$$\begin{bmatrix} P_{Ac} \\ \dot{M}_{Ac} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cosh(\alpha_1 l) & \beta_1 \sinh(\alpha_1 l) \\ 1/\beta_1 \sinh(\alpha_1 l) & \cosh(\alpha_1 l) \end{bmatrix} \times \begin{bmatrix} \cosh(\alpha_2 L) & \beta_2 \sinh(\alpha_2 L) \\ 1/\beta_2 \sinh(\alpha_2 L) & \cosh(\alpha_2 L) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} P_{Ao} \\ \dot{M}_{Ao} \end{bmatrix} \quad (16)$$

for the association of a microtube connected in series to a minitube. Their length are denoted by l and L , and their propagation factors and characteristic impedances are denoted respectively by $(\alpha_1; \beta_1)$ and $(\alpha_2; \beta_2)$. In both cases, P_{Ao} and P_{Ac} represent the complex amplitude of the pressure signal, respectively at the outlet and at the inlet of the considered system. Consequently, regarding the frequency response of the system, the gain

$$P^* = \left\| \frac{P_{Ao}}{P_{Ac}} \right\| \quad (17)$$

is the modulus of the ratio of the pressure fluctuations amplitudes, and the phase

$$\varphi = \text{Arg} \left(\frac{P_{Ao}}{P_{Ac}} \right) \quad (18)$$

is the argument of this ratio.

Finally, note that the above model naturally degenerates when diameter d becomes distinctly bigger than a few microns: if $\text{Kn} \rightarrow 0$, our model gives the same results as the ones previously published by other authors, among which Healey and Carlson (1969) or Caen (1979).

First Experimental Data

The analysis of the theoretical results obtained by the above model has led to several important conclusions. It has notably been shown that the band pass of the microchannel is underestimated when slip at the walls is not taken into account. The final goal is then to confirm by experiments this point, as well as the accuracy of the model. But, since no experimental data are at present available in the literature for microtubes diameters below 500 μm , it is interesting to first carry out experiment with tubes, whose diameter are of the order of 100 μm .

Fig. 8 is an example of experimental gain P^* and phase φ , for a stainless steel microtube with a diameter $d \approx 147 \mu\text{m}$ and a length

$l = 58 \text{ mm}$, connected in series to a minitube 40 mm in length and 2.5 mm in diameter. The minitube is closed at its end, so that $\dot{M}_{Ao} = 0$. Dimensions (l, L, D) have been chosen so that the band pass at -3dB of the system is in the range $[.01 \text{ Hz}; 1 \text{ Hz}]$ of the pressure generator. Diameter d is known with a precision of a few microns. Its value has been first determined with a microscope, but the difficulties to properly focus on the slightly flared ends of the microchannel, has led to a bracket $(d(\mu\text{m}) \in [140; 150])$ rather than to a precise value of d . In order to improve this precision, a series of steady liquid flows have been studied on an experimental setup, able to measure with precision the mass flow, under well known pressure and temperature conditions. The liquid viscosity has been measured with a Low-Shear Contraves viscometer, as a function of temperature. The diameter $d = 147 \mu\text{m} \pm 1\%$ has then been deduced from a Poiseuille model.

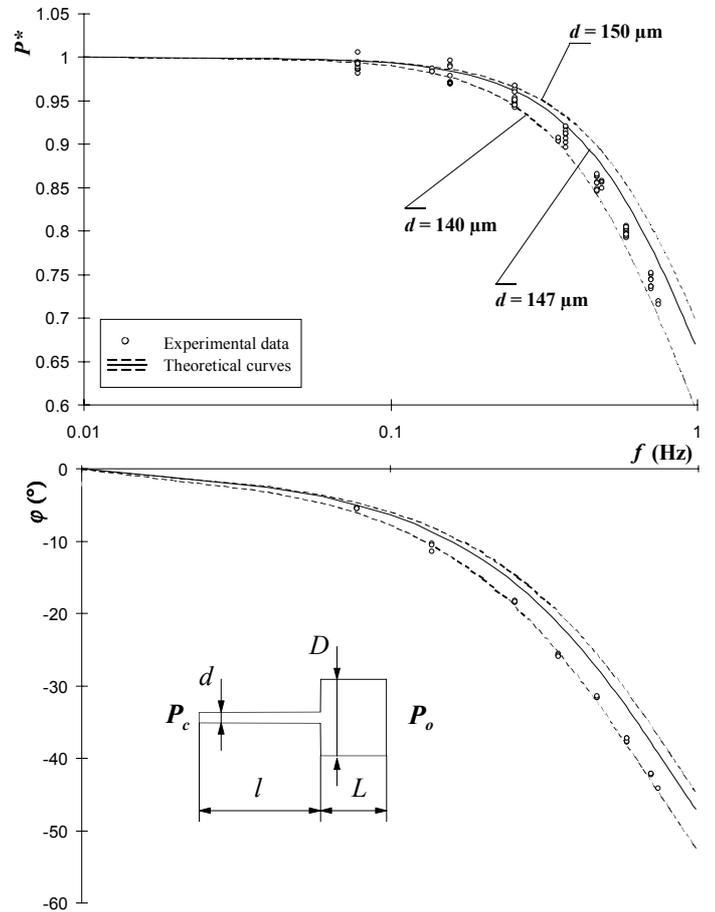


Figure 8: Frequency Response of One Microtube. Gain and Phase. $d \approx 147 \mu\text{m}$, $l = 58 \text{ mm}$, $L = 40 \text{ mm}$, $D = 2.5 \text{ mm}$

In Fig. 8, the correlation between theory and a series of experiments performed at different times is satisfactory; discrepancies

are indeed in the same region as for data about millimetric systems reported in the literature. Besides, the repeatability could probably be improved using pressure sensors with a range better suited to low pressures.

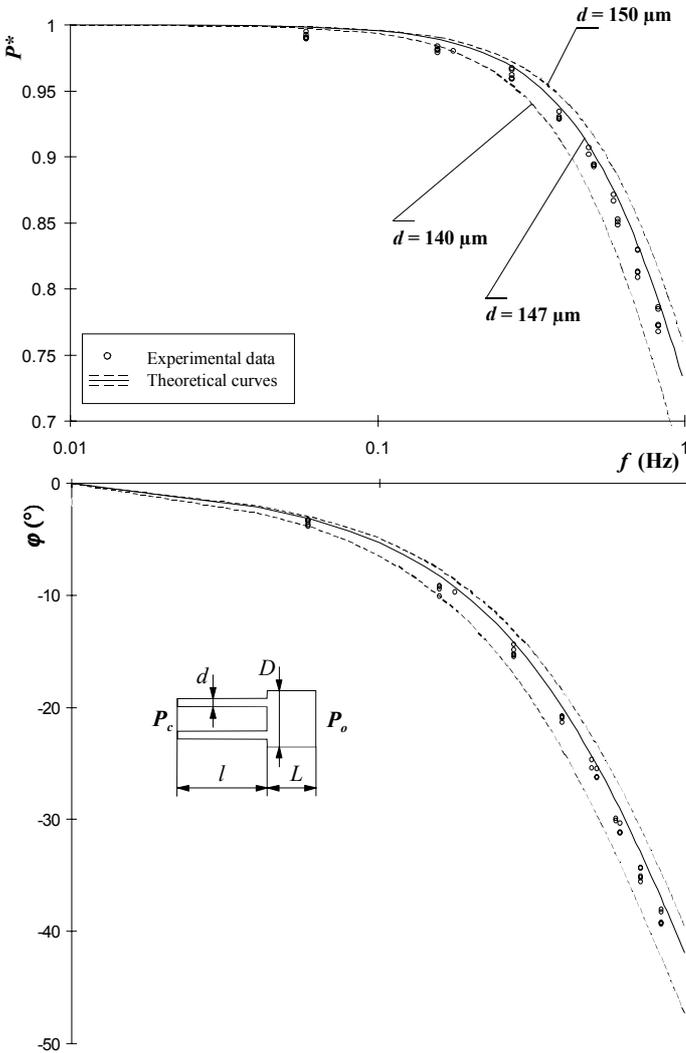


Figure 9: Frequency Response of Two Microtubes in Parallel. Gain and Phase.

$d \approx 147 \mu\text{m}$, $l = 48 \text{ mm}$, $L = 80 \text{ mm}$, $D = 2.5 \text{ mm}$

With the present pressure generator, measurements cannot be made for microtubes diameters below $10 \mu\text{m}$ or so. But, as one of the purposes is to point out rarefaction effects on unsteady gaseous flow, it will be necessary to test microtubes or microchannels with hydraulic diameters of the order of $1 \mu\text{m}$. This will probably be possible only by studying a set of microchannels in parallel connected to a minichannel. The first stage to achieve this aim consists in studying the behavior of a few identical microchannels in parallel, and to compare with theoretical expectations. In the case of n microchannels in parallel, if the minichannel is closed at its end, it can easily be shown from Eq. (16) that

$$P_{Ac} = \left[\cosh(\alpha_1 l) \cosh(\alpha_2 L) + \frac{1}{n} \frac{\beta_1}{\beta_2} \sinh(\alpha_1 l) \sinh(\alpha_2 L) \right] P_{Ao} \quad (19)$$

assuming that flows in the different microchannels are in phase, and that each microchannel has the same propagation factor α_1 and the same characteristic impedance β_1 . Fig. 9 is an example of the frequency response of two microtubes in parallel. Experimental phase and gain are compared with theoretical characteristics, for $d \approx 147 \mu\text{m}$, $l = 48 \text{ mm}$, $L = 80 \text{ mm}$ and $D = 2.5 \text{ mm}$. The agreement is good; it is very encouraging for viewing further parallel associations of more microchannels with hydraulic diameters of the order of one micron. Following these first measurements, experiments have been made using smaller silica microtubes, about $100 \mu\text{m}$ in diameter; they have confirmed the previous results. The main interest of silica tubes is the wide range of the available inside diameters, down to $2 \mu\text{m}$, and their very low roughness. Moreover, contrary to steel microtubes, silica microtubes can be neatly cleaved, which allows a precise measurement of the inside diameter.

However, concerning the confirmation of the theoretical results which point out the effects of rarefaction, typically for microchannels of the order of $1 \mu\text{m}$ in hydraulic diameters, it is preferable to use microchannels etched in silicon wafers. In that case, it is easier to associate enough microchannels in parallel, in order to perform measurements with the present frequency generator. As an example, Fig. 10 shows how the band pass of a microchannel can be shifted, associating several tens of microchannels in parallel. The single microchannel in the first layout, as well as each microchannel in the second layout, are defined by their depth $h = 1.5 \mu\text{m}$, their width $w = 20 \mu\text{m}$ and their length $l = 10 \text{ mm}$. The downstream channel, in which the outlet pressure has to be measured, is also the same in both layouts; its depth is $H = 100 \mu\text{m}$, its width is $W = 2 \text{ mm}$ and its length is $L = 5 \text{ mm}$. With a single microchannel, the band pass of the system at -3dB is less than 10^{-3} Hz ; associating 65 microchannels in parallel, it is shifted about two orders of magnitudes higher, which allows measurements with the present experimental setup.

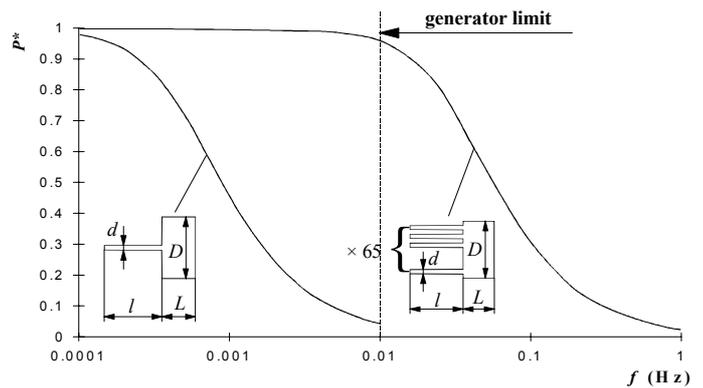


Figure 10: Theoretical Gain of One Single Rectangular Microchannel Compared to the Theoretical Gain of 65 Microchannels in Parallel, $h = 1.5 \mu\text{m}$, $w = 20 \mu\text{m}$, $l = 10 \text{ mm}$, $H = 100 \mu\text{m}$, $W = 2 \text{ mm}$, $L = 5 \text{ mm}$

CONCLUSION

A new pneumatic low-frequency generator has been devised, with the final aim of experimentally analyzing the frequency response of microchannels. At first, the quality of the sinusoidal pressure signal has been checked; this quality has been found satisfactory for the harmonic analysis of pneumatic microtubes. Subsequently, first experimental data have been obtained for microtubes diameters of the order of 100 μm , and they have been compared to a previously elaborated model. The agreement between theory and experiment is good, regarding the gain as well as the phase of the pressure signal. Finally, the feasibility of performing an experimental analysis of the frequency response of smaller rectangular microchannels, with hydraulic diameters of the order of 1 μm , has been demonstrated. Since it requires to associate several microchannels in parallel, first experimental measurements of a few microtubes in parallel have been made; they have confirmed theoretical predictions.

First experimental data can now be completed, emphasizing the precision and the repeatability of measurements, and checking the influence of the main parameters (mean pressure, fluctuating pressure amplitude, Knudsen number,...).

REFERENCES

- Arkilic, E. B., Breuer, K. S., and Schmidt, M. A., 1994, "Gaseous flow in microchannels," ASME Paper, FED-197, pp. 57-66.
- Barron, R. F., Wang, X. M., Ameal T. A., and Warrington, R. O., 1997, "The Graetz problem extended to slip flow," International Journal of Heat and Mass Transfer, Vol. 40, pp. 1817-1823.
- Beskok, A., Karniadakis, G. E., and Trimmer, W., 1996, "Rarefaction and compressibility effects in gas microflows," ASME Journal of Fluids Engineering, Vol. 118, pp. 448-456.
- Bestman, A. R., Ikonwa, I. O., and Mbeledogu, I. U., 1995, "Transient slip flow," International Journal of Energy Research, Vol. 19, pp. 275-277.
- Bourouina, T., and Grandchamp, J. P., 1996, "Modeling micropumps with electrical equivalent networks," Journal of Micromechanics and Microengineering, Vol. 6, pp. 398-404.
- Caen, R., 1979, "Contribution à l'étude des écoulements instationnaires dans les circuits pneumatiques. Applications à la réponse fréquentielle d'un amplificateur fluide analogique," Thèse de Doctorat d'Etat, INP Toulouse.
- Caen, R., Mas, I., and Colin, S., 1996, "Ecoulements non permanents dans les microcanaux : réponse fréquentielle des microtubes pneumatiques," Comptes Rendus de l'Académie des Sciences, Série II b, Vol. 323, pp. 805-812.
- Carmona, M., Marco, S., Samitier, J., and Morante, J. R., 1996, "Dynamic simulations of micropumps," Journal of Micromechanics and Microengineering, Vol. 6, pp. 128-130.
- Choi, S. B., Barron, R. F., and Warrington, R. O., 1991, "Fluid flow and heat transfer in microtubes," ASME Paper, DSC-32, pp. 123-133.
- Colin, S., Aubert, C., and Caen, R., 1998, "Unsteady gaseous flows in rectangular microchannels: frequency response of one or two pneumatic lines connected in series," European Journal of Mechanics, B/Fluids, Vol. 17, pp. 79-104.
- Colin, S., Bonnet, A., and Caen, R., 1996, "A new high supply pressure pneumatic flapper-nozzle with linear behavior," ASME Journal of Dynamic Systems, Measurement and Control, Vol. 118, pp. 259-266.
- Ebert, W. A., and Sparrow, E. M., 1965, "Slip flow in rectangular and annular ducts," ASME Journal of Basic Engineering, Vol. 87, pp. 1018-1024.
- Gravesen, P., Branebjerg, J., and Jensen, O. S., 1993, "Microfluidics - a review," Journal of Micromechanics and Microengineering, Vol. 3, pp. 168-182.
- Harley, J. C., Huang, Y., Bau, H. H., and Zemel, J. N., 1995, "Gas flow in micro-channels," Journal of Fluid Mechanics, Vol. 284, pp. 257-274.
- Healey, A. J., and Carlson, R. J., 1969, "Frequency response of rectangular pneumatic transmission lines". ASME Paper, WA/FL-5, pp. 1-8.
- Kennard, E. H., 1938, "Kinetic theory of gases," McGraw-Hill Book Company, New-York.
- Norberg, P., Ackelid, U., Lundström, I., and Peterson, L. G., 1997, "On the transient gas flow through catalytically active micromachined channels," Journal of Applied Physics, Vol. 81, pp. 2094-2100.
- Pfahler, J., Harley, J., Bau, H., and Zemel, J., 1991, "Gas and liquid flow in small channels," ASME Paper, DSC-32, pp. 49-60.
- Piekos, E. S., and Breuer, K. S., 1996, "Numerical modeling of micromechanical devices using the direct simulation Monte Carlo method," ASME Journal of Fluids Engineering, Vol. 118, pp. 464-469.
- Pong, K. C., Ho, C. M., Liu, J., and Tai, Y. C., 1994, "Non-linear pressure distribution in uniform microchannels," ASME Paper, FED-197, pp. 51-56.
- Schomburg, W. K., Vollmer, J., Bustgens, B., Fahrenberg, J., Hein, H., and Menz, W., 1994, "Microfluidic components in LIGA technique," Journal of Micromechanics and Microengineering, Vol. 4, pp. 186-191.
- Shoji, S., and Esashi, M., 1994, "Microflow devices and systems," Journal of Micromechanics and Microengineering, Vol. 4, pp. 157-171.
- Sone, Y., Waniguchi, Y., and Aoki, K., 1996, "One-way flow of a rarefied gas induced in a channel with a periodic temperature distribution," Physics of Fluids, Vol. 8, pp. 2227-2235.
- Sreeranth, A. K., 1968, "Slip flow through long circular tubes," 6th International Symposium on Rarefied Gas Dynamics. Ed. L. Trilling and H. Y. Wachman, Academic Press, New-York, M.I.T., pp. 667-680.
- Stefanov, S., and Cercignani, C., 1994, "Monte Carlo simulation of a channel flow of a rarefied gas," European Journal of Mechanics, B/Fluids, Vol. 13, pp. 93-114.
- Thomson, S. L., and Owens, W. R., 1975, "A survey of flow at low pressures," Vacuum, Vol. 25, pp. 151-156.
- Tison, S. A., 1993, "Experimental data and theoretical modeling of gas flows through metal capillary leaks," Vacuum, Vol. 44, pp. 1171-1175.
- Van de Pol, F. C. M., and Branebjerg, J., 1990, "Micro liquid-handling devices - A review," MST, Berlin, pp. 799-805.
- Zengerle, R., and Richter, M., 1994, "Simulation of microfluid systems," Journal of Micromechanics and Microengineering, Vol. 4, pp. 192-204.

BIBLIOGRAPHIE

Les travaux présentés dans ce mémoire ont permis à ce jour la parution des publications suivantes :

Brevet d'invention :

TOMIN G., LAFFETA G., ANDUZE M., CAEN R., COLIN S., MARE J.C. (14 décembre 1998) - "Pompe à déplacement positif", *Brevet International Europe et USA.*, Centre National d'Etudes Spatiales, N° PCT/FR 98/02722.,
Brevet *France* ; C.N.E.S. et I.N.S.A.T. ; N° 97.15658, 16 décembre 1997

Congrès avec comité de lecture et actes édités :

COLIN S., ANDUZE M. and CAEN R. (1998) - "A pneumatic generator for experimental analysis of unsteady microflow", in *Micro-Electro-Mechanical Systems (MEMS)*, DSC-Vol. 66, pp. 231-238, ASME New York.

DILHAN M., TASSELLI J., ESTEVE D., TEMPLIER-BOYER P., CAMON H., ANDUZE M. and COLIN S. (1999) - "Experimentation of an electrostatically actuated monochip micropump for drug delivery", in *Design, Test and Microfabrication of MEMS/MOEMS, Proceedings of SPIE* Vol. 3680, pp. 887-896, SPIE Washington.

Congrès avec actes et comité de lecture :

ANDUZE M., COLIN S. et LALONDE P. (septembre 1999) - "Mise au point et validation d'un banc d'essais pour la mesure de microdébits liquides", AUM- AFM, *14^{ème} Congrès Français de Mécanique*, CDROM ISBN 2-84088-040-7.

Posters :

ANDUZE M., BLAVOUX F., BOSSUET P., CHARRIER-MOJTABI M.C., COLIN S., GIOVANNINI A., KARIMI-FARD M., ROUSSEAU D. et VERIERAS D. (octobre 1997) - "Utilisation du logiciel FLUENT en tant qu'outil d'aide à l'enseignement et à la recherche pour la visualisation et la compréhension d'écoulements variés" *1^{ère} Rencontre des Utilisateurs de FLUENT*, Paris.

ANDUZE M., BOUROUINA T., CAEN R., CHARBONNIER S., COLIN S., DANIAU W., DILHAN M., DUFOUR I., ESTEVE D., FRANCAIS O., GRANDCHAMP J.-P., GROSGEORGES A., GUE A. M., HERVE T., JULIE G., NOURY N., SICHE J.P., TASSELLI J. et VIALARET G. (décembre 1998) - "MICROMED - Microsystèmes médicaux : application au contrôle ambulatoire de la pression artérielle", *Journée Microsystèmes des Laboratoires du CNRS*, Paris.

ESTEVE D., TASSELLI J., DILHAN M., SCHEID E., ANDUZE M., COLIN S. DUFOUR I. et GRANDCHAMP J. P. (Nov 1999) - "Conception et mise au point de systèmes "microfluidiques" sur silicium", *Semaine Nationale des Nano et Microtechnologies*, Paris

Bibliographie générale :

ACERO M. C., PLAZA J. A., ESTEVE J., CARMONA M., MARCO S. and SAMITIER J. (1997) - "Design of a modular micropump based on anodic bonding", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 7, pp. 179-182.

ADKINS D. R. and WONG C. C. (1998) - "Development of an electromagnetically actuated mercury microvalve", *ASME Paper*, DSC-Vol. 66, pp. 133-137.

AHN S-H. and KIM Y-K (1998) - "Fabrication and experiment of a planar micro ion drag pump", *Sensors and Actuators A*, vol. 70, pp. 1-5.

AMEEL T. A., WARRINGTON R. O., WEGENG R. S. and DROST M. K. (1997) - "Miniaturisation technologies applied to energy systems",

ARKILIC E. B., BREUER K. S. and SCHMIDT M. A. (1994) - "Gaseous flow in microchannels", *ASME Paper*, FED-vol 197, pp. 57-66.

ASHAUER M., GLOSCH H., HEDRICH F., HEY N., SANDMAIER H. and LANG W. (1998-a) - "Thermal flow sensor for liquid and gases", *ASME Paper*, DSC-Vol. 66, pp. 427-432

ASHAUER M., GLOSCH H., ASHAUER H., SANDMAIER H. and LANG W. (1998-b) - "Liquid mass flow sensor using dynamic pressure detection", *ASME Paper*, DSC-Vol. 66, pp. 421-425.

AUBERT C. (1999) - "Ecoulement compressibles de gaz dans les microcanaux : effets de raréfaction, effets instationnaires", *Thèse de doctorat*, Université Paul Sabatier de Toulouse.

BARRON R. F., WANG X. M., AMEEL T. A., and WARRINGTON R. O. (1997) - "The Graetz problem extended to slip flow," *International Journal of Heat and Mass Transfer*, Vol. 40, pp. 1817-1823.

BATCHELOR G. K. (1967) - "An introduction to fluid dynamics", *Cambridge University Press*.

BAZERGUI A., BUI-QUOC T., BIRON A., Mc INTYRE G., LABERGE C. (1993) - "Résistance des matériaux (2^e édition)", *Ed de l'Ecole Polytechnique de Montréal*.

BERBERIG O., NOTTMAYER K., MIZUMO J., KANAI Y. and KOBAYASHI T. (1998) - "The Prandtl micro flow sensor (PMFS) : a novel silicon diaphragm capacitive sensor for flow-velocity measurement", *Sensors and Actuators A*, vol. 66, pp. 93-98.

BESKOK A., KARNIADAKIS G. E., and TRIMMER W. (1996) - "Rarefaction and compressibility effects in gas microflows," *ASME Journal of Fluids Engineering*, vol. 118, pp. 448-456.

BESTMAN A. R., IKONWA I. O., and MBELEDOGU I. U. (1995) - "Transient slip flow," *International Journal of Energy Research*, vol. 19, pp. 275-277.

BOSCH D., HEIMHOFER B., MUCK G., SEIDEL H., THUMSER U. and WELSER W. (1993) - "A silicon microvalve with combined electromagnetic/electrostatic actuation", *Sensors and Actuators A*, vol. 37-38, pp. 684-692.

BOUROUINA T. and GRANDCHAMP J. P. (1996) - "Modeling micropumps with electrical equivalent networks," *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 6, pp. 398-404.

BOUROUINA T., BOSSEBOEUF A. and GRANDCHAMP J-P. (1997) - "Design and simulation of an electrostatic micropump for drug-delivery applications", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 7, pp. 186-188.

CAEN R. (1979) - "Contribution à l'étude des écoulements instationnaires dans les circuits pneumatiques. Applications à la réponse fréquentielle d'un amplificateur fluide analogique," *Thèse de Doctorat d'Etat*, INP Toulouse.

CAEN R., MAS I., and COLIN S. (1996) - "Ecoulements non permanents dans les microcanaux : réponse fréquentielle des microtubes pneumatiques," *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences*, série II b, vol. 323, pp. 805-812.

CANTIER N. (1998) - "Le microusinage du silicium", *Projet 80 heures*, Institut National des Sciences Appliquées, Toulouse

CARMONA M., MARCO S., SAMITIER J., and MORANTE J. R. (1996) - "Dynamic simulations of micropumps," *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 6, pp. 128-130.

CARROZZA M. C., CROCE N., MAGNANI B. and DARIO P. (1995) - "A piezoelectric-driven stereolithography-fabricated micropump", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 5, pp. 177-179.

CHOI S. B., BARRON R. F. and WARRINGTON R. O. (1991) - "Fluid flow and heat transfer in microtubes", *ASME paper*, DSC-Vol 32, pp. 123-133.

CLERC P-A., DELLMANN L., GRETILLAT F., GRETILLAT M-A, INDERMUHLE P-F., JEANNERET S., LUGINBUHI Ph, MARXER C., PFEFFER T. L, RACINE G-A, ROTH S., STAUFER U., STEBLER C., THIEBAUD P. and DE ROOIJ N. F. (1998) - "Advanced deep reactive ion etching: a versatile tool for microelectromechanical systems", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 8, pp. 272-278.

COLIN S. (1992) - "Etude et modélisation en écoulement compressibles des systèmes potentiométriques de type buse-palette", *Thèse de doctorat*, Institut de Mécanique des Fluides de Toulouse.

COLIN S., BONNET A., and CAEN R. (1996) "A new high supply pressure pneumatic flapper-nozzle with linear behavior," *ASME Journal of Dynamic Systems, Measurement and Control*, vol. 118, pp. 259-266.

COLIN S., AUBERT C., and CAEN R. (1998) "Unsteady gaseous flows in rectangular microchannels: frequency response of one or two pneumatic lines connected in series," *European Journal of Mechanics, B/Fluids*, vol. 17, pp. 79-104.

COUARRAZE G. et GROSSIORD J.L. (1991) - "Initiation à la rhéologie", Ed. Lavoisier., Paris.

DANEL J.S et CAMON H. (1994) - "Le microusinage du silicium", *L'onde électrique*, vol. 74 N°2, pp. 21-27.

DESHPANDE M., BARDELL R. L. and FORSTER F.R. (1998) - "Design analysis of non-moving parts valves for micropumps", in *Micro-Electro-Mechanical Systems (MEMS)*, DSC-Vol. 66, pp. 153-158, ASME New York.

DÖPPER J., CLEMENS M., EHRFELD W., JUNG S. KÄMPER K. P. and LEHR H. (1997) - "Micro gear pumps for dosing of viscous fluids", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 7, pp. 230-232.

EBERT W. A. and SPARROW E. M. (1965) - "Slip flow in rectangular and annular ducts," *ASME Journal of Basic Engineering*, vol. 87, pp. 1018-1024.

EDERER I., RAETSCH P., SCHULLERUS W., TILLE C. and ZECH U. (1997) - "Piezoelectrically driven micropump for on-demand fuel-drop generation in an automobile heater with continuously adjustable power output", *Sensors and Actuators A*, vol. 62, pp. 752-755.

ESASHI M., SHOIJ S. and NAKANO A. (1989) - "Normally closed microvalve and micropump fabricated on a silicon wafer", *Sensors and Actuators A*, vol. 20, pp. 163-169.

FAHRENBERG J., BIER W., MAAS D., MENZ W., RUPRECHT R. and SCHOMBURG W. K. (1995) - "A microvalve system fabricated by thermoplastic moldind", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 5, pp. 169-171.

FLOCKHART S. M. and DHARIWAL R. S. (1998) - "Experimental and numerical investigation into the flow characteristics of channels etched in <100> silicon, *Journal of Fluids Engineering*, vol. 120, pp. 291-295.

FORSTER F. K., BARDELL L., AFROMOWITZ M. A., SHARMA N. R. and BLANCHARD A. (1995) - "Design, fabrication and testing of fixed-valve micro-pumps, *ASME Paper*, FED-Vol. 234, pp. 39-44.

FRANÇAIS O., DUFOUR I. and SARRAUTE E. (1997) - "Analytical static modelling and optimization of electrostatic micropumps", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 7, pp. 183-185.

FRANÇAIS O. and DUFOUR I. (1998) - "Dynamic simulation of an electrostatic micropump with pull-in and hysteresis phenomena", *Sensors and Actuators A*, vol. 70, pp. 56-60.

GAD-EL-HAK M. (1999) - "The fluid mechanics of microdevices - the freeman scholar lecture", *Journal of Fluid Engineering, ASME*, vol. 121, pp. 5-33.

GASS V., VAN DER SCHOOT B. H., JEANNERET S. and DE ROOIJ N. F. (1993) - "Micro liquid handling using a flow-regulated silicon micropump", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 3, pp. 214-215.

GASS V., VAN DER SCHOOT B. H., JEANNERET S. and DE ROOIJ N. F. (1994) - "Integrated flow-regulated silicon micropump", *Sensors and Actuators A*, vol. 43, pp. 335-338.

GERLACH T. and WURMUS H. (1995) - "Working principle and performance of the dynamic micropump", *Sensors and Actuators A*, vol. 50, pp. 135-140.

GERLACH T., SCHUENEMANN M. and WURMUS H. (1995) - "A new micropump principle of the reciprocating type using pyramidic microflowchannels as passives valves", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 5, pp. 199-201.

GOLL C., BACHER W., BUSTGENS B., MAAS D., MENZ W. and SCHOMBURG W. K. (1996) - "Microvalves with bistable buckled polymer diaphragms", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol.6, pp.77-79.

GRAVESEN P., BRANEBJERG J. and JENSEN O. S. (1993) - "Microfluidics - a review", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol.3, pp. 168-182.

GUYON E., HULIN J-P., PETIT L (1991) - "Hydrodynamique physique", *InterEdition/Edition du CNRS*.

HARLEY J., BAU H., ZEMEL J. N. and DOMINKO V. (1989) - "Fluid flow in micron and submicron size channels", *IEEE Transaction THO*, Vol. 249-3, pp. 25-28.

HARLEY J. C., HUANG Y., BAU H. H. and ZEMEL J. N. (1995) - "Gas flow in micro-channels", *Journal of Fluid Mechanics*, vol. 284, pp. 257-274.

HEALEY A. J. and CARLSON R. J. (1969) "Frequency response of rectangular pneumatic transmission lines". *ASME Paper*, WA/FL-5, pp. 1-8.

HO C-M. and TAI Y-C. - (1998) - "Micro-electro-mechanical-systems (MEMS) and fluid flows", *Annual Review of Fluid Mechanics*, vol. 30, pp. 579-612.

HSIEH H. Y. and ZEMEL J. N. (1995) - "Pyroelectric anemometry: frequency, geometry and gas dependence, *Sensors and Actuators A*, vol. 99, article : 1022.

HUDSON M. L. and BARTEL T. J., "DSMC simulation of thermal transpiration and accomodation pumps", *Rarefied Gas Dynamics*, vol. 1, R. Brun, R. Campargue, R. Gatignol, and J.-C. Lengrand, Eds.: Cépaduès Editions, pp. 719-726.

JANG J. and LEE S. S. (1998) - "MHD (magnetohydrodynamic) micropump using Lorentz force", *ASME Paper*, DSC-Vol. 66, pp.439-444.

JERMAN J. H. (1990) - "Electrically-activated, micromachined diaphragm valves", *Proceedings of Micro System Technologies 90*, pp. 806-811.

JOHNSON R. G. and HIGASHI R. E. (1987) - "A highly sensitive silicon chip microtransducer for air flow and differential pressure sensing applications", *Sensors and Actuators A*, vol. 11, pp. 63-72.

KENNARD E. H. (1938) - "Kinetic theory of gases," *McGraw-Hill Book Company*, New-York.

KOCH M., HARRIS N., MAAS R., EVANS A. G. R., WHITE N. M. and BRUNNSCHWEILER A. (1997) - "A novel micropump design with thick-film piezoelectric actuation", *Measurement Science and Technology*, vol. 8, pp. 49-57.

KOCH M., HARRIS N., EVANS A. G. R., WHITE N. M. and BRUNNSCHWEILER A. (1998) - "A novel micromachined pump based on thick-film piezoelectric actuation", *Sensors and Actuators A*, vol. 70, pp. 98-103.

KOCH M., EVANS A. G. R., and BRUNNSCHWEILER A. (1998) - "The dynamic micropump driven with a screen printed PZT actuator", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 8, pp. 119-122.

KOPLIK J., BANAVAR J. R. and WILLEMSSEN J. F. (1989) - "Molecular dynamics of fluid flow at solid surfaces", *Phys. Fluid*, Vol. 5, pp. 781-794.

LAMMERINK T. S. J., TAS N. R., ELWENPOEK M., FLUITMAN J. H. J. (1993) - "Microliquid flow sensor", *Sensors and Actuators A*, vol. 37-38, pp. 45-50.

MALA G. M., LI D., WERNER C., JACOBASCH H-J. and NING Y. B. (1997-a) - "Flow characteristics of water through a microchannel between two parallel plates with electrokinetic effects", *Journal of Heat and Fluid Flow*, Vol. 18, pp. 489-496.

MALA G. M., LI D; and DALE J. D. (1997-b) - "Heat transfert and fluid flow in microchannels", *International Journal of Heat Mass Transfer*, Vol; 40, No 13, pp. 3079-3088.

MALA G. M. and LI D. (1999) - "Flow characteristics of water in microtubes", *International Journal of Heat and Fluid Flow*, Vol. 20, pp. 142-148.

MAS-BLANQUET I. (1998) - " Etude des écoulements compressibles dans les microsystèmes à fluides", *Thèse de doctorat*, Université Paul Sabatier, Toulouse.

MICROMED II (1999) - Rapport d'activité, IEF, LAAS, LESIR, MECAG-LGMT, TIMC-LAG

MIGAY V.K. (1963) - "Hydraulic resistance of triangular channels in laminar flow", *Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Energ.*, vol 6, pp. 122-124.

MIGUN N. P. and PROKHORENKO (1988) - "Measurement of the viscosity of polar liquids in microcapillaries, *Colloid Journal of the URSS*, Vol. 49, pp. 894-897.

MUNZEL H. (1994) - "Application of etching technologies", *MICROSYSTEM Technologie* 94.

NATARAJAN N. M., LAKSHMANAN S. M. (1967) - "Analytical methode for the determination of the pressure drop in rectangular ducts, *Indian Chem. Eng.*, vol 12, pp. 68-69

NGUYEN N. T., SCHUBERT S., RICHTER S. and DOTZEL W. (1998) - "Hybrid-assembled micro dosing system using silicon-based micropump/valve and mass flow sensor, *Sensors and Actuators A*, vol. 69, pp. 85-91.

NORBERG P., ACKELID U., LUNDSTRÖM I., and PETERSON L. G. (1997), "On the transient gas flow through catalytically active micromachined channels," *Journal of Applied Physics*, vol. 81, pp. 2094-2100.

OHNSTEIN T., FUKIURA T., RIDLEY J. and BONNE U. (1990) - "Micromachined silicon microvalve", *IEEE*, pp. 95-98.

OLSSON A., STEMME G. and STEMME E. (1995) - "A valve-less planar fluid pump with two pump chambers", *Sensors and Actuators A*, vol. 46-47, pp. 549-556.

OLSSON A., ENOKSSON P., STEMME G. and STEMME E. (1997) - "Micromachined flat-walled valveless diffuser pumps", *Journal of Microelectromechanical Systems*, Vol. 6 N° 2, pp. 161-166.

ORAN E. S., OH C. K. and CYBYK B. Z. (1998) - "Direct Simulation Monte Carlo : recent advances and applications", *Annual Review of Fluid Mechanics*, vol 30, pp. 403-441.

PAPANTONIS D. (1977) - "Etude expérimentale des régimes dynamiques de l'écoulement dans une valve à vortex", *Thèse de doctorat*, INP Toulouse.

PEIYI W. and LITTLE W. A. (1983) - "Measurement of friction factors for the flow of gazes in very fine channels used for microminiature Joule-Thomson refrigerators", *Cryogenics*, pp. 273-277

PENG X. F. and PETERSON G.P. (1996) - "Convective heat tranfer and flow friction for water flow in microchannel structures", *International Journal of Heat Mass Tranfer*, Vol. 39, N° 12, pp. 2599-2608.

PFAHLER J., HARLEY J. and BAU H. (1990) - "Liquid transport in micron and submicron channels", *Sensors and Actuators A*, vol. 21, pp. 431-434.

PFAHLER J., HARLEY J., BAU H. and ZEMEL J. N. (1991) - "Gas and liquid flow in small channels", *ASME Paper*, DSC-vol. 32, pp. 49-60.

PFAHLER J. (1992) - "Liquid transport in micron and submicron size channels", *Thesis*, university of Pennsylvania.

PIEKOS E. S. and BREUER K. S. (1996) "Numerical modeling of micromechanical devices using the direct simulation Monte Carlo method," *ASME Journal of Fluids Engineering*, Vol. 118, pp. 464-469.

PONG K. C., HO C. M., LIU J. and TAI Y.C. (1994) - "Non-linear pressure distribution in uniform microchannels", *ASME paper*, FED-vol. 197, pp.51-56.

QIU L., HEIN S., OBERMEIER E. and SCHUBERT A. (1996) - "Micro gas-flow sensor with integrated heat sink and flow guide" , *Sensors and Actuators A*, vol. 54, pp. 547-551.

RAPP R., SCHOMBURG W. K., MAAS D., SCHULZ J. and STARK W. (1994) - " LIGA micropump for gases and liquids", *Sensors and Actuators A*, vol. 40, pp. 57-61.

RICHTER A., PLETTNER A., HOFMANN K.A. and SANDMAIER H. (1991-a) - "Electrohydrodynamic pumping and flow measurement", *IEEE*, pp. 271-276.

RICHTER A., PLETTNER A., HOFMANN K.A. and SANDMAIER H. (1991-b) - "A micromachined electrohydrodynamic (EHD) pump", *Sensors and Actuators A*, vol. 29, pp. 159-168.

RICHTER M., WOIAS P. and WEIS D. (1997) - "Microchannels for applications in liquid dosing and flow-rate measurement", *Sensors and Actuators A*, vol. 62, pp. 480-483.

RICHTER M., LINNEMANN R. and WOIAS P. (1998) - "Robust design of gas and liquid micropumps", *Sensors and Actuators A*, vol. 68, pp. 480-486.

ROBADEY J., PAUL O. and BALTES H. (1995) - "Two-dimensional integrated gas flow sensor by CMOS IC technology, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 5, pp. 243-250.

SBIAA Z. (1997) - "Etude et réalisation d'une micropompe et de microvalves intégrés tout silicium", *Thèse de doctorat*, Université Paul Sabatier, Toulouse.

SCHMIDT H-J., HOLTKAMP F. and BENECKE W. (1997) - "Flow measurement in micromachined orifices", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 7, pp. 189-192

SCHNELL G. (1997) - "Measurement of very small liquid flows", *Experimental Thermal and Fluid Science*, vol. 15, pp. 406-412.

SCHOMBURG W. K., VOLLMER J., BUSTGENS B., FAHRENBERG J. HEIN H. and MENZ W. (1994) - "Microfluidic components in LIGA technique", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 4, pp. 186-191.

SCHOMBURG W. K., AHRENS R., BACHER W., GOLL C, MEINZER S. and QUINTE A. (1998) - "AMANDA - low-cost production of microfluidic devices", *Sensors and Actuators A*, vol. 70, pp. 153-158.

SHAH R.K. (1975) - "Laminar flow friction and forced convection heat transfer in ducts of arbitrary geometry", *International Journal of Heat Mass Transfer*, Vol. 18, pp. 849-862.

SHAH R.K. and LONDON A. L. (1978) - "Laminar flow forced convection in ducts", *Academic Press*, New York.

SHIH J. C., HO C. M., LIU J. and TAI Y. C. (1996) - "Monatomic and polyatomic gas flow through uniform microchannels", ASME Paper, DSC-vol. 59, pp. 197-203.

SHOJI S., NAKAGAWA S. and ESASHI M. (1990) - "Micropump and sample-injector for integrated chemical analysing systems", *Sensors and Actuators A*, vol. 21-23, pp. 189-192.

SHOJI S., ESASHI M., VAN DER SCHOOT B. and DE ROOIJ N. (1992) - "A study of a high-pressure micropump for integrated chemical analysing systems", *Sensors and Actuators A*, vol. 32, pp. 335-339.

SHOJI S. and ESASHI M. (1994) - "Microflow devices and systems", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 4, pp. 157-171.

SMITH R. L., BOWER R. W. and COLLINS S. D. (1990) - "The design and fabrication of a magnetically actuated micromachined flow valve", *Sensors and Actuators A*, vol. 24, pp. 47-53.

SONE Y., WANIGUCHI Y., and AOKI K. (1996) - "One-way flow of a rarefied gas induced in a channel with a periodic temperature distribution," *Physics of Fluids*, Vol. 8, pp. 2227-2235.

SREEKANTH A. K. (1968) - "Slip flow through long circular tubes," *6th International Symposium on Rarefied Gas Dynamics*. Ed. L. Trilling and H. Y. Wachman, Academic Press, New-York, M.I.T., pp. 667-680.

STEFANOV S. and CERCIGNANI C. (1994) - "Monte Carlo simulation of a channel flow of a rarefied gas," *European Journal of Mechanics, B/Fluids*, vol. 13, pp. 93-114.

STEHR M., MESSNER S., SANDMAIER H. and ZENGERLE R. (1996) - "The VAMP - a new device for handling liquid or gases", *Sensors and Actuators A*, vol. 57, pp. 153-157.

STEMME E. and STEMME G. (1993) - "A valveless diffuser/nozzle-based fluid pump", *Sensors and Actuators A*, vol. 39, pp. 159-167.

TESLA N (1920) - "Valvular Conduit", *USA Patent*, N° 1,329,559.

THOMSON S. L. and OWENS W. R. (1975) - "A survey of flow at low pressures," *Vacuum*, Vol. 25, pp. 151-156.

TIMOSHENKO (1968) - "Résistance des matériaux (tome2)".

TISON S. A. (1993) "Experimental data and theoretical modeling of gas flows through metal capillary leaks," *Vacuum*, Vol. 44, pp. 1171-1175.

TIREN J., TENERZ L. and HOK B. (1989) - "A batch-fabricated non-reverse valve with cantilever beam manufactured by micromachining of silicon", *Sensors and Actuators A*, vol. 18, pp. 389-396.

TIRUNARAYANAN M. A. and RAMACHANDRAN A; (1965) - "Correlation of isothermal pressure drop in rectangular ducts", *Proc. Australas Conf. Hydraul. Fluid Mech, 2th, University of Auckland*, pp. A213-230.

TIRUNARAYANAN M. A. and RAMACHANDRAN A; (1967) - "Frictional pressure drop in laminar and turbulent flow in isosceles-triangular ducts, *Am. Soc. Mech. Eng.*, Paper 67-FE-18.

TODA K., MAEDA Y., SANEMASA I., ISHIKAWA K. and KIMURA N. (1998)- "Characteristics of a thermal mass-flow sensor in vacuum systems", *Sensors and Actuators A*, vol. 69, pp. 62-67.

TRAH H.-P., BAUMANN H., DORING C., GOEBEL H., GRAUER T. and METTNER M. (1993) - "Micromachined valve with hydraulically actuated membrane subsequent to a thermo-electrically controlled bimorph cantilever", *Sensors and Actuators A*, vol. 39, pp. 169-176.

TUCKERMAN D. B. and PEASE R. F. W. (1981) - "High-performance heat sinking for VLSI", *IEEE Electron device Letters*, Vol. EDL-2, N° 5, pp. 126-129.

ULRICH J. and ZENGERLE R. (1996) - "Static and dynamic flow simulation of a KOH-etched microvalve using the finite-element method", *Sensors and Actuators A*, vol. 53, pp. 379-385.

URBANEK W., ZEMEL J. N., BAU H. H. (1993) - "An investigation of the temperature dependence of Poiseuille numbers in microchannel flow", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 3, pp. 206-208.

URBANEK W. (1994) - " An investigation of the temperature dependence of Poiseuille numbers in microchannel flow", *Thesis*, University of Pennsylvania.

VAL A. (1996) - "Etude de la technologie d'interconnection verticale MCM-V appliquée aux microsystèmes", *Thèse de doctorat*, Université Paul Sabatier, Toulouse.

VAN DE POL F. C. M., WONNINK D. G. J., ELWENSPOEK M. and FLUITMAN J. H. J. (1989) - "A thermo-pneumatic actuation principle for a microminiature pump and other micromechanical devices", *Sensors and Actuators A*, vol. 17, pp. 139-143.

VAN DE POL F. C. M. and BRANEBJERG J. (1990) - "Micro liquid-handling devices - A review," *MST*, Berlin, pp. 799-805.

VAN DE POL F. C. M., VAN LINTEL H. T. G., ELWENSPOEK M. and FLUITMAN J. H. J. (1990) - "A thermopneumatic micropump based on micro-engineering techniques", *Sensors and Actuators A*, vol. 21-23, pp. 198-202.

VAN LINTEL H. T. G., VAN DE POL F. C. M. and BOUWSTRA S. (1988) - " A piezoelectric micropump based on micromachining of silicon ", *Sensors and Actuators A*, vol. 15, pp. 153-167.

VARGO S. E., MUNTZ E. P., SHIFLETT G.R. and TANG W. C. (1999) - "Knudsen compressor as a micro- and macroscale vacuum pump without moving parts or fluids", *Journal of Vacuum Science Technology A*, vol. 17, N° 4, pp. 2308-2313.

VARGO S. E. AND MUNTZ E. P. (1999) - "Comparison of experiment and prediction for transitional flow in a single-stage micromechanical Knudsen compressor", *Rarefied Gas Dynamics*, vol. 1, R. Brun, R. Campargue, R. Gatignol, and J.-C. Lengrand, Eds.: Cépaduès Editions, pp. 711-718.

VOIGT P., SCHRAG G. and WACHUTKA G. (1998) - "Electrofluidic full-system modelling of a flap valve micropump based on Kirchhoffian network theory", *Sensors and Actuators A*, vol. 66, pp. 9-14.

WANG X., ZHOU Z. and ZHANG W. (1998) - "A microvalve made of PSPI", *ASME Paper*, DSC-Vol. 66, pp. 31-38.

WEILIN Q., MALA M. and DONGQING L. (2000)- "Pressure-driven water flows in trapezoidal silicon microchannels", *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 43, pp. 353-364.

WROBLEWSKI D. E. (1998) - " MEMS micro-valve arrays for fluidic control", *ASME Paper*, DSC-Vol. 66, pp. 145-151.

YANAGISAWA K., KUWANO H. and TAGO A. (1994) - "An electromagnetically driven microvalve", *The 7th International Conference on Solid-State Sensors and Actuators*, pp. 102-105.

YANG C. and SOEBERG H. (1992) - "Monolithic flow sensor for measuring millilitre per minute liquid flow, *Sensors and Actuators A*, vol. 33, pp. 143-153.

YANG E. H., HAN S. W. and YANG S. S. (1996) - "Fabrication and testing of a pair of passive bivalvular microvalves composed of p+ silicon diaphragms", *Sensors and Actuators A*, vol. 57, pp. 75-78.

ZDEBLICK M. J. and ANGELL J. B. (1987) - "A microminiature electric-to-fluidic valve", *Technical Digest of Transducers*, pp. 827-829.

ZENGERLE R. and RICHTER M. (1994) "Simulation of microfluid systems," *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 4, pp. 192-204.

ZENGERLE R., ULRICH J., KLUGE S., RICHTER M. and RICHTER A. (1995) - " A bidirectional silicon micropump", *Sensors and Actuators A*, vol.50, pp. 81-86.

RESUME Cette étude concerne l'analyse expérimentale et numérique d'écoulements liquides dans les microsystèmes fluidiques. La partie principale de ce travail a consisté à concevoir, réaliser et exploiter un banc d'essais spécifique. Dans un premier temps, les principaux microdispositifs fluidiques couramment utilisés sont présentés, ainsi que leurs différents procédés d'élaboration. L'influence de la miniaturisation sur les écoulements est ensuite abordée et des problèmes de cohérence entre les différents résultats expérimentaux présents dans la littérature sont mis en évidence. L'analyse préalable et la conception du banc d'essais sont ensuite exposés. Ce banc peut mesurer des débits dans la plage 10^{-7} à 10^{-13} m³ s⁻¹, pour des pressions amont ou aval allant de 1,5 kPa à 0,35 MPa et des températures comprises entre 288 K et 318 K. Les procédures expérimentales, ainsi que la précision des mesures, ont été qualifiées à partir de mesures d'écoulements permanents de type Hagen-Poiseuille dans des microcanaux de section circulaire. Une analyse comparative du nombre de Poiseuille théorique et expérimental est présentée, pour des écoulements dans des microcanaux de sections triangulaires et trapézoïdales et de diamètres hydrauliques compris entre 3 et 15 μm. Une dépendance du nombre de Poiseuille en fonction du nombre de Reynolds est mise en évidence puis discutée. Par la suite, une analyse expérimentale des microclapets d'une micropompe montre une fragilité importante et un manque certain de fiabilité. Une solution alternative est alors proposée. Il s'agit d'utiliser des microdiodes, éléments sans partie mobile. Une analyse numérique, confrontée à l'expérience, permet d'amorcer une optimisation géométrique de microdiodes vortex en comparant leurs performances à celles d'autres microdiodes présentées dans la littérature. Pour terminer, les perspectives et développements futurs de ce travail sont dégagés.

TITLE Experimental and numerical study of liquid flows in fluidic microsystems

ABSTRACT This study concerns the experimental and numerical analysis of liquid flows in fluidic microsystems. The main part of this work has consisted in conceiving, making and using a specific set-up. At first, the main fluidic microdevices usually used are presented with their different manufacturing processes. The influence of miniaturisation on the flows is considered and problems of coherence between the experimental results in the literature are pointed out. Then, the analysis and the conception of the set-up are detailed. The apparatus can measure flows between 10^{-7} and 10^{-13} m³ s⁻¹ for upstream or downstream pressures in the range 1,5 kPa to 0,35 MPa and temperatures between 288 K and 318 K. The experimental procedures and the precision of the experimental data have been checked, by comparing with measurements of Hagen Poiseuille flows in circular microducts. A comparative theoretical and experimental analysis of the Poiseuille number is presented for flows in microchannels with triangular and trapezoidal sections and hydraulic diameters from 3 to 15 μm. A dependence between Poiseuille and Reynolds numbers is shown and discussed. Subsequently an experimental analysis of the microvalves' behaviour points out an important fragility and a lack of reliability. An alternative solution is proposed. Microdiodes, which are elements without moving parts, can be used. A numerical analysis, confronted to the experience, allows an initial geometrical optimisation of vortex microdiodes, comparing the performances with those of the other microdiodes presented in the literature. At the end, the perspectives and future developments of this work are suggested.

DISCIPLINE Génie Mécanique

MOTS CLES Microfluidique, microsystème, expérimental, microdiode, nombre de Poiseuille
Microfluidics, microsystem, experimental, microdiode, Poiseuille number.