Fluxmètre thermique : conception, modélisation, réalisation et caractérisation. Mesures de températures et de densités de flux thermiques

Aymen Zribi

▶ **To cite this version:**

Aymen Zribi. Fluxmètre thermique : conception, modélisation, réalisation et caractérisation. Mesures de températures et de densités de flux thermiques. Thermique [physics.class-ph]. Université de Franche-Comté, 2016. Français. NNT : 2016BESA2085 . tel-01810659

HAL Id: tel-01810659

https://theses.hal.science/tel-01810659v1

Submitted on 8 Jun 2018

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.

SPIM

Thèse de Doctorat

Présentée à

L'UFR des Sciences, Techniques et Gestion de l'Industrie de l'Université de Franche-Comté

UFC

école doctorale **sciences pour l'ingénieur et microtechniques**

UNIVERSITÉ DE FRANCHE-COMTÉ

En vue d'obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE FRANCHE-COMTÉ
EN
ENERGETIQUE

Par

Aymen ZRIBI

Fluxmètre thermique : conception, modélisation, réalisation, et caractérisation. Mesures de températures et de densités de flux thermiques

Soutenance publique le 09 Décembre 2016

Membres du jury

Rapporteur :	Christelle REYNARD CARETTE, Maître de conférences HDR, Université d'Aix-Marseille, IM2NP
Rapporteur :	Bertrand GARNIER, Chargé de recherches CNRS HDR, Université de Nantes, LTN
Examinateur :	Saïd ABBOUDI, Professeur des universités, Université de Technologie Belfort-Montbéliard, M3M
Examinateur :	Jean-Christophe BATSALE, Professeur des universités, Université de Bordeaux, I2M
Examinateur :	Benjamin REMY, Professeur des universités, Université de Lorraine, LEMTA
Examinateur :	François LANZETTA, Professeur des universités, Université de Franche-Comté, FEMTO-ST (Directeur)
Examinatrice :	Magali BARTHES, Maître de conférences, Université de Franche-Comté, FEMTO-ST (Co-encadrante)
Examinatrice :	Sylvie BEGOT, Maître de conférences, Université de Franche-Comté, FEMTO-ST (Co-encadrante)
Invité :	Jean-Yves RAUCH, Ingénieur de recherche, Université de Franche-Comté, FEMTO-ST

Remerciements

L’achèvement de ce travail mené à l’Université de Franche-Comté, au Département Energie de l’Institut FEMTO-ST, me procure une grande satisfaction.

Je remercie vivement Madame Christelle REYNARD CARETTE, Maître de conférences HDR à l’Université d’Aix-Marseille et Monsieur Bertrand GARNIER, Chargé de recherches CNRS HDR à l’Université de Nantes, pour l’honneur qu’ils m’ont fait en acceptant d’être rapporteurs de mes travaux.

Je suis très honoré et remercie Messieurs Jean-Christophe BATSALE, Professeur à l’Université de Bordeaux, Saïd ABBOUDI, Professeur à l’Université de Technologie Belfort-Montbéliard et Benjamin REMY, Professeur à l’université de Lorraine, d’accepter de participer à mon jury de thèse

Je remercie également Monsieur Jean-Yves RAUCH, Ingénieur de recherches CNRS à l’Université de Franche-Comté, pour l’intérêt qu’il a porté à mes travaux, pour ses conseils avisés et pour l’honneur qu’il m’a fait en acceptant de participer en qualité de membre invité à mon jury de thèse.

Je remercie Monsieur François LANZETTA, Directeur du département Energie de l’institut FEMTO-ST et Professeur à l’Université de Franche-Comté pour avoir dirigé mes recherches malgré ses nombreuses charges. Je le remercie également pour la confiance qu’il m’a témoignée et pour tous ses conseils et remarques constructives, transformant ainsi les difficultés rencontrées en une expérience enrichissante.

Je remercie Madame Sylvie BEGOT Maître de conférences à l’Université de Franche-Comté de m'avoir assuré un encadrement rigoureux tout au long de ces années. Elle m'a toujours accordé généreusement le temps nécessaire pour partager avec moi ses idées. Qu'elle trouve ici l'expression de ma profonde gratitude.

Je remercie Madame Magali BARTHES Maître de conférences à l’Université de Franche-Comté de m’avoir encadré. Je la remercie pour toute la patience et la disponibilité dont elle a fait preuve à mon égard. Ses conseils et remarques constructives m’ont permis d’améliorer grandement la qualité de mes travaux et de ce mémoire. Son contact a d’ailleurs été très enrichissant tant au niveau humain qu’au niveau de mon travail.

Je ne souhaite pas oublier le personnel du Département Energie de l’Institut FEMTO-ST, du Département Chimie de l’Institut Universitaire de Technologie de Besançon-Vesoul et de la Centrale de Technologie MIMENTO, pour leur attention et leur efficacité qui m’ont permis de passer toutes ces années dans de bonnes conditions grâce à leur professionnalisme.

Je remercie également toute ma famille (qui ne cesse de s’agrandir) qui a contribué de près ou de loin à ce que je suis devenu. Je souhaite également remercier tous mes amis et tous ceux que je ne nomme pas, mais qui se reconnaîtront.

Table des matières

Table des matières 4
Liste des symboles 7
Introduction générale 10
1. Présentation et état de l'art de la mesure de flux thermique 12
1.1. Le flux thermique et sa mesure 13
1.2. Principaux capteurs de flux thermiques 14
1.2.1. Fluxmètres à gradient 14
1.2.2. Fluxmètres à inertie [2] 17
1.2.3. Fluxmètre à dissipation ou à méthode zéro 18
1.2.4. Fluxmètre enthalpique [2] 20
1.3. Principaux fluxmètres commercialisés 20
1.4. Etude bibliographique des fluxmètres à gradient 21
1.4.1. Fluxmètres à base de thermocouples 22
1.4.2. Fluxmètres à base de sondes à résistance 25
1.5. Capteurs intrusifs et perturbations 30
1.6. Nouveaux concepts et matériaux 31
1.7. Conclusion 33
1.8. Bibliographie 34
2. Conception et modélisation du fluxmètre thermique 39
2.1. Conception du fluxmètre 40
2.1.1. Choix du type de fluxmètre thermique 40
2.1.2. Choix du type de capteur 40
2.1.3. Choix de matériaux 42
2.1.4. Géométries des résistances 43
2.1.5. Conception assistée par ordinateur 45
2.2. Modélisation du fluxmètre 48
2.2.1. Rappels de méthodologie 48
2.2.2. Présentation du modèle général 48
2.2.3. Définition des paramètres physiques 49
2.2.4. Etude électrothermique 49

2.2.5. Etude thermique 56
2.3. Conclusion 59
2.4. Bibliographie 60
3. Techniques de fabrication du fluxmètre thermique 62
3.1. Etapes du processus de fabrication en salle blanche 63
3.1.1. Préparation des substrats 63
3.1.2. Conception et génération des masques optiques 64
3.1.3. Photolithographie 66
3.1.4. Dépôt couches minces 68
3.1.5. Retrait de la résine « lift-off » 70
3.1.6. Découpage 71
3.2. Etapes post processus, recuit et caractérisation des dépôts 73
3.2.1. Recuit 73
3.2.2. Caractérisation de dépôt 75
3.3. Méthodes et étapes d'assemblage des capteurs de flux 82
3.3.1. Connexions filaires 83
3.3.2. Supports 84
3.3.3. Banc d'assemblage des capteurs et de leurs supports 85
3.3.4. Etapes d'assemblage des fluxmètres thermiques 87
3.4. Conclusion 88
3.5. Bibliographie 89
4. Etalonnages et mesures de température 91
4.1. Etalonnage statique 92
4.1.1. Présentation du banc d'étalonnage convectif 92
4.1.2. Méthode et dispositifs de mesure [2] 93
4.1.3. Etalonnage par comparaison 95
4.1.4. Calcul d'incertitudes [4] [5] 98
4.1.5. Résultats et interprétations 101
4.2. Caractérisation dynamique par flux laser modulé 108
4.2.1. Présentation du banc radiatif 111
4.2.2. Méthode et mode opératoire 112
4.2.3. Résultats et interprétations 112
4.3. Conclusion 117

4.4. Bibliographie 118
5. Etalonnages et mesures de densité de flux thermique 119
5.1. Mesure de densité de flux thermique par méthode indirecte 120
5.1.1. Conception du banc d'essais 120
5.1.2. Modélisation du banc d'essais 121
5.1.3. Banc de mesures de densité de flux thermique par méthode indirecte 126
5.1.4. Méthodes et modes opératoires 127
5.1.5. Calcul d'incertitudes 128
5.1.6. Résultats et interprétations 133
5.2. Etalonnage et mesure de densité de flux thermique par méthode directe 136
5.2.1. Conception du banc 136
5.2.2. Modélisation du banc 137
5.2.3. Présentation du banc 142
5.2.4. Méthode et mode opératoire pour l'étalonnage 143
5.2.5. Calcul d'incertitudes de la mesure directe de flux 144
5.2.6. Résultats et interprétations 145
5.3. Conclusion 150
5.4. Bibliographie 151
Conclusion générale 152
Annexes 154

Liste des symboles

a_1	Coefficient spécifique à chaque polynôme d'étalonnage	(W m^{-2} Ω^{-2})
a_2	Coefficient spécifique à chaque polynôme d'étalonnage	(W m^{-2} Ω^{-2})
b_1	Coefficient spécifique à chaque polynôme d'étalonnage	(W m^{-2} Ω^{-1})
b_2	Coefficient spécifique à chaque polynôme d'étalonnage	(W m^{-2} Ω^{-1})
C	Valeur opposée de l'erreur de justesse E_j	
c_0	Coefficient spécifique à chaque polynôme d'étalonnage	(W m^{-2})
c_p	Capacité thermique massique	(J kg^{-1} K^{-1})
D	Taille de cristallite	(nm)
dS	Elément de surface	(m^2)
E_j	Erreur de justesse (de mesure)	
e	Epaisseur	(m)
e_d	Epaisseur du disque	(m)
e_f	Epaisseur du fluxmètre	(m)
e_a	Epaisseur d'aluminium entre les deux thermocouples T_{C1}, T_{C2}	(m)
e_p	Epaisseur du polyamide entre les deux thermocouples T_{C1}, T_{C2}	(m)
f	Fréquence	(Hz)
f_c	Fréquence de coupure	(Hz)
$\overrightarrow{grad\ T}$	Gradient de température au point considéré	(°C)
H_0	Constante sans dimension	
h	Coefficient d'échange convectif	(W m^{-2} K^{-1})
I	Intensité du courant électrique	(A)
K	Constante de Scherrer	(0,89)
k	Facteur d'élargissement	
l	Longueur de la piste résistive	(m)
m	Masse	(kg)
m_p	Masse de la pastille	(kg)
n	Nombre de mesures	
$\vec{n}$	Normale à l'élément de surface dS	
P	Puissance thermique	(W)
Q	Quantité de chaleur reçue par le système	(J)
R	Résistance électrique	(Ω)
Ra	Rugosité arithmétique moyenne minimale	
R_d	Rayon du disque	(m)
R_0	Résistance électrique à la température T_0	(Ω)
R_0^*	Résistance approximative calculée à partir de données physiques à 0 °C	(Ω)
R_1	Résistance électrique face supérieure du capteur	(Ω)
R_2	Résistance électrique face inférieure du capteur	(Ω)

r	Rayon du cylindre	(m)
S	Surface transversale de la piste résistive	(m^2)
S_e	Sensibilité de mesure	($V\ °C^{-1}$)
S_p	Surface de la pastille	(m^2)
$S(t)$	Réponse temporelle du capteur	(Ω)
T	Température	(°C)
T_C	Thermocouple	
T_{centre}	Température centrale	(°C)
T_{c1}	Température thermocouple 1	(°C)
T_{c1a}	Température thermocouple 1 (alliage d'aluminium)	(°C)
T_{c1p}	Température thermocouple 1 (polyamide)	(°C)
T_{c2}	Température thermocouple 2	(°C)
T_{c2a}	Température thermocouple 2 (alliage d'aluminium)	(°C)
T_{c2p}	Température thermocouple 2 (polyamide)	(°C)
T_{c3}	Température au niveau du système de chauffe	(°C)
T_{c4}	Température ambiante	(°C)
$T_{péri}$	Température périphérique	(°C)
T_p	Température à la paroi	(°C)
T_{Ri}	Températures mesurées par les résistances du fluxmètre (i=1,2)	(°C)
T_{ref}	Température de référence pour l'étalonnage	(°C)
T_0	Température de référence	(°C)
$T_{0,p}$	Température initiale de la pastille	(°C)
T_1	Température froide	(°C)
T_2	Température chaude	(°C)
t	Temps	(s)
t_d	Temps de chute	(s)
t_{dc}	Temps de retard à la chute	(s)
t_m	Temps de montée	(s)
t_r	Temps de réponse	(s)
t_{rm}	Temps de retard à la montée	(s)
U	Incertitude élargie	
$U_a(\varphi)$	Incertitude élargie (thermocouples, alliage d'aluminium)	($W\ m^{-2}$)
$U_{,f}(\varphi)$	Incertitude élargie (mesure de flux par fluxmètre)	($W\ m^{-2}$)
U_{int}	Energie interne du système	(J)
$U_p(\varphi)$	Incertitude élargie (thermocouples, polyamide)	($W\ m^{-2}$)
u_A	Incertitude de type A	
u_B	Incertitude de type B	
u_c	Incertitudes composées	
$u_{c,a}(\varphi)$	Incertitude composée (thermocouples, alliage d'aluminium)	($W\ m^{-2}$)
$u_{c,\ Fluxmètre\ x_i}$	Incertitudes composées liée au fluxmètre à étalonner	($W\ m^{-2}$)

$u_{Fluxmètre\ réf}$	Incertitudes type B liées au fluxmètre de référence	(W m^{-2})
$u_{c,f}(\varphi)$	Incertitude composée (fluxmètre)	(W m^{-2})
$u_{c,p}(\varphi)$	Incertitude composée (thermocouples, polyamide)	(W m^{-2})
u_R	Incertitude liée aux résistances à étalonner	(Ω)
u_{temp}	Incertitude liée aux moyens d'étalonnage	(°C)
V	Tension	(V)
V_h	Potentiel haut	(V)
V_0	Potentiel bas	(V)
W	Travail subi par le système	(J)
X	Grandeur mesurée estimée à partir de *n* mesures	
X_i	Mesure indépendante	
x	Axe des abscisses	(m)
α	Facteur d'absorption	(m^{-1})
β	Coefficient de température (TCR)	(°C^{-1})
β_{mh}	Valeur FWHM (Full Width at Half Maximum)	(rad)
ΔT	Différence de température	(°C)
ε	Limite conventionnelle utilisée pour les systèmes d'ordre 1	(%)
θ	Angle de Bragg	(rad)
λ	Conductivité thermique	(W m^{-1} K^{-1})
λ_a	Conductivité thermique de l'alliage d'aluminium	(W m^{-1} K^{-1})
λ_d	Conductivité thermique du disque	(W m^{-1} K^{-1})
λ_f	Conductivité thermique du fluxmètre	(W m^{-1} K^{-1})
λ_p	Conductivité thermique du polyamide	(W m^{-1} K^{-1})
$\lambda_{\text{silicium}}$	Conductivité thermique du silicium	(W m^{-1} K^{-1})
$\lambda_{\text{Cu K}\alpha}$	Longueur d'onde du rayonnement Cu Kα	(nm)
λ_x	Longueur d'onde des rayons X	(nm)
ρ	Résistivité	(Ω m)
ρ_0	Résistivité du matériau à la température T_0	(Ω m)
τ	Constante de temps	(s)
ϕ	Flux thermique	(W)
ϕ_{cond}	Flux de conduction	(W)
ϕ_{conv}	Flux de convection	(W)
ϕ_{ray}	Flux de rayonnement	(W)
φ	Densité de flux thermique	(W m^{-2})
φ_R	Densité de flux rayonné	(W m^{-2})

Introduction générale

Alors que les premiers instruments de mesure de la température datent du XVI^{ème} siècle, les premiers travaux mentionnant des dispositifs de mesure de flux thermique remontent au début du XX^{ème} siècle. En 1914 à Munich, le professeur Henky mesure le flux de chaleur traversant le sol d'une brasserie à partir de l'écart de température de part et d'autre d'une feuille de liège. En 1924, P. Nicholls perfectionne la méthode de mesure en utilisant des thermocouples.

Depuis, les travaux se sont poursuivis jusqu'à aujourd'hui et concernent toutes les branches de l'industrie (énergie, chimie, automobile, aérospatial, environnement, médecine, agroalimentaire). La mesure de flux thermique est primordiale, elle permet d'une part de quantifier les pertes de chaleur à travers une surface et d'autre part d'obtenir des informations sur ce qu'il se passe à l'intérieur du système étudié, sans pour autant avoir besoin de mettre une sonde à l'intérieur. Dans le domaine industriel, la mesure de flux permet de prédire le comportement du système étudié et de suivre la réaction du système à des perturbations thermiques extérieures, et ce bien avant qu'une sonde de température introduite dans le système détecte un changement.

A l'heure actuelle, le coût de l'énergie est en constante augmentation, notamment avec la diminution des ressources en énergies fossiles. Au niveau mondial, le contrôle de la production et de la consommation d'énergie sont des enjeux prioritaires, et s'inscrivent notamment dans le cadre des différents protocoles et conférences. Une voie alternative à l'amélioration des efficacités énergétiques est notamment la récupération de la chaleur fatale issue de la majorité des procédés industriels (chimie, plastiques, papier, carton, raffinage, métaux, agroalimentaire, matériaux non métalliques) : en effet, cette énergie perdue peut atteindre 50 % de l'énergie consommée et constitue un potentiel d'économie d'énergie exploitable. Ces énergies perdues peuvent être divisées en sous-catégories, dont les énergies à basse température (inférieure à 200 °C). Il existe plusieurs pistes de récupération et de valorisation d'énergie à basse température tels que les échangeurs pour la captation et le transfert de chaleur, les machines à cycles de Rankine et de Kalina pour la production d'électricité, les machines à absorption ou à adsorption pour la production de froid, les pompes à chaleur pour la transformation de la chaleur.

Parmi ces technologies, certaines, à base de MEMS, sont de plus en plus utilisées pour la récupération d'énergie pour les microsystèmes (convertisseurs électrostatiques, capacitifs, piezoélectriques, vibratoires, chimiques). La voie des micromachines thermiques reste à explorer et, dans ce cadre restreint, la réalisation de micro-moteurs Stirling fait l'objet d'activités de recherche exploratoires menées notamment par l'Institut FEMTO-ST. Ainsi, la captation de la chaleur par des micro-échangeurs et sa conversion en énergie électrique nécessite, outre la réalisation de microsystèmes spécifiques, la connaissance et la mesure des échanges thermiques entre un fluide et une (micro)paroi. Cette application a guidé notre réflexion première, bien que notre travail ait au final des implications industrielles plus larges.

Généralement très délicates, les mesures de flux de chaleur sont difficiles à mettre en œuvre. Pour assurer une qualité métrologique, les fluxmètres thermiques doivent être justes, fidèles, stables et peu intrusifs. Ces travaux de thèse s'inscrivent dans cette optique avec pour objectif final le développement de nouveaux fluxmètres thermiques répondant aux contraintes liées à la mesure d'un flux thermique dans un micro-moteur Stirling.

Ce mémoire s'organise en cinq chapitres. Le premier chapitre est consacré à une présentation de la mesure de flux thermique et à un état de l'art. Les différents types de fluxmètres existants, issus de travaux industriels ou académiques, sont présentés. Le chapitre se termine par la présentation de nouveaux concepts de fluxmètres thermiques.

Dans le deuxième chapitre, nous présentons les contraintes imposées par la mesure de flux dans un micro-moteur Stirling (en termes de matériaux, température de travail et dimensions). Dans un premier temps, nous présentons la partie conception du fluxmètre thermique, en exposant les choix de type de capteur, de matériaux, de géométries et de formes des capteurs qui nous ont amené à réaliser un fluxmètre thermique à gradient utilisant des sondes à résistances de platine déposées en couches minces. Dans une seconde partie, une étude sur la modélisation du fluxmètre thermique est menée dans laquelle nous avons effectué une étude électrothermique prenant en compte l'effet d'auto-échauffement (lié à la circulation du courant dans les résistances), suivie d'une étude thermique du capteur.

Le troisième chapitre présente les techniques de fabrication et de caractérisation mises en œuvre pour concevoir les capteurs de flux étudiés au chapitre précédent. Ce chapitre s'articule en trois parties. Dans une première partie, les différentes étapes de fabrication de nos capteurs en salle blanche sont abordées. Puis, la seconde partie du chapitre porte sur l'étude de l'influence du recuit sur la cristallinité du platine, et la caractérisation de ces dépôts de platine. Enfin, la dernière partie de ce chapitre porte sur les méthodes d'assemblage des capteurs fluxmétriques.

Le quatrième chapitre est dédié à la caractérisation expérimentale statique et dynamique des résistances du fluxmètre thermique. Ce chapitre s'articule en deux parties. La première partie traite de l'étalonnage statique des sondes à résistances par comparaison à un thermomètre étalon. La deuxième partie présente la caractérisation dynamique des résistances du fluxmètre thermique à l'aide d'un flux laser modulé. Cette étude a pour objectif de déterminer expérimentalement le temps de réponse du capteur dans son environnement.

Enfin, dans le cinquième et dernier chapitre, nous nous focalisons sur la mesure de flux à l'aide du capteur développé dans notre travail. Ce chapitre est divisé en deux parties. La première partie traite de la mesure de flux par une méthode basée sur l'application de la loi de Fourier à partir des mesures de températures par les résistances. La deuxième partie est consacrée à une méthode d'étalonnage direct par comparaison à un fluxmètre de référence, et aux résultats obtenus avec ces capteurs étalonnés. Les bancs d'essais utilisés sont présentés, ainsi que les modélisations. Les incertitudes de mesure associées à chacune des deux méthodes sont présentées et permettent d'en discuter la pertinence. Les résultats obtenus expérimentalement et numériquement sont aussi présentés et comparés.

1. Présentation et état de l’art de la mesure de flux thermique

Ce chapitre est consacré à une présentation du principe de la mesure de flux thermique, des capteurs de flux thermique et à un état de l’art. Après une brève introduction sur le principe général de la mesure de flux, les différents types de capteurs permettant de mesurer un flux traversant une surface sont abordés. Les capteurs commerciaux sont ensuite présentés sous forme synthétique. Les capteurs développés dans la littérature sont également exposés en distinguant les capteurs à base de thermopiles et ceux utilisant des résistances comme élément sensible. Le chapitre se termine par une présentation de travaux sur les perturbations thermiques induites par la pose de capteurs de flux et sur quelques travaux récents qui concernent de nouveaux concepts de fluxmètre et de nouveaux matériaux.

1.1. Le flux thermique et sa mesure

Parmi les principes fondamentaux de la thermodynamique et du transfert de chaleur, le premier principe de la thermodynamique stipule que l'énergie se conserve et peut être transformée d'un état à un autre :

$$dU_{\text{int}} = \delta Q + \delta W \tag{1.1}$$

où dU_{int} est la variation de l'énergie interne du système, δQ est la quantité de chaleur élémentaire reçue et δW est le travail élémentaire subi par le système.

Ainsi, les variations de l'énergie interne d'un système thermodynamique sont liées aux variations de la quantité de chaleur. Cette dernière est échangée suivant les trois modes de transfert : la conduction, la convection et le rayonnement.

Le bilan énergétique des quantités entrantes et sortantes peut donc s'exprimer par :

$$\phi = \frac{\partial}{\partial t}(Q) = \frac{\partial}{\partial t}\left(m\, c_p\, T\right) = \phi_{conv} + \phi_{ray} + \phi_{cond} \tag{1.2}$$

avec m la masse du système, c_p la capacité thermique massique et T la température. En régime instationnaire, la capacité thermique ($m\, c_p$) provoque un retard dans la réponse en température du matériau. En régime permanent, on obtient :

$$\phi_{conv} + \phi_{ray} + \phi_{cond} = 0 \tag{1.3}$$

Le flux thermique est défini par la puissance thermique exprimée en W qui traverse une surface. La densité de flux est définie par la puissance par unité de surface et s'exprime en watts par mètre carré (Wm^{-2}).

Les mesures de flux thermique permettent donc de quantifier les flux énergétiques sous forme thermique dans chaque système, ce que ne permet pas la mesure de température seule. Ces mesures sont donc particulièrement utiles pour étudier les entrées et sorties de tout système énergétique.

Etant de dimensions finies, les fluxmètres thermiques mesurent naturellement la densité de flux thermique. Placés dans un environnement où les trois modes de transfert de chaleur coexistent, les fluxmètres délivrent donc une mesure globale. Ils sont néanmoins très souvent employés comme capteurs de surface mesurant le flux à l'interface entre une paroi et son environnement (cf. Figure 1.1). Dans ce cas, la mesure du flux conductif dans le capteur permet de remonter aux flux convectif et rayonné échangés au niveau de la paroi.

Ces capteurs de flux, en particulier lorsqu'ils sont fixés sur la paroi d'un corps à étudier, ne doivent pas perturber les échanges thermiques. Cela signifie qu'ils doivent avoir des propriétés thermo-physiques similaires (conductivité thermique, émissivité, absorptivité, état de surface...) à celles du corps à étudier et être de dimensions très faibles par rapport à la zone où a lieu le phénomène à étudier. Bien entendu, un capteur présentant des caractéristiques

adaptables à chaque matériau composant les pièces à instrumenter n'existe pas, mais ces critères doivent être un guide de choix du fluxmètre thermique.

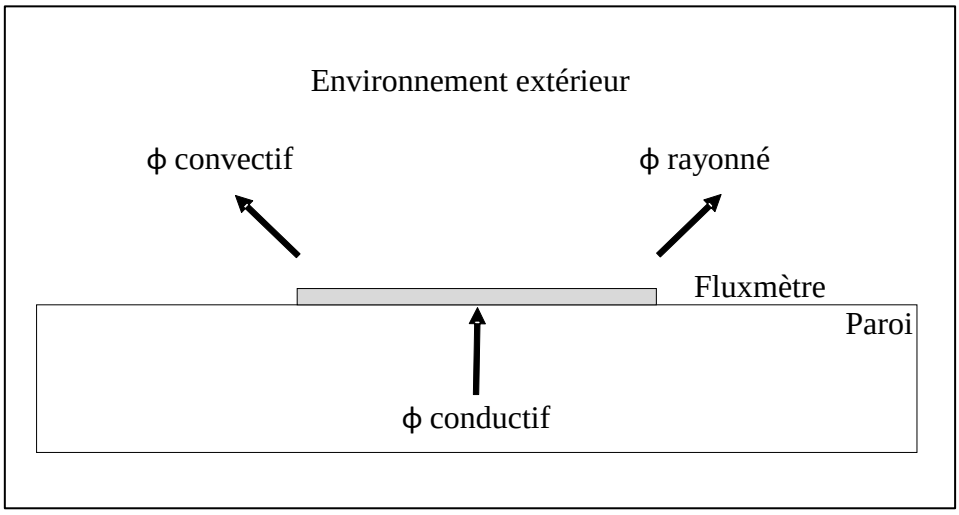


Figure 1.1: Mesure de flux à l'interface d'une paroi

Enfin, comme tout dispositif métrologique, les capteurs de flux doivent être soumis à une étape de calibration, et la mesure doit faire l'objet d'une analyse d'incertitudes.

1.2. Principaux capteurs de flux thermiques

Une étude approfondie des différents principes et technologies de capteurs de flux de chaleur peut être trouvée dans [1]. Dans notre recherche, nous nous consacrons aux capteurs qui mesurent le flux à travers une interface. Quatre familles de capteurs de flux peuvent être distinguées : les fluxmètres à gradient, les fluxmètres à inertie, les fluxmètres actifs (à dissipation ou à méthode zéro) et les fluxmètres enthalpiques.

1.2.1. Fluxmètres à gradient

Parmi les procédés permettant de mesurer le flux de chaleur, l'une des méthodes existantes consiste à mesurer le gradient spatial de température sur un substrat de propriétés thermiques connues [1] [2] [3] [4]. Le flux de chaleur est ensuite déterminé par application de la loi de Fourier.

1.2.1.1. Notions fondamentales - loi de Fourier [2]

La densité de flux thermique (cf. Figure 1.2) qui traverse un élément de surface *dS* de normale $\vec{n}$ est définie par la loi de Fourier en régime permanent :

$$\phi = \vec{\phi} \cdot \vec{\mathrm{n}} = \frac{d\Phi}{dS} = -\lambda \, \overrightarrow{\mathrm{grad}}\, T \cdot \vec{\mathrm{n}} \qquad (1.4)$$

avec λ la conductivité thermique du matériau, $\overrightarrow{grad}\, T$ le gradient de température au point considéré et ϕ le flux.

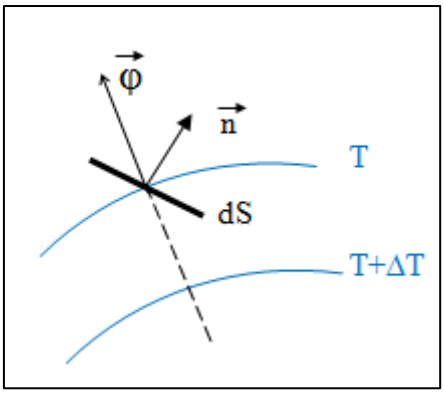


Figure 1.2 : Définition de la densité de flux thermique

Ayant des caractéristiques connues (épaisseur *e* et conductivité thermique λ), le fluxmètre thermique permet donc de mesurer la densité de flux thermique à partir de l'évaluation du gradient de température.

1.2.1.2. Fluxmètres à gradient normal ou tangentiel [5]

Pour de tels fluxmètres, la méthode consiste à mesurer un gradient de température engendré par la diffusion d'un flux thermique au moyen d'un fluxmètre en contact direct avec cette paroi : le flux dans le capteur peut être normal à sa surface ou tangentiel. Dans ces dispositifs, la mesure des différences de température est assurée généralement par une thermopile ou par des sondes à résistance.

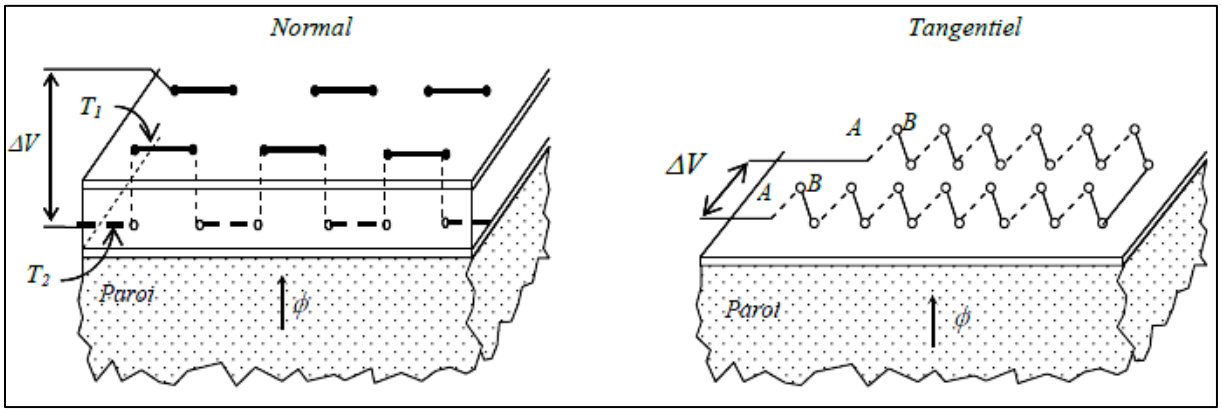


Figure 1.3: Fluxmètre à gradient normal et tangentiel [5]

La mesure du gradient de température entre les deux faces d'un fluxmètre à gradient normal (cf. Figure 1.3) d'épaisseur *e* et de conductivité thermique λ permet de remonter à la densité de flux thermique pour un flux unidirectionnel, soit par application de la loi de Fourier en régime permanent, soit par étalonnage direct en flux thermique.

Un fluxmètre à gradient tangentiel (cf. Figure 1.3) permet, quant à lui, de mesurer la densité de flux thermique grâce à une hétérogénéité de température dans le plan de mesure. Dans ce cas, les mesures des densités de flux thermique nécessitent un étalonnage direct en flux thermique.

– Fluxmètre à gradient normal de type Schmidt-Boelter [6]

Les capteurs de type Schmidt-Boelter appliquent le principe du fluxmètre à gradient de température normal (ou axial). Ce capteur est utilisé depuis le milieu des années 1950 et particulièrement dans le domaine aérospatial depuis la fin des années 1970. Il mesure la différence de température au travers d'un wafer de conductivité thermique élevée, habituellement en aluminium anodisé isolé électriquement. Autour de ce wafer, un fil nu en constantan d'environ 0.5 mm de diamètre est enroulé. Cette géométrie est illustrée sur la Figure 1.4. L'ensemble fil / wafer est galvanisé d'un côté (en haut et en bas) avec du cuivre, ce qui forme plusieurs couples thermoélectriques de type T (Cuivre/Constantan). Les jonctions sont situées à l'interface du métal déposé. Le wafer et le fil sont placés dans le corps du capteur, qui fonctionne comme un dissipateur de chaleur. L'ensemble du wafer est ensuite entouré d'un matériau d'enrobage (Syncast® 2762) afin d'avoir une surface lisse et de protéger la tête du capteur.

Lors de la mesure de la densité du flux thermique, le gradient normal de température est détecté au niveau des jonctions des couples thermoélectriques entre le haut et le bas de la surface de la plaquette. Dans ce cas, la sensibilité est directement proportionnelle au nombre de spires enroulées autour de la plaquette. Pour un nombre *N* de tours, nous obtenons *N* paires de jonctions thermo-électriques, à savoir *N*/2 thermocouples, ce qui forme une thermopile.

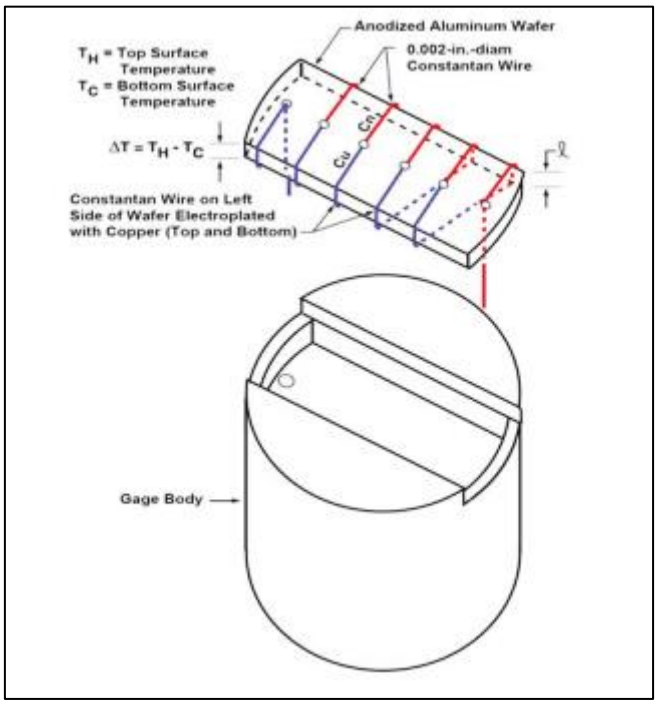


Figure 1.4 : Croquis de capteur de type Schmidt-Boelter [6]

– Fluxmètre à gradient tangentiel de type Gardon [2]

Le fluxmètre de type Gardon fait partie de la famille des fluxmètres à gradient tangentiel. Il est plutôt destiné à mesurer des flux par rayonnement.

Ce fluxmètre est constitué d'un cylindre massif en cuivre soudé sur un disque métallique en constantan (Cuivre-Nickel). Ces deux matériaux constituent le couple thermoélectrique. Le circuit thermoélectrique est fermé par un fil en cuivre soudé au centre du disque en constantan et le cylindre en cuivre est maintenu à température constante par un circuit de refroidissement (cf. Figure 1.5).

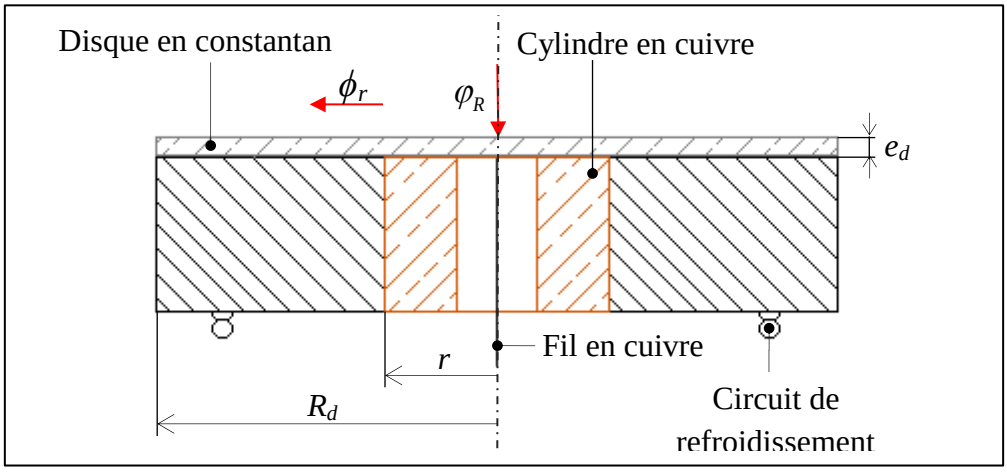


Figure 1.5: Schéma simplifié du fluxmètre de Gardon [2]

Le rayonnement est reçu sur le disque en constantan et est évacué radialement par le cylindre en cuivre. La densité de flux rayonné φ_R traversant le disque récepteur de rayon R_d, d'épaisseur e_d et de conductivité thermique λ_d s'exprime en régime permanent par :

$$\varphi_R = 4\frac{\lambda_d\, e_d}{\alpha\, R_d{}^2}\left(T_{centre} - T_{péri}\right) \qquad (1.5)$$

avec α le facteur d'absorption de la surface réceptrice et $(T_{centre} - T_{péri})$ la différence de température entre le centre du capteur et sa périphérie.

Avec ce type de capteur fluxmétrique, il est important de tenir compte du transfert par rayonnement et par convection entre la face intérieure du disque et le capteur, ainsi que des fuites dues au fil central. Ce fluxmètre étant inséré dans le matériau, il induit des perturbations thermiques et mécaniques.

1.2.2. Fluxmètres à inertie [2]

Les fluxmètres à inertie (cf. Figure 1.6) absorbent une partie du flux à mesurer sur la face noircie d'une petite pastille (d'une surface de l'ordre de un centimètre carré) d'un matériau bon conducteur thermique. Cette pastille, fixée sur le support capteur par des tiges de liaison, est liée à un couple thermoélectrique.

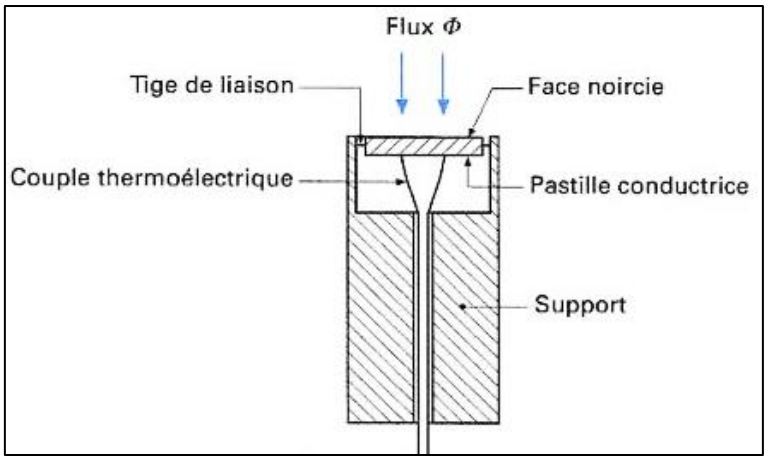


Figure 1.6 : Schéma simplifié du fluxmètre à inertie [2]

La pastille échange de la chaleur avec son environnement à travers une surface S_p avec un coefficient d'échange h. La température de la pastille, prise initialement à $T_{0,p}$ et considérée comme uniforme, a pour expression :

$$T_p = T_{0,p} + \frac{\phi}{hS_p}\left[1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right)\right] \quad (1.6)$$

avec :

$$\tau = \frac{m_p\, c_p}{h\, S_p} \quad (1.7)$$

m_p et c_p étant respectivement la masse de la pastille et sa capacité thermique massique. Ce fluxmètre exploite donc la réponse du matériau à des conditions instationnaires.

A l'aide de ce type de capteur, Poncin [7] a mis en œuvre des méthodes impulsionnelles permettant de caractériser des impulsions de flux thermique et surtout d'étalonner des impulsions laser.

1.2.3. Fluxmètre à dissipation ou à méthode zéro

1.2.3.1. Fluxmètre à température asservi [2] [8]

Ce type de fluxmètre thermique est destiné à la mesure de la densité de flux thermique émise par un corps et dissipée à l'extérieur par la paroi. Généralement, le fluxmètre à température asservie est constitué d'une résistance électrique chauffante superficielle, thermiquement isolée par une couche isolante relativement mince.

Pour atteindre l'équilibre thermique, la résistance électrique est chauffée de façon à ce que sa température soit égale à la température de la surface qui l'entoure. Ceci implique que la paroi soit suffisamment thermiquement conductrice et que la surface du capteur soit petite par rapport à la paroi.

Une fois l'équilibre thermique atteint, la densité de flux thermique dissipée dans la résistance électrique par effet Joule est égale à celle échangée par la paroi du corps à étudier.

L'inconvénient de ce type de fluxmètre thermique est qu'il ne peut fonctionner que pour des régimes permanents, ou lentement variables, car le temps de réponse du capteur doit être très petit par rapport à la variation du flux dans le corps à étudier.

1.2.3.2. Fluxmètre à méthode de zéro [9] [10]

Le fluxmètre à méthode de zéro est un fluxmètre à gradient sur lequel est déposée une résistance chauffante superficielle. En plus de cette résistance, ce type de fluxmètre comporte soit une thermopile, soit un couple thermoélectrique monté en différentiel sur les deux surfaces du substrat. La résistance électrique est branchée à un générateur de courant et à un régulateur de tension. La mesure du courant et de la tension permet de calculer la puissance dissipée dans la résistance chauffante (cf. Figure 1.7).

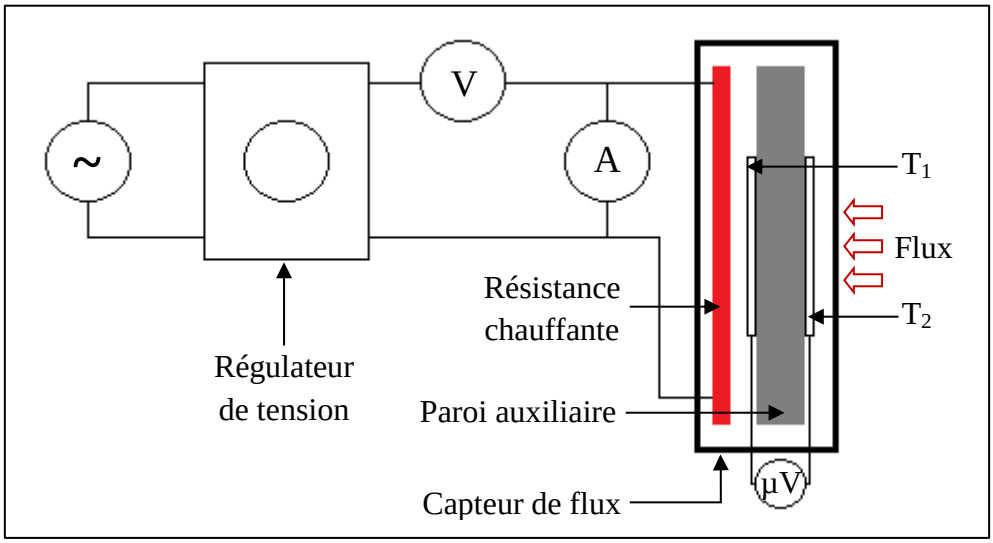


Figure 1.7: Fluxmètre à méthode de zéro [9] [10]

Le fluxmètre à méthode de zéro peut mesurer la densité de flux thermique par deux méthodes :

- si la résistance chauffante n'est pas alimentée, une force électromotrice (délivrée par une thermopile ou par un couple thermoélectrique) proportionnelle au gradient de température permet de remonter à la densité de flux thermique suite à un étalonnage : c'est le principe du fluxmètre à gradient ;
- si l'on alimente la résistance chauffante et que le couple thermoélectrique ou la thermopile enregistre un gradient nul au niveau de la paroi auxiliaire, alors la puissance dissipée dans la résistance permet de remonter à la densité du flux thermique si la résistance chauffante est placée sur la face opposée de la propagation du flux.

Ce type de fluxmètre thermique présente deux avantages :

- la mesure de la densité du flux thermique ne dépend ni de la conductivité thermique de la paroi auxiliaire, ni de la sensibilité des couples thermo-électriques ;

– étant donné que la résistance chauffante dissipe le flux d'étalonnage, le fluxmètre peut être étalonné sur place une fois qu'il est posé sur une paroi isolante.

1.2.4. Fluxmètre enthalpique [2]

Contrairement au fluxmètre à dissipation, le fluxmètre enthalpique permet de mesurer le flux entrant dans la paroi. Pour mesurer la densité du flux thermique, le fluxmètre enthalpique remplace un élément de surface tout en restant isolé du corps à étudier (cf. Figure 1.8).

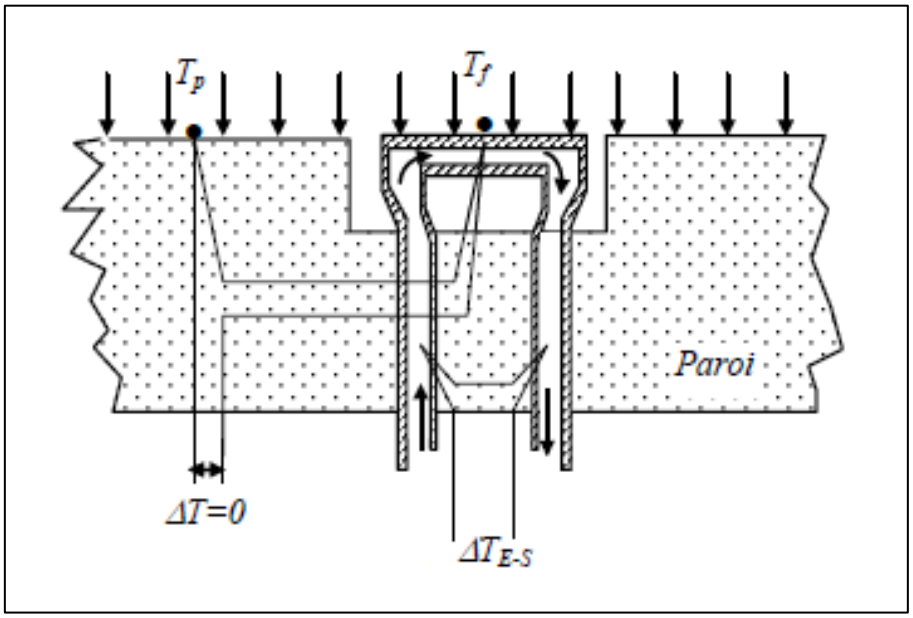


Figure 1.8 : Fluxmètre enthalpique [5]

La circulation d'un fluide thermostaté prélève un flux de chaleur égal à la différence des débits enthalpiques sortie-entrée. Pour atteindre l'équilibre thermique, la température du fluide doit être ajustée de telle sorte que le gradient de température (mesuré par deux couples thermo-électriques) soit nul entre les températures de surface du fluxmètre T_f et de paroi T_p. Comme le fluxmètre à température asservie, ce type de fluxmètre thermique ne peut fonctionner que pour des régimes lentement variables.

1.3. Principaux fluxmètres commercialisés

Les capteurs de flux commerciaux sont majoritairement basés sur une technologie de fluxmètre à gradient mesuré à l'aide d'une thermopile [11] [12] [13] [14] [15] [16] [17] [18] [19]. Une synthèse des principaux fournisseurs et des caractéristiques de leurs capteurs est présentée dans le Tableau 1.1.

Fabriquant	Référence	Gamme ($W\ m^{-2}$)	Dimensions	Epaisseur (mm)	Temps de réponse (s)	Sensibilité ($\mu V/W\ m^{-2}$)	Température de fonctionnement (°C)
Captec			$10\times10\ mm^2$	0,42	15×10^{-2}	0,3	Jusqu'à 200
			$50\times50\ mm^2$			0,75	
			$100\times100\ mm^2$			30	
			$15\times130\ mm^2$			6	
			Ø 30 mm			2	
			Ø 10 mm			0,62	
GreenTeg	gSkin-XM	150×10^3	$4\times4\ mm^2$	0,5	0,7	1,5	-50 à 150
Hukseflux	HF05	6000	Ø 40 mm	5		15	-30 à 70
	HFP01	2000	Ø 80 mm			60	-30 à 70
	HFP03	2000	Ø 171 mm			500	-30 à 70
Rdf	HFS-c	95000	$11,7\times47mm^2$	0.18	0.6	0,82	-149 à 149
Vatell	TG9000	10^5-5×10^6	Ø 25 mm			0,1	800
	HFM6-D		Ø 6 mm		17×10^{-6}	0,1	
	HFM8-E/H		Ø 6 mm		17×10^{-6}	0,015	
Wuntronic	F	9500	$15,8\times24\ mm^2$	2.8	14	9,1	-30 à 150
	FR75-D	10000	Ø 19 mm	2		14,5	
	FM	9500	$8,6\times19\ mm^2$	2,3	3	7,9	

Tableau 1.1: Caractéristiques des différents fluxmètres commercialisés

1.4. Etude bibliographique des fluxmètres à gradient

Pour la plupart des capteurs commerciaux (cf. Tableau 1.1), le gradient de température est mesuré par des thermocouples connectés en série et formant une thermopile. Mais, ce gradient de température peut également être mesuré par des résistances variables avec la température. Une thermopile présente l'avantage de fournir directement une tension liée au gradient de température sans avoir besoin d'une alimentation électrique. D'un autre côté, un capteur de flux à résistances présente plusieurs avantages : il fournit des mesures précises de température de chaque côté du substrat, la fabrication est plus facile car elle ne nécessite qu'un seul métal, et la résistance aux perturbations électromagnétiques est également meilleure.

Plusieurs auteurs ont développé et calibré des capteurs de flux de chaleur en utilisant des thermocouples connectés en thermopile ou des sondes à résistance. Dans tous ces capteurs, un

étalonnage approprié est un enjeu majeur. Les méthodes d'étalonnage sont liées au type de transfert thermique prévu pour être mesuré par le capteur : conduction, convection ou rayonnement [20] [21] [22] [23] [24]. Un étalonnage par comparaison peut être réalisé en utilisant une sonde de référence parcourue par le même flux de chaleur. Une méthode avec un capteur auxiliaire peut être utilisée lorsque la sonde de référence mesure le flux de pertes, le flux de chaleur appliqué étant connu avec précision [25]. Les méthodes d'étalonnage dépendent également de l'installation du capteur de flux de chaleur : inséré ou monté en surface. Une étude des différentes difficultés de l'étalonnage est donnée par [26].

1.4.1. Fluxmètres à base de thermocouples

En 1980, les travaux initiés par Théry, Maréchal, Duthoit et Pauquet ont conduit à développer un capteur de flux de chaleur réalisé à partir de thermocouples [27] [28]. Les thermocouples sont fabriqués à partir d'un film de cuivre déposé par voie électrolytique sur du constantan. L'étalonnage est fait en utilisant un substrat connu entre deux plaques à une température régulée. Ils ont également développé des méthodes de traitement des mesures de flux et ont montré qu'il est possible d'identifier les caractéristiques d'un matériau à deux couches superposées par analyse de l'évolution des flux de chaleur entrant dans la bicouche au travers des deux fluxmètres thermiques placés de part et d'autre de l'échantillon [29].

En 1991, Hager *et al.* [30] ont développé un capteur de flux de chaleur sur un substrat en verre et silicium. Le capteur utilise une thermopile. L'étalonnage statique a été effectué sur un mode convectif, et la réponse transitoire a été mesurée, avec et sans revêtement noir en surface, en appliquant un échelon en mode radiatif. La présence du revêtement augmente le temps de réponse, car son épaisseur est comparable à l'épaisseur du substrat.

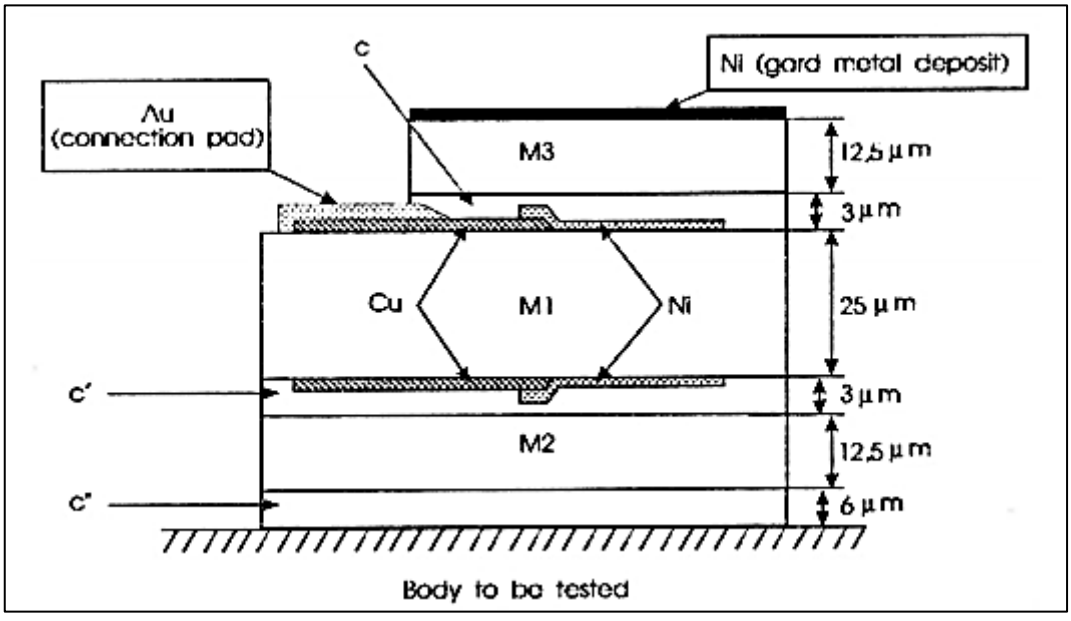


Figure 1.9 : Fluxmètre thermique à gradient normal utilisant un film mince et deux thermopiles [31]

Kayser *et al.* [31] à l'ONERA ont conçu un capteur de flux de chaleur à gradient utilisant un film mince de Kapton et des thermopiles (cf. Figure 1.9). Les capteurs sont calibrés suivant

deux méthodes : un étalonnage en flux conductif entre deux systèmes de chauffage à des températures différentes et un étalonnage en flux radiatif avec un laser.

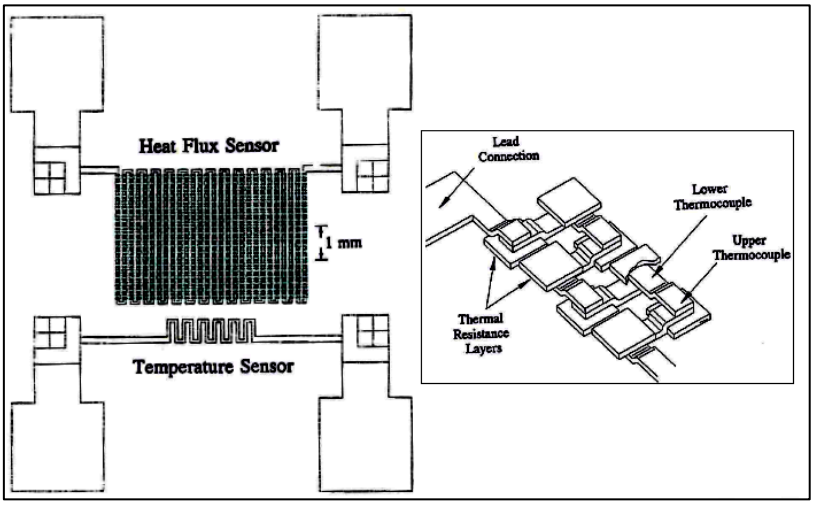


Figure 1.10 : Schéma du micro capteur de flux thermique [32] [33]

Holmberg *et al.* [32] [33] ont présenté une nouvelle méthode de calibration d'un micro fluxmètre thermique (cf. Figure 1.10) pour des utilisations en régime convectif à l'intérieur d'une installation avec un transfert de chaleur élevé et un temps de réponse rapide d'environ 6 µs. Le micro capteur de flux thermique mesure simultanément la densité de flux de chaleur et la température à partir de deux capteurs fabriqués sur le même substrat.

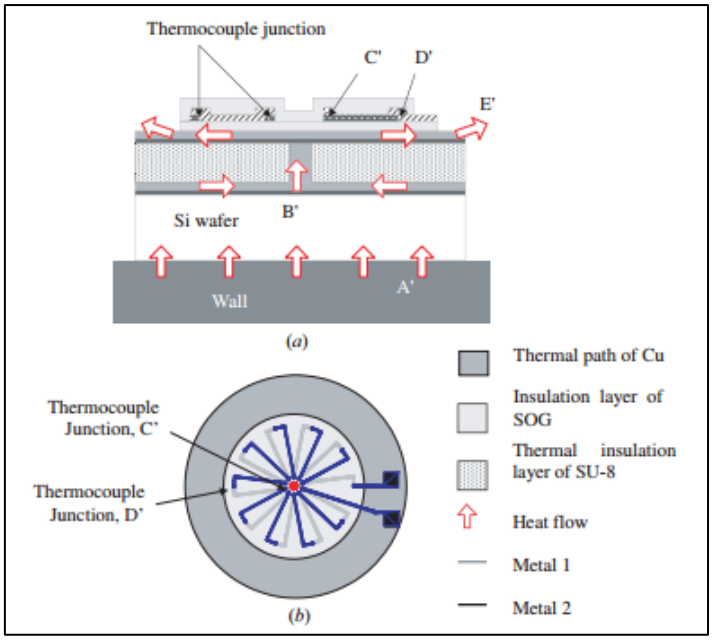


Figure 1.11 : Modèle de fluxmètre thermique réalisé sur un film circulaire [34]

En 2001, Oh *et al.* [34] ont réalisé un capteur de flux de chaleur sur un film circulaire composé de chemins thermiques différents et d'une thermopile (cf. Figure 1.11). Le chemin thermique est réalisé par une méthode de type LIGA avec de la résine SU-8 de rapport d'aspect élevé et sur laquelle est déposée du cuivre par voie électrolytique. L'étalonnage est

effectué dans un environnement convectif semblable à celui proposé par Holmberg *et al*. [32] [33].

En 2004, pour mesurer le flux de chaleur dans les circuits intégrés, Rencz *et al.* [35] ont développé un capteur de flux thermique à gradient basé sur une thermopile (cf. Figure 1.12). Le capteur est constitué d'une couche mince de silicium métallisée sur les deux surfaces, ce qui permet de constituer les jonctions des thermocouples silicium-métal. Les valeurs de sensibilité, la fréquence de coupure, la dépendance à la température et la résolution sont calculées et évaluées.

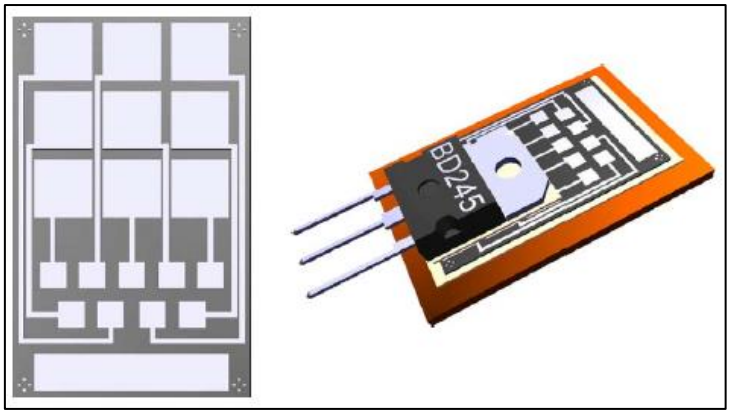


Figure 1.12 : Photographie et modèle 3D du capteur de flux de chaleur dans les circuits intégrés [35]

Dans la même période, Yala-AitHammouda *et al*. [36] ont commencé à développer un capteur de flux thermique à gradient tangentiel à l'aide d'une thermopile. Ils ont utilisé une technologie CMOS et des thermocouples silicium-or (cf. Figure 1.13). Avec ce capteur fluxmétrique, un flux de chaleur incident est converti en gradient périodique superficiel par des blocs de silicium poreux. Ce capteur, de surface 5 × 5 mm^2 et d'épaisseur 400 µm, a été étalonné en rayonnement.

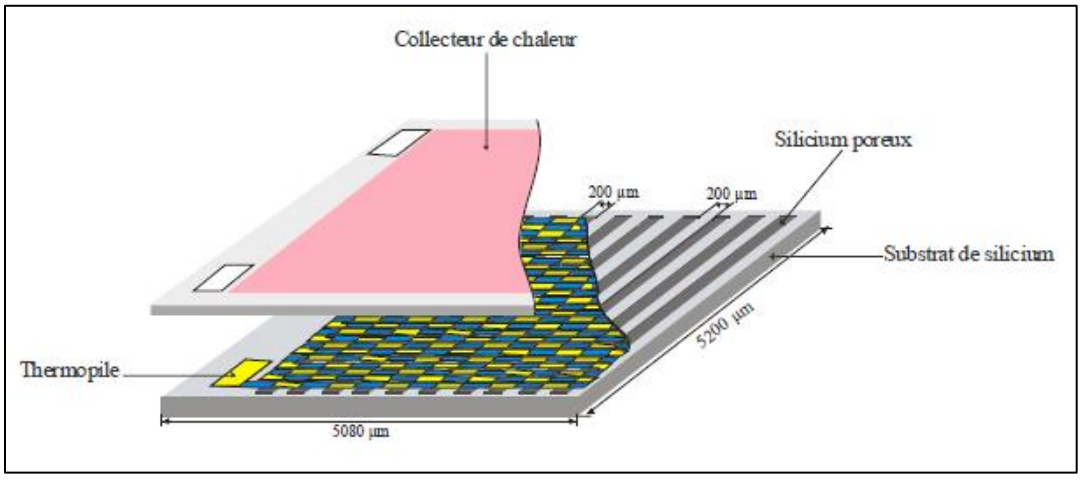


Figure 1.13 : Modèle éclaté du fluxmètre thermique développé par Yala-AitHammouda *et al*. [36]

En 2010, Pullins and Diller [37] ont mis au point un capteur de flux de chaleur à haute température capable de mesurer simultanément la température de la surface de la thermopile et le flux thermique à des températures de capteur pouvant atteindre 1000 °C. Ils ont

développé un nouveau système d'étalonnage en rayonnement à grand angle (cf. Figure 1.14) avec une sonde de référence de type Schmidt-Boelter. L'incertitude de mesure est calculée à partir des données du fabricant de la sonde de référence et une technique de perturbation séquentielle pour l'incertitude du facteur de correction.

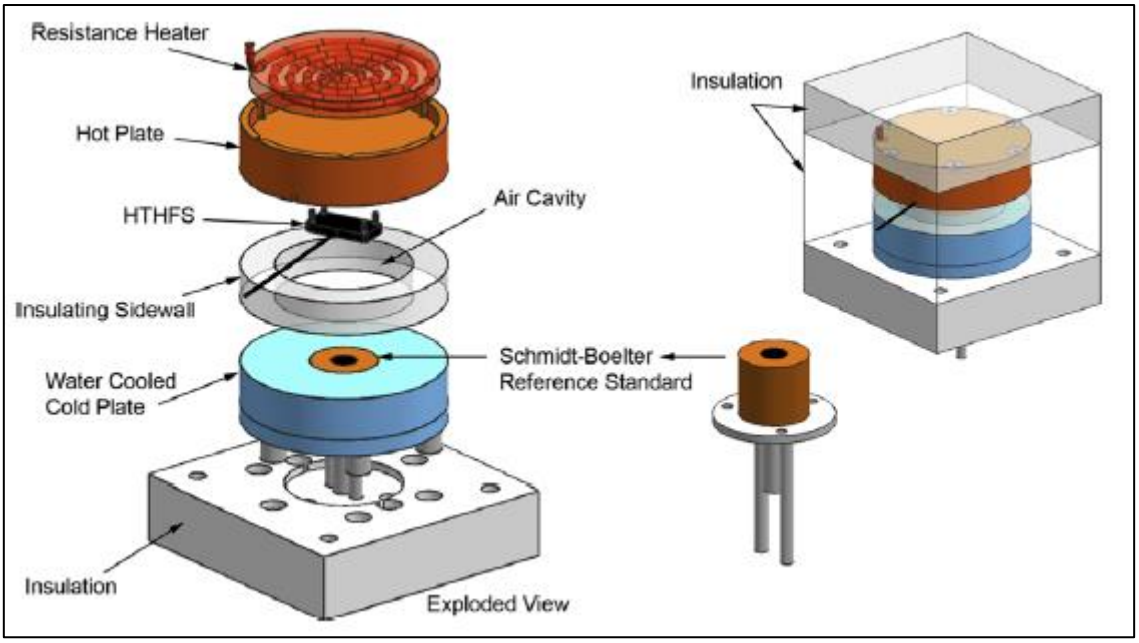


Figure 1.14 : Modèle 3D du système d'étalonnage en rayonnement à grand angle [37]

Wilson *et al*. [38] ont réalisé en 2010 un capteur de flux de chaleur de type gradient en couche mince afin de mesurer le transfert de chaleur à partir de la source de chaleur d'un convertisseur de Stirling. Le substrat est fabriqué à partir de céramique. Toujours en 2010, Ewing *et al*. [39] ont également développé un fluxmètre à gradient sur film mince en Kapton en utilisant des thermocouples cuivre-nickel. La calibration est réalisée en convection dans la zone de stagnation d'un écoulement.

En 2012, Li *et al.* [40] ont conçu un fluxmètre de type Gardon amélioré pour mesurer le flux de chaleur et la température à la paroi d'une chambre de combustion de supers statoréacteurs. Le capteur, basé sur une thermopile, a été calibré par deux sources de chaleur et une cavité corps noir.

En 2014, Jasperson *et al.* [41] ont fabriqué un micro capteur de flux de chaleur sur une surface en cuivre en utilisant une combinaison de lithographie et micro fraisage. Les capteurs sont étudiés pour permettre des mesures de transfert de chaleur sur une ailette individuelle d'un dissipateur thermique.

1.4.2. Fluxmètres à base de sondes à résistance

En 1980, Andretta *et al*. [42] ont réalisé un capteur de flux thermique à base de thermo-résistances (cf. Figure 1.15) permettant de mesurer à la fois les flux de chaleur locaux et leurs valeurs moyennes pour connaître les performances de capteurs solaires. Le capteur de flux de chaleur est constitué de deux bobines de fil de cuivre disposées de chaque côté d'un disque de plexiglas. L'étalonnage est effectué par deux méthodes. Tout d'abord, un flux de chaleur

connu est imposé à travers le capteur. Ce flux de chaleur est obtenu en utilisant un chauffage par effet Joule d'un côté du capteur. Une plaque thermostatée à la même température assure que toute l'énergie électrique est convertie en flux de chaleur à travers le capteur. Les incertitudes de mesure proviennent du manque de connaissance sur la surface réelle de l'élément chauffant et sur les pertes. Un deuxième procédé d'étalonnage consiste à forcer le flux de chaleur à travers l'air entre deux plaques thermostatées. Le flux de chaleur est alors déduit des lois de conduction et rayonnement.

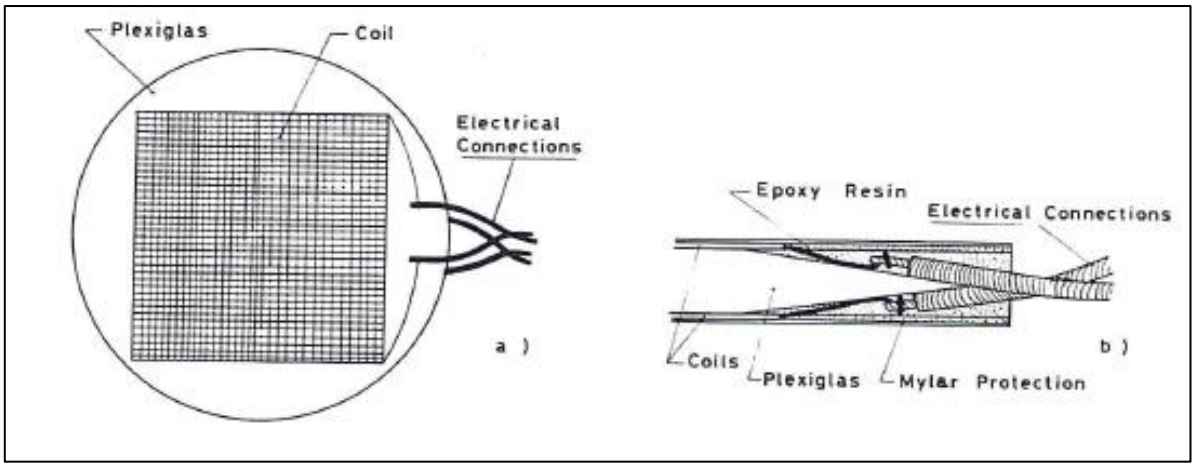


Figure 1.15 : Schéma du capteur fluxmétrique développé par Andretta *et al.* [42]

Klems and DiBartolomeo [43] ont développé, en 1982, des capteurs de flux de chaleur (cf. Figure 1.16) qui mesurent un faible transfert spatial non uniforme sur de grandes surfaces. Ces prototypes servent à étudier la performance de l'isolation des bâtiments, que ce soit pour améliorer leur efficacité énergétique ou afin de déterminer le comportement des applications solaires passives. Ils ont conçu un capteur de flux de chaleur basé sur une mesure de résistance en régime périodique. Le capteur présente une surface de mesure de 0,09 m^2 et est constitué d'un fil de nickel sur un substrat en fibre de verre. L'isolant est une résine phénolique en nid d'abeille. L'étalonnage a été effectué en utilisant la méthode de la plaque chaude gardée. La constante d'étalonnage du capteur présente une faible dépendance non linéaire sur la température du capteur, sur le différentiel de valeurs de résistance entre les deux faces du capteur et sur la valeur du flux de chaleur.

Dans le but d'améliorer des convertisseurs d'énergie, tels que les moteurs à combustion interne et les turbines à gaz, Epstein *et al.* [44] ont développé, en 1986, un capteur de flux de chaleur pour mesurer un flux dynamique (jusqu'à 100 kHz). Ce capteur est constitué de résistances de nickel de 10 nm d'épaisseur déposées sur un substrat en polyimide de 25 µm d'épaisseur. Le capteur est monté sur la pièce à instrumenter. Dans la même période, Hayashi *et al.* [45] ont proposé une autre solution : deux résistances de nickel déposées par pulvérisation de chaque côté d'un substrat d'oxyde de silicium.

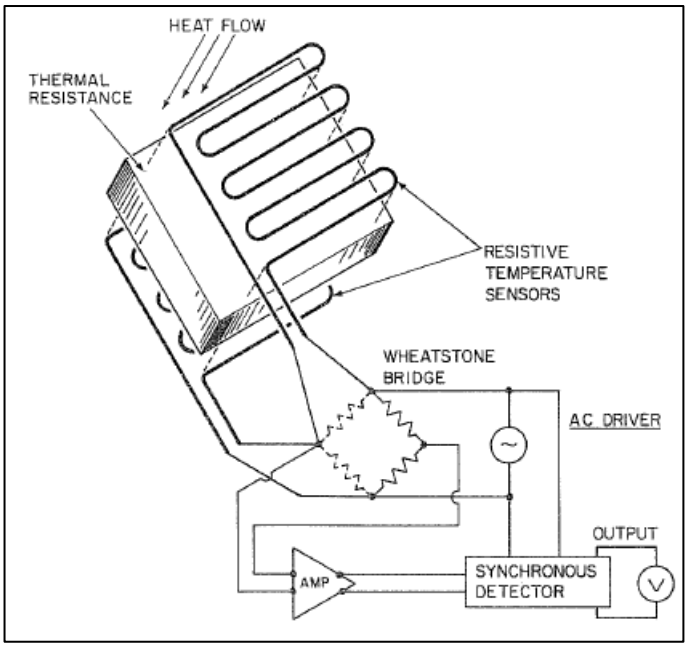


Figure 1.16: Représentation schématique du capteur fluxmétrique [43]

En 2002, Fralick *et al*. [46] ont développé un capteur à base de résistances en platine insérées dans un pont de Wheatstone. Le substrat est de l'alumine. Le capteur peut être utilisé comme capteur de type à gradient lorsque les deux faces sont utilisées.

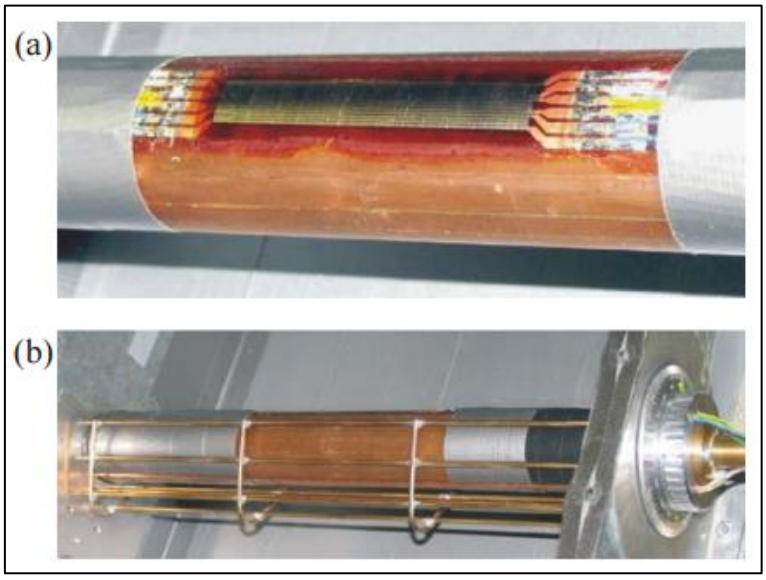


Figure 1.17 : Photographie du capteur de flux de chaleur développé par Mocikat et Herwig [47]

Mocikat et Herwig ont mis au point, en 2009, un capteur de flux de chaleur (cf. Figure 1.17) constitué de résistances de nickel sur un substrat en polyimide [47]. L'étalonnage du capteur est effectué en déterminant le rapport des coefficients de température des résistances (TCR) et en mesurant le rapport entre la conductivité et l'épaisseur de la sonde dans une expérience où le flux de chaleur est connu. Les erreurs systématiques qui surviennent lors de la mise en œuvre du capteur sont comptabilisées par un coefficient d'ajustement thermique.

Toujours en 2009 et avec une sonde à résistance réalisée à partir de couches minces (cf. Figure 1.18), Post *et al.* [48] ont étudié différents modes de transferts de chaleur. Cette étude a été effectuée à différentes tensions d'entrée, différentes pressions (allant de la pression atmosphérique au vide) et pour deux classes de plates-formes : isolants thermiques (laine de verre et céramique) et conducteur thermique (bloc d'aluminium).

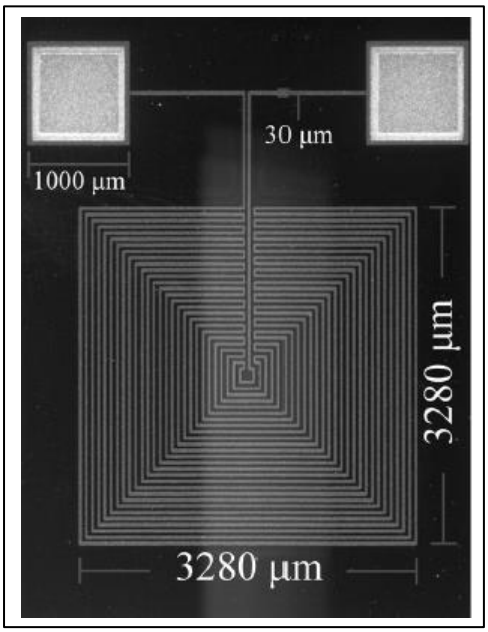


Figure 1.18 : Photographie du film mince de la sonde à résistance [48]

Hamadi *et al.* [49] ont développé en 2012 des micro-capteurs pour la mesure de température et de flux dans des micro canaux (cf. Figure 1.19). Leur capteur est composé de 40 sondes à résistance en or, d'épaisseur 85 nm, déposées sur un substrat en verre Borosilicate. Des techniques de lithographie et d'évaporation ont été utilisées pour la micro-fabrication. Avec un montage potentiométrique, l'auto-échauffement a été étudié et les sensibilités obtenues sont de l'ordre de 37,8 μVK^{-1}.

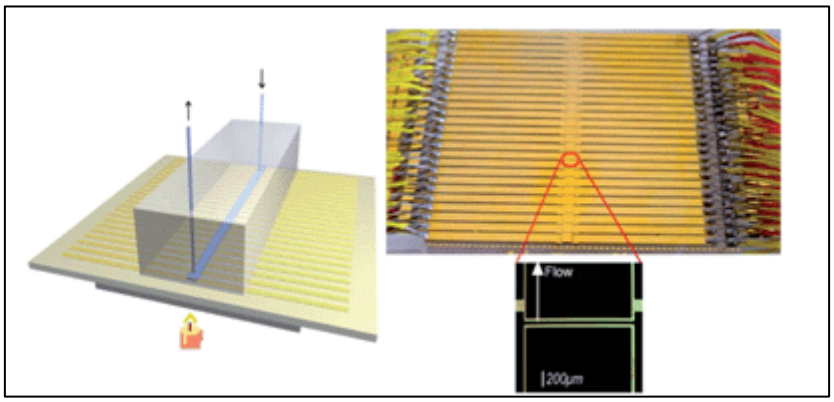


Figure 1.19 : Photographie des sondes à résistances placées dans des monocanaux [49]

Aamar *et al.* [50] ont développé, en 2013, un micro fluxmètre basé sur ce même principe et l'ont appliqué à la mesure de flux dans un microréacteur. Ce micro fluxmètre comporte des sondes à résistance en or d'épaisseur 85 nm et connectées à un pont de Wheatstone par une

méthode 3 fils. Le substrat est du verre borosilicate de surface 80 × 80 mm^2 et d'épaisseur 1,1 mm (cf. Figure 1.20). Les couches minces ont été déposées par évaporation : une couche d'accroche en chrome de 5 nm puis une couche d'or. Les dispersions sur les différentes résistances ont nécessité un étalonnage en place réalisé à l'aide de thermocouples.

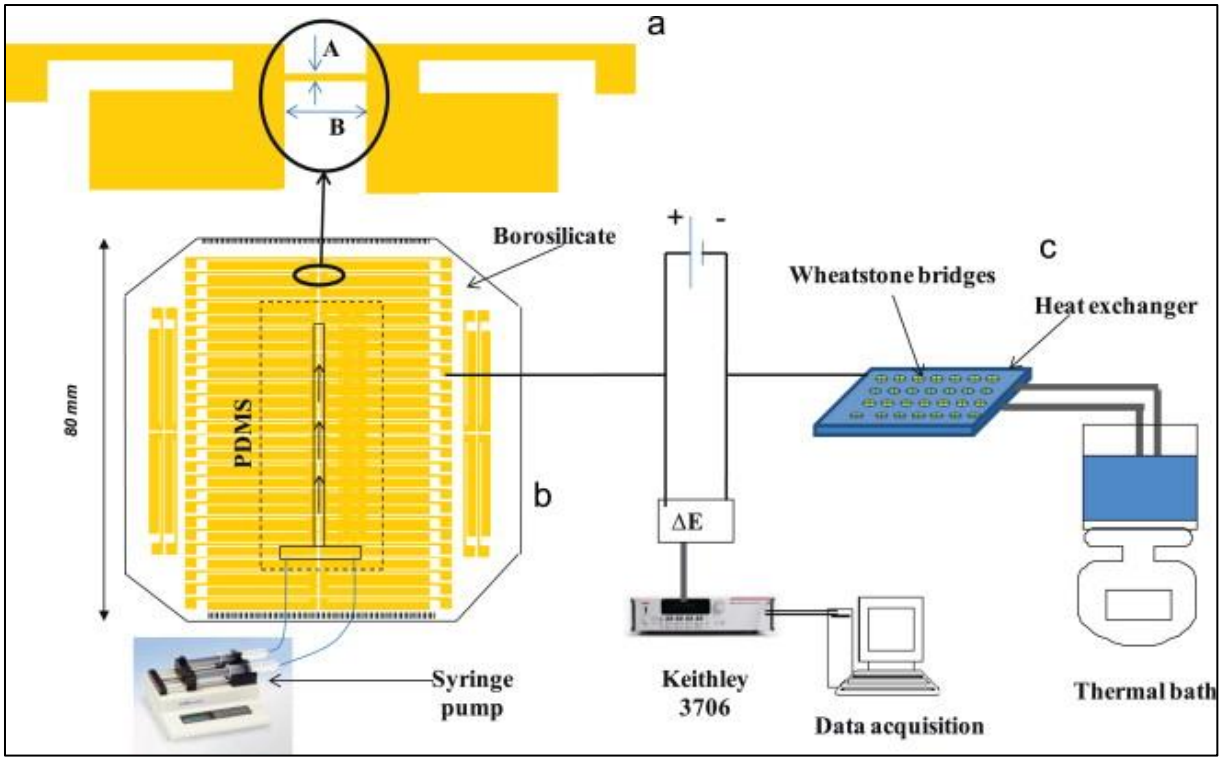


Figure 1.20 : Schéma simplifié des micros fluxmètres et du montage de mesure de flux thermique [50]

Entre 2011 et 2013, Azerou *et al.* [5] [51] ont développé des capteur de flux de chaleur sous la forme de résistances en couches minces (cf. Figure 1.21). Les résistances en cuivre d'épaisseur 9 µm sont déposées sur un substrat polyimide d'épaisseur 25 µm. Ces résistances ont été étalonnées individuellement et l'auto-échauffement a été étudié. La caractérisation en flux du capteur est réalisée avec un flux de chaleur connu entre deux plaques.

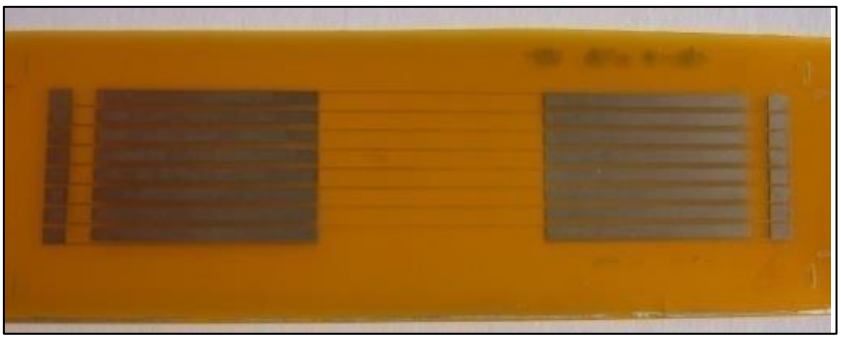


Figure 1.21 : Photographie des résistances en couche mince [5]

Plus récemment, D'Aleo *et al.* [52] [53] ont utilisé des sondes à résistance en platine (cf. Figure 1.22) pour des mesures de température et de flux de chaleur dynamiques, dans des tubes soumis à une fatigue thermique dans l'industrie nucléaire. Le substrat est en verre borosilicate de dimensions 40 × 53 mm^2 et d'épaisseur 750 µm. Pour réaliser la sonde à

résistance, 15 nm de chrome comme couche d'accroche puis 100 nm de platine sont déposés. Les sondes ont suivi un étalonnage statique pour mesurer le flux thermique.

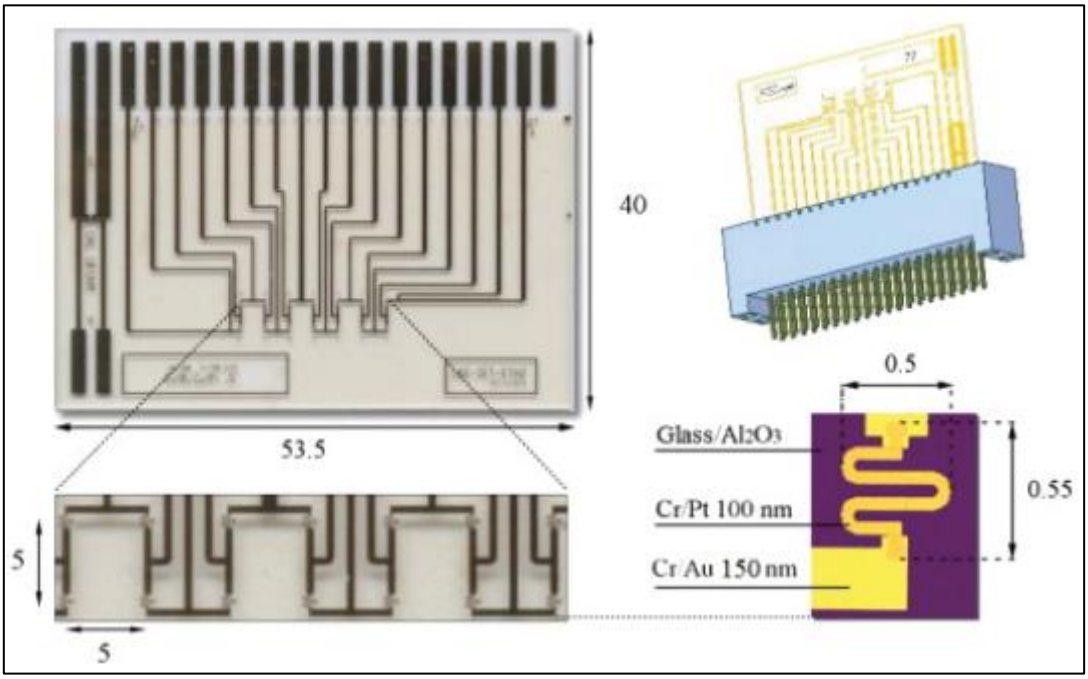


Figure 1.22 : Modèle du fluxmètre thermique et photographie des sondes à résistances en platine [53]

1.5. Capteurs intrusifs et perturbations

Le fluxmètre modifie les échanges thermiques dans la zone de mesure car tout capteur placé sur une paroi modifie les lignes de flux thermique (effets de micro et de macro constriction) [54] [55] [56]. Des auteurs ont essayé de quantifier l'importance de l'erreur apportée par la présence du capteur.

Schultz et Jones [57] ont étudié l'impact de leur capteur en couches minces sur la mesure de flux instationnaire dans le cadre d'une application aéronautique.

Threthowen [58] a étudié les erreurs de mesure avec montage en surface des capteurs de flux de chaleur dans une application liée au bâtiment. Il a conclu que les erreurs de mesure peuvent être quantifiées avec une précision modérée sur une large gamme de conditions de fonctionnement. Deux méthodes d'évaluation des erreurs ont été proposées. Une première méthode consiste en un modèle numérique du bâtiment, avec et sans capteur. Il est possible d'obtenir par calcul les limites supérieures et inférieures absolues de l'erreur de mesure. Trois régimes de fonctionnement, appelés loi de puissance, régime contrôlé par la surface, et régime contrôlé par l'isolation, sont apparus. Dans les deux derniers régimes, la résistance thermique de surface et la résistance thermique de contact ont une faible influence sur l'erreur totale. La seconde méthode est basée sur une étude analytique faite par Weir [59] sur une plaque isolante sur un support conducteur.

Frim et Ducharme [60] ont étudié les erreurs de mesure de flux chaleur dans le domaine biomédical. Le capteur de flux thermique est inséré entre la peau et une couche d'isolation

(vêtements, eau, ...). Ils établissent un facteur de correction qui dépend des rapports entre la résistance thermique des tissus biologiques et de l'isolation, et celle du capteur de flux de chaleur. Le facteur de correction diminue lorsque la résistance thermique du capteur est faible par rapport aux autres résistances thermiques. Cette approche présente donc des similitudes par rapport à la première méthode sus citée proposée par Threthowen [58].

Matson and Reinarts [61] ont développé un modèle thermique d'un capteur de type Schmidt-Boelter (cf. Figure 1.23) pour quantifier les effets de l'environnement et de l'implantation sur les mesures de flux. L'application visée de ce capteur est la mesure de l'échauffement aérothermique de lanceurs spatiaux. Leur travail se concentre sur le flux de chaleur radial entrant dans le capteur par le matériau à faible conductivité environnant le capteur.

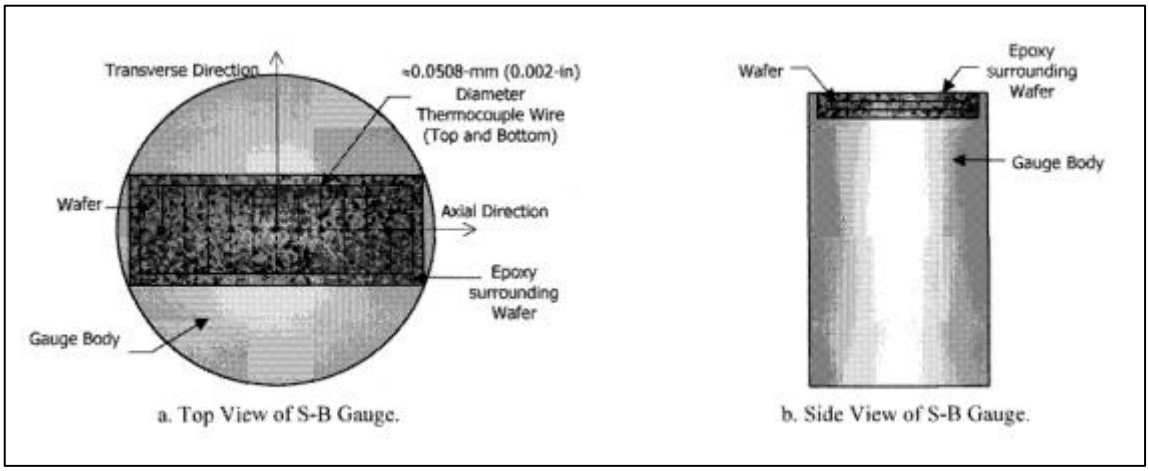


Figure 1.23 : Modèle d'un fluxmètre thermique de type Schmidt-Boelter [61]

1.6. Nouveaux concepts et matériaux

Enfin, certains auteurs ont présenté des travaux sur la mesure de flux en utilisant d'autres éléments sensibles, d'autres matériaux ou d'autres concepts.

Shen *et al.* [62] ont développé un nouveau concept de capteur de flux thermique à base de capteurs à fibres optiques. Deux principes ont été utilisés : la détection de la durée de vie de la fluorescence et le pic de changement de longueur d'onde d'une fibre à réseau de Bragg.

Plusieurs études ont nécessité le développement de nouveaux matériaux destinés aux capteurs fluxmétriques. Medvid *et al*. [63] ont ainsi analysé le fonctionnement d'un capteur de flux thermique à gradient en utilisant l'effet de la diffusion thermique des porteurs de charge dans un cristal. La sensibilité a été étudiée en théorie, sur la base de l'équation de diffusion bipolaire.

Cinq ans plus tard, en 1999, Langley *et al.* [64] ont développé un capteur de flux de type gradient basé sur une thermopile renferment 1550 paires de thermocouples par centimètre carré (cf. Figure 1.24) déposées sur un substrat mince en aluminium anodisé.

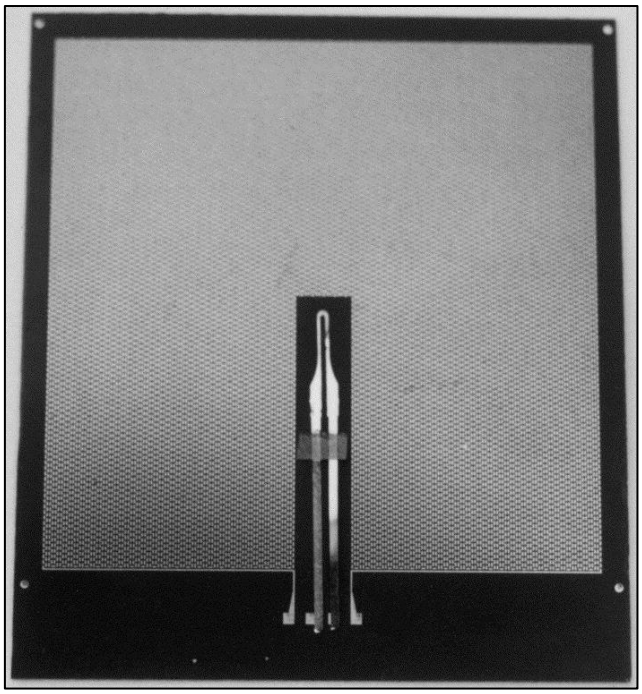


Figure 1.24: Photographie de la thermopile déposée sur un substrat mince en aluminium anodisé [64]

En 2006, Nagaiah *et al.* [65] envisagent l'utilisation d'un capteur de flux de chaleur à base d'une nouvelle céramique (cf. Figure 1.25). Le nouveau matériau peut être utilisé en tant que sonde à résistance à haute température. Les capteurs de flux peuvent également utiliser l'effet Seebeck transverse.

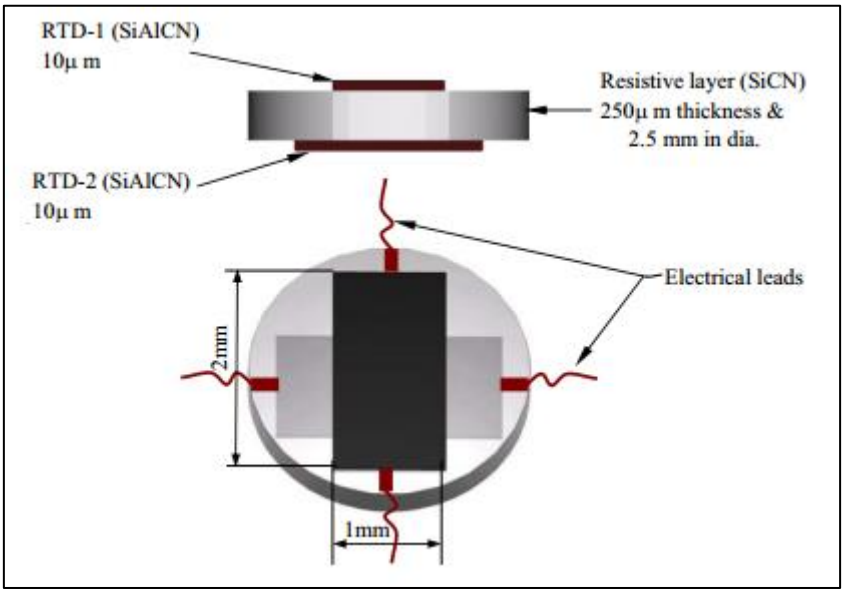


Figure 1.25 : Modèle du fluxmètre thermique développé à partir d'une nouvelle céramique [65]

En 2012, Mityakov *et al.* [66] ont étudié un capteur de flux thermique à gradient transversal utilisant un monocristal de bismuth et des matériaux anisotropes artificiels (cf. Figure 1.26).

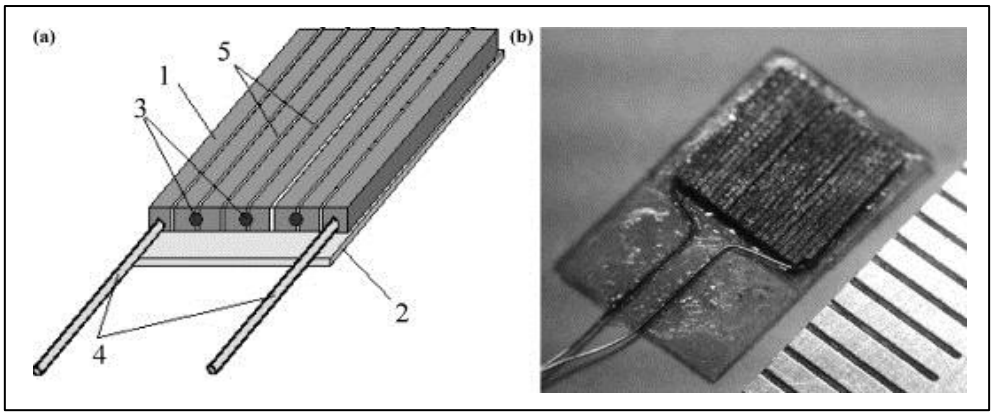


Figure 1.26 : Modèle 3D (a) et photographie (b) du fluxmètre thermique [66]

L'étalonnage est effectué entre deux plaques chauffées par effet Joule pour les capteurs à faible température. Pour les capteurs à haute température, l'étalonnage est effectué dans un boîtier sous vide (cf. Figure 1.27). L'analyse d'incertitude tient compte de la sensibilité du capteur seulement (incertitude de type B) : il en résulte une incertitude de 6,8 %. L'étalonnage est réalisé en transitoire par un laser YAG pulsé entre 1 et 10 Hz.

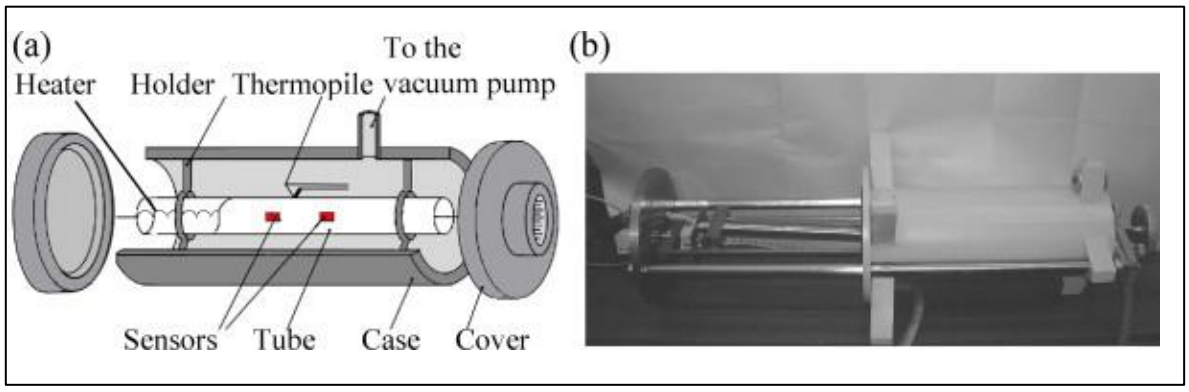


Figure 1.27 : Modèle 3D (a) et photographie (b) du banc d'étalonnage [66]

Enfin, en 2016, Meier *et al.* [67] ont développé un capteur constitué de couches alternées de matériaux de thermocouple de type K. Le capteur est calibré en rayonnement et également en convection dans la zone de stagnation d'un écoulement.

1.7. Conclusion

Dans ce premier chapitre, nous avons exposé les différents principes physiques qui sont utilisés dans la mesure du flux de chaleur. Nous nous sommes ensuite focalisés sur la mesure de flux basée sur l'utilisation d'un gradient de température. Bien que des capteurs commerciaux existent déjà, cette mesure est complexe et fait encore l'objet de nombreux travaux. Des avancées sont attendues dans différents domaines : les éléments sensibles, les substrats ou supports de ces éléments sensibles, la précision et la répétabilité. Dans les chapitres qui suivent, nous allons présenter notre travail sur la réalisation d'un capteur de flux.

1.8. Bibliographie

[1] T. E. Diller, «Advances in Heat Flux Measurements», Advances in Heat Transfer, vol. 23, pp. 279-368, 1993.

[2] P. Thureau, « Fluxmètres thermiques », Techniques de l'Ingénieur, 1996.

[3] F. van der Graaf, «Sensors», Wiley-VCH Verlag GmbH, 2008, pp. 295-322.

[4] P. Childs, J. Greenwood et C. Long, « Heat flux measurement techniques proceedings of the Institution of mechanical engineers », part C: J. Mech. Eng. Sci., vol. 213, n° 17, pp. 655-677, 1999.

[5] B. Azerou, « Conception, réalisation et mise en oeuvre de fluxmètres thermiques passifs et dynamiques à base de couches minces. », Thèse de l'Université de Nantes, France, 2013.

[6] C. T. Kidd, C. G. Nelson, «How the Schmidt-Boelter gage really works», Proc. 41st Int. Instrum. Symp., Auora, CO (United States), 7-11 May, 1995.

[7] H. Poncin, A. Degiovanni, M. Laurent, H. Lebodo «Thermocinétique impulsionnelle et mesure de la diffusivité thermique», Monographie du Bureau National de la Métrologie, Ed. Chiron, Paris, 1978.

[8] C. Brunjail, F. Fragnaud « Capteurs à impulsion pour la caractérisation des transferts thermiques entre une paroi et son environnement microclimatique en régime variable », Rev. Phys. Appl. (Paris), vol. 17, pp. 187-199, 1982

[9] H. Cordier, « Une nouvelle méthode de mesure de coefficients locaux de convection », NT 73, PST Ministère de l'Air, 1958.

[10] R. A. Koester, «Zero method heat flux sensor», Sensors and Actuators, vol. 7, pp. 151-155, 1985.

[11] [En ligne]. Available: http://www.vatell.com. [Accès le 30 septembre 2016].

[12] [En ligne]. Available: http://www.medtherm.com. [Accès le 30 septembre 2016].

[13] «Captec,» [En ligne]. Available: http://www.captec.com. [Accès le 30 septembre 2016].

[14] Hukseflux, « Hukseflux Thermal Sensors B.V, Delftechpark 31, 2628 X Delft », [En ligne]. Available: http://www.hukseflux.com. [Accès le 30 septembre 2016].

[15] [En ligne]. Available: http:// www.wutronic.eu. [Accès le 30 septembre 2016].

[16] [En ligne]. Available: http://www.refcorp.com. [Accès le 30 septembre 2016].

[17] [En ligne]. Available: http://eko.co.jp. [Accès le 30 septembre 2016].

[18] [En ligne]. Available: http:/www./rmtltd.ru. [Accès le 130 septembre 2016].

[19] [En ligne]. Available: http://www.mesoscribe.com. [Accès le 30 septembre 2016].

[20] ASTME 2683-09, «Standard Test Method for Measuring Heat Flux Using Flush-Mounted Insert Temperature-Gradient Gages», ASTM International, West Conshohocken, 2009.

[21] ASTME 2684-09, «Standard Test Method for Measuring Heat Flux Using Surface-Mounted One-Dimensional Flat Gages», ASTM International, West Conshohocken, 2009.

[22] A. V. Murthy, D. P. DeWitt, B. K. Tsai, G. T. Fraser et R. D. Saunders, «Temperature and Flux Scales for Heat Flux Sensor Calibration», proc. of AIP Conference, vol. 684, n° 11, pp. 687-692, 2003.

[23] J. Ballestrin, C. A. Estrada, M. Rodriguez-Alonso, C. Perez-Rabago, L. W. Langley et A. Barnes, «High-heat-flux sensor calibration using calorimetry», Metrologia, vol. 41, n° 14, pp. 314, 2004.

[24] A. Gifford, A. Hoffie, T. Diller et S. Huxtable, «Convection Calibration of Schmidt-Boelter Heat Flux Gauges in Stagnation and Shear Air Flow», Heat Transfer, vol. 132, n° 13, 2009.

[25] S. Güths, «Heat Flux Sensors», Thermal Measurements and Inverse Techniques, pp. 171, 2011.

[26] D. Holmberg et C. A. Womeldorf, «Performance and modeling of heat flux sensors in different environments», Proc. ASME Heat Transfer Division, vol. 4, pp. 71-7, 1999.

[27] P. Thery, B. Duthoit et J. Pauquet, «Propriétés thermoélectriques des systèmes à deux couches minces superposées. Application à la mesure des flux thermiques», Rev. Phys. Appl., vol. 15, n° 13, pp. 741-747, 1980.

[28] P. Thery et J. Marechal, «Etude et caractérisation d'un nouveau fluxmètre calorifique,» J. Phys. E. Sci. Instrum., vol. 13, pp. 859-865, 1980.

[29] B. Duthoit et P. Thery, «Caractérisation d'un "bicouche" par traitement d'évolutions thermocinétiques», Entropie, n° 192, pp. 49-55, 1980.

[30] J. M. Hager, S. Simmons, D. Smith, S. Onishi, L. W. Langley et T. E. Diller, «Experimental performance of a heat flux microsensor», Journal of Engineering for Gas Turbines and Power, vol. 113, n° 12, pp. 246-250, 1991.

[31] P. Kayser, M. Rodrigues et J. C. Godefroy, «Thin gradient heat fluxmeters developed at ONERA», New Trends in Instrumentation for Hypersonic Research, Springer, 1993, pp. 481-492.

[32] D. G. Holmberg et T. E. Diller, «High-Frequency Heat Flux Sensor Calibration and Modeling», Journal of Fluids Engineering, vol. 117, n° 14, pp. 659-664, 1995.

[33] D. Holmberg, K. Steckler, C. Womeldorf et W. Grosshandler, «Facility for calibrating heat flux sensors in a convective environment», ASME-PUBLICATIONS-HTD, vol. 353, pp. 165-172, 1997.

[34] S. H. Oh, K. C. Lee, J. Chun, M. Kim et S. S. Lee, «Micro heat flux sensor using copper electroplating in SU-8 microstructures», Journal of Micromechanics and Microengineering, vol. 11, n° 13, pp. 221, 2001.

[35] M. Rencz, E. Kollar et V. Székely, «Heat-flux sensor to support transient thermal characterisation of IC packages», Sensor Actuat A: Phys, vol. 116, n° 12, pp. 284-292, 2004.

[36] M. Yala-AitHammouda, « Etude et réalisation de microcapteurs de flux thermique en technologie silicium. », Thèse de l'Université de Lille France, 2007.

[37] C. A. Pullins et T. E. Diller, «In situ High Temperature Heat Flux Sensor Calibration», Int. J. Heat Mass Transfer, vol. 53, n° 117-18, pp. 3429-3438, 2010.

[38] S. D. Wilson, G. C. Fralick, J. D. Wrbanek et A. Sayir, «Fabrication and testing of a thin-film heat flux sensor for a Stirling convertor», Proc. of the Seventh International Energy Conversion Engineering Conference, 2010.

[39] J. Ewing, A. Gifford, D. Hubble, P. Vlachos, A. Wicks et T. Diller, «A direct-measurement thin-film heat flux sensor array», Measurement Science and Technology, vol. 21, n° 110, pp. 105201, 2010.

[40] L. Li, J. Wang et X. Fan, «Development of integrated high temperature sensor for simultaneous measurement of wall heat flux and temperature», Rev. Sci. Instrum., vol. 83, n° 17, 2012.

[41] B. A. Jasperson, J. Schmale, W. Qu, F. E. Pfefferkorn et K. T. Turner, «Thin film heat flux sensors fabricated on copper substrates for thermal measurements in microfluidic environments», Journal of Micromechanics and Microengineering, vol. 24, n° 112, pp. 125018, 2014.

[42] A. Andretta, B. Bartoli, B. Coluzzi, V. Cuomo et S. D. Stefano, «Simple heat flux meter», Rev. Sci. Instrum., vol. 52, n° 12, 1980.

[43] J. H. Klems et D. DiBartolomeo, «Large area high sensitive heat flow sensors», Rev. Sci. Instrum., vol. 53, n° 110, 1982.

[44] A. H. Epstein, G. R. Guenette, R. J. G. Norton et Y. Cao, «High-frequency response heat-flux gauge», Rev. Sci. Instrum., vol. 57, pp. 639-649, 1986.

[45] M. Hayashi, A. Sakurai et S. Aso, «Measurement of heat-transfer coefficients in shock wave-turbulent boundary layer interaction regions with a multi-layered thin film heat transfer gauge», NASA TM-77958, 1986.

[46] G. C. Fralick, J. D. Wrbanek et C. Blaha, « Thin Film Heat Flux Sensor of Improved Design », NASA TM-2002-211566, Glenn Research Center, 2002.

[47] H. Mocikat et H. Herwig, «Heat Transfer Measurements with Surface Mounted Foil-Sensors in an Active Mode: a Comprehensive Review and a New Design», Sensors, vol. 9, n° 14, pp. 3011-3032, 2009.

[48] J. W. Post, A. Bhattacharyya et M. Imran, «Experimental results and a user-friendly model of heat transfer from a thin film resistance temperature detector», Applied Thermal Engineering, n° 129, pp. 116-130, 2009.

[49] D. Hamadi, B. Garnier, H. Willaime, F. Monti et H. Peerhossaini, «A novel thin-film temperature and heat-flux microsensor for heat transfer measurements in microchannels», Lab Chip, vol. 12, pp. 652-658, 2012.

[50] H. Ammar, B. Garnier, A. O. el Moctar, H. Willaime, F. Monti et H. Peerhossaini, «Thermal analysis of chemical reactions in microchannels using highly sensitive thin-film heat-flux microsensor», Chem. Eng. Sci., vol. 94, n° 10, pp. 150-155, 2013.

[51] B. Azerou, B. Garnier, J. Launay et A. Lahmar, «Conception, fabrication et tests de fluxmètres thermiques 1D performants réalisés à partir de dépôts couches minces», proc. of Congrès de la Société Française de Thermique, Perpignan, 2011.

[52] F. P. D'Aleo, R. Stalder et H. M. Prasser, «Design and development of resistive temperature detector arrays on aluminium substrates. Measurements in mixing experiments», Flow Meas. Instrum., vol. 45, pp. 176-187, 2015.

[53] F. P. D'Aleo et H. M. Prasser, «Design, calibration and testing of a thin film temperature gauge array for temperature and heat flux measurements in fluid mixing experiments», Flow Meas. Instrum., vol. 24, n° 10, pp. 29-35, 2012.

[54] J. P. Bardon, M. Raynaud et Y. Scudeller, «Mesures par contact des températures de surface», Rev Gén Therm (HS95), n° 134, pp. 15-35.

[55] B. Bourouga, V. Goizet et J. p. Bardon, «Les aspects théoriques régissant l'instrumentation d'un capteur thermique pariétal à faible inertie», Therm. Sci., n° 139, pp. 96-109, 2000.

[56] J. Fayreau, E. Georgin et B. Savanier, «Good practices for the implementation of surface temperature measurements», proc. of International Congress of Metrology, 2015.

[57] D. L. Schultz et T. V. Jones, «Heat Transfer Measurements in Short Duration Hypersonic Facilities», NTIS, 1973.

[58] H. Trethowen, «Measurement errors with surface-mounted heat flux sensors», Building and Environment vol. 21, n° 11, pp. 41-56, 1986.

[59] G. J. Weir, «Surface mounted heat flux sensors», The Journal of the Australian Mathematical Society. Series B. Applied Mathematics, vol. 27, pp. 281-294, 1 1986.

[60] J. Frim et M. B. Ducharme, «Heat flux transducer measurement error: a simplified view», Journal of Applied Physiology, vol. 74, n° 14, pp. 2040-2044, 1993.

[61] M. L. Matson et T. R. Reinarts, «Development and calibration of a thermal model of a Schmidt-Boelter gauge to quantify environmental and installation effects on heat flux measurements for launch vehicles», proc. of AIP Conference, vol. 608, n° %11, pp. 119-126, 2002.

[62] Y. Shen, J. He, W. Zhao, T. Sun, K. T. V. Grattan et W. D. N. Pritchard, «Fiber-optic sensor system for heat-flux measurement», Rev. Sci. Instrum., vol. 75, n° 14, pp. 1006-1012, 2004.

[63] A. Medvid et J. Kaupuzs, «Heat-flux sensor», Sensor Actuat. A: Phys, Proc. of Eurosensors, vol. VIII, n° 142 (1-3), pp. 381 – 383, 1994.

[64] L. W. Langley, A. Barnes, G. Matijasevic et P. Gandhi, «High-sensitivity, surface-attached heat flux sensors», Microelectronics Journal, vol. 30, n° 111, pp. 1163-1168, 1999.

[65] N. R. Nagaiah, J. S. Kapat, L. An et L. Chow, «Novel polymer derived ceramic-high temperature heat flux sensor for gas turbine environment», Journal of Physics: Conference Series, 34, pp.458-463, 2006.

[66] A. V. Mityakov, S. Z. Sapozhnikov, V. Y. Mityakov, A. A. Snarskii, M. I. Zhenirovsky et J. J. Pyrhönen, «Gradient heat flux sensors for high temperature environments», Sensor Actuat. A: Phys., vol. 176, pp. 1-9, 2012.

[67] T. Meier, P. Stathopoulos et P. R. von Rohr, «Design and convective calibration of a transverse heat flux sensor», Experimental Heat Transfer, vol. 29, n° 12, pp. 139-150, 2016.

2. Conception et modélisation du fluxmètre thermique

Dans ce chapitre, nous présentons la conception et la modélisation des capteurs de flux thermiques réalisés. Ces derniers sont conçus en vue d'applications futures dans le domaine de la récupération d'énergie à basse température à partir de microsystèmes pour lesquels la connaissance des transferts thermiques aux parois est d'une grande importance. Plus particulièrement, l'application visée concerne un micro-moteur Stirling, composé essentiellement de verre et fonctionnant à des températures maximales de 250 °C [1] [2] [3]. Le capteur de flux thermique développé et présenté dans ce chapitre doit donc répondre aux contraintes liées au micro-moteur, à savoir les températures imposées par la source chaude et le puits froid, les dimensions (quelques millimètres) et les matériaux (silicium, verre). Dans un premier temps, nous présenterons la partie conception, en exposant les choix de type de capteur, de matériaux, de géométries et de formes des capteurs. Dans une seconde et dernière partie, nous présenterons la modélisation du fluxmètre thermique avec une étude électrothermique prenant en compte l'effet d'auto-échauffement, suivie d'une étude thermique du capteur.

2.1. Conception du fluxmètre

2.1.1. Choix du type de fluxmètre thermique

Comme nous l'avons exposé au chapitre précédent, il existe différents types de fluxmètres thermiques reposant, globalement, sur l'un des quatre principes suivants : fluxmètre à gradient, fluxmètre à inertie, fluxmètre à dissipation et fluxmètres enthalpiques. La technique retenue dans la réalisation de notre prototype est le fluxmètre thermique à gradient de température. Cette technique consiste à placer de part et d'autre d'un substrat une résistance, ou un ensemble de thermocouples. La mesure de la différence de température entre les deux surfaces du fluxmètre permet de déterminer le flux de chaleur à partir de la loi de Fourier (cf. Figure 2.1). Pour un transfert de chaleur par conduction en régime permanent, le flux de chaleur est proportionnel à la conductivité thermique et au gradient de température. En faisant l'hypothèse que le flux de chaleur est mono dimensionnel, la densité de flux de chaleur s'exprime par :

$$\varphi = -\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \qquad (2.1)$$

Les technologies de dépôt en couches minces permettent d'obtenir des films de faible épaisseur. Nous pouvons ainsi créer des dispositifs plus petits, moins coûteux, plus fiables, et ayant un temps de réponse plus court [4] [5].

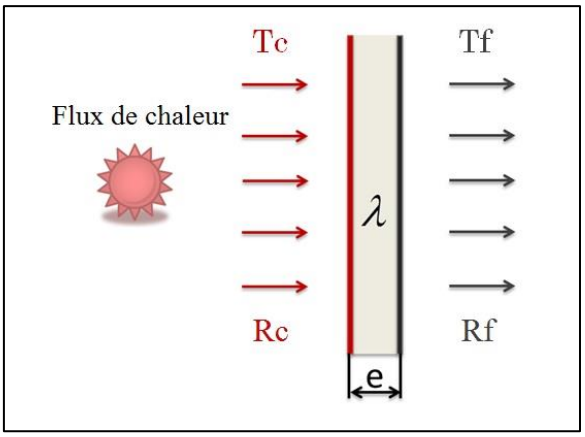


Figure 2.1 : Schéma de principe de la mesure de flux thermique à partir d'un gradient de température (loi de Fourier en régime stationnaire)

2.1.2. Choix du type de capteur

Nous avons choisi de fabriquer un fluxmètre thermique à gradient normal. Les deux technologies possibles pour la mesure de température sur chacune des faces du fluxmètre consistent en l'utilisation de jonctions en série de thermocouples (thermopile) ou de sondes à résistance métallique. Plusieurs critères entrent dans le choix d'un de ces types de capteur de température. Parmi ces critères, nous pouvons citer : la plage de température utile, le comportement aux chocs thermiques, le temps de réponse, la précision, la stabilité, la robustesse, la sensibilité, la durée de vie, la nature du milieu mesuré, l'emplacement de la mesure, la méthode utilisée et le coût. Suivant les conditions opératoires et les contraintes du cahier des charges, nous pouvons alors procéder par élimination afin de choisir le type de

capteur à utiliser. Les informations rassemblées dans le Tableau 2.1 regroupent différents critères de comparaison entre les sondes à résistance et les thermopiles.

Critères de sélection	Sonde à résistance	Thermopile
Précision	Meilleure	Moins bonne
Domaine de température	-200 °C à 650 °C	-200 °C à plus de 1750 °C
Coût de production	Moins onéreux	Plus onéreux
Zone de sensibilité	Surfacique	Surfacique
Taille	Très petites dimensions	Petites dimensions
Milieu vibratoire	Moins adapté	Adapté
Alimentation	Nécessaire	Aucune
Auto-échauffement	Oui	Aucun
Stabilité à long terme	Excellente	Moins satisfaisante
Robustesse	Meilleure	Moins bonne
Câbles de liaison	Cuivre	Matériau thermoélectrique

Tableau 2.1 : Critères de sélection d'un capteur de température de surface [6]

Le concept de mesure de température au moyen d'une résistance est en réalité considérablement plus facile à appliquer que la thermométrie par thermocouples. En premier lieu, la sonde à résistance mesure une température absolue tandis qu'un thermocouple mesure une différence de température. La sonde résistive à couche mince en platine est robuste et peut être plus stable à long terme qu'un thermocouple. La stabilité d'un thermocouple est compromise par d'inévitables inhomogénéités métallurgiques ; leur courbe n'est pas linéaire et des effets d'hystérésis se manifestent. En second lieu, la sonde à résistance présente une meilleure précision sur la mesure de température (de l'ordre de 10^{-3} °C) par rapport aux thermopiles (de l'ordre de 10^{-1} °C), ce qui est primordial pour la mesure de densité de flux thermique. En troisième lieu, les sondes à résistance (pour des processus miniaturisés) sont plus simples à concevoir car elles ne nécessitent ni le dépôt de plusieurs matériaux thermoélectriques, ni le recouvrement des jonctions thermoélectriques pour assurer la liaison électrique (problèmes de dilatation thermique linéaire propre à chaque matériau thermoélectrique), ce qui simplifie la fabrication en salle blanche. En quatrième lieu, la sonde à résistance a une sensibilité ajustable en fonction des choix de matériau de dépôt, de la forme de la résistance, de la largeur, de la longueur et de l'épaisseur de la piste résistive déposée, ainsi que de l'intensité du courant traversant la résistance une fois le capteur réalisé. Enfin, en

dernier lieu, le coût de production d'une sonde résistive à couche mince est moins élevé (pour les matériaux métalliques hors semi-conducteurs). Les couples thermoélectriques doivent être raccordés à des câbles de compensation et d'extension plus onéreux que le câble en cuivre. En plus, la force électromotrice délivrée est de faible amplitude (de quelques dizaines de $\mu V°C^{-1}$ pour les matériaux métalliques à quelques centaines de $\mu V°C^{-1}$ pour les matériaux à base de semi-conducteurs) et doit obligatoirement être amplifiée. Enfin un circuit de compensation de soudure froide est nécessaire pour s'affranchir de l'influence de la température ambiante. En tenant compte de tous ces critères, nous avons donc choisi de réaliser un capteur de type sonde à résistance.

2.1.3. Choix de matériaux

2.1.3.1. Substrat

Comme explicité précédemment, nous visons la mesure de la densité de flux de chaleur sur les parois d'un micro-moteur Stirling. Ce dernier, de taille millimétrique à micrométrique, est constitué de matériaux en verre et en silicium, et fonctionne à une température maximale de source chaude de 250 °C. Compte-tenu de la taille du capteur, nous nous sommes orientés vers les technologies MEMS, à savoir les dépôts en couches minces pour l'élément sensible. Nous devons donc, pour le substrat choisi, prendre en compte deux critères supplémentaires. Le premier critère découle de la technologie de dépôt en couches minces que nous avons choisi d'utiliser. Il s'agit d'avoir un bon état de surface puisque ce dernier va conditionner l'adhérence du film mince sur le substrat : une bonne adhérence nécessite une surface polie, propre et dégraissée. Le deuxième critère est thermique : il s'agit de minimiser la perturbation thermique provoquée par le capteur, tout en assurant un gradient de température suffisant entre ses deux faces. L'idéal est que le matériau à partir duquel on veut faire la mesure et le matériau du substrat soient identiques [8]. Nous avons choisi le verre comme matériau pour notre application (Tableau 2.2) : il présente une conductivité thermique très inférieure à celle du silicium ($\lambda_{silicium}$= 148 $Wm^{-1}K^{-1}$) et un bon état de surface.

Nous avons sélectionné un substrat en verre Borofloat® 33 dont les propriétés sont résumées dans le Tableau 2.2 :

Masse volumique (25 °C) (kg m^{-3})		2230
Coefficient de dilatation linéaire (20-300 °C) ($°C^{-1}$)		$3{,}25 \times 10^{-6}$
Capacité thermique massique (20-100 °C) (J kg^{-1} K^{-1})		830
Conductivité thermique (90 °C) (W m^{-1} K^{-1})		1,2
Température de transition vitreuse (°C)		525
Température maximale (°C)	Durée d'utilisation < 10 h	500
	Durée d'utilisation > 10 h	450

Tableau 2.2 : Propriétés du Borofloat® 33

2.1.3.2. Couches minces

Nous avons choisi de réaliser des sondes résistives à couche mince. Chaque capteur comporte deux sondes à résistance : une première déposée sur la face inférieure et une deuxième déposée sur la face supérieure du substrat. Nous avons fait le choix du platine et du nickel (cf. propriétés sur le Tableau 2.3) comme matériaux de dépôt pour la fabrication de la partie sensible du capteur [9], [10]. Ce choix est motivé par la prise en compte de trois critères essentiels : le type d'application, le domaine de température visé et le coefficient de dilatation linéaire qui doit être proche de celui du substrat. La bonne adhérence de ces deux métaux sur le substrat en verre nécessite le dépôt d'une couche d'accroche de faible épaisseur (10-20 nm), généralement en chrome, titane ou tantale [11], [12]. En termes de propriétés, le platine peut être utilisé entre -260 °C et 1400 °C. Une très grande pureté permet de fixer son inertie chimique [9].

Le nickel présente un coefficient de température (TCR) supérieur à celui du platine pour des températures comprises entre 0 °C et 100 °C. En revanche, sa réactivité chimique, avec en particulier un fort risque d'oxydation, peut affecter sa stabilité et limite en général son utilisation à des températures inférieures à 250 °C [9].

Les deux types de dépôts (platine et nickel) ont été testés, mais le nickel s'est révélé très peu stable dans le temps. Pour la suite de ce travail, nous ne parlerons plus que du platine.

Propriétés physiques	Platine	Nickel
Température de fusion (°C)	1769	1453
Capacité thermique massique (J kg^{-1} K^{-1})	135	450
Conductivité thermique (W m^{-1} K^{-1})	73	90
Coefficient de dilatation linéaire ($°C^{-1}$)	$8,9\times10^{-6}$	$12,8\times10^{-6}$
Résistivité (Ω m)	$10,6\times10^{-8}$	$10,0\times10^{-8}$
Coefficient de température (TCR) ($°C^{-1}$)	$3,9\times10^{-3}$	$4,7\times10^{-3}$

Tableau 2.3 : Propriétés physiques du platine et du nickel à 20 °C [9]

2.1.4. Géométries des résistances

2.1.4.1. Formes

Dans le but d'obtenir une sonde à résistance robuste et stable, des études [12], menées pour des puissances électriques inférieures à 100 mW, ont montré que les formes de type spirale ou méandre sont couramment utilisées. Elles permettent en effet de compenser la faible résistivité du métal en augmentant la longueur de la piste. Elles présentent aussi bien plus d'avantages que d'inconvénients (encombrement, homogénéité, puissance, contraintes...). Nous nous sommes intéressés, pour chacune des deux formes géométriques (méandre, spirale), au comportement de la partie sensible, et nous les avons comparées (cf. section

2.2.4.4). Dans notre cas, nous injectons une puissance électrique dans les thermo-résistances strictement inférieure à 1 mW afin de limiter l'auto-échauffement (voir paragraphe suivant).

2.1.4.2. Dimensions

La faible taille du capteur conduit, d'après la loi de Fourier en régime permanent (Eq. 2.2), à une faible résistance thermique, ainsi qu'à une faible différence de température entre les deux faces du capteur :

$$\Delta T = \frac{e}{\lambda}\varphi \tag{2.2}$$

Ceci implique que, pour que le capteur soit fonctionnel avec de petites différences de température, il faudra que son coefficient de température soit élevé.

La résistance électrique est exprimée par la relation :

$$R(T) = \rho \frac{l}{S} \tag{2.3}$$

La longueur l et la section S de la résistance restent constantes durant le processus de mesure. Par ailleurs, la résistivité des métaux est reliée à la température par une relation linéaire (valable pour les températures positives) :

$$\rho(T) = \rho_0\left[1+\beta\left(T-T_0\right)\right] \tag{2.4}$$

avec ρ_0 la résistivité du matériau à la température T_0 et β le coefficient de température.

En combinant les équations (Eq. 2. 3) et (Eq. 2. 4), cela implique que :

$$R(T) = R_0\left[1+\beta\left(T-T_0\right)\right] \tag{2.5}$$

avec R_0 la résistance à la température de référence T_0.

On en déduit la variation de la résistance en fonction de la température :

$$\frac{\partial R}{\partial T} = \beta\ R_0 \tag{2.6}$$

Pour mesurer de faibles différences de température, on doit garantir une bonne sensibilité thermique et donc avoir des résistances R_0 relativement élevées. Ceci implique donc :

- une réduction de la largeur de la piste, limitée par sa fragilité,
- un accroissement de la longueur de la piste, limitée par l'encombrement,
- une épaisseur minimale des films, tout en garantissant la continuité électrique.

En ce qui concerne la largeur des pistes garantissant une rigidité mécanique, nous testerons par la suite 3 largeurs différentes. L'accroissement de la longueur de piste est limité par la taille du moteur Stirling sur lequel le capteur sera par la suite implémenté. Enfin, l'épaisseur de métallisation est restreinte à 300 nm au maximum. En effet, les travaux de Demarne [13]

ont montré qu'au-delà de cette épaisseur, les contraintes générées par le platine entraînent plus facilement le décollement de la métallisation.

Pour déterminer la valeur de la résistance électrique par une mesure, il faut envoyer au travers de la résistance un faible courant I et mesurer la tension V parcourant la résistance. Il en résulte une sensibilité de mesure de la forme suivante :

$$S_e = \frac{\partial V}{\partial T} = \beta \, R_0 I \qquad (2.7)$$

Ainsi, la sensibilité dépend du coefficient de température β, de la résistance à la température de référence R_0 et du courant injecté I.

La circulation du courant au sein de la résistance provoque un échauffement par effet Joule, augmentant ainsi sa température. Ce phénomène d'auto-échauffement conduit à une erreur de mesure et doit donc être réduit au minimum.

La sensibilité du capteur peut donc être modifiée simplement en réglant le courant injecté : inférieur ou égal à 1 mA (calibre de mesure du multimètre, cf. valeurs au chapitre 4, tableau 4.1) pour minimiser l'auto-échauffement. La mise en évidence, par simulation numérique, de l'influence de l'auto-échauffement sera présentée au niveau de la section 2.2.4.

Le fait de pouvoir ajuster la sensibilité du capteur grâce à l'ajustement du courant circulant dans la résistance, dans la limite de l'auto-échauffement, constitue un avantage supplémentaire de l'utilisation des sondes à résistance par rapport aux thermopiles.

Les matériaux constituant le capteur ayant été définis, la partie suivante présente les étapes de conception du capteur.

2.1.5. Conception assistée par ordinateur

2.1.5.1. Logiciel SolidWorks®

L'ensemble du capteur de flux thermique, avec les deux géométries de résistances (méandre et spirale), a été conçu avec le logiciel SolidWorks®. Ce logiciel est un outil de modélisation volumique et surfacique paramétré. La conception est présentée dans la section suivante.

2.1.5.2. Fluxmètres thermiques

L'étape de conception consiste à mettre au point un ou plusieurs capteurs en se focalisant sur les deux aspects mécanique et thermique. En ce qui concerne l'aspect thermique, la sonde à résistance doit permettre une détection maximale de flux thermique, tout en assurant la meilleure homogénéité thermique possible de la partie sensible. Par ailleurs, le système complet doit supporter le flux de chaleur, et donc un gradient de température, en subissant le minimum de contraintes mécaniques.

Pour prendre en compte ces deux aspects, et en tenant compte des critères présentés dans la section 2.1.4, plusieurs concepts ont été validés :

– deux formes différentes de la partie sensible : méandre (Figure 2.2a, 2b, 2c) et spirale (Figure 2.2d, 2e, 2f). La géométrie des pistes a fait l'objet d'une étude visant à minimiser les contraintes mécaniques.

– pour chaque forme, trois largeurs de pistes ont été choisies : 60 µm (Figure 2.2a, 2d), 30 µm (Figure 2.2b, 2e) et 10 µm (Figure 2.2c, 2f).

Pour l'ensemble des capteurs représentés sur la Figure 2.2, les sondes à résistances, ainsi que les plots (en Platine), sont déposés en couches minces (cf. Chapitre 3, section 3.1 pour le détail du process) de part et d'autre d'un substrat rigide en verre de 0.5 mm d'épaisseur. La résistance, d'épaisseur 240 nm, s'étale sur une surface de 4 mm^2. La largeur des pistes, ainsi que l'espacement entre les pistes, sont toujours égaux (de 60 µm à 10 µm). Pour éviter le changement de section brusque, les angles de 90 ° ont été remplacés par des chanfreins à 45°, limitant ainsi la création des points chauds et le risque d'apparition de contraintes mécaniques. Sur chaque face, deux plots (diamétralement opposés) servent à la connexion du capteur. Les deux plots utilisés pour la connexion sur la face inférieure sont localisés sous les deux plots non connectés de la face supérieure. Le choix des emplacements de connexion, à raison de 4 plots par face, permet de rendre le transfert de chaleur symétrique sur les deux surfaces de mesure.

Dans toute la suite des travaux, nous désignerons les différentes structures par l'initiale de leur géométrie (M ou S) suivie de la largeur de piste (10, 30 ou 60 µm) (cf. Tableau 2.4).

Largeur de piste	Géométrie	
	Méandre	Spirale
10 µm	M10	S10
30 µm	M30	S30
60 µm	M60	S60

Tableau 2.4 : Désignation des différentes structures

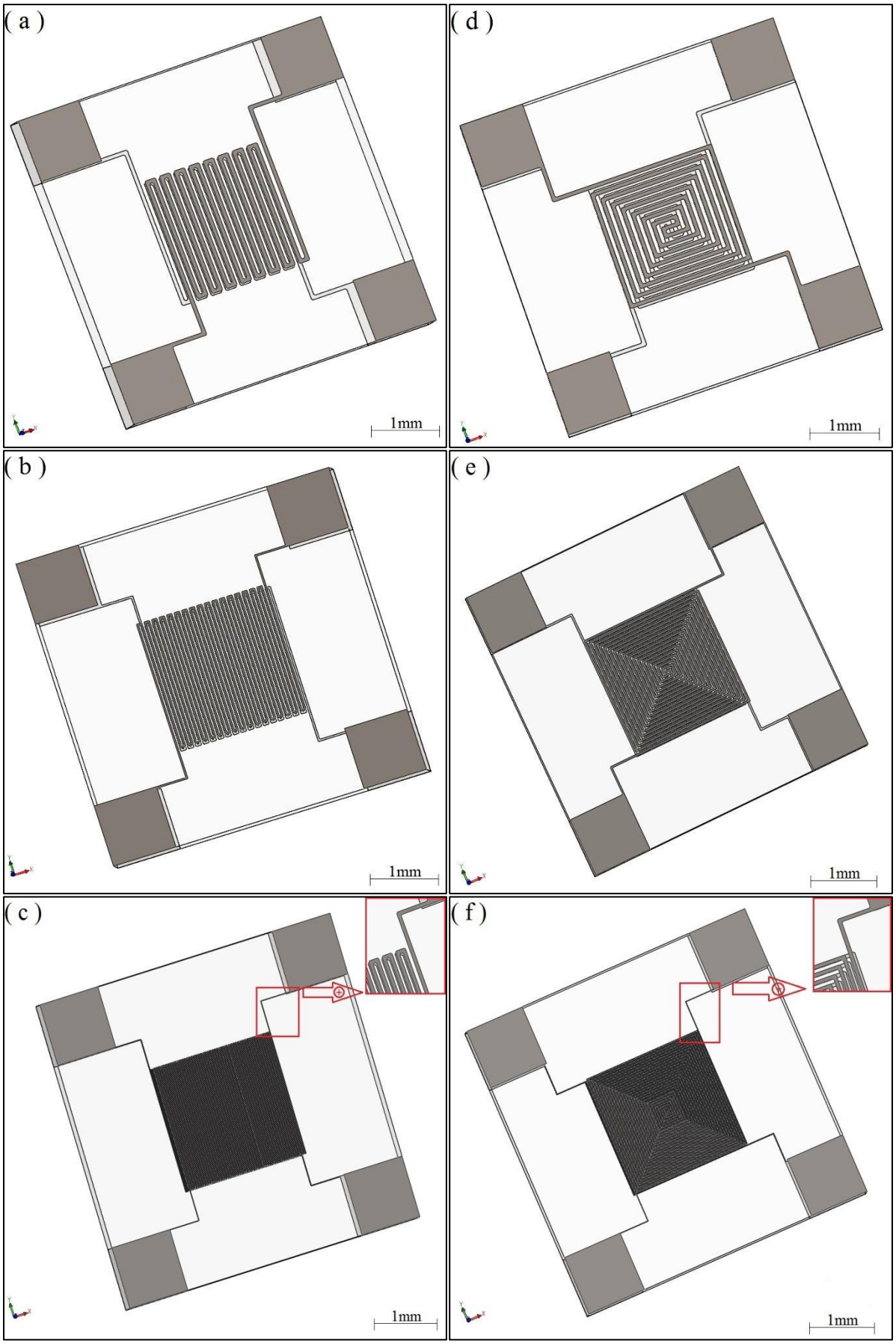


Figure 2.2 : Différentes structures des fluxmètres thermiques

2.2. Modélisation du fluxmètre

La modélisation du fluxmètre est réalisée à l'aide du logiciel COMSOL Multiphysics®. C'est une plate-forme qui autorise la modélisation et la simulation des phénomènes physiques. De plus, des interfaces bidirectionnelles relient les simulations réalisées dans COMSOL Multiphysics® à des logiciels tiers de calcul, de CAO (CAD) et de CAOE (ECAD).

2.2.1. Rappels de méthodologie

Quel que soit le logiciel utilisé, une modélisation par éléments finis se décompose en trois étapes :

- la définition de la géométrie, des propriétés physiques, des conditions aux limites, et du maillage,
- la résolution,
- le post traitement des résultats.

2.2.2. Présentation du modèle général

La structure globale du modèle correspond à la géométrie simplifiée du fluxmètre décrite au paragraphe 2.1.5.2. On retrouve le substrat en verre de type Borofloat® 33 (dont les caractéristiques ont été données précédemment dans le Tableau 2.2), une couche d'accroche en chrome et les deux sondes à résistances en platine de part et d'autre du substrat. Les fils de connexion sont en constantan et la soudure à l'étain.

Pour approcher le capteur réel, deux modèles sont considérés. Le premier modèle (modèle 1), dont une représentation est donnée sur la Figure 2.4 et sur la Figure 2.5, intègre les plots de contact puisque, a priori, leur influence sur le comportement thermique n'est pas négligeable. En revanche, la partie connectique filaire n'est pas prise en compte. Le second modèle (modèle 2), dont la représentation schématique est donnée sur la Figure 2.3, est basé sur le modèle 1 en intégrant, cette fois-ci, les fils de connexion et les points de soudures.

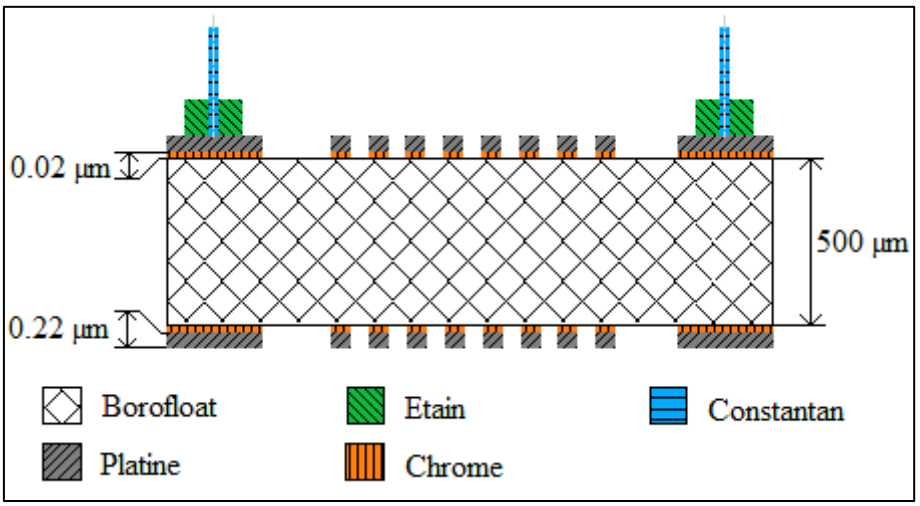


Figure 2.3: Coupe diagonale schématique du deuxième modèle simplifié du fluxmètre thermique

Pour gagner en temps de calcul, une structure est généralement décomposée en parties élémentaires suivant ses plans de symétrie et modélisée en conséquence. Dans notre cas, la sonde à résistance n'est pas obligatoirement symétrique, c'est pourquoi la structure du capteur a été modélisée entièrement en 3D. Cependant, nous avons remarqué rapidement qu'en raison des différences de taille entre le capteur et l'épaisseur des films minces de platine, cette approche générale ne nous permet pas de modéliser ces films complètement. Lorsque ces derniers sont modélisés en 3D, le nombre d'éléments dans l'épaisseur est restreint par le facteur de forme, et par conséquent la précision l'est aussi. Pour pallier ce problème de facteur de forme, nous avons utilisé des éléments « coques » (shell) assimilés à des surfaces (donc des éléments 2D) mais auxquelles nous pouvons attribuer une épaisseur. Cette approximation de couche mince nous a semblé être un bon compromis.

2.2.3. Définition des paramètres physiques

La caractérisation de matériaux dans le domaine de la micro-électronique, avec les facteurs de forme des couches minces, reste assez complexe. La plupart des valeurs implémentées dans la simulation est directement tirée de la bibliothèque du logiciel COMSOL, sauf en ce qui concerne le Borofloat® pour lequel nous avons utilisé les caractéristiques données par le constructeur. Il est donc important de se rappeler qu'une certaine incertitude existe quant à la justesse des valeurs utilisées. Les caractéristiques retenues pour la modélisation sont résumées dans le Tableau 2.5.

Matériau	Conductivité thermique ($W\ m^{-1}\ K^{-1}$)	Conductivité électrique ($S\ m^{-1}$)	Coefficient de température ($°C^{-1}$)	Masse volumique ($kg\ m^{-3}$)	Capacité thermique massique ($J\ kg^{-1}\ K^{-1}$)
Platine	71,6	$8,9\times10^{6}$	$3,8\times10^{-3}$	21450	133
Chrome	93,7	$7,9\times10^{6}$	$2,9\times10^{-3}$	7150	448
Etain	66,6	$9,17\times10^{6}$	$4,6\times10^{-3}$	7280	228
Constantan	19,5	$2,04\times10^{6}$	$0,02\times10^{-3}$	8910	390
Borofloat®	1,2			2230	830

Tableau 2.5 : Caractéristiques à 293 K des matériaux utilisés pour la modélisation

2.2.4. Etude électrothermique

Effectuer une mesure de température à l'aide d'une sonde à résistance de platine consiste à relever la valeur de cette résistance lorsqu'elle est traversée par son courant d'alimentation. Or le passage du courant produit un échauffement du capteur par effet Joule (auto-échauffement): nous observons alors une différence entre la température du milieu et celle de l'élément sensible, cette dernière étant plus élevée. Plusieurs auteurs ont étudié et pris en compte cet effet [11] [14] [15]. En effet, une résistance de section *S*, de longueur *l* et de

résistivité ρ parcourue par un courant I va transformer l'énergie électrique en chaleur en générant une puissance thermique P (W) :

$$P = \frac{\rho l}{S} I^2 \qquad (2.8)$$

Mais l'échauffement ne dépend pas uniquement de la quantité de chaleur générée. Les dimensions de la sonde, le mode de construction utilisé et la nature des échanges thermiques avec le milieu à mesurer influent sur le résultat.

La suite de cette partie vise à déterminer quelle géométrie de la sonde à résistance en platine est la plus adaptée à la mesure simultanée de la température et de la densité de flux thermique traversant le capteur. Pour cela, nous avons choisi le modèle le plus simple (modèle 1) afin d'étudier le phénomène d'auto-échauffement et de comparer l'influence des six géométries (détaillées dans le paragraphe 2.1.5.2) sur l'échauffement observé.

2.2.4.1. Conditions aux limites

Cette analyse numérique nécessite deux types de conditions aux limites (Figure 2.4) : une pour l'analyse thermique et l'autre pour l'analyse électrique. Les conditions aux limites d'un point de vue thermique consistent à fixer un flux de chaleur convectif, avec un coefficient d'échange de valeur 8 W $m^{-2}K^{-1}$ (convection naturelle, cf. détails du calcul en annexe A), et une température externe de 23,5 °C. Nous avons aussi imposé une condition de continuité entre le wafer et la résistance chauffante. Les conditions aux limites d'un point de vue électrique consistent à fixer un potentiel haut V_h (variable en fonction du courant injecté, de la résistance et de la température), ainsi qu'un potentiel bas V_0 égal à 0 V, appliqué aux bornes de la résistance : c'est cela qui génère l'auto-échauffement du capteur par effet Joule. Le substrat sera lié à la terre et les pistes seront isolées électriquement. Pour assurer le groupement des différentes parties constituant le capteur, une condition de continuité a été instaurée.

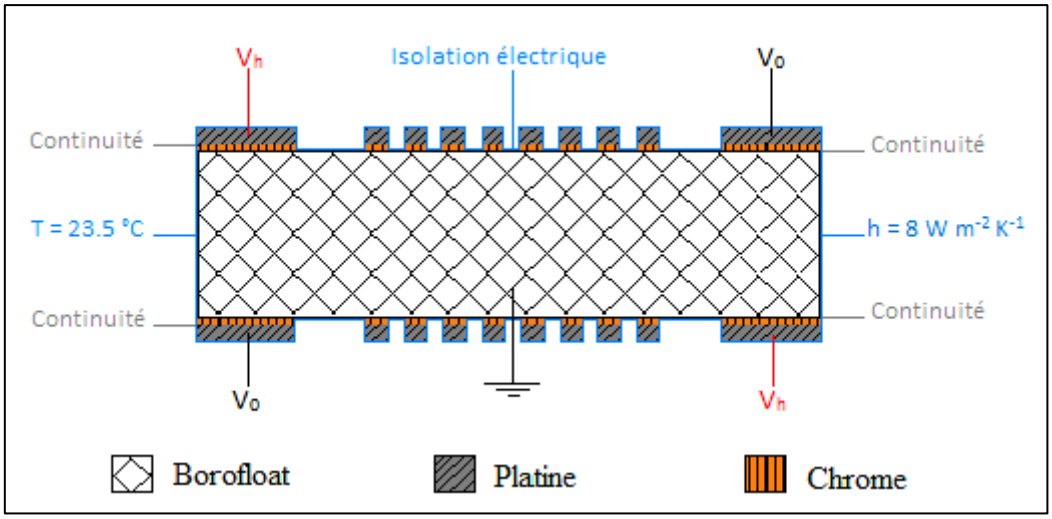


Figure 2.4 : Conditions aux limites du premier modèle électrothermique simplifié du fluxmètre thermique (modèle 1)

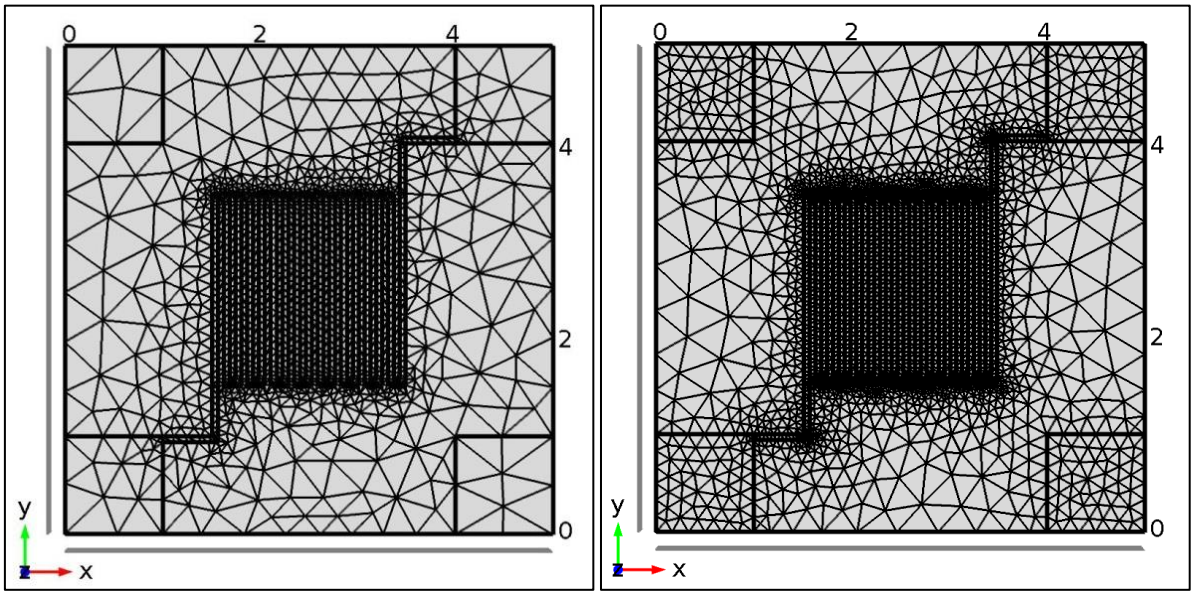
2.2.4.2. *Maillage*

Une caractéristique de la modélisation par éléments finis est que, plus le nombre d'éléments de maillage augmente (maillage raffiné), plus le résultat s'approche de la solution « juste ». Cependant, le temps de calcul nécessaire à l'obtention de la solution augmente considérablement avec le nombre d'éléments. Il faut donc trouver le meilleur compromis entre temps de calcul, nombre d'éléments et précision recherchée.

Pour cette étude électrothermique, nous avons envisagé deux maillages :

- le premier (Figure 2.5a) est libre, sans raffinage. Il se compose de 4888 éléments tétraédriques. Le temps de calcul nécessaire à la résolution est de l'ordre de 5 minutes,
- le second (Figure 2.5b) est raffiné. Le nombre d'éléments est multiplié par 4, de même que le temps de calcul (20 minutes). En revanche, la détermination de la répartition de la température gagne en précision.

Les objectifs de cette étude étant de minimiser l'incertitude due à l'auto-échauffement et de comparer les géométries des résistances pour des conditions identiques, le premier maillage (maillé librement) se révèle suffisamment précis pour les besoins de la simulation électrothermique. En effet, nous n'avons pas observé de modifications significatives de résultats entre les 2 maillages.



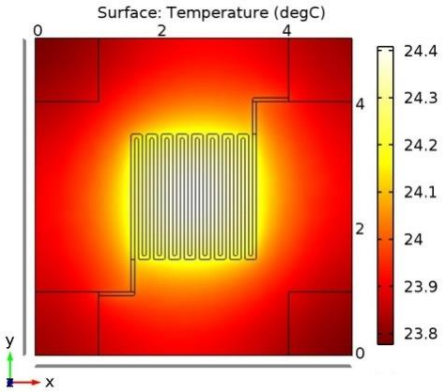
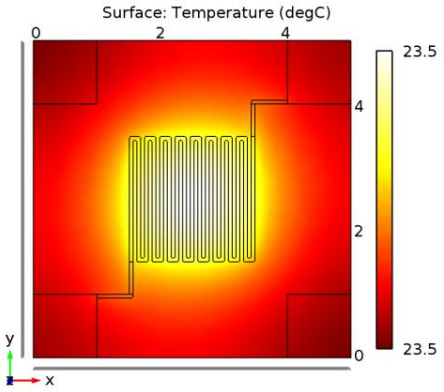
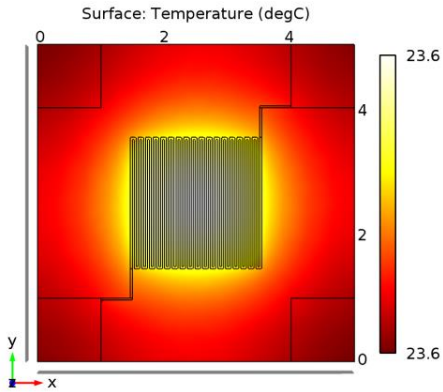
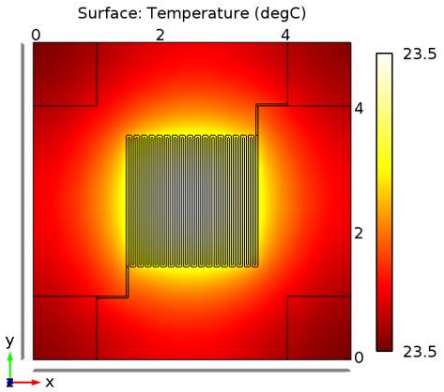
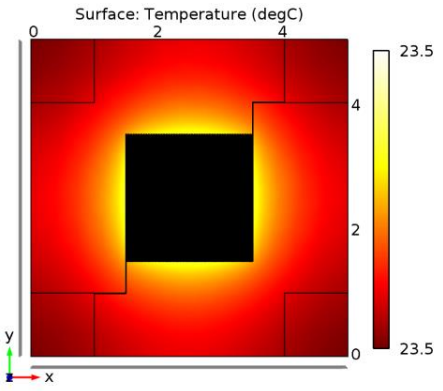
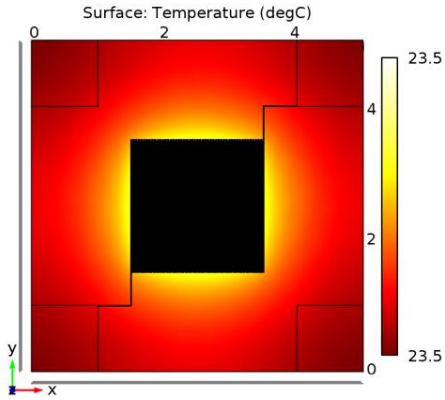
(a) Maillage libre (b) Maillage raffiné

Figure 2.5 : Exemple de maillage du premier modèle (modèle 1)

2.2.4.3. *Résultats numériques*

Pour s'affranchir au mieux de l'erreur induite par l'auto-échauffement, différents courants d'alimentation ont été simulés afin de les ramener à un niveau minimum tout en gardant une sensibilité suffisante.

Pour chaque géométrie, nous allons donc tester deux courants d'alimentation : *I* et *I*/10, le courant *I* étant le courant généré par un calibre automatique pour la mesure d'une résistance électrique avec un multimètre de précision type Keithley 2100 (c'est-à-dire les multimètres utilisés sur nos bancs expérimentaux, cf. chapitre 4, tableau 4.1). Le Tableau 2.6 donne pour chaque capteur la répartition de la température d'auto-échauffement pour chacune des géométries de type méandre (M) ou spirale (S), et chaque largeur *l* de piste (60, 30 ou 10 µm).

Description	Auto-échauffement	
	I	*I*/10
M60 *l* = 60 µm *e* = 240 nm Calibre de mesure multimètre : *R* =1 kΩ *I* = 1 mA		
M30 *l* = 30 µm *e* = 240 nm Calibre de mesure multimètre : *R* =10 kΩ *I* = 0,1 mA		
M10 *l* = 10 µm *e* = 240 nm Calibre de mesure multimètre : *R* =100 kΩ *I* = 0,01 mA		

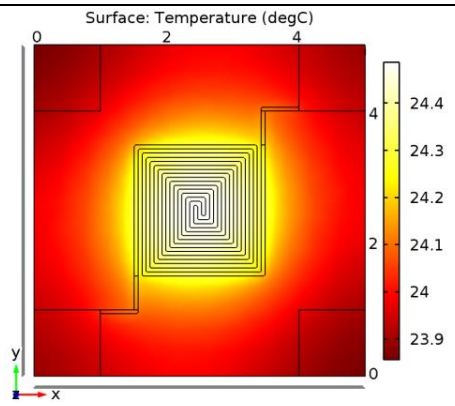
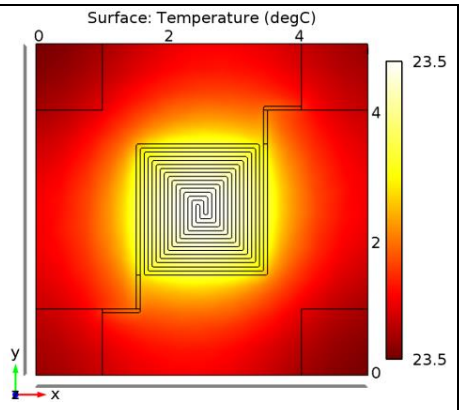
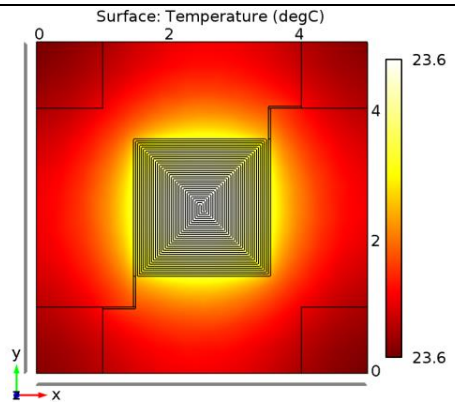
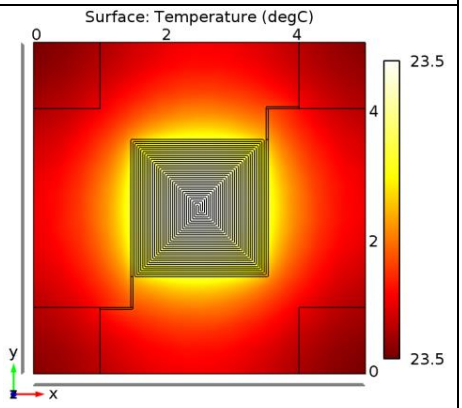
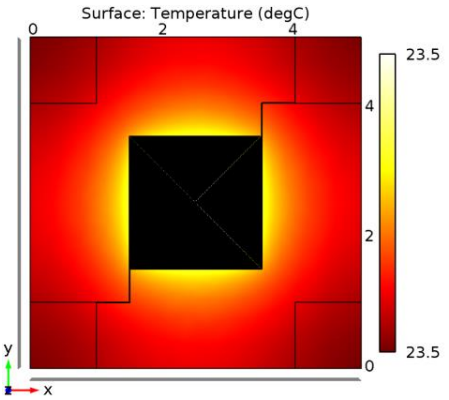
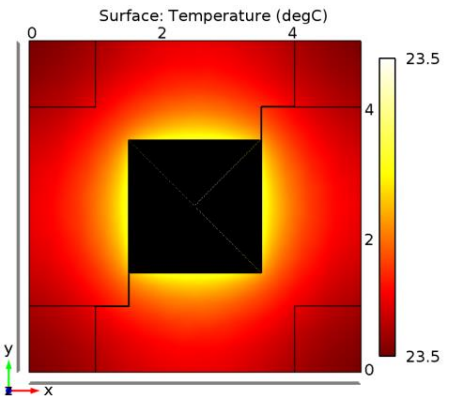
S60 l = 60 µm e = 240 nm Calibre de mesure multimètre : R =1 kΩ I = 1 mA		
S30 l = 30 µm e = 240 nm Calibre de mesure multimètre : R =10 kΩ I = 0,1 mA		
S10 l = 10 µm e = 240 nm Calibre de mesure multimètre : R =100 kΩ I = 0,01 mA		

Tableau 2.6 : Comparatif de la répartition de la température d'auto échauffement pour les différentes géométries

Pour la sonde de type méandre 60 µm (M60), les résultats du Tableau 2.6 montrent que la circulation d'un courant de 1 mA (généré par le multimètre pour un calibre automatique de 1 kΩ) élève la température de la partie sensible de la sonde M60 de 0,9 °C. Pour ce même courant, l'élévation de température de la partie sensible de la sonde S60 est d'environ 1°C. Les valeurs d'auto-échauffement sont très proches entre les sondes M60 et S60. Ces élévations de température correspondent à un écart relatif d'environ 4 % entre la température de la partie sensible de la sonde et celle du milieu ambiant. Cet écart est très élevé pour une mesure de densité de flux thermique. Pour les mêmes géométries M60 et S60, nous constatons que le passage à un courant de I/10 (soit 0,1 mA) permet de diviser quasiment par 10 l'écart relatif entre les températures, mais en contrepartie, la sensibilité du capteur baisse dans les mêmes proportions (cf. Eq. 2.7).

Pour les largeurs de piste de 30 µm et les géométries M30 et S30, les valeurs de résistances augmentent, et donc permettent l'utilisation d'une intensité plus basse. Nous constatons donc qu'il y a peu d'élévation de température. L'écart relatif entre la température des sondes et celle du milieu environnant reste toujours inférieur à 0,6 %. Nous avons donc intérêt à maintenir le courant à sa valeur *I* par défaut (sans le diviser par 10) afin d'avoir une sensibilité maximale.

Enfin, en ce qui concerne les capteurs M10 et S10, nous remarquons que le courant généré est très faible et l'élévation de la température de la sonde ne dépasse pas quelques centièmes de degré Celsius. De la même manière que pour les sondes M30 et S30, nous pouvons conclure que pour les sondes M10 et S10, il est plus intéressant de maintenir le courant d'alimentation *I* à sa valeur par défaut.

En conclusion, l'auto-échauffement est relié à la valeur de l'intensité qui parcourt les résistances et donc à la largeur des pistes du capteur. Ce phénomène d'auto-échauffement perd de son importance relative à partir de certaines températures pour lesquelles, les variations induites sont dans l'intervalle d'incertitude de la mesure de température.

2.2.4.4. Critères de choix et comparaison

L'appréciation des géométries est basée sur l'auto-échauffement, la robustesse et la sensibilité. En se basant sur le modèle électrothermique, nous avons pu simuler les six géométries de résistances. Cette étude nous a permis de comparer les différentes sondes selon le premier critère qui est l'auto-échauffement. Concernant la robustesse, théoriquement pour une même épaisseur de dépôt, plus la piste est large plus la résistance est robuste. Pour la sensibilité des capteurs qui est le troisième critère de comparaison, nous avons calculé (cf. Eq. 2.7) approximativement la sensibilité de chaque capteur pour une épaisseur de dépôt de 240 nm. Les résultats sont présentés dans le Tableau 2.7. Dans ce même tableau, R_0^* correspond à la valeur des résistances approximatives calculées à partir de données physiques à 0 °C pour chaque largeur de piste et pour une épaisseur de piste de 240 nm.

Forme		M60	S60	M30	S30	M10	S10
Résistivité (Ωm)		$10{,}35 \times 10^{-8}$					
Epaisseur (nm)		240					
Largeur de piste (µm)		60	60	30	30	10	10
Longueur de piste (mm)		76,520	83,478	166,956	173,913	405,796	440,579
R_0^* (Ω)		550	600	2400	2500	17500	19000
Sensibilité (mV °C^{-1})	I	0,660	0,720	0,288	0,300	0,210	0,228
	I/10	0,066	0,072	0,029	0,030	0,021	0,023

Tableau 2.7 : Sensibilité de mesure thermique calculée approximativement pour chaque géométrie (Eq. 2.7)

La comparaison des critères de robustesse, sensibilité et auto-échauffement, pour chaque géométrie, est donnée dans le Tableau 2.8.

Description	Robustesse	Sensibilité	Auto-échauffement
M60 $I/10$ = 0,1 mA	+++	+	-
M30 I = 0,1 mA	++	+++	--
M10 I = 0,01 mA	+	++	-
S60 $I/10$ = 0,1 mA	+++	+	-
S30 I = 0,1 mA	++	+++	--
S10 I = 0,01 mA	+	++	-

Tableau 2.8 : Synthèse des résultats obtenus pour les différentes géométries

Dans la littérature, les résistances chauffantes se présentent généralement sous la forme méandre [6] [15] [16]. Mais, comme le montrent ces résultats, chaque géométrie présente des avantages et des inconvénients. Si on considère le critère de robustesse, ce sont les sondes types méandre M60 et spirale S60 qui seront les plus adaptées. Pour obtenir une sensibilité maximale, on choisira plutôt les sondes de type méandre M30 et spirale S30. Enfin, pour avoir un auto-échauffement minimal, il sera plus judicieux de choisir les deux sondes méandre M10 et spirale S10. Finalement, pour chaque application, il faut trouver le meilleur compromis entre robustesse, sensibilité et auto-échauffement.

2.2.4.5. Validation du modèle

Afin de valider le modèle, les paramètres et les conditions aux limites utilisés, il est important de comparer les résultats de la simulation avec les résultats expérimentaux. Pour ce faire, nous avons réalisé un banc de test. Il consiste à placer un microthermocouple de diamètre 80 µm au centre du fluxmètre et de mesurer la température relevée pour deux courants d'alimentation (I = 1mA, $I/10$). Les essais expérimentaux sont réalisés pour une sonde de type M60 et à une température ambiante de 23,5 ±0.2 °C. Un multimètre de précision (Keithley 2100) permet à la fois la mesure et l'alimentation de la résistance en courant. Le thermocouple est connecté à un boîtier d'acquisition National Instruments. L'ensemble des signaux est enregistré sur un ordinateur via un programme d'acquisition développé sous Labview. Le résultat des essais expérimentaux pour le capteur M60 est donné sur la Figure 2.6.

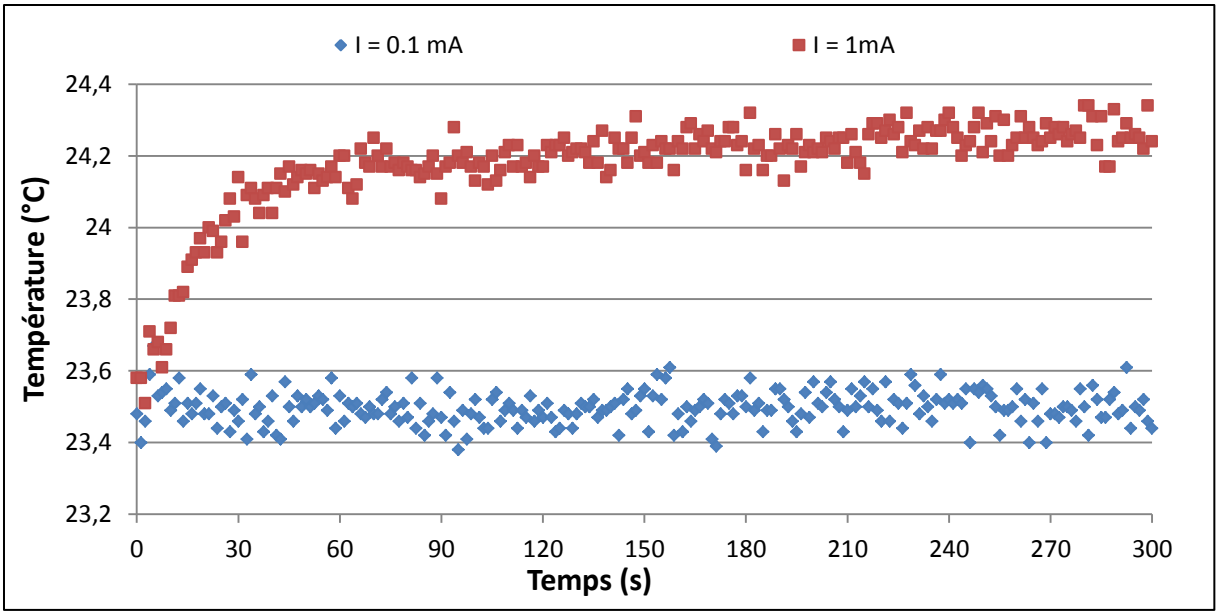


Figure 2.6 : Mesure de température au centre du fluxmètre thermique (Platine, M60, 2 fils, 0.1mA, 1mA)

Nous avons observé qu'à partir de 60 s, le capteur atteint un régime quasi statique. Pour un courant de 0,1 mA, on ne détecte pas d'élévation de température car la mesure au centre du capteur est très proche de la température ambiante. Par contre, pour un courant de 1 mA, l'auto échauffement conduit à une augmentation de température de 0,8 °C. Ces résultats, en concordance avec ceux obtenus par simulation (Tableau 2.6), permettent de valider le modèle choisi. En effet, dans notre cas, il ne s'agit pas de trouver des valeurs exactes mais de vérifier les ordres de grandeurs.

2.2.5. Etude thermique

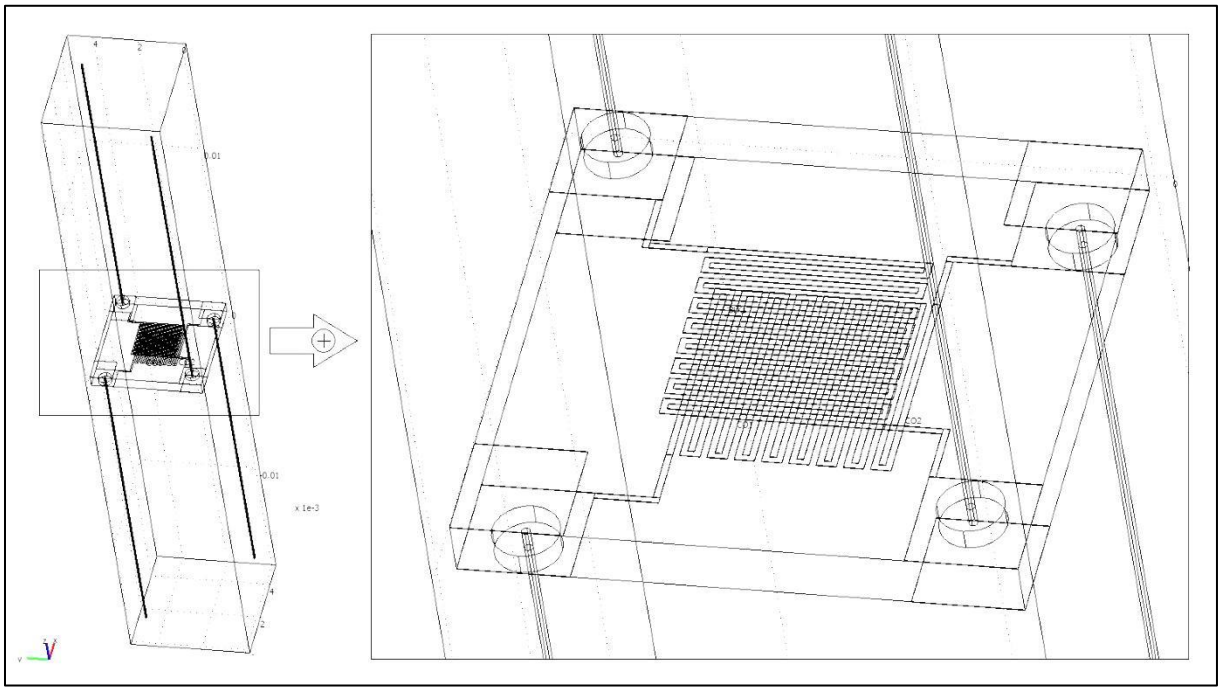


Figure 2.7 : Modèle simplifié du fluxmètre thermique avec soudure et fils de connexion

L'étude thermique simule le comportement du capteur dans un environnement de mesure donné. Pour s'approcher au mieux du cas réel, nous avons choisi le modèle 2 (décrit au paragraphe 2.2.2) et qui prend en compte à la fois les plots de contact, les fils de connexion et les points de soudure (Figure 2.7). En effet, l'objectif de cette étude est de déterminer la répartition des lignes de flux entre les deux sondes, de visualiser l'influence des connectiques sur le transfert thermique (dissymétrie éventuelle, déviation des lignes de flux...) et de déterminer la différence de température ΔT apparaissant entre les deux faces du capteur.

2.2.5.1. Conditions aux limites

Les conditions aux limites diffèrent du modèle électrothermique précédent. On simule un fluxmètre placé dans une ambiance à 20 °C et posé sur une surface plane portée à 100 °C. Cela se traduit, en termes de conditions aux limites par l'imposition :

- d'une température de 100 °C sur la face inférieure du capteur,
- d'une température de 20 °C sur l'ensemble des autres faces avec un coefficient d'échange global de 8 $Wm^{-2}K^{-1}$.

2.2.5.2. Maillage

Afin d'obtenir une meilleure définition de la répartition des lignes de flux, nous avons choisi d'utiliser un maillage raffiné (Figure 2.8) qui comporte 115109 éléments tétraédriques. Le temps de calcul, de l'ordre de 30 minutes, est alors bien plus long que pour le modèle précédent. Ce maillage est beaucoup plus fin que le précédent et permet d'étudier l'influence des éléments de connexion.

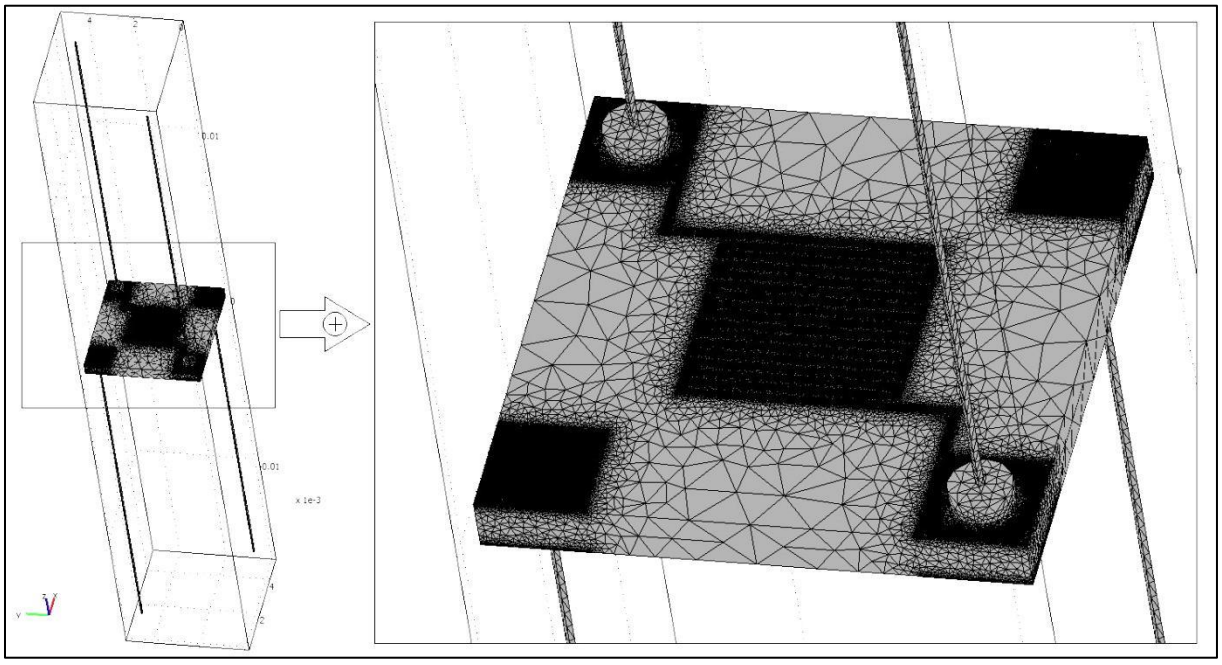


Figure 2.8 : Exemple de maillage raffiné du deuxième modèle

2.2.5.3. Résultats numériques

Les résultats de la simulation numérique (Figure 2.9) permettent de visualiser la répartition de la température sur les faces du capteur. Nous constatons une homogénéité des lignes de flux

notamment au niveau des sondes à résistance. Nous visualisons des lignes de flux bien perpendiculaires au capteur, sans flux transverse. Par ailleurs, ces lignes sont concentrées au niveau de la partie résistances et plots de connexion.

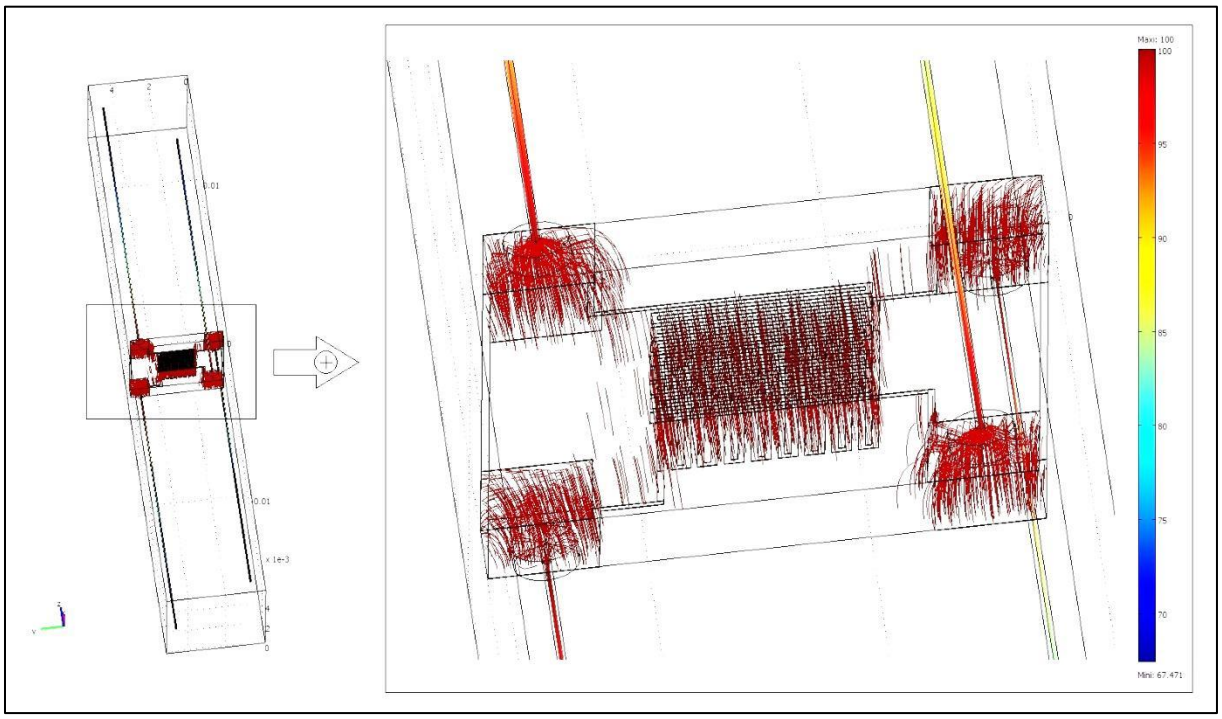


Figure 2.9 : Répartition des lignes du flux thermique sur le capteur et ses connectiques

Afin de déterminer la densité du flux thermique, nous avons besoin de connaître avec précision la différence de température ΔT entre les deux faces du capteur en régime permanent.

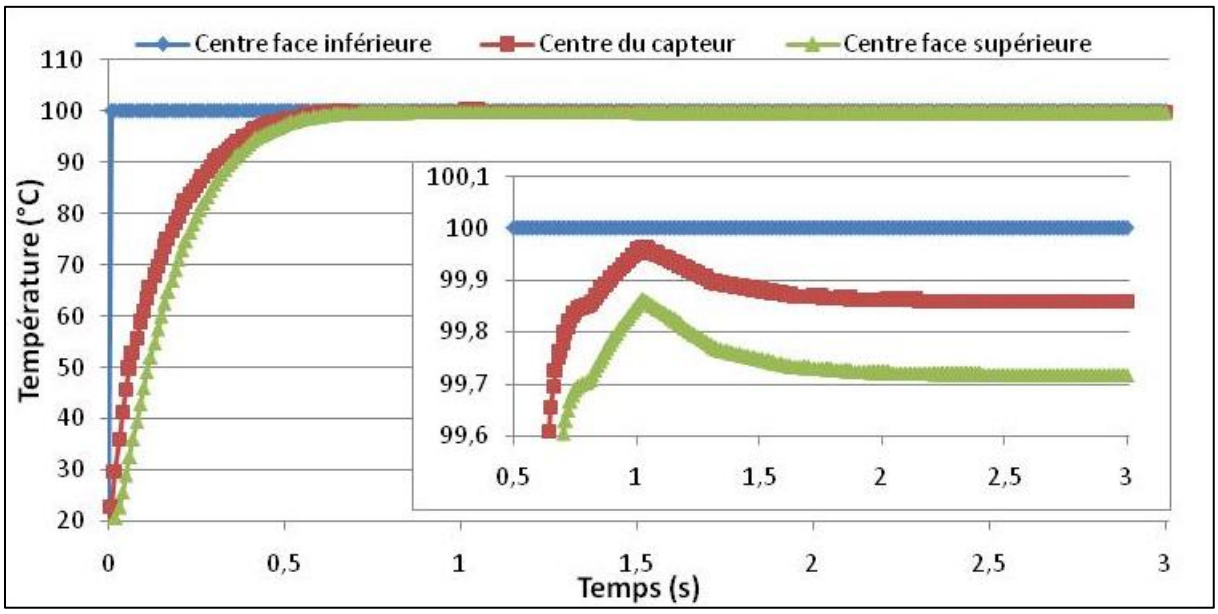


Figure 2.10 : Evolution de la température en fonction du temps au centre du capteur et aux centres des faces supérieure et inférieure du capteur

Les résultats présentés dans la Figure 2.10 montrent l'évolution de la température en fonction du temps au centre du capteur, et aux centres des faces supérieure et inférieure du capteur. La première partie correspond au régime transitoire, suivie de la seconde partie qui correspond au régime permanent. Ces résultats permettent de déterminer la différence de température ΔT et donc la densité de flux thermique. La Figure 2.11 présente l'évolution temporelle de la densité de flux thermique calculée à partir de la différence de température entre les deux faces du fluxmètre.

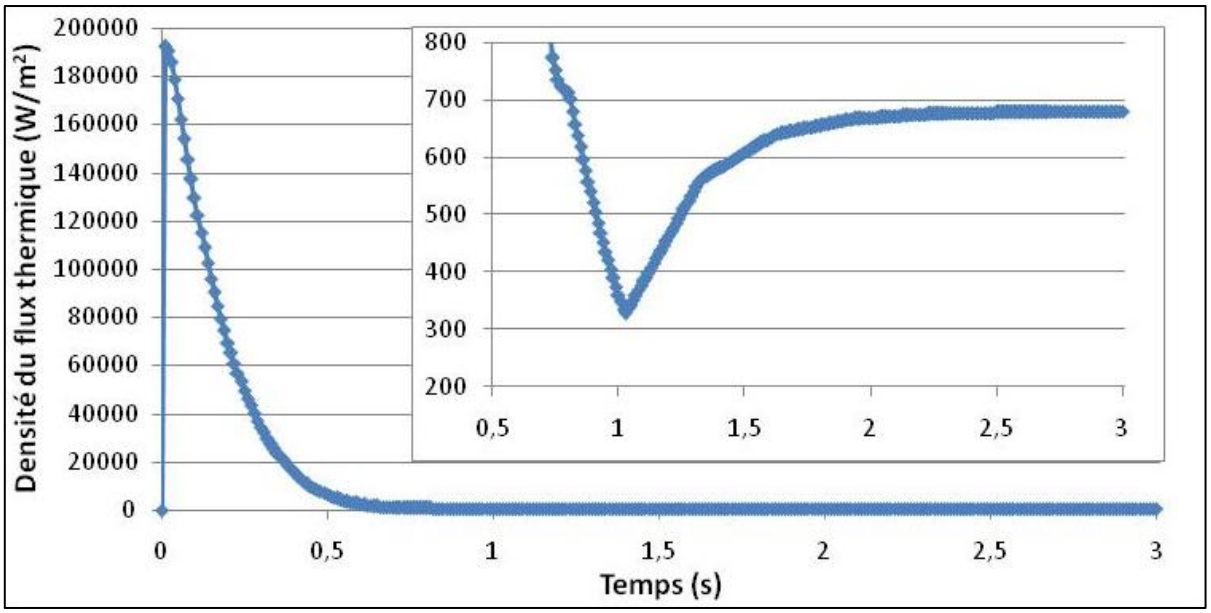


Figure 2.11 : Evolution de la densité de flux thermique en fonction du temps

Le régime permanent est atteint au bout de 2,5 s, nous observons alors une différence de température ΔT quasi stable d'environ 0,3 °C (0,28 °C) entre les deux faces du capteur. Cette différence se traduit par une densité de flux thermique d'environ 680 Wm^{-2}. Pour avoir des mesures de densité de flux thermique fiables, il faut s'assurer que la fréquence d'échantillonnage soit très inférieure à la fréquence de coupure du capteur.

2.3. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons détaillé le processus de conception du capteur, en justifiant les choix de matériaux et de structures. Nous avons ainsi choisi de réaliser un fluxmètre à gradient utilisant des résistances de platine déposées en couches minces sur un substrat en verre. La forme et les dimensions géométriques des pistes ont été étudiées, sur le plan thermique et sur le plan de la robustesse mécanique. Des simulations numériques ont permis de conforter ces choix en montrant l'établissement d'un gradient de température entre les 2 faces du capteurs Par ailleurs, une étude de l'influence de l'intensité (circulant dans la résistance) sur l'auto-échauffement du capteur a permis de déterminer les paramètres adéquats (valeur du courant) à utiliser pour chaque géométrie. Dans les chapitres suivants, nous allons présenter les techniques de fabrication et de caractérisation du capteur.

2.4. Bibliographie

[1] ANR-12-SEED-0005-01 (MISTIC).

[2] E. Dellali, S. Begot, F. Lanzetta, R. Chutani et E. Gavignet, «Design and thermal modeling of a micro-regenerator, proc. of ICREGA, Internal Conference on Renewable Energy: Generation and Applications», Belfort, France, 8-10 February, 2016.

[3] E. Dellali, S. Begot, F. Lanzetta et E. Gavignet, «Design, fabrication and CFD modeling of a Stirling engine microregenerator, proc. of 17th International Stirling Engine Conference and Exhibition, Northumbria Univesity», Newcastle upon Tyne, UK, 24th-26th August, pp. 190-200, 2016.

[4] J. M. J. Den Toonder et A. R. van Dijken, «Optimization of mechanical properties of thin free-standing metal films for RF-MEMS», proc. of Materials Research Society Symposium, pp. 177-182, 2004.

[5] G. Flik, H. C. Eisenschmid, Raudzis, F. Schatz, W. Schoenenborn et H. Trah, «Microsensors for automotive applications – metrology and test», proc. of Materials Research Society Symposium, vol. 687, n°15, pp. 3-13, 2002.

[6] «TC S.A,» [En ligne]. Available: www.tcsa.fr. [Accès le 30 septembre 2016].

[7] A. H. Epstein, G. N. Guenette, N. R. J. G et C. Yuzhang, «High frequency response heat flux gauge», n°157 (4), pp. 639-648, April 1986.

[8] P. Childs, J. R. Greenwood et C. A. Long, «Heat flux measurement techniques», Proc. of the Institution of Mechanical Engineers, Part C: Journal of Mechanical Engineering Science, vol. 213, n°17, pp. 655-677, 1999.

[9] G. Asch, « Les capteurs en instrumentation industrielle », 7ème édition, Dunod, 1983, pp. 264,265.

[10] A. Zribi, F. Lanzetta, M. Barthès et S. Bégot, «Fluxmètre thermique, détermination du transfert de chaleur fluide-paroi. Application à l'écoulement de type marche d'escalier», proc. of Troisième Congrès Tunisien de Mécanique, COTUME, 24-26 mars, Sousse, Tunisie, 2014, pp. 47-49, 2014.

[11] H. M. Prasser et F. P. D'Aleo, «Design, calibration and testing of a thin film temperature gauge array for temperature and heat flux measurements in fluid mixing experiments», Flow Measurement and Instrumentation, vol. 24(0), pp. 29-35, 2012.

[12] L. I. Maissel et R. Glang, Handbook of thin film technology, Mc Graw-Hill, 1970.

[13] V. Demarne, «Réalisation d'un capteur de gaz intégré sur silicium, étude des mécanismes physico-chimique liés au fonctionnement de ces capteurs, dans le cas de

couches minces de dioxyde d'étain pur et dopé», Thèse de l'Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne (EPFL), Lausanne, 1991.

[14] D. DiBartolome et J. H. Klems, «Large-area, high-sensitivity heat-flow sensor», Review of Scientific Instruments, vol. 53, octobre 1982.

[15] B. Azerou, «Conception, réalisation et mise en œuvre de fluxmètres thermiques passif et dynamique à base de couches minces», Thèse de l'Université de Nantes, 2013.

[16] C. Habib, «Conception et réalisation d'une plate-forme multi capteur de gaz conductimétriques, vers le nez électronique intégré», Thèse de Université Paul Cézanne - Aix-Marseille III, 2007.

3. Techniques de fabrication du fluxmètre thermique

Ce chapitre présente les techniques de fabrication et de caractérisation mises en œuvre pour concevoir les capteurs de flux étudiés au chapitre précédent. Les technologies utilisées pour concevoir notre capteur miniature nécessitent que la majorité des procédés de fabrication soient opérés en salle blanche.

Ce chapitre s'articule en trois parties. Dans une première partie, les différentes étapes de fabrication de nos capteurs sont abordées : il s'agit des étapes de conception et génération des masques, préparation des substrats, procédés de photolithographie, dépôt de couches minces et de lift-off. Puis, la seconde partie du chapitre porte sur l'étude de l'influence du recuit sur la cristallinité du platine, et la caractérisation de ces dépôts de platine par profilométrie, MEBE (Microscope Electronique à Balayage Environnementale), DRX (Diffractométrie Rayons X) et, FIB (microscopie ionique focalisée ou Focused Ion Beam). Enfin, la dernière partie du chapitre porte sur les méthodes d'assemblage (connectique et portabilité) des capteurs.

3.1. Etapes du processus de fabrication en salle blanche

L'Institut FEMTO-ST dispose d'une Centrale de Technologie, nommée MIMENTO (MIcrofabrication pour la MEcanique, les Nanosciences, la Thermique et l'Optique), faisant partie du réseau RENATECH des cinq grandes centrales technologiques françaises. La plupart des équipements de MIMENTO sont installés dans des salles blanches. Une salle blanche est une salle propre caractérisée par une classe dont la valeur est définie comme le nombre maximal toléré de particules de diamètres donnés par mètre cube d'air. Notre capteur a été réalisé dans une salle blanche de classe 5 à 7 suivant la norme ISO 14644-1.

Une fois définies les géométries et formes des capteurs à partir des simulations (cf. chapitre précédent), nous avons réalisé les capteurs au sein de la Centrale de Technologie MIMENTO.

Les différentes étapes du processus de fabrication du capteur sont détaillées dans les parties suivantes.

3.1.1. Préparation des substrats

Tout procédé doit démarrer par une étape de nettoyage/préparation des substrats. En effet, il est bien établi dans la littérature que les propriétés du couple substrat/film mince sont directement liées à l'interface entre la surface du substrat et la couche mince que l'on dépose [1]. De manière plus précise, l'état de surface du substrat conditionne l'adhérence du film sur le support. Ce critère d'adhérence, essentiel, dépend principalement de trois facteurs : la morphologie de la surface, sa contamination et les interactions chimiques.

3.1.1.1. Morphologie de la surface

Pour garantir la continuité d'un film conducteur d'une épaisseur de quelques centaines de nanomètres, la surface du substrat doit être parfaitement lisse. Les travaux de Serio [2] montrent qu'une certaine rugosité de surface est toutefois acceptable, à condition d'augmenter l'épaisseur du film. Mais au-delà de 300 nm d'épaisseur, les contraintes générées par le platine entraînent plus facilement le décollement de la couche de métallisation (voir chapitre précédent) [3]. Afin d'assurer une excellente adhérence, en nous basant sur les résultats de la littérature, nous avons choisi une épaisseur de dépôt comprise entre 200 nm et 300 nm et un substrat avec une rugosité arithmétique moyenne (*Ra*) minimale (substrats en verre Borofloat®33, commercialisés pour des applications microélectroniques).

3.1.1.2. Contamination de la surface

Avant et pendant le procédé de fabrication, divers agents sont susceptibles de contaminer la surface du substrat, notamment avant le dépôt de couches minces. La contamination de la surface peut provenir de sources aussi diverses que, par exemple, l'air ambiant, l'eau déionisée, des résidus de produits de lithographie, les fours opérateurs et les machines [4]. L'opération de nettoyage est ainsi déterminante pour l'obtention de dispositifs stables et reproductibles. Si l'on souhaite, comme dans notre cas, réaliser des circuits où la largeur de piste varie entre 10 µm et 60 µm, la moindre poussière a des conséquences catastrophiques sur la réalisation du film mince. Les contaminants peuvent être classés en trois catégories [4] :

- contamination particulaire : il s'agit de corps d'origine organique ou minérale, qui représentent 90 % des contaminants et sont responsables de 80% des défauts,
- contamination métallique (Ca, Fe, Ni, Cu, Zn, Au, Al, Cr, ...),
- contamination organique : elle est principalement due aux résidus de résine photosensible.

Pour nettoyer ces trois types de contaminants, la procédure consiste à appliquer successivement plusieurs techniques. Il faut d'abord éliminer les particules solides (grains de poussières, grains abrasifs, etc.). Pour cela, un premier nettoyage est réalisé dans un bain détergent à ultrasons. Ce type de nettoyage présente plusieurs avantages : il permet d'atteindre tous les recoins du substrat, sa rapidité d'exécution est grande, son exécution se fait à faible niveau de température et il utilise de faibles quantités de réactifs chimiques. Ensuite, le substrat est plongé dans une solution oxydante chaude (acide nitrique), puis rincé abondamment à l'eau distillée/déionisée pour éliminer toute trace d'acide. Suite à cela, le substrat est posé sur une plaque chauffante pour une étape de séchage/dégazage, suivi d'un dégraissage dans un bain d'acétone, puis d'un dernier rinçage à l'éthanol. Finalement, le substrat est séché minutieusement en utilisant une soufflette d'azote. Ce nettoyage de surface est complété plus tard (juste avant de démarrer le dépôt par pulvérisation cathodique) par un bombardement ionique sous vide qui décape superficiellement la surface (etching).

3.1.1.3. Interactions chimiques

Le platine déposé sous forme de couches minces adhère très mal sur un substrat en verre. Il est nécessaire de procéder en premier lieu au dépôt d'une couche d'accroche superficielle en chrome, d'environ 20 nm d'épaisseur, qui permettra par la suite d'assurer la bonne adhésion du dépôt de platine comme indiqué plus haut.

3.1.2. Conception et génération des masques optiques

En technologie couches minces, la sélection des zones de dépôts (et du tracé de la largeur de la piste conductrice) est obtenue par masquage. Le masque optique est une plaque de verre sur laquelle est déposée une couche mince opaque de chrome (on parle de masque chrome). Cette dernière présente, selon le procédé choisi (type de résine), le positif ou le négatif du dessin du circuit à déposer. Un masque est dit positif quand les parties opaques correspondent au dessin du circuit, et négatif quand ce sont les parties transparentes qui correspondent à ce dessin. La fabrication de notre fluxmètre thermique nécessite deux étapes de photolithographie : une par face. Dans ce cas, il nous a été possible d'arranger sur le wafer de manière symétrique (par rapport à l'axe central du wafer) les différentes géométries de capteurs. Cette configuration nous a permis d'utiliser un seul masque positif au lieu de deux. En effet, il suffit de tourner le masque (permuter la face inférieure et la face supérieure) pour réaliser les deux étapes de masquages. Sur un même wafer, nous avons utilisé les géométries exposées dans le paragraphe 2.1.5 du chapitre 2, chaque capteur étant séparé de son voisin par une distance de 500 µm (espacement tenant compte de l'épaisseur du disque de la scie circulaire utilisée pour la découpe des capteurs).

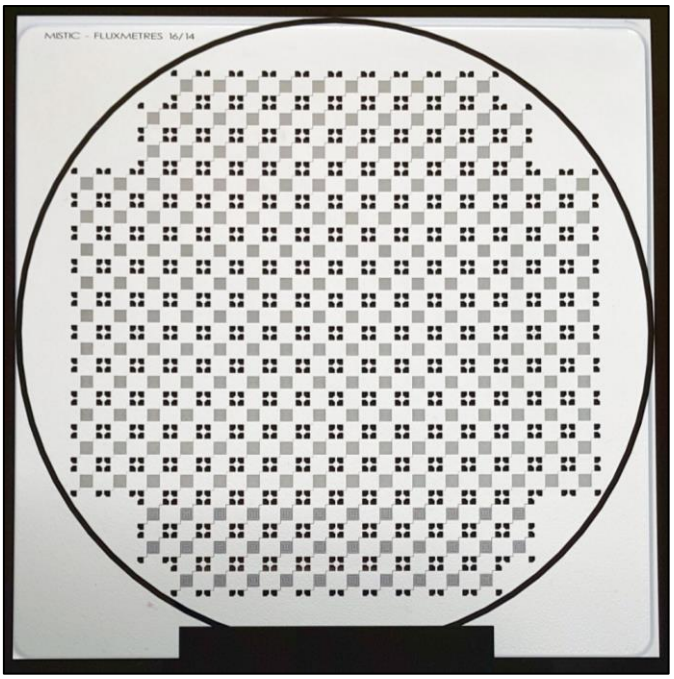


Figure 3.1 : Masque optique de diamètre 5 pouces

La taille du masque est, en général, supérieure à celle du substrat à traiter. Dans notre cas nous avons choisi un masque optique de diamètre 5 pouces pour un wafer de diamètre 4 pouces. La disposition choisie nous a permis de dessiner 228 capteurs sur un masque de 5 pouces (Figure 3.1).

En utilisant le logiciel de conception de microcircuits CADENCE®, le dessin est converti en code machine et les données sont transférées vers le générateur de masque DWL 200 (Figure 3.2). Ce dernier est un système lithographique précis d'écriture à laser. Il permet d'inscrire des microstructures sur des substrats tels que du silicium, du verre, un film ou d'autres matériaux s'ils sont recouverts d'une résine photosensible [5].

Figure 3.2 : Masqueur Lithographie Optique Heidelberg DWL 200

3.1.3. Photolithographie

La photolithographie est en général la deuxième étape dans la fabrication après la réalisation du masque chrome [5]. Elle permet de déposer localement une résine qui sert de masque de protection pendant la mise en forme d'un substrat ou d'une couche mince. Cette mise en forme correspond à la structuration de la surface qui peut être, par exemple, une gravure humide (attaque acide d'un métal), une gravure sèche (plasma) ou une croissance (dépôt PVD ou électrolyse d'un métal). La Figure 3.3 schématise le procédé de protection pour la structuration.

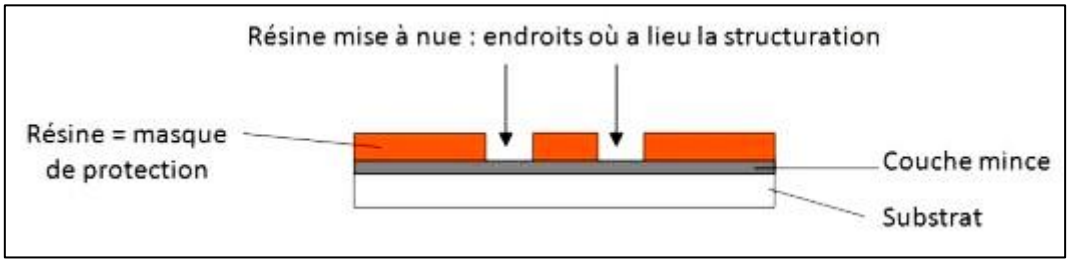


Figure 3.3 : Principe d'utilisation de la résine en tant que masque de protection [5]

La résine photosensible peut être, en général, répartie sur la surface par un procédé de centrifugation (avec une tournette), ou encore par la projection d'un spray qui se déplace le long du wafer (spray coating). Les dépôts de résine sont sous forme de films minces (quelques fractions de micromètres à plusieurs micromètres) et très uniformes.

Plusieurs types de résines sont disponibles : les résines positives, les résines négatives et les résines inversibles. Dans notre cas, nous avons utilisé une résine inversible (AZ 5214), qui est une résine positive (c'est-à-dire une résine pour laquelle le rayonnement UV produit une transformation chimique des macromolécules, entraînant une solubilité accrue des zones exposées dans le révélateur) ayant la propriété de changer de polarité suite à une étape de recuit dit d'inversion.

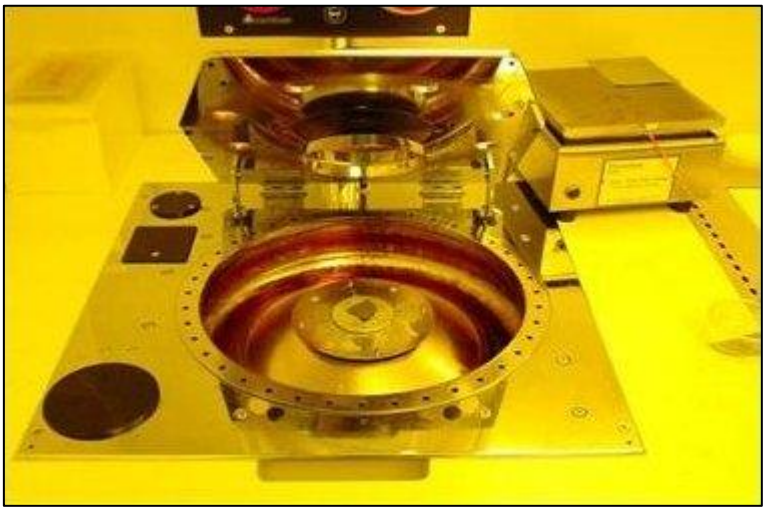


Figure 3.4 : Machine d'enduction tournette RC8

Dans notre cas, l'enduction du substrat par la résine a été faite grâce à une tournette (Figure 3.4). La vitesse, l'accélération et le temps de rotation de la tournette sont réglés pour obtenir une épaisseur de résine de l'ordre de 1,5 µm. Ensuite, la résine est cuite à 120 °C pendant 120 s sur une plaque chauffante.

Après recouvrement du substrat (ou enduction) et cuisson de la résine, on utilise un aligneur. Le choix de l'aligneur se fait selon les spécifications demandées (résolution à atteindre, le traitement double face ou non) [5].

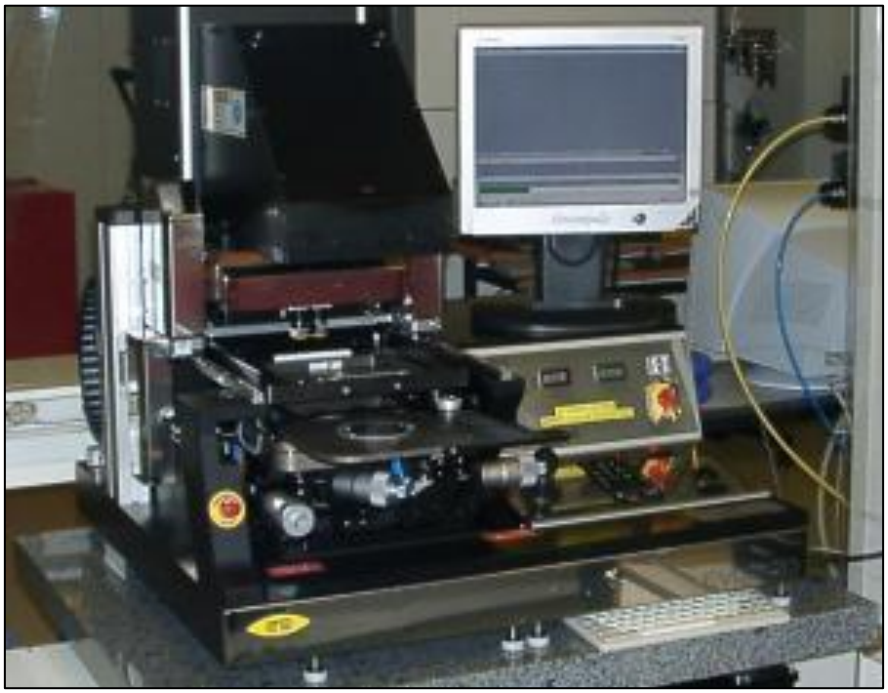


Figure 3.5 : Aligneur simple face/double face EVG 620

L'aligneur EVG 620 utilisé (Figure 3.5) est équipé d'une lampe à vapeur de mercure produisant un spectre d'émission dans le proche ultra-violet avec 3 raies principales (raie i à 365 nm, raie h à 405 nm et raie g à 436 nm) pour l'exposition des résines utilisées. Pour un transfert parfait du motif chrome dans la résine, le masque chrome est plaqué le plus parfaitement possible sur la résine afin d'éviter la diffraction de Fresnel : il s'agit d'une photolithographie par contact (Figure 3.6).

Cette machine permet :

- d'aligner le substrat par rapport au masque chrome : c'est l'étape d'alignement,
- de fournir le rayonnement ultra-violet nécessaire à la transformation chimique de la résine : c'est l'étape d'exposition.

A l'issue du processus, les zones non protégées par le masque deviennent solubles dans le développeur.

La résine AZ 5214 est ensuite inversée par un recuit de 90 s à 120 °C, suivi d'une pleine exposition UV de 210 $mJcm^{-2}$ [6]. A ce moment, les zones non protégées pendant l'exposition

initiale deviennent insolubles dans le développeur. Enfin le processus est achevé par une dissolution de la résine dans un bain de développeur.

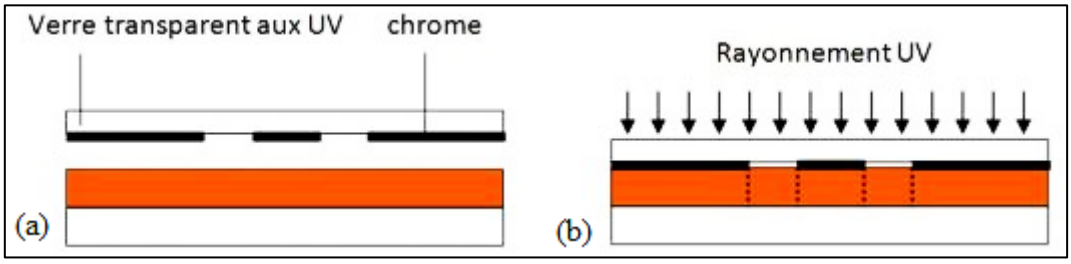


Figure 3.6 : Principe d'exposition de la résine au travers d'un masque chrome sur verre [5]. (a) : Etape d'alignement, substrat mobile. (b) : Etape d'exposition, plaquage résine sur masque

3.1.4. Dépôt couches minces

La pulvérisation cathodique (sputter deposition) est une technique de dépôt de couches minces affiliée à la famille des dépôts sous vide, dit PVD (Physical Vapor Deposition). Son principe (cf. Figure 3.7) consiste à créer un champ électrique (haute tension) entre une anode et une cathode dans une atmosphère de gaz neutre (Argon). Une fois le gaz injecté à très faible pression au sein de l'enceinte, la cible (cathode) est polarisée négativement : cela permet ainsi la circulation d'un champ électrique entre cette dernière et l'anode reliée à la masse. Ceci provoque alors l'ionisation de l'argon et par conséquent la création d'un plasma froid constitué d'électrons, d'ions, de photons et d'espèces neutres. Les ions ainsi créés sont attirés et accélérés vers la cible dans la gaine cathodique. Ainsi, l'énergie cinétique qu'ils libèrent en impactant la surface de la cathode, provoque alors un arrachement d'atomes : on parle de pulvérisation (cf. schéma des étapes de la PVD, Figure 3.8).

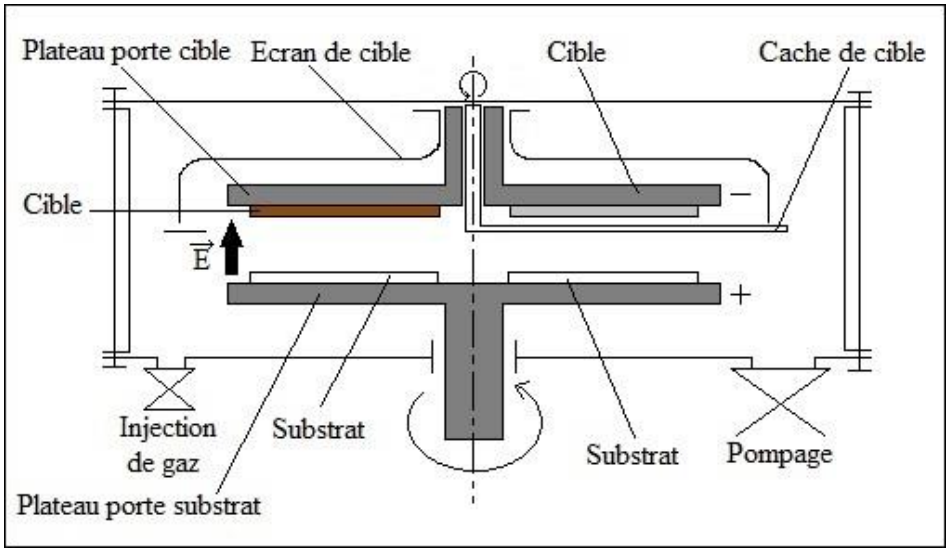


Figure 3.7 : Schéma du principe de dépôt par pulvérisation cathodique

La matière ainsi éjectée vient alors se déposer sur le substrat en vis-à-vis selon une trajectoire unidirectionnelle liée au libre parcours moyen des espèces [7]. Le contrôle de la répartition du plasma à la surface de la cible se fait à l'aide d'un système appelé magnétron (pulvérisation cathodique magnétron). Ce dernier est composé d'une série d'aimants dont le champ magnétique permet de donner une trajectoire hélicoïdale aux électrons à proximité de la cible,

et ainsi de venir augmenter au sein de cette zone le nombre de collisions et, par conséquent, d'augmenter la densité du plasma.

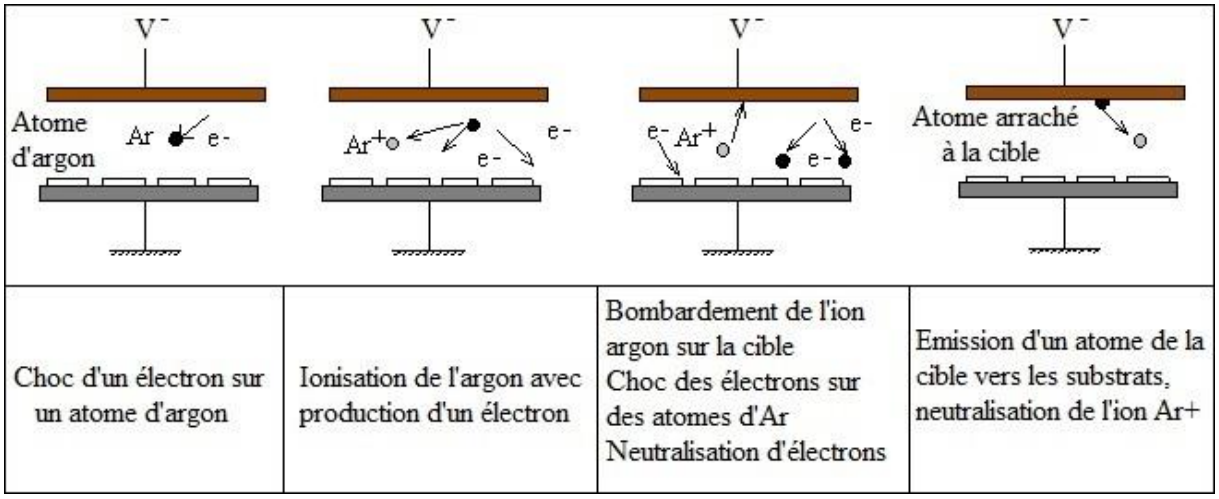


Figure 3.8 : Etapes de dépôt par pulvérisation cathodique [8]

La machine PLASSYS MP 500 (Figure 3.9) permet de réaliser le procédé de PVD. Elle permet de déposer des métaux sur tous les types de substrats (isolants ou conducteurs). Les substrats sont installés en partie basse et les cibles en partie haute, ce qui facilite le positionnement des pièces à revêtir.

Figure 3.9 : Machine de pulvérisation cathodique PLASSYS MP 500

Cette machine possède 4 cathodes, 3 sources DC magnétron 4 pouces, dont un magnétron renforcé, et une source DC magnétron 6 pouces [5]. Le porte-substrat rotatif et positionnable accueille 4 échantillons, de taille maximale 4 pouces chacun. Ces caractéristiques permettent, dans notre cas, de déposer simultanément la couche d'accroche en chrome suivie du dépôt de platine. Une fois la première face du wafer terminée, les étapes précédentes sont répétées (enduction de la résine photosensible, insolation, développement de la résine, pulvérisation cathodique du métal sur l'échantillon).

3.1.5. Retrait de la résine « lift-off »

La méthode de retrait de résine (lift-off) est un procédé de création de structures sur la surface d'un substrat grâce à un matériau sacrificiel (ici, une résine photosensible). Le principe consiste à pulvériser ou évaporer le métal sur des motifs en résine sacrificielle, de manière à pouvoir dissoudre ensuite cette résine recouverte de métal (via les flancs, non recouverts de métal) et ne conserver que le métal déposé ailleurs que sur la résine (Figure 3.10). La résine sacrificielle (résine positive inversible) est éliminée dans un bain d'acétone assisté par ultrasons. Le processus complet est recommencé afin de déposer les couches minces sur la face inférieure du substrat, en utilisant le même masque optique (tourné de 180 °).

L'intérêt de ce processus réside dans une bonne définition des motifs de petites dimensions (quelques micromètres) car l'étape d'inversion de la résine permet de réaliser des ouvertures dans ses flancs : comme nous pouvons le voir sur la Figure 3.10, les flancs sont inclinés vers l'intérieur. En revanche, l'inconvénient de cette méthode est que la faible épaisseur de résine interdit des dépôts de couches métalliques de plus de 1,4 µm d'épaisseur. Au-delà de cette épaisseur, il est impossible de retirer la résine après l'étape de métallisation sans endommager les motifs.

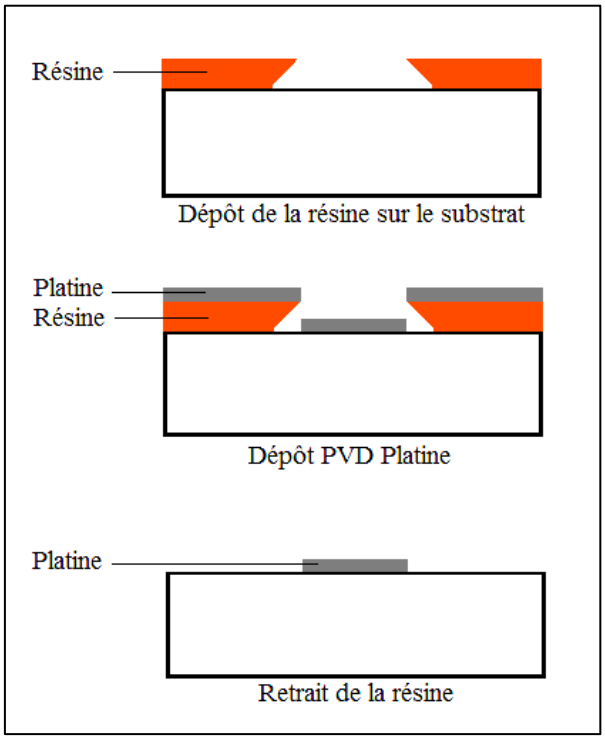


Figure 3.10 : Méthode Lift-off

Pour résumer le procédé de dépôt de couches minces (Figure 3.11), pour une face du wafer, après enduction avec la résine :

- nous avons insolé la résine positive inversible avec un masque positif,
- puis la résine a été développée : seuls les motifs pistes/plots de connexion ne sont pas recouverts de résine,
- ensuite le dépôt de couche mince par PVD a été fait sur l'ensemble de la surface,
- enfin, la résine restante a été enlevée par un procédé de lift-off, ne laissant plus que les pistes/plots de connexion sur la surface du wafer.

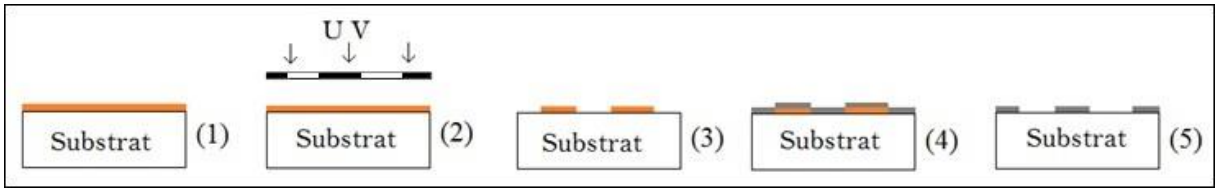


Figure 3.11 : Résumé du procédé de dépôt de couches minces

Ces étapes ont été faites sur les deux faces du wafer. Ce dernier est alors constitué d'un bloc de 228 capteurs. L'étape suivante sera donc la découpe de ces capteurs de manière individuelle.

3.1.6. Découpage

Pour découper le bloc de capteurs, nous avons utilisé une scie de précision DISCO DAD 321 (Figure 3.12). Elle permet de découper et de structurer de nombreux matériaux sur une profondeur maximale de 3,2 mm, l'épaisseur de la lame varie de 15 µm à 450 µm selon le modèle. La scie de précision permet ainsi de séparer des dispositifs [5].

Figure 3.12: Scie de précision DISCO DAD 321 [5]

Pour effectuer la découpe à la scie DISCO DAD 321, les dispositifs sont collés sur un film adhésif, maintenus en place grâce à un système de vide et découpés avec une lame annulaire d'épaisseur 400 µm et refroidie par eau [5].

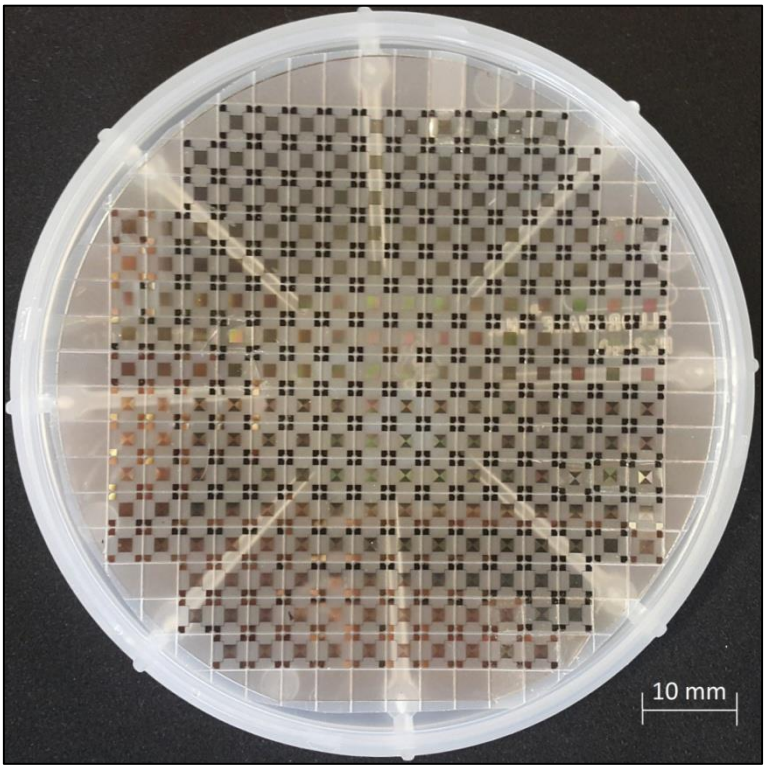


Figure 3.13 : Substrat découpé avec la scie DISCO DAD 321 intégrant les 228 capteurs

Les caractéristiques principales de cette machine sont une grande précision (de l'ordre du micron), avec une importante finesse de coupe et un état de surface au niveau de la découpe qui dépend de la qualité du disque. Ces procédés de fabrication nous ont permis de réaliser 228 capteurs (Figure 3.14) sur un seul wafer de diamètre quatre pouces (Figure 3.13) avec un taux de réussite dépassant 96 %.

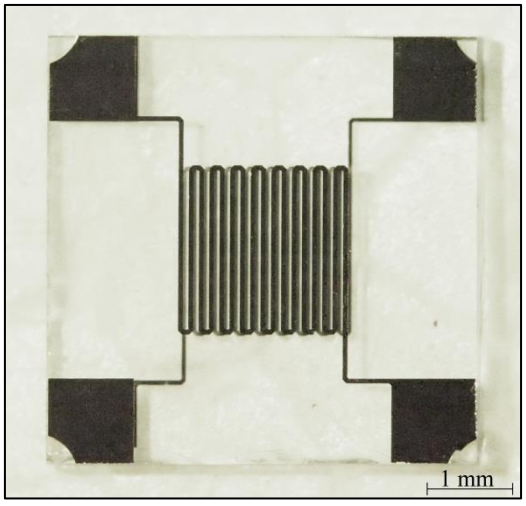


Figure 3.14 : Fluxmètre thermique (Méandre 60) après découpe

Sur la photographie présentée sur la Figure 3.14, nous pouvons observer un capteur réalisé : l'élément sensible de dimensions 2 × 2 mm^2 en forme de méandre et les quatre plots de connexion. Le substrat a une dimension de 5 × 5 mm^2 pour une épaisseur de 0,5 mm.

3.2. Etapes post processus, recuit et caractérisation des dépôts

Une fois réalisées les opérations de fabrication et de découpe des capteurs, nous nous sommes intéressés à l'influence du recuit sur la structure du dépôt. En effet, pour assurer la répétabilité des mesures du capteur, il est nécessaire que les couches minces en platine ne changent pas de propriétés avec le temps ou en cours d'utilisation. Comme les résistances vont être utilisées dans l'application de mesure de flux thermique, ces couches minces vont être exposées à des variations de températures. Des capteurs identiques ont donc subi ou non un recuit à différentes températures. Ces capteurs avec et sans recuit ont ensuite été caractérisés grâce à différents outils : profilométrie, Diffractométrie Rayons X (DRX), Microscopie Electronique à Balayage Environnementale (MEBE), microscopie ionique focalisée ou Focused Ion Beam (FIB).

3.2.1. Recuit

Le recuit est un procédé qui permet de relaxer les contraintes dans un matériau. Il est important puisque, pour des intervalles de recuit assez longs, des processus, tels que l'autodiffusion, la recristallisation et la croissance des grains, permettront d'obtenir un film complètement détendu [9] [10] [11].

Nous avons réalisé des recuits à des températures différentes afin de déterminer le plus adapté. Le choix des températures de recuit (250 °C et 450 °C) est justifié par les raisons suivantes :

- 450 °C correspond à la température maximale que peut supporter le wafer en verre (cf. chapitre 2, tableau 2.2),
- 250 °C correspond à la température maximale à laquelle le capteur est prévu de fonctionner dans le cadre de son application au micro-moteur Stirling.

Après le découpage à la scie, les capteurs de flux thermique ont donc subi un recuit, à deux températures différentes (250 °C ou 450 °C), dans un four sous vide et à une pression inférieure à 10^{-4} Pa afin de minimiser les effets d'oxydation. Pour le recuit à 250 °C (respectivement 450 °C), le profil de température suivant est appliqué :

- une rampe de 10 °Cmin^{-1} jusqu'à 150 °C (respectivement 350 °C),
- stabilisation à 150 °C (respectivement 350 °C) pendant 10 minutes,
- une rampe de 5 °Cmin^{-1} jusqu'à 250 °C (respectivement 450 °C),
- stabilisation pendant 6 heures à 250 °C (respectivement 450 °C),
- refroidissement libre.

Pour caractériser l'influence du recuit, les résistances en platine, ici de géométrie de type méandre avec des pistes de largeur 60 µm, ont été mesurées à la température ambiante, avant et après recuit, et pour un courant de 0,1 mA afin de minimiser l'auto-échauffement (d'après les résultats de la section 2.2.4.3 du chapitre 2). Pour assurer ces mesures de résistances, nous

avons utilisé deux multimètres de précision type Keithley 2100. Le calcul d'incertitude est détaillé dans la section 4.1.3.

Tout d'abord, nous avons étudié l'influence d'un recuit à 250 °C pour les deux capteurs nommés HS1 et HS2 dans le Tableau 3.1. Comme nous pouvons le constater, la comparaison entre les résistances avant et après le recuit a montré une diminution de la valeur de résistance de 17/18 Ω pour R_1 (résistance de la face supérieure du capteur) et de 28/30 Ω pour R_2 (résistance de la face inférieure du capteur). On observe donc, suite au recuit à 250 °C, une baisse de la valeur des résistances comprise entre 3 et 5 %. Une redistribution des imperfections structurelles au sein des couches minces en platine, une augmentation de la taille des grains et une faible diffusion de la couche d'accroche dans le film de platine à cette température de recuit peuvent expliquer la diminution des valeurs des résistances après un recuit à 250 °C [9]. Par ailleurs, un phénomène de dégazage des gaz présents entre le substrat et la première couche métallique peut aussi être une explication possible à cette diminution de la résistance [12]. La même étude a été menée pour les deux capteurs nommés HS3 et HS4, cette fois-ci avec un recuit à 450°C. Contrairement au cas précédent, nous constatons que ce procédé conduit à une augmentation des résistances (Tableau 3.1). Pour HS3, nous avons observé une augmentation de 125 Ω pour R_1, et de 137 Ω pour R_2. Des résultats similaires sont observés pour HS4, avec une augmentation de la résistance respectivement de 140 Ω et 147 Ω pour R_1 et R_2. Nous observons donc, suite au recuit à 450 °C, une variation très différente de celle observée pour 250°C, avec une augmentation de la valeur des résistances comprise entre 21 et 25 %.

Fluxmètre thermique		R_1 (Ω) [±5,76 10^{-3}]	Ecart relatif [%]	R_2 (Ω) [±5,76 10^{-3}]	Ecart relatif [%]
HS1	Avant recuit	575,80	- 3,09	634,11	- 4,66
	Après recuit 250 °C, 6h	558,02		604,56	
HS2	Avant recuit	554,39	- 3,04	608,64	- 4,62
	Après recuit 250 °C, 6h	537,57		580,50	
HS3	Avant recuit	607,34	20,64	546,16	25,08
	Après recuit 450 °C, 6h	732,72		683,11	
HS4	Avant recuit	579,02	24,24	663,02	22,15
	Après recuit 450 °C, 6h	719,37		809,89	
Moyenne	Avant recuit	579,14		613,98	

Tableau 3.1 : Evolutions des valeurs de résistances avec la température de recuit

Plusieurs hypothèses sont avancées pour expliquer cette variation :

- la couche d'adhérence de chrome a pu commencer à diffuser dans le substrat le long des joints de grains, en changeant les propriétés électriques,
- le chrome présente une couche d'oxydation isolante juste en dessous du platine.

En effet, comme cela a été montré dans les travaux de Thornton [12], une température de recuit supérieure à 450 °C provoque des effets de diffusion et d'oxydation de la couche d'accroche qui provoquent une augmentation de la résistivité. A cette température, ces effets deviennent prépondérants sur la baisse de résistivité due à l'augmentation de la taille des grains de platine. Les résultats présentés ici sont en accord complet avec ceux de Schmid *et al.* [9] [11] qui concernent des films minces en platine déposés sur une couche d'adhésion en titane. En effet, dans ce cas, ils ont également observé une diminution de la résistivité après un recuit à 300 °C et une augmentation pour des recuits à 450 °C et au-delà. R. M. Tiggelaar *et al.* [10] ont également observé que l'oxydation et la diffusion de la couche d'accroche (dans leur cas, en titane ou en tantale) dans le film de platine au cours du recuit conduit à une augmentation de la résistivité.

Par conséquent, nous pouvons conclure qu'un processus de recuit pendant 6 heures à 250 °C sur un film mince de Pt/Cr déposé sur un substrat en verre Borofloat® conduit à un film mince stable qui pourra être utilisé pour la détection de la température.

3.2.2. Caractérisation de dépôt

Afin de vérifier que le procédé de réalisation a bien fonctionné comme prévu, nous avons utilisé certains outils pour caractériser les dépôts.

3.2.2.1. Profilométrie

Le principe de cette technique de mesure repose sur le balayage de la surface d'un dépôt par un palpeur mécanique, généralement une pointe en diamant, en contact direct avec la surface de l'échantillon et qui suit les variations de hauteur lors du déplacement du substrat. Ces variations sont converties en signal électrique qui produit un profil transversal avec une précision verticale dépendant de la qualité de l'appareil. Cette technique peut donc nous permettre de déterminer avec précision la largeur et l'épaisseur des pistes déposées [5].

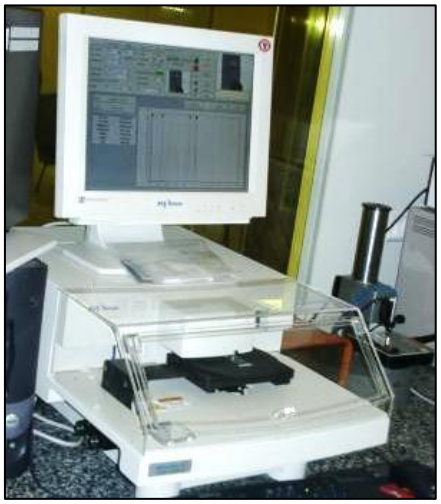


Figure 3.15 : Profilomètre Tencor Alpha Step IQ [5]

Deux exemples de profils obtenus avec un capteur M60 sont donnés sur la Figure 3.16. Les hauteurs des marches montrent un écart d'amplitude entre les motifs déposés sur les faces inférieure et supérieure. L'épaisseur de dépôt est de l'ordre de 0,23 ± 0,01 µm sur la face 1 et de 0,21 ± 0,01 µm sur l'autre côté (face 2). Nous constatons en revanche que les largeurs de pistes sont quasi identiques. Comme la valeur initiale de la résistance mesurée dépend de l'épaisseur de dépôt (cf. Equation 2.3), un écart entre les épaisseurs de dépôt des faces 1 et 2 explique l'écart entre les valeurs initiales des résistances R_1 et R_2 pour chacun des capteurs (cf. Tableau 3.1).

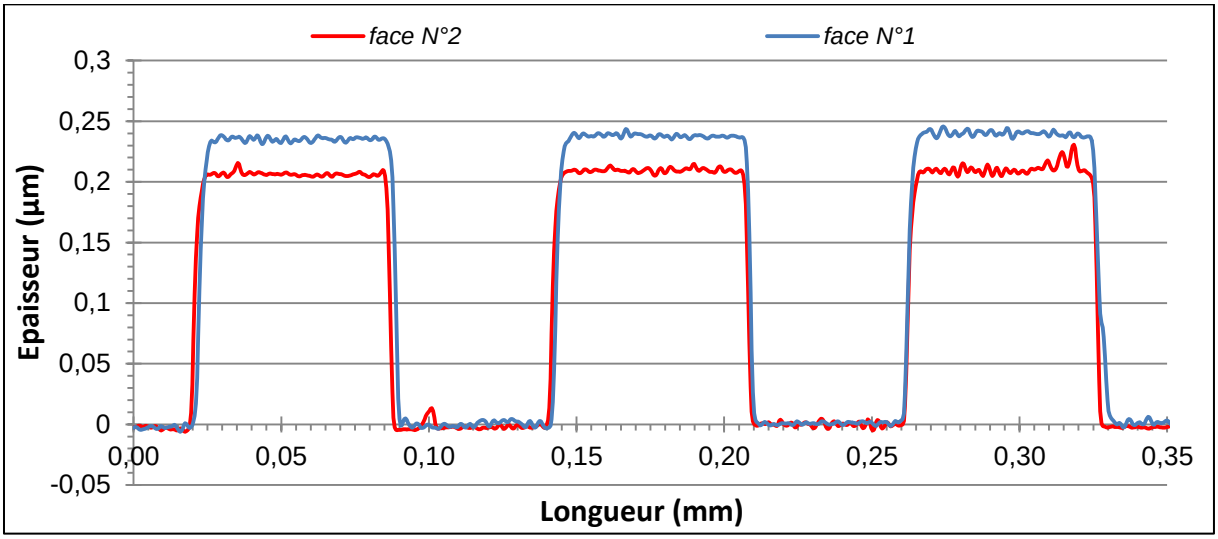


Figure 3.16 : Profils des pistes déposées sur chaque côté du substrat

3.2.2.2. *Diffractométrie Rayons X (DRX)*

La Diffractométrie aux Rayons X permet de déterminer de façon satisfaisante la structure cristallographique (paramètre de maille, distances inter-réticulaires, taille des grains, orientation cristalline, ...). Les analyses DRX ont été effectuées à l'institut UTINAM (UMR CNRS 6213) sur un diffractomètre Bruker D8 Advance (Figure 3.17) utilisant un tube de rayons X à anode Cu. Le rayonnement Cu Kα, de longueur d'onde $\lambda_{Cu\ K\alpha}$ = 0,15406 nm, est produit à 40 kV et 40 mA [13].

Le diffractomètre Bruker D8 Advance est équipé d'un passeur de 9 échantillons et de moteurs pas à pas à encodeurs optiques assurant une grande précision sur les valeurs angulaires. La grande force de cet instrument est de pouvoir fonctionner avec différentes optiques primaires et secondaires selon les applications requises (incidence rasante, réflectométrie X, …) [13].

La méthode générale de mesure consiste à bombarder l'échantillon avec des rayons X et à regarder l'intensité de rayons X qui est diffusée selon l'orientation dans l'espace. Les rayons X diffusés interfèrent entre eux, ces interférences pouvant être constructives ou destructives. L'ensemble des interférences va former le phénomène de « diffraction ». On enregistre l'intensité détectée en fonction de l'angle de déviation 2θ du faisceau ; la courbe obtenue s'appelle le « diffractogramme ».

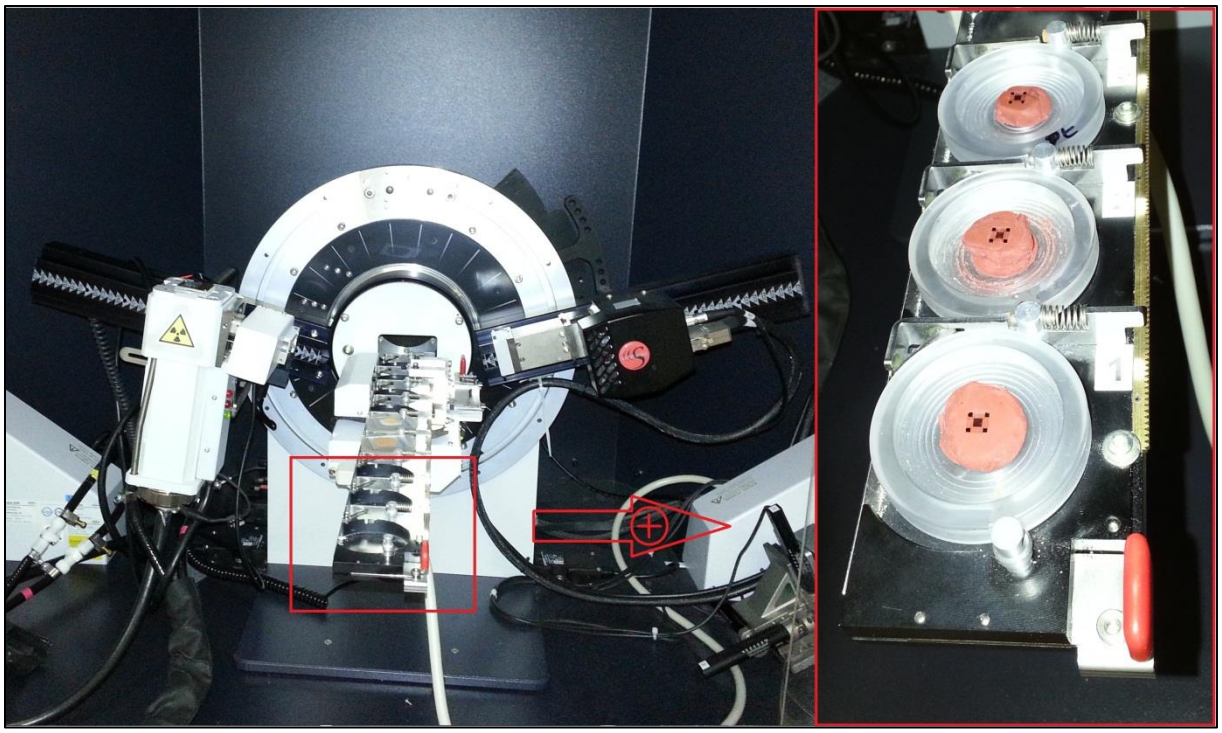


Figure 3.17 : Diffractomètre Bruker D8 Advance

Plusieurs montages permettent ces mesures. Le diffractomètre Bragg-Brentano [14] est le montage le plus courant. L'échantillon peut être une plaquette solide, ou bien une coupelle remplie de poudre avec un niveau bien plan. Dans la configuration θ-θ (Figure 3.18), l'échantillon est horizontal et immobile, le tube et le détecteur de rayons X bougent symétriquement. Si 2θ est la déviation du faisceau, l'angle entre l'horizontale et le tube vaut donc θ, de même que l'angle entre l'horizontale et le détecteur.

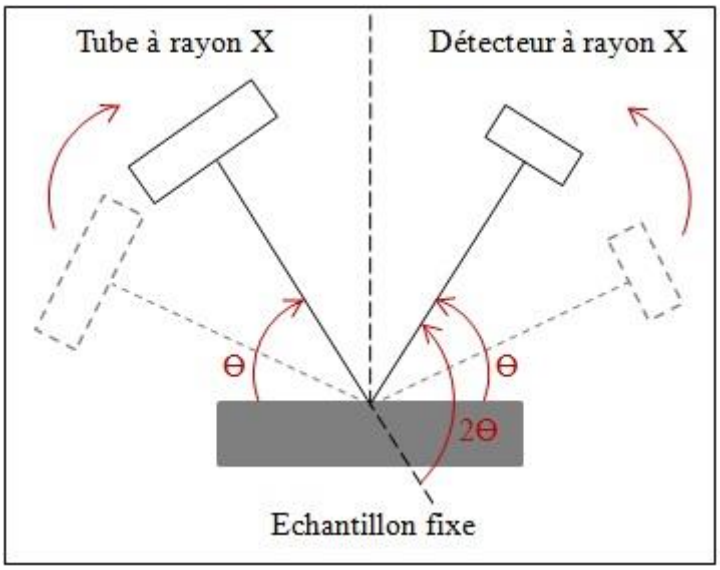


Figure 3.18: Définition des angles dans le montage θ-θ de Bragg-Brentano

Les données de diffraction des rayons X ont été collectées sur toute la plage de 2θ de 20 ° à 80 °, par pas de 0,01 ° et pour une vitesse de balayage de 0,5 s par pas. Les motifs de

diffraction des rayons X pour les échantillons, avec ou sans recuit, sont donnés sur la Figure 3.19.

L'orientation de la structure du dépôt de platine se fait suivant la direction <1 1 1>, ce qui correspond bien aux données des tables JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) : 65-2868. En outre, il est clairement visible sur la Figure 3.19 que le pic (1 1 1) à 2θ = 40 ° devient plus net et que son amplitude augmente avec la température de recuit : ceci indique l'amélioration de la cristallinité. Ces résultats, en accord avec [15] [16], montrent que l'augmentation de la température de recuit améliore la structure du film déposé, diminue le niveau de défauts et réduit les contraintes.

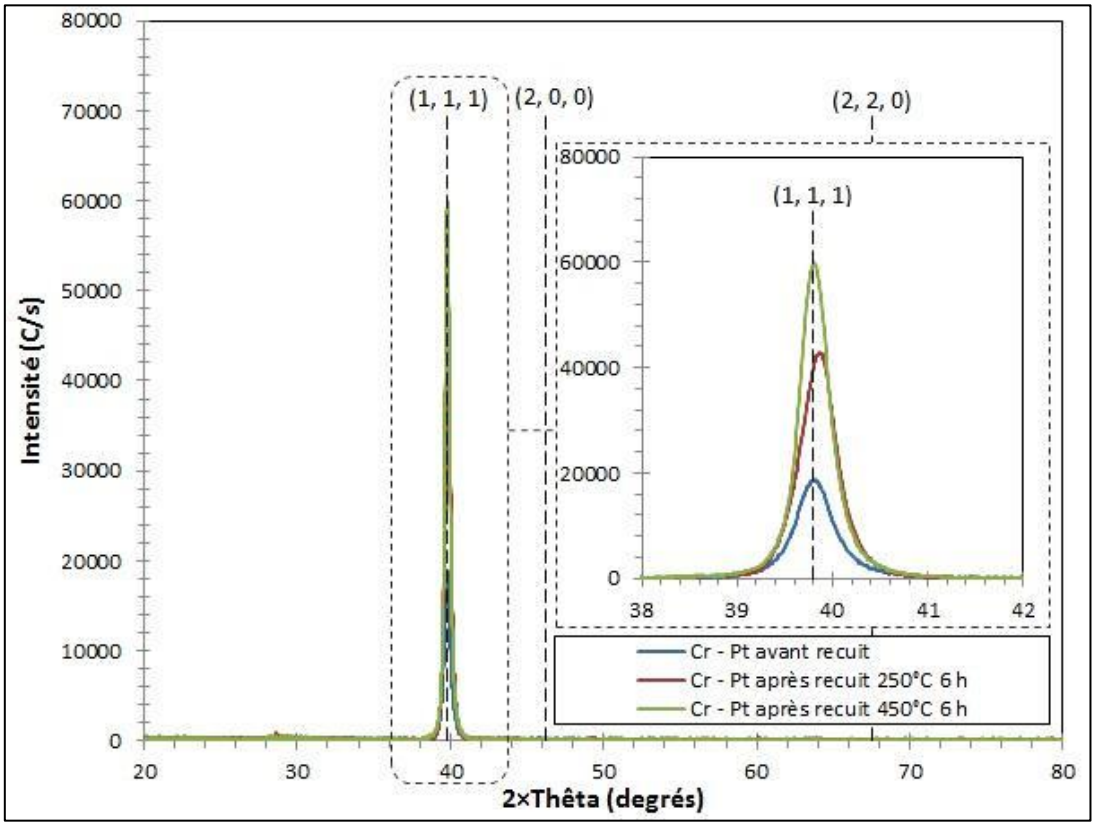


Figure 3.19 : Diffractogramme des couches minces Cr-Pt avant recuit, après recuit 250°C et après recuit 450°C

Les données du diffractogramme permettent aussi de pouvoir évaluer la taille des cristallites en utilisant la formule de Scherrer [17] [18]:

$$D = \frac{K \cdot \lambda_x}{\beta_{mh} \cdot \cos\theta} \qquad (3.1)$$

Dans cette formule, D correspond à la taille de cristallite, λ_x est la longueur d'onde des rayons X, β_{mh} est la valeur FWHM (Full Width at Half Maximum, soit largeur à mi-hauteur) en radians, θ est l'angle de Bragg et K est la constante de Scherrer (0,89).

Les tailles de cristallite calculées pour nos échantillons sont données dans le Tableau 3.2. Ces résultats montrent et confirment que la taille des cristallites augmente avec la température de recuit.

Echantillon	θ (rad)	β_{mh} (rad)	D (nm)
Cr-Pt avant recuit	0,347	$7{,}62 \times 10^{-3}$	19,1
Cr-Pt après recuit 250 °C, 6 heures	0,348	$7{,}38 \times 10^{-3}$	19,8
Cr-Pt après recuit 450 °C, 6 heures	0,347	$6{,}07 \times 10^{-3}$	24,0

Tableau 3.2: Détermination de la taille des cristallites (calculée à partir de l'équation 2.9)

3.2.2.3. Microscopie Electronique à Balayage Environnementale (MEBE)

Les techniques de microscopie électronique sont des outils puissants de caractérisation permettant d'obtenir de l'information microstructurale, topographique, cristallographique et chimique jusqu'à l'échelle de l'atome pour une vaste gamme de matériaux.

Apparue dans les années 1980, la microscopie électronique à balayage environnementale (MEBE) [19] a ouvert de nouvelles possibilités. Le principe de détection des électrons est différent de la microscopie électronique à balayage (MEB) classique.

Figure 3.20 : Microscope électronique à balayage environnemental FEI Quanta 450W [5]

Le MEBE utilisé est un FEI Quanta 450W (Figure 3.20). Il utilise un gradient de vide dégressif dans la colonne, depuis le canon jusqu'à la chambre. Ce gradient est maintenu par un système de pompage différentiel, et permet d'atteindre des pressions allant jusqu'à 15 torr (2000 Pa) dans la chambre d'observation. Dans cette chambre, les molécules de gaz percutées par les électrons jouent le rôle d'amplificateur du signal jusqu'au détecteur d'électrons secondaires en phase gazeuse (GSED : Gaseous Secondary Electron Detector) qui est utilisé en lieu et place du système de détection conventionnel d'un MEB classique. Cette détection d'électrons secondaires autorise l'observation topographique, éventuellement dynamique, de l'échantillon. L'imagerie en contraste chimique par détection des électrons rétro diffusés ou des cartographies élémentaires par détection des rayons X sont également possibles.

La surface du film de platine a été observée au microscope électronique à balayage environnemental (MEBE) FEI Quanta 450 W, avant et après un recuit à 250 °C et à 450 °C (Figure 3.21). L'observation de la Figure 3.21-(a) est compatible avec une granulométrie moyenne de 23 nm pour le platine à l'état "tel que déposé" [9] [10]. Après recuit pendant 6 heures à 250 °C, nous avons observé (cf. Figure 3.21-(b)) une modification de la surface : les grains semblent plus grands. Après un recuit pendant 6 heures à 450 °C, nous avons observé des particules, des îles et des zones vides (cf. Figure 3.21-(c)). Ce phénomène a aussi été observé dans la littérature pour un recuit à 650°C sur un film de Pt/Ti [10]. À notre connaissance, aucun résultat sur une couche de Pt/Cr n'a encore été publié. Une explication possible de la dégradation observée dans la Figure 3.21-c peut être la modification du substrat Borofloat® Comme indiqué sur le tableau 2.2 du chapitre 2 la température d'utilisation maximale à long terme (>10 heures) est de 450 °C.

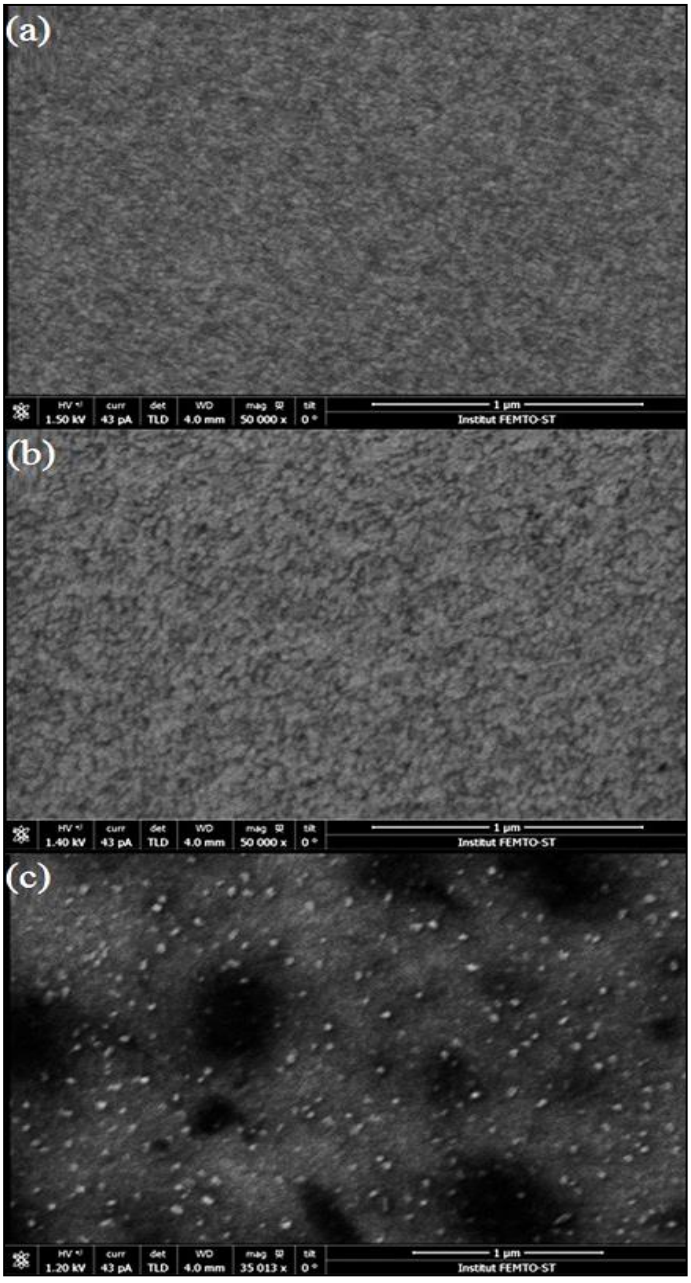


Figure 3.21 : Photos MEBE pour trois films Pt/Cr avant recuit (a), après recuit 250°C (b), et après recuit 450°C (c)

Ces résultats confirment le choix de réaliser un recuit à 250 °C pour bénéficier de l'augmentation de la cristallinité du dépôt sans endommager le substrat et/ou la couche mince.

3.2.2.4. Faisceau d'ions focalisé (FIB)

Le FIB double faisceau Zeiss Auriga 60 (Figure 3.22) est la combinaison d'un microscope électronique à balayage (MEB) et d'un système de faisceau d'ions focalisé (FIB) « Focused ion beam », qui permet l'imagerie et la structuration des matériaux à l'échelle nanométrique. Cette technique, contrairement au MEB, est destructive. Le faisceau d'ions gallium focalisé peut être utilisé pour l'imagerie d'ions ou encore comme outil de micro-fabrication (par exemple, découpe des motifs ou d'images prédéfinies sur la surface d'un solide). Le MEB peut alors être utilisé pour imager les nanostructures générées par FIB.

Figure 3.22: FIB double faisceau Zeiss Auriga 60 double faisceau FIB

Cette machine permet d'effectuer une analyse de structure sur une section transversale, d'étendre l'analyse par tranche et d'afficher l'image d'un volume 3D complet.

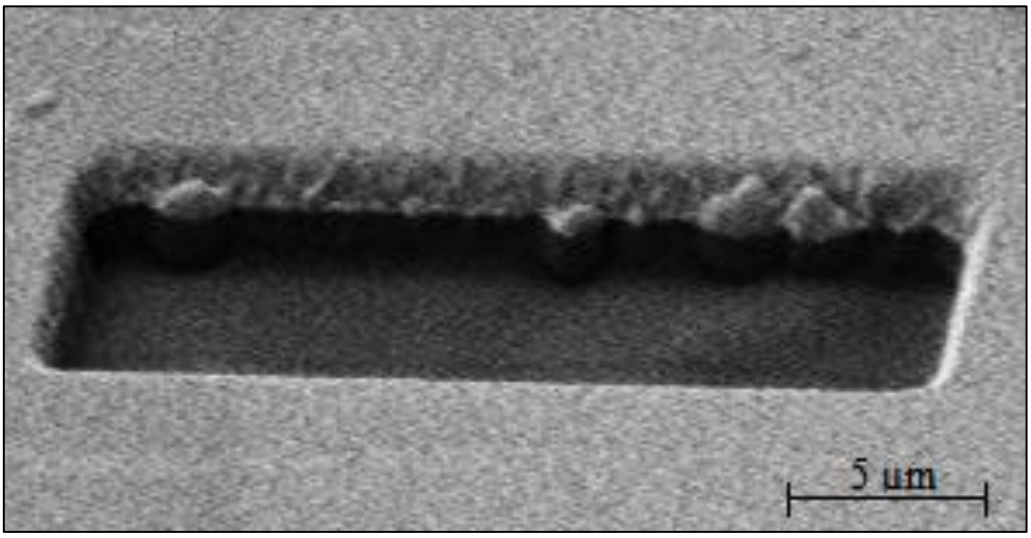


Figure 3.23: Photo du volume gravé avec des faisceaux d'ions focalisés (FIB)

Afin de comprendre les résultats de mesures électriques après le recuit, nous avons soumis nos échantillons au FIB. Un volume, de $20 \times 5 \times 0.5\ \mu m^3$ (cf. Figure 3.23), a été gravé dans la couche de dépôt de platine afin d'observer la structure de platine, ainsi que la région d'interface entre le platine et la couche d'accroche en chrome.

La Figure 3.24 montre les images MEB obtenues après un processus de gravure avec des faisceaux d'ions focalisés (FIB). Le but de cette étude était d'observer la structure en forme de colonne, la couche d'accroche, et l'interface verre-métal. En raison du phénomène de charges électriques sur verre, même avec l'utilisation d'une charge de compensation, nous n'avons été qu'en mesure de confirmer l'épaisseur de la couche de chrome/platine, d'environ 0.22 µm d'épaisseur, ce qui est en accord avec les mesures du profilomètre Tencor Alpha Step IQ (Figure 3.16). En revanche, il était très difficile de visualiser et mesurer la taille des colonnes de platine. Sur la Figure 3.24, nous constatons la présence d'un petit espace entre le verre et le métal, particulièrement visible pour les recuits de 6 heures à 250 °C (cf. Figure 3.24-(b)) et 450 °C (cf. Figure 3.24-(c)). Ce petit espace pourrait également expliquer l'augmentation de la valeur de résistivité après traitement thermique.

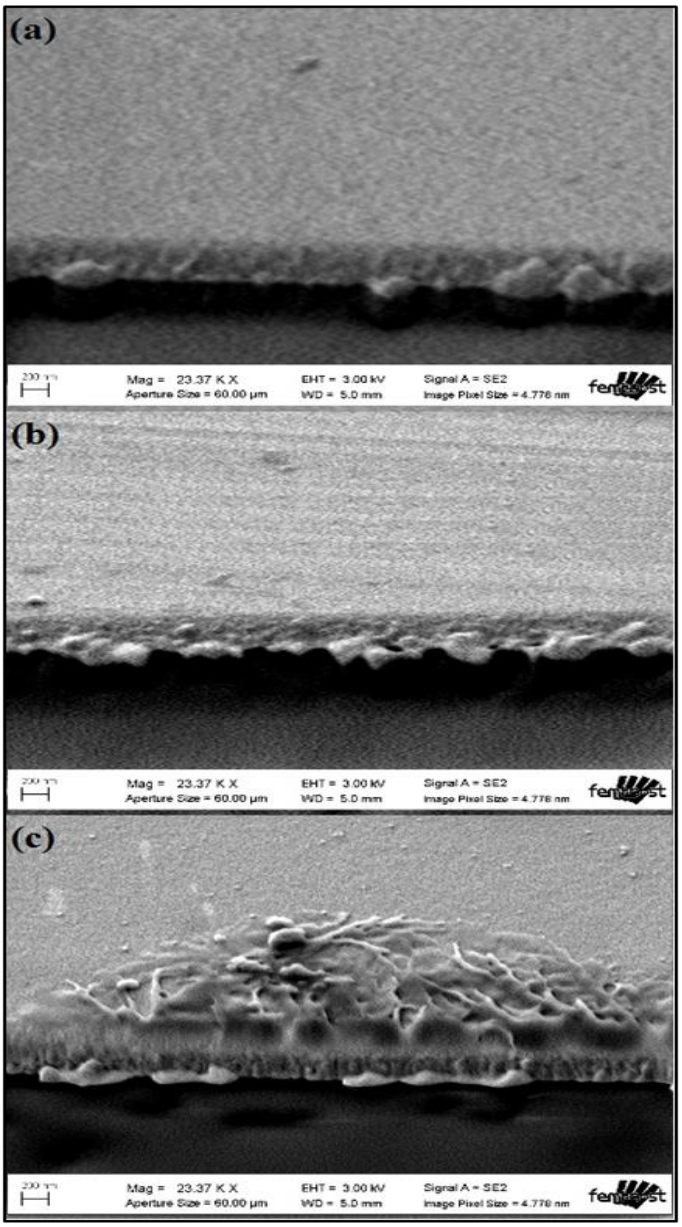


Figure 3.24 : Photos transversales MEB pour trois films Pt/Cr avant recuit (a), après recuit 250 °C (b), et après recuit 450 °C (c)

3.3. Méthodes et étapes d'assemblage des capteurs de flux

Une fois les capteurs réalisés et les dépôts caractérisés, il reste à connecter ces capteurs. Sur des systèmes miniaturisés, cela est plus critique que sur des macro-systèmes. Un système électronique est constitué d'une grande variété d'interconnexions et la performance d'un tel système est en partie liée à la qualité de ces interconnexions. En effet, la propagation des signaux à travers l'ensemble du dispositif ne doit présenter aucune discontinuité électrique sous peine de dégradation. La qualité des interconnexions dépend des facteurs suivants [20] :

- du mode de connexion (soudure, contact par pression, etc.)
- des méthodes de réalisation des connexions (fil, connecteur, boitier, etc.)

– du dimensionnement (variation d'impédance, échauffement, etc.)

– des protections spécifiques (mécanique, électrique, thermique, etc.).

3.3.1. Connexions filaires

L'étude du mode de report et du type de connexion est en effet primordiale pour les micros dispositifs. Pour un assemblage filaire, on utilise souvent la soudure à l'étain, ou plus fréquemment le collage, en employant généralement des colles conductrices chargées à l'argent.

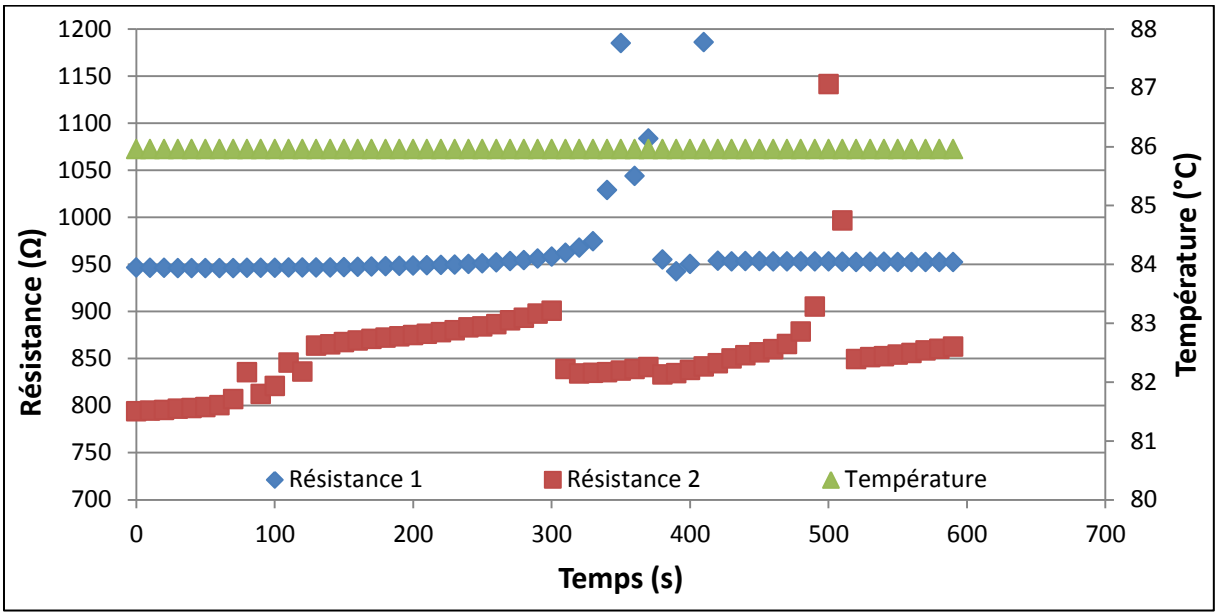


Figure 3.25 : Mesures de résistances électriques assemblées par colle conductrice

Nous avons testé l'assemblage par colle conductrice pour nos capteurs de flux. Nous avons soumis ces capteurs à quelques cycles thermiques. A partir de 86 °C, la mesure des résistances R_1 et R_2 présente des discontinuités, comme nous pouvons le constater sur la Figure 3.25. L'assemblage par colle conductrice chargée à l'argent induit donc des discontinuités électriques lorsque le fluxmètre est soumis à des températures supérieures à 86 °C. La température maximale de travail étant de 250 °C, il a donc fallu s'orienter vers d'autres solutions.

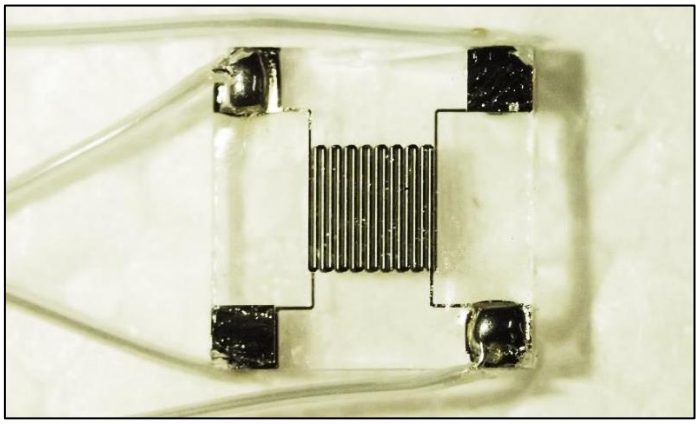


Figure 3.26 : Assemblage par soudure à l'étain

Nous avons donc choisi un assemblage par soudure à l'étain (cf. Figure 3.26). La soudure se fait en chauffant les deux parties métalliques à souder (dans ce cas, la résistance et le fil de connexion) et en y appliquant le fil de soudure qui fond avec la chaleur et se combine aux éléments à souder. Cela permet d'obtenir un lien métallique solide entre les deux parties, qui assure à la fois la continuité électrique et la solidité mécanique.

3.3.2. Supports

Pour étendre le domaine d'utilisation du fluxmètre à une application différente des microtechniques, nous avons développé un accessoire : le support pour le capteur. Son rôle principal est de garantir un montage rapide, efficace et fiable. Les deux solutions de fixation développées permettent de simplifier le montage tout en protégeant la partie sensible de la sonde. Par contre, comme pour tous types de supports, ces accessoires intrusifs augmentent la perturbation thermique. Nous verrons au chapitre 5 comment limiter cette difficulté.

La première solution (cf. Figure 3.27), simple et peu coûteuse, consiste en un support auto-adhésif. Il est constitué (suivant l'application visée) d'un cylindre, en aluminium ou en nylon chargé en verre, de hauteur 2 mm et de diamètre extérieur 8 mm. A mi-hauteur on perce sur sa face latérale un trou de diamètre 1.5 mm pour introduire les fils de connexions, ainsi que leurs gaines de protection. Une colle thermiquement conductrice mais électriquement isolante, permet de maintenir le capteur et de protéger les parties sensibles (souillure, destruction mécanique, etc.). Ce support sera fixé sur des surfaces planes avec un film autocollant à double face en cuivre et à usage unique.

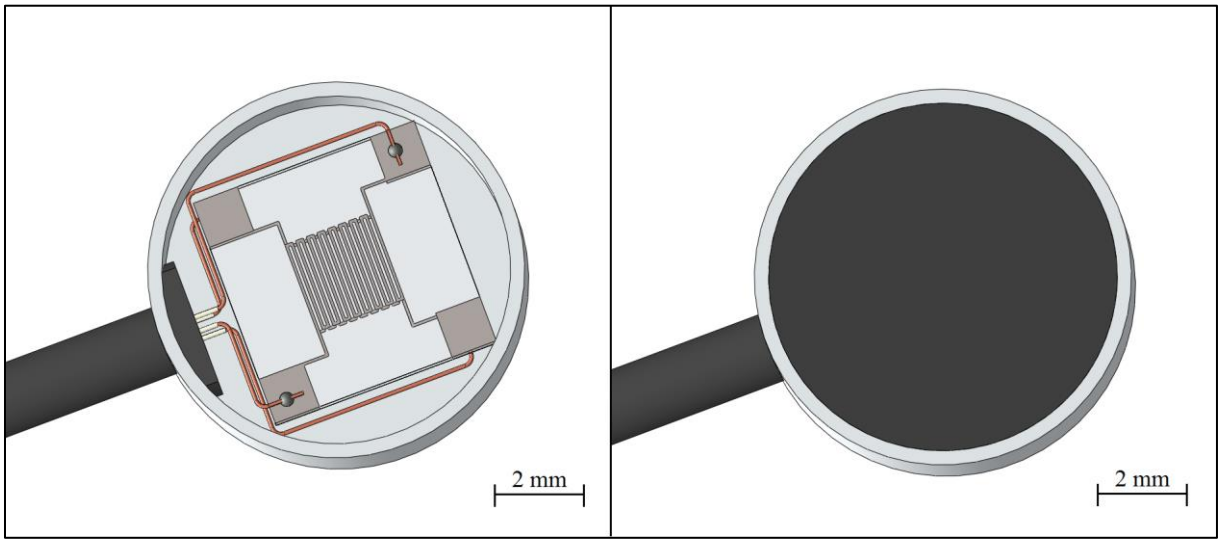


Figure 3.27 : Modèle du support auto-adhésif pour un fluxmètre thermique

La deuxième solution (cf. Figure.3.28), plus complexe, consiste en un support à vis. Ce dernier accueillera le fluxmètre thermique (avec les connexions filaires) mais aussi plusieurs thermocouples. Ce dispositif de fixation est constitué d'un cylindre de diamètre 10 mm, en acier inoxydable. Pour faciliter le montage et le démontage, ce support offre d'un côté une surface moletée et de l'autre un filetage isométrique avec un pas standard. Sur la surface latérale, nous avons percé quatre trous de diamètre 1 mm pour introduire dans chacun un thermocouple destiné à mesurer la température ambiante. Les deux principaux avantages de

ce support sont sa facilité d'usinage sur machine à commande numérique et sa robustesse. Pour protéger les capteurs contre les influences de l'environnement, les dépôts, l'oxydation, la destruction mécanique ou la manipulation involontaire, comme pour la première solution, nous recouvrons le capteur d'une colle thermiquement conductrice et électriquement isolante. Plusieurs fournisseurs de capteurs de flux thermique [21] [22], ont eu recours également à des supports intrusifs pour protéger leurs capteurs et faciliter leur montage.

La Figure 3.31 présente les photos de deux fluxmètres thermiques assemblés sur leurs supports et prêts à l'étalonnage en température et en densité de flux thermique.

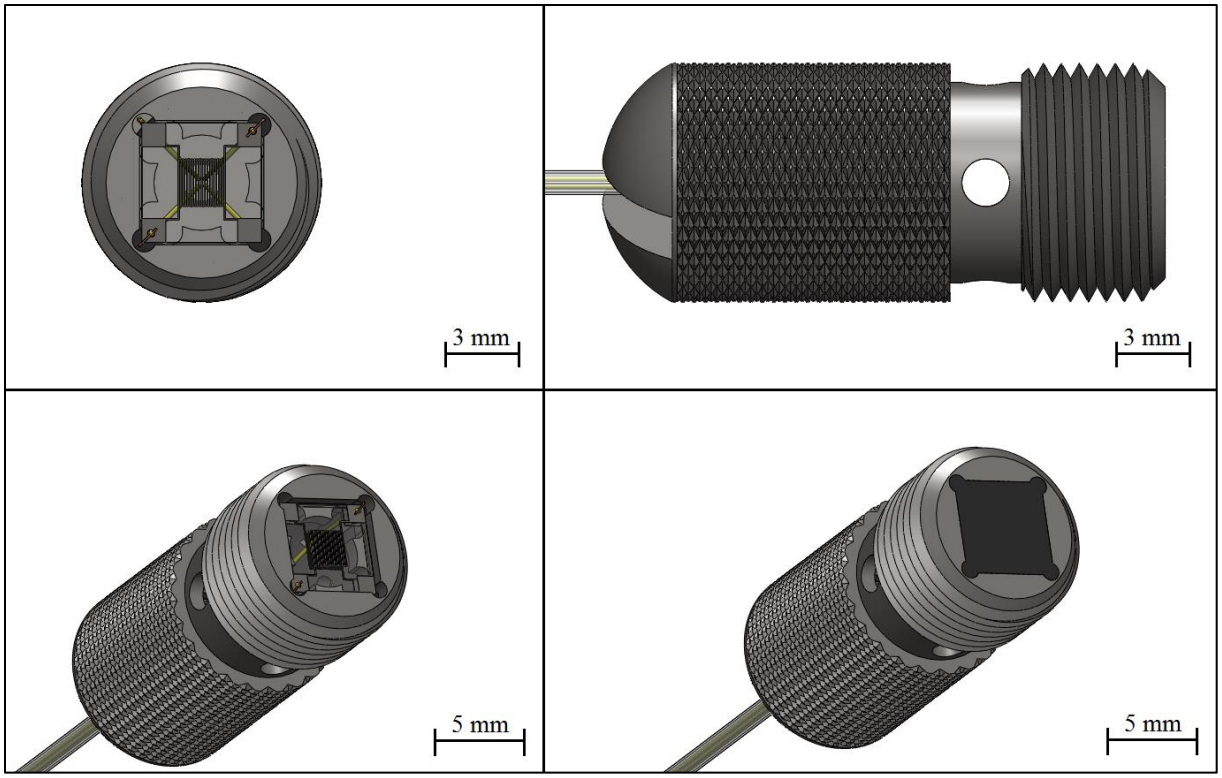


Figure.3.28 : Modèle du support spécifique pour un fluxmètre thermique

3.3.3. Banc d'assemblage des capteurs et de leurs supports

Pour éviter toute interaction avec l'extérieur (contamination, humidité, pression, etc.) et maintenir le capteur sur son support, nous avons utilisé une résine époxy haute température. Nous avons choisi la référence OMEGABOND 200 qui est une résine noire, conductrice thermique, isolante électrique et adhésive sur la plupart des matériaux (y compris les métaux, le verre, la céramique et la plupart des plastiques). Elle est recommandée pour des mesures de température rapides et précises jusqu'à 260 °C. La résine OMEGABOND 200 durcit à des températures élevées. Elle nécessite donc un catalyseur spécial. Le temps de durcissement varie entre 8 heures à 121 °C et 2 heures à 204 °C. Cette température étant inférieure à celle utilisée pour le recuit des capteurs seuls, les couches de platine ne devraient pas être influencées par cette étape. De ce fait et pour comparer les six types de capteurs (géométrie méandre ou spirale et largeurs de pistes différentes), ces derniers doivent subir des cycles thermiques identiques. Il est donc nécessaire d'avoir un banc d'assemblage qui peut accueillir les six types de capteurs ainsi que leurs supports auto-adhésifs et spécifiques.

Nous avons conçu et réalisé un banc d'assemblage de capteurs de flux thermique qui permet :

- d'assembler les différentes parties constituant le capteur (support, fils de connexions, gaine, résine époxy),
- d'accueillir tous les types de capteurs et supports décrits dans le paragraphe précédent,
- de minimiser le temps de production (6 à 8 capteurs en même temps).

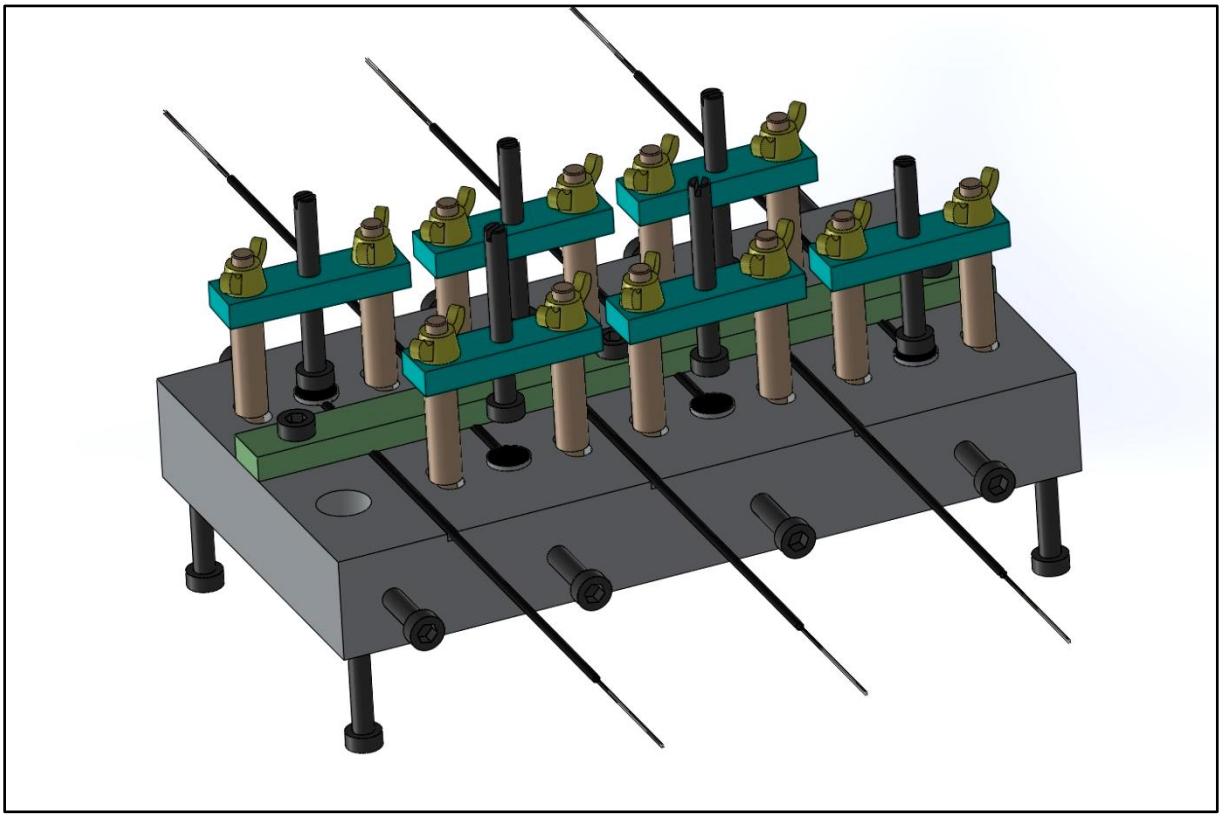


Figure 3.29 : Modèle 3D du banc d'assemblage des capteurs de flux thermique

La Figure 3.29 présente le modèle du banc d'assemblage intégrant les différents capteurs et supports. Ce banc est constitué d'un parallélépipède rectangle en aluminium d'épaisseur 20 mm. Cette épaisseur en aluminium assure la rigidité du banc et permet de bien répartir la température sur l'ensemble des capteurs. La largeur et la longueur (80 mm et 115 mm respectivement) de ce bloc sont dimensionnées de manière à permettre l'introduction du banc d'assemblage à l'intérieur du volume du four Vulcan 3-130 (120 × 130 × 140 mm^3), cf. Figure 3.30. Le banc d'assemblage repose sur 4 pieds, dimensionnés de manière à ce que les capteurs soient localisés à mi-hauteur du four, positionnement favorable à une répartition homogène de la température. Sur les faces supérieure et inférieure de ce bloc, nous avons usiné plusieurs profils qui peuvent accueillir les différents capteurs. Chaque support est maintenu sur le banc par une ou plusieurs vis d'assemblage. Chaque système de maintien est ajustable indépendamment des autres. Cette solution offre la possibilité d'assembler séparément plusieurs formes et géométries de capteurs en même temps.

Figure 3.30 : Banc d'assemblage des capteurs de flux à l'intérieur du four Vulcan 3-130

3.3.4. Etapes d'assemblage des fluxmètres thermiques

L'assemblage des capteurs de flux thermique se résume donc en 8 étapes :

- la soudure à l'étain des fils de connexions aux plots de contact du fluxmètre,
- l'introduction des fils de connexion dans la gaine de protection,
- l'introduction du capteur à l'intérieur du support,
- le maintien du capteur et de son support sur le banc d'assemblage,
- la préparation et l'application de la résine époxy OMEGABOND 200,
- le recuit et le durcissement de la résine époxy OMEGABOND 200,
- le polissage de la résine pour enlever le surplus et pour obtenir des surfaces planes,
- la soudure à l'étain des fils de connexions aux quatre contacts du connecteur rapide (Lemo) visibles sur la photo de gauche de la Figure 3.31.

Figure 3.31 : Photographies de fluxmètres thermiques réalisés et assemblés sur leurs supports

3.4. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons détaillé l'ensemble des processus de fabrication des capteurs. Ces derniers ont été effectués dans la salle blanche de la Centrale de Technologie MIMENTO de l'institut FEMTO-ST. Nous avons montré comment déposer un motif résistif en platine sur chaque côté d'un support en verre. Grâce aux outils de caractérisation disponibles, nous avons pu ensuite déterminer les caractéristiques géométriques de nos dépôts (épaisseur, largeur des pistes). Un travail a également été mené pour stabiliser les dépôts par une procédure de recuit développée pour cette occasion. Les mesures en DRX ont mis en évidence l'influence du recuit sur la cristallinité du platine. Les observations faites au MEBE et au FIB ont montré une dégradation des dépôts lors d'un recuit à 450 °C, mais aussi la présence d'un espace entre les dépôts et le substrat. L'ensemble des observations nous a conduit à choisir le recuit à 250 °C qui est le plus adapté à notre problématique. Nous avons ensuite présenté les problématiques de connexion et d'assemblage de nos capteurs. Nous avons terminé ce chapitre par la présentation du banc d'assemblage réalisé, ainsi que les deux différents supports de capteur conçus. Les parties étalonnage, caractérisation, mesures et incertitudes de nos capteurs font l'objet des chapitres suivants.

3.5. Bibliographie

[1] W. Kiyotaka, K. Isaka et K. Hidetoshi, « Handbook of sputter deposition technology », Elsevier, April 2012.

[2] B. Serio «Modélisation, élaboration et caractérisation de réseaux de microthermocouples Or-Palladium en couches minces», Thèse de l'Université de Franche-Comté, 2000.

[3] V. Demarne, «Réalisation d'un capteur de gaz intégré sur silicium, étude des mécanismes physico-chimique liés au fonctionnement de ces capteurs, dans le cas de couches minces de dioxyde d'étain pur et dopé», Thèse École polytechnique fédérale de Lausanne EPFL, n° 934, 1991.

[4] F. Grillot, Cours de nettoyage du Silicium, Telecom Paris Tech.

[5] «Femto-st», [En ligne]. Available: http://www.femto-st.fr/fr/Centrale-de-technologie-MIMENTO/Centrale-de-technologie-MIMENTO/Ressources-disponibles/. [Accès le 30 septembre 2016].

[6] S. R. Turner, R. C. Robert, et C. Daly, «Photopolymerisation and photoimaging science and technology», Elsevier Applied Science, The chemistry of photoresist, pp. 75-113, 1989.

[7] «Citra Limousin», [En ligne]. Available: http://www.citra-limousin.com/fr/ts_pvd_2.php. [Accès le 30 septembre 2016].

[8] M. Hubin. [En ligne]. Available: http://michel.hubin.pagesperso-orange.fr/physique/couche/chap_pc1.html. [Accès le 30 septembre 2016].

[9] M. Grosser et U. Schmid, «The impact of annealing temperature and time on the electrical performance of Ti/Pt thin films», Applied surface science, n° 1256, pp. 4564-4569, 2010.

[10] R. M. Tiggelaar, R. G. P. Sanders, A. W. Groenland et J. G. E. Gardeniers, «Stability of thin platinum films implemented in high-temperature microdevices», Sensor and actuators A, n° 1152, pp. 39-47, 2009.

[11] U. Schmid et H. Seidel, «Effect of high temperature annealing on the electrical performance of titanium/platinum thin films», Thin solid films, n° 1516, pp. 898-906, 2008.

[12] J. A. Thornton, «Influence of apparatus geometry and deposition conditions on the structure and topography of thick sputtered coatings», Journal of Vacuum Science & Technology, vol. 11, n° 14, pp. 666-670, 1974.

[13] «Bruker», [En ligne]. Available: https://www.bruker.com/fr/products/x-ray-diffraction-and-elemental-analysis/x-ray-diffraction/d8-advance/learn-more.html. [Accès le 30 septembre 2016].

[14] [En ligne]. Available: http://deuns.chez.com/sciences/drx/drx2.html. [Accès le 30 septembre 2016].

[15] S. Mahato, N. Shakti et K. A. K, «Annealing temperature dependent structural and optical properties of electrodeposited CdSe thin films», Materials Science in Semiconductor Processing, n° 139, pp. 742-747, 2015.

[16] P. Chelvanathan, Z. Zakaria, Y. Yusoff, M. Akhtaruzzaman, M. M. Alam, M. A. Alghoul, K. Sopian et N. Amin, «Annealing effect in structural and electrical properties of sputtered Mo thin film», Applied Surface Science, n° 1334, pp. 129-137, 2015.

[17] P. Scherrer, «Estimation of size and internal structure of colloidal particles by means of XRD», Göttinger Nachrichten Gesell, vol. 2, pp. 96-100, 1918.

[18] A. L. Patterson, «The Scherrer formula for X-ray particle size determination», Phys. Rev, pp. 56:978-982, Nov 1939.

[19] E. Mortier, S. Jager, D. Gerdolle et A. Dahoun, «La microscopie électronique à balayage environnementale : application à l'observation des tissus dentaires minéralisés», EDP Sciences, pp. 221-229, 2011.

[20] C. VASSEURE, [En ligne].«http://perso.esiee.fr/~vasseurc/assemblage,» Groupe ESIEE. [Accès le 30 septembre 2016].

[21] «Vatell», [En ligne]. Available: http://www.vatell.com/. [Accès le 30 septembre 2016].

[22] «Hukseflux», [En ligne]. Available: http://www.hukseflux.com/product_group/heat-flux-sensors. [Accès le 30 septembre 2016].

4. Etalonnages et mesures de température

Ce chapitre est dédié à la caractérisation expérimentale statique et dynamique des fluxmètres thermiques présentés au chapitre précédent. Il s'articule en deux parties. La première partie est consacrée à l'étalonnage statique des sondes résistives à couche mince en platine par comparaison à un thermomètre étalon. En effet, ces mesures de température seront nécessaires pour les mesures de densité de flux thermique, qui seront présentées au cinquième et dernier chapitre. La deuxième partie présente la caractérisation dynamique du fluxmètre thermique à l'aide d'un flux laser modulé. Cette étude a pour objectif de déterminer expérimentalement le temps de réponse des résistances du capteur dans son environnement.

4.1. Etalonnage statique

Dans cette partie, nous présentons tout d'abord le banc d'étalonnage en température puis la méthode d'étalonnage d'un fluxmètre thermique par comparaison à un thermomètre de référence. Nous évaluons ensuite l'incertitude liée à la mesure de température. Enfin, nous présentons les résultats d'étalonnage, les paramètres d'influence et les interprétations.

4.1.1. Présentation du banc d'étalonnage convectif

Le banc d'étalonnage certifié par la société AOIP, dont le schéma de principe est représenté sur la Figure 4.1, est composé d'un four d'étalonnage portable Gemini 550 LRI et d'un thermomètre de référence. Ce dernier est composé d'une sonde de température en platine Pt100 de haute précision (± 0.005 °C) et d'un indicateur numérique PHP 601. Placé loin de toutes sources de chaleur afin de diminuer au mieux les erreurs aléatoires pendant l'étalonnage, ce banc permet d'étalonner plusieurs capteurs à la fois (thermocouples, sondes résistives...), par paliers de température programmables, de 35 °C jusqu'à 550 °C. L'ensemble des différents composants de ce banc d'étalonnage est piloté par le logiciel de calibration Metroview.

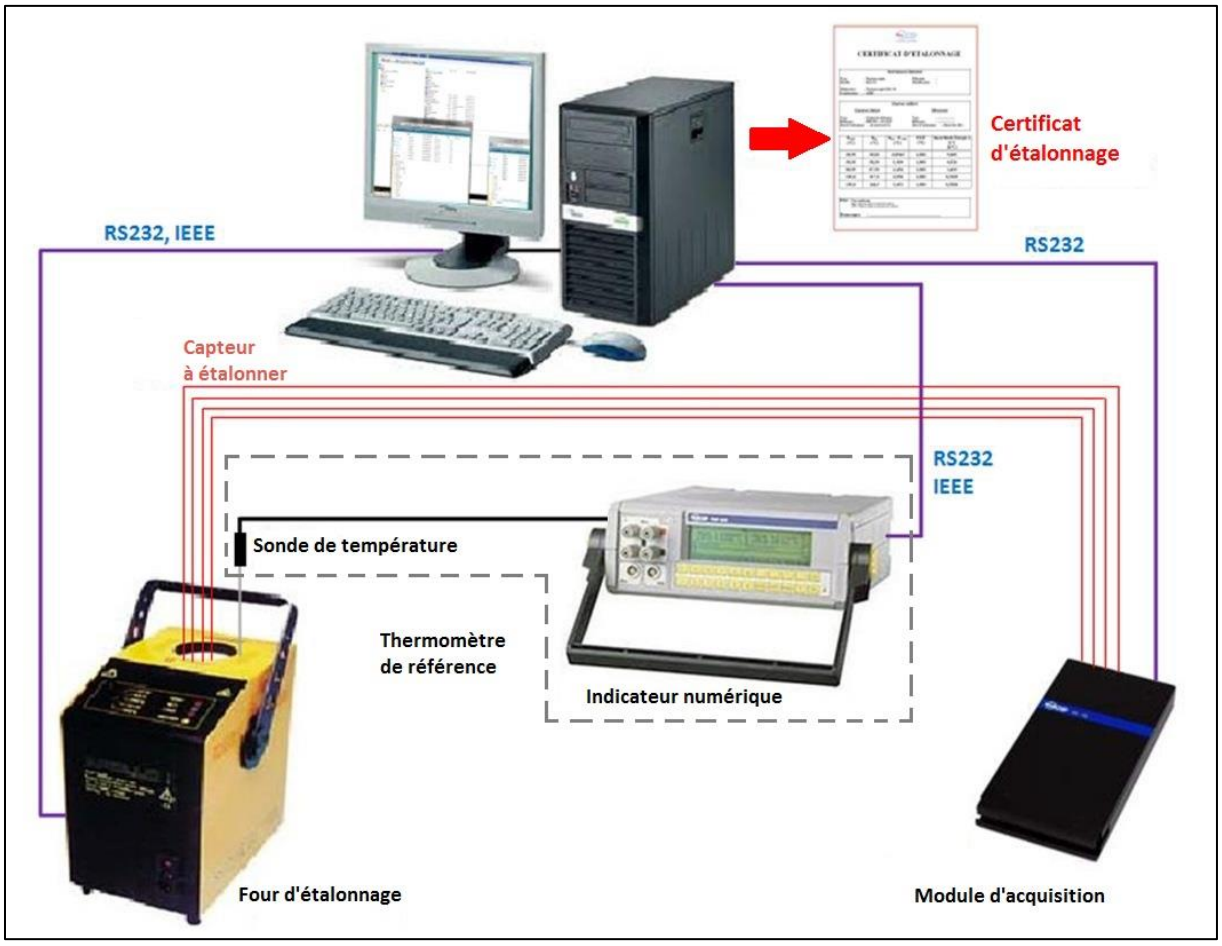


Figure 4.1 : Schéma de principe du banc d'étalonnage (d'après [1]).

Afin d'augmenter la précision de mesure, le module PC10 d'acquisition, qui permet la mesure des paramètres numériques ou analogiques issus de capteurs, est remplacé par deux

multimètres de précision Keithley 2100. Le logiciel de calibration Metroview est aussi remplacé par un programme Labview de contrôle et d'acquisition. Cette solution offre la possibilité de faire varier la sensibilité du fluxmètre thermique et de contrôler l'intensité du courant injecté dans les sondes à résistances, et donc de minimiser les phénomènes d'auto échauffement. Le banc d'étalonnage complet est donné sur la Figure 4.2.

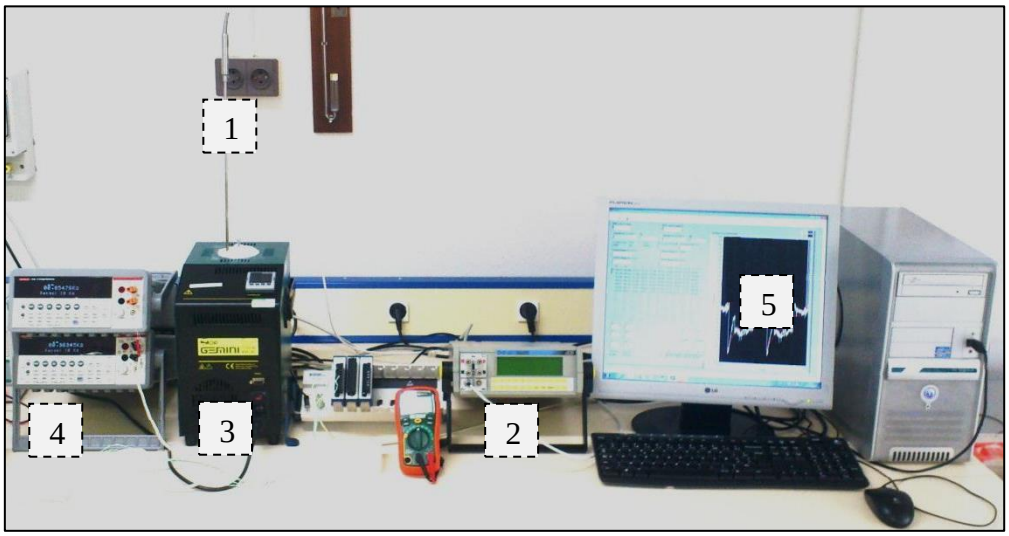


Figure 4.2 : Banc d'étalonnage convectif, (*1) Pt100, (2) PHP 601, (3) Gemini 550 LRI, (4) Keithley 2100, (5) PC*

4.1.2. Méthode et dispositifs de mesure [2]

Il existe plusieurs types d'instruments permettant de mesurer la résistance d'une sonde de température. Dans notre cas, nous avons choisi les montages potentiométriques à alimentation à courant constant. Avec cette méthode, mesurer directement la tension aux bornes d'une sonde à résistance soumise à un courant négligeable, nécessite à la fois un voltmètre, dont l'impédance est suffisamment élevée, et une source de courant stable pour alimenter l'élément sensible.

Fonction	Gamme	Résolution	Courant d'alimentation
Résistance	100 Ω	100 µΩ	1 mA
	1 kΩ	1 mΩ	1 mA
	10 kΩ	10 mΩ	100 µA
	100 kΩ	100 mΩ	10 µA
	1 MΩ	1 Ω	5 µA
	10 MΩ	10 Ω	500 nA
	100 MΩ	100 Ω	500 nA/10 M Ω

Tableau 4.1 : Paramètres de mesures des résistances électriques avec un multimètre Keithley 2100 [3]

Afin de déterminer la relation entre tension et résistance électrique, les valeurs de courant doivent être connues avec précision. Dans le cas d'un multimètre Keithley 2100, qui est celui utilisé dans notre banc d'essai, les valeurs du courant d'alimentation dépendent de la gamme de la résistance à mesurer. Toutefois, il est possible de faire varier le courant d'alimentation pour augmenter la sensibilité du capteur. Les valeurs du courant d'alimentation sont résumées dans le Tableau 4.1.

Avec cette méthode potentiométrique, la méthode de connexion et le type d'interface électronique dépendent de la précision recherchée. Plusieurs montages sont possibles : montages en 2, 3 et 4 fils.

4.1.2.1. Interface 2 fils

Le montage 2 fils (cf. Figure 4.3), le plus simple, apporte peu de précision de mesure dès lors que l'effet induit par les résistances des câbles de connexion devient du même ordre de grandeur que la précision recherchée. Avec ce montage, plus la valeur de la résistance de l'élément sensible est élevée par rapport à la résistance des fils de connexion, plus la mesure est précise.

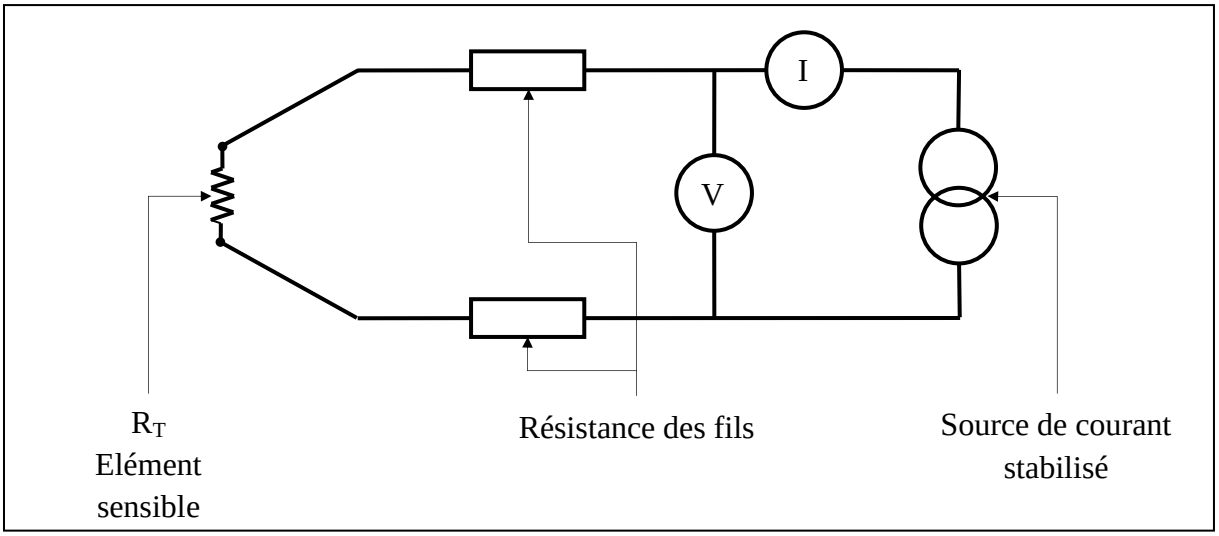


Figure 4.3 : Montage 2 fils

4.1.2.2. Interface 3 fils

Le montage 3 fils présenté dans la Figure 4.4 assure très souvent une précision suffisante pour des distances de câblage assez longues. Il existe plusieurs montages, tous basés sur l'hypothèse que les 3 fils de connexions présentent la même valeur de résistance électrique.

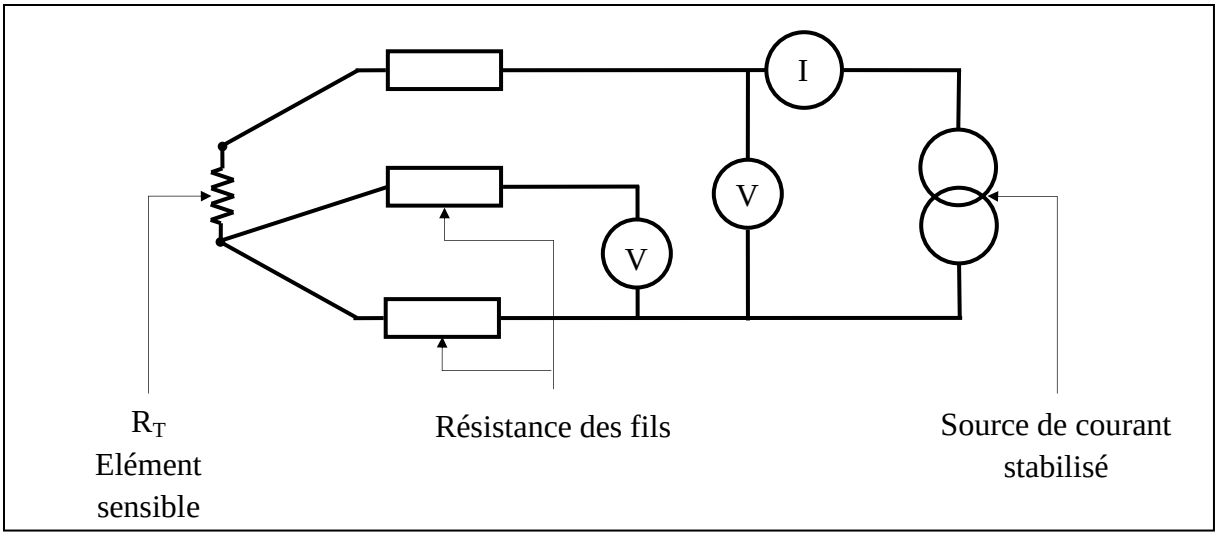


Figure 4.4 : Montage 3 fils

4.1.2.3. Interface 4 fils (Méthode de Kelvin)

En théorie, le montage 4 fils (cf. Figure 4.5) apporte la meilleure précision, car la mesure de la tension s'effectue directement au niveau de l'élément sensible avec une interface haute impédance et la résistance des fils de connexions n'intervient pas dans l'erreur de mesure.

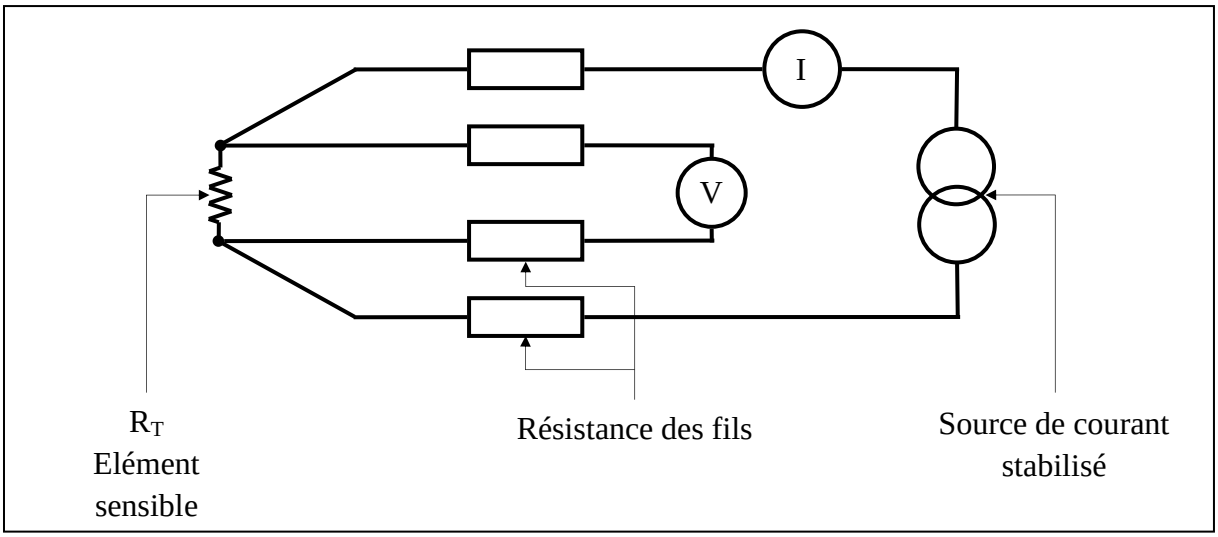


Figure 4.5 : Montage 4 fils (Méthode de Kelvin)

Dans notre travail, les valeurs des résistances à mesurer sont grandes devant la résistance des fils de connexion. Néanmoins, nous comparerons les résultats obtenus par les méthodes 2 et 4 fils.

4.1.3. Etalonnage par comparaison

Pour les sondes à résistances, l'étalonnage par comparaison est la méthode la plus souvent utilisée [4]. Elle consiste à déterminer à chaque étalonnage une nouvelle relation entre la température et la résistance, ce qui fournit, en règle générale, de nouveaux coefficients d'étalonnage. Pour déterminer au mieux ces coefficients, il conviendra de tenir compte

successivement du thermomètre étalon, du milieu de comparaison qui fixe la température et du capteur à étalonner.

Le thermomètre étalon, dans notre cas une sonde en platine reliée à un multimètre numérique, est raccordé aux étalons nationaux par un certificat d'étalonnage. En ce qui concerne le milieu de comparaison, le paramètre à prendre en considération est sa stabilité temporelle. Lorsqu'on introduit la sonde de référence, ainsi que les capteurs à étalonner, ces derniers détruisent l'équilibre thermique existant et apportent des perturbations entre le milieu générateur de température et l'extérieur. Ainsi, pour garantir une température homogène entre les capteurs à étalonner et la sonde de référence, une masse thermique amovible en aluminium, isolée sur ses faces supérieure et inférieure, est introduite dans le four d'étalonnage (Figure 4.6). Pour les capteurs à étalonner, il est impératif de veiller à ce qu'ils soient bien introduits dans la masse thermique amovible et à la même altitude (fond du bloc de thermalisation) afin de minimiser les fuites thermiques et les éventuels effets d'ailette produits par les connexions filaires des capteurs.

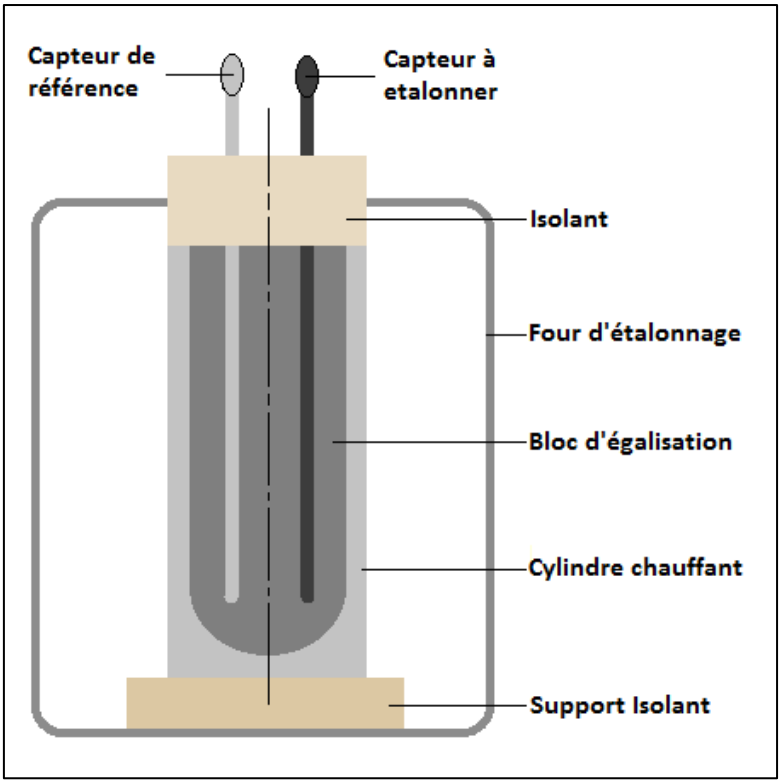


Figure 4.6 : Schéma du milieu de comparaison et emplacements du capteur référence et du capteur à étalonner

Afin de réussir un étalonnage par comparaison, les 5 étapes de base à suivre sont les suivantes :

- placer le capteur de référence et le capteur à étalonner dans le milieu de comparaison et à proximité l'un de l'autre,
- connecter les fils de connexions aux indicateurs pour assurer une mesure à 2, 3 ou 4 fils,
- mesurer et enregistrer la température de la sonde de référence,

- mesurer et enregistrer la résistance du capteur à étalonner,
- ajuster les données et calculer la correction.

Dans notre cas, l'indicateur PHP601, les appareils de mesures Keithley 2100 et le programme développé sur le logiciel Labview intègrent en une seule étape la mesure et l'enregistrement des valeurs de température et de résistance.

Dans cette étude, les essais sont menés pour différentes températures fixées entre 20 °C et 120 °C dans un environnement de laboratoire à pression atmosphérique, sans courant d'air perceptible et pour une fréquence d'échantillonnage de 2 points/minute (voir paragraphe 4.2.3). Lors de la campagne d'essais, la température ambiante était comprise entre 19 °C et 26 °C. La Figure 4.7 présente les résultats obtenus pour une température d'étalonnage fixée à 40 °C (température de consigne).

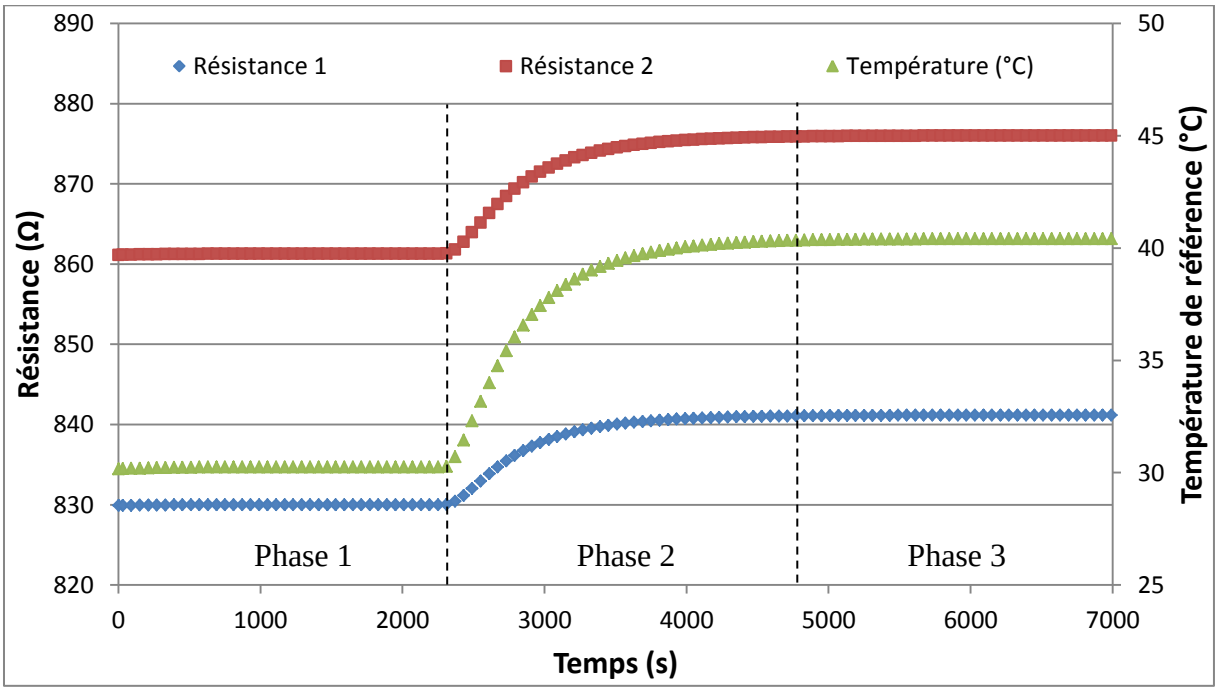


Figure 4.7 : Phases d'étalonnage par comparaison des sondes à résistance pour une température de consigne de 40 °C

Lors de l'étape de mesure dans l'opération d'étalonnage, trois phases sont nécessaires :

- la première est une phase de stabilisation : une série de mesures permet de s'assurer préalablement qu'un régime thermique stable du milieu de comparaison est établi,
- la deuxième est une phase transitoire de chauffage pour atteindre la température de consigne (passage de la température initiale à la température de consigne),
- la dernière est une phase de stabilisation, de mesure et d'enregistrement. Une fois l'équilibre thermique atteint, une série de mesures simultanées de la température de référence et des valeurs des résistances est enregistrée. A chaque température d'étalonnage et pour chaque grandeur mesurée, nous ne retenons que 3 mesures.

Les phases d'étalonnage par comparaison, détaillées précédemment, seront répétées à chaque température d'étalonnage choisie (température de consigne).

En pratique, l'étape la plus compliquée est l'ajustement des données. Il s'agit de résoudre une série d'équations simultanées qui contiennent les données d'étalonnage pour aboutir à une série de coefficients spécifiques à chaque sonde.

4.1.4. Calcul d'incertitudes [4] [5]

L'incertitude de mesure [4] [5] caractérise la dispersion de valeurs attribuées à un mesurande. La recherche des causes possibles d'incertitude nécessite une analyse minutieuse du procédé de mesure. Pour identifier toutes les causes, il existe une technique dite des « 5M », ou « diagramme causes effet » [5]. L'effet de chacune de ces grandeurs d'influence est difficilement quantifiable de manière isolée. Cela nous mène parfois à regrouper plusieurs grandeurs d'influence. Par exemple, la répétabilité de mesure est due au fait qu'un certain nombre de grandeurs d'influence de faible effet (fidélité des moyens et de la main d'œuvre, expérience, ...), vont varier d'une mesure à l'autre. A partir d'une bonne connaissance du processus de mesure, ce « diagramme causes effet » (cf. Figure 4.8) permet de déterminer toutes les causes d'erreurs.

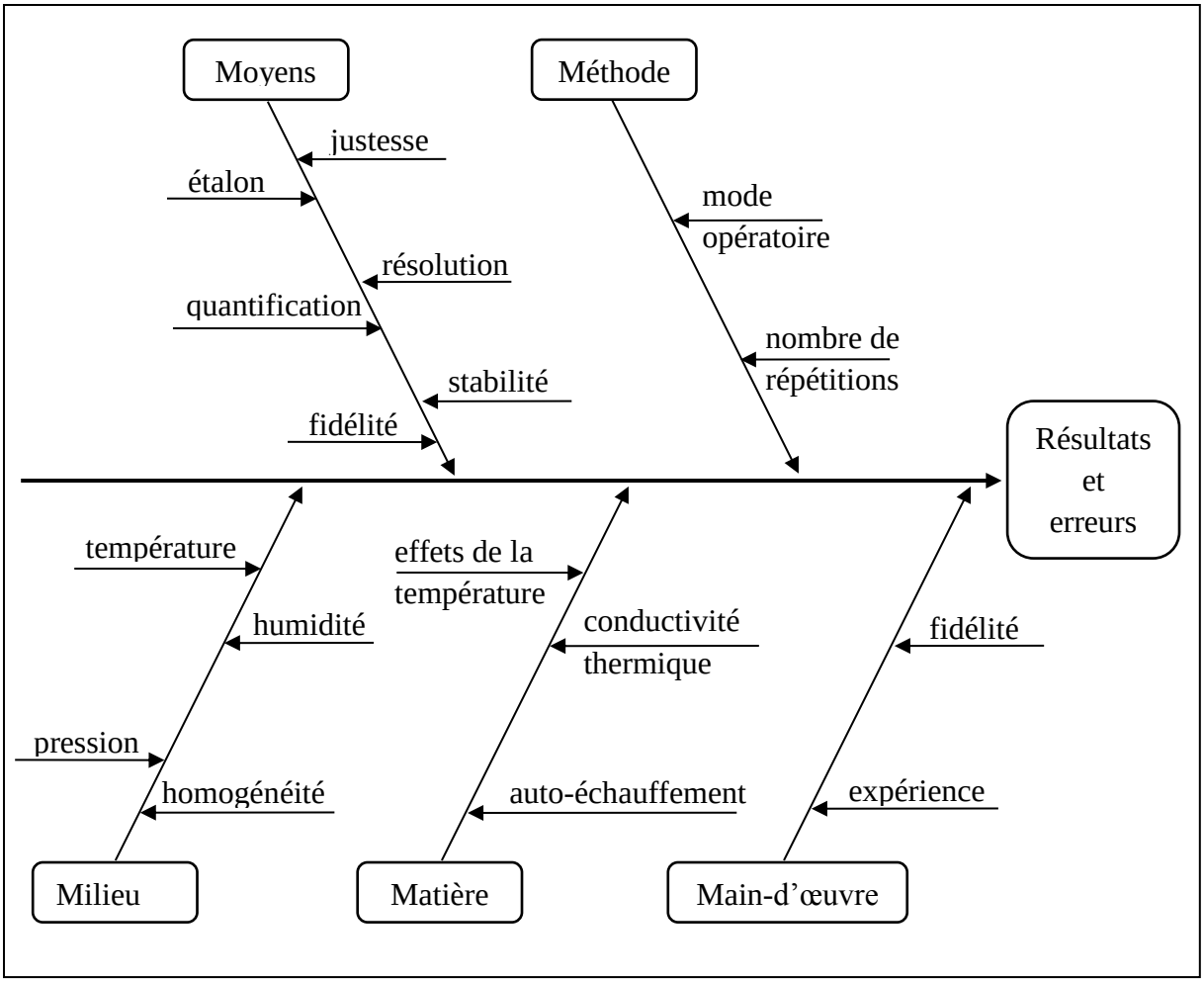


Figure 4.8 : Diagramme causes effet [5].

L'incertitude combinée est obtenue par combinaison des composantes individuelles de l'incertitude, en appliquant la loi de propagation des incertitudes :

$$u_c = \left(\sum u_i^2\right)^{\frac{1}{2}} \quad (4.1)$$

Avant d'être combinées, les contributions doivent être exprimées sous forme «d'incertitudes-types». Certaines de ces incertitudes types seront évaluées par une méthode statistique (Incertitudes de type A) et les autres à partir d'autres méthodes : mesures, raccordement aux étalons (Incertitudes de type B).

Les incertitudes de type A sont des grandeurs homogènes à des écarts-types. L'expression de l'incertitude expérimentale (type A) d'une grandeur mesurée X estimée à partir de n mesures indépendantes X_i est donnée par :

$$u_A = \frac{1}{\sqrt{n}}\left[\frac{1}{n-1}\sum (X_i - \overline{X})^2\right]^{\frac{1}{2}} \quad (4.2)$$

Pour les incertitudes de type B, nous supposons que les données fournies par les constructeurs des appareils utilisés représentent une loi de distribution de probabilité rectangulaire uniforme entre la valeur [$-a$, $+a$]. Par conséquent, l'incertitude est obtenue à partir de la relation :

$$u_B = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad (4.3)$$

L'incertitude-type composée sera la somme quadratique des incertitudes types intermédiaires :

$$u_c = \left[\sum u_{Ai}^2 + \sum u_{Bi}^2\right]^{\frac{1}{2}} \quad (4.4)$$

L'incertitude élargie U, correspondant à l'incertitude d'étalonnage sera :

$$U = k\ u_c \quad (4.5)$$

avec : $k = 2$ (4.6)

Composante d'incertitude		Valeur (Ω)	Type	Contribution de l'incertitude (Ω)	Equation
Résolution	1 kΩ ; *2a*	1×10^{-3}	B	$2{,}88\times10^{-4}$	(4.3)
	10 kΩ ; *2a*	1×10^{-2}	B	$2{,}88\times10^{-3}$	
	100 kΩ ; *2a*	1×10^{-1}	B	$2{,}88\times10^{-2}$	
Incertitude élargie	1 kΩ		B	$5{,}76\times10^{-4}$	(4.5) (4.6)
	10 kΩ		B	$5{,}76\times10^{-3}$	
	100 kΩ		B	$5{,}76\times10^{-2}$	

Tableau 4.2 : Détermination de l'incertitude élargie liée aux résistances des capteurs à étalonner en température

Les incertitudes sur les valeurs mesurées des résistances à étalonner sont principalement liées à la résolution du multimètre numérique Keithley 2100. Les autres caractéristiques métrologiques, telles que la dérive, la répétabilité, etc., ont été jugés négligeables par rapport à cette composante. Trois plages ont été utilisées dans la mesure de résistance (100 kΩ, 10 kΩ et 1 kΩ) menant à deux valeurs de résolution. Les incertitudes calculées pour la mesure de résistance sont données dans le Tableau 4.2.

Les résistances à étalonner ont été mesurées sur une plage de 20 °C à 120 °C. A chaque température, 3 mesures ont été effectuées successivement. A partir de ces mesures, nous en déduisons les valeurs de la température par une interpolation linéaire :

$$T(R) = \frac{\partial T}{\partial R} R + T_{(R=0)} \tag{4.7}$$

L'incertitude composée due à l'étalonnage en température est donc liée aux moyens d'étalonnage (thermomètre étalon, four, …) et aux résistances à étalonner (interpolation, auto-échauffement, …) :

$$u_c(T) = (\sum u_{temp}^2 + \left(\frac{\partial T}{\partial R} u_R \right)^2)^{\frac{1}{2}} \tag{4.8}$$

avec :

$$\frac{\partial T}{\partial R} = 10°C / \Omega \tag{4.9}$$

Dans l'équation précédente, il s'agit simplement de convertir en °C l'incertitude type u_R initialement exprimé en Ω. Cette valeur, obtenue à partir de l'équation (4.7), est la valeur la plus élevée observée dans la campagne de mesures expérimentales.

Les valeurs d'incertitudes et leurs composantes liées à l'étalonnage en température sont répertoriées dans le Tableau 4.3. Ce tableau montre que nous avons, au mieux, une incertitude élargie de 0,14 °C liée à l'étalonnage en température.

Nous considérons la température mesurée par la sonde étalon Pt100 comme valeur de référence. Par conséquent, l'erreur de mesure (de justesse) E_j est la différence entre la moyenne des valeurs de température obtenues par interpolation linéaire suite aux mesures des valeurs des résistances étalonnées T_R et la valeur de la température de référence T_{ref} :

$$E_j = T_R - T_{ref} \tag{4.10}$$

Dans ce cas, la correction C représente la valeur opposée de l'erreur de justesse E_j :

$$C = -E_j \tag{4.11}$$

Composantes d'incertitude		Valeurs (°C)	Type	Contribution de l'incertitude (°C)	Equation
Répétabilité de mesure de température, $n = 3$		0,01	A	0,01	(4.2)
Etalonnage sonde Pt100		0,01	B	0,006	(4.3)
Résolution du four d'étalonnage ; $2a$		0,1	B	0,06	(4.3)
Homogénéité du milieu de comparaison		0,03	B	0.018	(4.3)
Auto-échauffement	1 kΩ	0,8	B	0,462	(4.3)
	10 kΩ	0,05	B	0,029	
Incertitude composée $u_C(T)$	1 kΩ			0,47	(4.8)(4.9)
	10 kΩ			0,07	
Incertitude élargie $U(T)$	1 kΩ			0,94	(4.6)(4.8)
	10 kΩ			0,14	

Tableau 4.3 : Incertitudes liées à l'étalonnage en température

Plusieurs paramètres peuvent impacter l'incertitude de mesure, et donc la correction. Certains de ces paramètres ont été jugés négligeables (fuite thermique, auto-échauffement thermomètre étalon,…) par rapport à d'autres impactant la sensibilité des sondes et la répétabilité des mesures.

4.1.5. Résultats et interprétations

Dans ce paragraphe, nous décrivons les performances des sondes à résistances réalisées et les influences du recuit, du montage (connexion 2 fils ou 4 fils) et de l'intensité du courant qui traverse les résistances. Nous étudierons aussi les résultats de la courbe d'étalonnage initiale puis l'évolution de cette courbe après trois cycles thermiques. Ce que nous appelons « cycle thermique » correspond au processus d'étalonnage statique entre 20 °C et 120 °C, suivi d'une étape de refroidissement libre. Après chaque cycle, nous avons déterminé l'erreur de mesure pour chaque température de référence et nous avons comparé la reproductibilité de nos mesures. L'ensemble des essais présentés ici concernent les capteurs de type M60.

4.1.5.1. Influence du recuit

Dans cette étude, nous nous intéressons à l'influence du recuit sur l'étalonnage et sur la reproductibilité des mesures de température. Deux capteurs M60, présentant chacun deux sondes à résistances branchées en deux fils et parcourues par un courant de 1 mA, font l'objet de cette étude. Les courbes d'étalonnage initiales de ces deux sondes à résistances déposées sur un capteur sans recuit sont présentées sur la Figure 4.9. Des variations linéaires des températures de référence en fonction des résistances mesurées sont observées. Nous observons aussi des pentes similaires mais des résistances initiales de valeurs différentes.

Cette différence peut être liée à la différence d'épaisseur des films (chrome, platine) déposés sur les deux côtés opposés du capteur (cf. Figure 3.16).

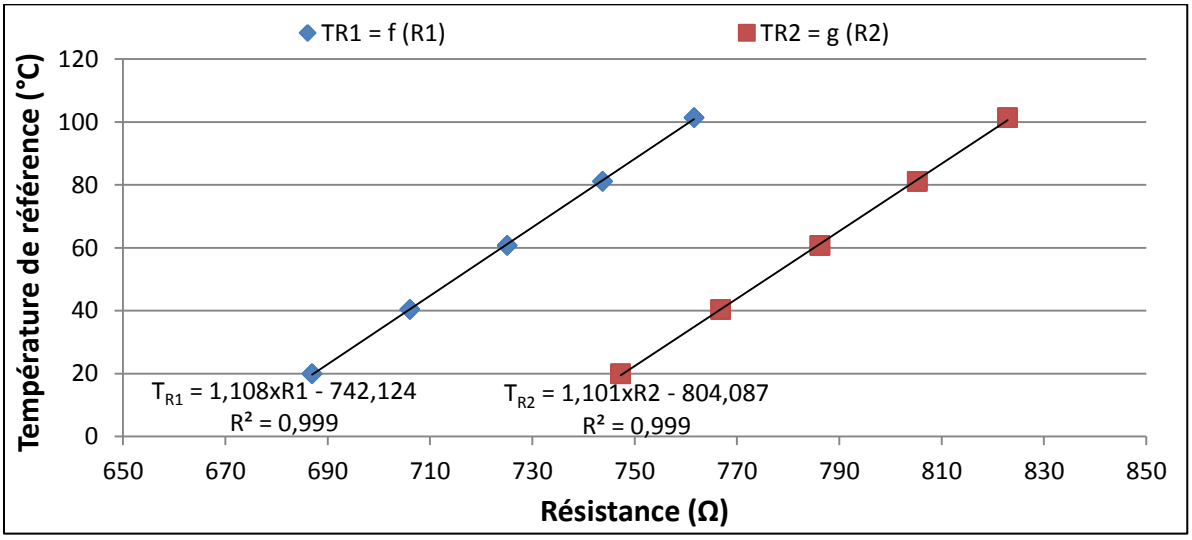
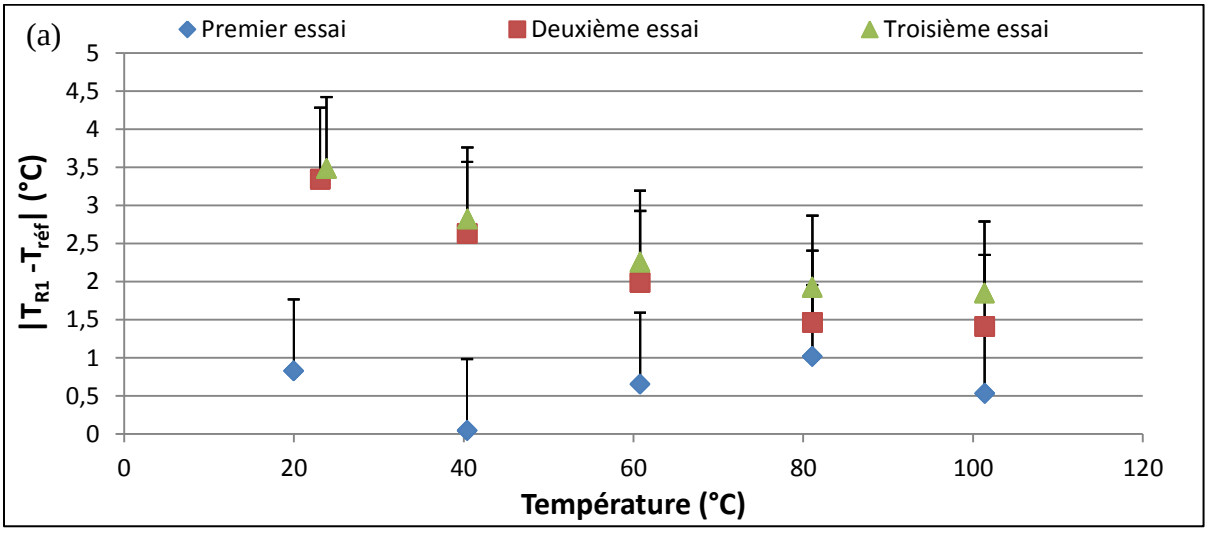


Figure 4.9 : Courbes d'étalonnage en température des sondes à résistances sans recuit -M60 - 2 fils -courant 1mA

L'erreur de mesure calculée comme expliqué précédemment a été tracée (Figure 4.10) pour chaque température de référence et pour le même capteur, au bout de chacun des 3 cycles thermiques. Les incertitudes sont affichées sous forme de barres d'erreur autour de chaque point. Nous remarquons que les cycles thermiques (nommés « essai » sur la figure) influencent fortement le comportement des résistances électriques. Après deux cycles thermiques, l'erreur de mesure augmente fortement, de 3 °C à 7 °C à la température ambiante, et de 2 °C à 4 °C à une température proche de 100 °C.



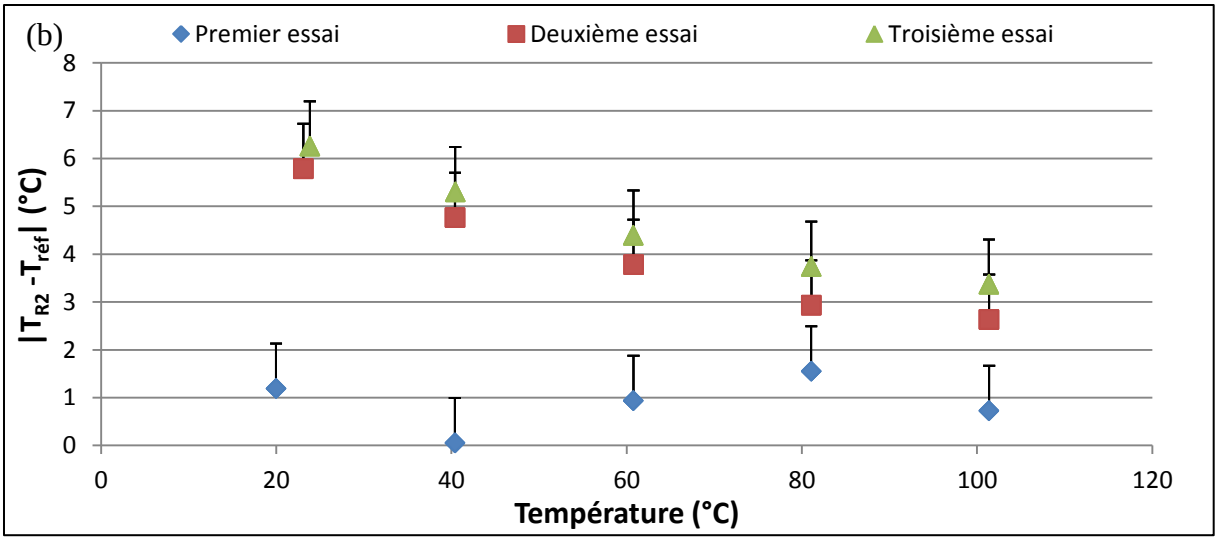


Figure 4.10 : Erreurs de mesure de température obtenues pour les sondes à résistance M60 sans recuit - 2 fils - courant 1 mA, (a) résistance R_1, (b) résistance R_2

Avec les mêmes conditions expérimentales, les courbes d'étalonnage initiales des deux sondes à résistances déposées sur un capteur ayant subi un recuit à 250 °C pendant 6 heures sont présentées sur la Figure 4.11. Comme pour le capteur sans recuit, nous observons aussi des variations linéaires des températures de référence en fonction des résistances mesurées. Les pentes sont similaires mais les valeurs initiales des résistances sont différentes. En ce qui concerne les valeurs initiales des résistances recuites à 250 °C, nous remarquons une baisse par rapport aux valeurs initiales des résistances sans recuit (Figure 4.9). Cette remarque vient confirmer les remarques faites lors de l'étude présentée dans le paragraphe 3.2.1.

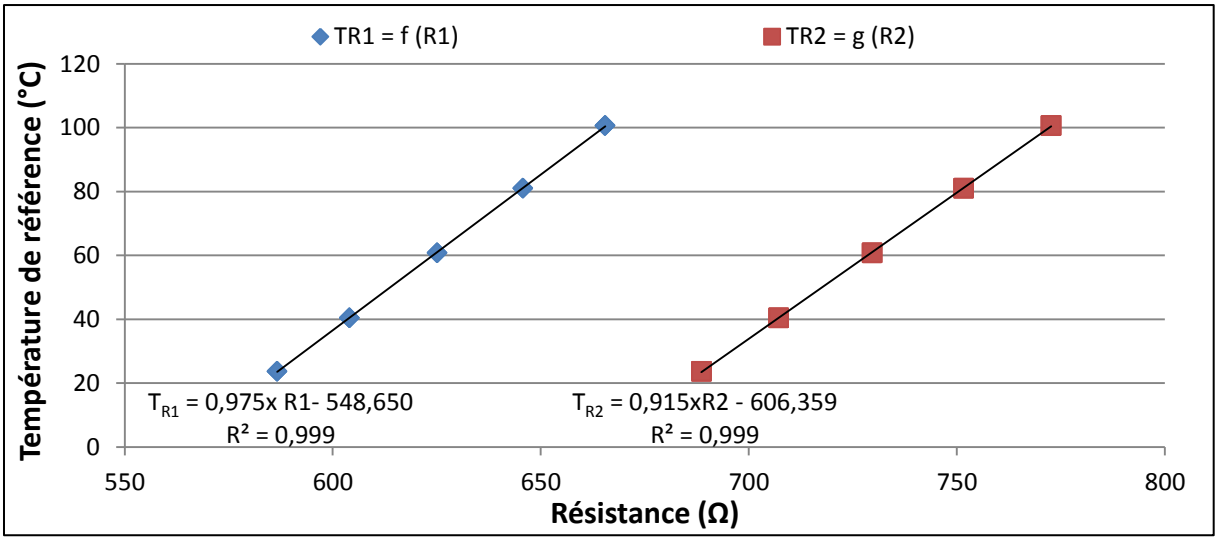


Figure 4.11: Courbes d'étalonnage en température des sondes à résistances M60 recuit à 250 °C pendant 6h - 2 fils - courant 1mA

Les valeurs absolues des erreurs de mesure du capteur avec recuit à 250 °C sont affichées dans la Figure 4.12. Nous constatons que les résultats sont bien meilleurs que ceux précédemment obtenus (Figure 4.10). Ils montrent une bonne reproductibilité des mesures de température, avec une erreur de mesure inférieure à 0,5 °C entre le premier cycle et les deux

autres. Dans le cas d'un courant de 1 mA traversant les résistances et pour un branchement en 2 fils, les incertitudes de mesure englobent l'erreur de mesure mais restent toujours élevées.

En conclusion, nous avons montré que la procédure de recuit mise en place permet de stabiliser les mesures de température.

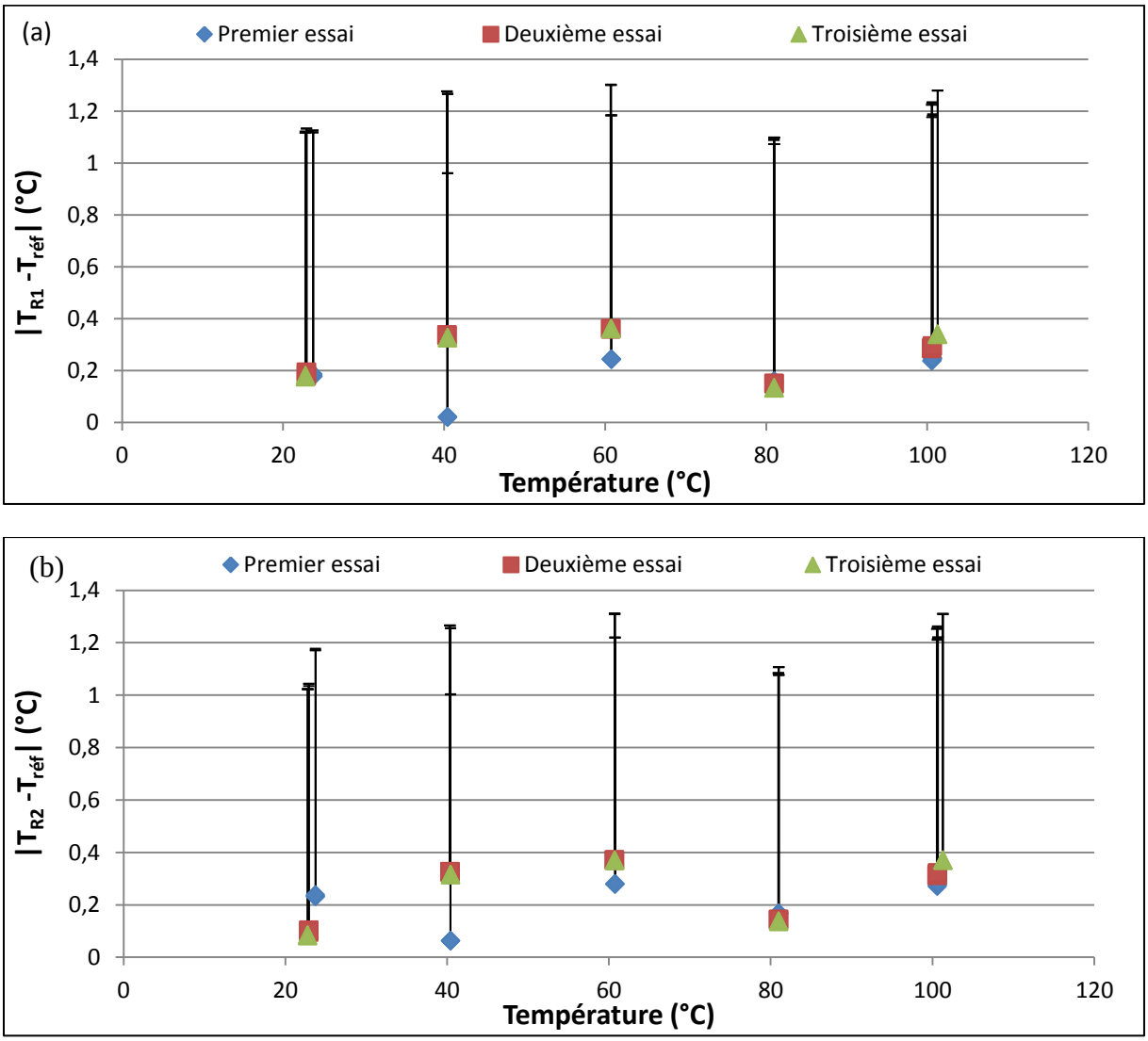


Figure 4.12 : Erreurs de mesure de température obtenues pour les sondes à résistance M60 ayant subi un recuit à 250 °C pendant 6h - 2 fils - courant 1 mA, (a) résistance R_1, (b) résistance R_2

4.1.5.2. Influence du montage (2 fils, 4 fils)

Dans l'expérience suivante, nous étudions l'influence des fils de connexion sur les performances du capteur. Afin de minimiser l'influence de la résistance des fils de connexion, une connexion électrique avec 4 fils peut être utilisée [6]. Les courbes d'étalonnage initiales des deux sondes à résistances déposées sur un capteur recuit à 250 °C pendant 6 heures et branchées en 4 fils sont présentées sur la Figure 4.13. En gardant les mêmes conditions expérimentales, nous observons toujours deux variations linéaires des températures de référence en fonction des résistances mesurées, avec des pentes similaires mais des valeurs de résistances initiales différentes.

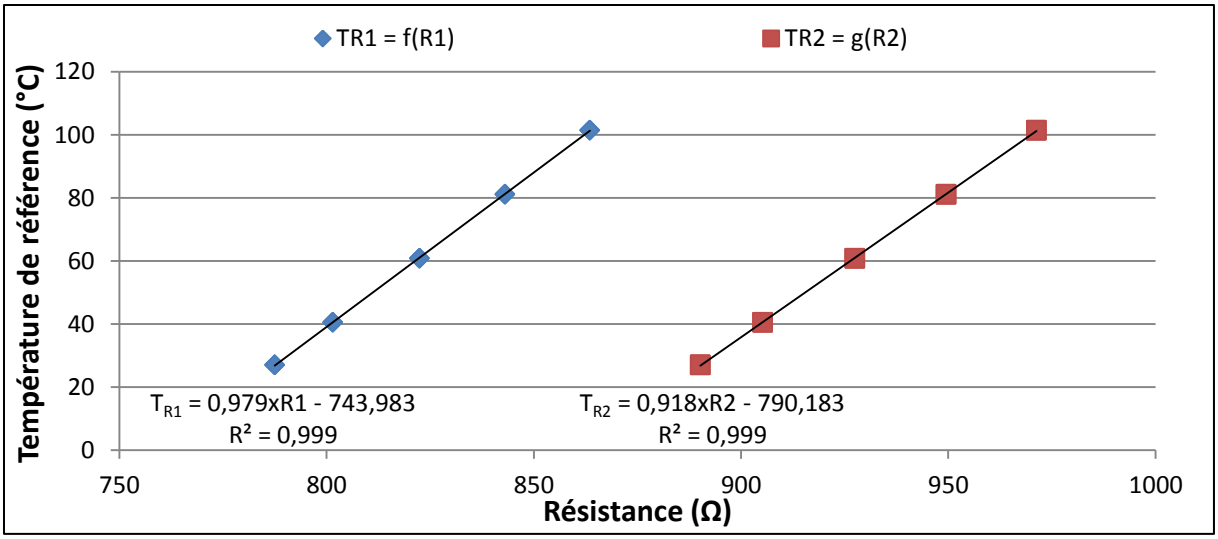
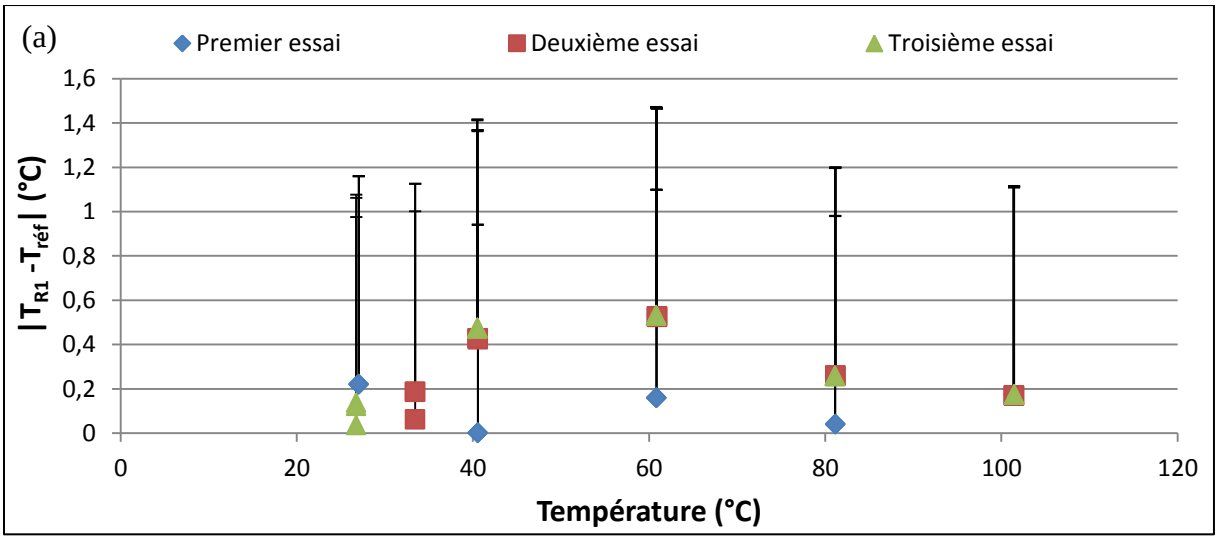


Figure 4.13 : Courbes d'étalonnage en température des sondes à résistances M60 recuit à 250 °C pendant 6h - 4 fils - courant 1mA

Les valeurs absolues des erreurs de mesure obtenues avec un capteur branché en 4 fils sont représentées sur la Figure 4.14 et sont comparées à celles obtenues avec un branchement en 2 fils (Figure 4.12). Nous observons peu d'influence sur la reproductibilité des mesures. Ceci peut s'expliquer par le fait que la valeur de la résistance R_0 est beaucoup plus élevée que la résistance des fils de connexion. Par contre, un branchement en 4 fils a un coût plus élevé (fils, connectiques, complexité du montage) qu'un branchement 2 fils. Par conséquent, pour notre application, une connexion à 4 fils n'est pas nécessaire.

En conclusion, nous avons montré que la connexion en 2 fils est suffisante pour notre application.



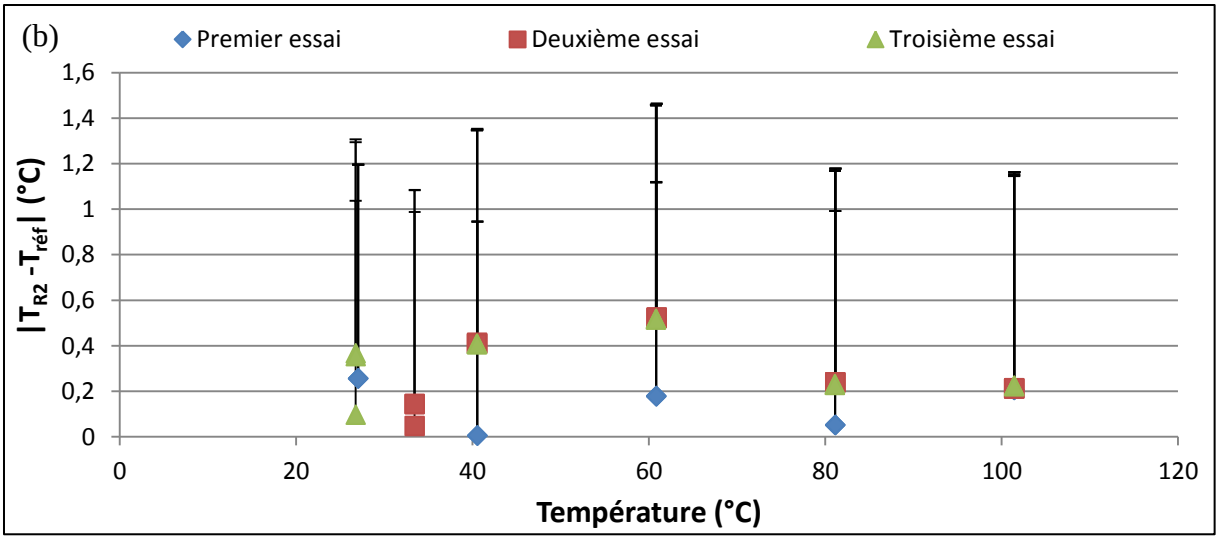


Figure 4.14 : Erreurs de mesure de température obtenues pour les sondes à résistance M60 ayant subi un recuit à 250 °C pendant 6h - 4 fils - courant 1 mA, (a) résistance R_1, (b) résistance R_2

4.1.5.3. *Influence de l'intensité du courant*

Afin de minimiser l'effet d'auto-échauffement, phénomène omniprésent, nous avons étudié dans cette expérience l'influence de l'intensité du courant parcourant les deux résistances du fluxmètre thermique. Les courbes d'étalonnage initiales des deux sondes à résistances déposées sur un capteur recuit à 250 °C pendant 6 heures, branchées en 2 fils et parcourues par un courant de 0,1 mA sont présentées sur la Figure 4.15. De la même façon que précédemment, et pour des conditions expérimentales similaires, nous observons toujours deux variations linéaires des températures de références en fonction des résistances mesurées, avec des pentes similaires mais des valeurs de résistances initiales différentes.

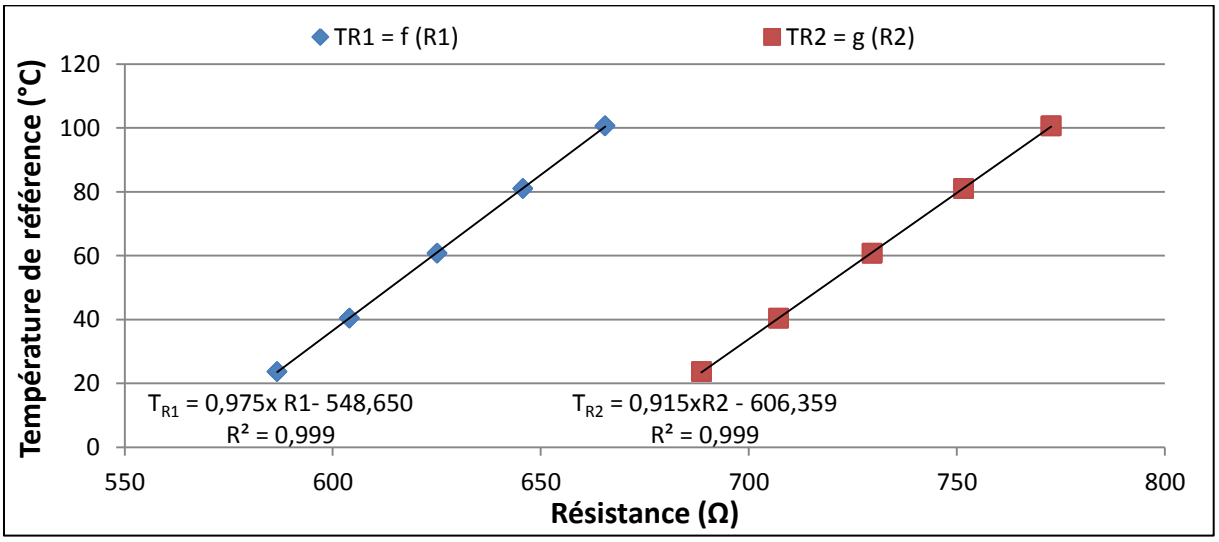


Figure 4.15 : Courbes d'étalonnage en température des sondes à résistances recuit à 250 °C pendant 6h - 2 fils - courant 0,1mA

Les valeurs absolues des erreurs de mesure de températures obtenues avec un capteur branché en 2 fils parcouru par un courant de 0,1 mA sont représentées sur la Figure 4.16 et sont comparées aux résultats du capteur branché en 2 fils parcouru par un courant de 1 mA

(Figure 4.12). Nous observons une reproductibilité de mesure bien meilleure avec 0,1 mA pour les trois cycles thermiques. Par contre, l'erreur de mesure est toujours assez élevée pour des températures proches de l'ambiant. Ceci peut s'expliquer par le fait que le four d'étalonnage ne permet de stabiliser la température qu'à partir de 35 °C.

En conclusion de cette étude, il est manifeste qu'un courant injecté de 0,1 mA doit être utilisé pour minimiser l'auto-échauffement et réduire l'incertitude de mesure.

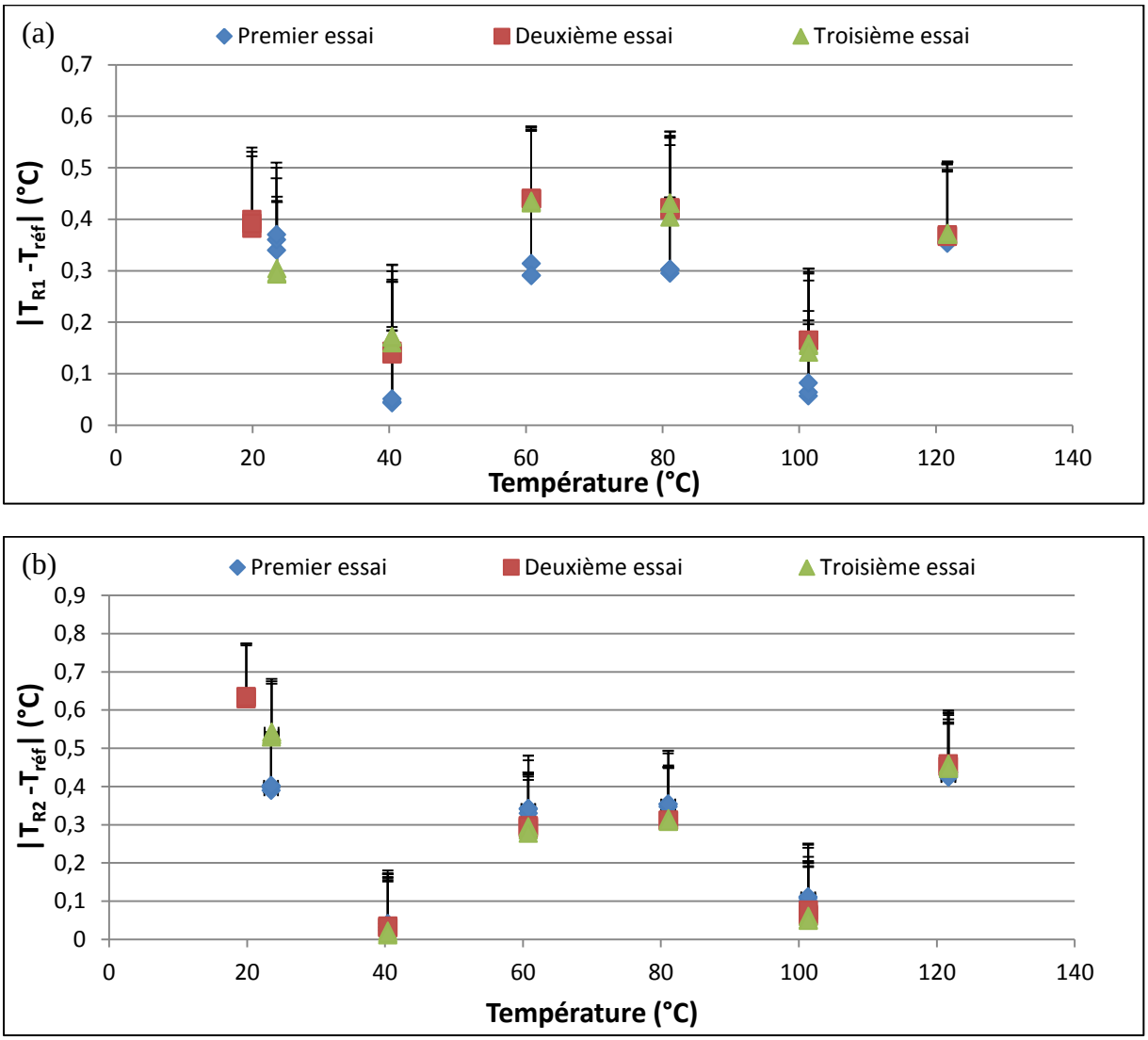


Figure 4.16 : Erreurs de mesure de température obtenues pour les sondes à résistance M60 ayant subi un recuit à 250°C pendant 6h - 2 fils - courant 0.1 mA, (a) résistance R_1, (b) résistance R_2

4.1.5.4. Valeur du coefficient de température (TCR)

Le coefficient de température (Température Coefficient of Resistance, TCR) représente la variation de la résistance électrique lorsque la température augmente d'un degré. Le TCR peut être calculé de la manière suivante :

$$\beta = \frac{1}{R_0}\left(\Delta R/\Delta T\right) \qquad (4.12)$$

Par conséquent, les incertitudes sur les valeurs du TCR peuvent être exprimées comme suit :

$$\left[\frac{u(\beta)}{\beta}\right]^2 = \left[\frac{u(\Delta R/\Delta T)}{(\Delta R/\Delta T)}\right]^2 + \left[\frac{u(R_0)}{R_0}\right]^2 \quad (4.13)$$

Avec une régression linéaire, on peut estimer l'écart type des pentes des courbes d'étalonnage statique. On trouve alors que l'incertitude relative élargie du coefficient de température est de $2{,}6\times10^{-3}$.

Les coefficients de température des sondes à résistances déposées en couches minces sur les capteurs testés précédemment sont présentés dans le Tableau 4.4. Les résultats obtenus après calcul, montrent des coefficients de température de l'ordre de $1{,}2\times10^{-3}$ [$\pm3{,}12\times10^{-6}$] $°C^{-1}$ en moyenne. Cette moyenne est très faible comparée au coefficient de température du platine solide qui est de l'ordre de $3{,}9\times10^{-3}$ $°C^{-1}$. Les explications possibles pour ces faibles valeurs sont la diffusion du métal de la couche d'adhérence (chrome, titane,…) dans le film de platine au cours du recuit et l'oxydation [7]. Par exemple, dans [8], un coefficient de température de $1{,}1\times10^{-3}$ $°C^{-1}$ est mesuré dans un film de platine déposé sur un substrat de borosilicate avec une couche d'adhérence de chrome sans recuit. Dans [9], un coefficient de température de $1{,}8\times10^{-3}$ $°C^{-1}$ est mesuré dans un film de platine déposé sur une membrane avec une couche de titane après un recuit à 200 °C. Dans [10], une plage de coefficient de température de $1{,}1\times10^{-3}$ $°C^{-1}$ à $1{,}4\times10^{-3}$ $°C^{-1}$ est observée pour le film Pt / Ti après plusieurs heures de recuit. D'après les résultats donnés dans le Tableau 4.4, le coefficient de température obtenu est donc comparable à ceux observés dans la littérature pour des films de platine déposés avec une couche d'accroche.

Résistance	Coefficient de température × 10^{-3} ($°C^{-1}$)			
	Sans recuit, 2 fils, 1mA	Recuit 250°C 6h, 2 fils, 1mA	Recuit 250°C 6h, 2 fils, 0,1mA	Recuit 250°C 6h, 4 fils
R_1	1,347	1,189	1,244	1,345
R_2	1,242	1,135	1,247	1,266

Tableau 4.4 : Coefficients de températures des sondes à résistances de type M60

En conclusion de cette première partie, par la suite, pour les capteurs de type M60, un recuit à 250 °C pendant 6 h, un montage 2 fils et une intensité du courant traversant les résistances de 0,1 mA seront à privilégier. Pour les autres capteurs, les conclusions concernant le recuit, le montage et l'intensité sont les mêmes, même si pour des pistes de largeurs 10 µm et 30 µm, l'influence de l'intensité est plus faible, comme cela a été montré au chapitre 2.

4.2. Caractérisation dynamique par flux laser modulé

Dans cette deuxième partie, la caractérisation dynamique par flux laser modulé a pour objectif de déterminer expérimentalement la constante de temps, le temps de réponse et la fréquence de coupure des résistances du fluxmètre thermique.

Parmi les caractéristiques d'un capteur thermique (étendue de mesure, répétabilité, sensibilité), la constante de temps est un facteur à prendre en considération dès que l'on veut suivre l'évolution d'un phénomène en régime instationnaire.

La constante de temps τ détermine la rapidité de réponse d'un capteur, ce qui permet de déterminer son aptitude à suivre les variations de la grandeur imposée en entrée de la chaîne de mesure. Cette rapidité est quantifiée par le temps de réponse *tr* qui représente l'intervalle de temps qui s'écoule après une variation brusque (échelon) du mesurande jusqu'à ce que la variation de la sortie du signal du capteur ne diffère plus de sa valeur finale d'un écart supérieur à une limite ε % conventionnellement fixée. Dans la plupart des applications, la valeur fixée est ε = 37 % (Figure 4.17). Le temps de réponse *tr* n'est jamais nul, il dépend à la fois des propriétés physiques et géométriques du capteur et du mode de transfert de chaleur pris en compte [11] [12]. L'idéal serait donc de disposer de trois types de capteurs, sensibles uniquement à chaque mode fondamental de transmission de la chaleur. Dans notre cas, nous disposons d'un capteur de flux thermique total. Les échanges thermiques par conduction, convection et rayonnement sont comptabilisés et le capteur ne permet pas de séparer ces contributions. En conséquence, la capacité du fluxmètre thermique à suivre toute modification de son équilibre thermique est relative à une réponse multi-ordre, où le paramètre expérimental le plus accessible reste la constante de temps globale.

La constante de temps peut être définie comme étant le temps nécessaire pour atteindre 63% de la valeur finale du signal d'entrée en faisant les hypothèses suivantes :

- la réponse d'une sonde à résistances est assimilée à un système du premier ordre,
- le signal d'entrée est une excitation idéale sous la forme d'un échelon de température ou de flux de chaleur

On distingue également différents temps caractéristiques dans la réponse temporelle d'un capteur soumis à une excitation de type échelon ou créneau. On définit ainsi :

- lorsque le signal croît :
  - le temps de retard à la montée ou délai de montée, t_{rm} : temps nécessaire pour que la grandeur de sortie croisse, à partir de sa valeur initiale, de 10 % de sa variation totale,
  - le temps de montée, t_m : intervalle de temps correspondant à la croissance du signal de 10 % à 90 % de sa variation totale.
- lorsque le signal décroît :
  - le temps de retard à la chute ou délai de chute, t_{dc} : temps qu'il faut pour que la grandeur de sortie décroisse à partir de sa valeur initiale de 10 % de sa variation totale,
  - le temps de chute, t_d : intervalle de temps correspondant à la décroissance du signal de 10 % à 90 % de sa variation totale.

L'hypothèse que notre système est un premier ordre est une approximation, mais elle nous semble justifiée compte tenu de l'allure de la réponse en température obtenue par simulation

au chapitre 2 (Figure 2.10). En effet, le temps de retard à la montée (Figure 4.17) est très inférieur au temps de montée en température.

Un système du premier ordre est défini par la relation suivante :

$$\tau \frac{d\ s(t)}{dt} + s(t) = H_0 \qquad (4.14)$$

avec *s(t)* la réponse du capteur, τ la constante du temps et H_0 une constante sans dimension.

La réponse *s(t)* du capteur suite à un échelon de température d'amplitude s_0 s'écrit alors :

$$s(t) = s_0\left(1 - e^{\frac{-t}{\tau}}\right) \qquad (4.15)$$

En fixant le temps à une valeur particulière correspondant à la constante du temps τ nous obtenons :

$$\frac{s(t)}{s_0} = 1 - \frac{1}{e} = 0{,}63 \text{ soit } 63\ \%. \qquad (4.16)$$

Un exemple de réponse d'un système du premier ordre est représenté Figure 4.17.

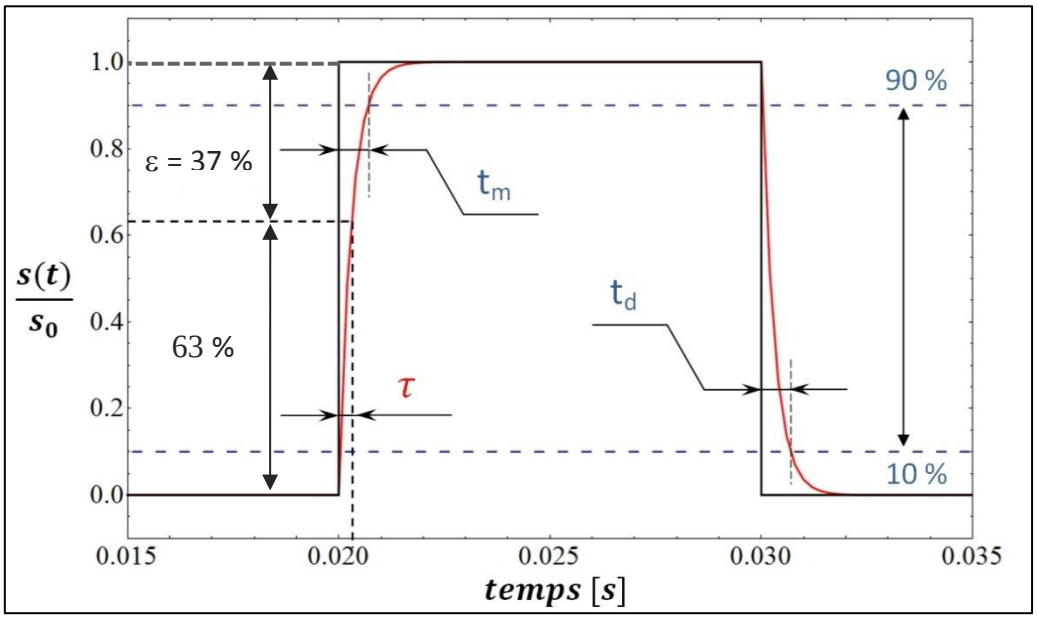


Figure 4.17 : Réponse à un échelon pour un système d'ordre 1 [13]

Dans la plupart des cas, le temps de réponse t_r correspond au temps au bout duquel le signal de sortie *s(t)* parvient à 5% près de la valeur maximale. Il s'exprime en fonction de la constante de temps à l'aide de l'équation suivante :

$$t_{r(5\%)} = 3\,\tau \qquad (4.17)$$

Quelles que soient les conditions initiales, le régime permanent d'un système du premier ordre peut être considéré atteint au bout d'un temps *t* égal à 5τ.

4.2.1. Présentation du banc radiatif

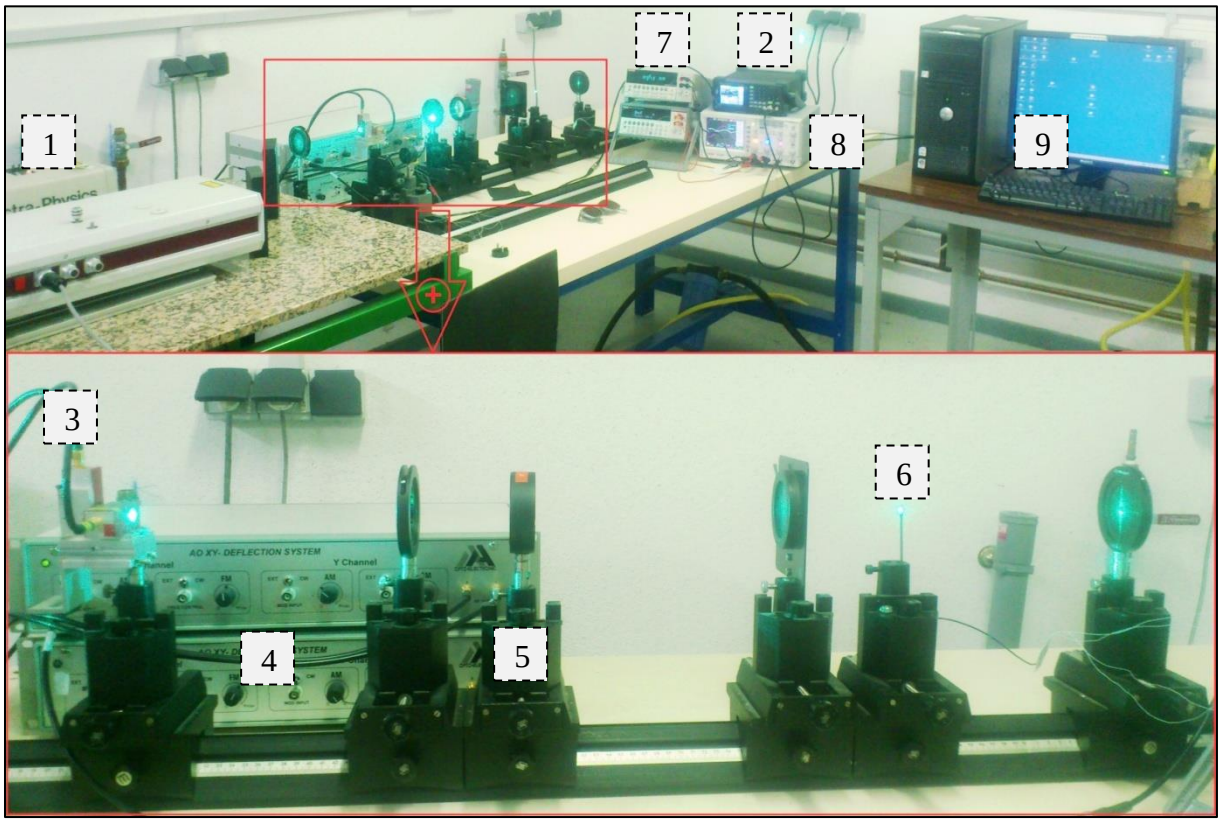


Figure 4.18 : Banc de caractérisation radiative, *1) Laser argon, 2) Générateur de fréquence, 3) Modulateur acousto-optique, 4) Boîtier d'alimentation, 5) Lentille, 6) Fluxmètre thermique, 7) Multimètre Keithley, 8) Oscilloscope, 9) PC*

Le banc expérimental représenté sur la Figure 4.18 permet la caractérisation dynamique des fluxmètres thermiques. Le faisceau laser est focalisé sur les parties sensibles du capteur. Les sondes résistives à couche mince sont soumises à un flux laser continu modulé à l'aide d'un signal sinusoïdal ou carré. Ce banc est constitué des matériels suivants (cf. Figure 4.18) :

- un laser continu à gaz Argon (1) : Spectra Physics 2017 émettant des rayonnements de longueur d'onde entre 457,9 nm et 514,5 nm (fonctionnement en mode toutes raies) pour une puissance maximale de 2 W. Les 3 raies principales, c'est à dire les plus énergétiques, sont 514,5 nm, 488 nm et 473,5 nm,
- un générateur de fréquence Lecroy Wavestation 2012 (10 Mhz) (2) qui permet de délivrer un signal d'entré avec la fréquence désirée sous formes de sinusoïdes ou créneaux,
- un modulateur acousto-optique AA Opto-electronic (3), appelé aussi cellule de Bragg, branché à un générateur externe de fréquence et permettant de moduler l'amplitude de l'onde diffractée dans l'ordre 1,
- un boîtier de commande et d'alimentation (4) du modulateur acousto-optique.
- Un oscilloscope Sefram 5164 DC (8) pour observer les signaux d'entrées et de sorties,

- une lentille (5) permettant de focaliser les faisceaux sur la sonde. Un déplacement longitudinal de la lentille entraîne une augmentation ou une diminution de la puissance du faisceau focalisé et donc de la température des sondes du fluxmètre,
- deux multimètres Keithley (7) pour la mesure précise des résistances électriques.
- un fluxmètre thermique M60 avec des sondes à résistances de forme méandre et de largeur de piste de 60 µm (6). Ces sondes ont subi un recuit à 250 °C pendant 6 h, elles sont raccordées aux deux multimètres avec un branchement 2 fils pour un courant traversant de 0,1 mA.

L'ensemble des signaux est enregistré sur un ordinateur via un programme d'acquisition développé sous Labview.

4.2.2. Méthode et mode opératoire

Dans cette partie, les sondes à résistances sont soumises à une excitation radiative de forme sinusoïdale à partir du laser continu à gaz Argon (Spectra Physics 2017) piloté par le modulateur acousto-optique. Le système d'acquisition permet de mesurer simultanément les valeurs des résistances et du signal d'entrée pour une fréquence donnée. Chaque fréquence issue du générateur de fréquence (Lecroy Wavestation 2012) représente le signal de commande du modulateur acousto-optique (AA Opto-electronic). Les essais sont menés pour différentes fréquences de 10^{-5} jusqu'à 10^{2} Hz à pression ambiante et pour une fréquence d'échantillonnage proportionnelle à la fréquence d'excitation.

Ces essais nous permettent de déterminer la constante de temps τ des sondes à résistances à partir de la fréquence de coupure f_c avec l'équation suivante :

$$\tau = \frac{1}{2\pi f_c} \tag{4.18}$$

Rappelons qu'il est également possible de définir un système à l'aide de sa fréquence de coupure f_c. Le diagramme de Bode d'un système est une représentation graphique composée de deux tracés :

- le gain (ou l'atténuation de l'amplitude) en dB en fonction de la fréquence en Hz,
- la phase en degré en fonction de la fréquence en Hz. Ceci représente le déphasage entre le signal d'entrée (flux laser commandé par le modulateur acousto-optique) et le signal de sortie (résistance électrique mesurée par le multimètre de précision).

Le traçage de ces courbes nous permet de déterminer directement la fréquence de coupure de chaque sonde. Cette fréquence particulière correspond à la valeur pour laquelle le signal de sortie subit une atténuation d'environ -3 dB, ou encore une réduction d'un facteur $\sqrt{2}$ par rapport à l'amplitude maximale.

4.2.3. Résultats et interprétations

Nous abordons cette partie par l'étude d'un exemple de deux réponses temporelles à une excitation sinusoïdale radiative à pression ambiante (Figure 4.19). Le signal de commande du

modulateur acousto-optique est une tension sinusoïdale [-1V, 1V] de fréquence 10^{-3} Hz. La cellule de Bragg module l'amplitude de l'excitation radiative. La puissance maximale émise par le laser est de 198 mW ± 5mW. Les réponses temporelles correspondent à la mesure des valeurs des résistances de deux sondes M60 déposées sur un substrat en verre d'épaisseur 500 µm. Les mesures ont été effectuées avec un branchement 2 fils pour un courant de 0,1 mA traversant les résistances. Les variations des valeurs des deux résistances testées en fonction du temps sont similaires mais nous observons des valeurs initiales différentes.

A cette fréquence d'étude (fréquence en-dessous de la fréquence de coupure comme nous le verrons ultérieurement), nous pouvons observer (Figure 4.19) que la fréquence du signal de sortie est le double de la fréquence de référence pilotant la cellule de Bragg. Nous concluons que le modulateur acousto-optique joue le rôle d'un redresseur : il conserve les alternances positives émises par le générateur de fréquences et redresse les alternances négatives. Par contre, il est loin d'être parfait : nous remarquons que l'énergie transmise par flux radiatif est toujours plus faible pour les alternances négatives après redressement. Ce problème nous amène à travailler, pour l'exploitation des mesures, uniquement avec les alternances positives pour lesquelles nous obtenons des valeurs maximales.

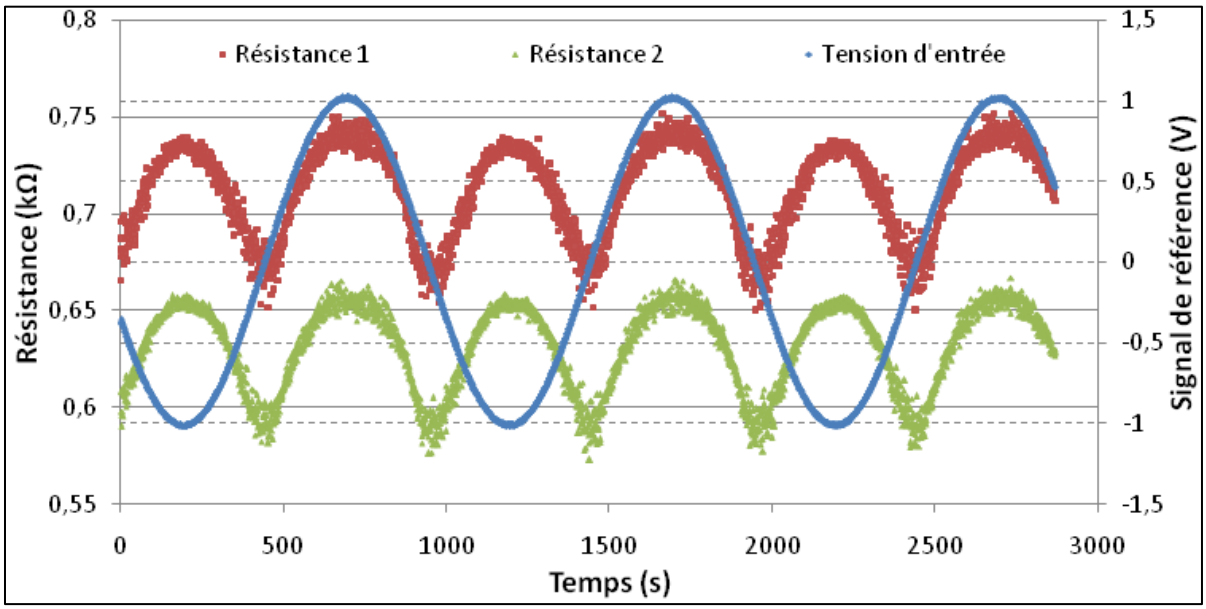


Figure 4.19 : Réponse temporelle des sondes à résistances (Méandre 60 µm, 2 fils – 0,1 mA) en excitation radiative sinusoïdale (2×10^{-3} Hz)

Sur la Figure 4.19, nous constatons qu'à 2×10^{-3} Hz (puisque la fréquence d'excitation est égale au double de la fréquence de référence), le signal de sortie est légèrement atténué et le déphasage entre le signal d'excitation et les signaux représentant les valeurs de résistances est peu détectable. Pour une puissance équivalente (198 mW ± 5mW), lorsque la fréquence d'excitation augmente, l'amplitude du signal mesuré décroît tandis que le déphasage s'accentue. A la fréquence d'excitation de 2×10^{-2} Hz (Figure 4.20), nous commençons à détecter un déphasage et l'amplitude continue à diminuer.

Pour une fréquence d'excitation de 2×10^{-1} Hz (Figure 4.21), l'écart crête à crête des valeurs des résistances mesurées diminue considérablement. Cette baisse est liée à l'inertie thermique

substrat du fluxmètre thermique. Ainsi, plus la fréquence est grande, plus les variations de l'amplitude deviennent rapides et donc moins facilement détectables par les sondes à résistances.

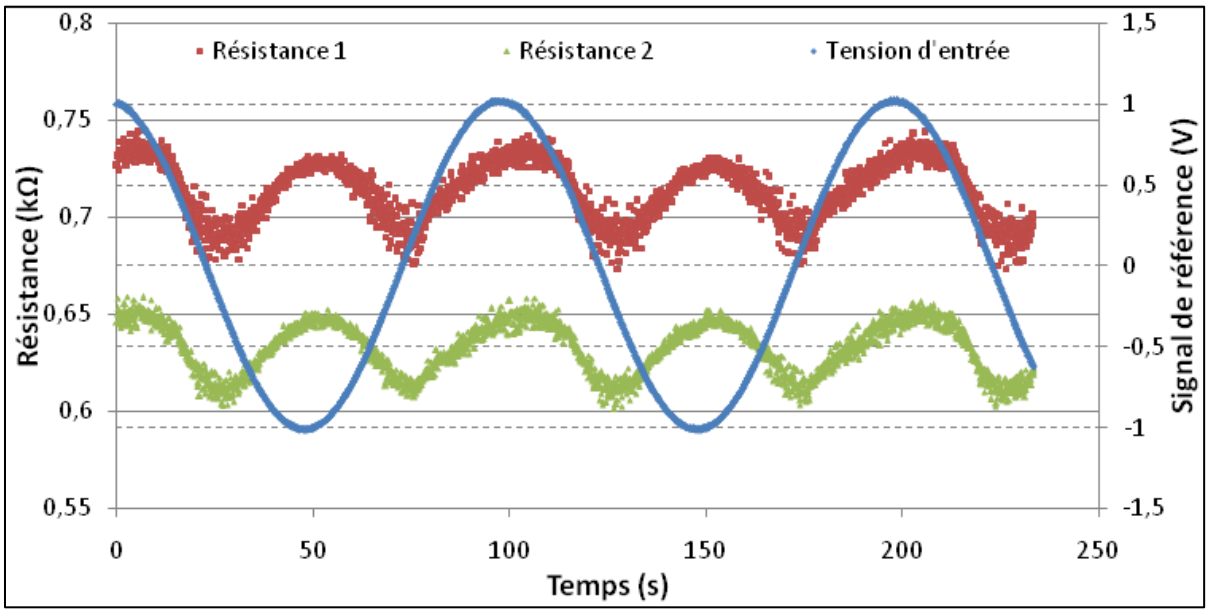


Figure 4.20 : Réponse temporelle des sondes à résistances (Méandre 60 µm, 2 fils - 0,1 mA) en excitation radiative sinusoïdale (2×10^{-2} Hz)

Cette dernière remarque est particulièrement vérifiée et visible pour une fréquence d'excitation de 2 Hz (Figure 4.22) : les sondes à résistances n'arrivent plus à détecter un signal et l'amplitude des mesures est noyée dans le bruit de mesure. Ceci montre que nous avons déjà dépassé la fréquence de coupure. Ces résultats seront à confirmer par une étude fréquentielle (Diagramme de Bode, amplitude, phase).

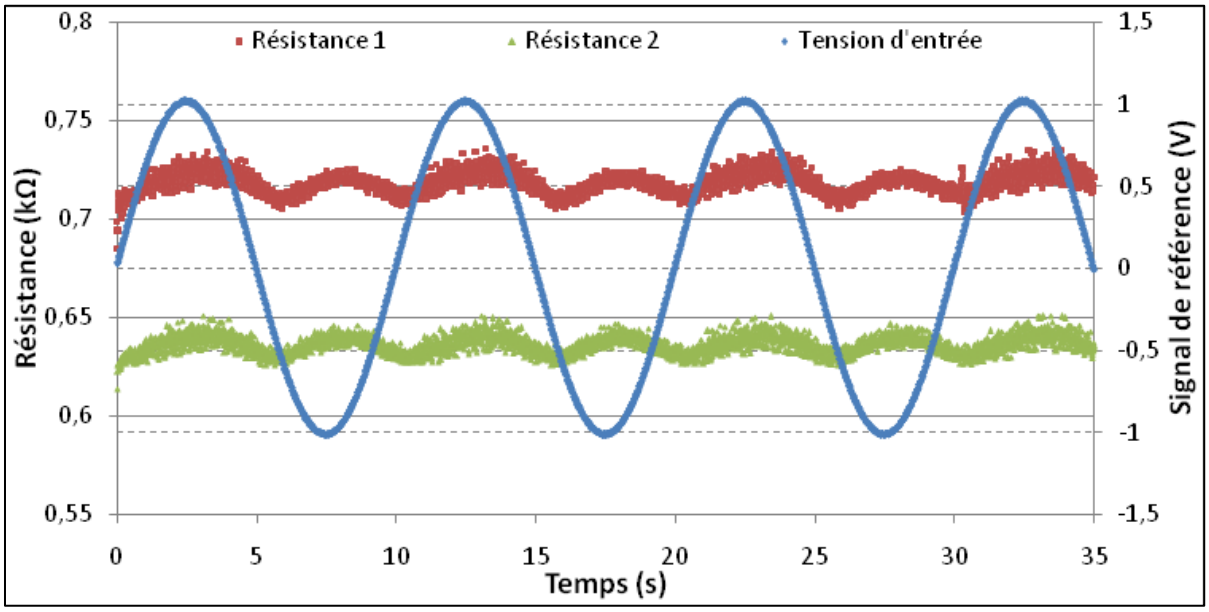


Figure 4.21 : Réponse temporelle des sondes à résistances (Méandre 60 µm, 2 fils - 0,1 mA) en excitation radiative sinusoïdale (2×10^{-1} Hz)

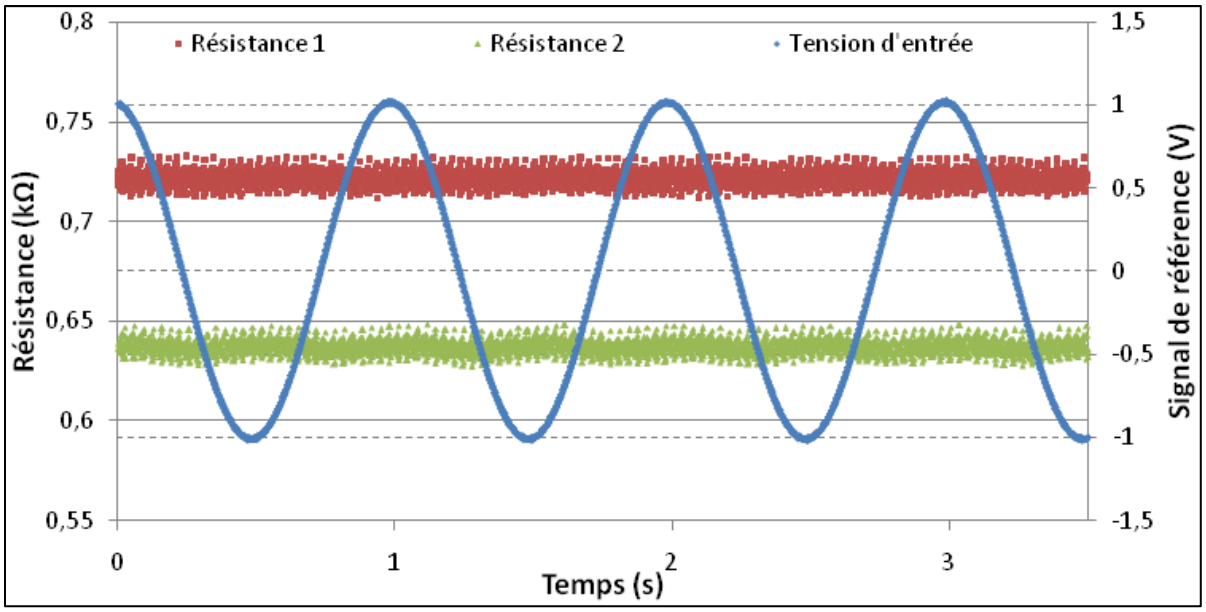


Figure 4.22 : Réponse temporelle des sondes à résistances (Méandre 60 µm, 2 fils – 0,1 mA) en excitation radiative sinusoïdale (2 Hz)

De manière générale, lorsque l'on cherche à déterminer le comportement dynamique des sondes à résistances, on utilise de manière la plus fréquente la représentation du gain et du déphasage en fonction de la fréquence. Ces courbes nous permettent de déterminer plus facilement la fréquence de coupure, donc le temps de réponse.

Le diagramme de Bode présenté en Figure 4.23, représente l'atténuation de l'amplitude en fonction de la fréquence du signal redressé. Ce diagramme est tracé pour une puissance de 198 mW ± 5mW. Les résultats obtenus correspondent, comme précédemment, aux réponses dynamiques de deux sondes à résistance de forme méandre (M60) parcourues par un courant de 0,1 mA. Les fréquences d'excitation varient entre 2×10^{-5} Hz et 2×10^{2} Hz.

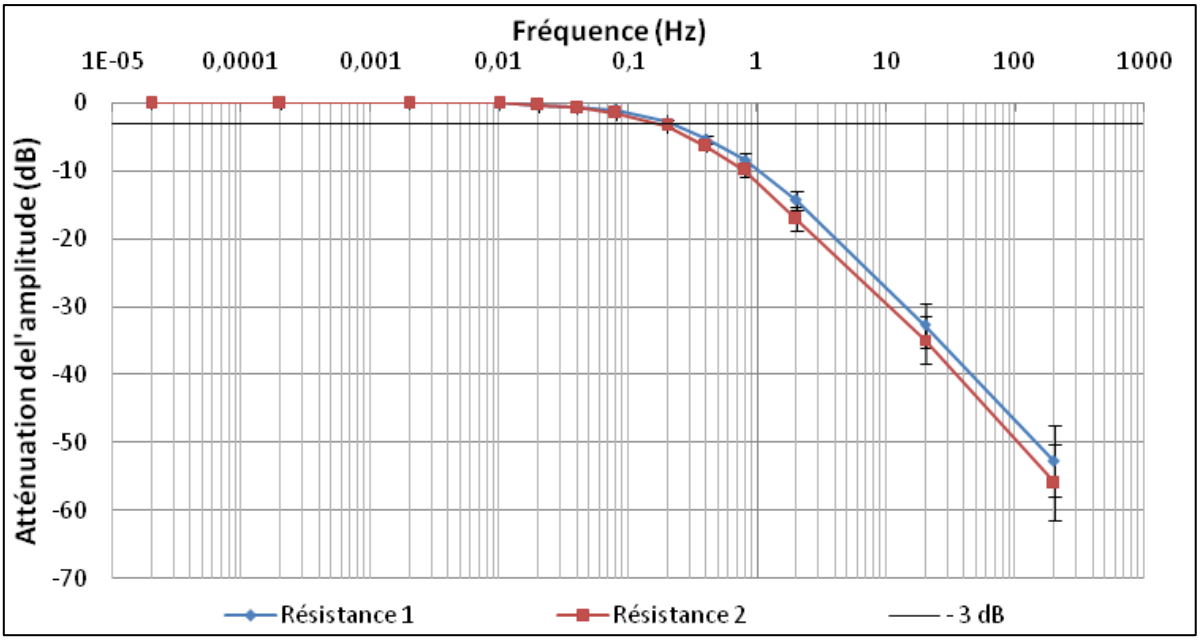


Figure 4.23 : Réponse (amplitude) en fréquence des deux sondes à résistance (M60, recuit 250 °C 6h - 0,1 mA)

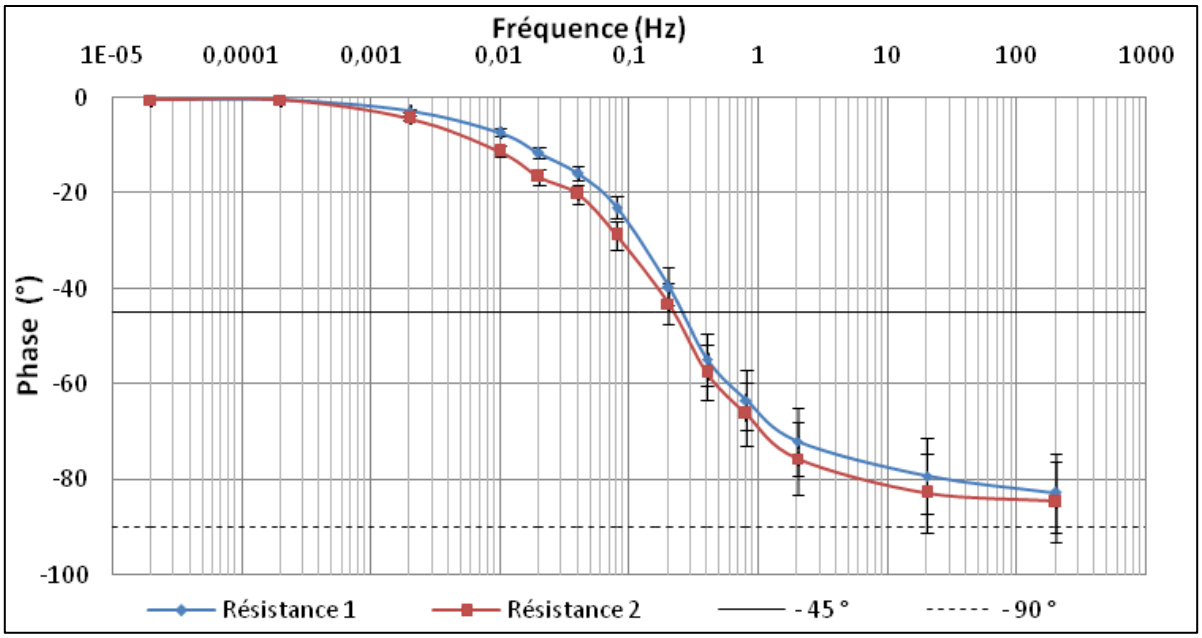


Figure 4.24 : Réponse (phase) en fréquence des deux sondes à résistance (M60, recuit 250 °C 6h, 0,1 mA)

Un signal sinusoïdal redressé garde la même valeur efficace qu'une sinusoïde de fréquence *f* mais il est périodique de fréquence 2*f*. Pour les résistances de notre fluxmètre thermique (Figure 4.23), la fréquence de coupure varie de 0,2 Hz à 0,3 Hz, ce qui correspond à un temps de réponse de 1,6 s à 2,4 s. Ce dernier nous a permis de fixer la fréquence d'échantillonnage à 2 points/minute, soit plus de 10 fois le temps de réponse du capteur.

Nous constatons également sur ces courbes que le temps de réponse de la résistance qui fait face au laser (R_1) est plus rapide que celle qui se trouve de l'autre côté du capteur (R_2), ce qui est attendu. L'ordre de grandeur de ces deux temps de réponse est néanmoins identique.

Les réponses fréquentielles (amplitude) données sur la Figure 4.23 présentent deux pentes similaires d'environ -18 dB/décade. Ces pentes restent proches de celles d'un système d'ordre 1 caractérisé par une pente de -20 dB/décade. Avec un déphasage d'environ -45 ° (Figure 4.24) pour les mêmes fréquences de coupures et une rotation de phase qui tend vers -90 °, les réponses en fréquence (phase) viennent confirmer les résultats précédents.

Le fluxmètre n'est pas à température uniforme, c'est un système multicouche. Chaque couche réagit avec une inertie qui lui est propre, l'ensemble du capteur (wafer, couches minces, soudures, fils de connexions) intégrant ces différentes inerties, l'inertie la plus importante étant imposée par le matériau substrat (verre). Ceci explique l'écart entre la réponse théorique d'un système du 1er ordre et les valeurs obtenues.

Des incertitudes supplémentaires liées à un mauvais positionnement des sondes à résistance face à une excitation radiative et les perturbations thermiques par convection et conduction peuvent aussi influer sur l'allure de la réponse en fréquence [13]. Ces incertitudes, associées à l'incertitude de mesure, peuvent expliquer également cette différence entre les résultats d'un système d'ordre 1 et nos résultats expérimentaux.

Enfin, le capteur étant transparent (verre), la deuxième face du capteur est également partiellement éclairée par le laser (transmission et réflexions radiatives internes au matériau vitreux). Ceci peut également expliquer cette différence. Des études ultérieures à cette thèse seront menées de manière à comparer ces résultats avec ceux obtenus pour un capteur recouvert de peinture noire absorbant le rayonnement laser.

La réponse dynamique des capteurs de flux à gradient a été étudiée par quelques auteurs.

Epstein *et al.* [14] ont étudié la réponse d'un capteur avec comme cas limites la réponse à basse fréquence en mode gradient et en haute fréquence en mode semi-infini. Dans le mode de basse fréquence, ils démontrent que le gradient de température est proportionnel au flux de chaleur jusqu'à la fréquence de coupure :

$$f_c = \frac{1}{4\pi}\left(\frac{\lambda/e}{\sqrt{\rho c_p \lambda}}\right)^2 \qquad (4.\ 19)$$

où λ, ρ, c_p, e se réfèrent à la conductivité thermique, la masse volumique, la chaleur spécifique et l'épaisseur du substrat. En mode haute fréquence, le capteur se comporte comme un calorimètre et la température est reliée au flux par les lois de réponse d'un milieu semi-infini. Appliquée à notre cas, la formule ci-dessus conduit à une fréquence de 0,21 Hz, ce qui est cohérent avec nos résultats expérimentaux.

En conclusion de cette partie, nous avons soumis les résistances du fluxmètre à une excitation périodique en rayonnement obtenue par un laser pulsé. Nous avons obtenu un temps de réponse approché en faisant l'approximation que le capteur réagit comme un système d'ordre 1.

4.3. Conclusion

Dans ce chapitre nous avons décrit l'étalonnage des résistances de notre capteur de flux. Les incertitudes de mesure de notre étalonnage ont été analysées puis calculées. Ce calcul d'incertitude montre une incertitude élargie pour la mesure de température par les résistances de 0,14 °C. Nous avons également étudié l'influence de la procédure de recuit, de la méthode de connexion en 2 ou 4 fils et de l'auto-échauffement sur les courbes d'étalonnage. Nous avons ainsi démontré l'influence positive du recuit sur la reproductibilité des mesures de résistances. Nous avons montré qu'un montage 4 fils n'est pas nécessaire et que l'auto-échauffement augmente l'incertitude de mesure. Nous avons mesuré le coefficient de température des résistances déposées et obtenu des résultats proches de ceux relevés dans la littérature. Enfin, nous avons caractérisé le comportement dynamique des résistances du capteur et trouvé des résultats également proches de ceux établis dans la littérature. Dans le chapitre suivant, l'étalonnage du capteur pour permettre la mesure de flux est présenté, de mêmes que les résultats obtenus avec nos capteurs.

4.4. Bibliographie

[1] «http://www.aoip.fr», [En ligne] [Accès le 30 septembre 2016].

[2] «TC S.A», [En ligne]. Available: http://www.tcsa.fr. [Accès le 30 septembre 2016].

[3] «Tektronix», [En ligne]. Available: http://uk.tek.com/tektronix-and-keithley-digital-multimeter/keithley-2100-series-6%C2%BD-digit-usb-multimeter. [Accès le 30 septembre 2016].

[4] « Evaluation of measurement data. Guide to the expression of uncertainty in measurement » JCGM 100:2008 (GUM 1995 with minor corrections). Technical report, 1995.

[5] B. Kuyatt, T. N et E. Chris, « Guidelines for evaluating and expressing the uncertainty of NIST measurement results », Washington, USA: National Institute of Standards and Technology, 1994.

[6] G. Asch, « Les capteurs en instrumentation industrielle », Dunod, 1983.

[7] U. Schmid et M. Grosser, «The impact of annealing temperature and time on the electrical performance of Ti/Pt thin films, Applied Surface Science», n°1256(14), pp. 4564-4569, 2010.

[8] D'Aleo, F. P. & Prasser, H.-M. Design, calibration and testing of a thin film temperature gauge array for temperature and heat flux measurements in fluid mixing experiments Flow Meas. Instrum., 24, pp. 29-35, 2012.

[9] F. Mailly, A. Giani, R. Bonnot, P. Temple-Boyer, F. Pascal-Delannoy, A. Foucaran et A. Boyer, «Anemometer with hot platinum thin film», Sensor Actuat. A: Phys., n° 194, pp. 32-38, 2001.

[10] H. Esch, G. Huyberechts, R. Mertens, R. Maes, J. Manca, W. De Ceuninck et L. De Schepper, «The stability of Pt heater and temperature sensing elements for silicon integrated tin oxide gas sensors», Sensors Actuat. B: Chemical, n° 165 (3), pp. 190-192, 2000.

[11] L. Thiery, « Application des microcapteurs thermoelectriques en métrologie optothermique ». Thèse de l'Université de Franche-Comté, Belfort, France, 1994.

[12] F. Lanzetta, « Etude des transferts de chaleur instationnaires au sein d'une machine frigorifique de Stirling », Thèse de l'Université de Franche-Comté, Belfort, 1997.

[13] M. Y. Doghmane, « Phénomènes d'interaction fluide/paroi en écoulement instationnaire avec transfert de chaleur », Thèse de l'Université de Franche-Comté, Belfort, 2014.

[14] A. H. Epstein, G. R. Guenette, R. J. G. Norton et C. Yuzhang, «High-frequency response heat-flux gauge», Rev. Sci. Instrum. vol. 57, n° 14, April, pp 639-649, 1986.

5. Etalonnages et mesures de densité de flux thermique

Ce dernier chapitre est consacré à la mesure de flux à l'aide du capteur développé dans notre travail. Ce chapitre est divisé en deux parties. La première partie traite de la mesure de flux par une méthode indirecte basée sur l'application de la loi de Fourier à partir des mesures de températures par les résistances. Les incertitudes de mesure sont calculées, l'effet d'intrusion du capteur est modélisé. Le banc d'essai utilisé est présenté, ainsi que sa modélisation avec le logiciel COMSOL Multiphysics®. Les résultats obtenus expérimentalement et numériquement sont alors présentés et comparés. La deuxième partie du chapitre est consacrée à la mesure directe de flux. Elle repose sur un étalonnage en flux de notre capteur par comparaison à un fluxmètre de référence. De la même manière, le banc d'étalonnage spécifique est présenté, avec sa modélisation sous COMSOL Multiphysics®. Les résultats expérimentaux et numériques sont ensuite présentés et comparés.

5.1. Mesure de densité de flux thermique par méthode indirecte

Nous appelons méthode indirecte la mesure de flux par application de la loi de Fourier à partir des mesures de température des 2 faces du capteur. L'avantage de cette méthode est qu'elle permet une mesure simultanée de température et de densité de flux thermique suite à un étalonnage en température des sondes résistives à couche mince. Pour tester la mesure de la densité de flux thermique à l'aide de nos capteurs étalonnés en température (méthode présentée au chapitre 4 section 4.1), nous avons conçu et réalisé un banc d'essais spécifique.

5.1.1. Conception du banc d'essais

Le banc d'essais est constitué d'un bâti cylindrique isolé radialement avec du liège (cf. Figure 5.1). A l'intérieur de ce dernier, on retrouve un assemblage de différents éléments. Le système de chauffage est constitué de deux films chauffants de 40 mm de diamètre et, afin d'homogénéiser au mieux le flux surfacique, insérés entre des pièces cylindriques en cuivre de même diamètre et d'épaisseur 3 mm. L'un des côtés de ces pièces est isolé (laine de verre) alors que l'autre est en contact avec un cylindre plein de 26 mm de diamètre, soit en polyamide (de longueur 20 mm), soit en alliage d'aluminium (de longueur 70 mm). Ce dernier cylindre, qui est en contact de l'autre côté avec l'air ambiant, est instrumenté avec un fluxmètre thermique sans support (5 mm × 5 mm × 0.5 mm) et avec des thermocouples (type K, Omega, de diamètre 750 µm). Nous avons choisi d'utiliser un cylindre soit en aluminium (très bon conducteur thermique), soit en polyamide (isolant thermique) afin d'étudier l'influence du milieu sur la mesure de flux, mais aussi sur le caractère intrusif du capteur, comme cela sera discuté dans la suite de ce chapitre.

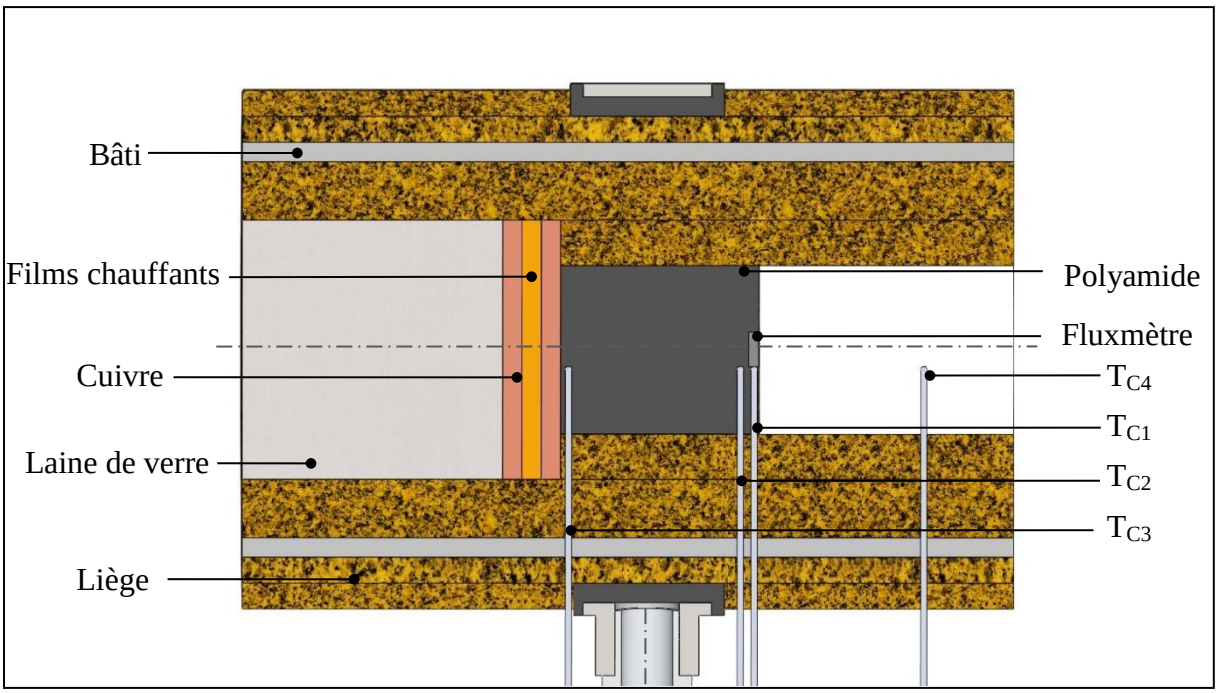


Figure 5.1 : Vue en coupe du modèle CAO 3D du banc d'essais

Les thermocouples sont localisés de manière à permettre les mesures des températures : ambiante (T_{C4}), au niveau du système de chauffe (T_{C3}) et à proximité du fluxmètre (T_{C2}, T_{C1}).

Ces derniers thermocouples, placés à proximité du fluxmètre, permettent aussi la mesure de la densité de flux thermique et une comparaison avec les mesures du capteur de flux.

Ce banc d'essais peut aussi accueillir le fluxmètre thermique avec son support autoadhésif (cf. Figure 3.27) ou spécifique en acier inoxydable (cf. Figure 3.28).

Dans les différentes configurations (avec et sans support capteur), le banc d'essais permet la mesure simultanée de la densité de flux thermique obtenue directement par le fluxmètre et à partir des températures mesurées par les thermocouples du commerce.

5.1.2. Modélisation du banc d'essais

Afin de déterminer numériquement la quantité d'énergie échangée sous forme de flux de chaleur conductif en régime stationnaire, et de la comparer avec les résultats expérimentaux, des simulations par éléments finis sont effectuées à l'aide du logiciel COMSOL Multiphysics®. Par ailleurs, ces simulations permettent aussi de visualiser les perturbations engendrées suite à l'introduction du fluxmètre thermique.

5.1.2.1. Présentation du modèle

La structure globale du modèle correspond à la géométrie simplifiée du banc d'essais décrit au paragraphe 5.1.1. On retrouve un bâti cylindrique en polyamide isolé radialement avec du liège, une pièce en cuivre pour homogénéiser le flux surfacique, la laine de verre pour l'isolation et un cylindre plein, soit en alliage d'aluminium, soit en polyamide.

Pour déterminer le flux de chaleur conductif, 4 configurations ont été testées, et cela pour chacun des matériaux du cylindre plein. Afin de mettre en évidence l'influence de la présence du capteur sur nos mesures de flux, et d'avoir une valeur référence, la première configuration retenue est une configuration « à vide », c'est-à-dire non instrumentée (sans le fluxmètre). Dans cette configuration, deux modèles sont testés : le premier intègre un cylindre plein en polyamide (isolant thermique) et le deuxième en alliage d'aluminium (conducteur thermique).

Configuration/Matériau du banc	Nylon PA6	Aluminium
Cylindre non instrumenté	×	×
Cylindre instrumenté avec capteur	×	×
Cylindre instrumenté avec capteur et support auto-adhésif	×	×
Cylindre instrumenté avec capteur et support vissant en inox	×	×

Tableau 5.1 : Configurations testées en simulation

Dans le chapitre 3, nous avons présenté le fluxmètre seul, puis les deux supports de fixation imaginés (support adhésif et support en acier inoxydable). Pour visualiser les perturbations engendrées suite à l'introduction du fluxmètre thermique, nous avons donc considéré trois nouvelles configurations, intégrant cette fois-ci le capteur (avec ou sans support). Comme précédemment, cela a été fait pour les deux différents matériaux du cylindre plein : six

modèles supplémentaires ont donc été considérés. Nous avons inséré dans les deux premiers le modèle simplifié du fluxmètre thermique sans support, dans les deux suivants le modèle simplifié du fluxmètre avec le support auto adhésif (cf. Figure 5.3(c), Figure 5.4(c)) et dans les deux derniers, le modèle simplifié du fluxmètre avec le support spécifique en acier inoxydable (cf. Figure 5.3(d), Figure 5.4(d)). Les configurations testées sont résumées dans le tableau 5.1.

Les caractéristiques physiques, mécaniques et thermiques des matériaux utilisés dans la simulation sont tirées de la bibliothèque du logiciel COMSOL et des données du fournisseur [1]. Il est donc important de se rappeler qu'une certaine incertitude existe quant à la justesse des valeurs utilisées. Les caractéristiques retenues pour la modélisation du banc d'essais sont résumées dans le Tableau 5.2.

Matériau	Conductivité thermique ($W\ m^{-1}\ K^{-1}$)	Masse volumique ($kg\ m^{-3}$)	Chaleur spécifique ($J\ kg^{-1}\ K^{-1}$)
Polyamide PA 6 30% GFR	0,28	1350	1500
Aluminium2017A	134	2790	920
Acier inoxydable	44,5	7850	475
Cuivre	401	8960	385
Liège	0,04	120	1670
Laine de verre	0,04	30	840
Platine	71,60	21450	133
Chrome	93,70	7150	448
Borofloat®	1,20	2230	830

Tableau 5.2 : Caractéristiques à 293 K des matériaux utilisés pour la modélisation

5.1.2.2. Conditions aux limites

Pour simuler les échanges thermiques dans notre banc d'essais, nous avons imposé les conditions aux limites suivantes (schématisées sur la Figure 5.2 pour le cas du modèle simplifié en polyamide instrumenté par un fluxmètre thermique) :

- sur les parois en contact avec l'air : une température imposée de 20 °C à 25 °C sur les faces extérieures en contact avec l'air ambiant, et un coefficient global d'échange (convection naturelle + rayonnement) variable suivant la surface d'échange (cf. détails des calculs en annexe A), permettant de prendre en compte le flux de chaleur global échangé par effets convectifs et radiatifs,
- au niveau du système de chauffe : une température constante, mais de valeur différente selon le modèle étudié,

- au niveau des interfaces : une condition de continuité sur les surfaces intérieures en contact avec les autres surfaces constituant le modèle du banc d'essais.

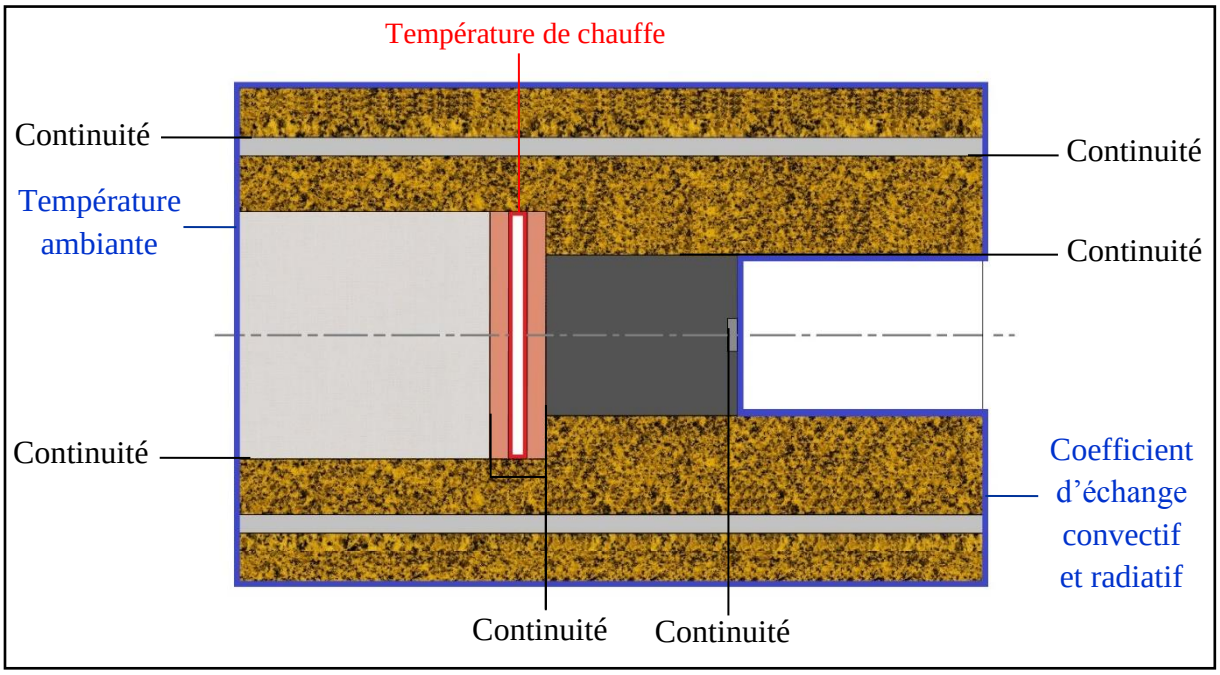


Figure 5.2 : Conditions aux limites du modèle en polyamide du banc d'essais instrumenté

Les conditions aux limites imposées dans les modèles thermiques étudiés sont résumées dans le Tableau 5.3 : Conditions aux limites imposées dans les modèles étudiés du banc d'essais. En ce qui concerne les températures de chauffe, elles ont été relevées dans les phases d'essais expérimentaux. Les valeurs des coefficients globaux d'échange sont, quant à eux, estimés à partir de corrélations et de données de la littérature (cf. annexe A).

Pièce instrumentée	Température de chauffe (°C)	Température ambiante (°C)	Coefficient global d'échange (convection naturelle + rayonnement) ($W\ m^{-2}\ K^{-1}$)		
			Plaque plane	Cylindre extérieur	Cylindre intérieur
PA 6 30% GFR	105	20	14	8	10
	112,7	25			
	178,6	23			
Aluminium 2017A	134	21	8	8	-

Tableau 5.3 : Conditions aux limites imposées dans les modèles étudiés du banc d'essais

5.1.2.3. Maillage

Afin de comparer entre eux les résultats obtenus par simulation pour les différentes configurations citées précédemment, les huit modèles développés sous COMSOL ont été

maillés avec un maillage tétraédrique raffiné. Le nombre d'éléments pour chaque modèle est présenté dans le Tableau 5.4. Le temps de calcul nécessaire à la résolution des modèles du banc d'essais est d'environ 4 s.

Modèle COMSOL		Nombre d'éléments	
Pièce instrumentée		PA 6 30% GFR	Aluminium 2017A
Sans fluxmètre		12785	13494
Avec fluxmètre	Sans support	15819	16558
	Avec support autoadhésif	23817	20622
	Avec support spécifique	15958	16501

Tableau 5.4 : Nombre d'éléments tétraédriques pour chaque modèle du banc d'essais

5.1.2.4. Résultats

Les simulations numériques développées ont pour premier objectif d'évaluer la densité du flux thermique avant la mise en place du fluxmètre thermique. Le second objectif est de déterminer l'influence de l'ajout du fluxmètre thermique et de ses différents supports associés (autoadhésif ou spécifique en acier inoxydable) sur la répartition des champs de température et sur la densité de flux thermique échangée.

Les figures 5.3 et 5.4 représentent la répartition de la température suivant l'axe de révolution z dans le plan de coupe (x, z) pour les différentes configurations du banc d'essais (sans et avec fluxmètre).

Dans le cas d'un cylindre en polyamide (Figure 5.3) chauffé à 112,7 °C ou dans le cas d'un cylindre en alliage d'aluminium (Figure 5.4) chauffé à 134 °C, nous observons peu d'influence sur la répartition de la température suite à l'insertion du fluxmètre dans ces pièces cylindriques. Cependant, cette influence est plus remarquable dans le cas d'un fluxmètre avec support spécifique (Figure 5.3d, Figure 5.4d).

Afin de comparer au mieux ces configurations, une deuxième étude a été effectuée. Elle consiste à calculer la densité de flux thermique dans les modèles instrumentés et non instrumentés. Le Tableau 5.5 présente les valeurs de densités de flux thermique obtenues suite à la résolution des modèles COMSOL. Les valeurs des densités de flux thermique pour les deux modèles non instrumentés sont respectivement 614 Wm^{-2} pour une pièce en PA6 30% GFR, à une température de chauffe de 112,7 °C et 1417 Wm^{-2} pour une pièce en Aluminium 2017A, à une température de chauffe de 134 °C.

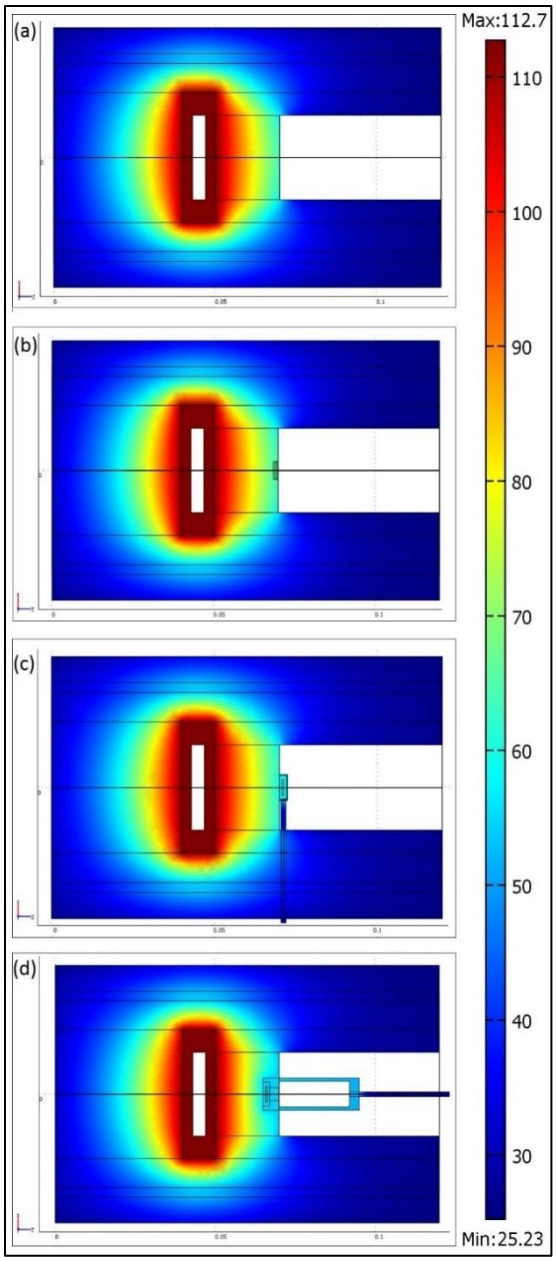


Figure 5.3 : Répartition de la température dans le plan (x, z) suivant l'axe de révolution pour une pièce cylindrique en polyamide, (a) Sans fluxmètre, (b) Avec fluxmètre sans support, (c) Avec fluxmètre et son support autoadhésif, (d) Avec fluxmètre et son support spécifique inox

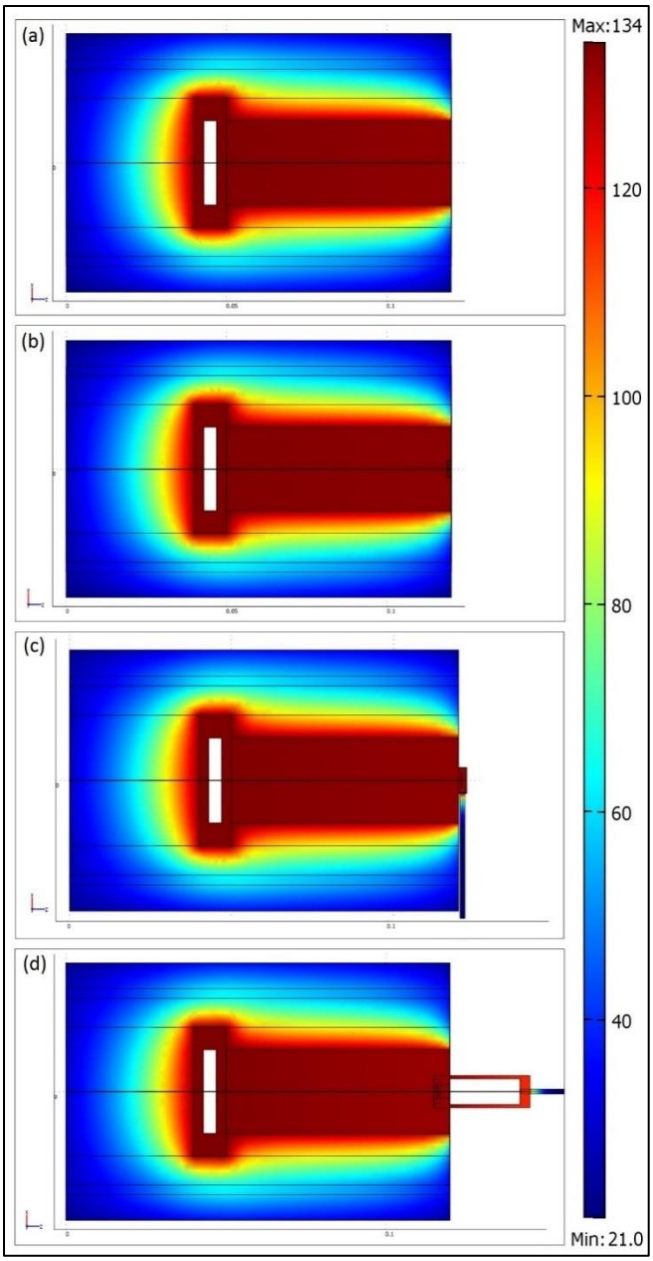


Figure 5.4 : Répartition de la température dans le plan (x, z) suivant l'axe de révolution pour une pièce cylindrique en alliage d'aluminium, (a) Sans fluxmètre, (b) Avec fluxmètre sans support, (c) Avec fluxmètre et son support autoadhésif, (d) Avec fluxmètre et son support spécifique inox

Pour comparer les différentes configurations (avec fluxmètre, sans et avec support), nous avons calculé l'écart relatif par rapport aux valeurs des densités du flux thermique obtenues avec les modèles non instrumentés (sans fluxmètre).

Pour les deux pièces instrumentées par un fluxmètre sans support, nous observons un écart relatif inférieur à 4 %. Cet écart évolue avec le support autoadhésif et passe à 15,64 % pour une pièce en polyamide et à 23,29 % pour une pièce en alliage d'aluminium. Dans le cas d'un support spécifique, nous constatons une augmentation significative de l'écart relatif (33,73 % pour une pièce en Aluminium 2017A et 83,71 % pour une pièce en PA 6 30% GFR).

Pièce instrumentée		PA 6 30% GFR		Aluminium 2017A	
Température de chauffe (°C)		112.7		134	
Modèle COMSOL		Densité de flux thermique ($W\ m^{-2}$)	Ecart relatif (%)	Densité de flux thermique ($W\ m^{-2}$)	Ecart relatif (%)
Sans fluxmètre		614	-	1417	-
Avec fluxmètre	Sans support	637	3,75	1378	2,75
	Avec support autoadhésif	710	15,64	1747	23,29
	Avec support spécifique	1128	83,71	939	33,73

Tableau 5.5 : valeurs des densités de flux thermique obtenues par simulation numérique

Pour les deux matériaux étudiés, les résultats (cf. Tableau 5.5) montrent que le fluxmètre sans support représente la configuration la moins intrusive. La présence du fluxmètre ne conduit en effet qu'à des écarts de flux de l'ordre de quelques pourcents. Ceci est dû aux faibles dimensions du substrat. Néanmoins, le capteur inséré n'étant pas facilement démontable, cette configuration nécessite un nouveau capteur étalonné pour chaque pièce faisant l'objet d'une mesure de densité du flux thermique et conduit donc à des coûts plus élevés

Avec des écarts de flux entre 15 % et 23 %, la configuration avec un support autoadhésif offre donc un meilleur compromis entre intrusion et coût de fabrication. En effet, le capteur peut être ôté et utilisé ailleurs sans difficulté particulière.

La configuration avec un support autoadhésif ne permet pas de fixer le capteur de façon solide, aussi, malgré son écart relatif assez élevé, le support spécifique, grâce à son système de fixation à vis, reste une solution envisageable pour instrumenter des systèmes dynamiques présentant des perturbations vibratoires cycliques, comme les moteurs par exemple. Nous constatons que, dans ce cas, le matériau du support de capteur doit être de propriétés proches de celles du matériau où le flux est analysé (écart d'environ 34 % ici).

En conclusion de ce paragraphe, nous avons quantifié dans le cas de notre banc d'essai les effets de l'intrusion de notre capteur. Ils sont faibles lorsque le capteur est sans support, et deviennent plus importants avec l'utilisation d'un support.

5.1.3. Banc de mesures de densité de flux thermique par méthode indirecte

Nous appelons banc d'essai du capteur le bâti cylindrique isolé, et banc de mesures l'ensemble constitué par ce bâti et l'instrumentation qui l'accompagne.

L'instrumentation du banc de mesures de densité de flux thermique, représenté sur la Figure 5.5, est composé d'une alimentation de laboratoire réglable Velleman PS3020 (0 - 30 V, 0 - 20 A), de deux multimètres de précision Keithley 2100, d'un module d'acquisition National Instrument et d'un banc d'essais décrit dans le paragraphe 5.1.1. Le

fluxmètre, ainsi que les thermocouples, sont connectés respectivement aux multimètres de précision et au système d'acquisition National Instruments.

Ce dernier se compose du module d'entrée thermocouple NI 9211 inséré dans un châssis NI Compact DAQ. Ce module intègre un convertisseur analogique/numérique delta-sigma 24 bits, des filtres anti repliement, une détection de thermocouple ouvert et une compensation de soudure froide intégrée, pour des mesures de température haute précision [2]. L'ensemble des signaux est enregistré via un programme d'acquisition développé sous Labview.

Ce banc est placé loin de toutes sources de courant d'air afin de diminuer au mieux les erreurs aléatoires (mouvements convectifs) pendant les mesures de températures et de densités de flux thermiques. A partir des données collectées, nous avons pu déterminer et comparer les flux thermiques obtenus à partir du fluxmètre et à partir des thermocouples.

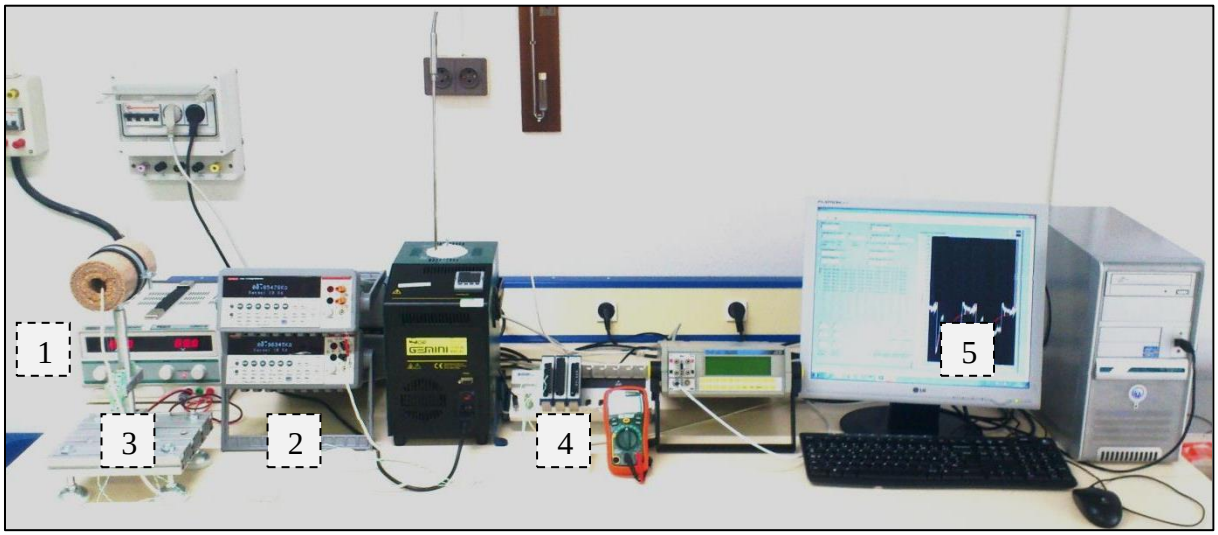


Figure 5.5 : Instrumentation du banc de mesures de densité de flux thermique par méthode indirecte, *1) Alimentation de laboratoire réglable Velleman PS3020, 2) Multimètres Keithley 2100, 3) Banc d'essais, 4) Module NI 9211 monté sur un châssis NI Compact DAQ, 5) PC*

5.1.4. Méthodes et modes opératoires

Pour déterminer le flux, nous allons appliquer la loi de Fourier en utilisant deux types de capteurs : notre capteur et ses résistances déposées et des thermocouples du commerce.

La mesure de la densité du flux thermique par application de la loi de Fourier à l'aide de deux ou plusieurs thermocouples nécessite à la fois une connaissance précise de l'emplacement de chaque thermocouple et de la conductivité thermique de chaque matériau instrumenté. En revanche, la mesure de la densité de flux thermique par nos fluxmètres nécessite uniquement la connaissance avec précision de l'épaisseur et de la conductivité thermique du substrat du fluxmètre.

Comme décrit au paragraphe 5.1.1, pour mesurer la densité de flux thermique, nous plaçons un fluxmètre et trois thermocouples (T_{C1}, T_{C2} *et* T_{C3}) dans un cylindre plein, soit en alliage d'aluminium, soit en polyamide (cf. Figure 5.1). Ces cylindres sont de longueur différente :

70 ±0.2 mm pour l'alliage d'aluminium et 20 ±0.2 mm pour le polyamide. Le fluxmètre est placé dans son support spécifique.

Les deux thermocouples T_{C1}, T_{C2} placés à proximité du fluxmètre sont distants de 2 ± 0.3 mm. En revanche, le thermocouple T_{C3} n'est pas localisé au même emplacement dans le cylindre plein : pour l'alliage d'aluminium, il est placé à 63.5 ± 0.3 mm du thermocouple T_{C1} alors que pour le polyamide, il est placé à 18.5 ± 0.3 mm du thermocouple T_{C1}.

Les essais sont menés pour différentes températures de chauffe fixées entre 100 °C et 180 °C, dans un environnement de laboratoire à pression atmosphérique, sans courant d'air perceptible et pour une fréquence d'échantillonnage de 2 points min^{-1} (voir paragraphe 4.2.3). Lors de la campagne d'essais, la température ambiante était comprise entre 20 °C et 25 °C. Comme pour l'étalonnage en température, la mesure de la densité de flux thermique par fluxmètre et thermocouples nécessite une première phase de stabilisation suivie d'une phase transitoire de chauffe et une dernière phase de stabilisation, de mesure et d'enregistrement.

5.1.5. Calcul d'incertitudes

Afin de caractériser notre prototype, nous avons déterminé les incertitudes des différentes mesures qui entrent dans le calcul de densité de flux thermique. Nous avons considéré dans ce paragraphe les incertitudes de la chaîne de mesure seules et non celles dues au caractère plus ou moins intrusif du capteur.

Concernant la mesure de la densité de flux thermique, et conformément à la loi sur la propagation des incertitudes (voir chapitre 4), l'incertitude composée est obtenue par combinaison de ses composantes individuelles. L'incertitude sur la valeur de la densité de flux (cf. Eq. 2.1) est donc donnée par :

$$u_c(\varphi) = \left[\left(\frac{\partial \varphi}{\partial \lambda} u(\lambda) \right)^2 + \left(\frac{\partial \varphi}{\partial e} u(e) \right)^2 + \left(\frac{\partial \varphi}{\partial T_1} u(T_1) \right)^2 + \left(\frac{\partial \varphi}{\partial T_2} u(T_2) \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}} \quad (5.1)$$

Il en découle alors l'expression :

$$u_c(\varphi) = \left[\left(\frac{(T_2 - T_1)}{e} \right)^2 u^2(\lambda) + \left(\frac{\lambda}{e^2}(T_1 - T_2) \right)^2 u^2(e) + \left(-\frac{\lambda}{e} \right)^2 u^2(T_1) + \left(\frac{\lambda}{e} \right)^2 u^2(T_2) \right]^{\frac{1}{2}} \quad (5.2)$$

Nous allons maintenant calculer l'incertitude sur la valeur de la densité de flux mesurée par les deux méthodes : soit par notre capteur de flux, soit à partir des mesures de capteurs de température indépendants, des thermocouples du commerce dans notre cas. Le calcul de ces incertitudes sera réalisé dans les deux cas pour une densité de flux estimée à 1000 Wm^{-2}.

5.1.5.1. Fluxmètre thermique en mesure indirecte

Les valeurs d'incertitudes de mesure de densité de flux thermique pour le fluxmètre pour un flux thermique d'environ 1000 Wm^{-2} sont présentées dans le Tableau 5.6.

Source d'incertitude	Valeur	Type	Incertitude type	Coefficient de sensibilité	Incertitude ($W\ m^{-2}$)	Contribution (%)
Conductivité thermique λ_f ($W\ m^{-1}\ K^{-1}$)	± 0,03	B	$0{,}03/\sqrt{3}$	833,33	14,43	0,35
Epaisseur e_f (m)	$\pm 5\times10^{-5}$	B	$5.10^{-5}/\sqrt{3}$	2.10^{6}	57,74	5,55
Sonde à résistance $T_1=T_{R1}$ (°C)	± 0,07	A	0,07	2400	168	47,05
Sonde à résistance $T_2=T_{R2}$ (°C)	± 0,07	A	0,07	2400	168	47,05
Incertitude composée $u_{c,f}(\varphi)$					244,93	100
Incertitude élargie $U_f(\varphi)$ (k=2)					489,86	

Tableau 5.6 : Fluxmètre en mesure indirecte : valeurs d'incertitudes calculées pour un flux thermique d'environ 1000 $W\ m^{-2}$

Les résultats présentés dans le Tableau 5.6 montrent, pour une densité de flux thermique d'environ 1000 Wm^{-2} mesurée par méthode indirecte, que l'incertitude élargie calculée par le fluxmètre thermique (M60, recuit à 250 °C, 2 fils, 0,1 mA) est de l'ordre de 490 Wm^{-2} soit presque 50 %.

Cette incertitude très élevée dépend de 4 composantes : l'incertitude liée la conductivité thermique du substrat, à l'épaisseur du substrat et aux deux températures T_{R1}, T_{R2}. Chaque composante contribue à cette incertitude par un pourcentage variable en fonction de la densité de flux thermique mesurée. Pour une densité de flux thermique d'environ 1000 Wm^{-2} (cf. Tableau 5.6), l'incertitude liée à la température T_{R1} et T_{R2} contribue à plus de 94 % de l'incertitude composée. Pour étudier la contribution de chaque composante dans l'incertitude composée, nous avons tracé dans la Figure 5.6 les courbes d'évolution de la contribution des sources d'incertitude dans l'incertitude composée en fonction de la densité de flux thermique mesurée par le fluxmètre. Les courbes (cf. Figure 5.6) montent que la contribution des températures (T_{R1}, T_{R2}) dans l'incertitude composée de mesure diminue par rapport aux autres contributions lorsque la valeur de la densité de flux thermique augmente. Cette contribution passe, en effet, de 94 % à 1 kW m^{-2} à 4 % à 20 kWm^{-2}. En revanche, même avec une incertitude très faible sur l'épaisseur du substrat (incertitude de 50 µm), la contribution de celle-ci augmente avec la densité thermique pour atteindre approximativement 90 % à 20 kWm^{-2}. En ce qui concerne la contribution de la conductivité thermique sur l'incertitude de mesure, elle augmente elle aussi avec la densité de flux thermique, mais reste toujours inférieure à 6 %.

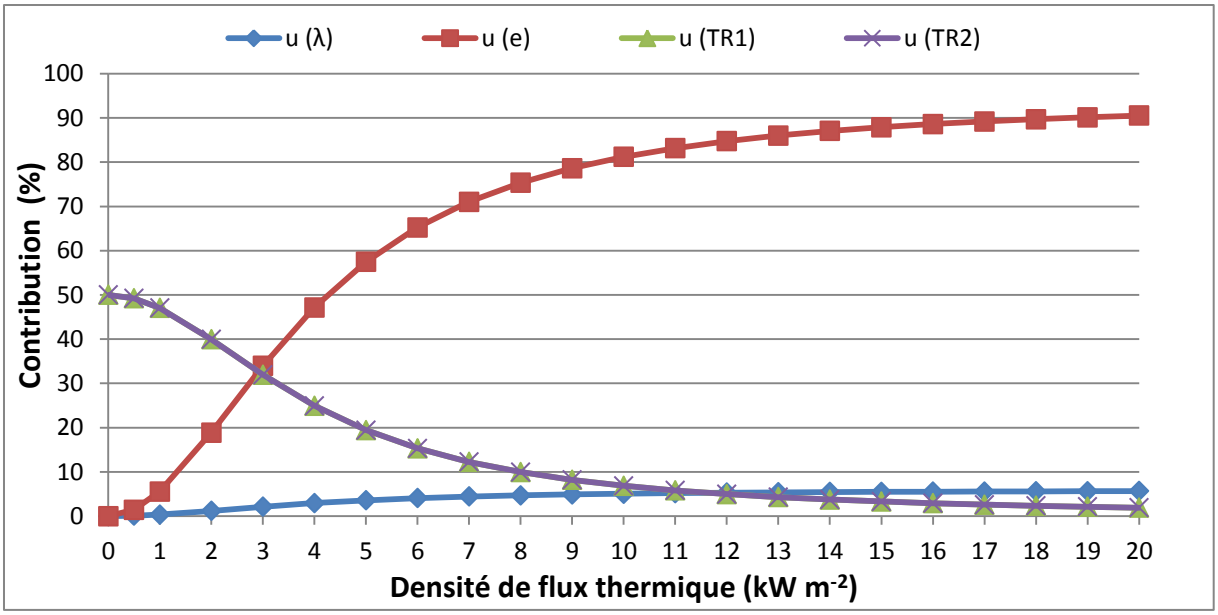


Figure 5.6 : Evolution de la contribution des sources d'incertitude dans l'incertitude composée en fonction de la densité de flux thermique mesurée par fluxmètre

Ces éléments donnent des pistes pour améliorer la mesure de flux par méthode directe : diminution de l'incertitude de mesure associée aux mesures de température à faible flux et diminution de l'incertitude sur la valeur d'épaisseur du substrat à hautes valeurs de flux.

5.1.5.2. Capteurs de température indépendants (thermocouples du commerce)

Les valeurs d'incertitudes de mesure de densité de flux thermique déterminée par les thermocouples pour une densité de flux thermique d'environ 1000 Wm^{-2} sont présentées dans le Tableau 5.7. L'incertitude de mesure par fluxmètre ou par thermocouples avec la méthode indirecte dépend des mêmes composantes qui sont respectivement la conductivité thermique, l'épaisseur et les deux températures mesurées. Dans ce cas, nous notons T_{C1} et T_{C2} les températures T_1 et T_2 mesurées par thermocouples. Cependant, la mesure de la densité thermique par fluxmètre et le calcul de son incertitude dépendent uniquement des propriétés du fluxmètre. En revanche, la mesure de la densité thermique par thermocouples et le calcul de son incertitude dépendent de la conductivité thermique du matériau instrumenté et de l'emplacement des thermocouples.

Prenons l'exemple d'un matériau isolant thermique en polyamide et d'un autre conducteur thermique en alliage d'aluminium. Pour une densité de flux thermique d'environ 1000 Wm^{-2} (cf. Tableau 5.7), l'incertitude de mesure est de l'ordre de 308 W m^{-2}, soit 30 %, dans le cas d'une pièce en polyamide alors que pour une pièce en alliage d'aluminium, l'incertitude est de l'ordre de 4012 Wm^{-2}, soit 400 %. Ces résultats montrent que l'incertitude de mesure de densité de flux thermique par capteurs indépendants de type thermocouples évolue avec la conductivité thermique du matériau instrumenté et devient critique lorsque le matériau est un bon conducteur thermique et que les points de mesure sont proches. En effet, l'incertitude globale est fortement dépendante du rapport e/λ.

Matériau	Source d'incertitude	Valeur	Type	Incertitude type	Coefficient de sensibilité	Incertitude (Wm^{-2})	Contribution (%)
PA 6 30% GFR	Conductivité thermique λ_p ($W\ m^{-1}\ K^{-1}$)	± 0,01	B	$0{,}03/\sqrt{3}$	3571,43	20,62	1,80
	Epaisseur e_p (m)	± 3.10^{-4}	B	$3.10^{-4}/\sqrt{3}$	5.10^{5}	86,60	31,60
	Thermocouple $T_1=T_{C1p}$ (°C)	± 1,1	B	$1{,}1/\sqrt{3}$	140	88,92	33,30
	Thermocouple $T_2=T_{C2p}$ (°C)	±1,1	B	$1{,}1/\sqrt{3}$	140	88,92	33,30
	Incertitude composée $u_{c,p}(\varphi)$					154,07	100
	Incertitude élargie $U_p(\varphi)$ (k=2)					308,14	
Aluminium 2017A	Conductivité thermique λ_a ($W\ m^{-1}\ K^{-1}$)	± 6,70	B	$6{,}70/\sqrt{3}$	7,46	28,87	0,02
	Epaisseur e_a (m)	± 3.10^{-4}	B	$3.10^{-4}/\sqrt{3}$	16666,67	2,89	-
	Thermocouple $T_1=T_{C1a}$ (°C)	± 1,1	B	$1{,}1/\sqrt{3}$	2233,33	1418,36	49,99
	Thermocouple $T_2=T_{C2a}$ (°C)	± 1,1	B	$1{,}1/\sqrt{3}$	2233,33	1418,36	49,99
	Incertitude composée $u_{c,a}(\varphi)$					2006,07	100
	Incertitude élargie $U_a(\varphi)$ (k=2)					4012,14	

Tableau 5.7 : Méthode des thermocouples : valeurs d'incertitudes calculées pour un flux thermique d'environ 1000 Wm^{-2}

5.1.5.3. Comparaison des 2 types de capteurs

Si l'on compare maintenant les incertitudes obtenues avec le fluxmètre avec celles obtenues avec les thermocouples,

- dans le cas d'une pièce isolante thermique (PA 6 30% GFR), les thermocouples conduisent à une incertitude de mesure de l'ordre de 30 %, contre 50 % avec le fluxmètre,
- dans le cas d'une pièce conductrice thermique (Aluminium 2017A), les thermocouples conduisent à une incertitude de mesure de l'ordre de 400 % contre 50 % pour le fluxmètre.

Ces résultats montrent que la mesure de la densité de flux thermique par des capteurs indépendants de type thermocouples sur une pièce conductrice thermique n'est ni juste, ni fidèle sans un choix adapté du rapport e/λ.

De plus, la conductivité du matériau instrumenté n'est pas nécessairement connue avec précision ce qui ajoute une source d'erreur à la mesure de flux par thermocouple.

Les résultats présentés dans la Figure 5.7 montrent l'évolution de l'incertitude relative en fonction de la densité de flux thermique et confirment les observations faites précédemment à partir des résultats du Tableau 5.6 et du Tableau 5.7. L'incertitude relative diminue fortement avec l'augmentation du flux thermique, car celle-ci conduit à une augmentation du gradient de température.

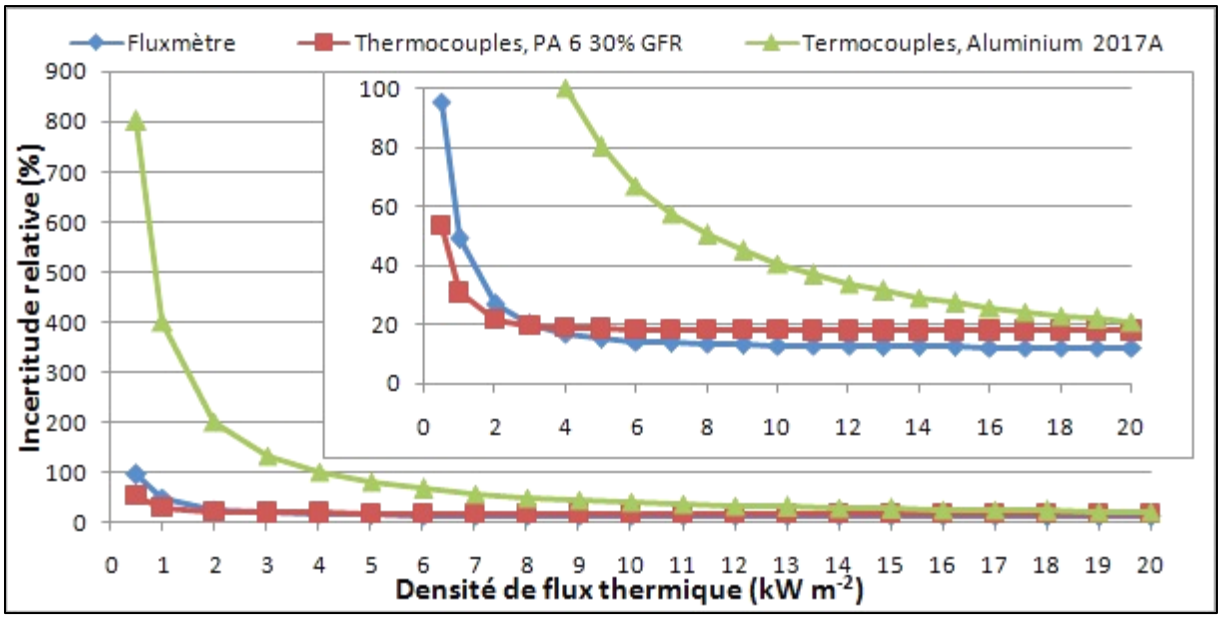


Figure 5.7 : Evolution de l'incertitude relative en fonction de la densité de flux thermique mesurée par le fluxmètre et à partir des thermocouples

En conclusion, si elle est jugée simple car elle ne nécessite pas un étalonnage en flux, la méthode indirecte présente l'inconvénient majeur de générer une incertitude relative très importante pour la mesure de faibles densités de flux thermique. Cette incertitude relative diminue considérablement avec l'augmentation du flux, mais reste toujours conséquente (de l'ordre de 12 % à 20 kWm^{-2} dans le cas d'un fluxmètre et de l'ordre de 20 % à 20 kWm^{-2} pour les capteurs indépendants de type thermocouples).

5.1.6. Résultats et interprétations

Après validation des mesures de température obtenues sur notre banc d'essai, nous avons mesuré la densité de flux thermique par deux méthodes expérimentales : directement grâce au fluxmètre, ou à partir des mesures des thermocouples. Nous avons à nouveau étudié les cas de la pièce en Nylon et celle de la pièce en aluminium.

5.1.6.1. Polyamide PA 6 30% GFR

Lorsque la pièce instrumentée (Figure 5.1) est en polyamide, pour une température de chauffe d'environ 112,7 °C et une ambiance proche de 25 °C, nous mesurons des densités de flux thermique d'environ 900 Wm^{-2} avec les thermocouples et d'environ 1100 Wm^{-2} avec le fluxmètre (monté sur son support spécifique). A chaque essai nous effectuons 20 mesures de densité de flux thermique, avec une fréquence d'échantillonnage de 2 mesures/minute. Dans les deux essais indépendants, les mesures des densités de flux thermique (cf. Figure 5.8) montrent une bonne répétabilité, que ce soit avec le fluxmètre ou avec les thermocouples.

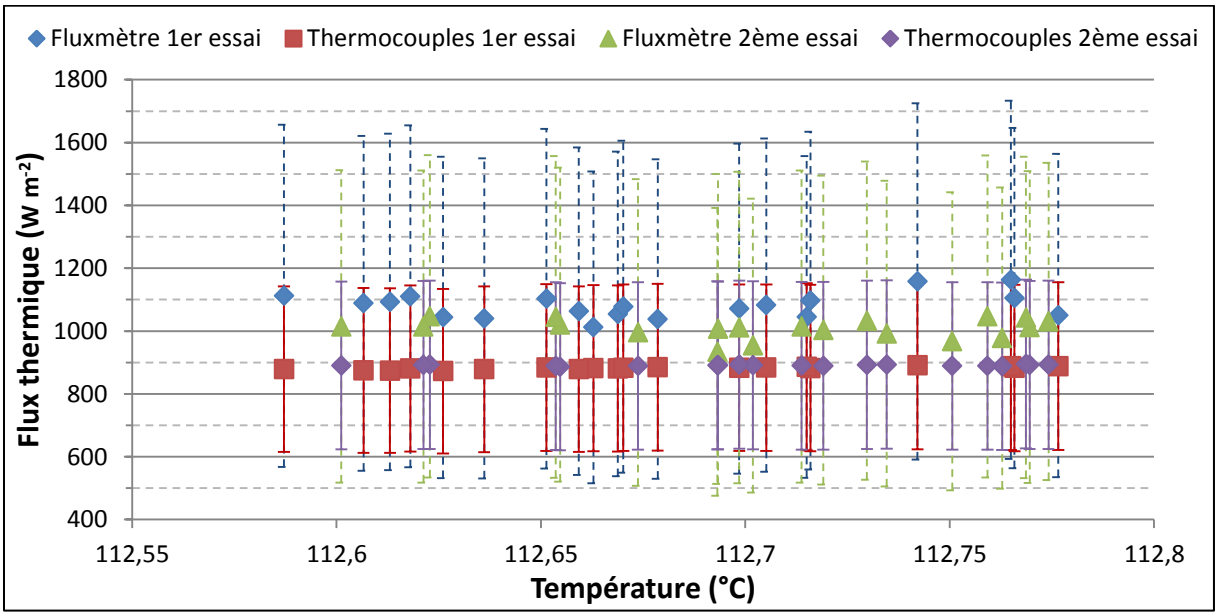


Figure 5.8 : Mesures des densités de flux thermique avec thermocouples et fluxmètre avec son support spécifique pour une pièce isolante en polyamide (PA 6 30% GFR)

Le calcul de l'écart relatif entre les mesures des densités de flux thermique par fluxmètre et par thermocouples (cf. Figure 5.9) est de l'ordre de 15 % pour le premier essai et de l'ordre de 25 % pour le deuxième essai. Cet écart nous paraît dû principalement aux contraintes technologiques liées au positionnement du fluxmètre et des thermocouples.

Ces résultats montrent une bonne reproductibilité des mesures faites avec le fluxmètre ou avec les thermocouples.

Pour valider les modèles numériques, nous avons relevé la densité de flux thermique dans les 3 configurations étudiées (fluxmètre sans support, avec support autoadhésif et avec support spécifique) et chacune à une température de chauffe différente.

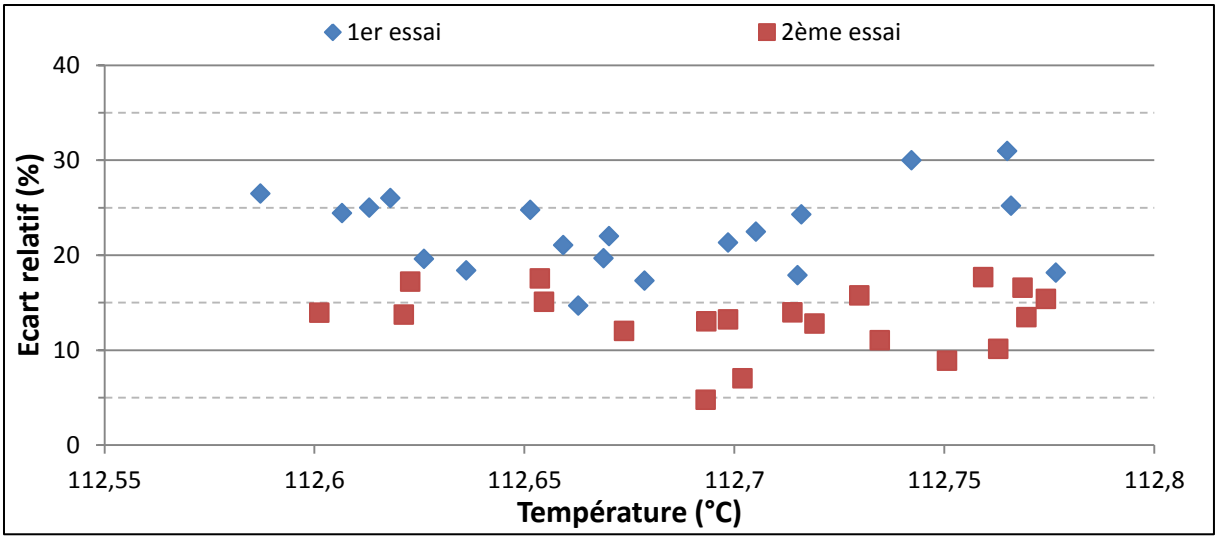


Figure 5.9 : Ecart relatif entre les mesures des densités de flux thermique avec thermocouples et fluxmètre pour une pièce isolante en polyamide (PA 6 30% GFR)

La Figure 5.10 présente pour chaque densité de flux mesurée (par fluxmètre et par les thermocouples) les écarts relatifs entre ces mesures et les valeurs calculées par les modèles numériques.

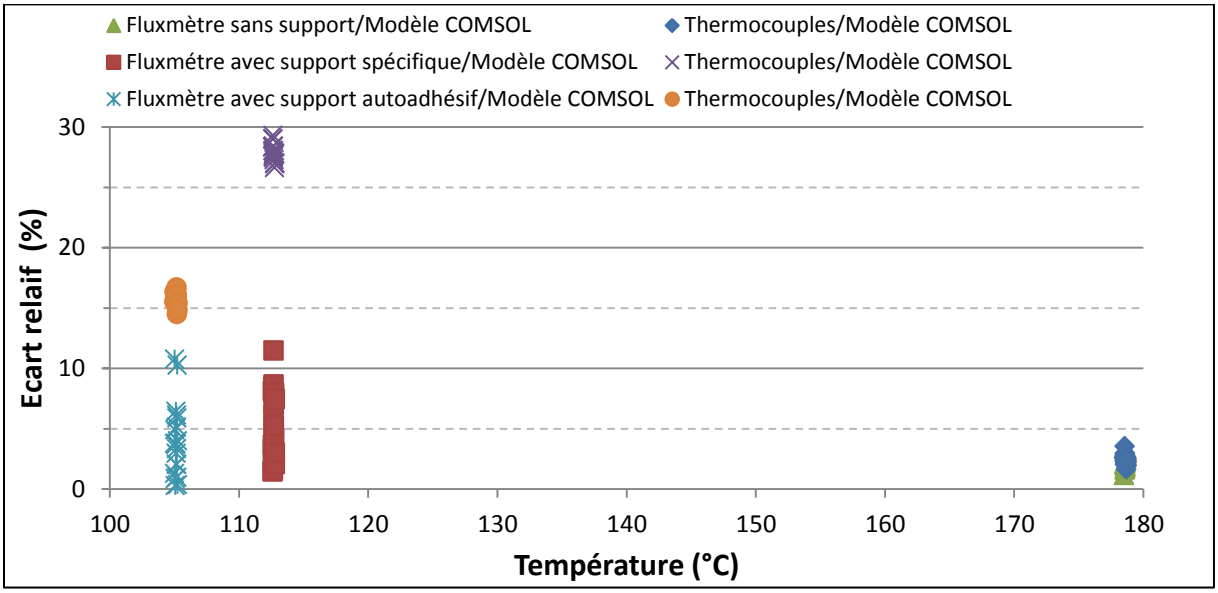


Figure 5.10 : Ecart relatif entre les valeurs des densités de flux thermique mesurées avec thermocouples et fluxmètre et celles calculées par modèles numériques dans le cas d'une pièce isolante en polyamide (PA 6 30% GFR)

Nous observons sur cette figure que les écarts relatifs entre valeurs mesurées par le fluxmètre et calculées par les modèles numériques varient de 2 % dans le cas d'un fluxmètre sans support, à 12 % dans le cas d'un fluxmètre avec support. Ces valeurs du modèle sont donc en concordance avec les valeurs expérimentales. Il faut cependant rappeler que les modèles prennent en compte le caractère intrusif du capteur.

En ce qui concerne le flux calculé par capteurs indépendants de type thermocouple, les écarts relatifs entre valeurs mesurées et calculées par modèles numériques varient de 3 % à 30 %.

On constate donc une moins bonne maîtrise de cette technique de mesure par rapport à l'utilisation du capteur.

Ces écarts entre modèles numériques et mesures expérimentales semblent dus essentiellement au calcul du coefficient global d'échange (convection, rayonnement). Ce dernier peut être recalé à chaque calcul de densité de flux thermique pour s'approcher au mieux des résultats expérimentaux.

5.1.6.2. Aluminium 2017A

Pour une pièce cylindrique en alliage d'aluminium (cf. Figure 5.11), pour une température de chauffe d'environ 134 °C et une ambiance proche de 21 °C, la densité de flux thermique mesurée par fluxmètre est de l'ordre de 1000 Wm^{-2}. En revanche, les flux calculés à partir des mesures des thermocouples sont proches de 6000 Wm^{-2}. De plus, ces valeurs sont supérieures aux valeurs théoriques que l'on devrait obtenir car la résistance thermique de la pièce en aluminium est très faible. Conformément à ce que nous avions observé à partir des calculs d'incertitudes, nous constatons, dans le cas d'un matériau conducteur thermique, qu'il est difficile de mesurer des densités de flux cohérentes avec des capteurs indépendants (de type thermocouples) spatialement très proches. La mesure par fluxmètre a l'avantage de dépendre uniquement des propriétés du substrat alors que la mesure par thermocouples dépend de chaque matériau à instrumenter.

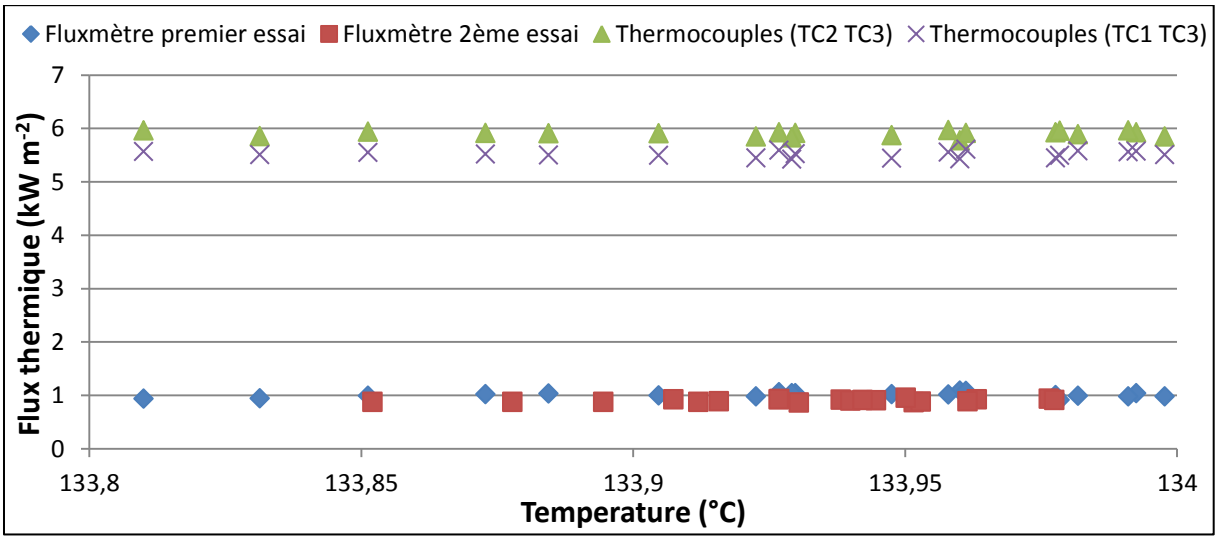


Figure 5.11 : Mesures des densités de flux thermique avec thermocouples et fluxmètre avec son support spécifique pour une pièce conductrice en alliage d'aluminium 2017A

La Figure 5.12 présente l'écart relatif entre les valeurs des densités de flux thermique mesurées avec fluxmètre et celles calculées par modèles numériques dans le cas d'une pièce cylindrique en alliage d'aluminium 2017A. Cet écart relatif, inférieur à 10 % pour le premier essai et à 15 % pour le deuxième essai, semble dû essentiellement au calcul du coefficient global d'échange. Cependant, nous constatons globalement une concordance entre les valeurs mesurées par fluxmètre et celles calculées numériquement.

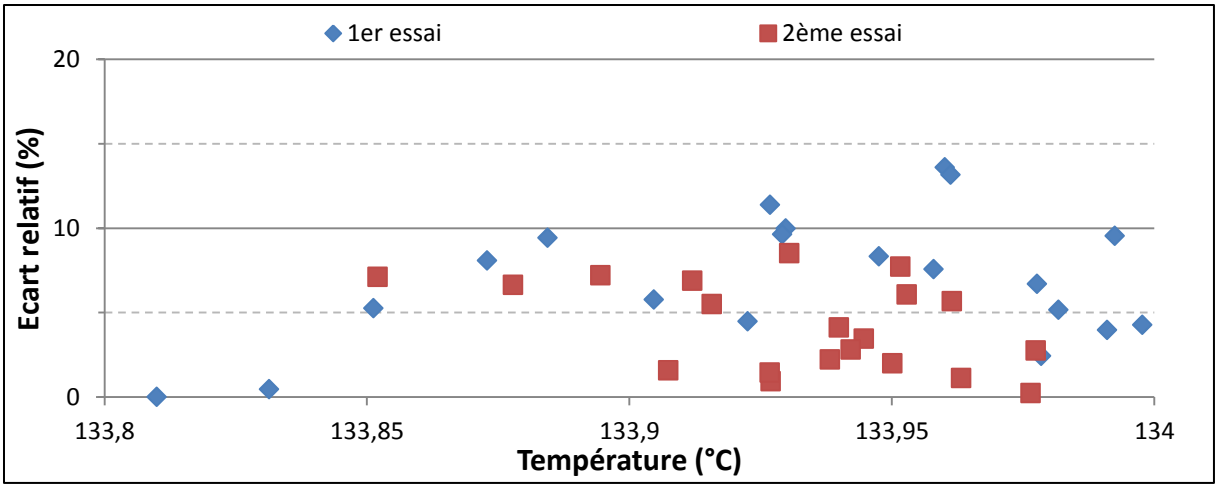


Figure 5.12 : Ecart relatif entre les valeurs des densités de flux thermique mesurés avec fluxmètre et celles calculées par modèles numériques dans le cas d'une pièce en alliage d'aluminium 2017A

En conclusion, nous venons de voir dans cette section que la méthode indirecte de détermination du flux était source d'erreurs non négligeables. Nous avons donc décidé de tester une autre méthode d'étalonnage, dite « directe » : un étalonnage en flux, que nous présentons dans la section suivante. Une fois les capteurs étalonnées en flux, nous appliquerons une loi qui relie directement les valeurs mesurées au flux.

5.2. Etalonnage et mesure de densité de flux thermique par méthode directe

Pour pallier les problèmes liés à la mesure de la densité de flux thermique par méthode indirecte et pour minimiser les incertitudes de mesures, nous avons réalisé des étalonnages par comparaison à des fluxmètres de référence. Une fois cet étalonnage effectué, les capteurs ont été testés et des mesures de flux ont été faites. Cette méthode, appelée directe, a nécessité la conception, la modélisation et la réalisation d'un banc d'étalonnage et de mesures des densités de flux thermique.

5.2.1. Conception du banc

Le banc d'étalonnage et de mesure des densités de flux thermique est constitué d'une enceinte cubique (250 × 200 × 200 mm^3) et d'un couvercle en Plexiglas amorphe (PMMA) (Figure 5.13). Ce dernier comporte un montage étanche pour le passage des fils de connexions et un raccord rapide vissé pour la mise sous vide de l'enceinte. En effet, afin de diminuer les pertes par convection, l'enceinte doit être placée sous basse pression et son étanchéité est assurée par des joints toriques et des filetages gaz au niveau des différents raccords. Par ailleurs, l'enceinte comporte sur une face un hublot transparent. De part et d'autre de l'enceinte, des montages permettent le placement de deux échangeurs (un froid et un chaud) en cuivre : ces échangeurs permettront d'imposer la différence de température de part et d'autre du fluxmètre. Sur chaque échangeur est fixé un cylindre plein en cuivre de diamètre 10 mm et de longueur 115 mm. Chaque cylindre permet de concentrer le flux thermique pour qu'il soit approximativement unidirectionnel au niveau des capteurs. Au bout de chaque cylindre, nous avons installé un fluxmètre thermique étalonné du commerce (Captec). Ces

deux fluxmètres Captec, de type à thermopile, de diamètre 10 mm et d'épaisseur 400 µm, sont maintenus par un film autoadhésif en cuivre d'épaisseur 100 µm. Ces fluxmètres sont fournis avec un coefficient d'étalonnage de 0.6 µV/Wm^{-2}. Ils vont nous servir de référence. Entre ces deux capteurs Captec étalonnés, nous avons placé notre fluxmètre disposé sur son support autoadhésif.

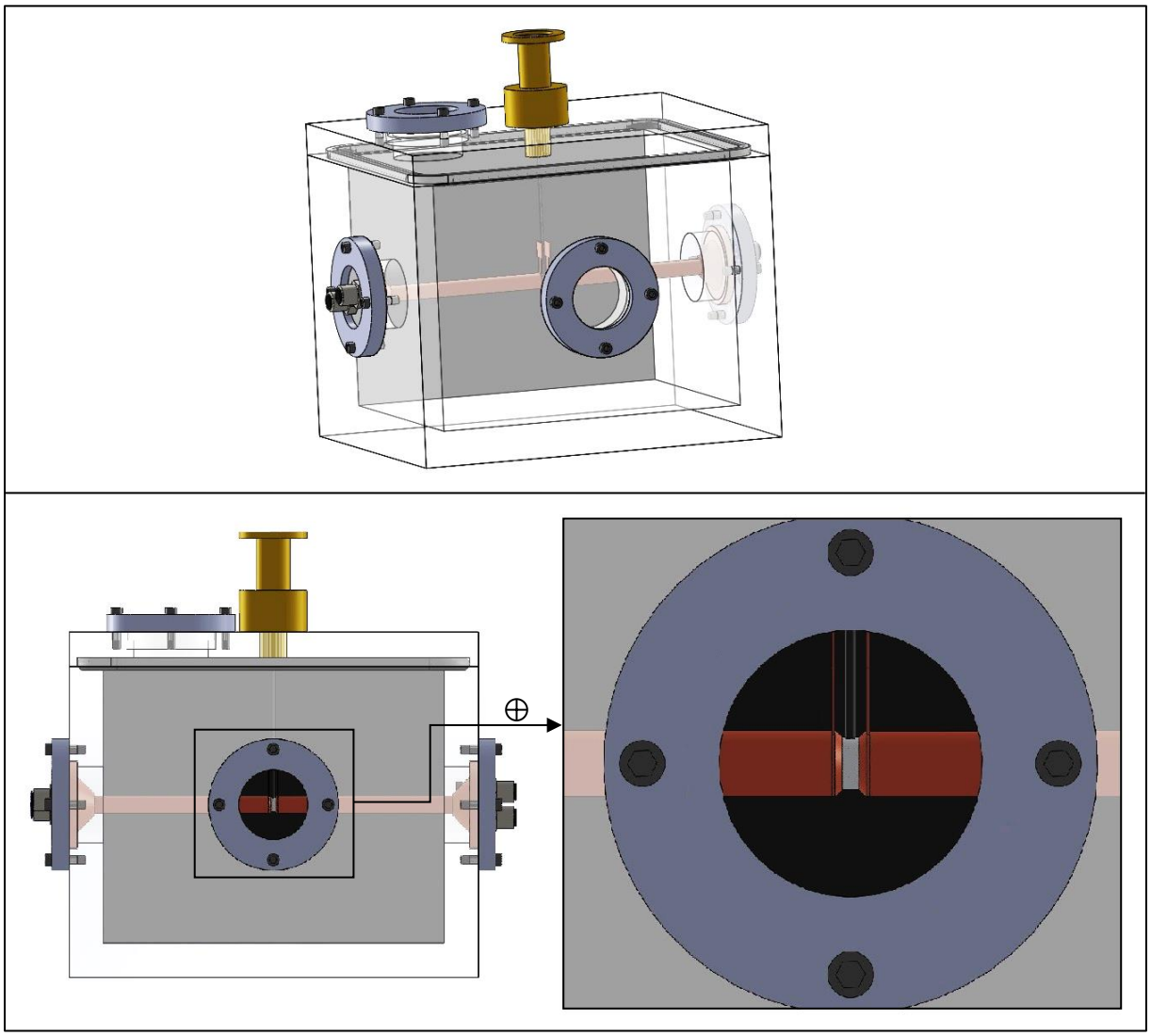


Figure 5.13 : Modèle CAO 3D du banc d'étalonnages et de mesures des densités de flux thermique

5.2.2. Modélisation du banc

La modélisation du banc d'étalonnage et de mesure des densités de flux thermique a pour objectif de visualiser la propagation des lignes de flux thermique, la répartition des champs de température et la distribution des flux thermiques dans les zones de mesures. Les simulations par éléments finis ont été effectuées à l'aide du logiciel COMSOL Multiphysics®.

5.2.2.1. Présentation du modèle

La structure globale du modèle correspond à la géométrie simplifiée du banc d'étalonnages et de mesures des densités de flux thermique décrit au paragraphe 5.2.1. On retrouve une enceinte cubique en Plexiglas, deux échangeurs froid et chaud, deux cylindres en cuivre, le

modèle simplifié du fluxmètre thermique avec son support autoadhésif et les deux fluxmètres de référence. La Figure 5.14 présente le modèle simplifié du banc d'étalonnage et de mesure des densités de flux thermique par méthode directe.

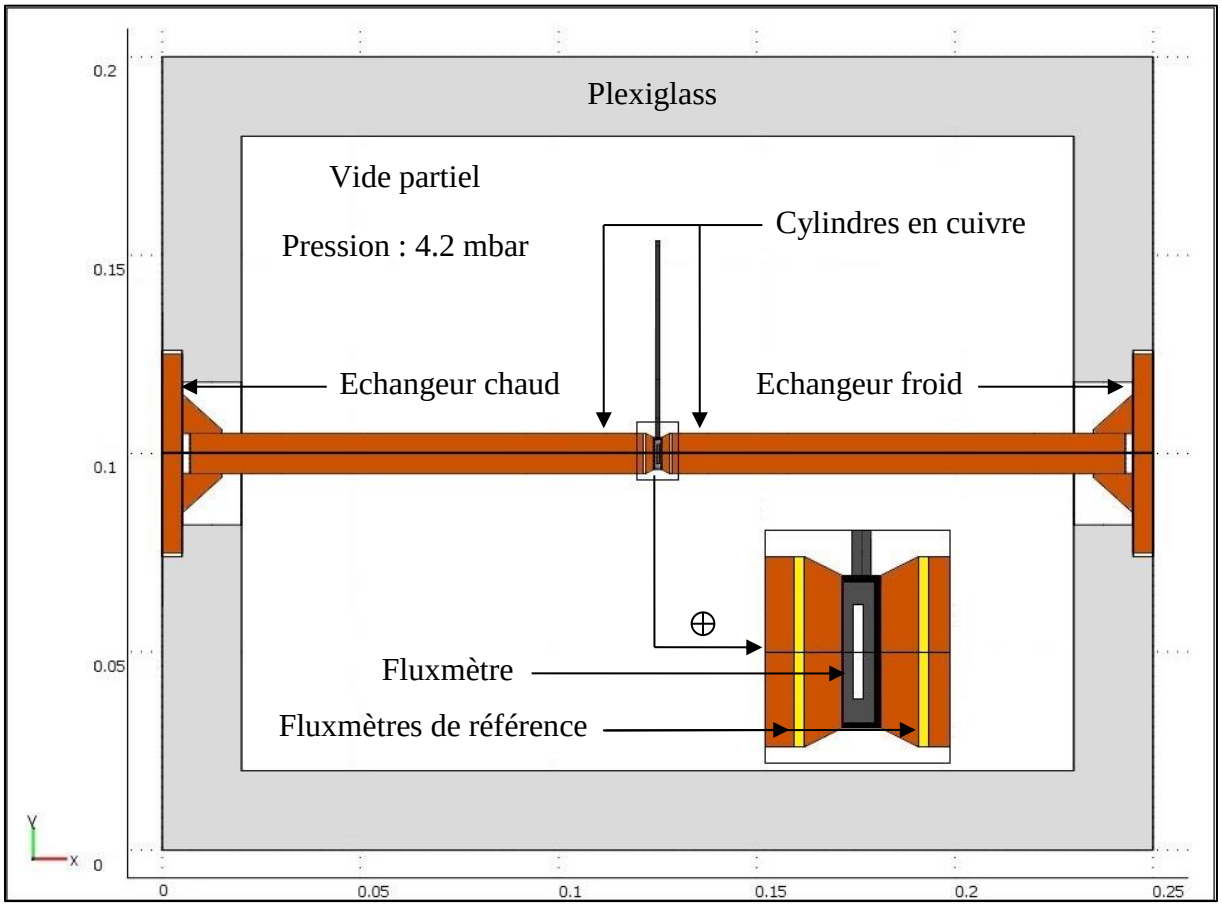


Figure 5.14 : Modèle simplifié du banc d'étalonnages et de mesures des densités de flux thermiques

5.2.2.2. Conditions aux limites

Afin d'étalonner les fluxmètres thermiques et pour mesurer différentes densités de flux thermique, il est nécessaire de faire varier le gradient de température entre les deux faces du capteur. En termes de conditions aux limites, nous avons imposé des températures variables :

- de 40 °C à 90 °C sur l'échangeur chaud,
- et de 5 °C à 35 °C sur l'échangeur froid.

Le banc étant placé dans un environnement de laboratoire à pression atmosphérique, sans courant d'air perceptible, nous avons donc imposé sur ses faces extérieures une température de 20 °C avec un coefficient d'échange global de 8 $Wm^{-2}K^{-1}$ (convection naturelle, cf. annexe A). Par contre, la pression absolue de l'air à l'intérieur de l'enceinte est fixée à 4,2 mbar afin de réduire au maximum les pertes convectives.

5.2.2.3. Maillage

Afin de visualiser la propagation des lignes de flux thermique, la répartition des champs de température et la distribution des flux thermiques dans les zones de mesures, nous avons

choisi un maillage raffiné (Figure 5.15) qui comporte 71446 éléments tétraédriques. Le temps de calcul est de l'ordre de 11 minutes.

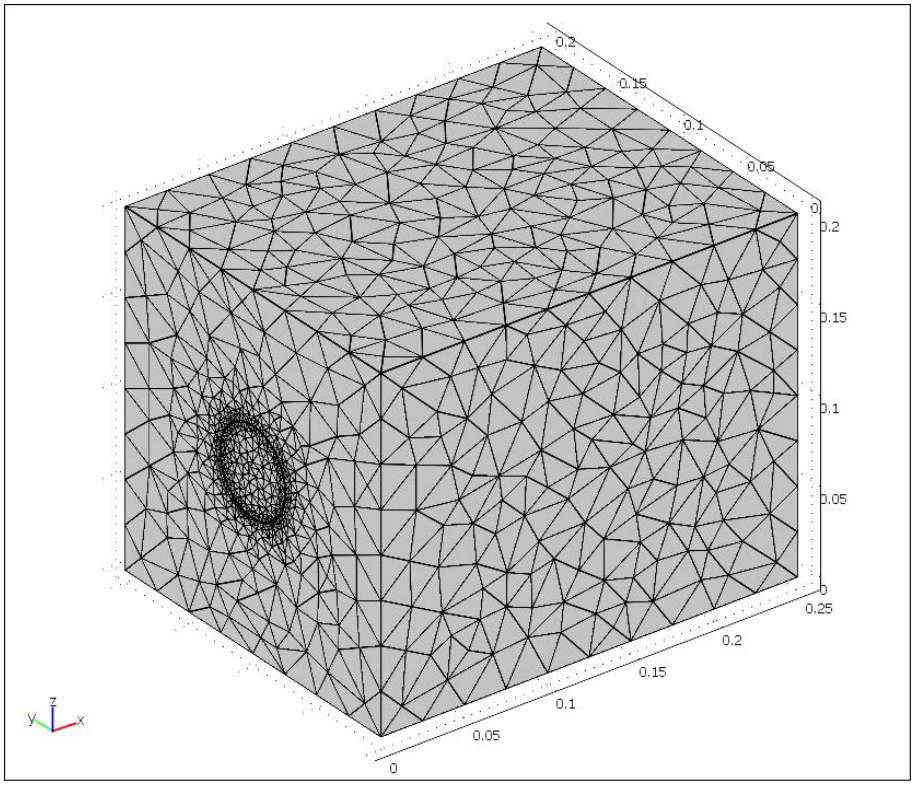


Figure 5.15 : Maillage tétraédrique du modèle 3D du banc d'étalonnage et de mesures des densités de flux thermique

5.2.2.4. Résultats

Les résultats décrits dans ce paragraphe sont obtenus pour un écart maximal de température entre les deux échangeurs chaud et froid. Nous avons donc imposé une température de 90 °C sur le côté chaud et de 5 °C sur le côté froid.

La Figure 5.16 montre la répartition des champs de température de part et d'autre du fluxmètre thermique. Nous observons un maximum d'écart de température localisé entre les deux côtés du fluxmètre thermique. La Figure 5.17 donne, dans un plan médian, la répartition des densités de flux thermique. Nous constatons sur cette figure que les densités de flux thermique échangées sont concentrées au niveau des échangeurs, des cylindres en cuivre et du fluxmètre thermique, alors qu'elles sont négligeables dans le milieu environnant les cylindres à l'intérieur de l'enceinte. Les densités de flux thermique sont maximales au niveau du capteur en raison d'une diminution de la section de passage.

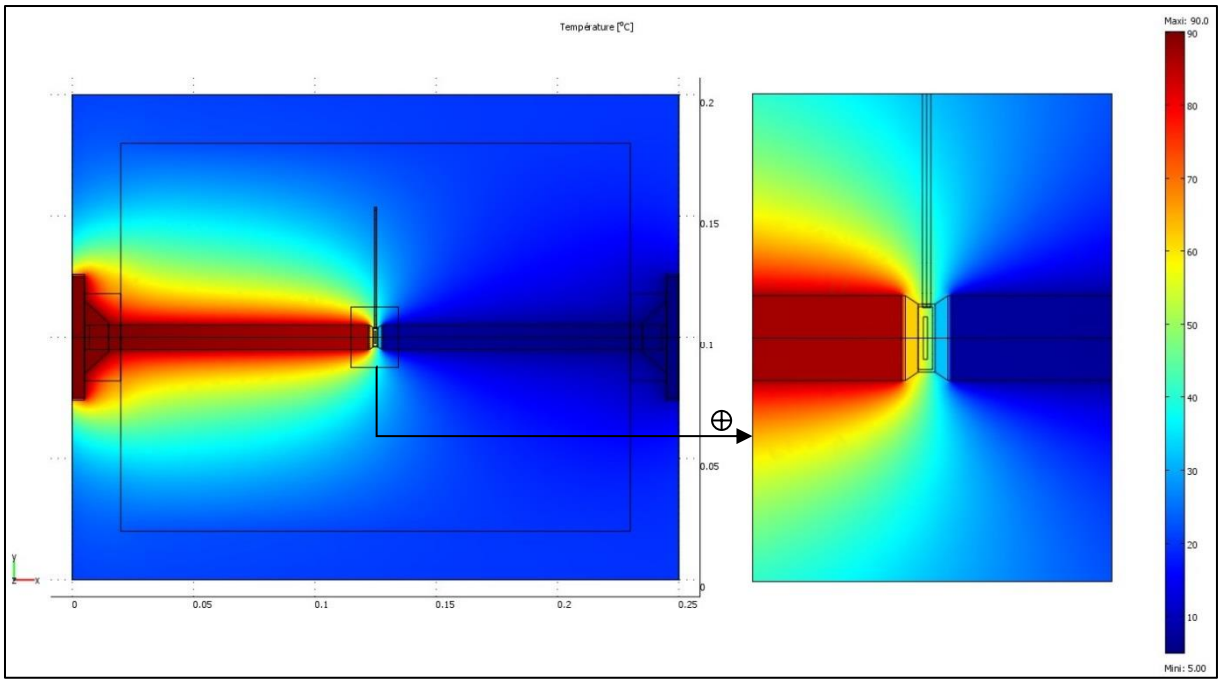


Figure 5.16 : Répartition du champ de température dans le plan médian (x, y)

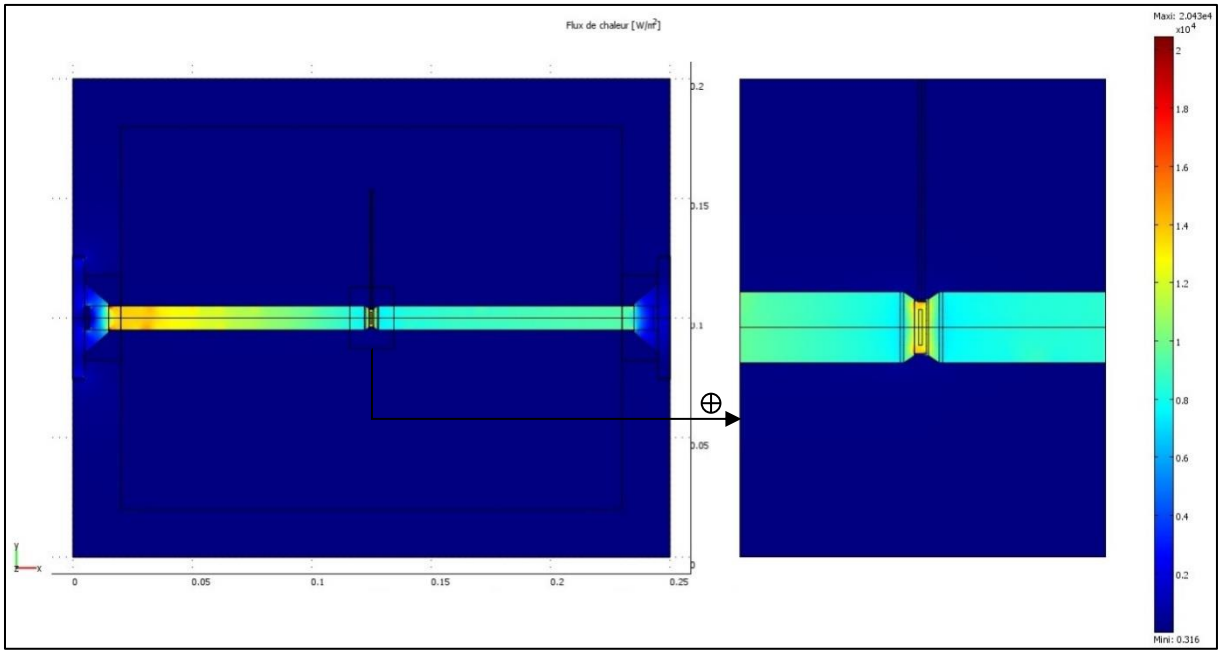


Figure 5.17 : Répartition des densités de flux thermique dans le plan médian (x, y)

Ces observations sont confirmées par l'allure de la propagation des lignes de flux thermique, présentée dans la Figure 5.18. Nous y observons des lignes de flux majoritairement unidirectionnelles suivant l'axe de révolution. Les quelques lignes de flux se propageant dans l'enceinte et dans le milieu environnant correspondent aux pertes convectives (négligeables) et radiatives. Ces résultats ont permis de valider la conception du banc et le choix des matériaux du modèle.

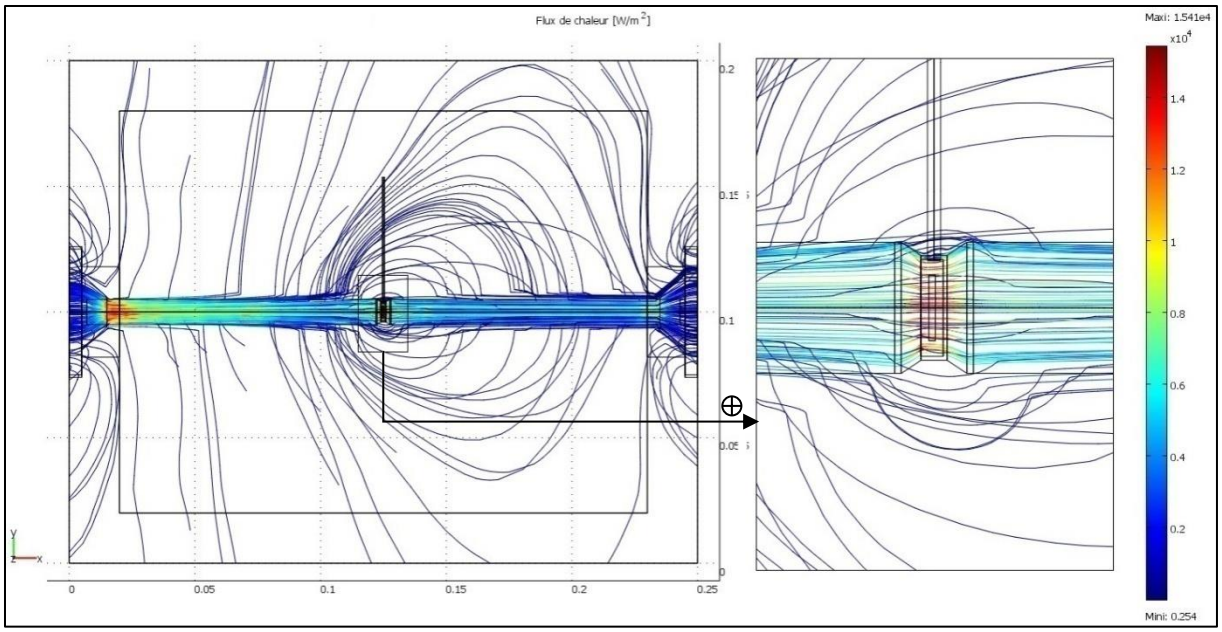


Figure 5.18 : Propagation des lignes de flux thermique dans le modèle simplifié du banc

Pour affiner ces résultats au niveau de la zone de mesure, nous avons utilisé une variante de ce premier modèle où le caisson a été supprimé. Des conditions aux limites de type radiatif ont alors été appliquées sur le tube en cuivre. L'émissivité du cuivre a été fixée à 0.03.

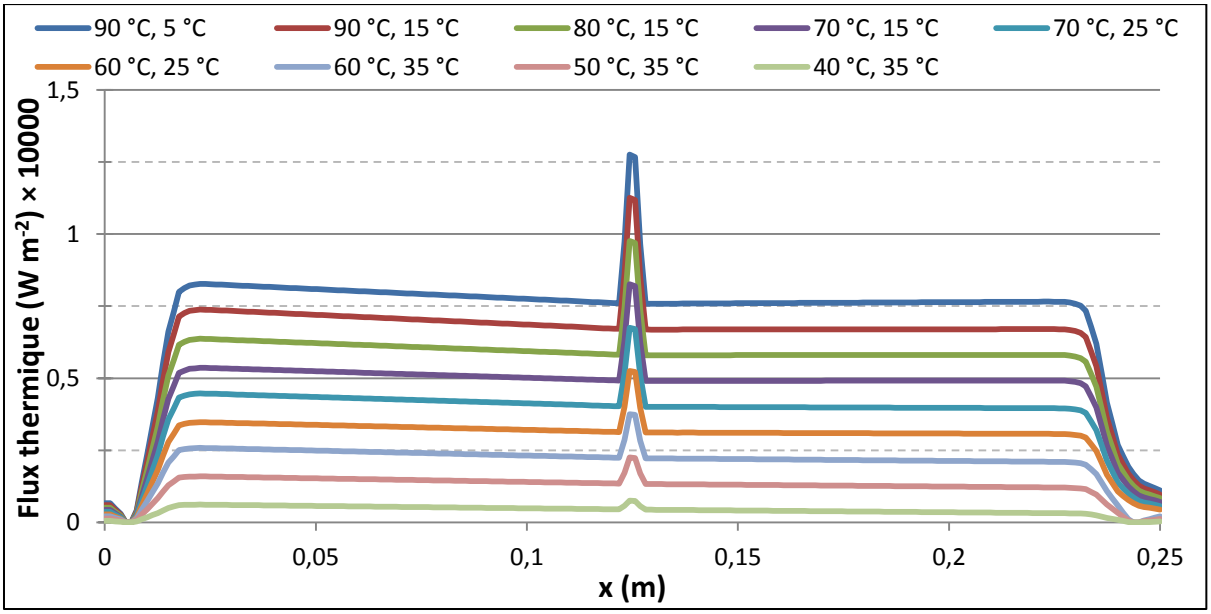


Figure 5.19 : Evolution des densités de flux thermique le long de l'axe de révolution (échangeur, cylindre et fluxmètre). La légende correspond à « température échangeur chaud, température échangeur froid ».

Plusieurs écarts de températures entre échangeurs chaud et froid ont donc été testés avec le ce modèle. Ces écarts de températures ont été choisis de manière à correspondre aux conditions expérimentales testées (cf. section 5.2.6). Les résultats présentés dans la Figure 5.19 montrent l'évolution des densités de flux thermique le long de l'axe de révolution dans la direction des abscisses *x* croissantes pour différentes températures et différences de température imposées (de 15 °C à 85 °C). Dans tous les cas testés, nous observons une augmentation des densités de

flux thermique, liée au changement de surface, au niveau des capteurs. Cette augmentation est d'autant plus importante que l'écart de température est grand entre les températures imposées. Ces valeurs varient de 11,3 kWm^{-2} pour une différence de température de 85 °C à 0,75 kWm^{-2} pour une différence de température de 5 °C.

Cette modélisation thermique confirme les choix faits dans la conception du banc. La réalisation du banc et son instrumentation sont présentées dans le paragraphe suivant.

5.2.3. Présentation du banc

Le banc d'étalonnage et de mesures des densités de flux thermique présenté dans la Figure 5.20 est constitué des matériels suivants :

- une enceinte à vide de forme cubique (1) décrite dans le paragraphe 5.2.1 (cf. Figure 5.21),
- deux multimètres Keithley (2) pour la mesure précise des résistances électriques du fluxmètre thermique à étalonner (prototype FEMTO-ST),
- un système d'acquisition National Instrument (3) composé d'un module d'entrée thermocouple NI 9211 monté sur un châssis NI Compact DAQ pour mesurer la tension délivrée par les thermocouples du commerce et les deux fluxmètres de référence Captec,
- un système composé d'un moteur électrique et d'une pompe centrifuge (4) qui permettent d'aspirer l'air à l'intérieur de l'enceinte et de placer ainsi les capteurs dans un vide partiel,
- un bain thermostaté à circulation (5) qui permet de faire circuler l'eau déionisée à l'intérieur de l'échangeur chaud et de réguler sa température (PID),
- un cryostat à circulation Fisher scientific (6) qui permet de faire circuler l'eau déionisée à l'intérieur de l'échangeur froid et de réguler sa température (PID).

L'ensemble des signaux est enregistré sur un ordinateur (7) via un programme d'acquisition développé sous LabVIEW.

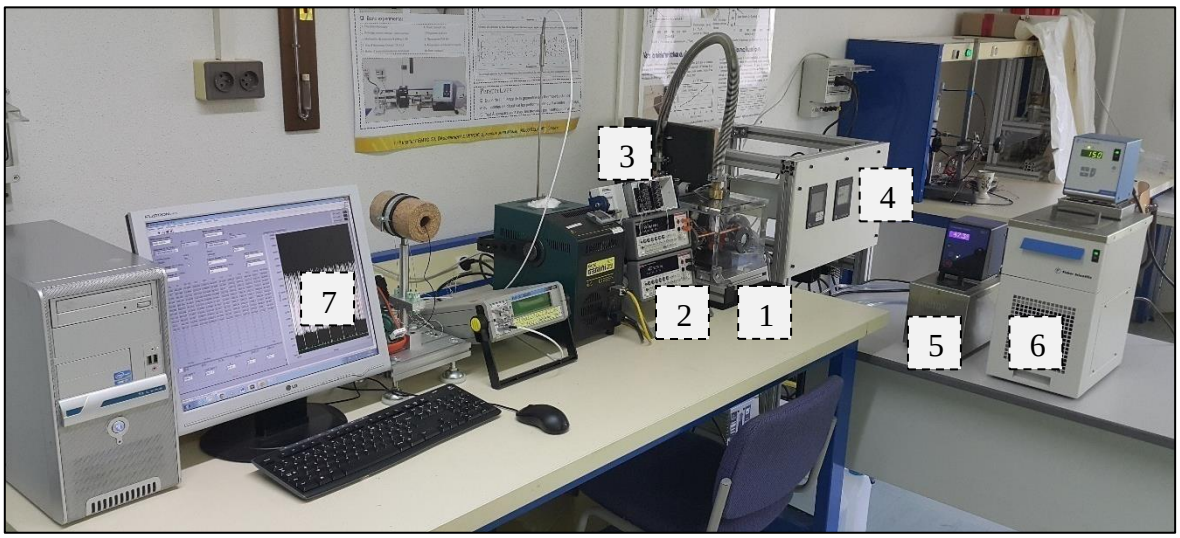


Figure 5.20 : Banc d'étalonnage et de mesures des densités de flux thermique par méthode directe

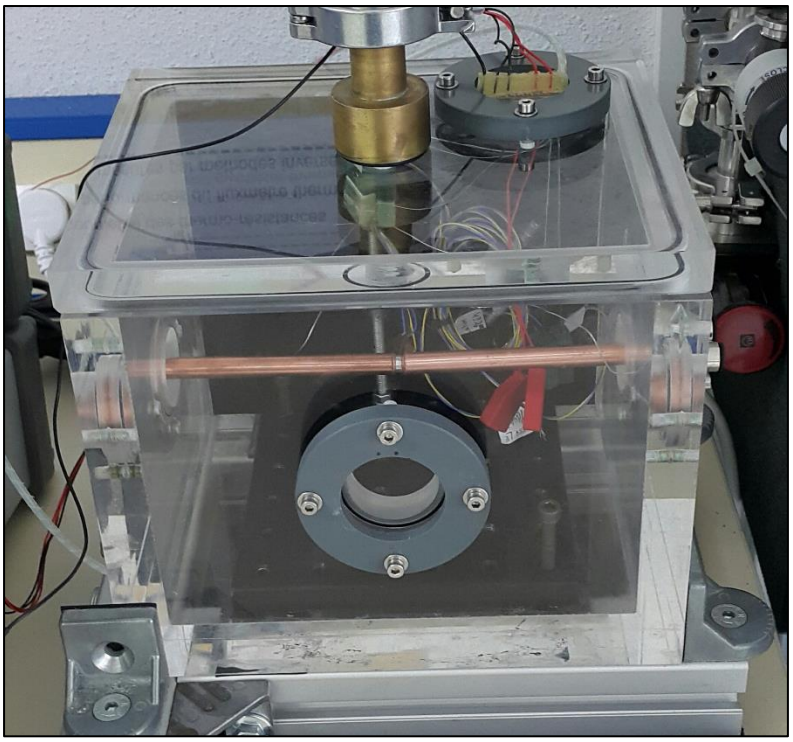


Figure 5.21 : Enceinte cubique à vide et le montage d'étalonnages et de mesures des densités de flux thermique

5.2.4. Méthode et mode opératoire pour l'étalonnage

Les étapes nécessaires pour réussir l'étalonnage des fluxmètres thermiques par méthode directe sont les suivantes :

- mettre l'enceinte sous vide partiel,
- mesurer et régler la pression à l'intérieur de l'enceinte,
- imposer un gradient de température entre les échangeurs chaud et froid,
- mesurer les températures de l'échangeur chaud, l'échangeur froid et l'air à l'intérieur de l'enceinte,
- s'assurer que le système atteint l'équilibre thermique,
- mesurer simultanément les densités de flux thermique par les capteurs références et les valeurs des résistances de platine déposées de part et d'autre du substrat du fluxmètre à étalonner,
- effectuer 20 mesures successives.

Ces étapes seront répétées pour chaque gradient de température imposé en s'assurant de maintenir une pression équivalente à l'intérieur de l'enceinte en cours d'étalonnage.

Pour faire varier le gradient de température entre les deux sondes à résistance, nous avons imposé du côté de l'échangeur froid une température de 5 °C et nous avons fait varier la température au niveau de l'échangeur chaud de 40 °C à 90 °C par pas de 10 °C. Ce choix permet de couvrir une large plage de densité de flux thermique.

Les résistances à étalonner ont été mesurées pour des densités de flux thermique inférieures à 10 kWm^{-2}. A partir de ces mesures, nous en déduisons les valeurs des densités de flux thermique par une interpolation polynomiale sur R_1 et R_2 :

$$\varphi(R_1, R_2) = a_1 R_1^2 + a_2 R_2^2 + b_1 R_1 + b_2 R_2 + c_0 \quad (5.3)$$

Cette étape d'ajustement des coefficients consiste à résoudre un système d'équations au sens des moindres carrés. Ce programme a été réalisé à l'aide du logiciel Matlab (cf. annexe B). Ces équations contiennent les données d'étalonnage (densité de flux thermique de référence, R_1, R_2).

5.2.5. Calcul d'incertitudes de la mesure directe de flux

L'incertitude composée due à l'étalonnage en densité de flux thermique est liée aux variances associées au fluxmètre de référence et au fluxmètre à étalonner (interpolation, répétabilité…) :

$$u_c(\varphi) = \left(u^2_{Fluxmètre\ réf} + u^2_{c,\ Fluxmètre\ x_i}\right)^{\frac{1}{2}} \quad (5.4)$$

L'incertitude pour le fluxmètre de référence nous a été fournie par le constructeur. L'incertitude pour notre capteur dépend de la mesure des résistances.

Les incertitudes de l'étalonnage en flux à l'aide des sondes à résistances sont déterminées par l'équation suivante :

$$u^2_{R,\ Fluxmètre\ x_i} = \left(\frac{\partial \varphi}{\partial R}\right)^2 u_R^2 \quad (5.5)$$

avec :

$$\frac{\partial \varphi}{\partial R} = 2640\ W\ m^{-2}\ \Omega^{-1} \quad (5.6)$$

L'incertitude en flux dépend de l'incertitude sur la mesure des résistances u_R multipliée par un coefficient de sensibilité. L'incertitude type u_R exprimée en Ω est donc multipliée par ce coefficient de sensibilité pour donner une incertitude en Wm^{-2}. La valeur de ce coefficient (2640 $Wm^{-2}\Omega^{-1}$) est la valeur la plus élevée relevée dans la campagne de mesures expérimentales. L'incertitude de mesures des résistances $u_{R,}$ quant à elle, a été déterminée au chapitre précédent.

L'expression de l'incertitude expérimentale (type A) liée à la répétabilité des mesures (20 mesures) des densités de flux thermique est donnée par l'Equation 4.2.

Les valeurs d'incertitudes et leurs composantes liées à l'étalonnage en densité de flux thermique sont répertoriées dans le Tableau 5.8.

Ce calcul d'incertitudes montre des valeurs très faibles par rapport à l'incertitude de mesures calculée pour les mesures des densités de flux thermiques par méthode indirecte. En effet, le nombre de sources d'incertitudes décroît avec cette méthode. La connaissance des conductivités thermiques et des épaisseurs n'est plus nécessaire, les incertitudes de mesure liées à la conversion des valeurs de résistance en température n'interviennent plus. Ainsi, les incertitudes élargies sont de l'ordre de 113 Wm^{-2} alors que dans les cas tests étudiés précédemment, nous avions des incertitudes de l'ordre de 490 Wm^{-2} soit une réduction supérieure à 4 fois, pour ce cas test.

Composantes d'incertitude		Valeurs	Type	Coefficient de sensibilité	Contribution de l'incertitude (W m^{-2})
Etalonnage fluxmètre de référence		30 W m^{-2}	B	1	17,32
Répétabilité de mesure, $n = 20$		27,23 W m^{-2}	A	1	27,23
Homogénéité du milieu de comparaison		80 W m^{-2}	B	1	46,19
Etalonnage résistance R_1	1 kΩ	$2{,}88\times10^{-4}$ Ω	B	2640	0,76
	10 kΩ	$2{,}88\times10^{-3}$ Ω	B	840	2,42
	100 kΩ	$2{,}88\times10^{-2}$ Ω	B	96	2,76
Etalonnage résistance R_2	1 kΩ	$2{,}88\times10^{-4}$ Ω	B	2640	0,76
	10 kΩ	$2{,}88\times10^{-3}$ Ω	B	840	2,42
	100 kΩ	$2{,}88\times10^{-2}$ Ω	B	96	2,76
Incertitude composée $u_c(\varphi)$	1 kΩ				56,36
	10 kΩ				56,45
	100 kΩ				56,48
Incertitude élargie $U(\varphi)$	1 kΩ				112,72
	10 kΩ				112,90
	100 kΩ				112,96

Tableau 5.8 : Détermination de l'incertitude élargie liée aux résistances des capteurs à étalonner en flux thermique

Cette baisse très nette des incertitudes justifie l'importance de l'étalonnage et la mesure des densités de flux thermique par méthode directe.

5.2.6. Résultats et interprétations

5.2.6.1. Etalonnage des fluxmètres

Dans ce paragraphe, nous décrivons les résultats d'étalonnage, puis les résultats de mesures des densités de flux thermique des six prototypes réalisés au laboratoire. Tous les fluxmètres thermiques testés sont recuits à 250 °C pendant 6 h et branchés en 2 fils. Lors de la campagne d'essais, la température ambiante était comprise entre 19 °C et 21 °C, la pression absolue de l'air à l'intérieur de l'enceinte était d'environ 4,2 mbar et la fréquence d'échantillonnage était fixée à 2 points min^{-1}.

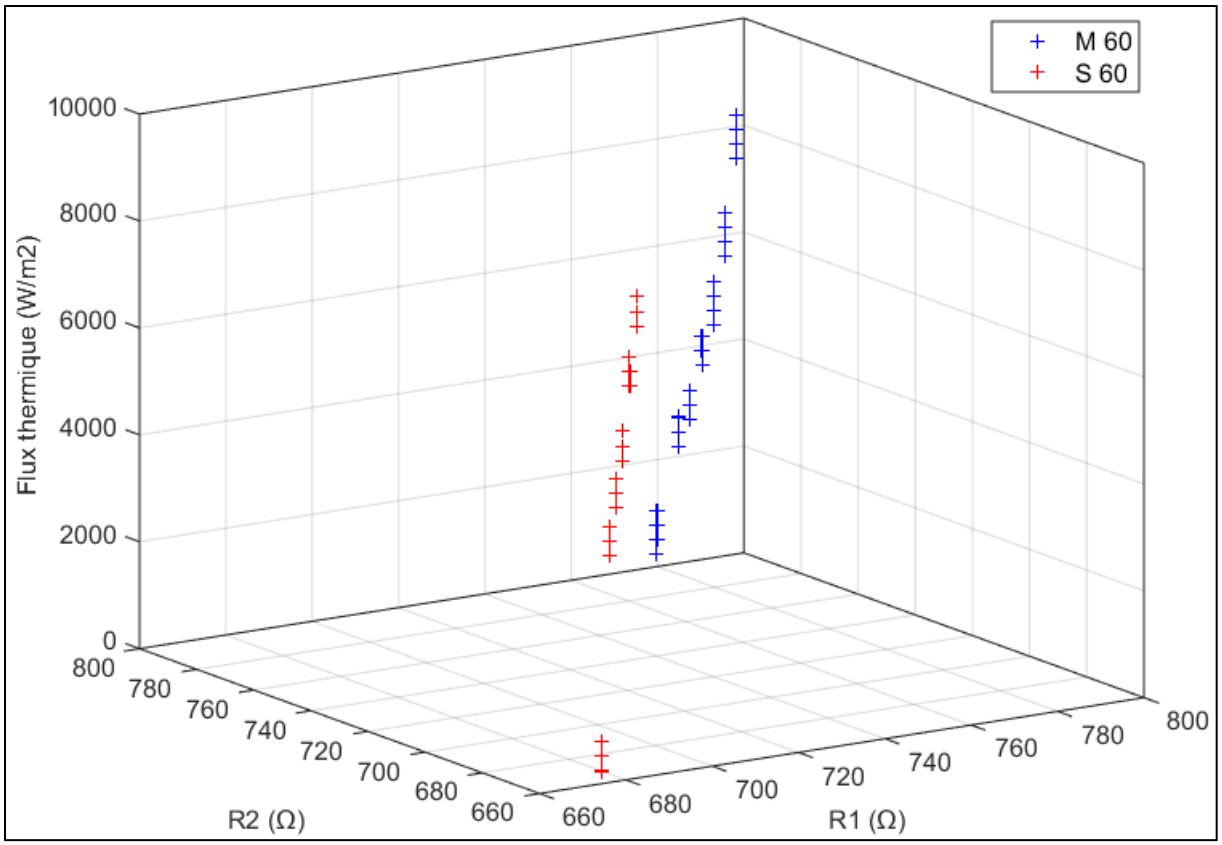


Figure 5.22 : Courbes d'étalonnage en flux thermique des sondes à résistances recuit à 250 °C 6 h - M60 - S60 – 1 mA

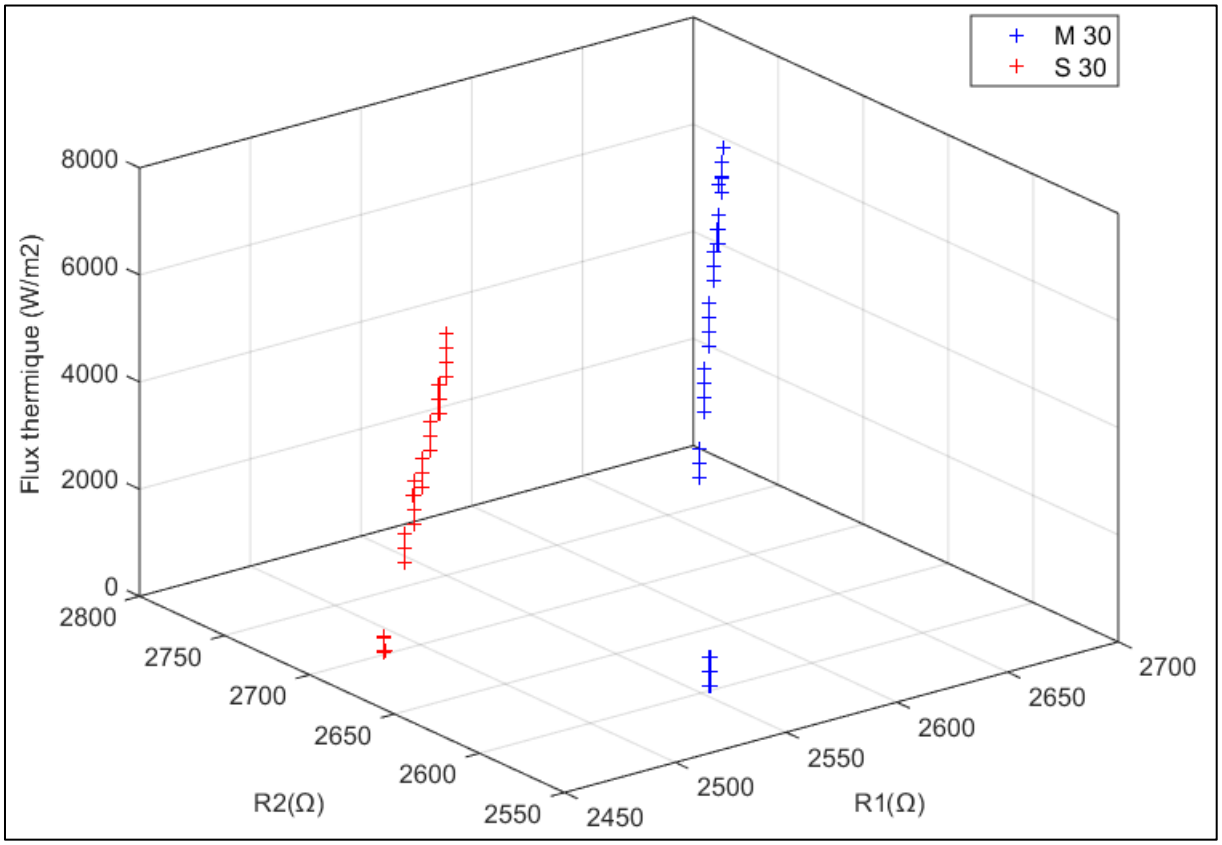


Figure 5.23 : Courbes d'étalonnage en flux thermique des sondes à résistances recuit à 250 °C 6h - M30 - S30 - 0,1 mA

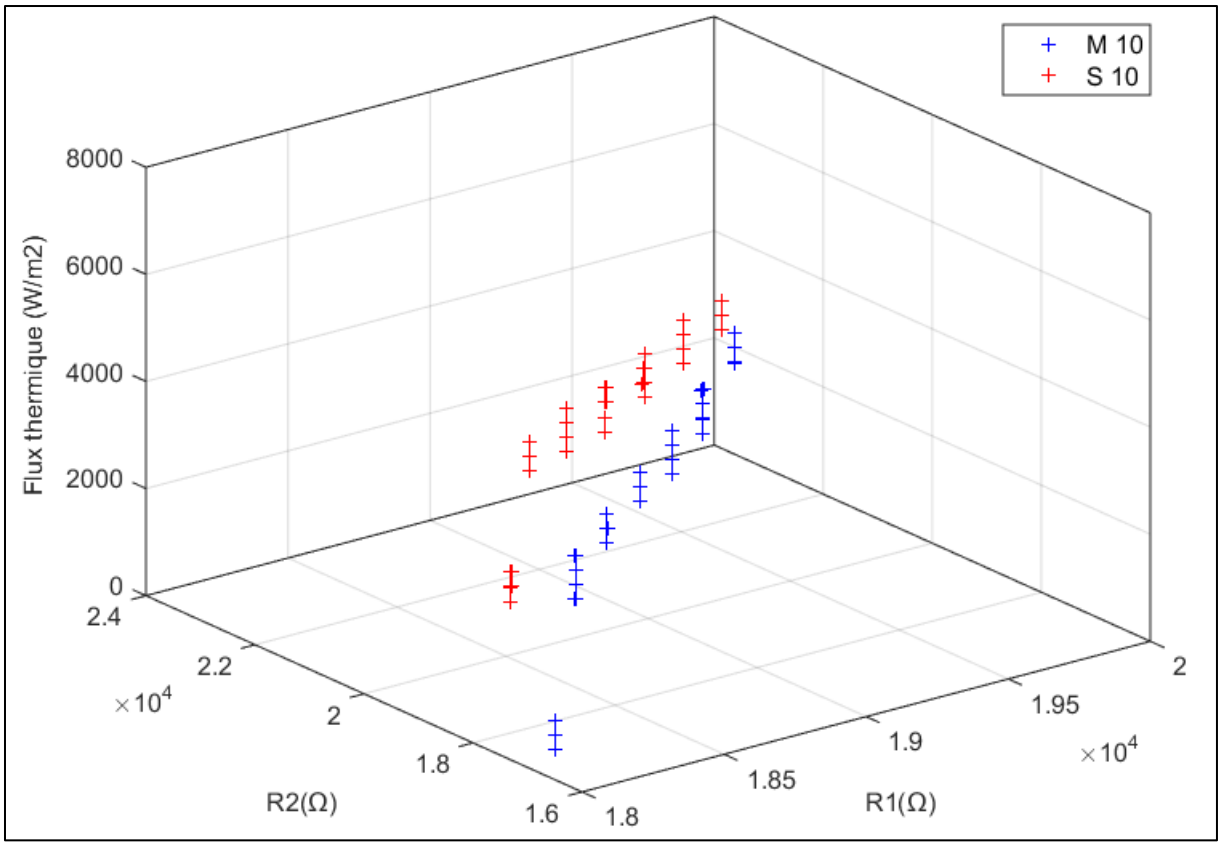


Figure 5.24 : Courbes d'étalonnage en flux thermique des sondes à résistances recuit à 250 °C 6 h - M10 - S10 - 0,01mA

Les Figures 5.22, 5.23, 5.24 présentent les courbes d'étalonnages des fluxmètres thermiques dont les résistances sont de type méandre et spirale, et pour les différentes largeurs de piste.

Les courbes montrent l'évolution des densités de flux thermique mesurées par les fluxmètres de référence (Captec) en fonction des deux résistances R_1 et R_2.

Nous observons pour chaque résistance les valeurs de flux obtenues pour un gradient de température nul, puis pour les 6 gradients de température testés. Bien que 20 mesures aient été pratiquées à chaque gradient, seules quelques-unes sont visibles, la plupart des points étant confondus sur ces graphiques.

A partir de ces résultats et par interpolation polynomiale d'ordre 2 sur R_1 et R_2 (cf. Eq. 5.6), nous déduisons des coefficients spécifiques à chaque fluxmètre.

Ces coefficients, listés dans le Tableau 5.9 sont intégrés dans un programme développé sous LabVIEW permettant la mesure des densités de flux thermique directement à partir des mesures des valeurs des résistances R_1 et R_2.

Après avoir étalonné les fluxmètres et trouvé les coefficients qui relient les valeurs de résistances aux valeurs de flux, nous allons appliquer différents flux sur nos capteurs et vérifier ainsi leur fonctionnement.

Formes	Coefficients spécifiques				
	a_1 (W m^{-2} Ω^{-2})	a_2 (W m^{-2} Ω^{-2})	b_1 (W m^{-2} Ω^{-1})	b_2 (W m^{-2} Ω^{-1})	c_0 (W m^{-2})
M60	1,662	-1,048	-691,545	-251,475	370416,591
S60	0,185	-0,247	931,599	-807,107	-70836,581
M30	0,062	-0,060	-613,582	588,711	40281,226
S30	-0,396	0,341	2157,023	-2002,282	2878,889
M10	-3,687.10^{-4}	-8,860.10^{-4}	45,137	-3,337	-383190,189
S10	17,476.10^{-4}	-14,028.10^{-4}	-84,040	75,656	-10705,340

Tableau 5.9 : Coefficients spécifiques de chaque polynôme d'étalonnage (cf. Eq.5.6)

5.2.6.2. Mesures de flux thermiques par méthode directe

Comme précédemment, tous les fluxmètres thermiques testés sont recuits à 250 °C pendant 6 h et branchés en 2 fils. Lors de la campagne d'essais, la température ambiante était comprise entre 19 °C et 21 °C, la pression absolue de l'air à l'intérieur de l'enceinte était d'environ 4,2 mbar et la fréquence d'échantillonnage était fixée à 2 points min^{-1}.

Nous utilisons le même banc que pour l'étalonnage, mais les gradients de température appliqués sont différents. Nous avons mesuré les densités de flux thermique par fluxmètre de référence (Captec) et par fluxmètre étalonné (M60 - 1 mA) (cf. Figure 5.25). Le calcul d'écart relatif permet de valider les coefficients de chaque polynôme d'étalonnage et de comparer les différents types de fluxmètres testés.

Ces mesures ont été effectuées pour trois températures au niveau de l'échangeur froid : 15 °C, 25 °C et 35 °C. Pour chacune de ces températures froides, nous avons fait varier la température au niveau de l'échangeur chaud de 40 °C à 90 °C par pas de 10 °C. Par conséquent, la même valeur de flux a pu être mesurée avec 3 températures froides différentes. Ces campagnes de mesures ont permis de balayer une large gamme de densité de flux thermiques.

Généralement, pour les deux types de capteurs (référence et M60), nous remarquons une très bonne répétabilité des mesures des densités de flux thermique avec une reproductibilité acceptable (sur la Figure 5.26, le nuage de points correspondant à la valeur de l'écart relatif est majoritairement inférieur à 20 %). Pour les fluxmètres de référence, nous constatons qu'ils indiquent une valeur variable entre 404 et 697 Wm^{-2} pour une différence de température nulle. Nous constatons également, dans certains cas, une dispersion des mesures de flux avec la variation de la température froide : de 4710 à 5075 Wm^{-2} pour un écart de température de 45 °C par exemple. Ces deux observations se retrouvent également pour notre capteur avec des valeurs à flux nul variant de 697 à 1181 Wm^{-2} et des écarts entre 4410 et 5075 Wm^{-2} pour un écart de température de 45 °C.

Les écarts entre les mesures des densités de flux thermiques nous semblent donc dus essentiellement à la variation des conditions expérimentales (température à l'intérieur de l'enceinte, température externe, pression…) qui modifient les échanges thermiques et en particulier les pertes. Par ailleurs, ces résultats sont en cohérence avec nos calculs d'incertitudes et nos simulations.

Les résultats présentés ici ne concernent que la structure M60, mais avec les autres structures (M10, M30, S10, S30 et S60), nous avons observé les mêmes phénomènes. Les résultats associés à l'ensemble des prototypes développés dans le laboratoire sont présentés dans l'annexe C.

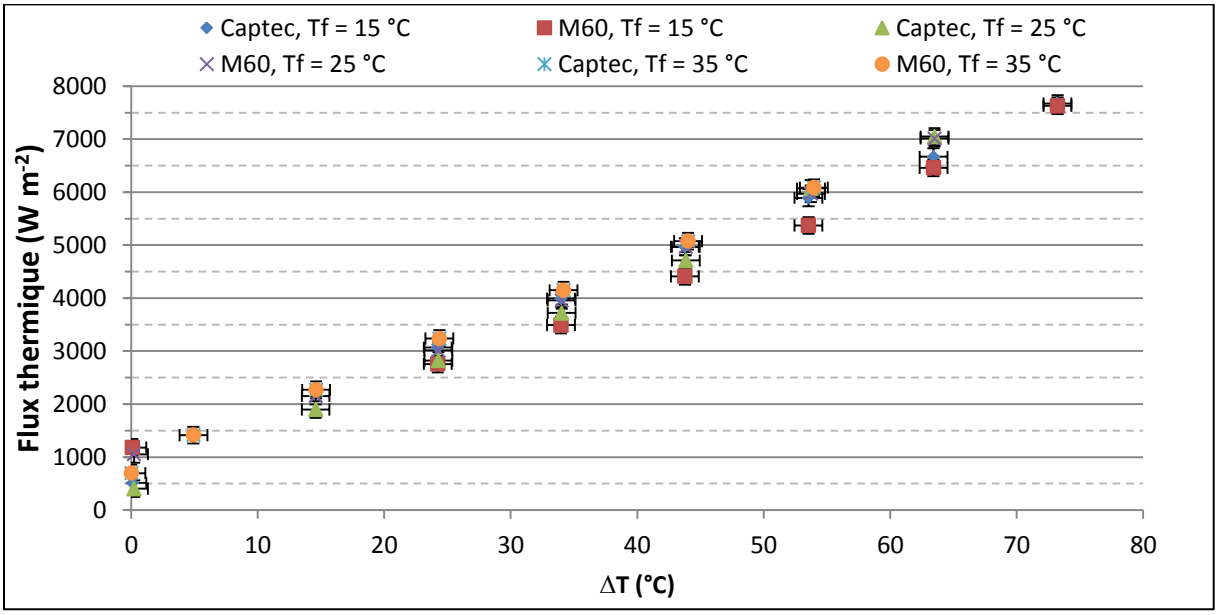


Figure 5.25 : Mesures des densités de flux thermiques par fluxmètre de référence (Captec) et par fluxmètre étalonné (M60 - recuit à 250 °C 6 h - 2 fils - 1 mA)

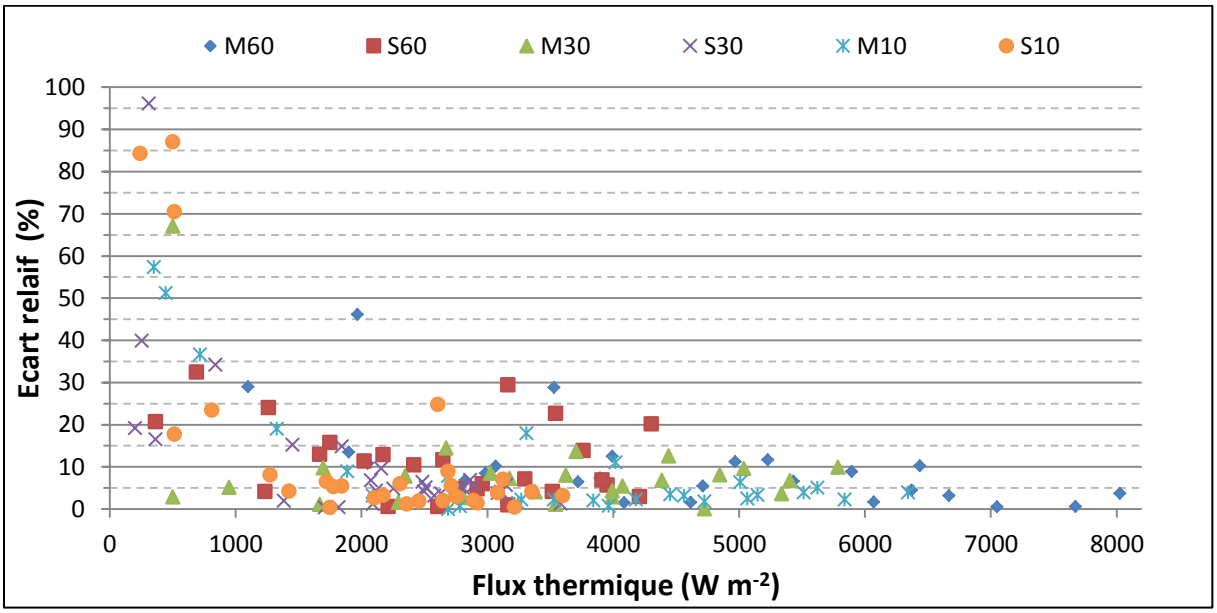


Figure 5.26 : Ecarts relatifs entre les densités de flux thermiques déterminées par fluxmètre de référence (Captec) et par fluxmètres étalonnés

La Figure 5.26 montre l'évolution de l'écart relatif entre les densités de flux thermiques déterminées par fluxmètre de référence (Captec) et par fluxmètres étalonnés. Un maximum d'écart est observé à faible densité de flux thermique. Cet écart diminue jusqu'à 5 % à 8000 Wm^{-2} dans le cas d'un fluxmètre type méandre 60. Nous constatons que la majorité des mesures présentent des écarts relatifs inférieurs à 10 % ce qui est relativement satisfaisant pour des mesures de densité de flux thermique. Ces mesures similaires ne permettent pas de différentier les différentes formes réalisées. Par contre, tout au long de la campagne de mesures, nous avons remarqué de manière qualitative que le fluxmètre type méandre 60 est le plus robuste car ses sondes à résistance se montrent les plus fiables.

Ces écarts peuvent être réduits par l'amélioration du banc de mesure, et l'accroissement de l'ordre du polynôme d'interpolation. En effet, dans nos mesures, nous nous sommes contentés d'un polynôme d'ordre 2 qui s'avère suffisant pour la caractérisation des fluxmètres thermiques avec notre banc d'essai, mais un système d'étalonnage plus sophistiqué permettrait d'utiliser une équation d'ordre supérieur ou une méthode d'estimation différente.

En conclusion de ce paragraphe, nous avons testé la famille de capteurs que nous avons développée dans un banc d'essai conductif avec différents flux imposés. Nous avons comparé les résultats obtenus avec des fluxmètres de référence. Nous avons obtenu des résultats répétables et cohérents. Les écarts observés à faible flux s'observant également pour les fluxmètres de références, nous pensons que le banc d'essai a des performances limitées dans ces conditions.

5.3. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons étudié les résultats obtenus avec nos capteurs de flux thermique. Nous avons utilisé deux méthodes : une méthode de mesure indirecte où nous utilisons les valeurs de température et appliquons la loi de Fourier et une méthode directe où nous étalonnons nos capteurs par comparaison avec des fluxmètres de références. Nous avons également étudié les effets de l'intrusion de notre capteur avec ou sans ses différents supports. La méthode de mesure indirecte, ne nécessitant qu'un seul étalonnage en température, s'avère simple et peu coûteuse mais elle présente des incertitudes très élevées. Ses cas d'application possibles sont donc restreints. La méthode directe demandant, en plus d'un étalonnage en température, un étalonnage en flux thermique, présente des incertitudes relativement faibles. Cependant, elle est coûteuse car elle nécessite un banc spécifique particulièrement sophistiqué. Pour certaines applications qui demandent des mesures très précises, nous recommanderions d'utiliser la méthode directe, en augmentant l'ordre de l'équation polynomiale d'interpolation, avec un banc d'essai particulièrement précis et sans utiliser de support pour le capteur. Pour des applications moins exigeantes, notamment en termes de précisons de mesures, la méthode indirecte, plus simple à mettre en œuvre, pourra se révéler suffisante.

5.4. Bibliographie

[1] «http://www.goodfellow.com/fr/», [En ligne]. [Accès le 30 septembre 2016].

[2] «http://sine.ni.com/nips/cds/view/p/lang/fr/nid/208787», [En ligne]. [Accès le 30 septembre 2016].

Conclusion générale

Ce travail de thèse a été initié pour étudier la mesure de flux thermique adaptée à l'échelle micrométrique. Plus précisément, l'objectif qui a guidé notre réflexion dans ce travail était de modéliser, concevoir, réaliser et caractériser un capteur de flux thermique adapté à la mesure de flux thermiques à basse température (autour de 250 °C) au niveau des échangeurs (source chaude et puits froid) d'une micromachine, dans notre cas un micro-moteur Stirling. Ce capteur doit donc posséder des caractéristiques dimensionnelles exigeantes pour être le moins intrusif possible. Par ailleurs, le capteur de flux doit répondre à des critères de température de fonctionnement. Les capteurs commerciaux existants ne répondant pas à l'ensemble de ces critères, nous avons étudié puis développé le capteur de flux basé sur l'utilisation d'un gradient de température et adapté à notre cahier des charges. Ce dernier a orienté le processus de conception du capteur, de choix des matériaux et de choix de structures. Nous nous sommes donc arrêtés sur un capteur en verre ($5 \times 5 \times 0{,}5$ mm^3) sur lequel des résistances en platine de formes méandre ou spirale, de différentes largeurs (10, 30 ou 60 µm) sont déposées en couches minces (environ 220 nm). Dans un premier temps, ces choix ont été confortés grâce à des simulations numériques. Nous avons notamment mené une étude de l'influence de l'intensité du courant circulant dans la résistance sur l'auto-échauffement du capteur, et ce, de manière numérique comme expérimentale. Cette étude nous a permis de déterminer les paramètres adéquats à utiliser pour chaque géométrie.

Une fois le concept de capteur choisi, nous avons réalisé ce capteur au sein la salle blanche de la Centrale de Technologie MIMENTO de l'institut FEMTO-ST. L'ensemble des processus de fabrication des capteurs a été détaillé. Grâce aux outils de caractérisation disponibles, nous avons pu spécifier la géométrie des dépôts (épaisseur, largeur des pistes). Nous avons proposé et validé un procédé (température, temps, outils) de recuit nécessaire pour stabiliser les couches minces de platine. Ainsi, nous avons mis en évidence l'influence du recuit sur la cristallinité du platine. Les observations faites au MEBE et au FIB ont notamment permis de mettre en évidence une dégradation des dépôts lors d'un recuit à 450 °C. L'ensemble des observations ont montré qu'avec nos matériaux, un recuit à 250 °C était le mieux adapté à notre problématique.

Afin de mesurer les températures de surface, nous avons étalonné les résistances du capteur de flux en température. Nous avons mené une étude sur les incertitudes de mesure de température par les résistances. Ces incertitudes sont liées à notre procédé d'étalonnage et nos capteurs, l'incertitude élargie a été trouvée égale à 0,14 °C. Cette étude a également démontré l'influence positive du recuit sur la reproductibilité des mesures et l'influence néfaste de l'auto-échauffement sur l'incertitude de mesure. Nous avons aussi pu montrer qu'avec nos capteurs, un montage 4 fils n'était pas nécessaire. Une comparaison avec les résultats issus de la littérature a montré que le coefficient de température de nos résistances déposées (de l'ordre de 1,2 °C^{-1}) était cohérent. La caractérisation du comportement dynamique des résistances a permis de déterminer leurs temps de réponse, qui est de l'ordre de 2,4 s, ce qui est en accord (pour des caractéristiques thermo-physiques identiques) avec les estimations trouvées dans la littérature.

Dans l'étape suivante de notre travail, afin de mesurer la densité du flux thermique avec nos fluxmètres, nous avons mis en œuvre deux méthodes : une méthode de mesure directe utilisant un étalonnage en flux, et une méthode indirecte utilisant l'étalonnage en température des résistances et la loi de Fourier en régime permanent. Pour ces deux méthodes, une analyse des incertitudes, de leurs origines et de leurs variations avec la valeur de la densité de flux à mesurer a été menée. La méthode de mesure indirecte, ne nécessitant qu'un seul étalonnage en température, s'avère simple et peu coûteuse mais elle présente des incertitudes très élevées, surtout à faible valeur de flux. Ses cas d'application possibles sont donc restreints. La méthode directe demandant, en plus d'un étalonnage en température, un étalonnage en flux thermique, présente des incertitudes relativement faibles. Cependant, elle est coûteuse car elle nécessite un banc spécifique particulièrement sophistiqué. Nous avons donc pu en conclure que, pour certaines applications qui demandent des mesures très précises, nous recommanderions d'utiliser la méthode directe alors que pour des applications moins exigeantes, notamment en termes de précisons de mesures, la méthode indirecte, plus simple à mettre en œuvre, pourrait se révéler suffisante. Nous avons également développé des supports pour ces capteurs qui permettent une application hors du domaine des microtechniques : support adhésif et support vissant. Les effets d'intrusion de ces capteurs ont été modélisés.

Enfin, nous avons validé nos capteurs de flux sur un banc d'essai à échelle millimétrique par comparaison avec des fluxmètres du commerce. Les capteurs de flux réalisés se sont révélés adaptés aux mesures visées.

Les perspectives à court terme de ce travail sont tout d'abord d'utiliser ces capteurs de flux dans les applications du laboratoire. Ils permettront d'améliorer la connaissance de fonctionnement des différents dispositifs. En particulier, le capteur peut être utilisé de différentes façons : (i) dans son support à vis pour être très facilement implanté sur une machine thermique (de dimensions centimétriques), (ii) dans son support adhésif pour toute surface déperditive dans la gamme de fonctionnement, (iii) sans support pour être intégré dans les parois d'une micromachine thermique. Les pistes d'amélioration du concept existant de ce capteur sont d'améliorer la caractérisation dynamique, de poursuivre l'étude sur les effets d'intrusion. Enfin, en vue d'étendre ce travail à d'autres applications, d'autres substrats pourront être testés.

A plus long terme, les pistes à poursuivre pourraient être l'amélioration de l'étalonnage pour réduire les incertitudes, la réduction des dimensions en particulier l'épaisseur du substrat, l'élargissement de la gamme de température.

Annexes

Annexe A : Calcul analytique des coefficients de convection et de rayonnement pour nos modèles COMSOL

Les corrélations utilisées pour le calcul des coefficients d'échange en convection naturelle sont les suivantes :

- Toutes faces verticales, corrélation de Churchill et Chu :

$$Nu_L = \left\{0.825 + \frac{0.387Ra_L^{1/6}}{[1+(0.492/\mathrm{Pr})^{9/16}]^{8/27}}\right\}^2$$

- Bâti cylindrique horizontal, corrélation de Churchill et Chu :

$$Nu_L = \left\{0.6 + \frac{0.387Ra_L^{1/6}}{[1+(0.559/\mathrm{Pr})^{9/16}]^{8/27}}\right\}^2$$

- Cavité intérieure du bâti cylindrique :

$$\mathrm{Nu_L}=0.18\left(\frac{\mathrm{Pr}}{0.2+\mathrm{Pr}}\mathrm{Ra}_L\right)^{0.29}$$

Annexe B : Programme Matlab de calcul des coefficients d'étalonnage en flux

Interpolation polynomial

```
functionXfinal=fitting(fluxExp,r1,r2,option)
MaxFunEvals_Data=1e10;
MaxIter_Data=1e10;
TolFun_Data=1e-6;
TolX_Data=1e-6;
TolCon_Data=1e-6;
% mise à jours des options
Aoptions = optimoptions('fmincon','Algorithm', 'active-set');
%Aoptions = optimoptions(Aoptions,'Algorithm', 'active-set'); % 'active-
set' | 'interior-point'| 'sqp' | 'trust-region-reflective'|
Aoptions = optimoptions(Aoptions,'Display', 'iter'); %'off', 'none',
'notify', 'notify-detailed', 'final', 'final-detailed', 'iter', 'iter-
detailed', or 'testing'.
Aoptions = optimoptions(Aoptions,'MaxFunEvals', MaxFunEvals_Data);
Aoptions = optimoptions(Aoptions,'MaxIter', MaxIter_Data);
Aoptions = optimoptions(Aoptions,'TolFun', TolFun_Data);
Aoptions= optimoptions(Aoptions,'TolX', TolX_Data);
Aoptions= optimoptions(Aoptions,'TolCon', TolCon_Data);
Aoptions = optimoptions(Aoptions,'PlotFcns', { @optimplotx
@optimplotfunccount @optimplotfval @optimplotconstrviolation
@optimplotstepsize @optimplotfirstorderopt });
% la fonction
%if option==1
%X0=[-6144.9887888427  6595.45304624826 -27279.1318381407];
%X0=1.0e+03*[-6.1449887888427  6.59545304624826 -27.2791318381407];
%X0=[-0.5 0.5 1];
%LB=-1*[1 1 1];
%UB=1*[1,1,1];
%vecteurRef=[1000,8000,200000];
if option==2
    X0=[-1 1 -1 200 2500];
    LB=-1e+6*[1 1 1 1 1];
UB=1e6*[1,1,1,1,1];
%X0=[-1 1 1 0 1];
%vecteurRef=[10,-10,1200,-1400,12000];
elseif option==3
    X0=[1 2 -100 200 5000 1000 360000];
    LB=-1e6*[1 1 1 1 1 1 1];
    UB=1e6*[1,1,1,1,1,1,1];
%X0=[-1 1 -1 1 1 1 1];
%vecteurRef=[1,1,2,5,8,7,2];
else
    X0=NaN;
%end
end
A=[];
B=[];
Aeq=[];
Beq=[];

fct=@(param) fobj_fct(param,fluxExp,r1,r2,option);
FITTING

X=fmincon(@(x)fct(x),X0,A,B,Aeq,Beq,LB,UB,[],Aoptions);
%X=fmincon(fct,X0,A,B,Aeq,Beq,LB,UB,[],[],Aoptions);
f0=fct(X0)
```

```
%la sortie
Xfinal=X;
end
function sortie=fobj_val(fluxsim,fluxExp)
%
%
sortie=sum(power(fluxsim-fluxExp,2));
%sortie=sum(abs(fluxsim-fluxExp));
end
functionfobjValeur=fobj_fct(param,fluxExp,r1,r2,option)
%
%
fluxSimulation=fluxSim(param,r1,r2,option);
%evaluer l'ecart quadratique:
fobjValeur=fobj_val(fluxSimulation,fluxExp);
end
```

Flux simulation

```
function sortie=fluxSim(param,r1,r2,option)
%
%param=[a,b,c]
%opt: 1:lineaire, 2:carree
%dans le cas ou option=2, param=[a,b,c,d,e]
%if option==1
sortie=param(1)*r1+param(2)*r2+param(3);
if option==2
    sortie=param(1)*power(r1,2)+param(2)*power(r2,2)+param(3)*r1+...
param(4)*r2+param(5);
elseif option==3
sortie=param(1)*power(r1,3)+param(2)*power(r2,3)+...
param(3)*power(r1,2)+param(4)*power(r2,2)+param(5)*r1+...
param(6)*r2+param(7);
%end
end
end
```

Script figure

```
sortie=fluxSim(Xfinal,R1moy,R2moy,2);
figure
plot3(R1moy,R2moy,Captec1cmoyennecorrige,'r*');holdon
plot3(R1moy,R2moy,sortie,'b*');grid
```

Annexe C : Mesures des densités de flux thermiques par méthode directe pour les capteurs S60, M30, S30, M10 et S10.

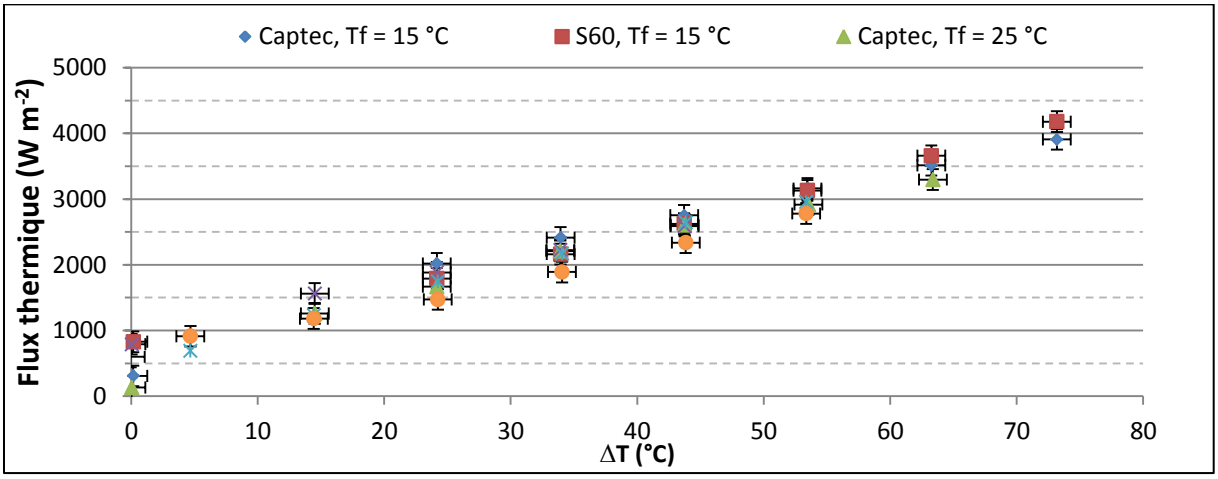


Figure 1 : Mesures des densités de flux thermiques par fluxmètre de référence (Captec) et par fluxmètre étalonné (S60 - recuit à 250 °C 6 h - 2 fils - 1 mA)

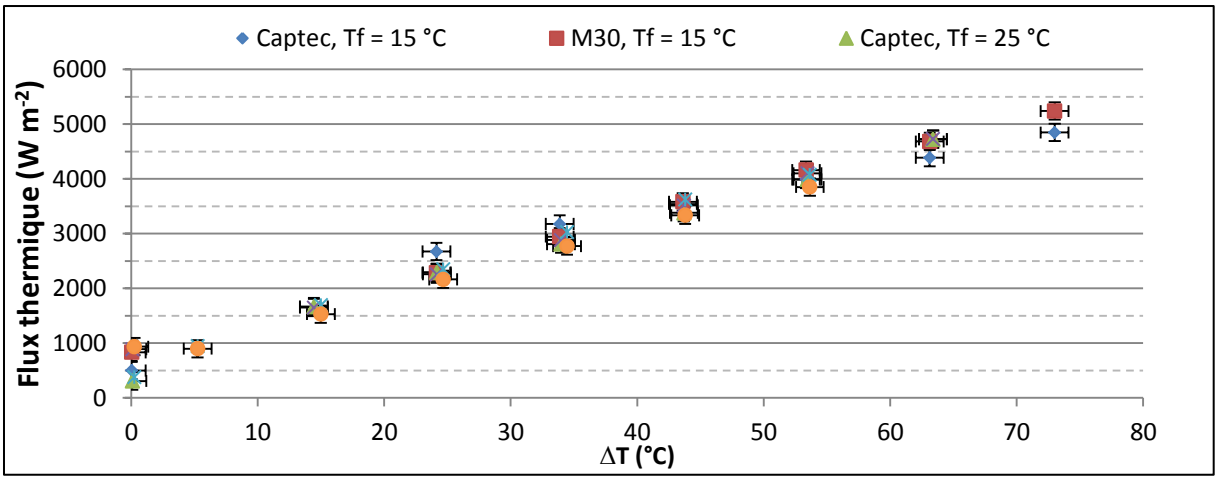


Figure 2 : Mesures des densités de flux thermiques par fluxmètre de référence (Captec) et par fluxmètre étalonné (M30 - recuit à 250 °C 6 h - 2 fils - 0,1 mA)

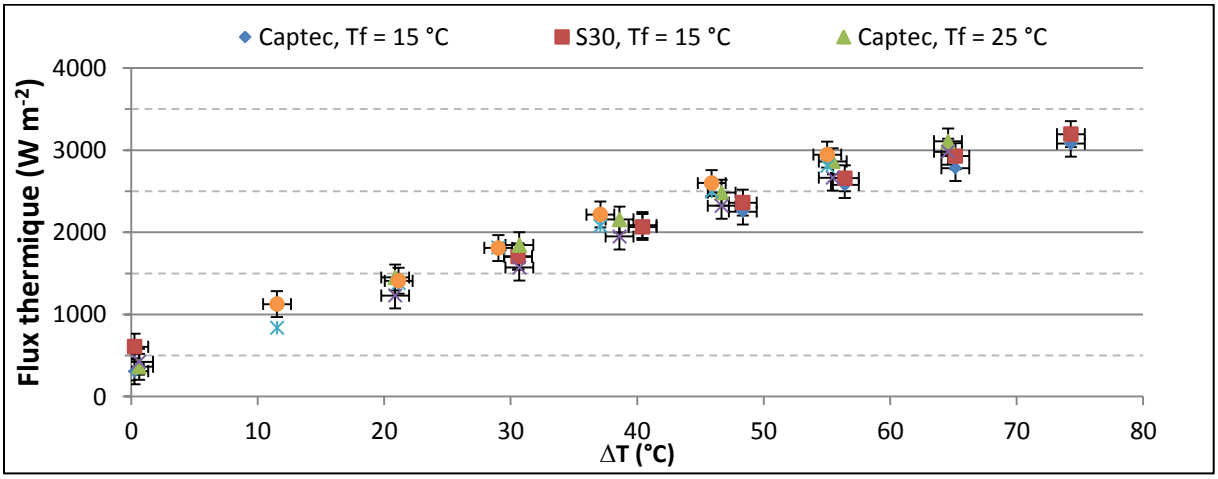


Figure 3 : Mesures des densités de flux thermiques par fluxmètre de référence (Captec) et par fluxmètre étalonné (S30 - recuit à 250 °C 6 h - 2 fils - 0,1 mA)

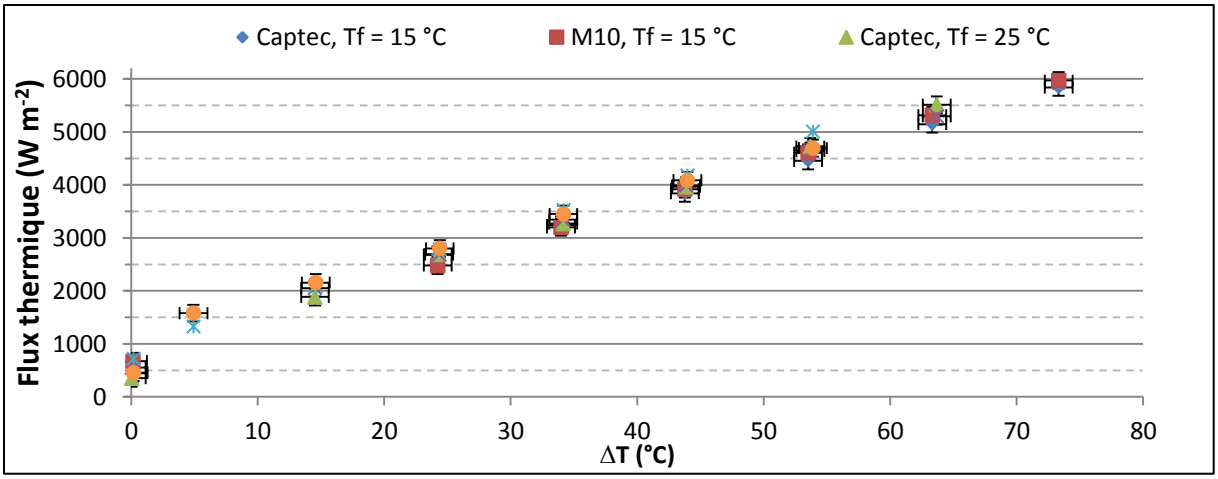


Figure 4 : Mesures des densités de flux thermiques par fluxmètre de référence (Captec) et par fluxmètre étalonné (M10 - recuit à 250 °C 6 h - 2 fils - 0.01 mA)

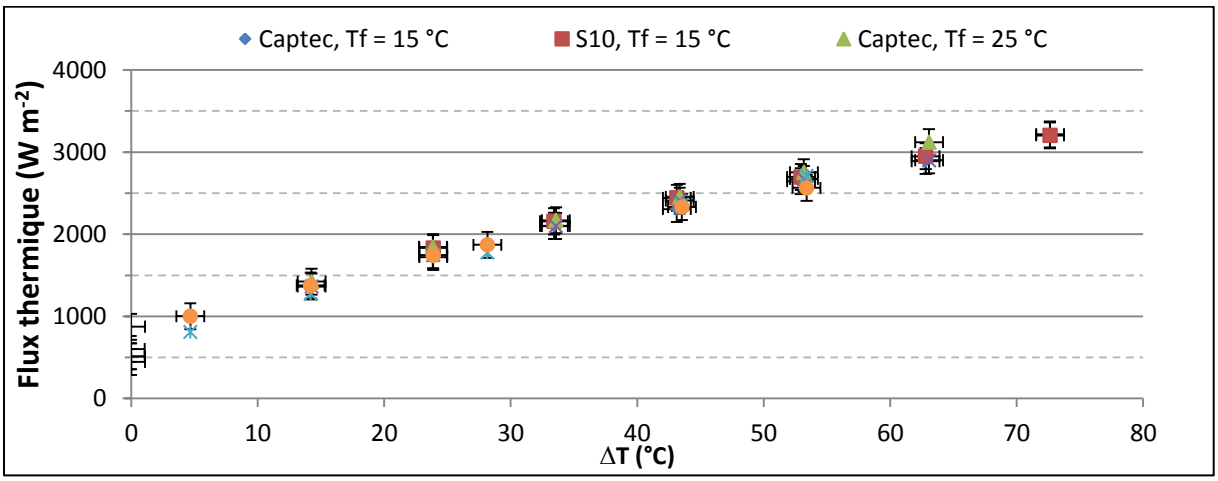


Figure 5 : Mesures des densités de flux thermiques par fluxmètre de référence (Captec) et par fluxmètre étalonné (S10 - recuit à 250 °C 6 h - 2 fils - 0,01 mA)

Résumé

En vue d'applications futures dans le domaine de la récupération d'énergie à basse température à partir de microsystèmes, la connaissance des transferts thermiques aux parois est d'une grande importance. Ces mesures sont réalisées à l'aide de capteurs spécifiques qui permettent de connaître le flux thermique total échangé entre la paroi sur laquelle ils sont installés et le milieu environnant.

Cette étude se situe dans le cadre du développement de fluxmètres thermiques à gradient répondants aux contraintes liées aux machines thermiques de type micro-moteur Stirling. Six types de fluxmètres thermiques à sondes à résistance ont été développés à partir de différents matériaux, géométries et formes de capteurs. Une étude électrothermique, prenant en compte l'effet d'auto-échauffement, a été menée et validée expérimentalement. Les techniques de fabrication et de caractérisation, opérés majoritairement en salle blanche, ont permis de réaliser de nombreux capteurs à couches minces. Des supports spécifiques pour ces capteurs ont été développés.

Ces capteurs de flux thermique, dont les résistances ont été étalonnées par rapport à une sonde de référence de haute précision, permettent également la mesure de la température. Pour mesurer la densité de flux thermique, deux méthodes ont été testées. La première méthode est indirecte : elle consiste à mesurer le gradient de température à l'aide de deux sondes à résistance en platine. La deuxième méthode est directe : elle repose sur un étalonnage en flux. Les bancs d'étalonnages et de mesures spécifiques à chaque méthode, réalisés entièrement dans le cadre de ces travaux, sont modélisés et les résultats expérimentaux et numériques sont ensuite comparés. Enfin, l'influence de l'intrusion des capteurs sur la répartition des flux thermiques dans la pièce à mesurer, avec ou sans support spécifique, a été étudiée.

Mots-clés :

Fluxmètre thermique, sondes à résistances, platine, couches minces, micro-capteur thermique.