



# THÈSE

En vue de l'obtention du

## DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

**Délivré par** l'Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse (INSA Toulouse)  
**Discipline ou spécialité :** Ingénieries Microbienne et Enzymatique

---

**Présentée et soutenue par** Jonathan CRATTELET  
**Le** 17 décembre 2010

**Titre :** CONCEPTION ET REALISATION D'UN MICROSYSTEME POUR LA MESURE D'ENCRASSEMENT ORGANIQUE, MINERAL ET BIOLOGIQUE DANS LES PROCEDES  
- INTEGRATION DES REGIMES THERMIQUES PERIODIQUES -

---

### JURY

M. Laurent AURET, DGA Neosens (Labège), Examineur  
M. Ali BOUKABACHE, Maître de Conférences (Toulouse), Directeur de thèse  
M. Daniel ESTEVE, Directeur de Recherche CNRS (Toulouse), Directeur de thèse  
M. Luc FILLAUDEAU, Chargé de Recherche INRA (Toulouse), Directeur de thèse  
M. Gérard GOMA, Professeur INSA (Toulouse), Examineur  
Mme. Nicole JAFFREZIC, Directeur de Recherche CNRS (Villeurbanne), Rapporteur  
M. Philippe MOULIN, Professeur des Universités (Marseille), Président du Jury  
M. Pierre TEMPLE-BOYER, Chargé de Recherche (Toulouse), Invité  
M. Gilles TRYSTRAM, Professeur AgroParisTech (Massy), Rapporteur

---

**Ecole doctorale :** Sciences Ecologiques, Vétérinaires, Agronomiques et Bioingénieries (SEVAB)  
**Unités de recherche :** Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes (LAAS)  
UPR 8001 CNRS, 7 avenue du colonel Roche, F-31077 Toulouse, France  
et Laboratoire d'Ingénierie des Systèmes Biologiques et des Procédés (LISBP)  
UMR 5504, UMR 792, CNRS, INRA, INSA. 135 Avenue de Ranguel, F-31077 Toulouse, France  
**Directeurs de Thèse :** Ali BOUKABACHE, Daniel ESTEVE et Luc FILLAUDEAU  
**Rapporteurs :** Nicole JAFFREZIC et Gilles TRYSTRAM



# THÈSE

En vue de l'obtention du

## DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

**Délivré par** l'Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse (INSA Toulouse)  
**Discipline ou spécialité :** Ingénieries Microbienne et Enzymatique

---

**Présentée et soutenue par** Jonathan CRATTELET  
**Le** 17 décembre 2010

**Titre :** CONCEPTION ET REALISATION D'UN MICROSYSTEME POUR LA MESURE D'ENCRASSEMENT ORGANIQUE, MINERAL ET BIOLOGIQUE DANS LES PROCEDES  
- INTEGRATION DES REGIMES THERMIQUES PERIODIQUES -

---

### JURY

M. Laurent AURET, DGA Neosens (Labège), Examineur  
M. Ali BOUKABACHE, Maître de Conférences (Toulouse), Directeur de thèse  
M. Daniel ESTEVE, Directeur de Recherche CNRS (Toulouse), Directeur de thèse  
M. Luc FILLAUDEAU, Chargé de Recherche INRA (Toulouse), Directeur de thèse  
M. Gérard GOMA, Professeur INSA (Toulouse), Examineur  
Mme. Nicole JAFFREZIC, Directeur de Recherche CNRS (Villeurbanne), Rapporteur  
M. Philippe MOULIN, Professeur des Universités (Marseille), Président du Jury  
M. Pierre TEMPLE-BOYER, Chargé de Recherche (Toulouse), Invité  
M. Gilles TRYSTRAM, Professeur AgroParisTech (Massy), Rapporteur

---

**Ecole doctorale :** Sciences Ecologiques, Vétérinaires, Agronomiques et Bioingénieries (SEVAB)  
**Unités de recherche :** Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes (LAAS)  
UPR 8001 CNRS, 7 avenue du colonel Roche, F-31077 Toulouse, France  
et Laboratoire d'Ingénierie des Systèmes Biologiques et des Procédés (LISBP)  
UMR 5504, UMR 792, CNRS, INRA, INSA. 135 Avenue de Ranguel, F-31077 Toulouse, France  
**Directeurs de Thèse :** Ali BOUKABACHE, Daniel ESTEVE et Luc FILLAUDEAU  
**Rapporteurs :** Nicole JAFFREZIC et Gilles TRYSTRAM



« Vivre est ce qu'il y a de plus beau au monde, la plupart des gens  
existent, c'est tout. »

Oscar Wilde

« On ne va jamais aussi loin que lorsqu'on ne sait pas où l'on va »

Christophe Colomb



## - Remerciements -

Exercice délicat mais plaisant puisqu'il marque à la fois l'aboutissement d'un travail mais donne également à penser à toutes ces personnes qui de près ou de loin ont contribué, à leur façon, à la réussite du projet, je voudrais ici faire mes remerciements.

Merci d'abord à toutes les personnes que j'aurai le malheur d'oublier ici mais qui sauront, j'en suis sûr, m'en excuser !

Mes premières pensées vont à quatre personnes essentielles sans lesquelles le projet et son accompagnement n'auraient pu se faire.

Merci à toi, Luc, pour ces moments enrichissants d'échange, pour ton implication sans faille, pour la confiance que tu m'as accordée tout au long de ces trois années. Surtout merci d'avoir été là dans la dernière ligne droite et de m'avoir soutenu dans mon travail parfois jusqu'à minuit passé ! J'espère que nous continuerons encore d'échanger dans le futur.

Ali, je n'oublierai jamais ton soutien lors des situations délicates. Je n'oublierai pas non plus cette certaine fierté que tu as su m'apporter en donnant tes critiques sur mon travail et mon implication. Tu n'es pas avare de remarques ; tu sais dire quand ça ne va pas mais aussi dire que quelque chose est bien fait. Pour tout cela, je te remercie.

Remerciement spécial pour l'immense Daniel Estève. Daniel, que dire... Quelle chance d'avoir pu travailler avec vous, quelle chance aussi d'avoir pu partager votre

bureau (malgré les réunions !). J'ai pu, grâce à vous, rencontrer un homme qui a des capacités de synthèse, de travail et des facilités de rédaction hors normes. Je sais aussi aujourd'hui, que tout est possible et j'espère seulement avoir hérité d'une infime partie de votre talent.

Enfin, la quatrième personne et non des moindres, c'est vous Laurent. Merci de m'avoir laissé cette liberté, une indépendance qui m'a permis de mener ce travail du mieux que j'ai pu. Merci de m'avoir insufflé les bases de la vision d'un industriel, de m'avoir ouvert les portes de Neosens, de me faire confiance.

Au sein de Neosens, je voudrais aussi remercier tous mes collègues et plus particulièrement Camille, Gaëlle et Julien. Vous avez toujours été là lorsque je me posais des questions. Vous avez toujours su m'apporter ce qu'il me manquait lorsque j'en avais besoin et là, je pense particulièrement à Julien, toujours disponible, toujours prêt à aider.

Au LSSBP et du côté de l'INRA, j'ai rencontré des personnes ... géniales. Je remercie ici en particulier Carole pour son accueil, sa porte toujours ouverte. Merci à Moustache pour la découverte du Grand Nord, à Lille !!

Au LACS, je voudrais aussi citer les personnes qui ont su être là et avec qui les échanges ont toujours été constructifs : Boubou, Eric, Jean-Christophe, Ludo, Djaffar, Pascal, Laurent, Samuel ... et tous les autres.

Enfin, il y a des personnes qui n'agissent pas directement au niveau professionnel mais qui contribuent à l'équilibre nécessaire à un accomplissement tant professionnel que personnel.

Merci bien évidemment à toi Maman. Pour tout. Et, il ne servirait à rien d'en écrire des lignes ici car tu sais tout ce que je pense.

Merci à toi syster ! Sans toi à Toulouse, ça n'aurait vraiment pas été pareil... Je te transmets le flambeau : à toi maintenant de commencer ta thèse !!!

Merci chérie. Tu as su me supporter quand j'étais « sous pression » ; j'avoue, ce n'était pas chose aisée ! Merci de ton soutien indéfectible. Je sais maintenant, tu le sais, te rendre la pareille... !

Merci également à Polo, Guignol, Jaz, Gini, Lucie, Caro... pour le « spam », pour les soirées parce que, oui, ça aussi, ça contribue à un bon équilibre !



**Nom :** CRATTELET

**Prénom :** Jonathan

**Titre :** Conception et réalisation d'un microsystème pour la mesure d'encrassement organique, minéral et biologique dans les procédés – Intégration des régimes thermiques périodiques –

**Année :** 2010

**Lieu :** INSA Toulouse

---

**Résumé :**

Dans les industries de procédés, les opérations de pompage et de transformation sont fondamentales et omniprésentes. Durant ces opérations unitaires (incluant des transferts de chaleur, de matière et de quantités de mouvement), les produits évoluent (réactions chimiques et biochimiques, croissances microbiennes, traitements thermiques, etc.) induisant dans de nombreux cas des phénomènes d'encrassement avec des cinétiques et des intensités variables.

Les recherches issues de l'INRA ont conduit à la mise au point d'un capteur d'encrassement basé sur une analyse thermique différentielle et locale. Ce dernier permet le contrôle en continu et en ligne du niveau d'encrassement d'un équipement et a été protégé par brevet. L'entreprise Neosens a acquis une licence d'exploitation exclusive sur ce brevet afin de développer et commercialiser le produit dont les limites sont maintenant connues.

Dans ce travail, nous visons à atteindre deux objectifs majeurs en vue de répondre aux nouvelles problématiques posées. Le premier doit permettre la mise au jour d'un capteur d'encrassement en utilisant les technologies microsystèmes. Le second vise la validation d'un nouveau mode de fonctionnement et d'une méthode pour le contrôle de l'encrassement. Ce travail s'appuie naturellement sur les travaux antérieurs et les principales phases de recherche ont porté sur la conception, la réalisation et l'intégration d'éléments sensibles sur les bases technologiques des microsystèmes, l'intégration des régimes thermiques permanent et périodique associés au traitement en ligne du signal et à la validation expérimentale aux échelles laboratoire, pilote et industrielles des géométries et configurations nouvelles.

Les travaux de recherche ont permis de fiabiliser et d'améliorer considérablement les performances métrologiques. Le microsystème réalisé apparaît comme complémentaire du capteur existant en termes de limites de détection et de quantification.

---

**Mots clés :**

Capteur, microsystème, MEMS, membrane, implantation ionique, DRIE, TCR, encrassement, biofilm, transfert thermique, régime thermique permanent, régime thermique périodique, régime d'écoulement, procédés industriels

**Lastname :** CRATTELET

**Firstname :** Jonathan

**Title :** Microsystem conception and realisation to monitor organic, mineral and biologic fouling in processes – Integration of periodic thermal regime –

**Year :** 2010

**Place :** INSA Toulouse

---

**Abstract :**

In industrial processes including agro and bioprocess, fouling is considered to be a complex and misunderstood phenomenon. Unit operations (including heat, mass and momentum transfers) are carried out in continuous, batch or fed-batch processes. During these operations, the products may evolve (chemical and biochemical reactions, microorganisms growth and activity, etc.) and fouling may occur with a wide range of kinetics from minutes up to years and dimensions from micrometers up to centimeters.

Research issued from INRA led to develop a fouling sensor based on local differential thermal analysis and to patent this system. The device enables on-line and continuous monitoring of fouling propensity. Neosens company acquired an exclusive licence and develop and commercialize the sensor whose operating limits are known.

In this work, our scientific and technological objectives are to break new locks through: (i) the realization of a fouling sensor based on microsystems technologies, (ii) the investigation and validation of an alternative thermal working mode and a method for fouling monitoring.

Based on the previous work, our research deals with conception, realisation and integration of components based on microsystems technologies, integration of permanent and periodic thermal regimes with on-line data treatment and experimental validation at laboratory, pilot-plant and industrial scales for new geometries and configurations.

This work led to metrology improvement and reliability. The resulting microsensor seems to be a complement of previous sensor regarding detection and quantification limits.

---

**Key words :**

Sensor, microsystem, MEMS, membrane, ionic implantation, DRIE, TCR, fouling, biofouling, heat transfer, permanent thermal regime, periodic thermal regime, flow regime, industrial processes

# - Liste des brevets, publications et congrès -

## ➤ Brevets :

1/ **J. Crattelet**, L. Fillaudeau, L. Auret, « Procédé de mesure ou de détection de l'encrassement d'un réacteur » (14 août 2009)

Demande de brevet français n°INPI : 0903984

N/réf.: B090337FRA

2/ **J. Crattelet**, L. Auret, A. Boukabache, D. Estève, L. Fillaudeau, « Capteur microsysteme de mesure ou de détection d'encrassement » (27 août 2009)

Demande de brevet français n°INPI : 0955855

N/réf.: B090421FRA

## ➤ Publications :

1/ L. Fillaudeau, P. Debreyne, G. Ronse, R. Guerin, N. Doubrovine, B. Bonnet, J. Desmarest, **J. Crattelet**, L. Auret, « Contrôle d'un encrassement laitier en procédé continu : comparaison de trois méthodes ». Ind. Alim. Agr., 125 (01-02), 12-21, 2008

2/ L. Fillaudeau, **J. Crattelet**, L. Auret, « Fouling monitoring using differential thermal analyse under steady and periodic heat flow ». Encyclopedia of Agricultural, Food and Biological Engineering, Second Edition (2011), Ed. Dennis R. Heldman, Marcel Dekker Inc., 270 Madison avenue, New York, NY 10016, DOI: 10.1081/E-EAFE2-120045933, 1-11, 2010

## ➤ Congrès:

✓ Avec review sur abstract :

1/ L. Fillaudeau, P. Debreyne, J. Desmarest, **J. Crattelet**, L. Auret, « Online fouling/cleaning monitoring in dairy food processing – Comparison of three methods – ». EFFOST-EHEDG, Lisbon, Portugal, 14-17 November 2007. (*Présentation orale*).

2/ **J. Crattelet**, P. Debreyne, J.C. Urbani, G. Guillemot, L. Fillaudeau, « An innovative on-line sensor for fouling and cleaning monitoring in industrial liquid processes as food industry ». Food Factory, 4<sup>th</sup> international conference on the food factory for the future, Laval, France, 4-5 June 2008. (*Présentation orale*).

3/ G. Guillemot, **J. Crattelet**, F. Flourens, L. Auret, « Innovative MEMS sensor for industrial on-line and real-time fouling/biofilm monitoring ». 3<sup>èmes</sup> journées Franco-Espagnoles IBERNAM-CMC2, LAAS-CNRS, Toulouse, France, 16-17 octobre 2008. (*Présentation orale*).

✓ Avec *review* sur texte intégral

4/ **J. Crattelet**, L. Auret, P. Debreyne, A. Boukabache, D. Esteve, L. Fillaudeau, « Investigation of steady and unsteady thermal regimes to monitor fouling in industrial processes ». In : Proceeding of 8<sup>th</sup> World Congress of Chemical Engineering, August 23-29, Montréal, Quebec, Canada, Eds. Canadian Society for Chemical Engineering. (Ontario, Canada), ISBN: 0-9208044-44-6, Session: Process Control and Optimization, L.1944, 2009. (*Texte intégral et présentation orale*).

5/ **J. Crattelet**, A. Boukabache, L. Auret, L. Fillaudeau, D. Estève, « Fouling measurement using a thermal-based microsystem ». Paper ID : 127, Main topic : physical sensors, 20<sup>th</sup> workshop on Micromachining, Micromechanics and Microsystems (MME 09), TOULOUSE, France, 20-22 September 2009. (*Texte intégral et présentation orale*).

6/ **J. Crattelet**, A. Boukabache, L. Salvagnac, D. Estève, L. Fillaudeau, L. Auret, « Réalisation d'un micro-capteur intégré sur silicium pour la mesure en ligne et en continu de l'encrassement dans les procédés industriels et de traitement de l'eau ». 5<sup>ème</sup> Colloque Interdisciplinaire en Instrumentation (C2I 2010), École Nationale Supérieure d'Ingénieurs du Mans, 26-27 janvier 2010. (*Texte intégral et poster*) – *article sélectionné pour la revue Instrumentation, Mesure, Métrologie*.

# - Table des matières -

- TABLE DES MATIERES - .....	I
- TABLE DES FIGURES - .....	III
- TABLE DES TABLEAUX - .....	VI
- NOMENCLATURE - .....	VIII
- INTRODUCTION - .....	1
- CHAPITRE 1 : ETAT DE L'ART - .....	5
1.1    L'ENCRASSEMENT DANS LES PROCEDES INDUSTRIELS .....	5
1.1.1    L'encrassement : définition .....	5
1.1.2    Intérêts économiques et environnementaux du contrôle de l'encrassement .....	7
1.2    METHODES POUR LE SUIVI DE L'ENCRASSEMENT .....	9
1.2.1    Etat de l'art des technologies existantes .....	9
1.2.2    Les techniques de suivi de l'encrassement brevetées et la concurrence industrielle .....	16
1.2.3    Le capteur d'encrassement à la base de nos travaux .....	23
1.2.3.1    Composants et géométrie .....	23
1.2.3.2    Principe de mesure .....	25
1.2.3.3    Modes de fonctionnement .....	26
1.3    ANALYSE LOCALE DES TRANSFERTS THERMIQUES .....	26
1.3.1    Quelques notions sur les transferts thermiques .....	26
1.3.2    Transferts de chaleur sous forme adimensionnelle .....	28
1.3.2.1    Adimensionnement des transferts de chaleur .....	28
1.3.2.2    Aspect temporel du transfert thermique .....	34
1.3.3    Profils de température, régimes de fonctionnement .....	38
1.3.3.1    Régime thermique permanent .....	39
1.3.3.2    Régime thermique périodique .....	43
1.3.4    Synthèse et verrous identifiés .....	46
1.4    ENJEUX DU TRAVAIL .....	47
1.4.1    Dispositif microsysteme .....	47
1.4.2    Cahier des charges .....	48
- CHAPITRE 2 : CONCEPTION DU MICRO-CAPTEUR - .....	50
2.1    ETAT DE L'ART .....	51
2.2    LES PROPOSITIONS STRUCTURELLES .....	55
2.3    CHOIX DE LA STRUCTURE ET DE L'ISOLATION THERMIQUE .....	58
2.4    SIMULATION NUMERIQUE .....	61
2.4.1    Simulation numérique par éléments finis .....	61
2.4.2    Résultats des simulations .....	64
2.4.2.1    Simulation mécanique .....	64
2.4.2.2    Simulation thermique .....	67
2.4.2.3    Choix de la taille du gap .....	70
2.5    CHOIX ET DIMENSIONNEMENT : DU COMPOSANT DISCRET AU WAFER DE SILICIUM .....	73
2.5.1    Choix du type de composants : l'actuateur et les capteurs .....	73
2.5.1.1    Etat de l'art .....	73
2.5.1.2    Choix d'une technologie pour la fabrication des composants .....	74
2.5.2    Dimensionnement des résistances et des puces .....	75
2.5.3    Les masques, les degrés de liberté .....	78

2.6	ASSEMBLAGE ET PACKAGING .....	81
2.6.1	Les techniques de report de composant .....	81
2.6.2	Intégration de la puce, interfaçage avec le fluide .....	82
<b>- CHAPITRE 3 : REALISATION - .....</b>		<b>84</b>
3.1	PROCEDE DE FABRICATION .....	84
3.1.1	Le procédé complet .....	84
3.1.2	Réalisation de la membrane .....	87
3.1.3	L'implantation des résistances .....	88
3.1.4	Gravure profonde du silicium et libération de la membrane .....	91
3.1.5	Remplissage du gap .....	96
3.2	CARACTERISATIONS .....	97
3.2.1	Etapes de caractérisation du procédé de fabrication .....	98
3.2.2	Contrôle de l'implantation ionique .....	101
3.2.3	Contrôle de la gravure profonde du silicium .....	102
3.2.4	Tests électriques .....	107
3.2.5	Contrôle de la résistance mécanique de la membrane .....	112
3.3	DE LA PUCE AU MICRO-CAPTEUR D'ENCRASSEMENT .....	115
3.3.1	Découpe .....	115
3.3.2	Report des puces .....	116
3.3.2.1	PCB présentant un trou .....	116
3.3.2.2	PCB « plein » .....	118
3.3.3	Assemblage .....	120
<b>- CHAPITRE 4 : RESULTATS EXPERIMENTAUX - .....</b>		<b>123</b>
4.1	FONCTIONNEMENT DU CAPTEUR FS EN REGIME THERMIQUE PERIODIQUE .....	123
4.1.1	Contexte et objectifs .....	123
4.1.2	Matériels et méthodes .....	125
4.1.2.1	A l'échelle du laboratoire .....	126
4.1.2.2	A l'échelle pilote .....	126
4.1.2.3	A l'échelle industrielle .....	131
4.1.3	Résultats .....	132
4.1.3.1	Analyse de la réponse thermique du capteur en régimes permanent et périodique .....	132
4.1.3.2	Quantification d'encrassements spécifiques .....	138
4.1.3.3	Validation industrielle .....	143
4.1.4	Conclusions et discussion à propos des essais .....	144
4.2	LE MICRO-CAPTEUR ET SES PERFORMANCES .....	145
4.2.1	Contexte et objectifs .....	145
4.2.2	Matériel et méthodes .....	146
4.2.3	Résultats .....	149
4.2.3.1	Réponse en régime thermique permanent (temps de réponse, sensibilité, LOD et coefficient de convection local) .....	149
4.2.3.2	Réponse du microsystème face à un encrassement en régime thermique permanent .....	154
4.2.3.3	Réponse du microsystème face à un encrassement en régime thermique périodique .....	157
4.3	COMPARAISON DES CAPTEURS FS ET MEMS, DES MODES DE FONCTIONNEMENT ET DISCUSSION .....	162
<b>- CONCLUSION - .....</b>		<b>166</b>
<b>- BIBLIOGRAPHIE - .....</b>		<b>170</b>

## - Table des figures -

Figure 1 : Encrassement biologique sur un échangeur de chaleur [10] .....	8
Figure 2 : Structure et principe du capteur d'encrassement [60]. 1 : générateur de chaleur ; 2 : sonde thermique ; 3 : sonde thermique ; 4 : moyen de traitement ; 5 : interface ; 6 : générateur de courant ; 11 : résistance électrique ; 12 : paroi .....	24
Figure 3 : Développement de la couche limite au voisinage de la paroi et gradient de température associé .....	30
Figure 4 : Caractéristiques géométriques des structures « macro » et « micro » considérées .....	33
Figure 5 : Evolution du nombre de Nusselt local en fonction du régime d'écoulement pour les structures « macro » et « micro » (Eq. 41 et 42) .....	34
Figure 6 : Evolution des coefficients de convection local et moyen pour les structures « macro » et « micro » .....	34
Figure 7 : Cinétique moyenne d'origine diffusivo pour une plaque plane infinie [72] .....	37
Figure 8 : Cinétique moyenne d'origine diffusivo pour un cylindre infini [72] .....	37
Figure 9 : Représentation schématique des différentes couches traversées par le flux thermique en géométrie plane .....	39
Figure 10 : Représentation schématique des différentes couches traversées par le flux thermique en géométrie cylindrique – Vues en coupe de profil (i) et de dessus (ii) .....	41
Figure 11 : Modes de fonctionnement pour un capteur thermique [89] .....	51
Figure 12 : Possibilités de micro-usinage pour l'isolation thermique dans le silicium [94, 95] .....	53
Figure 13 : Représentation schématique des solutions envisagées pour le micro-capteur .....	56
Figure 14 : Vue modélisée des différentes structures par les résistances thermiques entre éléments .....	58
Figure 15 : Vue en coupe du micro-capteur .....	60
Figure 16 : Maillage de la structure simulée .....	62
Figure 17 : Champ (i) et profil (ii) de contraintes en surface du micro-capteur, parallèlement à x, pour un gap de 200 $\mu\text{m}$ rempli d'air et une pression de 10 bars (1 MPa) .....	65
Figure 18 : Champ de températures (i) et profils parallèlement à la surface du capteur, suivant x (ii), ou verticalement, suivant z (iii), dans la partie centrale pour un gap de 50 $\mu\text{m}$ rempli d'air et différentes épaisseurs d'encrassement e .....	68
Figure 19 : Erreur commise sur la température du fluide en fonction de la résistance thermique d'encrassement pour différentes largeurs de gap remplis d'air : 25, 50 ou 100 $\mu\text{m}$ .....	70
Figure 20 : Flux utile par rapport au flux total pour différentes largeurs de gap et résistances d'encrassement avec un remplissage d'air (i) ou de SU8 (ii) .....	72
Figure 21 : Résistances thermiques dans le micro-capteur et schéma équivalent (pa : parallèle, pe : perpendiculaire, m : membrane, d : dépôt) .....	76
Figure 22 : Evolution des résistances thermiques dans la structure et du $\Delta T$ mesuré pour les gaps de 50 et 200 $\mu\text{m}$ en fonction de l'encrassement .....	78
Figure 23 : Niveaux successifs de masque (i) pour la réalisation de la puce et différents dessins envisagés (ii). On y distingue les résistances (violet), les contacts (vert), le gap (gris) .....	79
Figure 24 : Techniques de report de puces .....	81
Figure 25 : Intégration de la puce dans une pastille en acier Inox .....	83
Figure 26 : Profils de concentration, après redistribution, pour trois doses d'implantation des résistances .....	89
Figure 27 : Résistances implantées R et $R_w$ sur la partie centrale – Dessin du masque et photographie au microscope optique .....	91

Figure 28 : Vitesse de gravure (ER) en fonction du rapport de forme (AR) .....	94
Figure 29 : Gravure profonde du silicium laissant apparaître 3 largeurs de gap (100, 200 et 400 $\mu\text{m}$ ). La membrane est transparente. ....	94
Figure 30 : Phénomène d'emprisonnement de bulle lors du remplissage du gap avec la SU8 .....	97
Figure 31 : Profil de concentration ( $\text{cm}^{-3}$ ) en phosphore dans le silicium après les première et seconde implantation .....	102
Figure 32 : Observation au microscope optique (x5) de la membrane, autour de la partie centrale, en face arrière du micro-capteur.....	103
Figure 33 : Reconstitution en microscopie confocale du profil de gravure .....	104
Figure 34 : Observation au microscope confocal du gap (200 $\mu\text{m}$ ) autour de la partie centrale (i) et apparition de la membrane diélectrique aux reflets irrésés (ii).....	104
Figure 35 : Observation au MEB des profils de gravure sur une plaque de test.....	105
Figure 36 : Membrane et structure en silicium (i) et présence de silicium sur la membrane à la fin de la gravure (ii) .....	106
Figure 37 : Observation au MEB d'une membrane détériorée.....	106
Figure 38 : Positionnement sur un wafer des puces testées pour le contrôle des valeurs des résistances.....	108
Figure 39 : Caractéristiques I(V) des différents dessins de résistances pour $R_w$ (i) et $R_b$ (ii) avec la dose $10^{14} \text{ cm}^{-2}$ .....	108
Figure 40 : Pourcentage de variation des résistances en fonction de la température pour les 3 doses d'implantation [113] .....	111
Figure 41 : Schéma de principe d'utilisation du « Pressure Module ».....	113
Figure 42 : Schéma de principe du « Bulge test » - La membrane va se déformer avec l'augmentation de la pression .....	114
Figure 43 : Report des contacts sur un PCB présentant un trou avec une époxy chargée d'argent – Vue de dessus (i) et vue de profil avec la puce visible (ii) .....	117
Figure 44 : Puce reportée sur un PCB plein. Vue des 4 contacts pour la partie centrale sur une puce détériorée.....	118
Figure 45 : Température et z control pour la « techno pâte à braser » .....	119
Figure 46 : Pastille en Inox 316L conçue pour le packaging de la puce.....	120
Figure 47 : Report d'une puce sur un PCB circulaire, adapté à la pastille en inox. Vue de la face destinée à être en contact avec le fluide (i) et vue des plots pour les connexions sur le PCB en face arrière (ii).....	121
Figure 48 : Système de micro-bioréacteurs contenant la sonde FS sous un Poste de Sécurité Microbiologique (PSM). L'alimentation en liquides se fait par un système de vannes (Ev) et de pompe..	127
Figure 49 : Schéma de fonctionnement du système Tygon en mode continu sur lequel apparaît également les pompes P1, P2 et P3. ....	128
Figure 50 : Schéma du protocole en mode discontinu.....	129
Figure 51 : Schéma du pilote semi-industriel.....	130
Figure 52 : Implantation du capteur FS sur l'échangeur de chaleur tubulaire (site industriel) .....	131
Figure 53 : Evolution des paramètres expérimentaux ( $\phi$ , $T_b$ , $T_w$ ) en fonction du régime thermique ( $\phi = 1400 \text{ W/m}^2$ , $e = 0,375 \text{ mm}$ ) .....	132
Figure 54 : Evolution de la température $T_w$ , en fonction de l'épaisseur de dépôt en RTI ( $\phi = 1400 \text{ W/m}^2$ , $f = 0,05 \text{ Hz}$ et $T_b = 22,9^\circ\text{C}$ ).....	132
Figure 55 : Evolution du $\Delta T$ et de l'amplitude ( $f = 0,0125 \text{ Hz}$ ) en fonction de la densité de flux en conditions propres et encrassées .....	134
Figure 56 : Evolution du $\Delta T$ , de l'amplitude thermique A et de la moyenne temporelle de $T_w - T_b$ en fonction de la fréquence et de la résistance thermique d'encrassement ( $\phi = 1400 \text{ W/m}^2$ ) .....	135

Figure 57 : Evolution du déphasage $\phi$ en fonction de la fréquence et de la résistance thermique d'encrassement ( $\phi = 1400 \text{ W/m}^2$ ).....	136
Figure 58 : Comparaison des régimes thermiques permanent et périodique – Evolution de la différence de température, de l'amplitude et du déphasage en fonction de la résistance d'encrassement ( $\phi = 1400 \text{ W/m}^2$ et $f = 0,025 \text{ Hz}$ ou $0,05 \text{ Hz}$ en RTI).....	137
Figure 59 : Evolution de la surchauffe pariétale $\Delta T$ en RTS en fonction du temps pour 3 essais ( $\phi = 1600 \text{ W/m}^2$ ).....	138
Figure 60 : Evolution des températures $T_b$ et $T_w$ et du $\Delta T$ au cours de l'essai en bioréacteur continu ( $\phi = 1400 \text{ W/m}^2$ ).....	139
Figure 61 : Evolution du $\Delta T$ , de l'amplitude et des mesures globales ( $D_p/D_{p_0}$ et $R_h$ ) durant une phase d'encrassement laitier ( $\phi = 1800 \text{ W/m}^2$ et $f = 0,0125 \text{ Hz}$ en RTI).....	141
Figure 62 : Evolution du $\Delta T$ , ou coefficient global d'échange à la surface du capteur $1/KS$ et de la pression relative PR durant un NEP ( $\phi = 1800 \text{ W/m}^2$ ).....	142
Figure 63 : Comparaison de la mesure du capteur d'encrassement à une méthode globale sur site industriel.....	143
Figure 64 : Dispositif expérimental pour la caractérisation à l'échelle laboratoire du microsysteme (entouré en rouge).....	146
Figure 65 : Micro-capteur plongé dans l'eau d'une cuve double-enveloppe.....	147
Figure 66 : Réalisation d'un dépôt de résine sur le capteur et les échantillons « témoin ».....	147
Figure 67 : Evolution des températures, $T_{ref}$ , $T_b$ et $T_w$ et de la vitesse d'agitation en conditions propres en fonction du temps pour deux puissances différentes ( $\phi = 3900 \text{ W/m}^2$ puis $\phi = 8500 \text{ W/m}^2$ ) en régime thermique permanent.....	149
Figure 68 : Evolution des différences de température, $\Delta T_w/T_{ref}$ et $\Delta T_b/T_{ref}$ en fonction de la puissance dissipée et du nombre de Reynolds d'agitation.....	151
Figure 69 : Evolution des coefficients de convection (minimal, maximal) et du ratio flux utile sur flux nominal en fonction du nombre de Reynolds d'agitation et de la puissance de chauffe.....	152
Figure 70 : Corrélations entre invariants de similitude - Evolution du nombre de Nusselt, Nu en fonction du produit $Re.Pr^{1/3}$ .....	153
Figure 71 : Evolution des écarts de température avec la référence en fonction du nombre de Reynolds et de l'encrassement ( $\phi = 8500 \text{ W/m}^2$ ).....	155
Figure 72 : Evolution des réponses $\Delta T$ , $\Delta T_w/T_{ref}$ et $\Delta T_b/T_{ref}$ avec la résistance thermique d'encrassement ( $\phi = 8500 \text{ W/m}^2$ - $Re_{agitation} = 21000$ ).....	156
Figure 73 : Evolution de la température pariétale $T_w$ en fonction de la résistance thermique d'encrassement ( $P = 8,5 \text{ mW}$ , $f = 0,0125 \text{ Hz}$ , $Re_{agitation} = 21000$ ).....	158
Figure 74 : Evolution de la température pariétale $T_w$ en conditions propres et encrassées et application d'un modèle sinusoïdal pour le calcul de l'amplitude ( $P = 8,5 \text{ mW}$ , $f = 0,0125 \text{ Hz}$ , $Re_{agitation} = 21000$ ).....	159
Figure 75 : Evolution de l'amplitude A, de la moyenne temporelle ( $\times 2$ ) en fonction de la résistance thermique ( $\phi = 8500 \text{ W/m}^2$ , $Re_{agitation} = 21000$ ). Comparaison avec la réponse en RTS, $\Delta T_w/T_{ref}$ .....	160
Figure 76 : Evolution de la surchauffe pariétale en RTS ( $\Delta T_w/T_{ref}$ – précision : $\pm 0,05^\circ\text{C}$ ) et RTI (A – précision : $\pm 0,1^\circ\text{C}$ ) en fonction du nombre de Reynolds d'agitation pour différentes résistances thermiques d'encrassement ( $\phi = 8500 \text{ W/m}^2$ ).....	161
Figure 77 : Domaines et gammes d'utilisation des capteurs FS et microsysteme.....	168

## - Table des tableaux -

Tableau 1 : Classification des techniques et méthodes de suivi de l'encrassement.....	15
Tableau 2 : Méthodes thermiques pour le suivi de l'encrassement ayant fait l'objet d'un dépôt de brevet (1982 – 2009) .....	17
Tableau 3 : Méthodes alternatives (non thermiques) pour le suivi de l'encrassement ayant fait l'objet d'un dépôt de brevet (1997 – 2010) .....	18
Tableau 4 : Capteurs et dispositifs de suivi de l'encrassement disponibles dans le commerce (n.d. : donnée non disponible).....	21
Tableau 5 : Choix métrologique et géométrie du capteur en fonction des conditions opératoires et de la matrice fluide .....	24
Tableau 6 : Corrélations semi-empiriques pour la détermination du nombre de Nusselt .....	32
Tableau 7 : Estimation du temps de réponse pour des capteurs de dimensions différentes en fonction du nombre de Biot.....	37
Tableau 8 : Conditions initiales et aux limites pour les différents modes de fonctionnement et la résolution de l'équation de la chaleur.....	38
Tableau 9 : Résolution de l'équation de la chaleur dans le capteur en coordonnées planes.....	40
Tableau 10 : Résolution de l'équation de la chaleur dans le capteur en coordonnées cylindriques.....	42
Tableau 11 : Cahier des charges pour le microsysteme et comparaison de performances avec le capteur FS .....	48
Tableau 12 : Techniques thermiques d'analyse d'un fluide [90] .....	52
Tableau 13 : Conditions aux limites choisies pour les simulations .....	63
Tableau 14 : Contrainte maximale dans la membrane pour diverses configurations du capteur. Contraintes inférieures à la limite à la rupture en gras. ....	66
Tableau 15 : Augmentation de la température de la partie périphérique en fonction de la taille du gap, de l'épaisseur d'encrassement et du remplissage .....	69
Tableau 16 : Caractéristiques électro-thermiques d'un composant en fonction du type de dopage et de la concentration en dopants – (a)[125], (b) [126], (c) [127], (d) [128], (e) [129], (f) [130], (g) [131] .....	75
Tableau 17 : Dimensions de chaque résistance et valeur visée associée suivant la concentration d'impuretés : $10^{17}$   $10^{18}$   $10^{19}$ $\text{cm}^{-3}$ .....	80
Tableau 18 : Principales étapes du procédé de fabrication du micro-capteur .....	87
Tableau 19 : Profondeurs de jonction ( $\mu\text{m}$ ) calculées par simulation, en fonction de la température et de la durée du recuit, pour une dose de $10^{14}$ $\text{cm}^{-2}$ .....	89
Tableau 20 : Synthèse des résultats de simulation ( $E=20\text{keV}$ , recuit à $1050^\circ\text{C}$ pendant 2h) et comparaison de la résistance carrée avec les données bibliographiques (Tableau 16) .....	90
Tableau 21 : Conditions opératoires pour la gravure de la bicouche diélectrique $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$ .....	92
Tableau 22 : Conditions opératoires pour la gravure profonde du silicium .....	92
Tableau 23 : Conditions opératoires du programme d'arrêt sur membrane.....	95
Tableau 24 : Conductivité thermique des différents polymères envisagés pour le remplissage.....	96
Tableau 25 : Etapes de caractérisation du procédé de fabrication microsysteme .....	97
Tableau 26 : Résumé des caractérisations « de routine » .....	100
Tableau 27 : Valeurs de résistances visées et mesurées en fonction du dessin et de la dose d'implantation .....	109
Tableau 28 : Valeur moyenne de $R_w$ dans chaque zone du wafer .....	110
Tableau 29 : Mesure de TCR sur des résistances implantées avec une dose de $10^{13}$ $\text{cm}^{-2}$ entre $25$ et $150^\circ\text{C}$ .....	112

Tableau 30 : Analyse de la déviation standard des mesures de température en modes actif et passif (indépendamment de l'agitation) .....	150
Tableau 31: Masse de résine SU8 déposée et estimation des épaisseurs et résistances thermique générées pour les différents encrassements (nd : non disponible, SR: souillure résiduelle) .....	154
Tableau 32 : Synthèse des résultats et comparaison entre capteur FS et capteur MEMS .....	165

# - Nomenclature -

<b>Symboles</b>	<b>Grandeurs</b>	<b>Unités</b>
$A$	Amplitude thermique	°C
$a$	Diffusivité thermique	m <sup>2</sup> /s
$a_1, a_2, a_3$	Constantes	-
$C_p$	Chaleur spécifique	J/(kg.K)
$D$	Diamètre	m ou pouces
$Dp$	Perte de charge	bar
$d$	Espace inter-plaques	m
$d_z$	Distance suivant l'axe $z$	m
$e$	Epaisseur d'encrassement	m
$F_t$	Facteur correctif	-
$f$	Fréquence	s <sup>-1</sup>
$H$	Hauteur	m
$h$	Coefficient de transfert par convection	W/(m <sup>2</sup> .K)
$I$	Intensité électrique	A
$K$	Coefficient de transfert de chaleur global	W/(m <sup>2</sup> .K)
$L$	Longueur	m
$L_c$	Longueur caractéristique	m
$m$	Couple	N.m
$\mathcal{M}$	Masse	kg
$P$	Puissance	W
$PR$	Pression relative	bar
$P_m$	Périmètre mouillé	m
$p$	Pression	Pa ou bar
$p_e$	Pression d'admission	bar
$p_f$	Pression effective	bar
$Q$	Débit	m <sup>3</sup> /h ou L/h
$q$	Quantité de chaleur	W
$R_f, R_{th-s}$	Résistance d'encrassement	K.m <sup>2</sup> /W
$R_h$	Coefficient de transfert de chaleur réduit	-

$R_{th}, R_1, R_2, R_3$	Résistance thermique	K/W
$r, R$	Rayon de la sonde	m
$R$	Résistance électrique	$\Omega$
$R_0$	Résistance électrique à 0°C	$\Omega$
$R_{\square}$	Résistance carrée	$\Omega/\square$
$S$	Surface ou section de passage	m <sup>2</sup>
$T$	Température	°C ou K
$t$	Temps	s
$V$	Tension électrique	V
$v$	Vitesse	m/s
$w$	Largeur des plaques	m
$x_{ref}$	Épaisseur caractéristique du corps solide	m
$x, y, z$	Coordonnées cartésiennes	-

### Lettres grecques

$\alpha$	Coefficient de température du premier ordre	ppm/°C
$\beta$	Coefficient de température du second ordre	ppm/(°C) <sup>2</sup>
$\beta_n$	Racines d'une équation transcendante de la forme $G(Bi, \beta_n) = 0$	-
$\Delta$	Ecart	-
$\Delta T_{Ln}$	Moyenne logarithmique des différences de température	°C
$\Delta T_b$	Ecart de température par rapport à $T_b$	°C
$\zeta$	Facteur géométrique	-
$\phi$	Déphasage	s
$\varphi$	Densité de flux	W/m <sup>2</sup>
$\sigma$	Contraintes	Pa
$\rho$	Masse volumique	kg/m <sup>3</sup>
$\lambda$	Conductivité thermique	W/(m.K)
$\tau_p$	Contrainte pariétale	Pa
$\mu$	Viscosité dynamique	Pa.s
$\omega$	Pulsation	rad.s <sup>-1</sup>

## Nombres adimensionnels

$Bi$	Nombre de Biot
$F/2$	Facteur de frottement
$Fo$	Nombre de Fourier
$Nu$	Nombre de Nusselt
$Pr$	Nombre de Prandtl
$Re$	Nombre de Reynolds
$x'$	Position adimensionnée
$\theta$	Température adimensionnée
$\theta^*$	Potentiel de transfert normé réduit

## Indices

<i>active</i>	Surface active du capteur
<i>b</i>	Produit ( <i>bulk</i> )
<i>c, f</i>	chaud, froid
<i>d</i>	Dépôt
<i>ec, ef</i>	entrée chaud, entrée froid
<i>h</i>	hydraulique
<i>int</i>	Interne
<i>l</i>	Défini sur la longueur
<i>m</i>	membrane
<i>pa, pe</i>	parallèle, perpendiculaire
<i>périphérique</i>	Partie périphérique du capteur
<i>sc, sf</i>	sortie chaud, sortie froid
<i>Si</i>	Silicium
<i>0</i>	Initial ou propre
<i>T</i>	Tube
<i>x</i>	Défini en une position
<i>w</i>	Paroi ( <i>wall</i> )

## - Introduction -

« Ce monde est pénétré des applications de la mesure ; toute connaissance, non mesurable, est frappée d'un jugement de dépréciation. Le nom de « science » se refuse de plus en plus à tout savoir intraduisible en chiffre. » C'est ainsi que Paul Valéry, en 1982, souligne le rôle croissant de la mesure. Aujourd'hui, cette déclaration est plus que jamais d'actualité tant la mesure et les capteurs, qui la permettent, nous entourent.

Destinés à transformer une grandeur physique en un signal exploitable par les systèmes, les capteurs servent des fonctions de simple affichage, de contrôle, d'alarme, etc. Ils se multiplient et accroissent la quantité et la qualité des informations fournies, dans un monde où la technologie se fait indispensable.

Cette multiplication des capteurs s'explique par différents objectifs d'information des usagers, de commande et de sécurité des installations. Le capteur est l'élément indispensable permettant le contrôle d'un système par des automatismes locaux ou, en coopération avec d'autres capteurs, pour des contrôles plus complexes mettant en œuvre des techniques de fusion de données multi-sensorielles. Un capteur doit répondre à des exigences de performances, de précision par exemple mais aussi de stabilité, de fidélité, de fiabilité car ils sont à la base de la maîtrise des systèmes artificiels.

Les industries, pour l'amélioration de la production, pour réduire les coûts, pour limiter les risques sanitaires et environnementaux, se dotent d'un nombre croissant de capteurs qui sont eux-mêmes de plus en plus performants. Cette évolution est générale : elle s'ouvre sur le concept d' « intelligence ambiante » où les objets, les systèmes et les hommes peuvent échanger des messages à volonté et construire rapidement des applications très diverses et complexes avec d'excellentes performances. Dans le champ des capteurs, l'innovation joue un rôle important en apportant des réponses à des besoins non satisfaits ou non exprimés à un temps donné. Un enjeu important dans le monde industriel est la conduite optimale des procédés de production.

Nous nous intéresserons plus particulièrement ici aux industries de l'eau, aux industries agroalimentaires, biotechnologiques, chimiques ou pétrochimiques, pour lesquelles la mesure est omniprésente. Nous allons voir que l'apport de nouveaux types de mesure et la multiplication des contrôles ont un intérêt indéniable.

Les travaux, qui ont été réalisés dans le cadre de cette thèse, trouvent naissance dans une innovation de l'Institut National de la Recherche Agronomique (INRA). Des recherches menées au début des années 2000 ont conduit à la mise au point d'un capteur prototype permettant le contrôle en continu et en ligne du niveau d'encrassement d'un équipement. Cette innovation est dite « de rupture » car elle peut permettre, à terme, le remplacement des techniques actuellement utilisées dans les installations industrielles. Consciente de cela, en 2006, l'entreprise Neosens a acquis une licence d'exploitation exclusive sur le capteur conçu par l'INRA afin de développer et commercialiser le produit.

Les travaux de thèse qui vont être présentés ont été menés en collaboration entre le partenaire industriel, Neosens et trois entités académiques : le Laboratoire d'Ingénierie des Systèmes Biologiques et des Procédés (LISBP) basé à l'INSA de Toulouse, le Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes (LAAS), unité de recherche propre du CNRS et le Centre Interuniversitaire de Recherche et d'Ingénierie des Matériaux (CIRIMAT) basé sur le campus de l'Université de Toulouse.

Notre travail vise deux objectifs majeurs. Le premier doit permettre la mise au jour d'un capteur d'encrassement en utilisant les technologies microsystèmes. Le second vise la validation d'un nouveau mode de fonctionnement et d'une méthode pour le contrôle de l'encrassement. Nous avons choisi de présenter et développer nos recherches en quatre parties.

Le premier chapitre présente un état de l'art de l'ensemble des techniques utilisées pour la mesure de l'encrassement. Après avoir donné une définition de l'encrassement, nous montrerons quelles sont les industries touchées par ce fléau et en quoi la mise à disposition d'un capteur de mesure, en ligne et en continu, est d'un intérêt à la fois économique, sanitaire et environnemental. Nous nous attacherons ensuite à détailler les techniques conventionnellement utilisées pour la détection de l'encrassement. Nous montrerons qu'elles peuvent reposer sur des principes et des grandeurs physiques bien différents. Nous nous focaliserons sur les méthodes et capteurs brevetés et, plus particulièrement, sur ceux reposant, sur un principe thermique. Un inventaire de la concurrence industrielle en matière de mesure d'encrassement nous permettra de mettre en avant l'intérêt croissant que l'on porte à ce type de mesure mais aussi les limites de toutes les méthodes qui auront été décrites.

Le capteur dont sont issus nos travaux, dénommé FS, sera ensuite présenté en détails : sa géométrie, son principe et son mode de fonctionnement. Composé d'un élément chauffant et de deux capteurs de température, son mode de fonctionnement actuel, en régime thermique

permanent, réside dans la mesure d'une différence entre la température de la zone située dans le flux thermique et celle du fluide. Pour la compréhension des phénomènes thermiques mis en jeu au sein et autour du capteur, nous avons consacré une partie à l'analyse locale des transferts thermiques. Nous détaillerons les phénomènes de transfert mis en jeu, en fonction de l'écoulement et de la géométrie du capteur. Nous verrons ainsi que la réduction des dimensions, en diminuant l'inertie du capteur, peut améliorer son temps de réponse et permettre d'atteindre de meilleurs coefficients de transfert. Pour finir, nous poserons les bases d'un nouveau mode de fonctionnement et d'une méthode pour la mesure de l'encrassement. Nous expliquerons en quoi elle peut se révéler plus appropriée que ce qui existe aujourd'hui.

Enfin, nous ferons apparaître les enjeux de notre travail, les avantages que peut apporter la réduction des dimensions et nous présenterons les attentes et les contraintes que nous nous sommes fixés à travers l'exposé du cahier des charges du micro-capteur d'encrassement.

Le deuxième chapitre concerne la conception de la puce électronique. Nous présenterons les travaux consacrés à la miniaturisation du capteur, ses spécifications et les étapes de sa conception. L'enjeu de notre travail est d'obtenir une puce complète avec tous les composants utiles et d'en définir le procédé de fabrication. Nous aurons des choix à faire à propos du dessin de la puce puis des éléments qui vont la constituer : un élément chauffant et deux capteurs de température isolés thermiquement l'un de l'autre. Plusieurs structures seront explorées mais les critères scientifiques et technologiques nous permettront de nous orienter vers une structure en particulier. Un aperçu de l'état de l'art sur les techniques d'isolation thermique en technologies microsystèmes nous permettra d'opter pour une solution structurelle pour notre capteur, permettant la mesure indépendante des deux températures.

Des simulations mécaniques et thermiques ont été réalisées pour optimiser la structure. Ainsi, sera évaluée d'une part la résistance mécanique du micro-capteur en fonction de son dimensionnement et de sa structure et sera validé d'autre part le choix d'isolation thermique au sein du capteur.

Ensuite, nous nous interrogerons sur le type de technologies à utiliser pour réaliser l'élément chauffant et les deux capteurs de température. Nous justifierons notre choix par le fait de vouloir réaliser un capteur sensible, avec des limites de détection et de quantification les plus faibles et précises possibles. Une fois la structure et les éléments constitutifs arrêtés, nous dessinerons les masques pour les étapes de fabrication des composants. La puce, en temps que telle, n'aura que peu d'intérêt si elle n'est pas correctement montée sur un support.

Aussi, il faudra anticiper comment créer une interface d'une part avec le fluide et d'autre part avec la chaîne de mesure. Les étapes de report de composants ainsi que le *packaging* dans un élément adéquat seront décrits dans cette partie.

Dans le troisième chapitre, nous détaillerons le procédé complet de fabrication du micro-capteur. Au-delà de présenter une vue d'ensemble des différentes étapes, nous détaillerons celles qui sont importantes et celles qui ont nécessité le plus de travail et d'ajustements. Ainsi, si le choix d'une technologie pour la fabrication des éléments sensibles sur le capteur a été fait au chapitre précédent, il sera nécessaire, dans ce chapitre, de connaître les réglages à faire sur le procédé, grâce à une étape de simulation. De même, la réalisation de l'isolation thermique est un point important et le point le plus critique de la fabrication. Nous verrons comment nous avons procédé pour valider un procédé efficace et reproductible en effectuant des contrôles au cours de la fabrication. Nous vérifierons chacune des étapes avec les moyens mis à notre disposition : observations visuelles, mesures électriques, microscopie électronique, etc.

Une fois la puce fabriquée, elle sera testée, découpée et montée sur un support pour réaliser le report des contacts électriques. Nous la placerons ensuite dans un élément, adapté aux contraintes thermiques, mécaniques et chimiques définies dans le cahier des charges, qui permettra de réaliser l'interface avec le milieu de mesure mais aussi avec la partie électrique et l'afficheur de données.

Le chapitre 4 comprendra l'ensemble des résultats expérimentaux relatifs à l'utilisation des capteurs. Dans un premier temps, nous présenterons la méthode que nous avons suivie pour valider le fonctionnement du capteur en régime thermique périodique. Ce fonctionnement présente plusieurs intérêts, ce que nous montrerons. La validation sera faite aux échelles laboratoire, pilote et industrielle.

Dans un second temps, notre analyse se focalisera sur la structure microsysteme intégrée sur un support adapté. Les caractéristiques métrologiques, en régimes thermiques permanent et périodique, seront déterminées à l'échelle laboratoire.

Enfin, préalablement à la conclusion, une comparaison et une discussion des capteurs FS et microsysteme sur la base de leur structure, de leur mode de fonctionnement et de leurs limites métrologiques (sensibilité, limite de détection et limite de quantification maximale) seront menées à la lumière des domaines d'application envisagés et du cahier des charges défini dans le chapitre 1.

# - Chapitre 1 : Etat de l'art -

## 1.1 L'encrassement dans les procédés industriels

Le chapitre développe la motivation fondamentale de notre travail : la détection de l'encrassement dans les équipements industriels. Nous en donnons ci-dessous la définition et présentons les méthodes les plus usitées pour le détecter.

En anticipant sur nos choix technologiques de capteurs basés sur les échanges thermiques, nous introduisons les fondements théoriques qui supportent nos développements et les objectifs que nous nous sommes donnés pour la miniaturisation du capteur.

### 1.1.1 L'encrassement : définition

L'encrassement se définit comme le dépôt ou l'accumulation de matériaux ou de substances indésirables sur une interface. Il apparaît aujourd'hui comme étant un problème majeur dans les industries de procédés [1] et reste au premier plan des préoccupations des industriels du secteur des équipements de transferts thermiques [2, 3]. C'est un phénomène encore mal compris pour lequel l'empirisme demeure le moyen le plus couramment utilisé pour sa connaissance en termes de nature et d'importance.

Selon la classification établie en 1978 [4], il existe cinq grands types d'encrassement :

- L'encrassement par réaction chimique est le résultat d'une réaction chimique ou électrochimique sur une surface. Les produits de cette réaction qui se déposent forment l'encrassement.
- L'encrassement biologique ou biofilm est dû à l'apparition et à la croissance de micro-organismes (bactéries, algues, champignons) sur une interface. Cet ensemble de micro-organismes est généralement emprisonné dans une matrice de polymères organiques elle-même adhérente à une surface.
- La corrosion est un cas particulier de l'encrassement par réaction chimique pour lequel la réaction se fait entre la surface en contact et le fluide en écoulement.

- L'entartrage est généralement associé à la production d'un solide cristallin à partir d'une solution liquide. Il est donc directement corrélé à la composition des eaux industrielles.
- L'encrassement particulaire résulte d'une accumulation sur une surface de particules en suspension véhiculées par un fluide en écoulement, notamment dans les circuits des tours de refroidissement.

Quel que soit le type d'encrassement, son importance en épaisseur – de quelques micromètres à quelques centimètres – et sa cinétique de croissance – de quelques secondes à quelques années – sont très variables d'un procédé à l'autre et varient principalement en fonction de la composition du fluide en écoulement, de l'intensité des transferts thermiques mis en jeu à proximité de l'interface considérée et des régimes d'écoulement.

Les conséquences de l'encrassement d'un équipement sont très variées [5, 6]. Nous citerons ici quelques exemples concrets concernant les encrassements biologiques et organiques.

Dans les circuits de refroidissement de nombreuses industries (centrales nucléaires, industries de la microélectronique, etc.), la formation d'un encrassement a des conséquences qui peuvent être différentes suivant la nature du dépôt. Un entartrage des surfaces des conduites a pour conséquence directe la réduction des transferts de chaleur et donc une mauvaise régulation thermique d'un procédé. Un encrassement biologique aura, dans le cas de tours aéroréfrigérantes, des conséquences désastreuses sur la santé publique à partir du moment où le micro-organisme considéré est pathogène pour les êtres vivants. Citons le cas de *Legionella pneumophila* à l'origine de la légionellose qui est un problème de santé publique. Il existe plus de 13500 tours aéroréfrigérantes [7] en France donc les enjeux économiques et sanitaires sont énormes. Les efforts du gouvernement pour lutter contre ce fléau sont importants. Le biofilm se développant dans les circuits de refroidissement peut renfermer des micro-organismes pathogènes, il est important de bien connaître la cinétique de formation et de développement de cet encrassement afin de le contrôler voire l'éradiquer. Le nombre de laboratoires travaillant sur les biofilms et le nombre de programmes de recherche témoignent de l'intérêt socio-économique porté au sujet. Ainsi, de nombreux projets ont vu le jour en vue de travailler dans cette perspective. Le projet européen SAFER (Surveillance and control of microbiological stability in drinking water distribution networks), coordonné par le LPCME de Nancy de 2002 à 2006, en est un exemple. Il a permis la mise en commun des compétences en microbiologie et en physico-chimie de sept laboratoires européens, du centre

de recherche « Anjou Recherche » et de Veolia Eau. Son ambition était le développement d'outils d'alerte destinés à la surveillance de la qualité des eaux potables dans les circuits d'eau notamment par la détection et le suivi des biofilms. Ainsi, la surveillance d'une installation permet, à plus grande échelle, la surveillance de l'exposition de la population à un micro-organisme particulier.

Outre les circuits de refroidissement, les biofilms posent des problèmes dans les industries agroalimentaires. On les retrouve dans tous les secteurs : laiteries, brasseries, sucreries, etc. L'encapsulation des micro-organismes dans une gangue polymère leur confère une résistance importante aux agents extérieurs. Pour lutter contre cela, il faut agir en empêchant la colonisation d'une surface par les micro-organismes ou par leur élimination. On comprend alors aisément l'utilité d'un outil de détection et de suivi de l'encrassement en temps réel.

En outre, un biofilm est un facteur induisant la corrosion (MIC pour *Microbial Induced Corrosion*). Ce processus a pour effet d'accélérer l'altération des équipements.

L'encrassement d'un équipement peut conduire à l'obstruction totale des conduites. Dans une moindre importance, il induit des pertes de charge en diminuant la section de passage des canalisations, ce qui n'est pas sans poser de problèmes en termes de régulation et de contrôle des procédés.

Enfin, dans les échangeurs de chaleur (tours aérorefrigérantes, échangeurs de chaleur à plaques, etc.), l'encrassement altère les transferts thermiques. Il constitue lui-même une résistance thermique au transfert de chaleur d'un fluide à un autre et diminue en particulier le coefficient d'échange par convection à l'interface liquide/solide. C'est un réel problème pour les industries de procédés.

### **1.1.2 Intérêts économiques et environnementaux du contrôle de l'encrassement**

Les coûts liés à l'encrassement des seuls échangeurs de chaleur avoisinaient selon les études de 700 millions d'euros par an pour le monde [8] à 5 milliards de dollars par an pour les seuls USA [9]. L'intérêt pour un industriel de contrôler l'encrassement apparaît alors comme une évidence. Le coût économique est dû à plusieurs éléments. Pour limiter les pertes de charge voire le colmatage des conduites, certains industriels sont amenés à surdimensionner les équipements en augmentant la section de passage. C'est, dans ce cas, la

conception de l'équipement qui présente un coût non négligeable. De plus, dans les industries agroalimentaires, les arrêts de production pour le nettoyage des installations et l'utilisation de solutions de nettoyage sont onéreux.

Les conséquences de l'utilisation de produits de nettoyage ont un impact environnemental que l'on ne peut négliger dans un monde qui se veut de plus en plus propre. De même, la dégradation des transferts thermiques, outre l'augmentation de la consommation énergétique (perte économique et énergétique) d'une installation, a un impact environnemental indéniable. On montre que la consommation d'énergie devient d'ailleurs de plus en plus coûteuse dans les opérations de transfert de chaleur (Figure 1) [10].



*Figure 1 : Encrassement biologique sur un échangeur de chaleur [10]*

La formation d'un dépôt dans les industries agroalimentaires (IAA) vient perturber les transferts de chaleur notamment durant les opérations de pasteurisation ou de stérilisation ; dans ce cas, le traitement thermique, la transformation et la qualité du produit fini peuvent être altérés. De même, un capteur de température encrassé peut donner des informations erronées si son inertie augmente avec la formation d'un encrassement à sa surface ou s'il est placé dans des zones mortes ou de recirculation. Le traitement des informations fournies aboutira à une mauvaise régulation thermique du procédé, à une surchauffe du fluide augmentant dans le même temps l'importance des phénomènes d'encrassement [11].

Nous avons alors deux possibilités pour répondre aux problèmes de l'encrassement :

- La détection et le contrôle de l'encrassement d'un équipement pour en assurer un suivi et adapter les opérations de façon optimale afin de le supprimer.
- La recherche d'un traitement approprié évitant la formation de dépôts ou l'élimination quand cela est nécessaire.

C'est la première solution que nous allons explorer : la détection et le contrôle de l'encrassement.

## 1.2 Méthodes pour le suivi de l'encrassement

### 1.2.1 Etat de l'art des technologies existantes

Nous venons de voir que la connaissance de l'état d'encrassement des équipements est d'un intérêt économique, sanitaire et environnemental. Les méthodes dont nous disposons à l'heure actuelle sont très variées. Elles sont basées sur des principes thermique, mécanique, optique, électrique, ultrasonore, rhéologique ou chimique [12-16]. Ces techniques peuvent s'avérer plus ou moins satisfaisantes (mesures globales ou locales, précision et robustesse de la mesure, capacité à estimer l'épaisseur de dépôt), mais présentent parfois l'inconvénient d'être complexes dans leur conception ou dans leur mise en œuvre.

Les méthodes peuvent reposer sur :

- la détermination de la résistance thermique par des sondes de température [17] ou des fluxmètres [18-20],
- la réduction de la section de passage à cause de l'encrassement, entraînant une perte de charge linéique [17, 21],
- la pesée des équipements [22, 23],
- la variation des propriétés optiques [24] que l'on peut mesurer par turbidimétrie [25, 26], spectrophotométrie [27-29] ou par la mesure de transmission ou réflexion lumineuse [30],
- la mesure de résistance électrique [31], de capacité électrique [32, 33] ou une mesure électrochimique [34-36],
- la mesure par des méthodes ultrasonores [37-44],
- la mesure d'un débit : dans un capteur avec une aspiration de fluide, le débit mesuré est alors fonction de sa distance par rapport à une surface. Cette technique pneumatique permet d'estimer l'épaisseur d'un dépôt [45],
- les techniques de comptage direct sur coupons de micro-organismes,
- la mesure de l'activité métabolique d'un biofilm [46]. Un exemple de technique est la mesure de l'ATP [47], fréquemment associée aux biopuces.

Dans le cas des IAA, le traitement thermique est une opération unitaire des plus fréquentes. Les échangeurs de chaleur sont ainsi des équipements primordiaux. Jusqu'aujourd'hui, deux méthodes ont été privilégiées pour le suivi et le contrôle du niveau d'encrassement de ces équipements [48].

- La première méthode concerne le suivi des performances hydrauliques du procédé dans laquelle le paramètre mesuré est la perte de charge. La méthode consiste à prendre en compte le comportement hydraulique de l'échangeur de chaleur. En présence d'encrassement, la réduction du diamètre hydraulique de l'échangeur  $D_h$  se traduit par une augmentation de la puissance de pompage nécessaire au maintien du débit du fluide traité. En pratique, la perte de charge permet de suivre l'encrassement via la réduction de la section de passage [17, 21, 49, 50]. L'analyse des performances thermiques et hydrauliques d'un procédé conduit à des corrélations théoriques ou plus généralement semi-empiriques entre certains invariants de similitude. Ces corrélations permettent de prédire les performances des appareils quels que soient leur taille, les conditions opératoires retenues, les fluides testés et leur comportement rhéologique.

$$\left(\frac{F}{2}\right)_{global} = \left(\frac{\xi}{Re} + \frac{a_1}{Re^{a_2}}\right) \text{ avec } F/2 = \frac{\tau_p}{\rho v^2}, \tau_p = \frac{Dp \cdot D_h}{4L} \text{ et } D_h = \frac{4S}{P_m}$$

(Equation 1)

La courbe de frottement d'un échangeur à plaques peut être décrite localement par une somme de deux termes, où  $F$  est un facteur de frottement et  $\zeta$  un facteur géométrique. Le diamètre hydraulique  $D_h$  est caractérisé par la géométrie du canal où passe le fluide et le canal de l'échangeur à plaques est assimilé à un canal rectangulaire, soit :

$$D_h = \frac{2 \cdot w \cdot d}{w + d}$$

(Equation 2)

En considérant l'espace inter-plaques  $d$  négligeable devant la largeur  $w$  (plaques planes parallèles infinies), on obtient :  $D_h = 2d$ . Le nombre de Reynolds, que nous introduirons plus tard, est supposé indépendant de l'espace entre les plaques et défini par l'équation suivante en régime turbulent :

$$Re = \frac{2 \cdot Q \cdot \rho}{\mu w} \quad (\text{Equation 3})$$

En supposant que la courbe de frottement reste identique que l'échangeur soit encrassé ou non, on démontre que l'épaisseur moyenne de l'encrassement peut être déterminée par la relation suivante :

$$\frac{2e}{D_{ho}} = \frac{D_{ho} - D_h}{D_{ho}} = 1 - \left( \frac{Dp_0}{Dp} \right)^{1/3} \quad (\text{Equation 4})$$

La mesure de la perte de charge permet donc d'évaluer l'épaisseur moyenne du dépôt sur la base de variables hydrauliques. Cependant, il semble qu'il faille rester prudent quant à l'utilisation de la relation précédente à des fins de prédiction de quantités de dépôts. Il a été démontré [14, 21] une hétérogénéité de la masse de dépôt en fonction de la technologie, du profil de température et du régime d'écoulement. En effet, la perte de charge peut évoluer très différemment lors d'essais effectués dans les mêmes conditions. Ce phénomène est souvent expliqué par un colmatage accidentel et hétérogène de différentes parties de l'échangeur (entrée et sortie de canaux).

- La seconde méthode repose sur la mesure du coefficient global de transfert de chaleur de l'échangeur. La résistance thermique du dépôt peut être calculée et son épaisseur moyenne estimée par comparaison entre les valeurs du coefficient de transfert de chaleur en conditions propres et en présence d'encrassement. Quelques hypothèses classiques mais essentielles servent de base pour l'étude thermique des échangeurs de chaleur. Considérons un échangeur à plaques à contrecourant muni d'une paroi d'échange  $S$  avec d'un côté un fluide chaud, dit caloporteur, entrant à une température  $T_{ec}$  et de l'autre un fluide froid dit calo-récepteur entrant à une température  $T_{ef}$ . Les hypothèses formulées par Kern [51] sont retenues : la constance, le long de l'échangeur, du coefficient de transfert de chaleur global  $K$ , des débits volumiques des

fluides  $Q_c$  et  $Q_f$ , des chaleurs spécifiques  $C_{pc}$  et  $C_{pf}$ , et l'absence de changement de phase et de déperditions thermiques. Le bilan thermique de l'échangeur s'écrit à partir de la quantité de chaleur cédée par le fluide chaud, reçue par le fluide froid et échangée au travers de la surface d'échange. La configuration contre-courant/co-courant d'un échangeur de chaleur à plaques n'est jamais "parfaite" contrairement à un échangeur tubulaire. Son efficacité s'en trouve réduite à cause des échanges à co-courant intervenant au sein de l'échangeur. Pour prendre en compte la portion d'échange à co-courant au sein de l'échangeur, un facteur correctif  $F_t$  a été introduit dans le bilan d'échange thermique, lui-même dépendant de trois paramètres, le rapport de capacité calorifique, l'efficacité thermique et le nombre de passes équivalent.

$$P = Q_c \cdot \rho_c \cdot C_{pc} \cdot (T_{ec} - T_{sc}) = Q_f \cdot \rho_f \cdot C_{pf} \cdot (T_{sf} - T_{ef}) = KSF_t \Delta T_{Ln} \quad (\text{Equation 5})$$

Avec :

$$\Delta T_{Ln} = \frac{(T_{sc} - T_{ef}) - (T_{ec} - T_{sf})}{\ln\left(\frac{(T_{sc} - T_{ef})}{(T_{ec} - T_{sf})}\right)} \quad (\text{Equation 6})$$

D'où :

$$\frac{1}{K} = \frac{1}{h_f} + \frac{e}{\lambda} + \frac{e_T}{\lambda_T} + \frac{1}{h_c} \quad (\text{Equation 7})$$

L'estimation du coefficient global d'échange nécessite le calcul des coefficients de convection  $h_f$  et  $h_c$ . Ces derniers devront être estimés à partir des corrélations semi-empiriques permettant de prédire les performances thermiques.

L'existence d'une cinétique d'encrassement aura un impact à la fois sur les performances thermiques et hydrauliques du procédé. La surchauffe d'un liquide faiblement conducteur thermique adjacent à une surchauffe chaude peut générer un brûlage ou une dégradation des fluides, et est à l'origine de l'encrassement des échangeurs de chaleur. Lorsque l'encrassement se produit, il génère une résistance thermique qui induit une diminution du coefficient global d'échange. Deux méthodes

sont utilisées pour maintenir le traitement thermique du fluide lorsque l'encrassement apparaît :

- une augmentation du débit de circulation dans la boucle secondaire en fonction du temps qui induit une diminution de la différence de température  $T_{ec}-T_{sc}$  et donc une augmentation de la moyenne logarithmique des différences de température  $\Delta T_{Ln}$ ,
- une augmentation de la température d'entrée de la boucle chaude avec le temps, ce qui entraîne une augmentation de  $\Delta T_{Ln}$  alors que le coefficient d'échange  $h$  diminue. Si une épaisseur moyenne de dépôt  $e$  est considérée, l'expression du coefficient global d'échange peut se simplifier comme suit en considérant les conditions initiales :

$$\frac{1}{K} = \frac{1}{K_0} + \frac{e}{\lambda} \quad (\text{Equation 8})$$

Dans chaque cas, l'impact de l'encrassement peut être caractérisé à travers différents paramètres globaux tels que le coefficient de transfert de chaleur réduit  $R_h$ , la résistance d'encrassement  $R_f$  et le nombre de Biot  $Bi$  que l'on va définir plus tard.

$$R_h = \frac{1}{\left(\frac{K}{K_0}\right)} ; R_f = \frac{1}{K} - \frac{1}{K_0} \text{ et } Bi = \frac{K_0}{K} - 1 = K_0 \frac{e}{\lambda}$$

(Equations 9, 10 et 11)

L'estimation de l'épaisseur de dépôt nécessite d'une part, de calculer le coefficient global d'échange via la mesure des débits et des températures d'entrée et de sortie des fluides caloporteur et calorécepteur, et d'autre part, d'estimer ou connaître la conductivité thermique du dépôt généré.

Les évolutions des variables brutes ( $\Delta P$ ,  $K$ ,  $\Delta T$ ) ou réduites ( $\Delta P/\Delta P_0$ ,  $R_h$ ) traduisent de manière distincte l'impact de l'encrassement. Cependant, les mesures globales peuvent traduire un même phénomène de manières différentes. Les pertes de charge sont utiles pour caractériser les modifications géométriques dans les canaux lorsque l'encrassement se produit, mais la perte de charge totale intègre l'ensemble des accidents hydrodynamiques le long de l'échangeur. Puisque l'évolution de la perte de charge en fonction du temps peut être

totale­ment différente pour des essais menés dans les mêmes conditions, le coefficient de transfert global apparaît comme la variable la plus représentative de l'encrassement se formant sur la surface d'échange. Toutefois, le coefficient global d'échange représente une valeur moyennée sur la surface d'un coefficient d'échange local. Les estimations de quantité de dépôt à partir des mesures globales ne pourront être que des valeurs moyennes parfois contradictoires ou non représentatives de l'encrassement local. En effet, un encrassement local important se traduira par une forte réduction de la section de passage mais ne représentera qu'une résistance thermique très locale et négligeable par rapport à l'ensemble de la surface d'échange. Une dérive importante de la perte de charge sera observée alors que le coefficient global d'échange sera peu modifié. Dans les deux cas, l'estimation de l'épaisseur de dépôt sera biaisée car moyennée sur l'ensemble de la surface d'échange. Selon Duffau et al. [12] et Perez [52] les mesures globales thermiques et hydrauliques sont des méthodes largement utilisées depuis plusieurs décennies mais relativement complexes et peu précises. L'estimation d'une épaisseur moyenne de dépôt sera donc sujette à caution et discussion. La complexité géométrique et hydraulique des échangeurs de chaleur requière donc une investigation plus fine et locale de l'encrassement par une méthode de mesure spécifique in-situ.

D'autres méthodes existent. Les mesures de transformation d'un produit, reposant sur un principe thermique, sont aussi largement répandues. Ainsi, durant les 25 dernières années, la technique du fil chaud a été étudiée et validée comme une méthode adaptée pour contrôler la coagulation du lait ou suivre la gélification de macromolécules alimentaires [53-59]. La plupart de ces systèmes étaient similaires et ont été employés pour suivre ou contrôler un changement physique durant une réaction (gélification, coagulation, solidification ou point de fusion) dans un procédé alimentaire. Le fil chaud, généralement un fil de platine, est plongé dans le milieu et est utilisé simultanément comme une source de chaleur et pour un contrôle de température. Une dérive du coefficient de transfert thermique (variation du nombre de Nusselt  $Nu$ ) au voisinage du fil se traduit par une variation de la température moyenne du fil chaud [56]. Cependant, ces méthodes ne sont pas appropriées pour suivre en ligne et en continu la viscosité. En revanche la méthode du fil (mesure de la température du fil) est appliquée pour la détermination de la conductivité thermique de produits alimentaires solides. C'est cette technique qui est à l'origine d'un capteur et d'une méthode [60] que nous ne ferons ici que mentionner et qui sera détaillée plus loin : la mesure thermique différentielle. Le capteur, grâce à la mesure de la température du fluide et à la mesure de la température à sa

surface traversée par une densité de flux de chaleur connue, donne une information sur le degré d'encrassement d'une installation.

L'ensemble des techniques décrites jusqu'ici sont classées dans le Tableau 1. Elles sont différenciées suivant leur niveau de développement (recherche ou industriel), le type d'information fourni (mesure locale ou globale, directe ou indirecte, en ligne ou après un arrêt du procédé) et suivant le type de capteur utilisé (intrusif ou non).

			Niveau de développement	Mesures			Méthode/Capteur
Méthodes	Thermiques	Capteur de température	Industriel	Globale	En ligne	Indirecte	Intrusif
		Fluxmètre	Industriel	Locale	En ligne	Indirecte	Non intrusif
		Fil chaud	Laboratoire	Locale	En ligne	Indirecte	Intrusif
		Mesure thermique différentielle	Industriel	Locale	En ligne	Indirecte	Intrusif
	Mécaniques	Perte de charge	Industriel	Globale	En ligne	Indirecte	Non intrusif
		Pesée des équipements	Laboratoire	Globale	Hors ligne	Directe	Intrusif
	Optiques	Intensité lumineuse (turbidimètre)	Laboratoire	Locale	En ligne	Indirecte	Non intrusif
		Emission ou absorption (spectrométrie, bioluminescence, fluorométrie)	Laboratoire	Locale	En ligne	Indirecte	Non intrusif
		Réflexion lumineuse (fibre optique)	Industriel	Locale	En ligne	Indirecte	Non intrusif
	Electriques	Mesure électrochimique	Industriel	Locale	En ligne	Indirecte	Intrusif
		Résistance ou conductivité électrique	Laboratoire	Locale	En ligne	Indirecte	Intrusif
		Mesure de capacité électrique	Laboratoire	Locale	En ligne	Indirecte	Intrusif
	Ultrasonores	Réflexion d'ondes acoustiques	Laboratoire	Locale	En ligne	Indirecte	Non intrusif
		Mesure de fréquence de résonance (microbalance à quartz)	Laboratoire	Locale	En ligne	Indirecte	Intrusif
	Biologiques	Comptage	Industriel	Locale	Hors ligne	Directe	Intrusif
		Mesure de l'activité biologique	Industriel	Locale	En ligne	Indirecte	Intrusif

Tableau 1 : Classification des techniques et méthodes de suivi de l'encrassement

Les techniques énumérées présentent des inconvénients divers ; nous en citons ici quelques exemples :

- Elles peuvent être complexes dans leur mise en œuvre et difficilement applicables dans un environnement industriel (pesée des équipements, comptage de micro-organismes, mesures optiques nécessitant des équipements transparents, etc.).

- Les mesures globales, comme leur nom l'indique, ne permettent pas de connaître précisément le niveau d'encrassement dans les zones critiques (coudes, zone d'échange de chaleur, etc.).
- Leur niveau de développement n'est pas encore assez avancé pour une utilisation dans les industries de procédés (mesures acoustiques, mesures de résistance ou de capacité électrique).

Nous allons voir dans ce qui suit quelles sont les techniques qui peuvent faire l'objet d'une application industrielle et pour lesquelles un brevet a été déposé ainsi que les techniques de mesure de l'encrassement qui font déjà l'objet d'un développement industriel.

### 1.2.2 Les techniques de suivi de l'encrassement brevetées et la concurrence industrielle

Les brevets sont déposés le plus souvent par des industriels ou des centres techniques mais peuvent l'être par des universités ou autres entités académiques. Ils reposent essentiellement sur des principes thermiques, optiques, électrochimiques ou acoustiques. Nous nous limiterons ici à présenter, dans le Tableau 2, un inventaire des brevets déposés relatifs aux méthodes de contrôle de l'encrassement par un principe thermique.

Référence du brevet (date)	Principe	Titres
US 4,339,945 (1982)	Thermique	Process and apparatus for testing fluids and fouling
US 4,346,587 (1982)	Thermique	Process and apparatus for testing fluids for fouling and antifouling protocol
US 4,383,438 (1983)	Thermique	Fouling test apparatus
US 4,718,774 (1988)	Thermique	Scale monitoring means and methods
WO/1992/015866 (1992)	Thermique	Fouling probe
US 5,174,654 (1993)	Thermique	Heat exchanger efficiency monitor
WO/1995/016890 (1995)	Thermique	Dual tube fouling monitor and method
GB 2,292,607 (1996)	Thermique	Dynamic fouling test procedure
US 5,590,706 (1997)	Thermique	On-line fouling monitoring for service water system heat exchangers.
US 5,992,505 (1999)	Thermique	Fouling monitoring apparatus of heat exchanger and method thereof
US 6,062,069 (2000)	Thermique	High temperature fouling test unit
WO 00/43762 (2000)	Thermique	Method and device for detecting the formation of a material deposit on a heat flow sensor

US 6,227,045 (2001)	Thermique	Groundwater flow measuring system
US 6,475,394 (2002)	Divers dont thermique	Pseudo-fouling detector and use thereof to control an industrial water process
US 6,499,876 (2002)	Thermique	Monitoring apparatus
US 7,077,563 (2005)	Thermique	Deposition sensor based on differential heat flux measurement
US 6,978,663 (2005)	Thermique	Fouling test apparatus and process for evaluation of anti-foulants
US 2007/0025413 A1 (2007)	Thermique	Apparatuses and systems for monitoring fouling of aqueous systems including enhanced heat exchanger tubes
US 2007/0089494 A1 (2007)	Thermique	Methods for monitoring fouling of aqueous systems including enhanced heat exchanger tubes
US 6,886,393 (2005)	Thermique	Method and device for detecting deposit in a conduit
FR 2 885 694 A1 (2006)	Thermique	Méthode et système pour la mesure et l'étude de l'encrassement d'un réacteur
DE 10 2005 038 870 B3 (2007)	Thermique	Verfahren und vorrichtung zur Detektion eines Belages
US 7,181,963 (2007)	Thermique	Thermal flow sensor having streamlined <i>packaging</i>
FR 2 897 930 (2007)	Thermique	Echangeur thermique à plaques incluant un dispositif d'évaluation de son état d'encrassement
WO 2007/094744 A1 (2007)	Thermique	Apparatus for regulating the temperature of a biological and/or chemical sample and method of using the same
WO/2008/094757 (2008)	Divers dont thermique	Heat exchanger fouling detection
WO/2008/021669 (2008)	Divers dont thermique	Early fouling detection
US 2009/153323 (2009)	Thermique	Method and device for the detection and/or measurement of fouling in heat exchangers

Tableau 2 : Méthodes thermiques pour le suivi de l'encrassement ayant fait l'objet d'un dépôt de brevet (1982 – 2009)

Outre les méthodes reposant sur un principe thermique, de nombreux brevets ont été déposés pour le contrôle d'un encrassement par des technologies alternatives (Tableau 3).

Référence du brevet (date)	Principe	Titres
WO/1997/014034 (1997)	Electrique	Method and apparatus for detecting microbiological fouling in aqueous systems
US 6,023,070 (2000)	Optique	System and method to monitor for fouling
EP 0816 846 A1 (2002)	Electrique	A system for monitoring biocide treatments
US 6,811,681 B2 (2004)	Electrique	Semiconductive corrosion and fouling control apparatus, system, and method
US 6,793,880 B2 (2004)	Optique	Apparatus and method for monitoring biofilm cleaning efficacy
US 6,891,606 B2 (2005)	Optique	Real-time on-line sensing and control of mineral scale deposition from formation fluids
103 344 (2005) Portugal puis extension PCT (2006)	Acoustique	Method and device for the measurement and identification of biofilms and other deposits using vibrations

WO/2005/045405 (2005)	Optique	Dispositif de détection d'encrassements sur une plaque de recouvrement transparente devant une unité optique
WO/2008/045609 (2008)	Optique	Interferometer-based real time early fouling detection system and method
US 2009/141135 A1 (2009)	Acoustique	Method and device for a high precision measurement of a characteristic of a fouling and/or scaling deposit inside a fluid vessel or of a characteristic of a portion of the wall inside a fluid vessel by using an ultrasonic transducer
US 6,797,149 (2010)	Electrique	Method and apparatus for electrochemical corrosion monitoring

*Tableau 3 : Méthodes alternatives (non thermiques) pour le suivi de l'encrassement ayant fait l'objet d'un dépôt de brevet (1997 – 2010)*

L'ensemble de ces brevets a été analysé en vue du dépôt de deux brevets par Neosens et directement liés à ces travaux de thèse. Après cet aperçu, nous allons exposer les systèmes effectivement commercialisés aujourd'hui à travers le monde avant d'apporter un regard critique sur l'ensemble de ces techniques. Les systèmes faisant l'objet de développements industriels sont de plus en plus nombreux. Ils reposent sur les mêmes principes évoqués précédemment.

➤ Principe thermique

Le capteur BIoGEORGE<sup>TM</sup> repose sur un principe électrochimique [61]. La formation de biofilm est corrélée à l'augmentation du courant nécessaire à la conservation d'une différence de potentiel constante entre deux électrodes. En l'absence de tout potentiel, le système est en mesure d'enregistrer le courant généré par l'activité électrochimique du biofilm sur la surface des électrodes. C'est donc un autre indicateur pour la détection précoce d'un dépôt sur une surface. En revanche, ce système ne permet pas d'avoir une information sur l'épaisseur et le niveau d'encrassement. De même, l'entretien et la maintenance des électrodes peuvent se révéler fastidieux.

La société NEOTIM commercialise deux types de sonde d'encrassement dont le principe détaillé est repris dans les travaux de thèse de L. Perez [52]. Le premier type permet, à partir de l'analyse d'un régime thermique transitoire, d'estimer le coefficient d'échange convectif mais aussi l'épaisseur d'un dépôt. Le second permet de connaître la répartition spatiale de ces deux paramètres physiques. Cette méthode est très limitative puisqu'elle repose sur une instrumentation complexe : les sondes viennent se substituer à des tubes d'échangeurs classiques, ce qui est difficilement conciliable avec un procédé industriel.

Dans le registre des capteurs fonctionnant sur un principe thermique, la société KEMA commercialise le système DATS<sup>TM</sup> (Deposit Accumulation Testing System). C'est un système constitué d'un tube, placé en dérivation et dans lequel sont reproduites les conditions d'écoulement du procédé, et d'un module d'acquisition multi-variables qui permet de mesurer l'évolution de la résistance aux transferts de chaleur en fonction de la croissance du dépôt dans le tube. Le DATS<sup>TM</sup> est conçu spécifiquement pour reproduire les conditions d'écoulement dans les échangeurs de chaleur tubulaires et est, de ce fait, très limitatif d'un point de vue applicatif.

Citons encore l'entreprise LAGOTEC qui propose, avec le capteur DEPOSENS<sup>®</sup>, une expertise des installations industrielles. C'est un système thermique qui permet une mesure locale de l'encrassement à travers une variation de résistance thermique.

➤ Principe acoustique

L'entreprise SENSEOR propose un capteur d'ondes acoustiques. La mesure des variations de l'amplitude des oscillations ultrasonores et de la fréquence de résonance du capteur donnent une information locale sur l'état d'encrassement d'un équipement. Cependant, le capteur est difficilement positionnable sur une installation industrielle, l'interprétation des signaux pour estimer une épaisseur d'encrassement semble complexe, d'autant plus que les perturbations dues à l'environnement sont importantes. De la même manière, dans un avenir proche, ENKROTT va proposer un système basé sur les travaux de Pereira et Melo [62]. C'est un capteur reposant sur l'analyse d'ondes acoustiques véhiculées le long d'une canalisation sujette à l'encrassement.

➤ Principe optique

Le Rotoscope est un dispositif qui permet de contrôler la croissance d'un dépôt sur un disque transparent mis en rotation par l'écoulement fluide. Le capteur est un capteur optique qui mesure périodiquement l'absorption d'un spectre infrarouge par le dépôt sur le disque. Il est issu de travaux réalisés à l'Université de Pretoria en Afrique du Sud [63], breveté et commercialisé par BTC products. Son intégration sur tous les types d'installation semble complexe voire impossible.

L'entreprise CST (Custom Sensors and Technologies) commercialise elle aussi un capteur optique. C'est la formation d'un dépôt sur une fibre optique qui va être à l'origine de

la modification de l'indice de réflexion à l'interface capteur/fluide. La technique est brevetée (US Patent 6 891 606 B2). Enfin, ONVIDA propose un capteur permettant la détection des premières étapes de formation d'un dépôt. Le principe est également optique et repose sur l'analyse de la lumière réfléchie sur la surface encrassée. Ces systèmes optiques peuvent être complexes du point de vue de l'intégration sur un équipement. De plus, l'état des surfaces optiques doit rester constant et leur nettoyage, régulier.

➤ **Dénombrement**

Les méthodes directes de comptage de micro-organismes sont aussi disponibles dans le commerce. Le prélèvement périodique et l'analyse de coupons placés dans une canalisation permettent de quantifier localement l'importance d'un biofilm généralement en formation. Ils sont commercialisés par Henkel ou encore Tyler Research Group. Cette méthode présente l'inconvénient de ne pas assurer un suivi en continu et en temps réel de la formation d'un dépôt. L'entreprise NALCO propose, quant à elle, un suivi de la population planctonique de micro-organismes grâce à un traceur fluorescent. Ce n'est donc pas l'épaisseur d'un dépôt sur une surface qui est ici estimée. Cette technique peut être complémentaire à une méthode de suivi d'un dépôt.

Pour résumer, toutes ces méthodes se veulent des solutions efficaces de suivi d'un encrassement. Pourtant, leurs limites sont nombreuses (Tableau 4) tant par la complexité de leur mise en œuvre que par l'analyse des réponses obtenues. Nous noterons que les gammes, limites de détection et de quantification sont rarement présentées.

<b>Produit / Société</b>	<b>Méthode</b>	<b>Nature du dépôt</b>	<b>Mesure et/ou information déduite</b>	<b>Inconvénients</b>
BIoGEORGE™ / <i>Structural Integrity Associates</i>	Electro-chimique	Biofilm	Courant / Activité électrochimique du biofilm	- Entretien - Maintenance des électrodes
n.d. / <i>NEOTIM</i>	Thermique	Quelconque	$\Delta T$ / Epaisseur et coefficient de convection	- Intégration - Spécifique aux échangeurs de chaleur tubulaires
DATS™ / <i>KEMA</i>	Thermique	Quelconque	$\Delta T$ / Evolution de la résistance thermique aux transferts	- Placé en dérivation - Reproductibilité

DEPOSENS® / <i>LAGOTEC</i>	Thermique	Quelconque	$\Delta T$ / Evolution de la résistance thermique de l'encrassement	Intégration sur un équipement industriel
n.d. / <i>SENSeOR</i>	Acoustique	Quelconque	Amplitude des oscillations acoustiques et de la fréquence de résonance du capteur	Bruit Traitement et interprétation du signal
n.d. / <i>ENKROTT</i>	Acoustique	Quelconque	Amplitude des oscillations acoustiques	Bruit Traitement et interprétation du signal
Rotoscope / <i>BTC products</i>	Optique	Quelconque	Absorption d'un spectre infrarouge	Intégration complexe
n.d. / <i>CST</i>	Optique	Quelconque	Modification de l'indice de réflexion à l'interface capteur / fluide	- Nettoyage - Maintenance des surfaces optiques
n.d. / <i>ONVIDA</i>	Optique	Quelconque	Analyse de la lumière réfléchie à l'interface capteur / fluide	- Nettoyage - Maintenance des surfaces optiques
3D trasar / <i>NALCO</i>	Optique	Biofilm	Fluorescence / Activité biologique	- Population planctonique - temps de réponse
Coupons / <i>Henkel</i>	Prélèvement	Biofilm	Dénombrement	Temps de réponse

Tableau 4 : Capteurs et dispositifs de suivi de l'encrassement disponibles dans le commerce (n.d. : donnée non disponible)

En se positionnant sur le secteur industriel, il faut savoir s'adapter à celui-ci. Les mesures optiques semblent trouver un frein majeur dans le fait que l'ensemble des installations est opaque, principalement constituées d'acier inoxydable même s'il existe des viseurs dans certains cas. Il va donc être difficile, dans un premier temps, de faire des mesures à travers les parois. Dans un autre registre, nous savons que dans l'industrie, les perturbations sont nombreuses. Les vibrations acoustiques des équipements en font partie. On peut alors se demander comment un capteur basé sur un principe acoustique peut s'affranchir des perturbations pour donner une réponse ayant pour seule variable l'état d'encrassement de l'équipement (nécessité d'utilisation de filtres spécifiques et de points de mesure multiples). Les capteurs thermiques peuvent manquer de fiabilité. L'utilisation des fluxmètres est très délicate (précision, phénomène d'effet de bord par rapport au flux réel, collage et maintien mécanique du capteur, insertion dans l'équipement) et nécessite un étalonnage très rigoureux

et une vérification régulière. Ceci est difficilement compatible avec un contexte procédé industriel. Les techniques électrochimiques sont difficiles à mettre en œuvre par rapport au placement des électrodes dans une installation. Leur principe de fonctionnement repose sur la consommation et la transformation des électrodes. Se posent alors des problèmes évidents de maintenance, de changement des électrodes. Les techniques thermiques fonctionnant avec une surchauffe pariétale constante peuvent induire, localement, des conditions différentes du reste de la surface de la conduite. Cela peut même être un moteur supplémentaire à l'encrassement. Certains brevets décrivent des méthodes complexes qui nécessitent la corrélation de nombreux paramètres pour estimer un état d'encrassement. C'est souvent, dans ce cas, l'empirisme qui prévaut et il est donc difficile de transposer ces méthodes d'une installation à une autre.

Souvent, l'encrassement naît et se développe de façon très dispersée dans une installation. Il existe des zones où le potentiel d'encrassement est plus important que d'autres. Ce sont ces zones qu'il faut surveiller en priorité pour le bon déroulement d'un procédé. Or, des mesures globales, comme la mesure de la perte de charge, ne donnent qu'une information générale sur l'état d'encrassement entre deux points d'une installation. Il apparaît alors intéressant de disposer de méthodes et capteurs locaux pour le suivi d'une zone particulière. Certaines techniques de suivi se font en dérivation de l'installation. Dans ce cas, il est difficile de garantir que les conditions hydrauliques sont la représentation identique de ce qu'il existe dans la canalisation et dans le même temps, de s'assurer que le développement d'un encrassement est représentatif de ce qu'il est dans l'installation. Certaines mesures sont limitées, dans leur utilisation, à un domaine de température et de débit particulier. De même, la réponse d'un capteur peut varier en fonction de ces paramètres et cela est un autre facteur limitatif. D'un autre côté, les informations fournies ne sont parfois pas complètes : les mesures optiques ne permettent souvent de ne mesurer que les premières étapes d'apparition d'un dépôt. Ainsi, les capteurs électrochimiques sont des capteurs « tout ou rien » qui donnent une information qui n'est que qualitative. Enfin, nous savons que le plus souvent, les industriels ont besoin d'une information en temps réel. Ceci n'est pas le cas des méthodes de comptage qui ne donnent une information qu'après un temps d'analyse qui dépassent quelques heures.

La présentation des différentes techniques et des différents capteurs pour la mesure de l'encrassement a permis de montrer l'éventail des possibilités qui nous sont offertes mais, dans le même temps, d'exposer leurs limites de fonctionnement ou d'utilisation. Nous allons

détailler dans la suite un capteur reposant sur un principe thermique, une invention qui est à la base de nos travaux.

### 1.2.3 Le capteur d'encrassement à la base de nos travaux

Les contraintes, dans les procédés industriels, permettent de comprendre pourquoi la supervision d'une ligne nécessite des techniques et des points de mesure multiples. La métrologie de l'encrassement constitue une information pour le contrôle voire la commande des opérations d'une installation. L'information sur l'encrassement doit être obtenue en ligne, en temps réel et de façon non destructive. Le capteur doit être robuste, facile d'utilisation et bon marché. Dans cette perspective, un capteur a été développé et breveté par l'INRA (département CEPIA). Il permet de quantifier localement un dépôt en phase de formation ou d'élimination.

La structure et le principe de fonctionnement du capteur sont décrits dans le brevet n°FR2885694 [60]. Une licence d'exploitation exclusive a été concédée à Neosens qui commercialise ce type de capteurs sous le nom FS (Fouling Sensor). Son principe repose sur une mesure thermique différentielle.

#### 1.2.3.1 Composants et géométrie

Le capteur comprend une résistance en platine qui fait office d'élément chauffant et au moins un capteur de température. On utilise, en tant que thermomètres, des thermocouples de type K. Il existe deux configurations possibles pour ce capteur, plane ou cylindrique. La configuration cylindrique est intrusive. On choisit la géométrie ainsi que le nombre de capteurs de température (instrumentation simple avec un thermocouple ou complexe avec deux mesures de température) en fonction du procédé visé (Tableau 5). La configuration plane est préférablement utilisée pour les fluides chargés en particules et pour lesquels l'intrusion du capteur peut aboutir au colmatage de la canalisation. Le choix d'une instrumentation simple ou légèrement plus complexe (avec deux thermocouples) se fait en fonction de la cinétique d'encrassement. Pour les procédés où les fluctuations thermiques sont rapides (par rapport à la constante de temps du capteur), la température du fluide doit être suivie de façon continue et c'est dans ce cas, que l'on choisit une métrologie plus complexe. Nous allons ici décrire en détail la configuration cylindrique avec une double mesure de

température qui est la plus communément utilisée. La configuration plane comporte les mêmes éléments de base et fonctionne exactement sur le même principe.

Matrice / Conditions opératoires	Homogène	Hétérogène (suspension solide-liquide ou liquide-gaz)
Cinétique d'encrassement rapide / Régime thermique et hydraulique instationnaire	complète – cylindrique et intrusive	complète – plane et affleurante
Cinétique d'encrassement lente / régime thermique et hydraulique permanent	simplifiée – cylindrique et intrusive	simplifiée – plane et affleurante

Tableau 5 : Choix métrologique et géométrie du capteur en fonction des conditions opératoires et de la matrice fluidique

Dans sa configuration cylindrique, la résistance chauffante, en platine, est enroulée sur un élément central en céramique. Un thermocouple est situé au centre du flux de chaleur généré par l'élément chauffant ; il mesure la température de peau  $T_w$ . En utilisant une instrumentation double, le second thermocouple est isolé thermiquement du premier afin de mesurer la température du fluide  $T_b$  (Figure 2).

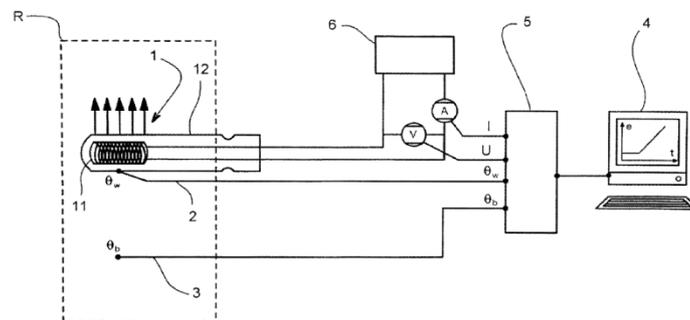


Figure 2 : Structure et principe du capteur d'encrassement [60]. 1 : générateur de chaleur ; 2 : sonde thermique ; 3 : sonde thermique ; 4 : moyen de traitement ; 5 : interface ; 6 : générateur de courant ; 11 : résistance électrique ; 12 : paroi.

La résistance en platine est connectée à un générateur de courant et la puissance  $P$ , qui est ainsi générée, est calculée et enregistrée tout comme la densité de flux thermique  $\phi$ . En conditions propres, les conditions d'écoulement sont telles que la différence entre les températures de peau et du fluide est proche de zéro. L'analyse des transferts thermiques au sein de la sonde permet de calculer la résistance thermique de l'encrassement à la surface du capteur. Si la conductivité thermique du dépôt est connue, une estimation de l'épaisseur peut être faite.

### 1.2.3.2 Principe de mesure

La détermination de l'épaisseur, en coordonnées cylindriques, revient à résoudre l'équation de la chaleur :

$$\rho \cdot C_p \cdot \frac{dT}{dt} = \lambda \cdot \Delta T + q \quad \text{avec} \quad \Delta T = \frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \cdot \frac{\partial T}{\partial r} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} + \frac{1}{r} \cdot \frac{\partial^2 T}{\partial \alpha^2} \quad (\text{Equation 12})$$

En régime thermique permanent, les simplifications géométriques et thermiques permettent de faire les hypothèses suivantes :

- en régime thermique permanent, on a :  $dT/dt = 0$
- la génération de chaleur se limite à la résistance chauffante donc, pour l'étude des transferts de chaleur, nous avons bien :  $q = 0$
- il n'y a aucune génération de flux vers le centre du cylindre
- le rayon du capteur est très petit devant sa longueur :  $L \gg r$ .

La densité de flux et la puissance  $P$  sont déterminées à partir des caractéristiques géométriques, des grandeurs électriques mesurées et la température de peau  $T_w$  est mesurée à la surface du capteur. La connaissance de la température du fluide  $T_b$  permet de décrire le transfert thermique par différents modes (conduction, convection naturelle ou forcée). Ainsi, le transfert de chaleur peut être formulé pour une densité de flux constante lors d'un encrassement :

$$P = K \cdot 2 \cdot \pi \cdot L \cdot (T_w - T_b) \quad \text{avec} \quad \frac{1}{K} = \frac{1}{h \cdot (r + e)} + \frac{\text{Ln}\left(1 + \frac{e}{r}\right)}{\lambda} \quad (\text{Equations 13 et 14})$$

La différence de température  $\Delta T$  s'écrit :

$$\Delta T = T_w - T_b = \frac{P}{2 \cdot \pi \cdot L} \cdot \left( \frac{1}{h \cdot (r + e)} + \frac{\text{Ln}\left(1 + \frac{e}{r}\right)}{\lambda} \right) \quad (\text{Equation 15})$$

A partir de cette relation, on peut calculer une épaisseur d'encrassement  $e$ .

### 1.2.3.3 Modes de fonctionnement

Sous des conditions propres, une densité de flux de chaleur modérée et un régime hydraulique permanent sont appliqués. Dans ces conditions, des régimes thermique et hydraulique non établis autour de la sonde plane ou cylindrique immergée sont supposés [64], ce qui implique un coefficient de transfert par convection élevé ( $h > 1000 \text{ W}/(\text{m}^2\cdot\text{K})$ ). Ces conditions induisent que la différence de température entre le fluide et la paroi tend vers zéro. Ce critère apparaît fondamental car une surchauffe pariétale générerait un encrassement, ce qui doit être évité. Durant le procédé, les phénomènes d'encrassement sont supposés homogènes sur l'ensemble des surfaces ce qui rend leur détection et quantification possibles avec des capteurs intrusifs. La différence de température  $\Delta T$  est une conséquence directe de la densité de flux imposée et de la dérive du coefficient global d'échange ( $K$ ).

Il est possible également de faire fonctionner le capteur en régime thermique instationnaire ( $dT/dt \neq 0$ ). Dans ce cas, la densité de flux générée n'est pas constante mais elle est une fonction périodique du temps qui peut avoir la forme d'une sinusoïde. Ce mode de fonctionnement est protégé par un brevet déposé par Neosens [65]. Le flux est modulé avec une fréquence et une amplitude connue. Un programme d'acquisition permet de traiter les signaux mesurés et d'extraire deux informations, à savoir l'amplitude des oscillations en température et le déphasage entre l'excitation en puissance et la réponse en température. Ces deux paramètres sont fonction de l'épaisseur d'encrassement ainsi que, nous le verrons plus tard, des propriétés thermiques ( $\lambda, \rho, C_p$ ) du dépôt.

## 1.3 Analyse locale des transferts thermiques

### 1.3.1 Quelques notions sur les transferts thermiques

Il existe trois modes de transfert de la chaleur : la conduction, la convection et le rayonnement [66]. Nous ne considérerons ici que les deux premiers modes de transfert.

- La conduction thermique (ou diffusion thermique) est un mode de transfert de la chaleur irréversible. Il est provoqué par une différence de température entre deux régions d'un même milieu, ou entre deux milieux en contact, sans déplacement global de matière.

Le transfert de chaleur par conduction obéit à la loi de Fourier : la densité de flux de chaleur est proportionnelle au gradient de température par le facteur de proportionnalité  $\lambda$ , la conductivité thermique.

$$\vec{\varphi} = -\lambda \overrightarrow{\text{grad}} T \quad (\text{Equation 16})$$

Cette équation s'écrit aussi sous forme algébrique :

$$\varphi = -\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \quad (\text{Equation 17})$$

En ne prenant qu'une dimension suivant  $x$ , la solution devient pour une plaque plane infinie d'épaisseur  $e$  dont les parois sont soumises aux températures  $T_1$  et  $T_2$  ( $T_2 > T_1$ ) :

$$\Delta T = T_2 - T_1 = \frac{e}{\lambda} \varphi \quad (\text{Equation 18})$$

- La convection est l'autre mode de transfert de chaleur auquel nous nous intéressons ici. Celui-ci, contrairement à la conduction thermique, implique un déplacement de matière dans le milieu. Ce transfert est une conséquence de la diffusion moléculaire (conduction thermique) et de l'advection (entraînement par le mouvement d'un fluide). On parle de convection naturelle, convection forcée ou convection mixte, cette dernière étant la conséquence de la manifestation des deux premières de façon combinée. La convection naturelle est un phénomène qui se produit lorsqu'une zone change de température et qu'elle se déplace. C'est la variation de masse volumique avec la température et la gravitation qui sont à l'origine du mouvement. Le mouvement se fait verticalement sous l'effet de la poussée d'Archimède. La convection forcée est, elle, provoquée par la circulation artificielle d'un fluide. Dans ce cas, le transfert de chaleur est plus rapide.

Pour un écoulement à une température  $T_1$ , la loi de Newton donne l'expression du flux de chaleur convectif au voisinage d'une surface à une température  $T_2$  :

$$\Delta T = T_2 - T_1 = \frac{\varphi}{h} \quad (\text{Equation 19})$$

Le coefficient d'échange  $h$  traduit les échanges de chaleur du fluide avec le solide. L'évolution d'un coefficient global d'échange caractérise les variations de l'état des surfaces d'échange et est donc un paramètre lié à l'état d'encrassement d'un équipement.  $h$  est aussi fonction de la nature du fluide, de sa température et de sa vitesse.

Pour calculer ce coefficient de transfert  $h$ , nous avons recours à des nombres sans dimension : le nombre de Nusselt  $Nu$ , le nombre de Reynolds  $Re$  et le nombre de Prandtl  $Pr$ .

## 1.3.2 Transferts de chaleur sous forme adimensionnelle

### 1.3.2.1 Adimensionnement des transferts de chaleur

Afin de déduire le coefficient de transfert thermique  $h$ , nous utilisons généralement des nombres sans dimension pour établir un ensemble de formules semi-empiriques pour des configurations typiques (plaque plane infinie, cylindre infini, etc.). Lorsque le fluide est en écoulement forcé, l'écriture sous forme universelle des corrélations de convection fait intervenir trois groupements adimensionnels :

- Le nombre de Reynolds  $Re$  caractérise un écoulement. Il permet de donner la nature du régime (laminaire ou turbulent). La bibliographie renseigne différentes valeurs du nombre de Reynolds à partir duquel l'écoulement est considéré comme turbulent. Cette valeur varie de 2000 à 2500. Le calcul du nombre de Reynolds dans une conduite ( $Re$ ) ou dans une cuve agitée ( $Re_{agitation}$ ) est donné par les relations suivantes :

$$Re = \frac{\rho v D_h}{\mu} \left( = \frac{\text{Forces d'inertie}}{\text{Forces visqueuses}} \right) \quad (\text{Equation 20})$$

$$Re_{agitation} = \frac{v D^2 \rho}{\mu} \quad (\text{Equation 21})$$

Où  $v$  est la vitesse du fluide (m/s) ou la vitesse de rotation de l'hélice (1/min),  $D_h$  le diamètre hydraulique de la conduite (m),  $D$  le diamètre de la cuve (m),  $\mu$  la viscosité dynamique du fluide (Pa.s),  $\rho$  la masse volumique de l'eau (kg/m<sup>3</sup>).

De façon plus générale, le nombre de Reynolds dépend aussi de la nature du fluide (newtonien ou non-newtonien) et de la géométrie de la conduite dans laquelle circule le fluide. Il est alors possible d'écrire ce nombre sans dimension sous une forme dite généralisée [67, 68].

- Le nombre de Prandtl  $Pr$  permet de comparer la rapidité des phénomènes thermiques et des phénomènes hydrodynamiques dans un fluide. Un nombre de Prandtl élevé indique que le profil de température dans le fluide sera fortement influencé par le profil de vitesse. Un Prandtl faible indique que la conduction thermique est tellement rapide que le profil de vitesse a peu d'effet sur le profil de température. Il existe aussi une forme généralisée de ce nombre mais, sous sa forme la plus simple, il se calcule ainsi :

$$Pr = \frac{\mu C_p}{\lambda} \left( = \frac{\text{Diffusivité cinématique}}{\text{Diffusivité thermique}} \right) \quad \text{(Equation 22)}$$

- Le nombre de Nusselt  $Nu$  indique le rapport entre le transfert thermique total et le transfert essentiellement conductif. Pour transporter une quantité de chaleur donnée par convection, il est nécessaire que le gradient de température soit plus grand dans la région à faible vitesse d'écoulement, proche de la surface, que dans celle où la vitesse est élevée. A l'extrême voisinage d'une surface, le transfert de chaleur est essentiellement conductif car les molécules de fluide sont immobiles dans une couche que l'on appelle la couche limite. Celle-ci se développe lorsqu'un écoulement fluide frotte sur une paroi solide immobile (Figure 3). C'est là que le gradient thermique est le plus important. La couche limite est laminaire au bord d'attaque puis s'épaissit dans le sens de l'écoulement pour devenir instable, donc turbulente. C'est dans cette couche que se situe la résistance aux transferts de chaleur mais aussi de matière ou de quantité de mouvements. Il est donc primordial de bien connaître ces zones [69].

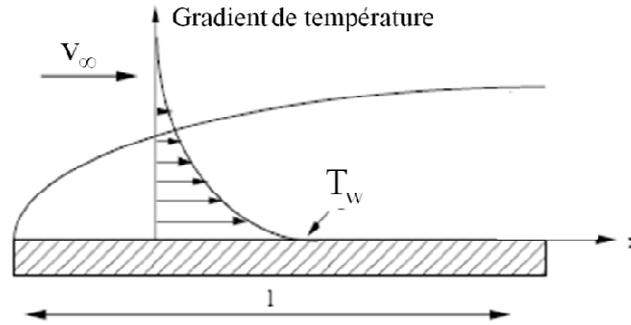


Figure 3 : Développement de la couche limite au voisinage de la paroi et gradient de température associé

On définit le nombre  $Nu$  :

$$Nu = \frac{hL_c}{\lambda} \left( = \frac{\text{Transfert de chaleur total}}{\text{Transfert de chaleur conductif}} \right) \quad (\text{Equation 23})$$

$L_c$  est la longueur caractéristique de l'écoulement (m). En pratique, le nombre de Nusselt est une mesure commode du coefficient d'échange de chaleur par convection car, une fois sa valeur connue, on peut calculer le coefficient d'échange de chaleur par convection. Il s'exprime généralement en fonction des nombres de Reynolds et de Prandtl.

$$Nu = f(Re, Pr) \quad (\text{Equation 24})$$

Ainsi, lorsque l'on veut estimer le coefficient de transfert de chaleur  $h$  sur une surface, suivant le régime d'écoulement, on trouve dans la littérature une multitude de corrélations semi-empiriques [67, 70]. Nous avons répertorié dans la bibliographie un certain nombre de corrélations permettant de décrire le régime d'écoulement dans le cas qui nous concerne, à savoir dans une conduite de géométrie quelconque dans laquelle s'écoule des fluides newtoniens ou non-newtoniens suivant une loi de puissance et à la surface d'une sonde dont la géométrie et l'emplacement sont des paramètres permettant le calcul du régime d'écoulement. Nous n'envisagerons ici que la convection en régime stationnaire en ne considérant que des valeurs moyennes des différentes variables. On parle aussi de régime permanent en moyenne car la stationnarité que l'on s'efforce de réaliser dans la plupart des écoulements anisothermes industriels ne peut s'entendre que pour des valeurs moyennées dans le temps.

Les équations et différentes corrélations ne sont admises que dans le cas de conditions aux limites parfaitement connues. Pour les fluides isothermes, ces conditions sont de deux types : massique et thermique. Au contact d'une paroi, le fluide a localement une vitesse nulle donc  $v_w = 0$ . La paroi étant perméable au flux thermique, nous pouvons envisager deux conditions : soit la température de paroi est prise égale à une constante ( $T_w = Cte$ ), soit c'est la densité de flux surfacique à travers la paroi qui est constante ( $\varphi = Cte$ ). Il faut toutefois noter qu'en régime d'écoulement laminaire, les résultats sont sensibles à ces conditions. Dans le cas d'un régime d'écoulement turbulent, ils ne le sont quasiment pas.

L'objectif est donc de savoir calculer  $h$  par le biais du nombre de Nusselt. Le Tableau 6 rassemble les relations semi-empiriques issues de la bibliographie [67, 70, 71]. On donne à la fois les nombres  $Nu_x$  et  $Nu_l$  qui sont respectivement les nombres de Nusselt définis en un point de coordonnée  $x$  ou sur une longueur  $l$ . La relation qui les lie est :

$$Nu_l = \frac{1}{l} \int Nu_x dx \quad (\text{Equation 25})$$

On calcule ces nombres à partir des nombres de Reynolds locaux :

$$Re_x = \frac{\rho v x}{\mu} \quad (\text{Equation 26})$$

$$Re_l = \frac{\rho v l}{\mu} \quad (\text{Equation 27})$$

<b>Plaque plane infinie</b>			
<b>Régime d'écoulement</b>	<b>Condition</b>	<b>Nu</b>	<b>Domaine de validité</b>
Laminaire	Température imposée	$Nu_{x,lam} = 0.332 \sqrt{Re_x} \times Pr^{1/3}$ (28)	$0.5 \leq Pr \leq 10$ $Re_x \leq 3 \cdot 10^5$ Température de référence : $T_{film} = \frac{T_b + T_w}{2}$
		$Nu_{l,lam} = 0.664 \sqrt{Re_l} \times Pr^{1/3}$ (29)	
	Densité de flux imposée	$Nu_{x,lam} = 0.339 \sqrt{Re_x} \times Pr^{1/3}$ (30)	$Pr \geq 10$ $Re_{x,l} \leq 3 \cdot 10^5$ Température de référence : $T_{film} = \frac{T_b + T_w}{2}$
$Nu_{l,lam} = 0.678 \sqrt{Re_l} \times Pr^{1/3}$ (31)			
Turbulent	-	$Nu_x = \frac{0.0296 Re_x^{0.8} Pr}{1 + 2.185 Re_x^{-0.1} (Pr^{2/3} - 1)}$ (34)	$0.5 \leq Pr \leq 2000$ $5 \cdot 10^5 \leq Re_{x,l} \leq 10^7$ Température de référence : $T_{film} = \frac{T_b + T_w}{2} \approx T_b$ car $T_b = T_w$
		$Nu_l = \frac{0.037 Re_l^{0.8} Pr}{1 + 2.443 Re_l^{-0.1} (Pr^{2/3} - 1)}$ (35)	
Laminaire / Turbulent	-	$Nu_{l,0} = (Nu_{l,lam}^2 + Nu_{l,turb}^2)^{1/2}$ (36)	$0.5 \leq Pr \leq 2000$ $10 \leq Re_{x,l} \leq 10^7$
<b>Plaque plane infinie avec une longueur <math>x_0</math> ou <math>l_0</math> non chauffée avant la zone d'échange</b>			
<b>Régime d'écoulement</b>	<b>Condition</b>	<b>Nu</b>	
Laminaire	Température imposée	$Nu_{x,lam} = \frac{0.324 Re_x^{1/2} Pr^{1/3}}{\left(1 - \left(\frac{x_0}{x}\right)^{3/4}\right)^{1/3}}$ (37)	
		$Nu_{l,lam} = \left(0.664 \sqrt{Re_l} \times Pr^{1/3}\right) \times \frac{\left[1 - \left(1 - l_0/l\right)^{3/4}\right]^{2/3}}{l_0/l}$ (38)	
Turbulent	Température imposée	$Nu_{l,turb} = \left(\frac{0.037 Re_l^{0.8} Pr}{1 + 2.443 Re_l^{-0.1} (Pr^{2/3} - 1)}\right) \times \left(1 + 0.40 \left(\frac{l_0}{l}\right)^{2.75}\right)$ (39)	

Tableau 6 : Corrélations semi-empiriques pour la détermination du nombre de Nusselt

Il nous est ainsi possible de calculer le nombre de Nusselt et par conséquent le coefficient de convection  $h$  à la surface d'un capteur. L'information obtenue est locale, donnée pour un nombre de Reynolds local ou à une position  $x$  à la surface du capteur. Pour estimer le coefficient moyen à la surface du capteur, il suffit d'intégrer la valeur de  $h(x)$  sur la longueur considérée.

➤ Comparaison des performances thermiques entre des structures de dimensions différentes

Considérons deux systèmes différents par leurs dimensions dans des conditions d'écoulement définies (Figure 4). Un capteur, dans une version « macro », se présente sous la forme d'un cylindre intrusif en acier inoxydable ( $\rho = 7900 \text{ kg/m}^3$ ,  $\lambda = 15 \text{ W/(m.K)}$ ) et  $C_p = 500 \text{ J/(kg.K)}$ ) de 3 mm de diamètre et d'une longueur active de 25 mm (zone de flux thermique imposé). On imagine un autre capteur, dans une version « micro », en silicium ( $\rho = 2330 \text{ kg/m}^3$ ,  $\lambda = 150 \text{ W/(m.K)}$ ) et  $C_p = 750 \text{ J/(kg.K)}$ ) et dont la structure plane est carrée de côté 4 mm. Au centre de celui-ci, se trouve une zone active de  $1 \text{ mm}^2$ . L'épaisseur du dispositif est définie à  $400 \text{ }\mu\text{m}$ .

Nous considérons un écoulement turbulent ( $Re > 2000$ ) d'eau ( $\rho = 1000 \text{ kg/m}^3$ ,  $\lambda = 0,6 \text{ W/(m.K)}$ ) et  $C_p = 4180 \text{ J/(kg.K)}$ ,  $Q = 1 \text{ m}^3/\text{h}$ , dans une conduite ( $D = 2''$ ) à température ambiante ( $20^\circ\text{C}$ ).

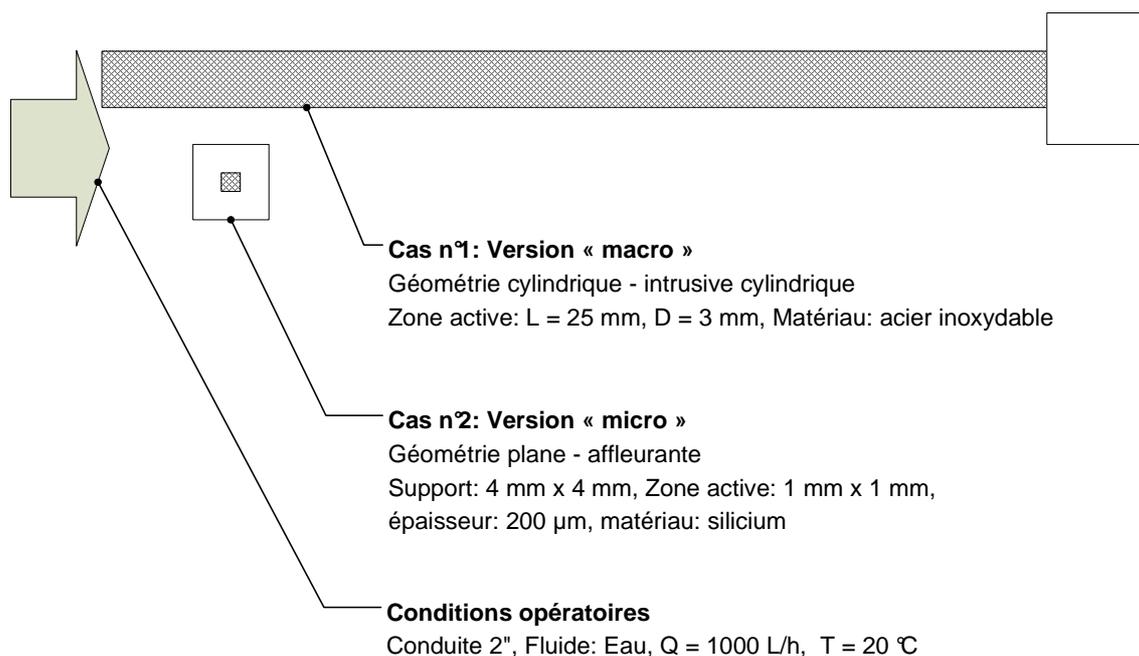


Figure 4 : Caractéristiques géométriques des structures « macro » et « micro » considérées

L'analyse bibliographique précédente permet d'identifier différentes corrélations utilisables pour estimer les coefficients de transfert moyens et locaux pour les structures définies. Nous ferons les observations suivantes (Figure 5 et Figure 6):

- Les corrélations entre les nombres  $Nu$ ,  $Re$  et  $Pr$  divergent significativement en régime laminaire (nombre de Reynolds local).
- Les dimensions du capteur affectent notablement les coefficients de convection moyens, respectivement de 3134 et 8227 W/(m<sup>2</sup>.K) pour les versions « macro » et « micro ».
- La présence d'un bord d'attaque avec une surface inactive impacte le coefficient de convection local sur la structure « micro » ; plus le bord d'attaque est petit plus le transfert convectif est important.

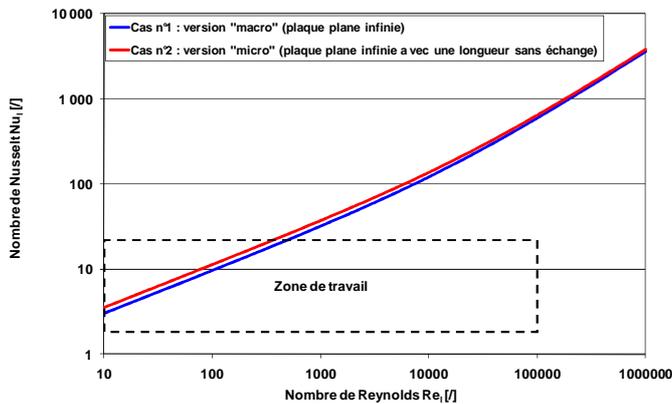


Figure 5 : Evolution du nombre de Nusselt local en fonction du régime d'écoulement pour les structures « macro » et « micro » (Eq. 41 et 42)

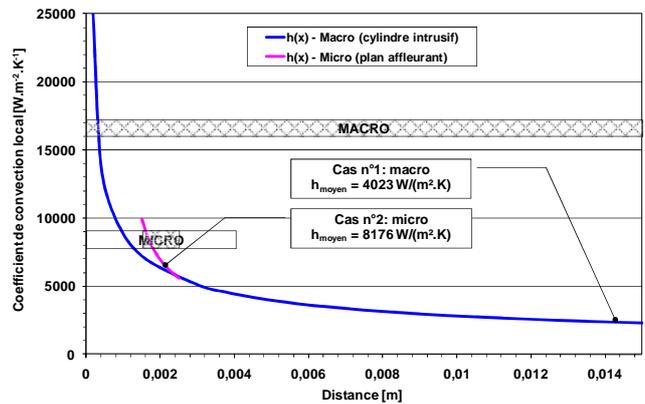


Figure 6 : Evolution des coefficients de convection local et moyen pour les structures « macro » et « micro »

### 1.3.2.2 Aspect temporel du transfert thermique

Dans un solide, les températures ne sont pas constantes dans le temps ni uniformes dans l'espace [69]. Mathématiquement, on dit que ces températures définissent un champ de températures. Pour la résolution des problèmes de thermique qui dépendent du temps, régimes stationnaire et instationnaire, et de l'espace, on a recours à l'expression de la loi de Fourier (Equation 17) ainsi qu'à l'écriture, sous forme algébrique, de l'équation de la chaleur :

$$\lambda \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \rho C_p \frac{\delta T}{\delta t} \tag{Equation 40}$$

Il y a un grand intérêt pratique à utiliser ces lois et leurs solutions sous une forme adimensionnelle. L'application la plus courante est celle des transferts instationnaires à travers une plaque. Ainsi, adimensionnée, la loi de Fourier devient, pour une plaque infinie d'épaisseur  $2x_{max}$  :

$$\frac{\partial \theta}{\partial Fo} = \nabla_{x'}^2 \theta \text{ avec } Fo = \frac{a.t}{x_{max}^2} \quad (\text{Equation 41}), (\text{Equation 42})$$

$Fo$  est le nombre de Fourier. Il caractérise la part du flux de chaleur qui est transmise au corps à un instant donné (à un temps  $t$ ) par rapport à la chaleur stockée par ce corps.  $a$  est la diffusivité thermique ( $m^2/s$ ) :  $a = \lambda / \rho C_p$ . La variable  $x'$  est là pour adimensionner l'espace :  $x' = x/x_{max}$ . On fait de même avec la température où :  $\theta = \frac{T_1 - T}{T_1 - T_0}$ .  $T_0$  et  $T_1$  sont respectivement les températures aux frontières de l'objet considéré à  $t < 0$  puis  $t = 0$ .

Pour un cylindre ou une sphère, l'équation est la même en prenant  $x' = R/R_{max}$  et en remplaçant  $x_{max}^2$  par  $R_{max}^2$  dans  $Fo$ . La solution de l'équation ne dépend plus que de la forme du Laplacien donc de la géométrie. Les solutions sont données sous la forme de séries, de graphes ou encore de fonctions tabulées.

Dans les cas où la température du fluide est égale à  $T_1$  mais pour lesquels le coefficient de transfert doit être pris en compte, nous faisons intervenir un autre nombre sans dimension, le nombre de Biot  $Bi$  qui permet de comparer les résistances au transfert thermique dans le corps et à la surface de celui-ci, dans la couche limite. On définit :

$$Bi = \frac{hx_{max}}{\lambda_{matériau}} \quad (\text{Equation 43})$$

Les solutions dans ces conditions sont connues. Ainsi si  $Bi > 100$ , la résistance au transfert de la couche limite est négligeable par rapport à celle due à la conduction dans le solide. Si  $Bi < 0,1$ , on peut considérer que la résistance de la couche limite est beaucoup plus grande que celle dans le solide qui se comporte alors thermiquement comme un fluide bien agité.

Pour des géométries plane, cylindrique ou sphérique, le système d'équations (première et deuxième loi de Fourier, conditions initiales et aux limites) possède des solutions analytiques se présentant comme des séries infinies de la forme :

$$\theta^*(x,t) = \frac{\theta_f - \theta(x,t)}{\theta_f - \theta_0} = \sum_{n=1}^{\infty} f\left(\frac{x}{x_{ref}}, Bi, \beta_n\right) \cdot \exp(-\beta_n^2 \cdot Fo) \quad (\text{Equation 44})$$

avec  $\beta_n$  racines d'une équation transcendante de la forme  $G(Bi, \beta_n)=0$  et  $x_{ref}$  est l'épaisseur caractéristique du corps solide. L'équation ci-dessus fait apparaître le nombre adimensionnel de Biot et le nombre adimensionnel de Fourier. La grandeur  $\theta^*$ , appelée potentiel de transfert réduit ou température adimensionnelle, représente la fraction non accomplie de la variation totale du potentiel de transfert  $f$ . À  $x$  fixé, l'équation représente l'évolution temporelle du potentiel réduit en un point du produit et peut être qualifiée de cinétique locale. Par intégration de cette équation sur l'épaisseur  $x_{ref}$  du produit, on peut accéder à l'évolution temporelle du potentiel réduit moyen, ou autrement dit à la cinétique moyenne, de la forme :

$$\bar{\theta}^*(t) = \frac{\theta_f - \bar{\theta}(t)}{\theta_f - \theta_0} = \frac{1}{x_{ref}} \cdot \int_0^{x_{ref}} \theta(x,t) \cdot dx \quad (\text{Equation 45})$$

Les expressions des cinétiques locale et moyenne pour différentes géométries du produit sont disponibles dans la littérature sous forme littérale [72] mais aussi sous forme d'abaques rapidement exploitables (Figure 7 et Figure 8) où le potentiel local ou moyen réduit est donné en fonction des nombres  $Bi$  et  $Fo$ . L'analyse bibliographique précédente permet d'identifier différentes corrélations utilisables pour estimer les coefficients de transfert moyens et locaux pour les différentes structures considérées. Dans le cas d'un transfert interne limitant ( $Bi > 50$ ), les équations de cinétique se simplifient considérablement et ne dépendent plus que du carré de l'épaisseur et de la diffusivité thermique.

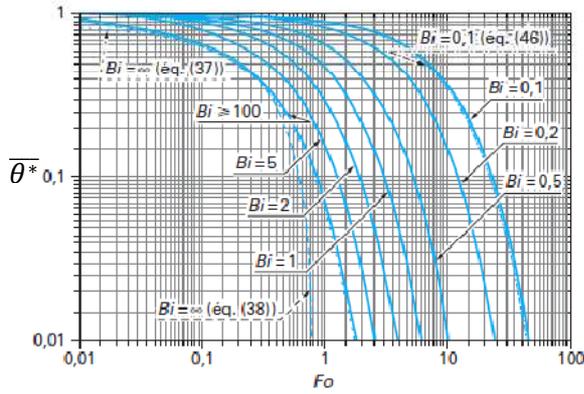


Figure 7 : Cinétique moyenne d'origine diffusive pour une plaque plane infinie [72]

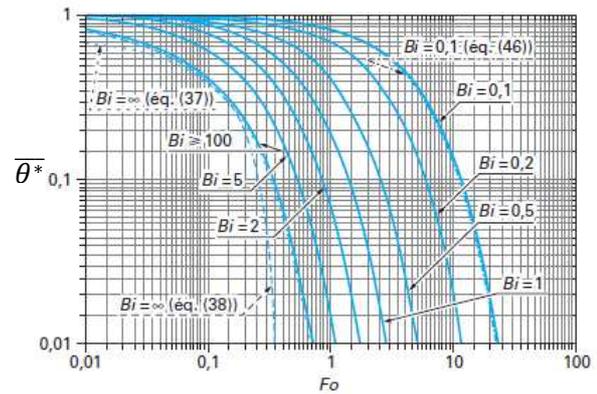


Figure 8 : Cinétique moyenne d'origine diffusive pour un cylindre infini [72]

➤ Comparaison des temps de réponse entre les structures « macro » et « micro »

Afin d'estimer le temps de réponse à 98% des structures précédemment décrites, nous utilisons les abaques proposés par Peczalski et Laurent. Les temps de réponse sont estimés en fonction d'un nombre de Biot variant de 0,1 à 100 (Tableau 7) afin de traduire soit un transfert interne limitant ( $Bi > 100$ , conditions propres et coefficient de convection infini), soit un transfert externe limitant ( $Bi < 0,1$ , conditions d'encrassement de la sonde).

	Macro (cylindre)			Micro (plan)		
Dimension $x_{ref}$ [mm]	0,75			0,40		
Diffusivité $a$ [m.s <sup>-2</sup> ]	$3,8 \cdot 10^{-6}$			$8,6 \cdot 10^{-7}$		
Biot [/]	0,1	1	100	0,1	1	100
Fourier à 98% [/]	20	1,5	0,75	40	4,5	1,7
Temps de réponse à 98% [s]	2,96	0,22	0,11	0,074	0,008	0,003

Tableau 7 : Estimation du temps de réponse pour des capteurs de dimensions différentes en fonction du nombre de Biot

Nous montrons deux phénomènes importants :

- l'impact d'une réduction de taille couplé à un changement ad hoc de matériau (temps de réponse réduit d'un facteur supérieur à 10),
- l'effet d'une dégradation du transfert thermique externe sur le temps de réponse à 98 %. Dans ce cas, l'encrassement devient le facteur limitant.

### 1.3.3 Profils de température, régimes de fonctionnement

Nous pouvons maintenant nous demander si l'utilisation du capteur sous différents régimes thermiques ne pourrait pas se révéler intéressante (Tableau 8). S'il est évident que le fonctionnement en régime thermique permanent peut nous donner des informations sur la résistance thermique du dépôt et donc sur son épaisseur, à condition de connaître la conductivité thermique, il semble intéressant de travailler en régime thermique instationnaire. Dès lors, l'information, dépendante du temps, est plus complète puisque nous avons accès, non seulement à la résistance thermique du dépôt mais aussi à sa diffusivité thermique amenant des informations sur les propriétés thermiques de l'encrassement. Les informations complémentaires que l'on peut obtenir sur celui-ci peuvent renseigner quant à sa nature, sa composition et donc sur le mode de traitement nécessaire pour le contrôler, voire l'éliminer.

Régime thermique	Conditions initiales	Conditions aux limites
<b>Permanent</b>	$T(x, t) = T(x)$ $T(L, t) = T_w$ $T(\infty, t) = T_b$ $\varphi(0, t) = \varphi_0$	
<b>Transitoire</b>	$T(x, 0) = T_0(x)$ $T(\infty, t) = T_b$ $\varphi(0, 0) = \varphi_1$	$T(\infty, t) = T_b$ $\varphi(0, t > 0) = \varphi_2$
<b>Périodique établi</b>	$T(L, t) = T_w(t)$ $T(\infty, t) = T_b$ $\varphi(0, t) = \varphi_0(t)$	

Tableau 8 : Conditions initiales et aux limites pour les différents modes de fonctionnement et la résolution de l'équation de la chaleur

Dans cette partie, l'objectif est de présenter la structure du capteur FS et de calculer les profils de température au sein de celui-ci en régime thermique permanent puis périodique pour les deux géométries : plane ou cylindrique. L'évaluation du profil thermique au sein de la sonde nous permet de connaître l'évolution de la température mesurée à la surface du capteur en fonction de la quantité de chaleur dissipée de l'élément chauffant ainsi que de l'épaisseur de dépôt. On montrera aussi comment s'effectue l'estimation de l'épaisseur d'encrassement.

Pour tous les calculs qui vont suivre, les effets de bord seront systématiquement négligés.

### 1.3.3.1 Régime thermique permanent

On considère dans un premier temps un capteur plan, affleurant dans une conduite. Une résistance chauffante diffuse un flux vers le fluide. La directionnalité du flux est garantie par une isolation thermique placée à l'arrière de l'élément chauffant (Figure 9). On considère qu'il y a toujours un matériau entre celui-ci et une gaine d'inox. L'encrassement croît sur cette surface inoxydable.

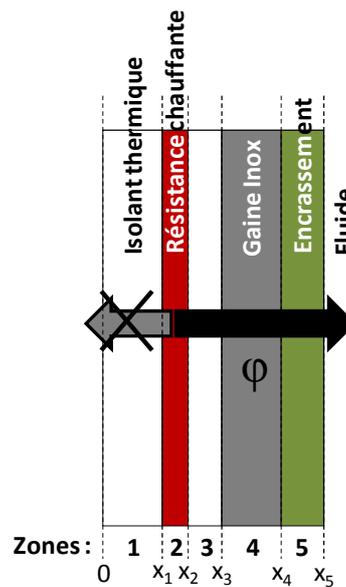


Figure 9 : Représentation schématique des différentes couches traversées par le flux thermique en géométrie plane

	Régime thermique	Equation de la chaleur	Conditions aux limites	Solution
Zone 1	Permanent simple $\frac{dT}{dt} = 0$ $q = 0$	$\Delta T = \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = 0$	$x = 0, T = T_0$ $x = x_1, T = T_1$	$T = T_0 - \frac{T_0 - T_1}{x_1} x$
Zone 2	Permanent composé $\frac{dT}{dt} = 0$ $q \neq 0$	$\lambda \Delta T + q = 0$	$x = x_1, T = T_1$ $x = x_2, T = T_2$ $\varphi(x_1) = 0$	$T = -\frac{q}{2} x^2 + Ax + B$ $A = -qx_1$ $B = T_2 + \frac{q}{2}(x_2^2 - 2x_1x_2)$
Zone 3	Permanent simple $\frac{dT}{dt} = 0$ $q = 0$	$\Delta T = \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = 0$	$x = x_2, T = T_2$ $x = x_3, T = T_3$	$T = T_2 - \frac{T_2 - T_3}{x_3 - x_2}(x - x_2)$
Zone 4			$x = x_3, T = T_3$ $x = x_4, T = T_w$	$T = T_3 - \frac{T_3 - T_w}{x_4 - x_3}(x - x_3)$
Zone 5			$x = x_4, T = T_w$ $x = x_5, T = T_5$	$T = T_w - \frac{T_w - T_5}{x_5 - x_4}(x - x_4)$

Tableau 9 : Résolution de l'équation de la chaleur dans le capteur en coordonnées planes

Nous allons regarder plus précisément ce qu'il se passe dans le dépôt encrassant (zone 5, Tableau 9) sur la surface de la sonde et en contact avec un fluide en écoulement dont le coefficient de transfert convectif est  $h$ . A partir de l'équation 17, on a :

$$\varphi = \lambda \frac{T_w - T_5}{x_5 - x_4} \quad (\text{Equation 46})$$

Il suit :

$$P = \varphi S = \lambda S \frac{T_w - T_5}{x_5 - x_4} \quad (\text{Equation 47})$$

Nous savons que le transfert convectif est donnée par :

$$P = hS(T_5 - T_b) \quad (\text{Equation 48})$$

Supposons que nous ayons un dépôt d'épaisseur  $e$ , alors  $x_5 - x_4 = e$ . De cette manière, la différence de température mesurée par le capteur est :

$$\Delta T = T_w - T_b = \frac{P}{S} \left[ \frac{e}{\lambda} + \frac{1}{h} \right] \quad (\text{Equation 49})$$

Si nous considérons que le coefficient de transfert par convection est très grand (ce que nous supposons pour un régime d'écoulement turbulent), nous pouvons calculer une épaisseur d'encrassement :

$$e = \frac{\lambda S \Delta T}{P} \quad (\text{Equation 50})$$

Le capteur cylindrique intrusif a une structure similaire au capteur plan. La résistance chauffante est généralement enroulée sur un matériau céramique. Un autre matériau assure le contact entre l'élément chauffant et la surface du capteur en inox (Figure 10).

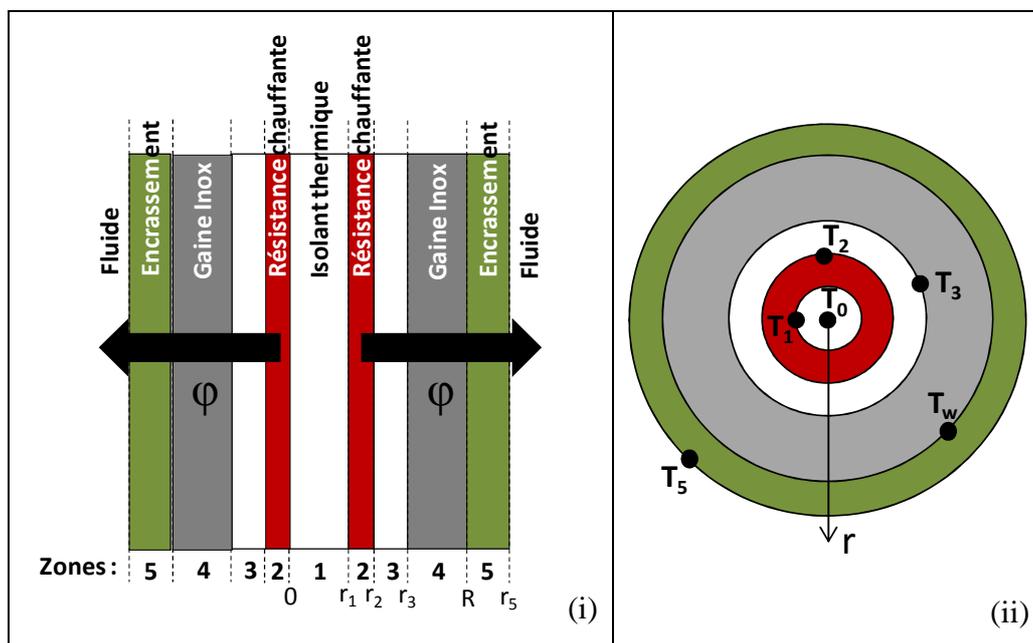


Figure 10 : Représentation schématique des différentes couches traversées par le flux thermique en géométrie cylindrique – Vues en coupe de profil (i) et de dessus (ii)

	Régime thermique	Equation de la chaleur	Conditions aux limites	Solution
Zone 1	Permanent simple $\frac{dT}{dt} = 0$ $q = 0$	$\Delta T = \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} + \frac{\partial^2 T}{\partial r^2} = 0$	$r = 0, T = T_0$ $r = r_1, T = T_1$	$T = T_0 - \frac{T_0 - T_1}{\ln r_1} \ln r$
Zone 2	Permanent composé $\frac{dT}{dt} = 0$ $q \neq 0$	$\lambda \Delta T + q = 0$	$r = r_1, T = T_1$ $r = r_2, T = T_2$ $\varphi(r_1) = 0$	$T = -\frac{q}{4\lambda} r^2 + A \ln r + B$ $A = \frac{q}{2\lambda} r_1^2$ $B = T_2 + \frac{q}{4\lambda} (r_2^2 - 2r_1^2 \ln r_2)$
Zone 3	Permanent simple $\frac{dT}{dt} = 0$ $q = 0$	$\Delta T = \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} + \frac{\partial^2 T}{\partial r^2} = 0$	$r = r_2, T = T_2$ $r = r_3, T = T_3$	$T = T_2 - \frac{T_2 - T_3}{\ln \frac{r_3}{r_2}} \ln \frac{r}{r_2}$
Zone 4			$r = r_3, T = T_3$ $r = R, T = T_w$	$T = T_3 - \frac{T_3 - T_w}{\ln \frac{R}{r_3}} \ln \frac{r}{r_3}$
Zone 5			$r = R, T = T_w$ $r = r_5, T = T_5$	$T = T_w - \frac{T_w - T_5}{\ln \frac{r_5}{R}} \ln \frac{r}{R}$

Tableau 10 : Résolution de l'équation de la chaleur dans le capteur en coordonnées cylindriques

De la même manière, nous allons pouvoir définir le profil de température dans le dépôt (zone 5, Tableau 10) sur la surface de la sonde et en contact avec un fluide en écoulement dont le coefficient de transfert convectif est  $h$ . Dans ce cas :

$$\varphi = \lambda \frac{T_w - T_5}{\ln \frac{r_5}{R}} \frac{1}{r} \quad (\text{Equation 51})$$

Il suit :

$$P = \varphi S = 2\pi l \lambda \frac{T_w - T_5}{\ln \frac{r_5}{R}} \quad (\text{Equation 52})$$

Le transfert de chaleur par convection a la même expression que précédemment. Ici aussi, nous prenons en considération un dépôt d'épaisseur  $e$ . On a alors  $r_5 = R + e$ . De cette manière, la différence de température mesurée par le capteur est :

$$\Delta T = T_w - T_b = \frac{P}{2\pi l} \left[ \frac{1}{\lambda} \ln \left( \frac{R+e}{R} \right) + \frac{1}{h(R+e)} \right] \quad (\text{Equation 53})$$

Avec un coefficient de transfert par convection très grand (régime d'écoulement turbulent), nous pouvons calculer une épaisseur d'encrassement :

$$e = R \left[ \exp \left( \frac{\Delta T 2\pi l \lambda}{P} \right) - 1 \right] \quad (\text{Equation 54})$$

### 1.3.3.2 Régime thermique périodique

De nombreuses études montrent l'utilisation d'un régime instationnaire ou périodique ( $d\theta/dt \neq 0$ ) pour la mesure des propriétés thermiques des matériaux notamment la diffusivité thermique  $a$  [73-80]. Le principe est simple : comme précédemment, une puissance connue est dissipée par un élément chauffant et la réponse en température est analysée. En régime thermique instationnaire, la puissance dissipée est une fonction du temps. Cela peut être une simple impulsion, un échelon ou une sinusoïde par exemple. Lorsque l'on cherche à connaître les propriétés du matériau, on peut soit se concentrer sur la partie transitoire du signal (durant laquelle la densité de flux passe d'une valeur  $\varphi_1$  à une autre  $\varphi_2$  indépendante de  $t$ ) ou sur une partie où le régime est périodique et établi. Nous allons nous limiter dans ce qui suit à l'étude d'un régime périodique établi. Dans ce contexte, l'excitation en puissance est sinusoïdale, de fréquence et d'amplitude connues. La réponse en température se fait avec la même fréquence, avec une amplitude et un décalage de phase par rapport à l'excitation qui dépend des propriétés thermiques du dépôt mais aussi du nombre de Biot et du nombre de Fourier. Ce qui nous intéresse plus particulièrement est la détermination de l'épaisseur d'encrassement ainsi que des propriétés thermiques du dépôt [65, 81].

Nous allons résoudre dans ce qui suit l'équation de la chaleur lorsque le régime thermique est périodique, sinusoïdal et établi.

En coordonnées cartésiennes, la résolution est relativement simple et détaillée dans de nombreux travaux [82-85]. On considère une plaque plane infinie dont l'épaisseur est  $e$ . On notera également  $\lambda$ ,  $\rho$  et  $C_p$  respectivement sa conductivité thermique, sa masse volumique et sa capacité calorifique. Nous avons vu que l'équation générale de la chaleur est la suivante :

$$\lambda \Delta T + q = \rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} \quad (\text{Equation 55})$$

Dans la couche étudiée, il n'y a pas de génération de chaleur ( $q = 0$ ). De plus, on considère cette plaque comme infinie suivant les directions  $y$  et  $z$ , donc il vient :

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{1}{a} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (\text{Equation 56})$$

Où  $a$  est la diffusivité thermique du matériau :

$$a = \frac{\lambda}{\rho C_p} \quad (\text{Equation 57})$$

Pour résoudre cette équation du second degré, on utilise la notation complexe pour l'équation de la chaleur ainsi que pour les conditions initiales et aux limites :

$$\begin{array}{l} \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} - \frac{1}{a} \frac{\partial T}{\partial t} = 0 \quad (58) \\ T(0, t) = T_0 \cos \omega t \\ T(x \rightarrow \infty, t) = T_b \end{array} \quad \rightarrow \quad \begin{array}{l} \frac{d^2 \bar{T}}{dx^2} - \frac{j\omega}{a} \bar{T} = 0 \quad (59) \\ \overline{T(0)} = T_0 \\ \overline{T(x \rightarrow \infty)} = T_b \end{array}$$

La résolution du système et l'application des conditions aux limites nous permet d'écrire :

$$\overline{T(x)} = T_0 \exp\left(-\sqrt{\frac{\omega}{2a}} x\right) \exp\left(-j \sqrt{\frac{\omega}{2a}} x\right) \quad (\text{Equation 60})$$

Finalement, la solution, dans le domaine réel, est donnée par :

$$T(x, t) = T_0 \exp\left(-\sqrt{\frac{\omega}{2a}} x\right) \cos\left(\omega t - \sqrt{\frac{\omega}{2a}} x\right) \quad (\text{Equation 61})$$

On remarque alors qu'il y a un terme d'atténuation de l'amplitude des oscillations avec l'augmentation de l'épaisseur du dépôt ainsi qu'un terme de déphasage. Il faut noter que la température varie entre deux extrema  $-T_0$  et  $+T_0$ . Dans notre cas particulier, nous verrons plus tard que la température minimale est égale à la température du fluide  $T_b$ . De même, si la fréquence est adaptée, nous verrons que la température maximale correspond à la surchauffe pariétale obtenue en régime thermique permanent. Ainsi, on mesurera une augmentation de température :

$$\Delta T(x, t) = T(x, t) - T_b = \frac{e\varphi}{2\lambda} \exp\left(-\sqrt{\frac{\omega}{2a}} x\right) \left[\cos\left(\omega t - \sqrt{\frac{\omega}{2a}} x\right) + 1\right] \quad (\text{Equation 62})$$

La connaissance de l'amplitude  $A$  des oscillations et du déphasage  $\phi$  nous permettent de connaître la diffusivité thermique du dépôt :

$$A = \frac{e\varphi}{\lambda} \exp\left(-e \sqrt{\frac{\omega}{2a}}\right) \quad (63) \quad \rightarrow \quad a = \pi f \left(\frac{e}{\ln\left(\frac{e\varphi}{\lambda A}\right)}\right)^2 \quad (65)$$

$$\phi = e \sqrt{\frac{\omega}{2a}} \quad (64) \quad \rightarrow \quad \text{ou} \quad a = \pi f \left(\frac{e}{\phi}\right)^2 \quad (66)$$

A partir de là, si nous connaissons un des trois paramètres  $e$ ,  $\lambda$ , ou le produit  $\rho C_p$  (capacité thermique volumique), nous pouvons calculer les deux paramètres manquants.

En coordonnées cylindriques, la résolution de l'équation est beaucoup plus complexe [86-88] car c'est une équation du second ordre à coefficients non constants et il n'existe pas d'expression générale des solutions d'une telle équation. On a généralement recours à des fonctions de Bessel. L'homme de l'art s'attachera à la résolution de cette équation et fera les mêmes remarques que ce que nous avons observé en coordonnées planes.

### 1.3.4 Synthèse et verrous identifiés

Nous venons de décrire les modes d'utilisation possibles du capteur commercialisé par Neosens sous le nom FS. Cette méthode de détection de l'encrassement, telle que décrite dans le brevet [60], présente toutefois quelques inconvénients. Ils sont dus principalement à la structure et à la géométrie du capteur mais aussi à son mode de fonctionnement.

Dans le paragraphe précédent, nous venons déjà de décrire un mode de fonctionnement non décrit dans le brevet de l'INRA et qui vient répondre à deux critiques :

- le maintien en continu d'une surchauffe pariétale peut être une cause supplémentaire à l'origine de l'encrassement. En outre, en agissant directement sur la formation du dépôt, elle peut induire des conditions qui ne sont pas reproductibles de l'encrassement qui est généré sur l'équipement,
- l'information obtenue ne concerne que l'épaisseur d'encrassement à partir de la connaissance de la conductivité thermique du dépôt.

A la vue de ce qui précède, il serait donc intéressant de pouvoir disposer d'un système basé sur une méthode pour laquelle nous avons une modulation du flux généré à la surface du capteur et la possibilité d'avoir des informations supplémentaires sur la nature du dépôt : conductivité thermique et/ou chaleur spécifique. Ces informations seront ensuite utiles aux industriels pour privilégier une méthode de nettoyage par rapport à une autre par exemple.

D'autres inconvénients peuvent aussi être formulés quant à la structure du capteur décrit dans le brevet INRA :

- en raison de l'inertie thermique du système les temps de réponse peuvent se révéler trop longs pour certaines applications ou induire un déphasage entre les mesures des températures du fluide et pariétale.
- Par ailleurs, avec ce système il est difficile de détecter les premières phases de début de formation d'un dépôt d'encrassement (limites de détection et de quantification).
- Enfin, pour le suivi d'encrassement générant de faibles résistances thermiques, il serait souhaitable d'accroître la sensibilité et la précision des mesures.

En considérant cela, il serait intéressant de pouvoir disposer d'un capteur de détermination de l'encrassement d'un réacteur de conception simplifiée et dont les performances métrologiques sont accrues.

## 1.4 Enjeux du travail

### 1.4.1 Dispositif microsysteme

Les intérêts économiques et techniques nous amènent naturellement vers une solution microsysteme pour répondre à notre problématique. En effet, en plus de présenter un coût très faible et une possibilité de production de masse, les capteurs microsystemes ou MEMS peuvent nous conduire vers une solution de mesure avec des limites de détection, des limites de quantification et une sensibilité accrues.

Même si le terme MEMS (*Micro Electro-Mechanical System*) désigne l'intégration (ou l'assemblage) dans un même dispositif d'un actionneur, d'un capteur et d'une électronique, on parle encore de microsysteme quand l'assemblage ne comporte qu'un capteur ou actionneur associé à une électronique. La différence entre un composant micro-électronique et un composant microsysteme réside dans le fait que ce dernier ne réalise pas seulement une fonction électronique mais intègre également d'autres fonctions de natures différentes : mécanique, thermique, optique, chimique ou encore biochimique.

Dans ce travail, nous avons cherché et proposé une solution microsysteme. L'introduction de tels dispositifs dans les industries de procédés doit permettre d'accéder en ligne et en temps réel à des informations nombreuses et pertinentes, et pour ce qui nous concerne, l'état d'encrassement d'un équipement, à des échelles jusqu'ici inaccessibles et de rétroagir dès que cela s'avérera nécessaire.

Le transfert technologique du capteur FS vers une structure microsysteme doit viser 4 objectifs majeurs :

- La diminution des prix de revient industriels,
- la fabrication collective et en grande quantité du produit,
- l'amélioration des performances du capteur,
- la constitution en réseaux de capteurs.

## 1.4.2 Cahier des charges

Nous allons définir le cahier des charges du capteur.

Le capteur est un microsystème permettant la mesure en ligne et en continu des phénomènes d'encrassement dans les procédés industriels. Il permettra de donner une information sur l'épaisseur  $e$  et/ou les propriétés thermiques du dépôt  $\lambda$ ,  $\rho$ ,  $C_p$ . Nous espérons une résolution en température telle que nous pourrions détecter les premières phases de formation des dépôts et avoir une information sur l'épaisseur proche du micromètre (Tableau 11). Le capteur, par ses dimensions réduites, aura une inertie thermique très faible, ce qui aura pour effet de diminuer le temps de réponse par rapport à la version actuelle FS. Cette réduction de taille induit des coefficients de convection locaux plus élevés ce qui permet de travailler avec des densités de flux imposées plus importantes sans induire de surchauffe pariétale dommageable en conditions propres.

Les conditions d'écoulement au sein du procédé sont essentielles ; si elles sont turbulentes alors elles correspondent aux conditions nominales de travail du capteur. En revanche, si elles sont laminaires, la densité de flux dissipée devra être ajustée pour limiter la surchauffe pariétale.

Ainsi, à partir des caractéristiques métrologiques des températures, du contrôle de la densité de flux et de conditions d'écoulement favorables au sein du procédé, une gamme de mesure d'encrassement peut être définie en considérant un encrassement biologique isotrope de type biofilm ( $\lambda = 0,6 \text{ W/(m.K)}$ ). Le Tableau 11 synthétise les performances métrologiques existantes pour la version FS et souhaitées pour la structure MEMS.

Performances métrologiques	FS	Micro-capteur
Dimension de la zone active [mm <sup>2</sup> ]	100	1
Densité de flux imposée [W/m <sup>2</sup> ]	< 2000	< 10000
Métrologie thermique	Précision : $\pm 0,2^\circ\text{C}$	Précision : $\pm 0,05^\circ\text{C}$
<b>Limites de détection :</b>		
- Température [ $^\circ\text{C}$ ]	$\pm 0,4$	$\pm 0,1$
- Résistance thermique surfacique [K.m <sup>2</sup> /W]	$2,5 \cdot 10^{-4}$	$1,5 \cdot 10^{-5}$
- Epaisseur (biofilm) [ $\mu\text{m}$ ]	150	5
<b>Limites de quantification :</b>		
- Minimale [ $\mu\text{m}$ ]	300	20
- Maximale [ $\mu\text{m}$ ]	3000	1
Régime d'écoulement	Turbulent	Turbulent

Tableau 11 : Cahier des charges pour le microsystème et comparaison de performances avec le capteur FS

Les domaines d'utilisation des capteurs conduisent à établir un cahier des charges opérationnel.

Nous visons des applications du capteur dans les circuits d'eau de refroidissement et les industries agroalimentaires. En fixant une limite d'utilisation en température à 150°C, nous pouvons répondre à la très grande partie des demandes dans les deux secteurs identifiés précédemment ainsi qu'à une partie concernant les industries de la chimie et de la pétrochimie pour lesquelles les contraintes thermiques peuvent aller au-delà de 250°C. En fixant une contrainte de tenue en pression à 10 bars, nous voulons de la même manière pouvoir satisfaire les critères de résistance des deux premiers secteurs visés. Enfin, il faudra prendre en considération les contraintes chimiques que subira le capteur à l'interface avec le fluide : produits biocides, oxydants, caustiques et acides. Ainsi, les contraintes de pH sont fixées entre 1 et 13.

Le capteur aura une géométrie plane (du côté du fluide) et devra être intégré dans un conditionnement adapté aux conditions d'utilisation. Le pilotage sera fait par un programme qui gère à la fois l'alimentation de l'élément chauffant et le contrôle des températures  $T_b$  et  $T_w$  par les deux capteurs intégrés dans le microsysteme.

Le fonctionnement de la structure microsysteme est le même que celui du capteur FS. Il pourra fonctionner indifféremment en régime thermique permanent ou périodique établi. L'utilisation même d'un micro-capteur va permettre de diminuer les temps de réponse et donc de travailler à des fréquences plus importantes en régime thermique périodique.

Pour conclure ce chapitre, nous dirons donc que l'encrassement est un des facteurs limitant les performances des procédés industriels. Sa mesure a fait l'objet de nombreux travaux que nous avons inventoriés et analysés.

La mesure par voie thermique est une option proposée par l'INRA et développée par Neosens sous la forme d'un capteur réalisé par des assemblages de composants. Nous allons reprendre ce principe de fonctionnement et, à partir du cahier des charges, concevoir et réaliser une version microsysteme mono-puce pour laquelle nous attendons des plus grandes précisions de mesure et des coûts de production réduits permettant une systématisation des mesures.

Nous décrirons, dans le chapitre suivant, les étapes de conception, de simulation et de dimensionnement du micro-capteur d'encrassement.

## - Chapitre 2 : Conception du micro-capteur -

Notre objectif vise à concevoir et développer en technologies microsystèmes un micro-capteur d'encrassement afin :

- d'atteindre de nouvelles performances métrologiques et ouvrir d'autres champs applicatifs dans la limite des contraintes définies dans le cahier des charges,
- de réaliser une structure intégrée pouvant recevoir d'autres fonctionnalités,
- d'accéder à une version de capteur intégrable et pouvant être constituée en réseaux de capteurs communicants et en réseaux de surveillance.

Pour la conception d'un produit et d'un microsystème en particulier, nous avons suivi une démarche bien définie. Sur la base du cahier des charges défini dans le chapitre précédent, nous devons franchir les étapes suivantes :

- Estimer la faisabilité. Pour cela, nous imaginerons, après une revue de l'état de l'art, une structure pour le produit qui réponde aux exigences du cahier des charges. Des modèles de base seront mis en place pour répondre à la question de la faisabilité du point de vue des performances et de la fabrication du capteur,
- Modéliser finement le micro-capteur. Les modèles peuvent être logiques (décomposition en fonctions élémentaires, architecture des fonctions élémentaires, vérification logique, etc.) et physiques. Dans notre cas, nous nous intéresserons uniquement à la structure du dispositif dans le but d'appréhender les comportements thermique et mécanique de la structure microsystème (prototype virtuel),
- Choisir les technologies appropriées. C'est à ce moment là que sont faits les choix sur les matériaux et les composants à utiliser pour la fabrication. Le prototype virtuel peut être réajusté pour tenir compte des réalités technologiques puis être optimisé. Lorsque les fonctionnalités sont acquises et mises en lien avec les technologies disponibles, les étapes de fabrication peuvent débiter.

C'est cette démarche que nous allons suivre dans ce chapitre.

## 2.1 Etat de l'art

Nous voulons concevoir un microsystème reposant sur un principe thermique pour la mesure de l'encrassement en utilisant les technologies de la microélectronique. Nous avons le choix de travailler à puissance constante ou à température constante [89] comme détaillé dans la Figure 11. Ce sont des modes de fonctionnement couramment utilisés pour les capteurs de débit. A puissance constante, est mesurée une diminution de la température de chauffe ou une diminution de surchauffe (par rapport à une référence) avec l'augmentation du débit tandis qu'à température constante, c'est l'augmentation de la puissance nécessaire ou la diminution également de la surchauffe que l'on peut mesurer.

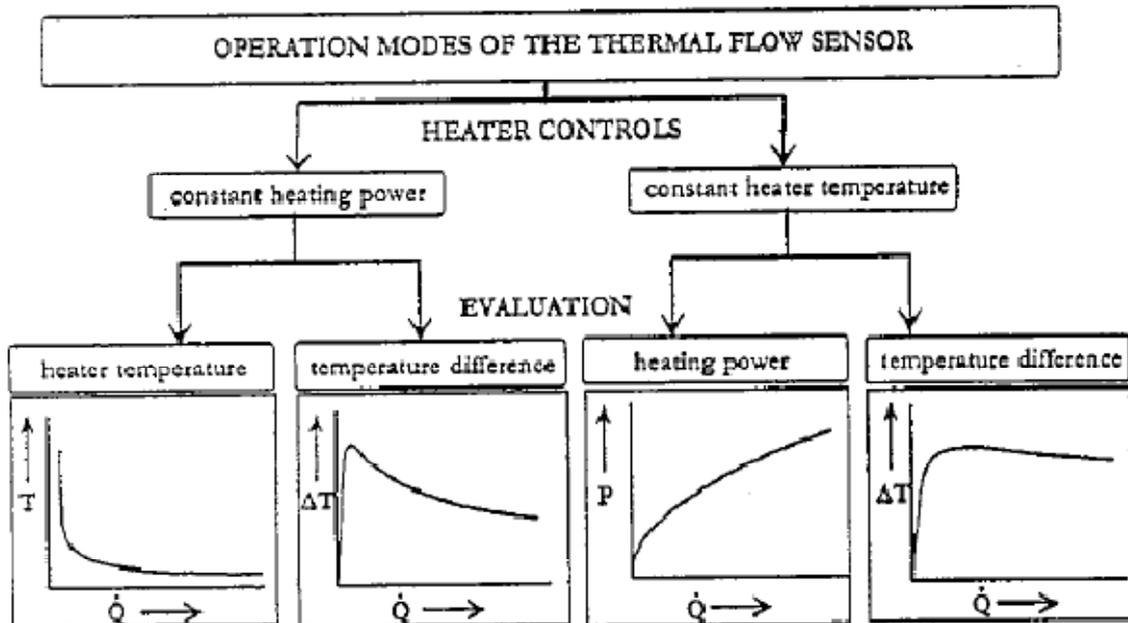


Figure 11 : Modes de fonctionnement pour un capteur thermique [89]

D'autres capteurs microsystèmes, et en particulier, les capteurs de débit, travaillent sur le principe du temps de vol (« *time of flight* »), principe pour lequel on mesure le temps que met la propagation de chaleur entre un émetteur et un capteur. Un aperçu des différentes techniques utilisées pour les mesures de débit, base de notre réflexion, est représenté avec le Tableau 12. On note que la littérature montre une réutilisation de ces technologies pour les travaux effectués après 1997.

First author	Year	Circuit use	Operating mode	Integrated		
				Component	Microchannel	Gas/liquid
Johnson [8]	1987	Wheatstone	Constant temperature	3 Resistors	N	G
Tai [9]	1987	–	Constant current	Doped $R$	N	G
Stenberg [10]	1988	–	–	Diodes	N	L
Bouwstra [11]	1990	Wheatstone	–	Resistors	N	G
Oudheusden [12]	1990	–	Constant temperature	4 Thermopiles	N	G
Esashi [13]	1990	Wheatstone	Constant current	3 Resistors	Y	G
Moser [14]	1991	Wheatstone	Constant power	Thermopile	N	G
Brandebjerg [15]	1991	Phase-shift determinant	Time-of-flight	3 Diodes	Y	L
Yang [16]	1992	Computer	Time-of-flight	3 Diodes	Y	G
Moser [17]	1992	Wheatstone	Constant power	3 Resistors	N	G
Yoon [5]	1992	Wheatstone	Constant temperature	3 Resistors	N	G
Lammerink [18]	1993	Wheatstone	Constant power/temperature	3 Resistors	Y	G/L
Gass [19]	1993	Wheatstone	Drag force	Resistor	Y	L
Shoji [20]	1994	Wheatstone	Time-of-flight	Resistor array	N	G
Kohl [21]	1994	Commercial A/D	Constant power	3 Ge resistance	Y	G/L
Kuijk [22]	1995	Artificial neural network (ANN)	Time-of-flight	Resistor array	Y	G
Kersjes [1]	1995	Wheatstone	Constant power	2 Diodes	N	L
Nguyen [23]	1995	Computer	Constant power/temperature	Resistor array	Y	G/L
Lin [24]	1996	Voltage divider	Constant power	Dielectric	N	G
Neda [25]	1996	–	All modes	Doped $R$	N	G
Srinivasan [26]	1997	–	Constant power	3 Pt Resistors	Y	G
Castaner [4]	1997	$\Sigma-A$ A/D	Constant current	4 Diodes	N	L
Richter [6]	1997	Amplitude measurement	Pulsed power	3 Resistors	Y	L
Mayer [2]	1997	A/D converter	Constant power	2 Thermopiles	N	G

Tableau 12 : Techniques thermiques d'analyse d'un fluide [90]

La recherche d'une solution pour le contrôle d'un flux thermique et l'isolation de la mesure de température du fluide par rapport à l'élément chauffant s'est effectuée en regard avec la bibliographie. De nombreux types de micro-capteurs sont dédiés à l'étude des biofilms [91]. Ce sont le plus souvent des microélectrodes ou des microsystèmes à base de fibres optiques. Ils donnent une information locale sur l'activité chimique et microbienne au sein du biofilm ou sur sa structure mais n'utilisent pas de principes thermiques, leur objectif n'étant pas de donner une mesure de l'épaisseur du dépôt. Aujourd'hui, nous n'avons trouvé qu'un exemple de capteur microsystème dédié à la mesure de l'encrassement [92]. Il diffère cependant de ce que nous voulons réaliser par sa structure générale et son mode de fonctionnement : la publication montre l'utilisation de deux puces (élément chauffant et capteur de température de type diode pour chaque puce) en aval et en amont de l'écoulement. L'analyse des réponses en température permet de calculer une épaisseur d'encrassement en s'affranchissant de la vitesse du fluide. Le capteur fonctionne à température imposée. En outre, ses performances ne sont illustrées par aucun résultat dans la littérature et aucune suite n'a été donnée à ces travaux datés de 1988. Nous avons donc cherché des solutions pour réaliser une isolation thermique dans des structures non dédiées à la mesure de l'encrassement. Nous nous intéressons alors principalement aux capteurs thermiques destinés au contrôle des écoulements (mesure de débit, etc.).

Nous avons généralement deux possibilités pour réaliser une isolation thermique. Elle peut être obtenue par la structure physique du microsystème [93] ou bien par les matériaux utilisés qui présentent généralement une conductivité thermique faible. Le plus souvent, c'est la combinaison de ces deux paramètres qui permet d'atteindre l'objectif.

D'un point de vue structurel, le micro-usinage du silicium permet d'isoler des éléments (éléments chauffants, capteurs de température, de pression, etc.) en supprimant une partie du matériau silicium, bon conducteur thermique ( $\lambda = 150 \text{ W/(m.K)}$ ), par les techniques classiques de gravure sèche ou humide. Le fait d'enlever de la matière permet aussi de diminuer l'inertie du capteur et donc son temps de réponse lorsqu'il s'agit de chauffer ou de mesurer une variation de température par exemple. Les structures permettant de réaliser une isolation thermique par micro-usinage sont au nombre de trois. Les différentes variantes sont représentées sur la Figure 12.

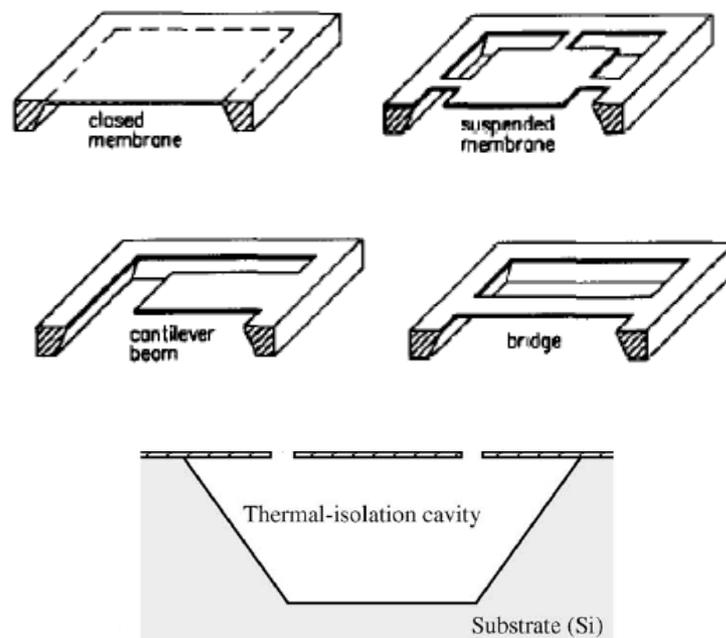


Figure 12 : Possibilités de micro-usinage pour l'isolation thermique dans le silicium [94, 95]

La plus courante est la membrane suspendue, généralement libérée de la structure silicium. Elle est constituée de matériaux dont la conductivité thermique est jusqu'à plus de 100 fois inférieure à celle du silicium. Le plus souvent, elle est fabriquée à base d'oxyde de silicium [96], de nitrure de silicium [80, 97] ou de polymères, de bonne tenue thermique, comme le parylène [98] ou le polyimide [99]. Ce sont les éléments chauffants que l'on place sur la membrane isolante [89, 100-102] ou les capteurs de température [100, 103]. On note

que la membrane, dont la masse est faible, permet de diminuer l'inertie du capteur. Citons en particulier le cas de la membrane réalisée au LAAS-CNRS qui est constituée d'une bicouche d'oxyde et de nitrure de silicium [104]. On parle aussi de pont en matière d'isolation thermique structurelle [94]. Par exemple, des ponts, en nitrure de silicium peuvent servir de support à des capteurs de température [105].

Les deux autres possibilités structurelles sont la réalisation de cavités sous l'élément chauffant [95] ou de micro-leviers [106]. Les cavités sont le résultat de la gravure humide du silicium sous un oxyde de silicium. L'espace laissé vacant est rempli d'air assurant une bonne isolation thermique.

Une technique alternative est l'amincissement de la structure silicium et l'ajout d'un isolant thermique en lieu et place du matériau gravé [107]. De même, l'espace laissé libre par le micro-usinage, peut soit être laissé tel quel, avec de l'air, ou rempli avec un matériau isolant comme l'oxyde de silicium [100] ou le polyimide [92, 108].

Sur des structures pour lesquelles on n'a pas recours au micro-usinage, il est possible de réaliser l'isolation thermique en implantant les composants sur un film de polyimide [109] ou sur une structure de silicium mésoporeux [110, 111]. Ce dernier, réalisé avec les technologies de la microélectronique présente une conductivité thermique 100 fois plus faible que celle du silicium, conductivité qui peut encore être réduite si la structure est oxydée volontairement [112].

## 2.2 Les propositions structurelles

Le capteur que nous voulons fabriquer reposera sur le fonctionnement décrit dans le brevet de l'INRA [60], à savoir à densité de flux imposée. De plus, il contient les mêmes éléments de base que le capteur FS, à savoir : un élément chauffant et deux capteurs pour les mesures des températures de peau  $T_w$  et du fluide  $T_b$ . Les contraintes que nous nous imposons sont :

- La réalisation d'un capteur monolithique pour des dimensions réduites et une intégration facilitée,
- La génération d'un flux thermique, par effet Joule, homogène et contrôlé dirigé vers le liquide en écoulement (direction normale à la surface d'échange),
- Une isolation thermique entre les deux capteurs afin que les mesures de température soient indépendantes l'une de l'autre. La mesure de température de peau est localisée au centre du flux thermique généré.

Après examen de l'état de l'art, il s'avère que la technique du micro-usinage nous paraît être une bonne solution pour mesurer indépendamment les températures  $T_b$  et  $T_w$ . Elle présente l'avantage d'être disponible au LAAS et elle a été utilisée dans de nombreux travaux. En outre, il ne faut pas perdre de vue deux éléments importants :

- Assurer un contrôle homogène et directionnel du flux vers le fluide. Nous avons donc pensé à nous servir du matériau silicium comme conducteur thermique et guide de chaleur de la source chaude vers le fluide.
- Fabriquer une interface entre le capteur et le procédé. Le capteur, si nous ne nous soucions pas ici de l'étape de *packaging*, a vocation à être en contact avec le fluide puisque le dépôt qu'il doit mesurer va croître directement sur sa surface. Nous avons donc imaginé qu'une membrane puisse servir de matériau d'interface avec la matrice fluide, d'isolant thermique entre les deux capteurs de température et de support à la structure monolithique du capteur.

Dès lors, en tenant compte de ces différentes considérations, nous avons imaginé plusieurs structures pour la réalisation du micro-capteur d'encrassement.

Les différentes propositions ont le point commun d'utiliser une structure pour laquelle le silicium sera micro-usiné. Cela doit nous permettre de contrôler la conduction de la chaleur

à partir d'un élément chauffant dans des directions privilégiées. Nous nous attacherons donc particulièrement à favoriser le passage du flux thermique vers le milieu de mesure et à le rendre quasi-inexistant dans les autres directions : face opposée au fluide ou vers le capteur de température du fluide. En privilégiant une fabrication sur puce unique, nous avons imaginé trois solutions : une structure « verticale » et deux structures « horizontales ».

Ces différentes structures sont représentées sur la Figure 13 en coupe et vues de dessus à l'exception de la structure (1). Celle-ci n'est représentée qu'en coupe pour des raisons de clarté. Notons aussi que pour les deux premières structures, la partie entre l'élément chauffant et la mesure  $T_w$  n'est pas obligatoirement micro-usinée et est donc représentée en pointillés.

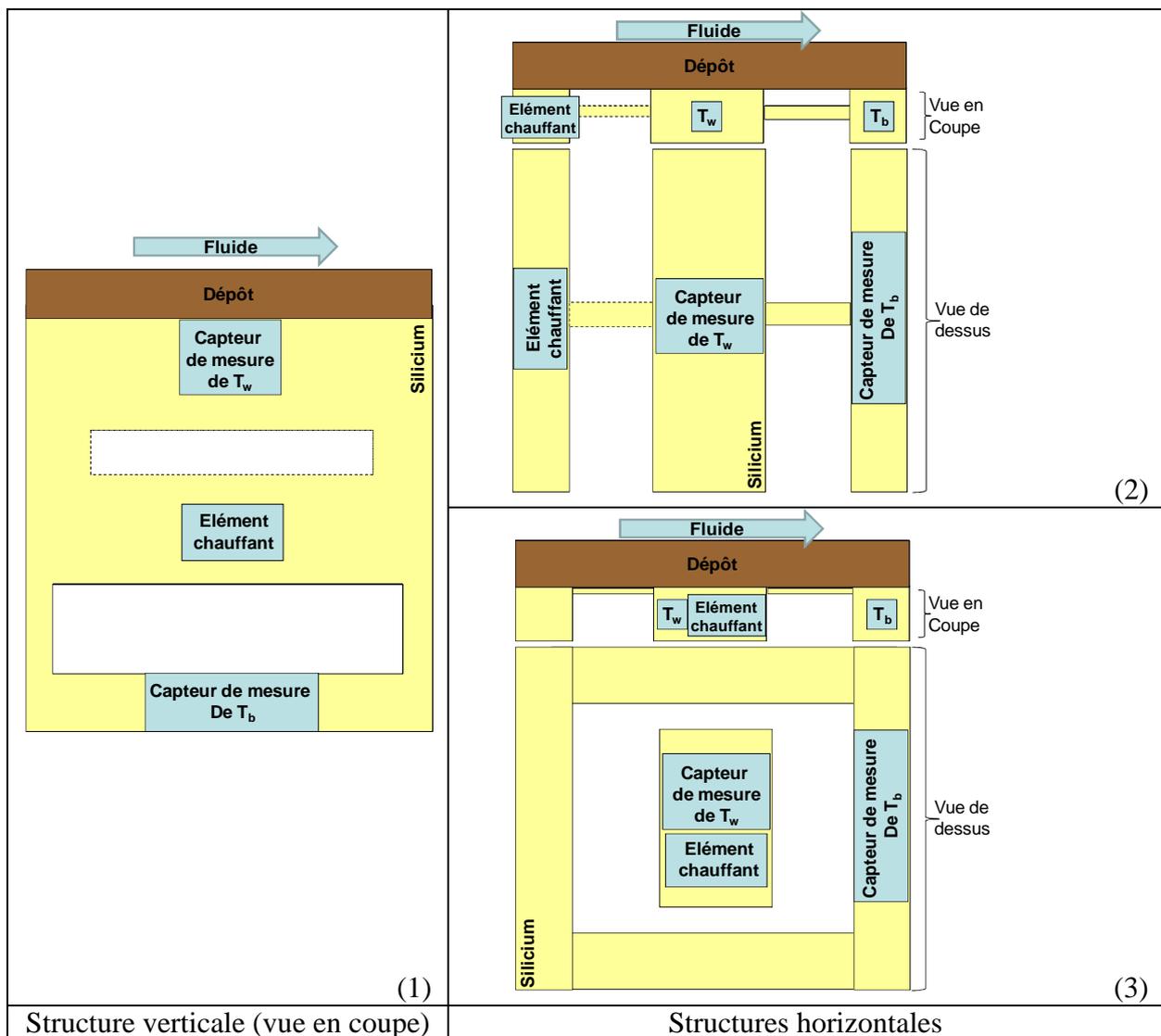


Figure 13 : Représentation schématique des solutions envisagées pour le micro-capteur

Le premier concept envisagé, le concept (1) est vertical : dans ce cas on travaille avec la tranche d'un substrat de silicium. L'élément chauffant est placé sur la partie centrale de la puce, l'élément de mesure de la température de peau est placé dans la partie haute, en contact direct ou indirect avec le fluide, et l'élément de mesure de la température du fluide est placé dans la partie basse du dispositif. Le micro-usinage du silicium entre la partie centrale et celle du haut permet de contrôler le flux de chaleur dirigé vers le fluide tandis que le micro-usinage entre la partie centrale et la partie basse permet de limiter les dissipations thermiques vers l'arrière et donc de limiter l'influence de la chauffe vers la mesure de la température du fluide. Par contre, on veillera à créer un contact (puits thermique) entre la partie basse et un support en contact avec le fluide pour s'assurer de mesurer  $T_b$ .

Sur le concept (2), l'élément chauffant est placé à une extrémité de la structure, l'élément de mesure de la température du fluide étant situé à l'opposé. Sur la partie centrale, est placé l'élément de mesure de la température de peau. De la même manière que précédemment, le micro-usinage du silicium entre la partie centrale et l'élément de chauffe permet de contrôler le flux de chaleur se dissipant entre les deux parties. Le micro-usinage entre la partie centrale et la partie mesure de  $T_b$  permet de limiter l'influence de la chauffe.

Enfin, sur le concept (3), nous présentons la deuxième version horizontale envisagée. La principale différence avec les deux précédents dessins est que la mesure de la température de paroi  $T_w$  se fait au niveau de la zone de chauffe. La chaleur est générée au niveau de la partie centrale par un élément chauffant. Un autre élément permet de relever la dérive de la température dans cette zone due à l'augmentation de l'épaisseur de dépôt. La mesure de la température du fluide  $T_b$  se fait sur une partie périphérique isolée thermiquement de la partie centrale par micro-usinage du silicium. Les deux parties sont maintenues solidaires par une membrane isolante par exemple.

Sur la Figure 14, nous représentons de façon très schématique les trois dispositifs envisagés. Sont seulement représentées les résistances thermiques formées par la structure en silicium et les températures connues ou mesurées.

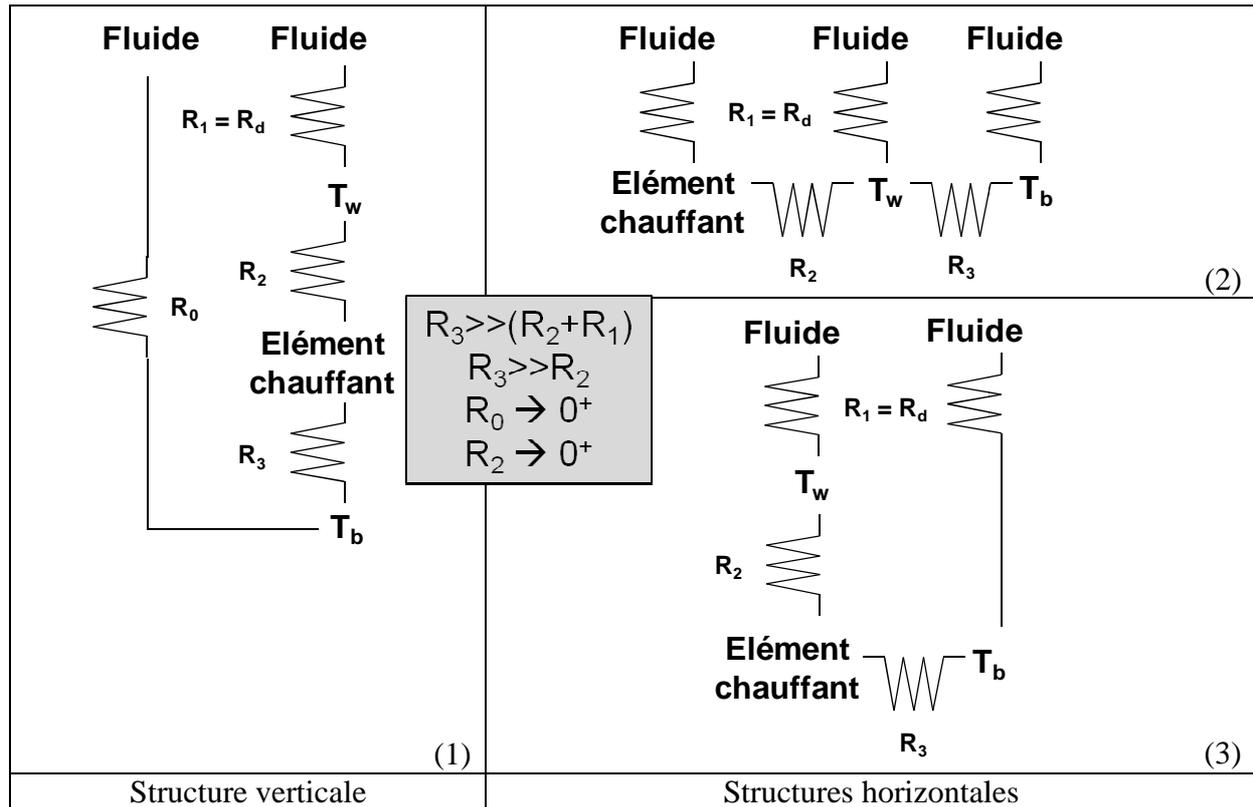


Figure 14 : Vue modélisée des différentes structures par les résistances thermiques entre éléments

Pour chaque structure, la connaissance de la géométrie de la puce (forme, dimension) et des matériaux utilisés permet de quantifier la résistance thermique générée par l’encrassement à la surface du capteur à partir des deux mesures thermiques. L’argumentation technologique et les propriétés fonctionnelles recherchées nous permettent de nous orienter vers le choix d’une structure en particulier.

### 2.3 Choix de la structure et de l’isolation thermique

La structure (1) est originale mais utiliser un substrat dans sa tranche semble difficile en pratique. Aussi, si le flux thermique est favorisé dans la direction du fluide, les pertes peuvent être importantes vers l’arrière puisque le silicium est un bon conducteur thermique. Le micro-usinage permet de fabriquer des « bras » en silicium très minces, augmentant dans le même temps la fragilité de la structure, mais l’isolation ne s’appuie sur aucun isolant thermique et il semble difficile d’isoler la mesure de température du fluide par rapport à l’élément chauffant. Il est aussi nécessaire de disposer d’un puits thermique entre cette

mesure et le fluide, ce qui n'est pas évident à réaliser en pratique. Enfin, les pertes latérales à travers le silicium peuvent être importantes.

Nous pouvons formuler les mêmes critiques pour la structure (2). Ici, ce sont les « bras » en silicium qui peuvent nous laisser dubitatifs quant à la tenue mécanique d'un tel dispositif. De plus, comme précédemment, ces « bras », même s'ils permettent de contrôler avec plus ou moins d'efficacité le flux thermique généré, sont constitués de silicium ce qui n'est pas pour défavoriser la conduction thermique d'une partie vers l'autre.

Notre choix s'est donc porté sur la structure (3) pour les raisons suivantes :

- L'isolation thermique se fait par micro-usinage du silicium mais la gravure n'est pas traversante comme pour les deux autres propositions. Et, en ce sens, la structure semble plus robuste.
- Le flux thermique est conduit via la structure silicium de la partie centrale directement vers le fluide.
- Le capteur de température de peau mesure la température du bloc central en silicium et est donc directement soumis à l'action du flux thermique.
- Les pertes latérales de chaleur autour de la partie centrale sont réduites à leur minimum puisque tout autour de celle-ci, on trouve un isolant thermique, par exemple de l'air.
- La partie périphérique, en silicium, est solidaire de la partie centrale via une membrane qui de par sa composition et sa très faible épaisseur permettent de limiter le transfert de chaleur d'une partie vers l'autre.
- La surface de la partie périphérique, plus importante que celle de la partie centrale, permet de mesurer la température du fluide.

Le principe de fonctionnement est le même que le capteur FS [113]. Une puissance connue et constante est injectée au niveau de l'élément chauffant et en mesurant la dérive de la température de peau par rapport à la température du fluide, on obtient une information sur la résistance thermique d'encrassement voire son épaisseur, en continu (Figure 15).

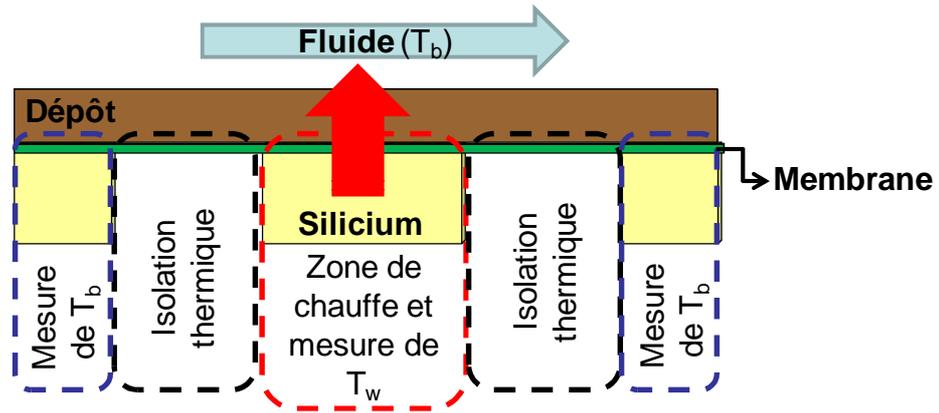


Figure 15 : Vue en coupe du micro-capteur

Ainsi, la mesure de la température de paroi sera égale à :

$$T_w = T_b + P \times R_1 \quad (\text{Equation 67})$$

Où  $R_1$  et  $R_2$  sont les résistances thermiques, en K/W, du dépôt et de la structure du capteur entre l'élément chauffant et le fluide, et  $P$ , la puissance dissipée dans l'élément chauffant. Si on néglige les effets de bord ainsi que la résistance  $R_2$ , on déduit une valeur pour l'épaisseur d'encrassement :

$$e = \frac{\Delta T \times S \times \lambda}{P} \quad (\text{Equation 68})$$

Où  $e$ ,  $S$  et  $\lambda$  sont l'épaisseur du dépôt (m), la surface traversée par la puissance dissipée  $P$  ( $m^2$ ) et la conductivité thermique ( $W/(m.K)$ ).

La membrane que nous nous proposons d'utiliser est celle qui a été mise au point au LAAS [104, 114]. Il s'agit d'une bicouche d'oxyde de silicium et de nitrure de silicium non stœchiométrique dont les épaisseurs sont respectivement de  $0,8 \mu m$  et  $0,6 \mu m$ . Elle présente un caractère d'isolant électrique et d'isolant thermique, les conductivités thermiques de l'oxyde de silicium et du nitrure de silicium étant respectivement de  $1,4 W/(m.K)$  et  $17 W/(m.K)$ . La membrane a été conçue et réalisée de façon à ne présenter qu'un faible niveau de contraintes résiduelles et à pouvoir ainsi être libérée sur de grandes surfaces.

Il nous reste à déterminer d'un point de vue structurel la largeur de l'espace laissé libre par micro-usinage du silicium entre la partie centrale et la partie périphérique. Nous appellerons cet espace le « *gap* ». Les simulations numériques vont nous permettre de choisir cette largeur en fonction des contraintes mécaniques et thermiques définies au préalable dans le cahier des charges.

## 2.4 Simulation numérique

La conception d'un capteur nécessite la maîtrise de nombreux paramètres physiques. La présence d'un actuateur, l'élément chauffant, et de capteurs de température implique l'étude des interactions mécaniques et thermiques. Nous ne nous sommes pas intéressés aux aspects électriques.

L'utilisation d'une membrane et la largeur du *gap* vont avoir un impact sur la robustesse du micro-capteur et sur les transferts thermiques. Les problèmes mécaniques que l'on peut rencontrer sont liés aux contraintes thermo-élastiques qui apparaissent pendant la fabrication de la membrane. Aucun logiciel de simulation ne permet de calculer efficacement ces contraintes compte tenu du nombre important de paramètres mis en jeu lors de la réalisation. Nous allons nous attacher à montrer des tendances afin de répondre à deux questions :

- Quelle doit être la largeur du *gap* ?
- Dans quelle mesure le remplissage de l'espace laissé vacant par le micro-usinage influence les contraintes mécaniques et les gradients de température ?

Nous garderons à l'esprit que seule l'expérimentation permettra de répondre aux questions de tenue mécanique.

### 2.4.1 Simulation numérique par éléments finis

#### ➤ Généralités :

La simulation par éléments finis permet de ramener le problème d'un milieu continu à un ensemble de problèmes discrets contenant un nombre fini d'inconnues. Ainsi, la résolution des équations de propagation d'énergie permet de calculer les grandeurs physiques pour tous les points d'une structure donnée. L'obtention de ces points de calcul est réalisée en

discrétisant un volume ou une surface par un maillage (Figure 16). Les sous-éléments issus du maillage sont les éléments finis. La solution finale est interpolée à partir des solutions obtenues pour chaque nœud du réseau maillé. On note que plus le maillage est fin, plus les solutions sont précises. Le problème est alors exprimé sous forme matricielle et est résolu par triangularisation des matrices.

Dans notre cas, nous avons travaillé avec COMSOL Multiphysics™ (version 3.5a).

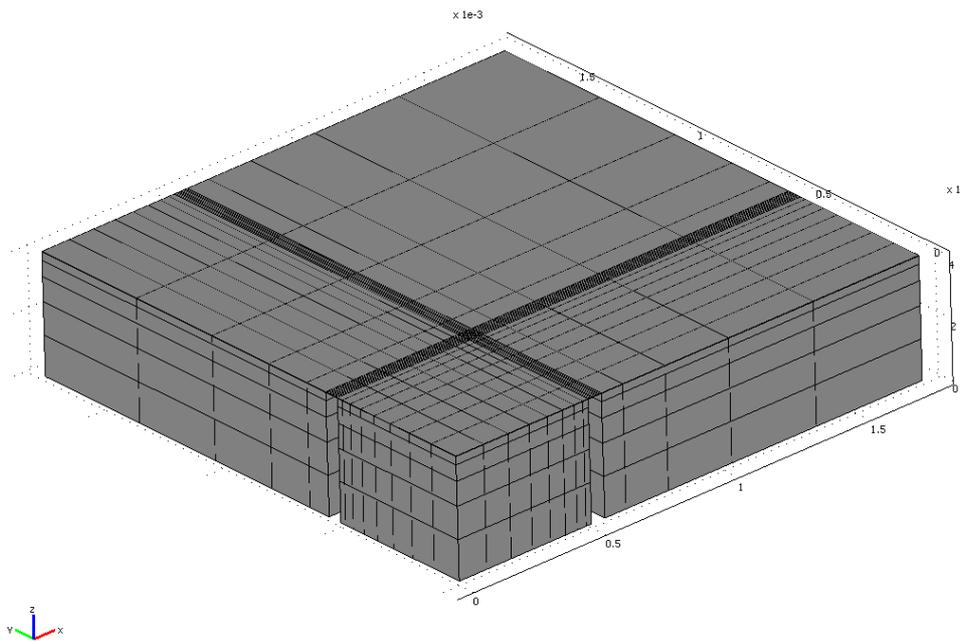


Figure 16 : Maillage de la structure simulée

➤ Structure :

La structure que nous voulons étudier est un parallélépipède de 3,5 mm de côté. Son épaisseur en silicium est de 400  $\mu\text{m}$ . La membrane est composée d'une bicouche d'oxyde et de nitrure de silicium dont les épaisseurs respectives sont de 0,8  $\mu\text{m}$  et 0,6  $\mu\text{m}$  et dont les propriétés thermiques sont connues, notamment la conductivité thermique : 1,4 W/(m.K) et 17 W/(m.K) respectivement [114]. Nous définissons des largeurs de *gap* de 25, 50, 100, 200 ou 500  $\mu\text{m}$ . La géométrie complète peut être réduite à une structure élémentaire correspondant au quart de la structure réelle (conditions de symétrie).

Après l'étude de sensibilité des résultats au maillage, un maillage optimal a pu être obtenu. Celui-ci, composé de parallélépipèdes, comprend 6635 éléments pour 175227 degrés de liberté. Nous avons pris soin de raffiner le maillage dans les zones critiques, c'est-à-dire

dans la membrane et aux environs de celle-ci car c'est ici que doivent être évaluées avec précision les contraintes mécaniques ainsi que les gradients de température.

➤ Conditions aux limites et de simulation :

Nous avons négligé les déperditions thermiques latérales et vers l'arrière. Les conditions aux limites, suivant le type de simulation, mécanique ou thermique, sont résumées dans le Tableau 13.

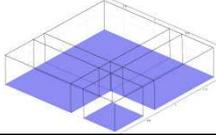
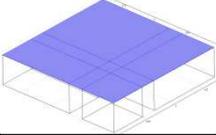
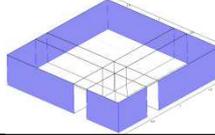
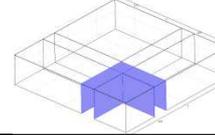
Simulation	Face arrière	Face avant	Faces latérales de la puce	Faces formant le <i>gap</i>
<b>Aperçu</b>				
<b>Mécanique</b>	Fixe	Libre Pression $p$	Libre / Symétrie	Libre
<b>Thermique</b>	Isolation Température $T_c$ au centre	Flux convectif Température $T_b$ $h = 2000$ $W/(m^2.K)$	Isolation / Symétrie	Isolation (si pas de remplissage)

Tableau 13 : Conditions aux limites choisies pour les simulations

Pour les simulations thermiques, on impose, sur la face arrière de la partie centrale, une température de 5°C supérieure à celle du fluide. Ainsi, on fixe la température de ce point chaud à  $T_c = 305K$  et  $T_b = 300K$ . Fixer une telle différence de température revient à travailler, dans le cadre de la simulation, avec une densité de flux entrant de  $15400 W/m^2$  en absence d'encrassement. On aura ainsi la possibilité de nous rendre compte de l'influence de la taille du *gap* sur l'isolation thermique des parties centrale et périphérique. La simulation d'un dépôt se fait en ajoutant en surface une couche dont les propriétés thermiques sont très proches de celles de l'eau (modèle biofilm). En particulier, la conductivité thermique est prise égale à  $0,6 W/(m.K)$ .

Pour les simulations mécaniques, on applique une pression  $p$  de 10 bars (soit 1 MPa) sur toute la surface supérieure de la puce.

On verra que l'on a aussi envisagé de remplir l'espace laissé libre sous la membrane entre les parties centrale et périphérique, afin de rendre plus robuste la structure microsysteme tout en conservant une bonne isolation thermique. Nous avons considéré deux possibilités sur

des critères technologiques à savoir le remplissage avec un oxyde de silicium ou avec une résine époxy dont la conductivité thermique est de l'ordre de 0,2 W/(m.K). Ces remplissages devraient permettre de résister aux contraintes mécaniques définies dans le cahier des charges. D'autres possibilités peuvent aussi être envisagées comme l'utilisation du parylène ou d'autres résines à base de polymères.

## 2.4.2 Résultats des simulations

### 2.4.2.1 Simulation mécanique

Les simulations de la structure d'un point de vue mécanique nous donnent un ordre de grandeur des contraintes dites de Von Mises au sein du micro-capteur. On peut ainsi savoir, en comparant la contrainte de Von Mises à la limite élastique ou à la limite à la rupture, si la déformation au sein du capteur et en particulier de la membrane est élastique, plastique ou conduit à la rupture d'un des matériaux. Cela revient en fait à ramener tout problème de déformation complexe à une traction uniaxiale. Les contraintes de Von Mises  $\sigma$  sont calculées comme suit :

$$\sigma = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{(\sigma_{xx} - \sigma_{yy})^2 + (\sigma_{yy} - \sigma_{zz})^2 + (\sigma_{zz} - \sigma_{xx})^2} \quad (\text{Equation 69})$$

$\sigma_{xx}$ ,  $\sigma_{yy}$  et  $\sigma_{zz}$  sont les contraintes uniaxiales suivant les axes  $x$ ,  $y$  et  $z$ .

On voit sur la Figure 17 que les contraintes maximales (26,3 GPa) se situent aux 4 angles de la partie centrale. Des contraintes moins importantes mais considérables (environ 10 GPa) apparaissent sur les bords de la membrane comme le montre le profil de contraintes en surface suivant l'axe  $x$ .

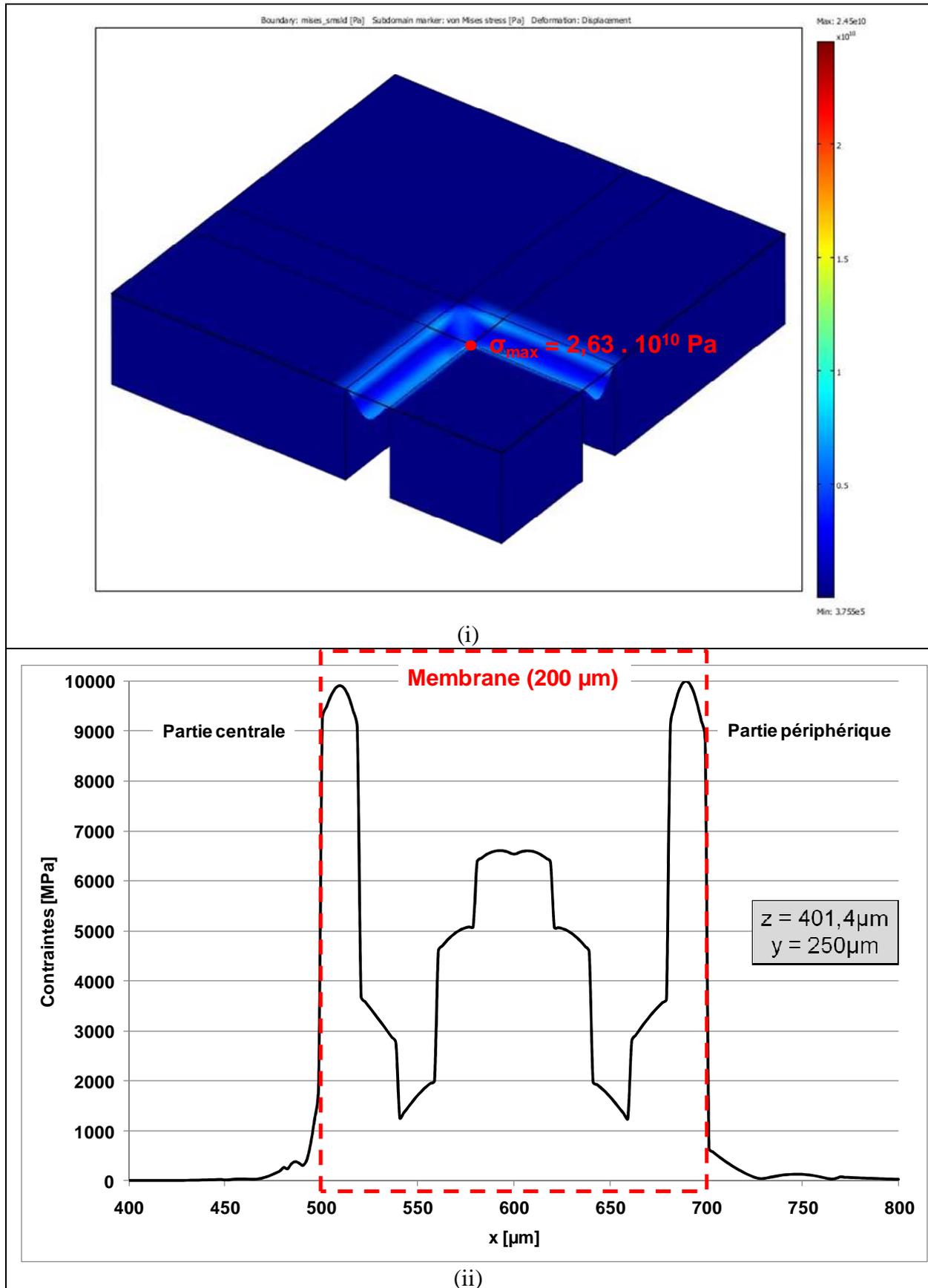


Figure 17 : Champ (i) et profil (ii) de contraintes en surface du micro-capteur, parallèlement à x, pour un gap de 200 μm rempli d'air et une pression de 10 bars (1 MPa)

Nous avons relevé la contrainte maximale pour différentes configurations (Tableau 14) : nous avons fait varier la largeur du *gap* de 25  $\mu\text{m}$  à 500  $\mu\text{m}$  et considéré un remplissage avec de l'air, une résine époxy et un oxyde de silicium, qui peut être déposé par procédé sol-gel par exemple. La résine choisie est la SU8. C'est une résine photosensible très visqueuse couramment utilisée en microélectronique. Le maximum de contraintes se situe donc aux 4 coins de la partie centrale, dans la membrane.

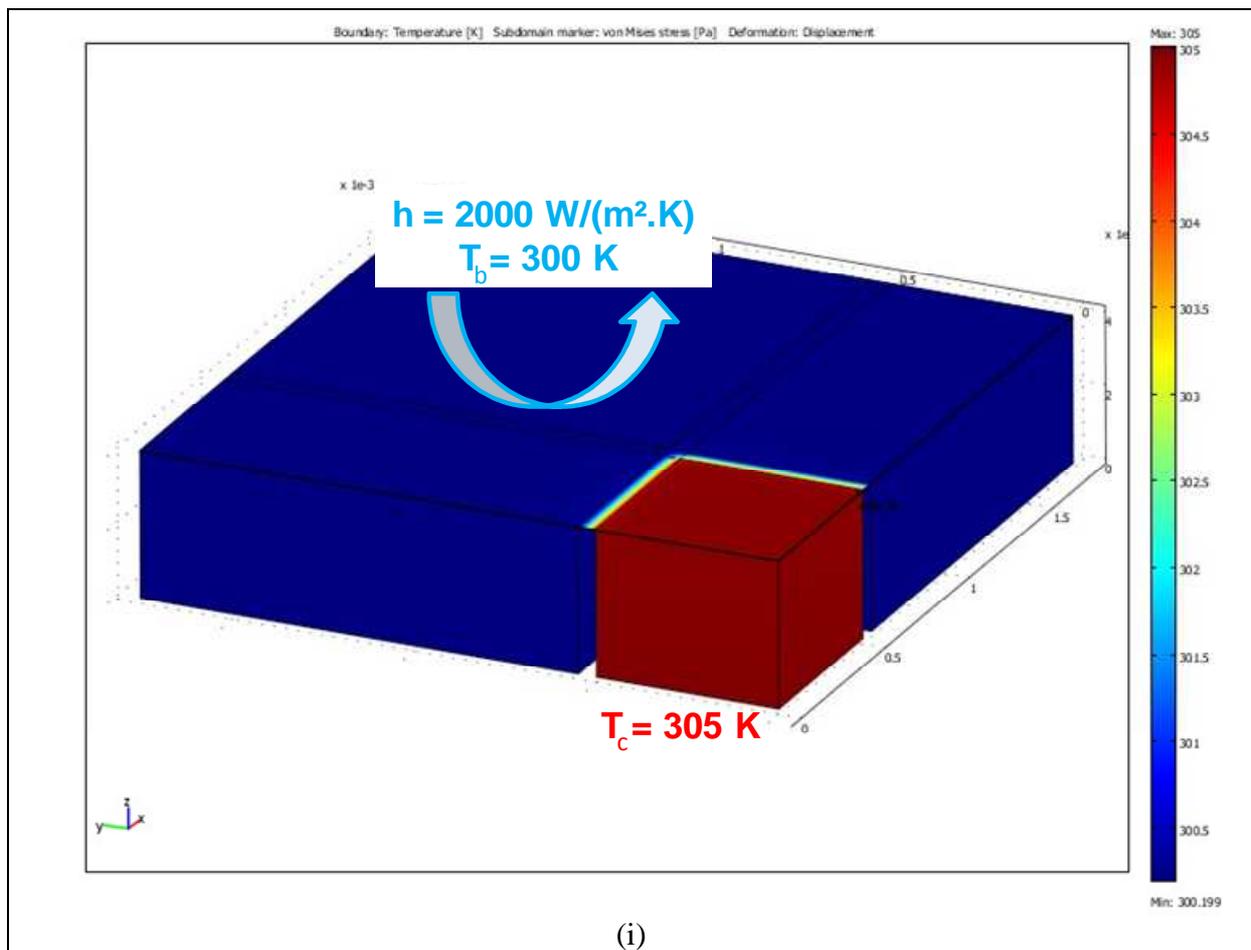
gap [ $\mu\text{m}$ ]	Contrainte max [MPa]		
	air	SU8	SiO <sub>2</sub>
<b>25</b>	<b>380</b>	<b>44</b>	<b>3,24</b>
<b>50</b>	1760	<b>64,8</b>	<b>3,5</b>
<b>100</b>	7110	<b>86,3</b>	<b>3,46</b>
<b>200</b>	26300	<b>87,8</b>	<b>3,34</b>
<b>500</b>	270000	<b>118</b>	<b>2,8</b>

Tableau 14 : Contrainte maximale dans la membrane pour diverses configurations du capteur. Contraintes inférieures à la limite à la rupture en gras.

Il faut ensuite comparer ces valeurs à la limite d'élasticité, quand elle existe, ou la limite à la rupture. Dans le cas de la membrane diélectrique, les limites d'élasticité et à la rupture sont égales car les matériaux ne se déforment pas de façon plastique [115]. Cependant, on trouve beaucoup de valeurs assez différentes pour chacun des matériaux considérés et il n'existe pas, aujourd'hui, une méthode standard qui permette de fournir ces données [116]. Les variations sont dues aux différentes méthodes utilisées, aux épaisseurs et formes de matériaux testés, aux contraintes initiales et intrinsèques des matériaux et à leur composition. On trouve dans la littérature des limites à la rupture pour l'oxyde de silicium et le nitrure de silicium qui sont respectivement de l'ordre de 0,6 - 1,9 GPa et 6,4 - 9,7 GPa. On donne aussi un ordre de grandeur pour la limite à la rupture d'une membrane en SiO<sub>2</sub>/SiN<sub>x</sub> : 0,8 à 1,3 GPa. [116, 117]. Si l'on ne tient compte que des limites basses de ces ordres de grandeur (600 MPa), on voit qu'il y a rupture de la membrane, à 10 bars, pour un *gap* de 50  $\mu\text{m}$  si l'isolation thermique est assurée par de l'air et qu'il n'y a plus de problème, quelle que soit la taille du *gap*, si l'on fait un remplissage de l'espace libre sous la membrane. On note que la contrainte est une fonction linéaire de la pression appliquée en surface du capteur.

### 2.4.2.2 Simulation thermique

Les simulations thermiques permettent d'abord de constater que le gradient thermique le plus important est situé dans la partie de la membrane entre les deux blocs de silicium (Figure 18). De même le gradient thermique est très faible dans le bloc central, induisant une différence de température inférieure à  $0,2^{\circ}\text{C}$ . Nous pouvons donc considérer que la température dans la partie centrale est uniforme et donc, que l'on peut placer notre point de mesure à une position quelconque.



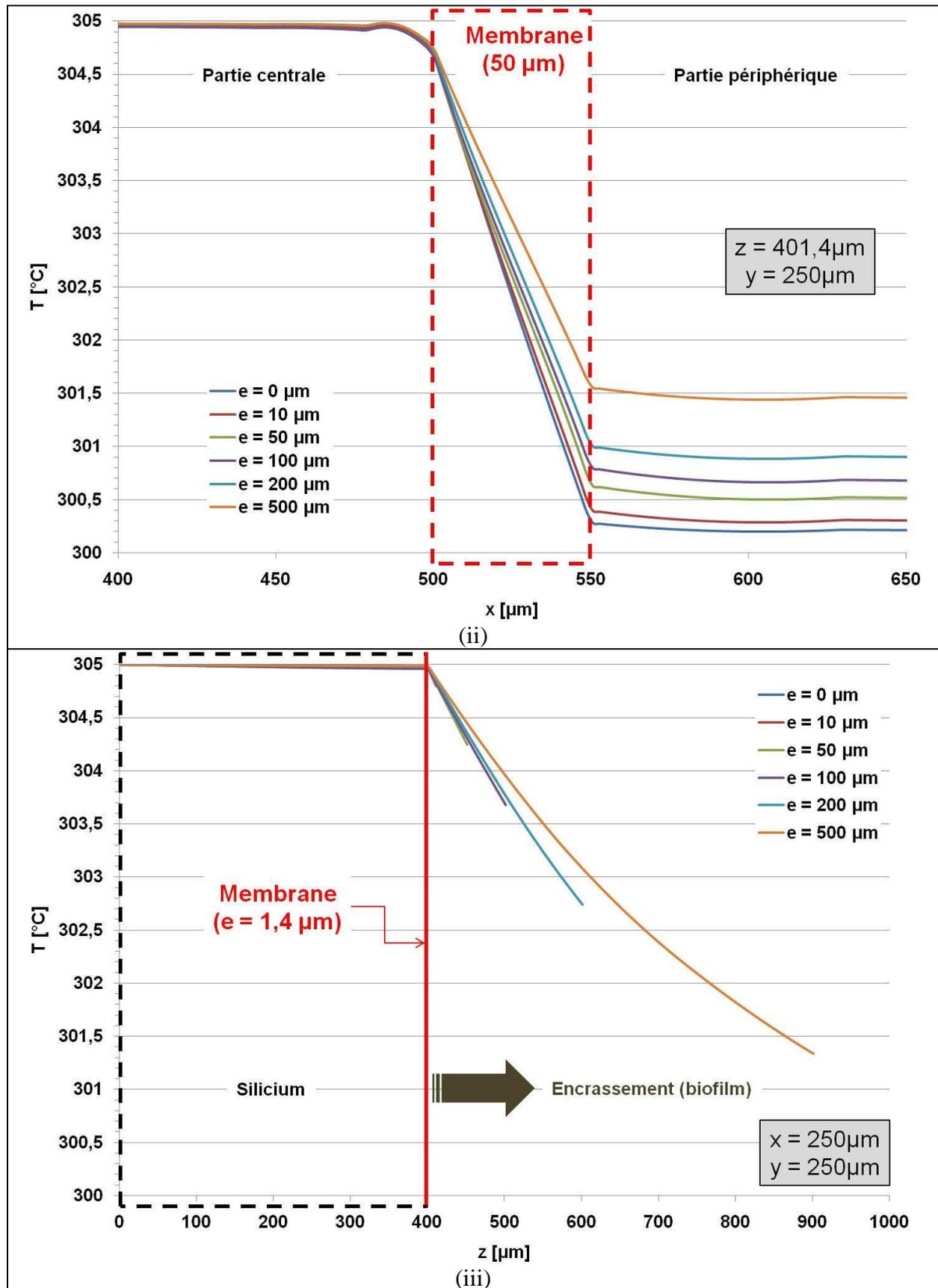


Figure 18 : Champ de températures (i) et profils parallèlement à la surface du capteur, suivant  $x$  (ii), ou verticalement, suivant  $z$  (iii), dans la partie centrale pour un gap de 50 µm rempli d'air et différentes épaisseurs d'encrassement  $e$

On relève ensuite la température dans la partie périphérique et on la compare avec la température du fluide  $T_b$ . Cette différence de température est notée  $\Delta T_b$  (Tableau 15). Elle est due au transfert de chaleur depuis l'élément chauffant.

Epaisseur du dépôt [ $\mu\text{m}$ ]	gap [ $\mu\text{m}$ ]	$\Delta T_b$			Remplissage	Epaisseur du dépôt [ $\mu\text{m}$ ]	gap [ $\mu\text{m}$ ]	$\Delta T_b$			Remplissage
		air	SU8	SiO <sub>2</sub>				air	SU8	SiO <sub>2</sub>	
0	25	0,38	1,96	3,92		100	25	0,96			
	50	0,2	1,25	3,31			50	0,647			
	100	0,09	0,73	2,56			100	0,43	1,14		
	200	0,03	0,389	1,8			200		0,684		
	500	0,0008	0,149	1,027			500		0,3	1,37	
10	25	0,52				200	25	1,21			
	50	0,286					50	0,869			
	100	0,14	0,78				100	0,62	1,41		
	200		0,423				200		0,911		
	500		0,16	1,06			500		0,46	1,66	
50	25	0,76				500	25	1,86			
	50	0,49					50	1,42			
	100	0,3	0,97				100	1,1	2,03		
	200		0,549				200		1,456		
	500		0,22	1,21			500		0,9	2,31	

Tableau 15 : Augmentation de la température de la partie périphérique en fonction de la taille du gap, de l'épaisseur d'encrassement et du remplissage

Quel que soit le remplissage (air, SU8 ou oxyde de silicium), nous commettons une erreur sur la mesure de la température du fluide. Cette erreur augmente avec l'épaisseur du dépôt et diminue lorsque le *gap* est plus important (Figure 19).

On constate que l'isolation thermique est assez peu efficace avec un remplissage d'oxyde de silicium. Quelle que soit la taille du *gap*, il y a au moins un degré d'écart avec la température du fluide et donc nous ne pourrions pas mesurer correctement cette température avec un capteur placé sur la partie périphérique.

Pour un remplissage avec la SU8, l'isolation est relativement bonne (différence de 0,5°C environ) dès lors que nous choisissons un *gap* de taille supérieur à 200  $\mu\text{m}$  et que le dépôt, engendrant de forts effets de bord, ne deviennent pas très importants.

Les résultats pour une puce avec un *gap* de 200  $\mu\text{m}$  et un remplissage avec de la SU8 sont relativement proches de ceux obtenus avec un *gap* de 50  $\mu\text{m}$  rempli d'air. Des tailles de *gap* plus importantes rendent l'isolation thermique plus efficace.

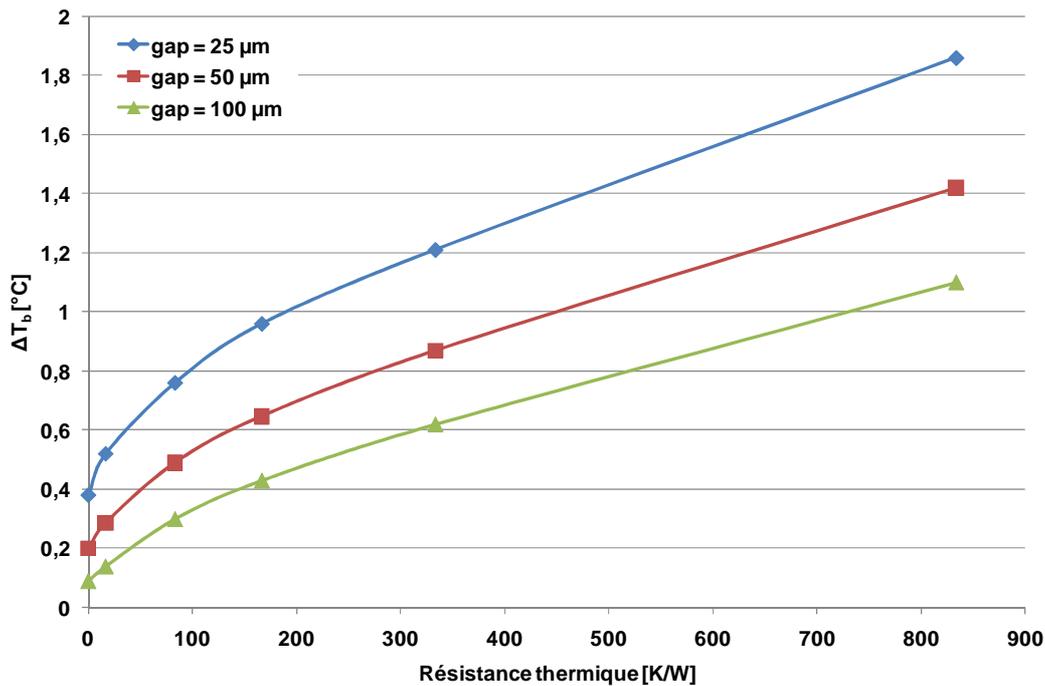


Figure 19 : Erreur commise sur la température du fluide en fonction de la résistance thermique d'encrassement pour différentes largeurs de gap remplis d'air : 25, 50 ou 100 μm

### 2.4.2.3 Choix de la taille du gap

Les simulations nous permettent d'obtenir des ordres de grandeur. Nous ne prenons pas les valeurs calculées comme des références. D'ailleurs, des erreurs numériques apparaissent dans les simulations au niveau des frontières notamment. Ceci est dû au maillage de la structure qui peut être encore affiné mais aussi à des erreurs intrinsèques au programme de simulation qui fait des extrapolations de résultats sur les frontières. C'est une des limites de la méthode des éléments finis. Les résultats que nous obtenons sont la conséquence de nombreuses hypothèses et approximations comme peuvent l'être l'isolation à l'arrière du capteur ou la non-existence de pertes thermiques sur les surfaces latérales. Pour autant, il apparaît clairement qu'un remplissage de la structure doit la rendre plus robuste et éviter la rupture de la membrane du capteur mais au détriment des performances thermiques en comparaison avec l'air. C'est donc une possibilité que nous nous devons de tester lors de la fabrication. Le choix entre un remplissage avec de la SU8 ou un oxyde de silicium est évident pour peu qu'il soit possible technologiquement. Les propriétés thermiques de la résine époxy sont nettement plus favorables à une isolation thermique au sein de notre structure et c'est pourquoi nous nous orientons vers ce choix. Laisser l'espace libre sous la structure rempli d'air est une bonne solution pour réaliser une isolation thermique mais nous avons vu que cela

pose rapidement des problèmes de robustesse : rupture à 10 bars pour des membranes supérieures à 25  $\mu\text{m}$  de large. Nous devons considérer aussi les aspects technologiques : il sera difficile de procéder à une gravure de 25  $\mu\text{m}$  de large dans un wafer de silicium dont l'épaisseur est de 400 ou 500  $\mu\text{m}$ . La limite que nous autorisent les moyens dont nous disposons est de 50  $\mu\text{m}$ . Nous pouvons donc privilégier cette largeur pour une isolation avec de l'air : la technologie le permet, l'isolation thermique est relativement bonne pour mesurer la température du fluide et la structure devrait résister à des pressions de 3 ou 4 bars (soit 0,3 ou 0,4 MPa). Pour répondre à des applications dont les contraintes mécaniques vont être plus importantes, on aura la possibilité de privilégier une structure, remplie d'une résine époxy et dont la largeur de *gap* est au moins égale à 200  $\mu\text{m}$  pour assurer une bonne isolation thermique.

Toutes ces considérations nous permettent aussi d'entrevoir les limites de la simulation et de la structure telle que nous voulons la réaliser :

- La résistance à la rupture ne pourra être déterminée précisément que par l'expérience.
- Un *packaging* adéquat peut éviter la détérioration mécanique de la puce comme nous pourrons le voir dans la suite du chapitre.
- Il y aura, avec l'augmentation de l'épaisseur d'encrassement, l'apparition d'effets de bords importants. Ceci peut être mis en relief en comparant le flux de chaleur échangé entre la partie centrale et le fluide, donc le flux utile au flux total (Figure 20). Avec l'augmentation du dépôt, ces effets de bord se font croissants et ne sont que partiellement limités par l'augmentation de la taille du *gap*.
- Enfin, nous voyons bien que l'isolation thermique ne pouvant être parfaite, il sera nécessaire d'étalonner le capteur pour connaître l'erreur faite sur la mesure de la température du fluide.

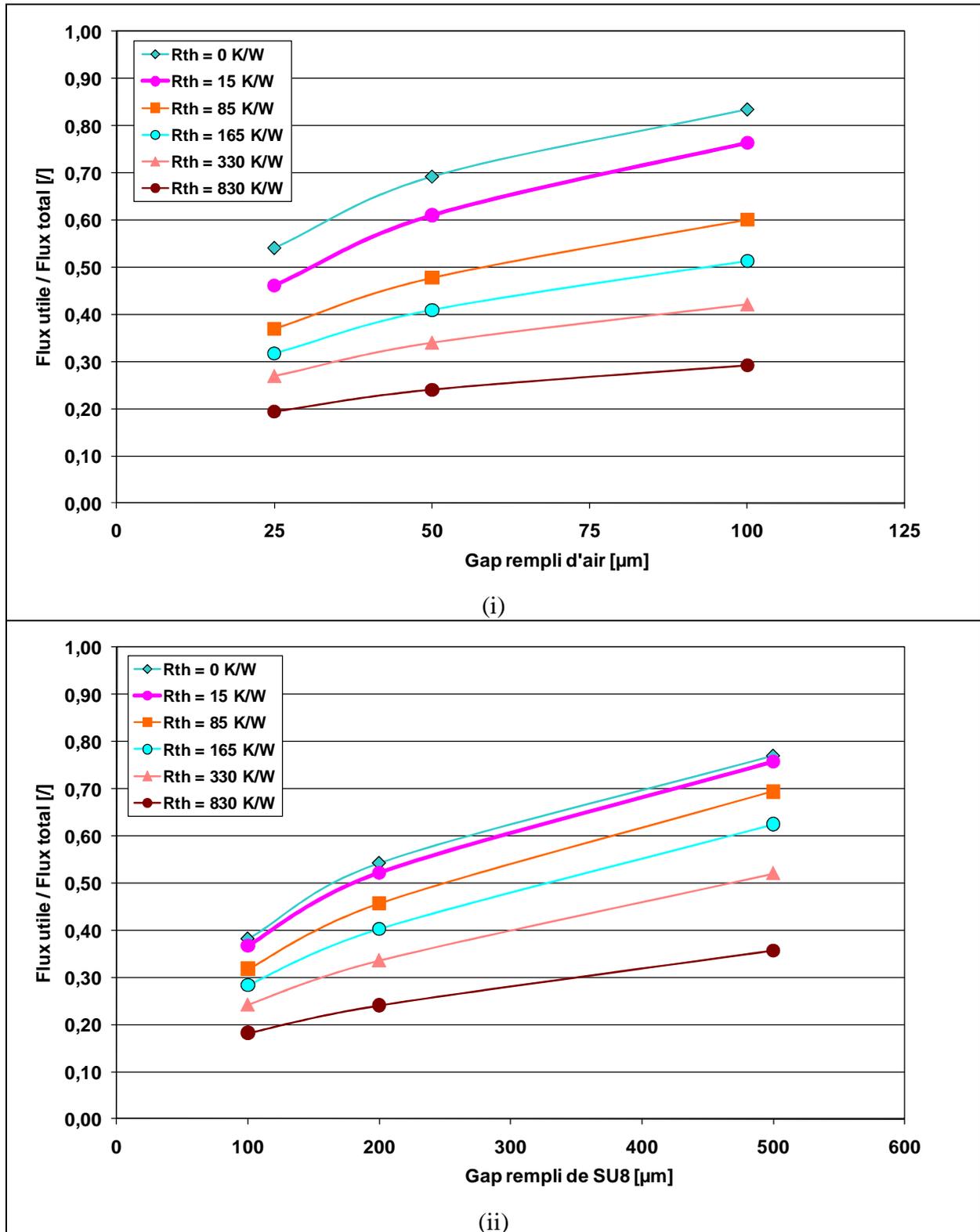


Figure 20 : Flux utile par rapport au flux total pour différentes largeurs de gap et résistances d'encrassement avec un remplissage d'air (i) ou de SU8 (ii)

## 2.5 Choix et dimensionnement : du composant discret au wafer de silicium

### 2.5.1 Choix du type de composants : l'actuateur et les capteurs

Nous devons faire le choix du type de composants, un élément chauffant et deux capteurs de température, que nous allons fabriquer parmi les possibilités qu'offrent les technologies microsystemes.

#### 2.5.1.1 Etat de l'art

Nous pouvons utiliser des éléments métalliques. Le platine est un des éléments les plus utilisés pour la métrologie thermique et il peut être utilisé en tant qu'élément chauffant [97, 102] tout comme un élément de mesure de température [98, 103]. Le seul inconvénient du platine est sans doute son prix. On retrouve la même utilisation potentielle pour les alliages de chrome et de nickel [118]. Le coefficient de température du nickel est supérieur à celui du platine mais cet élément présente plusieurs défauts : du fait de sa faible résistivité, les résistances sont plus encombrantes. De plus, il s'oxyde très facilement par rapport au platine, c'est pourquoi on limite généralement son utilisation à des températures inférieures à 150°C. Il est enfin possible de réaliser des thermocouples pour la mesure de température [80].

L'utilisation d'oxydes métalliques aux propriétés semi-conductrices (thermistances) est aussi envisageable. Elles ont l'inconvénient de mal vieillir et de ne pas avoir une caractéristique linéaire.

Les semi-conducteurs trouvent aussi une utilisation dans la mesure de température. Ainsi, le carbure de silicium est utilisé [119] mais il s'oxyde avec le temps. Les semi-conducteurs de la colonne IV du tableau de Mendeleïev, convenablement dopés, sont aussi utilisés comme capteurs de température [120]. Le germanium est en est un exemple [105, 118, 121]. Sa caractéristique n'est pas linéaire – exponentielle décroissante – mais il présente un très fort coefficient de température de 2%. Ce semi-conducteur est très utilisé dans le domaine des mesures de température très précises au-dessous de 30 K, du fait de sa grande sensibilité. Cet élément sensible est difficilement reproductible et sa résistance varie sous l'action des

champs magnétiques [120]. Les diodes au silicium sont de très bons capteurs de température [92, 100, 101, 122] puisque leur coefficient de température est de 2 mV/°C. La variation est relativement linéaire entre -40°C et 120°C.

Fabriqués à partir du milieu des années 1980, les capteurs résistifs de température à base de silicium ont été de plus en plus utilisés. Les composants sont directement réalisés sur le wafer de silicium ou par dépôt de polysilicium [89, 96, 114, 123], par le procédé Planar. Ils présentent une grande fiabilité, une variation de la résistivité quasi-linéaire avec la température (sur de faibles plages), une grande reproductibilité et de faibles coûts de fabrication. Les impuretés sont diffusées dans la couche de silicium et la résistance du composant varie avec sa taille, l'épaisseur de la couche de diffusion, la concentration et le type d'impuretés. La variation de résistance suit une loi du type :

$$R(T) = R_0(1 + \alpha\Delta T + \beta\Delta T^2) \quad (\text{Equation 70})$$

$\alpha$  et  $\beta$  sont les coefficients de température du premier et du second ordre exprimés en ppm/°C et ppm/°C<sup>2</sup>, respectivement. La résistivité augmente avec la température à cause de la diminution de mobilité des porteurs. Les impuretés utilisées sont le plus souvent le bore [95, 107] et le phosphore, qui sont respectivement des dopants de type P et de type N. On note que ces composants peuvent avoir une résistivité très grande ce qui permet de réduire leurs dimensions à l'extrême et d'avoir des capteurs ayant une inertie thermique très faible. En outre, leur domaine d'utilisation se situe entre -50°C et 150°C.

### 2.5.1.2 Choix d'une technologie pour la fabrication des composants

Pour notre travail, nous nous sommes orientés vers la réalisation d'éléments chauffants et de capteurs de température par implantation ionique du silicium [124]. Ce choix nous paraît justifié par l'éventail des possibilités qu'offrent ces résistances en plus des avantages déjà décrits précédemment. A partir d'une même géométrie de composant, d'un même dessin, il est possible de choisir une valeur de résistance dans une très large gamme. De plus, les coefficients de températures sont élevés et peuvent être supérieurs à ceux des résistances métalliques.

Concentration [cm <sup>-3</sup> ]	Dopage de type N				Dopage de type P			
	Mobilité des porteurs [cm <sup>2</sup> /(V.s)] <sup>(c,e)</sup>	Resistivité [Ω.cm] <sup>(c,e)</sup>	R□ [Ω/□] <sup>(b)</sup>	TCR [ppm/°C] <sup>(g)</sup>	Mobilité des porteurs [cm <sup>2</sup> /(V.s)] <sup>(d)</sup>	Resistivité [Ω.cm] <sup>(c,d)</sup>	R□ [Ω/□] <sup>(f)</sup>	TCR [ppm/°C] <sup>(a)</sup>
10 <sup>13</sup>	1400				475			
10 <sup>14</sup>	1400	40			470	100		
10 <sup>15</sup>	1350	4-5		8000	460	15		
10 <sup>16</sup>	1250	0,5	> 5000	7000	450	1		
10 <sup>17</sup>	> 700	0,05-0,1	600-1000	5000	350	0,1-0,2	5000	3000-5000
10 <sup>18</sup>	300	0,03	100-300	0	200	0,03	600-1000	250
10 <sup>19</sup>	100-150	0,05-0,01	15-40	< 2000	< 100	0,01	100	700-1500

Tableau 16 : Caractéristiques électro-thermiques d'un composant en fonction du type de dopage et de la concentration en dopants – (a) [125], (b) [126], (c) [127], (d) [128], (e) [129], (f) [130], (g) [131]

Nous remarquons (Tableau 16) que les coefficients de température (TCR pour *thermal coefficient of resistance*) sont plus élevés pour les impuretés de type N. Pour réaliser une résistance, on cherche évidemment à avoir un coefficient de température le plus élevé possible pour gagner en sensibilité et une mobilité des porteurs maximale pour avoir un bon temps de réponse. Ainsi, on constate qu'à concentration de dopants fixée, le coefficient de température est plus important pour un dopage de type N. De même, la mobilité des porteurs est plus importante. Enfin, les contacts ohmiques seront meilleurs sur du silicium de type N car la résistance de contact est plus faible. C'est pourquoi nous allons choisir un dopage du silicium au phosphore avec des concentrations en dopants allant de 10<sup>17</sup> à 10<sup>19</sup> cm<sup>-3</sup> soit des doses d'implantation de 10<sup>13</sup> à 10<sup>15</sup> pour une profondeur de jonction de 1µm. Nous espérons obtenir des coefficients de températures de l'ordre de 5000 ppm/°C et avoir de bons contacts ohmiques sur les zones dopées.

## 2.5.2 Dimensionnement des résistances et des puces

Une fois la technologie choisie, nous pouvons nous concentrer sur le dessin des composants et des puces.

Pour des raisons liées au *packaging* utilisé pour les capteurs commercialisés par l'entreprise au début de nos travaux, nous avons limité la taille de la puce à un carré de 3,5 mm de côté. De façon arbitraire, nous fixons aussi la taille de la partie centrale à un carré de 1 mm de côté. D'un point de vue structurel, seule la largeur du *gap* sera modifiée d'un design à un autre.

Nous allons chercher à déterminer l'ordre de grandeur que doivent avoir nos différentes résistances. La résistance de chauffe ne doit pas induire une surchauffe pariétale supérieure à 5°C. En effet, nous avons vu que cela pourrait être un moteur à l'encrassement et pouvait modifier localement les conditions du dépôt. Pour avoir un ordre de grandeur de la puissance nécessaire à cette surchauffe, nous devons estimer quelle résistance thermique va rencontrer le flux de chaleur vers le fluide. On va supposer, à travers un exemple, qu'il n'y a pas de déperditions thermiques vers l'arrière et on néglige les effets de bord. Les seules résistances thermiques rencontrées sont celles du silicium, de la membrane et enfin du dépôt (Figure 21).

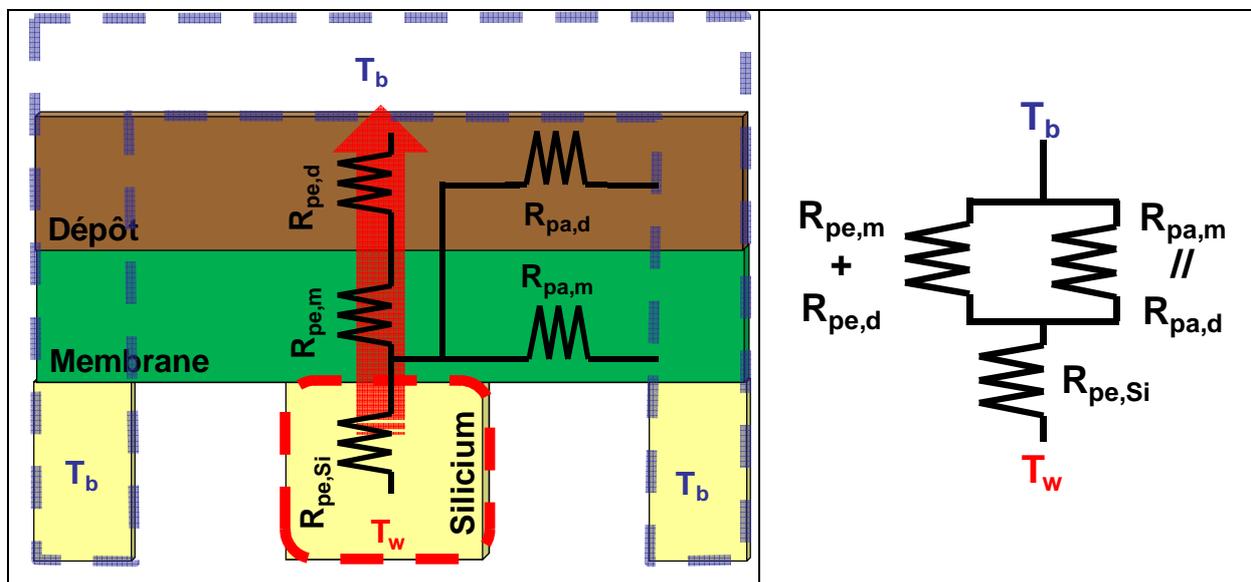


Figure 21 : Résistances thermiques dans le micro-capteur et schéma équivalent (pa : parallèle, pe : perpendiculaire, m : membrane, d : dépôt)

La résistance thermique pour un parallélépipède dont la section reste constante se calcule simplement tandis que pour calculer la résistance parallèle dans la membrane pour laquelle la section varie, on utilise la relation suivante :

$$R = \frac{1}{4e\lambda} \ln\left(\frac{d_2}{d_1}\right) \quad (\text{Equation 71})$$

Où  $e$  est l'épaisseur de la membrane et  $d_2$  et  $d_1$  les longueurs du centre au bord de la partie centrale et du centre au commencement de la partie périphérique respectivement.

Ainsi, si l'on considère un wafer de silicium de 500  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, une membrane d'oxyde et de nitrure de silicium d'une épaisseur de 1,4  $\mu\text{m}$  et un *gap* de 50  $\mu\text{m}$ , on a :

$$R_{pe,si} = 3,3K/W$$

$$R_{pe,m} = 0,6K/W$$

$$R_{pa,m} = 2104,9K/W$$

Pour un dépôt (biofilm,  $\lambda = 0,6 \text{ W/(m.K)}$ ) de 100  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, on calcule :

$$R_{pe,d} = 166,7K/W$$

$$R_{pa,d} = 397,1K/W$$

Dans ce cas, la résistance totale équivalente se calcule aisément et on trouve  $R = 111,5 \text{ K/W}$ . La puissance à dissiper pour une élévation de température de 5°C est donc de l'ordre de 45 mW. Compte tenu des hypothèses simplificatrices que l'on a pu faire, on peut estimer une valeur de la résistance de chauffe entre 500  $\Omega$  et quelques kilohms.

En ce qui concerne les résistances de mesure, nous sommes assez libres dans nos choix. On veille bien évidemment à ne pas dépasser l'espace disponible sur la puce. Choisir des résistances élevées, même si cela génère plus de bruit, permet d'enregistrer des variations de résistance plus importantes avec la température et peut nous permettre de faire des mesures plus sensibles. C'est pourquoi nous avons choisi d'occuper tout l'espace disponible.

Les dimensions de la puce et le calcul des résistances thermiques au sein du capteur permettent aussi d'entrevoir l'apparition des effets de bord (Figure 22). En effet, l'augmentation de l'épaisseur d'encrassement va conduire à la diminution des résistances thermiques latérales et donc à des fuites de flux vers les côtés du capteur. A partir du moment où la résistance thermique latérale devient inférieure à la résistance thermique normale, les effets de bord sont conséquents et aboutissent à une diminution de l'écart de température mesuré entre  $T_w$  et  $T_b$ . Il semble d'après le calcul, pour une puissance dissipée de 10 mW, que cela apparaisse à partir d'une résistance thermique d'encrassement de 240 K/W (soit une épaisseur de l'ordre de 150  $\mu\text{m}$ ) pour un *gap* de 50  $\mu\text{m}$  et de 480 K/W (soit une épaisseur de

l'ordre de  $300\mu\text{m}$ ) pour un *gap* de  $200\mu\text{m}$ . Ici, les deux *gaps* sont remplis d'air. Ceci est à vérifier avec l'expérience.

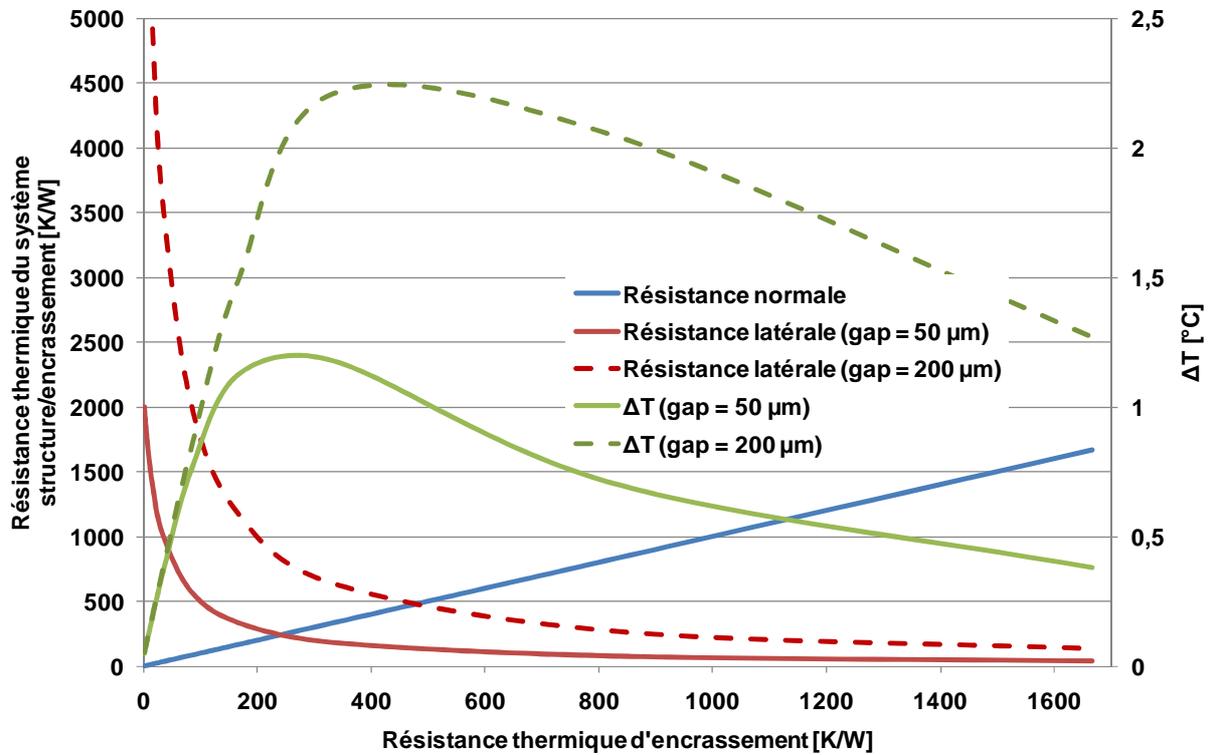


Figure 22 : Evolution des résistances thermiques dans la structure et du  $\Delta T$  mesuré pour les gaps de 50 et 200  $\mu\text{m}$  en fonction de l'encrassement

### 2.5.3 Les masques, les degrés de liberté

Le procédé de fabrication, détaillé dans le chapitre 3, est relativement simple et comprend 4 niveaux de masque pour les étapes suivantes :

- Réalisation des résistances
- Formation des contacts (2 masques)
- Formation du *gap*

Nous avons reporté sur la Figure 23 ces différents niveaux sur un exemple de dessin de puce ainsi que les différents dessins envisagés.

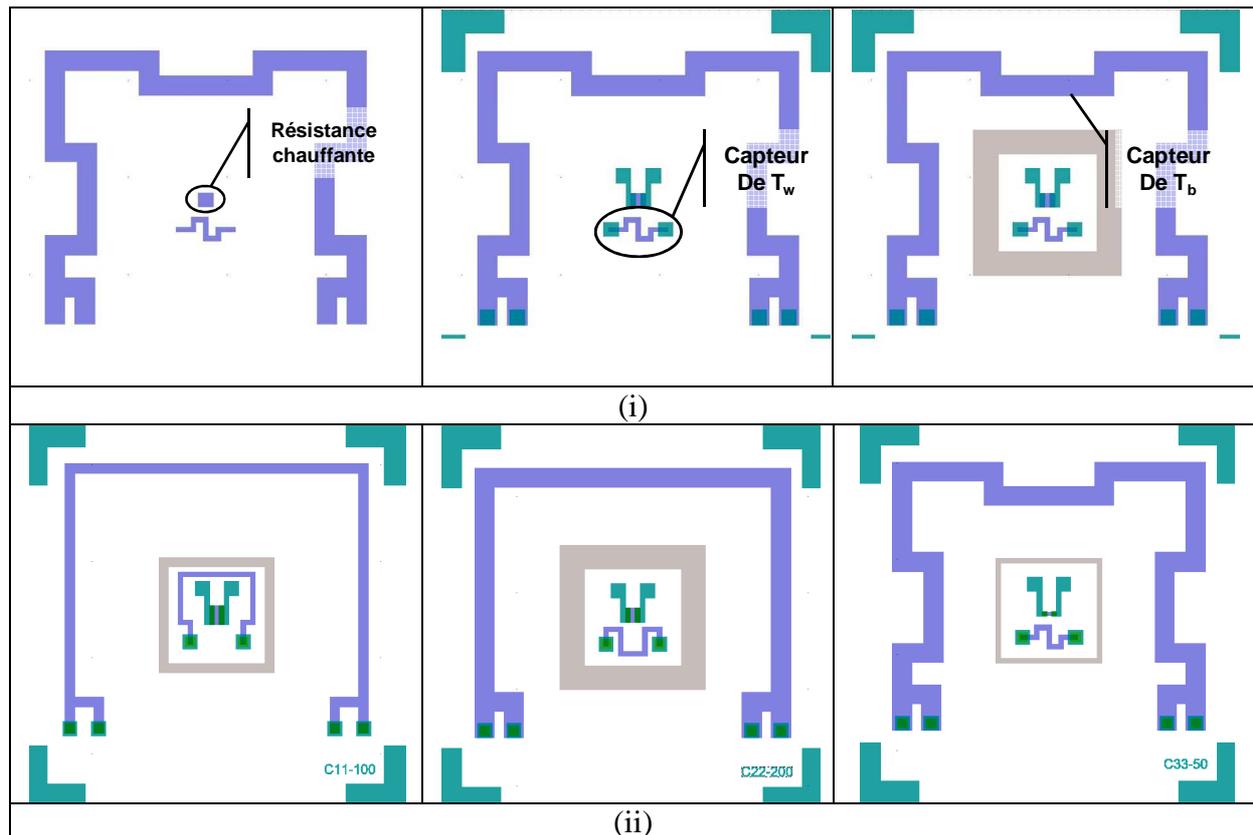


Figure 23 : Niveaux successifs de masque (i) pour la réalisation de la puce et différents dessins envisagés (ii). On y distingue les résistances (violet), les contacts (vert), le gap (gris)

Le dessin des masques nous permet de choisir :

- La géométrie de la puce : dans notre cas, c'est un carré de 3,5 mm de côté.
- La géométrie des résistances. Nous avons décidé de dessiner trois résistances différentes pour chacun des composants : l'actuateur et les deux capteurs de température. Nous avons ainsi accès à plusieurs valeurs de résistances.
- La taille du *gap*. Dans un premier temps, nous choisissons quatre largeurs différentes : 50, 100, 200 et 400  $\mu\text{m}$ .
- La taille des contacts métalliques : ce sont des carrés de 150 ou 200  $\mu\text{m}$  de côté.

On associe, à chaque fois, un couple de résistances de mesure ( $R_w$ ,  $R_b$ ) à la résistance de chauffe ( $R_c$ ). Ainsi, avec les 4 largeurs de *gap* choisies, nous avons 36 dessins de puces différents (Tableau 17).

Nom	Largeur du gap (µm)	Largeur de Rc (µm)	Longueur de Rc (µm)	Rc (Ω)	Largeur de Rw (µm)	Longueur de Rw (µm)	Rw (kΩ)	Largeur de Rb (µm)	Longueur de Rb (µm)	Rb (kΩ)
C11-50	50	200	150	817   247   45	50	2400	52,3   15,8   2,9	100	8550	93,2   28,2   5,1
C11-100	100	200	150	817   247   45	50	2400	52,3   15,8   2,9	100	8550	93,2   28,2   5,1
C11-200	200	200	150	817   247   45	50	2400	52,3   15,8   2,9	100	8550	93,2   28,2   5,1
C11-400	400	200	150	817   247   45	50	2400	52,3   15,8   2,9	100	8550	93,2   28,2   5,1
C12-50	50	200	150	817   247   45	50	1500	32,7   9,9   1,8	200	8450	46   13,9   2,5
C12-100	100	200	150	817   247   45	50	1500	32,7   9,9   1,8	200	8450	46   13,9   2,5
C12-200	200	200	150	817   247   45	50	1500	32,7   9,9   1,8	200	8450	46   13,9   2,5
C12-400	400	200	150	817   247   45	50	1500	32,7   9,9   1,8	200	8450	46   13,9   2,5
C13-50	50	200	150	817   247   45	50	1000	21,8   6,6   1,2	200	10250	55,9   16,9   3
C13-100	100	200	150	817   247   45	50	1000	21,8   6,6   1,2	200	10250	55,9   16,9   3
C13-200	200	200	150	817   247   45	50	1000	21,8   6,6   1,2	200	10250	55,9   16,9   3
C13-400	400	200	150	817   247   45	50	1000	21,8   6,6   1,2	200	10250	55,9   16,9   3
C21-50	50	150	150	1090   330   60	50	2400	52,3   15,8   2,9	100	8550	93,2   28,2   5,1
C21-100	100	150	150	1090   330   60	50	2400	52,3   15,8   2,9	100	8550	93,2   28,2   5,1
C21-200	200	150	150	1090   330   60	50	2400	52,3   15,8   2,9	100	8550	93,2   28,2   5,1
C21-400	400	150	150	1090   330   60	50	2400	52,3   15,8   2,9	100	8550	93,2   28,2   5,1
C22-50	50	150	150	1090   330   60	50	1500	32,7   9,9   1,8	200	8450	46   13,9   2,5
C22-100	100	150	150	1090   330   60	50	1500	32,7   9,9   1,8	200	8450	46   13,9   2,5
C22-200	200	150	150	1090   330   60	50	1500	32,7   9,9   1,8	200	8450	46   13,9   2,5
C22-400	400	150	150	1090   330   60	50	1500	32,7   9,9   1,8	200	8450	46   13,9   2,5
C23-50	50	150	150	1090   330   60	50	1000	21,8   6,6   1,2	200	10250	55,9   16,9   3
C23-100	100	150	150	1090   330   60	50	1000	21,8   6,6   1,2	200	10250	55,9   16,9   3
C23-200	200	150	150	1090   330   60	50	1000	21,8   6,6   1,2	200	10250	55,9   16,9   3
C23-400	400	150	150	1090   330   60	50	1000	21,8   6,6   1,2	200	10250	55,9   16,9   3
C31-50	50	30	150	5450   1650   300	50	2400	52,3   15,8   2,9	100	8550	93,2   28,2   5,1
C31-100	100	30	150	5450   1650   300	50	2400	52,3   15,8   2,9	100	8550	93,2   28,2   5,1
C31-200	200	30	150	5450   1650   300	50	2400	52,3   15,8   2,9	100	8550	93,2   28,2   5,1
C31-400	400	30	150	5450   1650   300	50	2400	52,3   15,8   2,9	100	8550	93,2   28,2   5,1
C32-50	50	30	150	5450   1650   300	50	1500	32,7   9,9   1,8	200	8450	46   13,9   2,5
C32-100	100	30	150	5450   1650   300	50	1500	32,7   9,9   1,8	200	8450	46   13,9   2,5
C32-200	200	30	150	5450   1650   300	50	1500	32,7   9,9   1,8	200	8450	46   13,9   2,5
C32-400	400	30	150	5450   1650   300	50	1500	32,7   9,9   1,8	200	8450	46   13,9   2,5
C33-50	50	30	150	5450   1650   300	50	1000	21,8   6,6   1,2	200	10250	55,9   16,9   3
C33-100	100	30	150	5450   1650   300	50	1000	21,8   6,6   1,2	200	10250	55,9   16,9   3
C33-200	200	30	150	5450   1650   300	50	1000	21,8   6,6   1,2	200	10250	55,9   16,9   3
C33-400	400	30	150	5450   1650   300	50	1000	21,8   6,6   1,2	200	10250	55,9   16,9   3

Tableau 17 : Dimensions de chaque résistance et valeur visée associée suivant la concentration d'impuretés :  $10^{17}$  /  $10^{18}$  /  $10^{19}$   $cm^{-3}$

Nous avons aussi prévu des cellules de test pour les tests mécaniques de tenue en pression. Ce sont des puces, sans composants, pour lesquelles seul le *gap* sera gravé. Comme nous le voyons sur la Figure 23, nous avons dessiné les résistances de mesure de la température du fluide avec quatre contacts. Nous avons ainsi la possibilité de faire des mesures 4 pointes sur celle-ci, et donc s'affranchir du bruit de la mesure. Au total, chaque wafer de silicium comporte 388 puces.

Finalement, les degrés de liberté dont nous disposons pour la fabrication sont :

- Le dessin des résistances : 3 dessins différents pour chaque résistance,
- La dose d'implantation : 3 doses sélectionnées,
- La largeur du *gap* : 4 tailles possibles,
- La possibilité de remplir le *gap*.

## 2.6 Assemblage et *packaging*

Le *packaging* est un aspect très important. Il peut déterminer et agir sur l'ensemble des performances du capteur. Nous allons développer cet aspect en deux parties en détaillant des solutions à la fois pour le report de notre puce sur un support qui serve d'interface électrique avec une unité de pilotage et de mesure ainsi que l'intégration du micro-capteur dans un corps adapté à un environnement industriel.

### 2.6.1 Les techniques de report de composant

Une fois la puce fabriquée, il est nécessaire de faire un report des contacts sur un support qui servira d'interface avec le milieu extérieur. C'est un aspect qu'il faut envisager pendant l'étape de conception. Les techniques de report sont diverses [94]. Celles dont nous disposons sont au nombre de deux (Figure 24) :

- Montage standard avec un collage du composant sur son support et report des contacts avec des fils, par *wedge* ou *ball bonding*, qui sont ensuite encapsulés dans un matériau isolant, par exemple une résine,
- Report par *flip-chip*. Cette technique présente l'avantage de ne pas utiliser de fil, ce qui rend l'assemblage plus robuste et plus facile à monter.

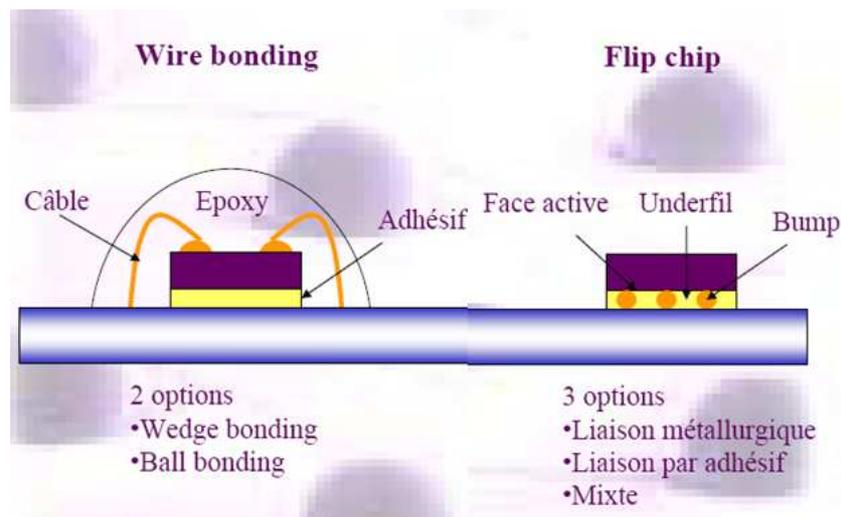


Figure 24 : Techniques de report de puces

L'assemblage par *flip-chip* nous semble présenter de nombreux avantages comme la facilité du report – qui peut être collectif – et un encombrement réduit qui laisse la membrane libre, disponible pour la mesure. Le report se fera sur des circuits imprimés (PCB) classiques, rigides.

### 2.6.2 Intégration de la puce, interfaçage avec le fluide

L'intégration des capteurs joue un rôle important sur des paramètres tels que la stabilité temporelle, le temps de réponse et la durée de vie. De plus, le but de l'intégration de la puce est double. En premier lieu, le système qui contient la puce doit permettre de mettre celle-ci en contact avec le milieu de mesure. La puce peut être en contact direct ou indirect avec le fluide. Le dépôt se forme alors soit sur la membrane de la puce et en particulier sur le nitrure de silicium soit sur un matériau dont la fonction est de protéger, mécaniquement, chimiquement et électriquement, la puce. Le second objectif est la réalisation d'une isolation thermique à l'arrière de la puce pour favoriser le transfert du flux thermique vers le fluide.

Nous envisageons deux options :

- La puce est en contact direct avec le fluide. Le dépôt se fait alors sur le nitrure de silicium de la membrane diélectrique,
- La puce est en contact avec le fluide à travers un matériau d'interface. Dans ce cas, le matériau doit permettre la diffusion du flux de chaleur vers le fluide mais aussi limiter les transferts thermiques de la partie centrale vers la partie périphérique. On choisit donc de préférence un matériau conducteur thermique de très faible épaisseur.

Si la puce est directement en contact avec le fluide, le dépôt pourra se faire sur le nitrure de silicium puisque ce matériau est biocompatible [132-135]. Si un autre matériau est utilisé il doit être autorisé par la réglementation et, dans le cas des IAA, être compatible avec un contact avec les denrées alimentaires [136, 137].

Par ailleurs, le système qui permet d'intégrer la puce ne doit pas altérer les performances métrologiques, doit lui apporter plus de robustesse et doit être compatible avec le procédé industriel visé. Plusieurs matériaux comme les polymères sont utilisés dans l'industrie alimentaire et nous pouvons citer, en exemple : le polyéthylène de téréphtalate (PET), le polyéthylène naturel, le polypropylène naturel, le Teflon®, le polyimide, etc.

La solution que nous allons privilégier est une intégration dans un système en acier inoxydable (Figure 25). Ce matériau présente l'immense avantage d'être parfaitement connu et répandu dans le milieu industriel. Il est aussi compatible pour un usage au contact des denrées alimentaires pour peu qu'il réponde à certains critères de rugosité – pour faciliter les nettoyages – et de composition.

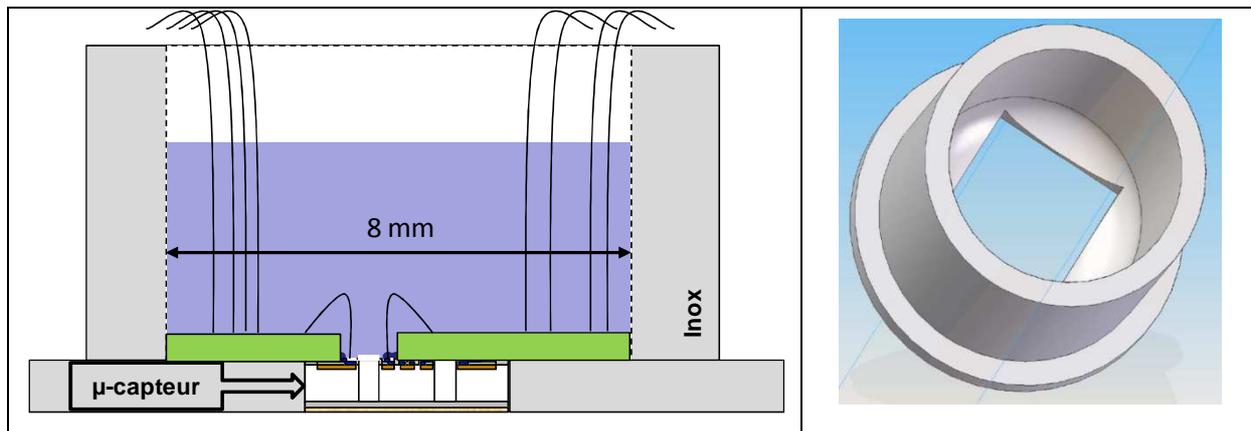


Figure 25 : Intégration de la puce dans une pastille en acier Inox

Dans ce chapitre, nous avons traité de la conception d'un micro-dispositif monolithique et intégré pour la mesure de l'encrassement par voie thermique. Toutes les principales étapes ont été discutées par une modélisation générale du concept retenu.

Nous avons ainsi défini une structure pour notre micro-capteur d'encrassement. Nous estimons que celle-ci est faisable, compatible avec les technologies dont nous disposons, et qu'elle peut répondre aux exigences du cahier des charges. La structure, le procédé de fabrication que nous allons détailler dans le chapitre suivant ainsi que le mode de fonctionnement du micro-capteur d'encrassement ont fait l'objet d'un dépôt de brevet [138].

## - Chapitre 3 : Réalisation -

Dans ce chapitre, nous allons traiter de tous les aspects concernant les technologies de réalisation des micro-capteurs du substrat de silicium au montage de la puce sur un support. Ces étapes, nombreuses, nécessitent un contrôle afin de vérifier le bon déroulement du procédé de fabrication. Nous détaillerons donc aussi ce que nous avons pu contrôler et comment nous l'avons fait.

Les travaux ont pour l'essentiel été réalisés dans la centrale de technologie du LAAS-CNRS et ont mis en œuvre des procédés pouvant être industrialisés à terme.

La réalisation du micro-capteur et plus particulièrement son procédé de fabrication et d'assemblage a fait l'objet d'une demande de dépôt de brevet [138].

### 3.1 Procédé de fabrication

#### 3.1.1 Le procédé complet

Présenter dans cette première partie le procédé complet de fabrication est essentiel pour apporter de la clarté aux étapes particulières que nous allons détailler dans la suite.

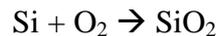
Notre choix de départ s'est porté sur des wafers de silicium ( $D = 4''$ ) dopés avec du bore avec une concentration de  $10^{15} \text{ cm}^{-3}$ . Nous avons veillé à utiliser, autant que possible, en fonction du stock disponible, des plaques dont l'épaisseur est inférieure à  $500 \mu\text{m}$  et plutôt de l'ordre de  $400 \mu\text{m}$  afin de diminuer le facteur de forme et avoir, nous le verrons, une gravure du silicium la plus homogène possible.

Une fois les plaques choisies, elles sont nettoyées (nettoyage piranha classique à partir d'une solution d'acide sulfurique ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) et d'eau oxygénée ( $\text{H}_2\text{O}_2$ )). Cette procédure est destinée à enlever les impuretés et les composés organiques en surface du silicium, en faisant croître une fine couche d'oxyde qui va piéger ces impuretés, et en l'éliminant. Cette étape s'effectue de la manière suivante :

- Trempe des plaques dans le bain  $\text{H}_2\text{SO}_4(90\%)/\text{H}_2\text{O}_2(10\%)$  pendant 2 minutes,
- Rinçage dans l'eau déionisée,
- Attaque chimique des plaques dans le  $\text{HF}(10\%)$  pendant 30 secondes pour enlever la couche d'oxyde,

- Rinçage dans l'eau déionisée jusqu'à ce que la résistivité de l'eau dépasse 11 M $\Omega$ ·cm et séchage sous azote.

Ensuite, vient l'étape de formation de la membrane. Elle doit s'enchaîner avec l'étape de nettoyage pour éviter la formation d'un oxyde non désiré à la surface du silicium. La membrane, composée d'une bicouche d'oxyde et de nitrure de silicium est formée en 2 étapes distinctes. On effectue d'abord une oxydation sèche du silicium dans un four porté à 1150°C :



L'oxyde obtenu, dans les conditions résumées dans le Tableau 18, a une épaisseur de l'ordre de 800nm. La seconde étape est le dépôt de nitrure de silicium par LPCVD (*Low Pressure Chemical Vapor Deposition*). Ce matériau offre à la fois une excellente robustesse mécanique et une bonne résistance chimique vis-à-vis des espèces réactives typiquement utilisées dans la technologie silicium.

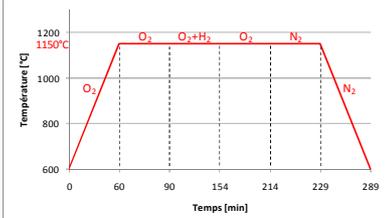
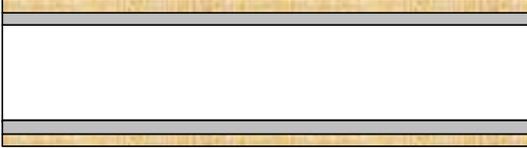
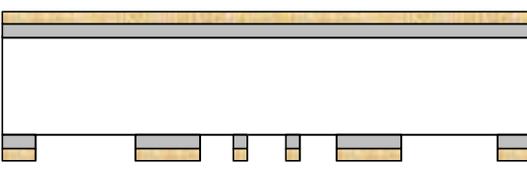
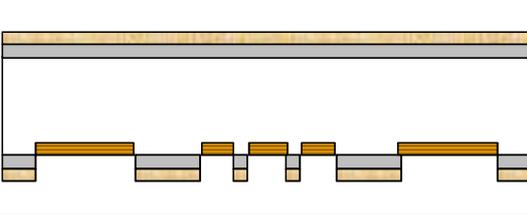
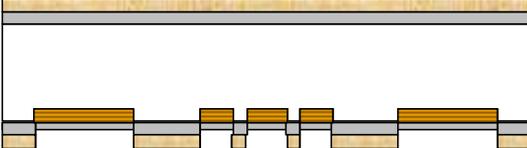
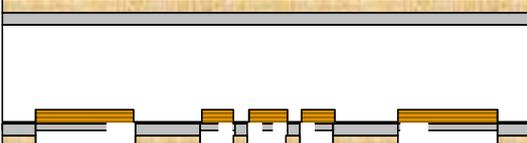
Afin de procéder à l'implantation ionique des résistances, nous opérons une gravure chimique réactive (*Reactive Ion Etching*) de la membrane en face avant à travers un premier niveau de masque. Précisons ici que pour chaque étape de photolithographie, les plaques sont nettoyées (à l'acide sulfochromique par exemple), déshydratées, recouvertes d'un promoteur d'adhérence, le HMDS (Hexaméthylidisiloxane), avant enduction de résine. Celle-ci est ensuite insolée à travers un masque puis développée. Le gaz utilisé pour la gravure est le CF<sub>4</sub>. Il réagit avec l'oxyde et le nitrure de silicium.

Dès lors, nous pouvons implanter les résistances avec l'espèce choisie, ici le phosphore, la dose d'implantation et avec différents paramètres que nous avons réglé comme nous le détaillerons dans la suite. Un recuit, dit de redistribution, suit l'étape d'implantation. Il est destiné à réorganiser le réseau cristallin du silicium endommagé par le bombardement ionique et à placer les ions sur des sites d'activité électrique. Cette étape est réalisée sous atmosphère oxydante afin d'encapsuler les résistances et d'éviter par la suite tout phénomène d'exodiffusion. L'épaisseur générée est de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres.

Sont ensuite réalisées, au travers d'un deuxième masque, des ouvertures dans l'oxyde nouvellement formé pour donner un accès aux résistances implantées. L'attaque chimique est réalisée par une solution de buffer HF dont la vitesse de gravure est de l'ordre de 600 Å/min. L'épaisseur d'oxyde natif que nous avons mesurée s'étendant de 500 Å à 1200 Å suivant les plaques, le temps d'attaque nécessaire est de 1 à 2 min. C'est le troisième masque qui permet de définir les motifs des contacts électriques. Dans notre cas, ils seront réalisés en aluminium,

en cuivre ou en or. Là encore, le métal est recuit afin de favoriser l'interpénétration entre celui-ci et le silicium et avoir un contact ohmique au niveau de l'interface métal/semi-conducteur.

Enfin, vient la dernière étape, dont les motifs sont ceux du quatrième masque : celle de la gravure profonde du silicium (DRIE) jusqu'à la membrane située en face arrière du wafer. L'ensemble de ces étapes est résumé dans le Tableau 18 ci-après.

Étapes	Caractéristiques associées	Schéma
Choix du substrat	<ul style="list-style-type: none"> <li>- substrat en silicium (100)</li> <li>- poli double face</li> <li>- 4 pouces</li> <li>- épaisseur : 400µm</li> <li>- type P, dopage au bore (<math>10^{15}</math> at/cm<sup>3</sup>)</li> </ul>	
Nettoyage du substrat	nettoyage piranha (2h)	
Oxydation sèche du substrat	800nm de SiO <sub>2</sub> (4h) 	
Dépôt de nitrure de silicium non stœchiométrique	<ul style="list-style-type: none"> <li>- dépôt LPCVD</li> <li>- 600nm SiN<sub>x</sub> (96min)</li> </ul>	
Gravure de la membrane en face avant (masque #1)	<ul style="list-style-type: none"> <li>- résine positive AZ4562 10µm</li> <li>- RIE : plasma CF<sub>4</sub> (40W)</li> <li>- Gravure humide au buffer HF (30s)</li> </ul>	
Implantation ionique des résistances	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Phosphore</li> <li>- 3 doses: 10<sup>13</sup>, 10<sup>14</sup>, 10<sup>15</sup> cm<sup>-2</sup></li> <li>- Energie : 20 keV</li> <li>- Tilt : 7°</li> <li>- Nettoyage de la résine : plasma O<sub>2</sub></li> </ul>	
Recuit de distribution sous atmosphère oxydante	1050°C pendant 120min sous O <sub>2</sub>	
Ouverture des contacts (masque #2)	<ul style="list-style-type: none"> <li>- résine positive PFI</li> <li>- buffer HF</li> </ul>	

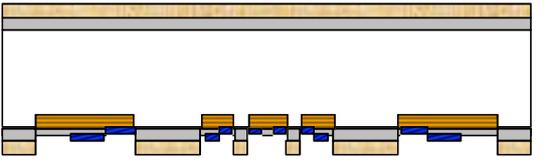
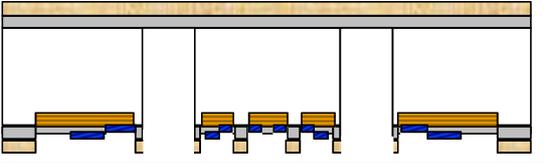
Métallisation (masque #3)	- résine inversible Nlof - dépôt métal - lift-off	
Recuit des métallisations	Fonction du métal	
Gravure profonde - DRIE (masque #4)	- résine épaisse AZ4562 15μm - gravure par procédé « tripulse »	

Tableau 18 : Principales étapes du procédé de fabrication du micro-capteur

Nous allons voir et détailler dans la suite quelques étapes qui ont nécessité un travail de mise au point plus important car spécifiques à la réalisation de notre puce.

### 3.1.2 Réalisation de la membrane

La membrane que nous avons choisie de réaliser est une bicouche d'oxyde de silicium et de nitrure de silicium non stœchiométrique dont les épaisseurs respectives sont 0,8 μm et 0,6 μm. Le procédé de fabrication est connu du laboratoire LAAS puisqu'il avait été mis en place pour la réalisation de membranes et d'actionneurs [104]. La membrane constituée de deux diélectriques assurera la fonction d'isolant thermique entre les parties centrale et périphérique. Les conductivités thermiques de l'oxyde et du nitrure de silicium sont respectivement de 1,4 et 17 W/(m.K), celle du silicium de 150 W/(m.K).

En outre, la membrane a été conçue et réalisée afin de ne présenter qu'un faible niveau de contraintes résiduelles, ce qui est nécessaire non seulement pour permettre la libération de la membrane autour de la partie centrale mais aussi pour assurer la robustesse de la structure microsysteme. En effet, si le capteur est directement en contact avec le fluide, la membrane doit répondre à des critères de tenue mécanique (variations de pression, variations de température) et de résistance chimique. Il existe deux types de contraintes à prendre en compte. Les contraintes, dites intrinsèques, dépendent directement de l'étape de formation des couches. Des défauts peuvent se créer en raison des variations de la maille cristalline et peuvent se traduire par une augmentation des contraintes dans la membrane. En parallèle, les contraintes thermiques ont une certaine importance. Elles sont le résultat des variations de température durant l'étape de dépôt ou durant toutes les autres étapes de la fabrication. Comme les matériaux ont des coefficients de dilatation différents, des contraintes de compression ou de tension apparaissent. La somme de toutes les contraintes, appelées les

contraintes résiduelles, provoque une courbure mesurable sur le wafer de silicium. Lors de la libération de la membrane ou lors de l'application des contraintes liées à son utilisation, elle peut changer de forme et c'est à ce moment là que l'on peut observer une rupture.

En ce qui concerne la membrane réalisée au LAAS, la couche d'oxyde de silicium est réalisée par oxydation thermique et est compressive. Le nitrure de silicium déposé par LPCVD est une couche en tension. Des études ont montré que leur association permet d'avoir une contrainte résiduelle quasi-nulle et inférieure à 50 MPa [114]. Les dépôts se font de part et d'autre de la plaque en silicium.

### 3.1.3 L'implantation des résistances

Nous avons fait au paragraphe précédent le choix d'une technologie pour la réalisation des résistances : l'implantation ionique. Cette technique permet de modifier les propriétés électriques d'un matériau par l'insertion d'ions dans son volume. Nous avons aussi fait le choix d'utiliser différentes doses d'implantation, à savoir  $10^{13}$ ,  $10^{14}$  et  $10^{15}$   $\text{cm}^{-2}$ , afin de disposer de résistances avec des coefficients de température différents et de vérifier les données bibliographiques. Nous avons utilisé un substrat de silicium pour chaque dose d'implantation.

Si nous nous sommes fixés une valeur pour la résistance de chauffe, nous sommes assez libres pour les capteurs de température. Nous avons été amenés à faire des simulations numériques (logiciel ATHENA de la société Silvaco) afin de connaître les paramètres, au nombre de quatre, à choisir pour l'étape d'implantation : l'énergie d'implantation et les choix concernant le recuit de distribution (température, durée et choix de l'atmosphère gazeuse).

Nous avons décidé, arbitrairement, de réaliser des résistances dont la profondeur s'approche de  $1\mu\text{m}$ . La Figure 26 montre qu'une énergie d'implantation de 20 keV est appropriée pour les différentes doses d'implantation pour lesquelles on aura des profondeurs de jonction de 0,88, 1,07 et  $1,31\mu\text{m}$ .

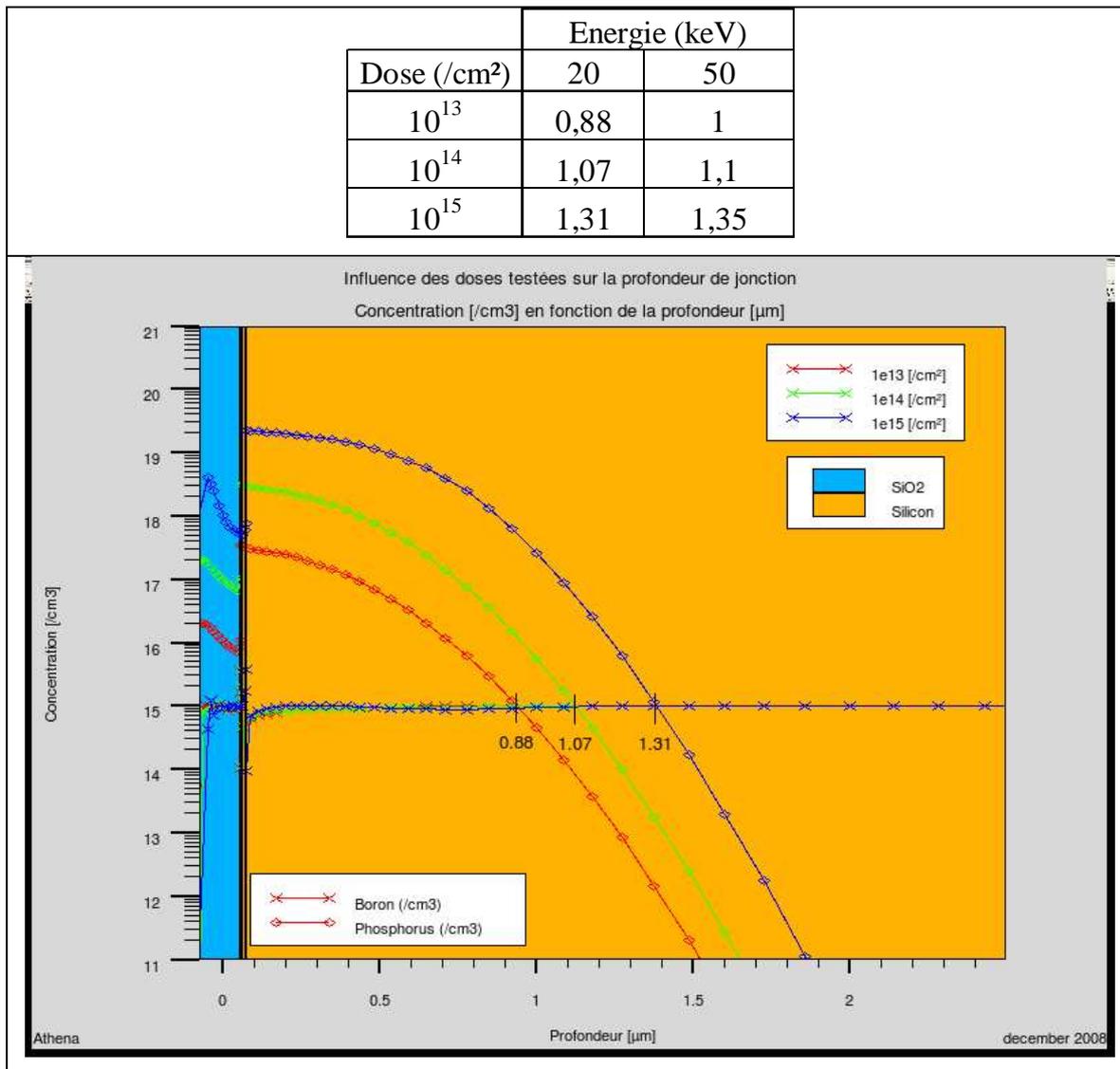


Figure 26 : Profils de concentration, après redistribution, pour trois doses d'implantation des résistances

De la même manière, comme le montre l'exemple avec la dose intermédiaire de 10<sup>14</sup>cm<sup>-2</sup> (Tableau 19), nous avons choisi un recuit de distribution à 1050°C pendant 2 h sous une atmosphère oxydante pour l'encapsulation des résistances. Dans ce cas, la profondeur de jonction est de 1,07 µm.

T [°C]	950		1050		
Temps [min]	60	120	60	90	120
Profondeur [µm]	0,45	0,5	0,8	0,9	1,07

Tableau 19 : Profondeurs de jonction (µm) calculées par simulation, en fonction de la température et de la durée du recuit, pour une dose de 10<sup>14</sup> cm<sup>-2</sup>

La confrontation des résultats obtenus par la simulation avec les données bibliographiques montre un bon accord (Tableau 20) pour les valeurs de résistance carrée (quotient de la résistivité par la profondeur de jonction). On donne aussi, à titre d'information et comme résultat de simulation, l'épaisseur de l'oxyde formé pendant le recuit de distribution.

Dose (/cm <sup>2</sup> )	Profondeur de jonction (μm)	Epaisseur d'oxyde natif (Å)	Résistance carrée (Ω)	Résistance carrée (Ω)
10 <sup>13</sup>	0,88	1333	1087	1000
10 <sup>14</sup>	1,07	1358	327	300
10 <sup>15</sup>	1,31	1671	62	50
Simulations				Bibliographie

Tableau 20 : Synthèse des résultats de simulation ( $E=20\text{keV}$ , recuit à  $1050^\circ\text{C}$  pendant 2h) et comparaison de la résistance carrée avec les données bibliographiques (Tableau 16)

La fabrication du microsystème et la caractérisation des résistances ont révélé l'importance de doper plus fortement les résistances au niveau des contacts. En effet, il est indispensable que le contact métal/semi-conducteur ait une résistance la plus faible possible et qu'il laisse passer le courant dans les deux sens. Pour avoir un contact ohmique dans un semi-conducteur de type N, il faut que le travail de sortie (l'énergie qu'il faut donner à un électron pour le faire passer au-dessus du niveau du vide) du métal soit inférieur à celui du semi-conducteur.

Les concentrations de porteurs en surface pour les doses croissantes d'implantation ont été calculées numériquement et sont égales à  $3.10^{17}$ ,  $3.10^{18}$  et  $2.10^{19} \text{ cm}^{-3}$ . Or, en pratique, on surdope généralement la région sous le contact avec des concentrations en donneurs supérieures à  $10^{19} \text{ cm}^{-3}$ . La zone de charge espace entre le semi-conducteur et le métal s'affine et peut être traversée par les électrons par effet tunnel. Ainsi pour les deux doses les plus faibles que nous avons utilisées, nous avons fait une deuxième implantation au niveau des contacts avec une dose de  $10^{15} \text{ cm}^{-2}$  et on obtient des concentrations de porteurs en surface de l'ordre de  $2.10^{19} \text{ cm}^{-3}$ .

A titre d'exemple, est reportée une photo de résistances implantées dans le silicium avec les contacts métalliques (Figure 27).

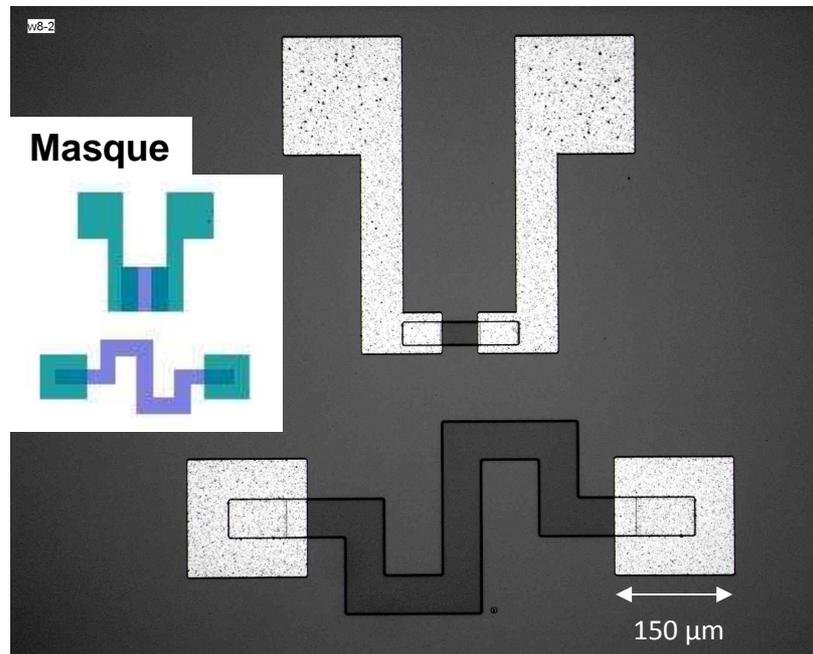


Figure 27 : Résistances implantées  $R$  et  $R_w$  sur la partie centrale – Dessin du masque et photographie au microscope optique

### 3.1.4 Gravure profonde du silicium et libération de la membrane

L'étape la plus critique de notre fabrication est la gravure profonde du silicium (*DRIE*, *Deep Reactive Ion Etching*). Contrairement aux autres étapes, nous ne pouvons pas reprendre le procédé si les spécifications ne sont pas respectées. C'est pour cela qu'elle a nécessité le plus de précaution et d'ajustements. L'objectif de cette étape est l'isolation thermique de la partie périphérique de la puce par rapport à la partie centrale. Pour ce faire, une gravure est opérée autour du bloc central afin d'éliminer le silicium et de traverser le wafer jusqu'à la membrane qui maintient solidaire la structure complète.

L'étape de gravure est gouvernée par de nombreux paramètres. Le choix des gaz est fait en fonction de l'espèce à graver. La sélectivité (rapport des vitesses de gravure) entre matériaux est généralement connue ou estimée par l'expérience. Le procédé, dans notre cas, doit permettre la réalisation d'une gravure anisotrope afin d'avoir des flancs droits autour du *gap*.

La première gravure que nous effectuons permet d'accéder au silicium en supprimant la bicouche  $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$ . Nous utilisons une machine de type ICP (plasma à couplage inductif) avec un procédé dont les paramètres sont reportés dans le Tableau 21. L'utilisation de gaz fluorés permet, en réagissant avec l'oxyde et le nitrure de silicium, de former une molécule de  $\text{SiF}_4$ , produit volatile aspiré par le système de pompage de la machine.

Gaz	Puissance (RF) du plasma [W]	Puissance RF Bias [W]	Pression [mTorr]
$\text{CF}_4$	500	40	5

Tableau 21 : Conditions opératoires pour la gravure de la bicouche diélectrique  $\text{SiO}_2/\text{SiN}_x$

Ensuite vient l'étape de gravure profonde du silicium. Généralement, les procédés de gravure sont réalisés par procédé Bosch (1994). C'est une gravure séquentielle utilisant deux plasmas. Le premier a pour fonction de passiver les surfaces, par dépôt d'un composé fluorocarboné  $\text{CF}_2$  à la surface du silicium, afin d'obtenir des profils verticaux et éviter de graver les surfaces verticales. Le second plasma permet de graver les surfaces horizontales en silicium.

Le LAAS-CNRS ayant acquis la machine AMS4200 (Alcatel), nous avons eu la possibilité d'utiliser un procédé « tripulse » alternant trois étapes successives et répétables :

- Gravure du silicium avec le gaz  $\text{SF}_6$ ,
- Passivation des flancs et du fond de la zone gravée par dépôt de  $\text{C}_4\text{F}_8$  (dépôt d'une couche de Téflon),
- Retrait de la couche de Téflon du bas de la zone gravée par un plasma d'oxygène.

Une particularité de ce procédé, en termes de performances, est la grande vitesse de gravure :  $15 \mu\text{m}/\text{min}$  contre  $2,5 \mu\text{m}/\text{min}$  avec le procédé Bosh. Les paramètres que nous avons utilisé sont reportés dans le Tableau 22.

Gaz	Puissance RF du plasma [W]	Puissance LF Bias [W]	Pression [mbar]
$\text{SF}_6$	2800	85	0,08
$\text{O}_2$	2800	85	0,07
$\text{C}_4\text{F}_8$	2800	85	0,12

Tableau 22 : Conditions opératoires pour la gravure profonde du silicium

Nous avons dû, pour cette étape, ajuster trois conditions dans le flux de fabrication :

- La réalisation du masque,
- Le choix de la résine de masquage,
- Les paramètres de la gravure.

Dans un premier temps, nous avons réalisé un masque unique comprenant toutes les largeurs de *gap* que nous voulions tester : 50, 100, 200 et 400  $\mu\text{m}$ . Cependant, nous nous sommes aperçus lors des tests de gravure qu'il était impossible de réaliser une gravure uniforme, de supprimer le silicium de tous les *gaps*, différents en taille, sans sur-graver certaines parties et endommager des dispositifs. Il nous a, par exemple, été impossible de graver complètement les *gaps* de 50  $\mu\text{m}$  de large, voire ceux de 100  $\mu\text{m}$  pour des épaisseurs de plaque supérieures à 500  $\mu\text{m}$ . Nous pouvons citer plusieurs raisons.

La première raison, que l'on ne peut corriger, est que la vitesse de gravure est plus importante au centre du substrat que sur les bords : il est donc important de contrôler avec minutie les derniers instants de gravure par la mesure de l'épaisseur gravée sur l'ensemble de la plaque.

La deuxième raison est ce que l'on appelle le *RIE lag* [139]. Il donne son nom au phénomène qui se traduit par la gravure plus rapide des motifs qui présentent la surface la plus importante. Dans notre cas donc, les *gaps* de 400  $\mu\text{m}$  sont gravés beaucoup plus rapidement que ceux de 50  $\mu\text{m}$ .

Enfin, la dernière raison est l'ARDE (*Aspect Ratio Dependent Etching*) [140] : plus le rapport de forme (AR ou *Aspect Ratio*), c'est-à-dire le rapport entre la profondeur de gravure et la largeur du motif, augmente, moins la vitesse de gravure est élevée. Donc si l'AR augmente, la vitesse de gravure (ER ou *Etch Rate*) diminue (Figure 28). Elle est ainsi divisée par 1,15, par rapport à une vitesse initiale, si l'AR est de 10.

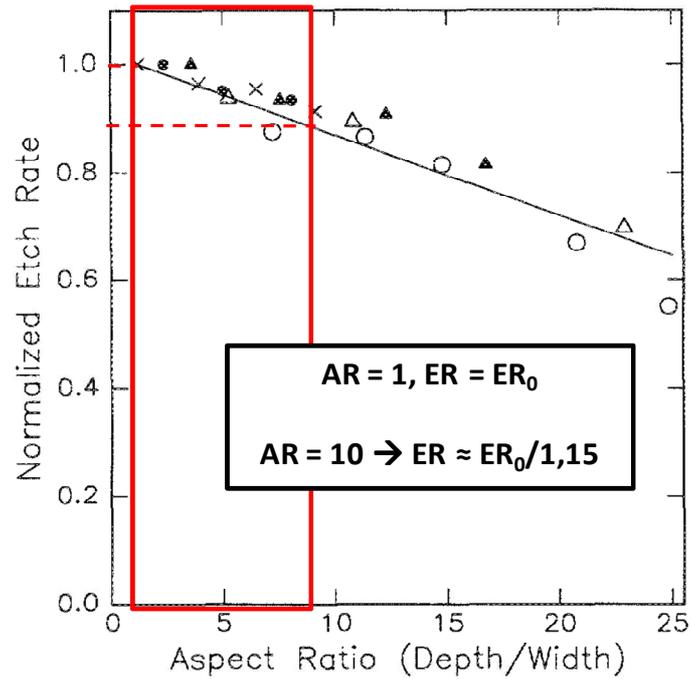


Figure 28 : Vitesse de gravure ( $ER$ ) en fonction du rapport de forme ( $AR$ )

Nous avons pour les *gaps* de 50, 100, 200 et 400  $\mu\text{m}$  (Figure 29) et un wafer de 400  $\mu\text{m}$  d'épaisseur des  $AR$  de 8, 4, 2, 1 respectivement. Donc il y avait des différences de vitesse de gravure de l'ordre de 15% entre les deux extrema.

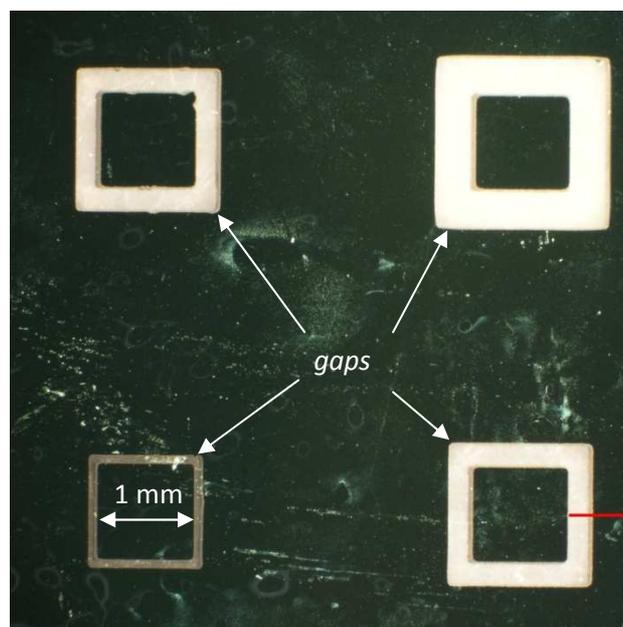


Figure 29 : Gravure profonde du silicium laissant apparaître 3 largeurs de *gap* (100, 200 et 400  $\mu\text{m}$ ). La membrane est transparente.

Nous avons donc, par la suite, lancé la fabrication de deux masques comportant chacun un motif unique de *gap* pour la gravure. Suite aux simulations réalisées, nous avons conservé 2 tailles : 50  $\mu\text{m}$  ou 200  $\mu\text{m}$ . Le *gap* de 50  $\mu\text{m}$  pourra être laissé libre, c'est-à-dire rempli d'air. Le *gap* de 200  $\mu\text{m}$  est destiné aux tests de remplissage. Ajoutons aussi que nous allons utiliser des wafers de faible épaisseur, de l'ordre de 400  $\mu\text{m}$ , pour minimiser les rapports de forme. Nous avons ainsi pu obtenir une gravure uniforme.

Un autre travail a consisté à choisir une résine photosensible adaptée à la gravure profonde. En effet, lors du procédé, une partie de la résine est consommée et il faut qu'il y ait suffisamment d'épaisseur pour pouvoir la mener à son terme. La résine peut aussi voir sa texture changer et sa finesse réduite au point où elle ne permet plus d'assurer la protection de la couche couverte et de faire le masquage du wafer.

Dans un premier temps, nous avons utilisé une résine Shipley SPR 220 de 18  $\mu\text{m}$  d'épaisseur qui a entraîné des problèmes de « *popping* » (apparition de bulles).

Ensuite, nous avons utilisé une résine négative AZ4562 de 10  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Nous nous sommes aperçus que la quasi-totalité voire la totalité de la résine était consommée lors des deux gravures successives de la membrane puis du silicium. Nous avons donc scindé l'étape en deux parties en réalisant d'abord un masquage de 10  $\mu\text{m}$  d'épaisseur pour la gravure de la bicouche en oxyde et nitrure de silicium puis un second masquage de 10  $\mu\text{m}$  pour la gravure profonde du silicium. Cette méthode a fonctionné et a été validée.

Par la suite, il a été mis en place un procédé pour la réalisation de masquage de 15  $\mu\text{m}$  avec cette même résine. Nous avons alors pu procéder aux deux gravures à la suite en gardant une épaisseur de résine suffisante.

Enfin, le dernier élément que nous avons ajusté est le temps de gravure ainsi que le choix des programmes ou « recettes ». Deux programmes ont été utilisés pour la DRIE : un pour la gravure rapide du silicium, décrit plus haut, et un, plus doux, permettant de s'arrêter précisément sur la membrane avec une vitesse de gravure plus faible. Les paramètres de ce second programme sont détaillés dans le Tableau 23. Les résultats et les contrôles de gravure sont détaillés dans la suite.

<b>Gaz</b>	<b>Puissance RF du plasma [W]</b>	<b>Puissance LF Bias [W]</b>	<b>Pression [mbar]</b>
SF <sub>6</sub>	1800	60	0,02
C <sub>4</sub> F <sub>8</sub>	1800	60	0,045

Tableau 23 : Conditions opératoires du programme d'arrêt sur membrane

### 3.1.5 Remplissage du *gap*

Comme évoqué précédemment, notamment lors des simulations, nous avons la possibilité de remplir le trou laissé libre par la gravure profonde du silicium. Nous avons à ce stade 2 largeurs de *gap* : 50 ou 200  $\mu\text{m}$ . Les simulations ont mis en évidence le fait qu'il était inutile de faire un remplissage du *gap* le plus petit car la tentative d'isolation thermique serait caduque. Par contre, nous avons aussi constaté qu'un remplissage est nécessaire pour le *gap* de 200  $\mu\text{m}$  afin d'assurer une bonne tenue mécanique et une résistance suffisante aux contraintes en pression telles que définies dans le cahier des charges.

Si pour les simulations, nous avons envisagé un remplissage avec une résine SU8 ou un oxyde de silicium, l'éventail des possibilités est bien plus large. Nous avons donc cherché des matériaux qui soient isolants thermiques et qui puissent être mis en œuvre en microélectronique. Les possibilités que nous pouvions explorer sont résumées dans le Tableau 24.

<b>Matériau</b>	<b><math>\lambda</math> [W/(m.K)]</b>
Polydiméthylsiloxane (PDMS)	0,15
Polyimide (PI)	0,12 – 0,52
Parylène	0,082 – 0,1256
Polyméthylméthacrylate (PMMA)	0,16 – 0,25
Epoxy (dont SU8)	0,17 – 0,3

Tableau 24 : Conductivité thermique des différents polymères envisagés pour le remplissage

Nous nous sommes limités à des tests avec la résine époxy SU8. L'objectif d'utiliser une résine photosensible est de nous permettre de déposer celle-ci sur le wafer de silicium puis, par photolithographie, de ne laisser que la résine présente au niveau des *gaps*. Cependant, la viscosité de la résine a rendu la tâche compliquée : la résine pénètre difficilement dans le *gap* et l'air piégé finit par se libérer pour créer des bulles (Figure 30). Nous n'avons donc pas pu réaliser un remplissage parfait des cavités laissées vides puisque la SU8 n'a pas pénétré correctement à l'intérieur des espaces. Nous savons que des résines plus fluides existent et il sera possible dans des travaux prochains de tester d'autres solutions de remplissage.

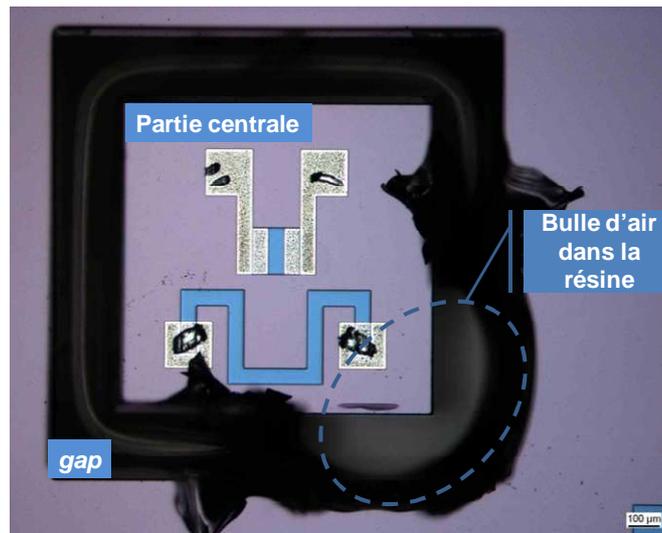


Figure 30 : Phénomène d'emprisonnement de bulle lors du remplissage du gap avec la SU8

## 3.2 Caractérisations

Comme nous l'évoquons précédemment, toutes les étapes de la fabrication ont été contrôlées et caractérisées avec les moyens dont nous disposons au LAAS-CNRS. L'ensemble de ces étapes de caractérisation sont résumées dans le Tableau 25 et vont être détaillées par la suite.

Etapes	Contrôles
Choix du substrat	- numérotation - mesures : épaisseur, résistivité, contraintes initiales
Oxydation sèche du substrat	Mesure d'épaisseur par ellipsométrie
Dépôt de nitrure de silicium non stœchiométrique	- Mesure d'épaisseur par ellipsométrie - mesure de contraintes
Photolithographies	- contrôle optique visuel - mesure de l'épaisseur de résine
Gravure de la membrane	- Mesure de l'épaisseur de marche - contrôle de la mouillabilité du substrat
Implantation ionique des résistances	Contrôle possible si une zone suffisamment large est prévue à cet effet
Ouverture des contacts	Test de mouillabilité
Métallisation	Mesure de l'épaisseur du dépôt
Recuit des métallisations	Tests sous pointes
DRIE	Microscopie confocale Microscopie électronique à balayage Contrôle visuel

Tableau 25 : Etapes de caractérisation du procédé de fabrication microsysteme

### 3.2.1 Etapes de caractérisation du procédé de fabrication

Nous allons détailler quelques étapes de contrôle, qualifiées de « routine », ayant recours à des techniques conventionnelles et qui n'ont que peu d'importance par rapport à la particularité de notre procédé de fabrication. Les étapes de caractérisation qui revêtent une plus grande importance – caractérisation de l'implantation, de la gravure profonde et des résistances électriques – sont détaillées dans les paragraphes suivants.

#### ➤ Contrôle des substrats de silicium

Dans un premier temps, les substrats de silicium sont numérotés ; on en mesure l'épaisseur ainsi que la résistivité. On vérifie ainsi les données du fabricant qui livre ces plaques comme dopées au bore avec une concentration de  $10^{15} \text{ cm}^{-3}$ . Les résistivités mesurées, de l'ordre de  $10 \text{ } \Omega \cdot \text{cm}$ , placent cette concentration aux alentours de  $1,5 \text{ à } 2 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-3}$  pour une mobilité de porteurs de  $400 \text{ cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ . Une première mesure du rayon de courbure de la plaque est réalisée ; la deuxième effectuée plus tard permettra un calcul des contraintes dans la membrane.

#### ➤ Contrôle de la membrane

Après les étapes d'oxydation et de dépôt du nitrure de silicium, les épaisseurs de  $\text{SiO}_2$  et  $\text{SiN}_x$  sont mesurées par ellipsométrie (ellipsomètre Horiba Jobin Yvon). Cette technique optique d'analyse non destructive est basée sur la mesure du changement de l'état de polarisation de la lumière après réflexion sur une surface plane. Lors de précédents travaux réalisés au laboratoire, des programmes spécifiques pour les mesures d'oxyde et de nitrure de silicium ont été réalisés. On a aisément réalisé nos mesures et contrôlé des épaisseurs correctes ( $\pm 2\%$ ) de l'ordre de  $800 \text{ nm}$  pour l'oxyde et  $600 \text{ nm}$  pour le nitrure de silicium.

Après fabrication de la membrane, s'ensuit la deuxième mesure du rayon de courbure des plaques pour connaître les contraintes induites par la bicouche. D'après les mesures effectuées avant et après réalisation de la membrane, un programme permet de calculer la contrainte induite. Dans notre cas, elle a été mesurée entre  $-25 \text{ MPa}$  et  $5 \text{ MPa}$ . Ce sont des contraintes faibles et bien en deçà des limites à la rupture des matériaux utilisés. En outre,

elles sont inférieures à 50 MPa, limite à ne pas dépasser et fixée lors de la mise au point du procédé de fabrication membranaire [114].

➤ Contrôle des étapes de photolithographie

Pour chaque étape de photolithographie, un contrôle visuel est effectué ainsi qu'une mesure mécanique au profilomètre (KLA Tencor P10) de l'épaisseur de résine.

➤ Contrôles pré- et post-implantation ionique

Avant l'implantation ionique, la gravure (RIE) de la membrane est contrôlée par analyse des produits de réaction in situ puis par mesure de l'épaisseur de marche et analyse de la mouillabilité du substrat, le silicium étant un matériau hydrophobe.

Le contrôle de la résistivité après implantation et recuit peut être fait à condition d'avoir prévu une surface suffisamment large pour la réalisation de mesures 4 pointes par exemple ou par une analyse de type *Spreading Resistance Profiling*.

➤ Contrôle des métallisations

L'ouverture des contacts avant métallisation, réalisée par réaction chimique de l'acide fluorhydrique sur l'oxyde natif de silicium, est vérifiée par analyse visuelle de la mouillabilité du substrat.

Après métallisation et formation des contacts, on mesure leur épaisseur, typiquement de l'ordre de 5000 Å pour des métallisations en aluminium. Une fois les contacts recuits, les plaques peuvent être sorties de la salle blanche pour réaliser des mesures sous pointes. Nous détaillerons cette étape ainsi que les résultats obtenus dans la suite.

L'ensemble des caractérisations réalisées sont consignées dans le Tableau 26. Généralement, pour les mesures des épaisseurs d'oxyde et de nitrure de silicium, on ne réalise le contrôle que sur quelques plaques et ou sur des « wafers témoins » réalisés en même temps que les autres.

Numéro	Epaisseur [µm]	Résistivité [Ω.cm]	Contraintes [Mpa]	Epaisseur SiO <sub>2</sub> [Å]	Epaisseur SiN <sub>x</sub> [Å]	Epaisseur contacts [Å]		
1	350	12,5			1 contrôle : 5850			
2	355	10						
3	375	11,8					5500 - 6000	
4	357	10,7					5500 - 6000	
5	388	10,1						
6	364	13,3						
7	349							
8	397	10,5						7000 - 7600
9	356							5500 - 6000
10	378	9,6						6800 - 7800
11	498	9,2			7000			
12	531	8,74			7000			
13	529	8,65						
14	529	8,91				8200		
15	526	8,85				8250		
16	492	8,96				8250		
17	533	8,45						
18	492	8,97						
19	492	8,99						
20	490	9,21						
1-2	537	8,72	5	7800			1 contrôle : 6100	2,4µm
2-2	532	8,97	0	7800	2,4µm			
3-2	499	9,13	0	7750	2,4µm			
4-2	500	9,02	5	7650	2,4µm			
5-2	541	8,58	0	7600	2,4µm			
6-2	536	8,81	-10					
7-2	501	8,97						
8-2	536	8,79						
9-2	537	8,85	7200					
10-2	420	12,5						
11-2	421	12,1	0			0,6-0,7µm		
12-2	406	12,7	-25			1-1,1µm		
13-2	406	12,3	-10					
14-2	406	12,6	5					
15-2	420	12	-15					
16-2	423	12						
17-2	423	11,9						
18-2	422	11,8						
19-2	404	12,8						

Tableau 26 : Résumé des caractérisations « de routine »

### 3.2.2 Contrôle de l'implantation ionique

Nous avons voulu contrôler à la fois la profondeur de jonction ainsi que la concentration de porteurs en surface après implantation ionique, afin de vérifier la fiabilité des résultats de simulation. Le contrôle a été fait pour la dose d'implantation qui nous intéresse le plus fortement, puisqu'elle doit donner des résistances avec le coefficient de température le plus élevé, à savoir  $10^{13} \text{ cm}^{-2}$ .

Pour ce faire, nous avons implanté en pleine plaque un wafer avec cette dose de dopants, ici le phosphore. Après masquage d'une partie de la plaque, nous avons réalisé une deuxième implantation, celle qui sera faite au niveau des contacts pour l'augmentation de la concentration de porteurs en surface, avec une dose de  $10^{15} \text{ cm}^{-2}$ . La plaque a ensuite été découpée en échantillons de 5 mm x 5 mm.

Les analyses ont été menées au service analyseur ionique de l'INSA de Toulouse avec le SIMS (*Secondary Ion Mass Spectroscopy*) CAMECA IMS 4F6. L'interaction d'ions de quelques keV (10 keV dans notre cas) d'énergie avec la surface des échantillons donne naissance à des émissions secondaires de photons, d'électrons, d'atomes, et de molécules neutres ou ionisées. L'analyse de ces émissions permet d'obtenir des informations analytiques sur le matériau étudié. Les ions qui ont été utilisés pour le bombardement ionique sont des ions césium  $\text{Cs}^+$ .

Les résultats des mesures reportées sur la Figure 31 montrent que la profondeur de jonction se situe aux alentours du micromètre, ce qui est en accord avec la simulation numérique (0,88  $\mu\text{m}$ ). Un autre résultat est la mesure de la concentration en phosphore à la surface. Avant réimplantation, cette concentration est de  $3 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ . Elle est de  $2 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-3}$  après. Ces mesures sont en parfaite adéquation avec les résultats des calculs numériques.

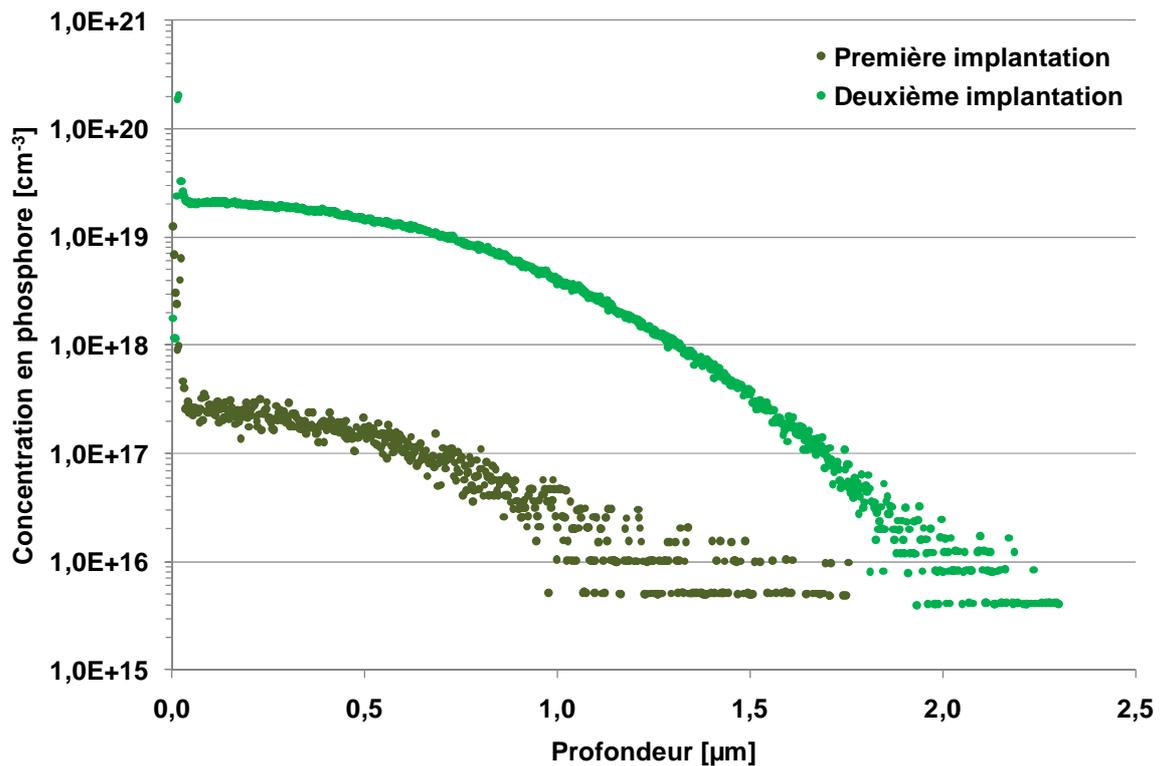


Figure 31 : Profil de concentration ( $\text{cm}^{-3}$ ) en phosphore dans le silicium après les première et seconde implantation

### 3.2.3 Contrôle de la gravure profonde du silicium

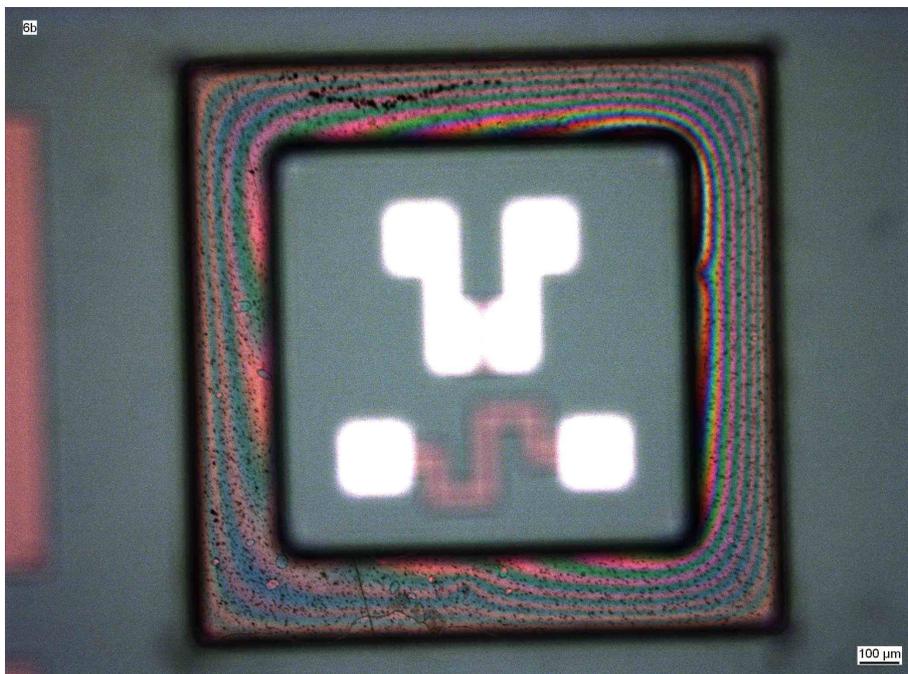
La gravure profonde du silicium est l'étape la plus critique. Le silicium doit être entièrement gravé jusqu'à la membrane en face arrière de la puce. S'il reste du silicium, un pont thermique va être créé entre les parties centrale et périphérique rendant l'effort d'isolation thermique vain. Nous devons donc nous assurer que la gravure a été menée à son terme et ceci, sans endommager la membrane. Si elle est fragilisée ou gravée, la tenue mécanique du micro-capteur n'est plus assurée et cela risque de conduire à sa destruction.

L'expérience que nous avons acquise nous permet aujourd'hui de connaître approximativement le temps de gravure. Nous connaissons l'épaisseur de notre substrat de silicium ainsi que de la membrane. Grâce aux différents tests effectués en collaboration avec le personnel de la salle blanche, nous savons l'ordre de grandeur de la durée nécessaire à la gravure ainsi que les programmes à utiliser pour éviter la détérioration finale de la membrane. Dans notre cas, la gravure est une étape qui dure de 30 à 45 min. Les observations microscopiques vont nous permettre d'effectuer un contrôle plus strict. Les deux premières

présentées sont non destructives alors que celles effectuées au microscope électronique à balayage se font sur des coupes d'échantillons prélevés sur une plaque.

➤ Microscopie optique

L'observation au microscope optique est un moyen de contrôle rapide de la gravure. L'apparition de reflets irisés (Figure 32) autour de la partie centrale nous indique que l'on observe la membrane, généralement rendue de couleur verte par la présence de nitrure de silicium.



*Figure 32 : Observation au microscope optique (x5) de la membrane, autour de la partie centrale, en face arrière du micro-capteur*

➤ Microscopie confocale

La mesure de la profondeur de gravure peut se faire par microscopie confocale (microscope LEICA). Cette méthode est systématiquement utilisée pour le contrôle de la gravure. Le microscope confocal a une très faible profondeur de champ et la réalisation d'une succession d'images en se positionnant dans différents plans focaux, permet de reconstituer une image en 3D du profil de gravure (Figure 33) et de calculer la profondeur de celle-ci.

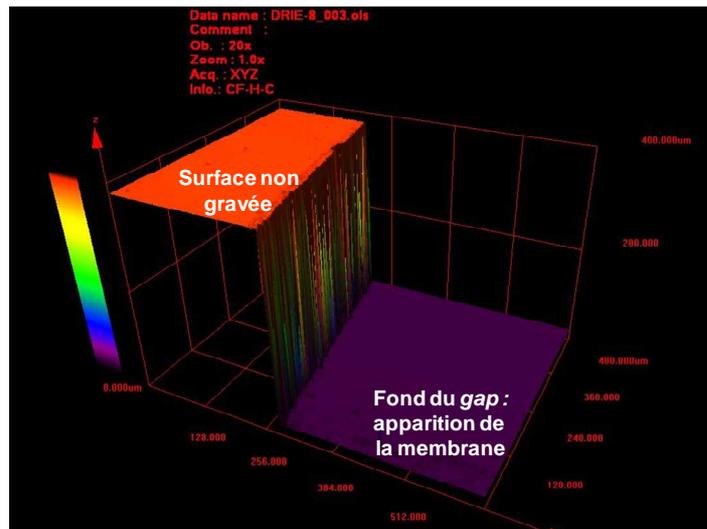


Figure 33 : Reconstitution en microscopie confocale du profil de gravure

Les observations microscopiques permettent aussi de contrôler la gravure par observation visuelle puisque les aspects du silicium, non totalement gravé, et de la membrane avec ses reflets irisés sont très différents (Figure 34).

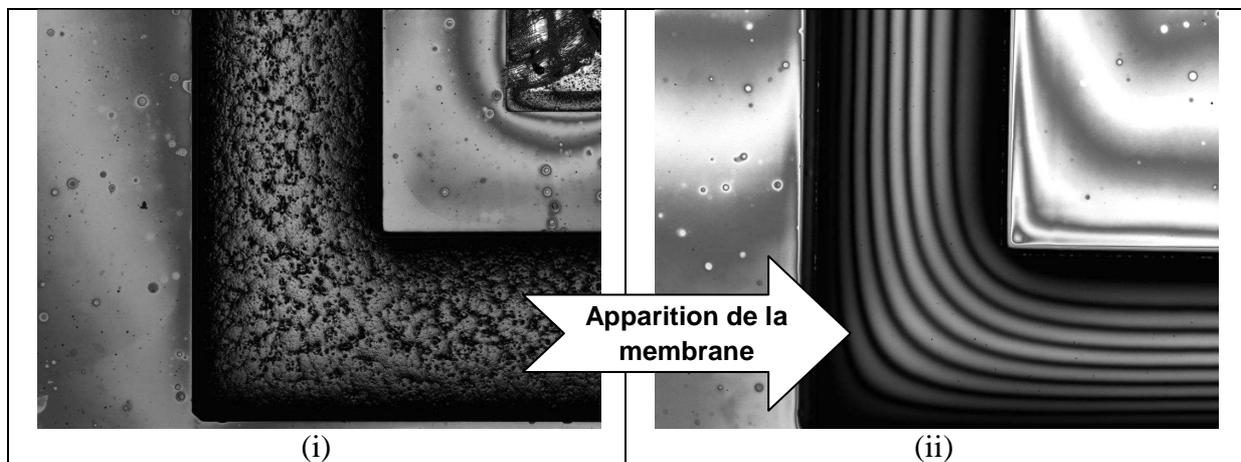


Figure 34 : Observation au microscope confocal du gap ( $200\ \mu\text{m}$ ) autour de la partie centrale (i) et apparition de la membrane diélectrique aux reflets irisés (ii).

➤ Microscopie électronique à balayage

L'utilisation d'un microscope électronique (Hitachi S3700-N) permet de contrôler les profils de gravure et de s'assurer que les flancs sont verticaux. Nous avons fait les observations avec une tension accélératrice de 30 kV, avec une inclinaison allant jusqu'à 60° pour l'observation des profils et en mode *Variable Pressure* pour l'observation de surfaces isolantes.

La Figure 35 nous montre les profils de gravure sur une plaque de silicium dont la largeur de *gap* est de 200 µm. Sur celle-ci, les composants n'apparaissent pas car c'est une plaque de test utilisée uniquement pour le contrôle. Les profils sont relativement verticaux même si nous remarquons une variation de pente. Celle-ci s'est faite lors d'une interruption du programme de DRIE pour un contrôle de la vitesse de gravure. Elle est sans conséquence sur la fabrication de notre micro-capteur.

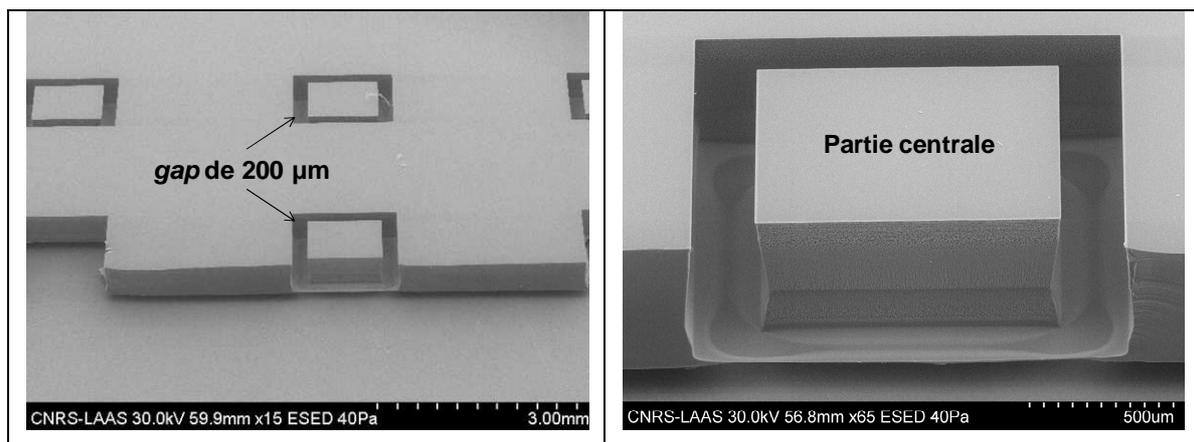


Figure 35 : Observation au MEB des profils de gravure sur une plaque de test

On peut remarquer, avec des forts grossissements (x 1200), la différence d'aspect entre la membrane en surface et la structure en silicium (Figure 36). On note aussi, pour ce cas, la présence de silicium (gris clair) sur le fond de la membrane. La gravure n'a donc pas été menée à terme.

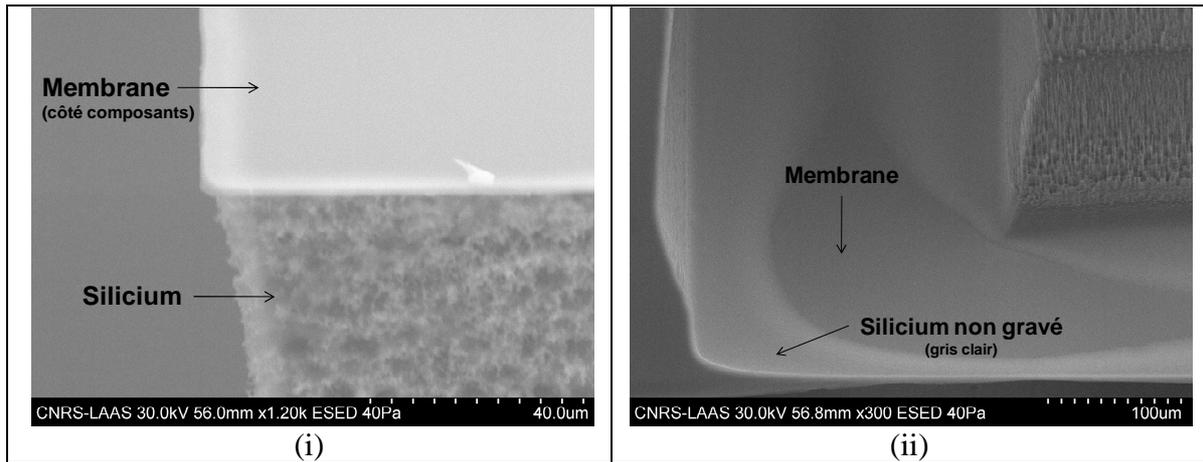


Figure 36 : Membrane et structure en silicium (i) et présence de silicium sur la membrane à la fin de la gravure (ii)

Nous pouvons observer la membrane en détail et constater sa détérioration (Figure 37). De même, la connaissance du tilt peut nous permettre de mesurer son épaisseur. Ici, elle a été mesurée à  $6\ \mu\text{m}$  à cause de la présence de silicium non gravé.

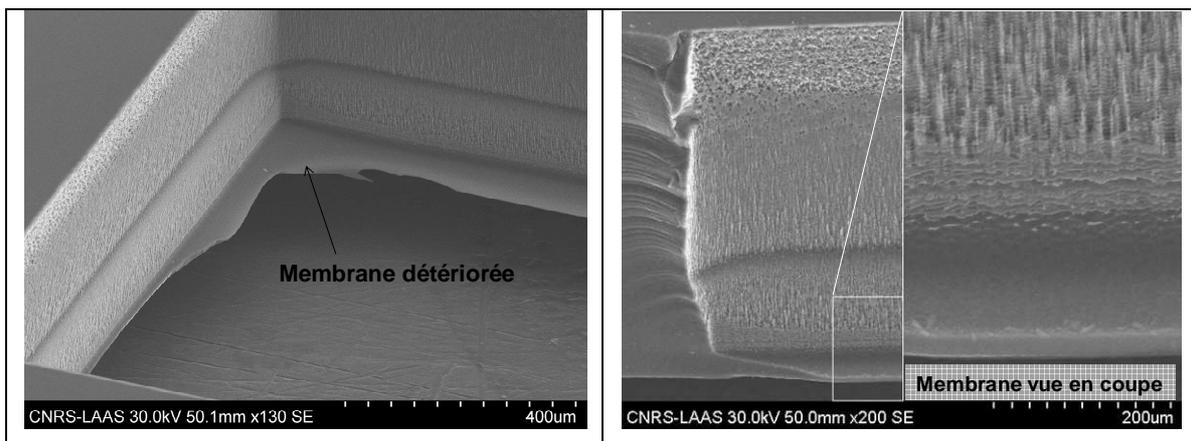


Figure 37 : Observation au MEB d'une membrane détériorée

L'observation au microscope électronique n'est généralement pas une étape de routine mais peut permettre de valider un procédé, de contrôler les profils de gravure et si nécessaire (en provoquant la rupture de la membrane) d'en contrôler son épaisseur.

### 3.2.4 Tests électriques

Une fois les résistances et les contacts réalisés sur le microsysteme en salle blanche, les dispositifs peuvent être sortis pour des tests électriques avant la gravure profonde du silicium. Nous avons utilisé une station Karl Suss PA200 associée au testeur Agilent 4142B. La température du *chuck* de la station peut être réglée. Un programme de pilotage nous permet de contrôler ou les courants injectés ou les tensions appliquées mais également de traiter les résultats et de tracer les caractéristiques  $I(V)$  qui vont nous intéresser pour le contrôle des résistances.

#### ➤ Contrôle des contacts

Une première campagne de mesures a permis de confirmer la nécessité d'effectuer un dopage plus important au niveau des contacts pour les doses d'implantation les plus faibles, à savoir  $10^{13}$  et  $10^{14} \text{ cm}^{-2}$ . En effet, les caractéristiques  $I(V)$  des composants ne sont pas linéaires à bas niveau de courant, ce qui révèle l'apparition d'une tension de seuil. En revanche, il n'est pas nécessaire de faire une réimplantation de phosphore pour la dose de  $10^{15} \text{ cm}^{-3}$  puisque la caractéristique  $I(V)$  se révèle déjà linéaire.

Ainsi, la deuxième implantation de phosphore se fait avec une dose de  $10^{15} \text{ cm}^{-2}$  et une énergie de 20 keV au travers du masque n°2 qui permet également l'ouverture des contacts.

#### ➤ Contrôle des valeurs de résistance

Nous avons réalisé trois dessins pour chaque résistance : résistance de chauffe  $R_c$ , résistances de mesure de température de peau  $R_w$  et de mesure de température du fluide  $R_b$ . Nous avons aussi procédé à une implantation ionique avec 3 doses différentes. Ici, on veut comparer, pour chaque dose, la résistance réellement mesurée avec la valeur visée théoriquement. Pour ce faire, nous avons mesuré, pour chaque dessin, 3 résistances – une rouge, une orange, une jaune (Figure 38) – situées aléatoirement sur le wafer.

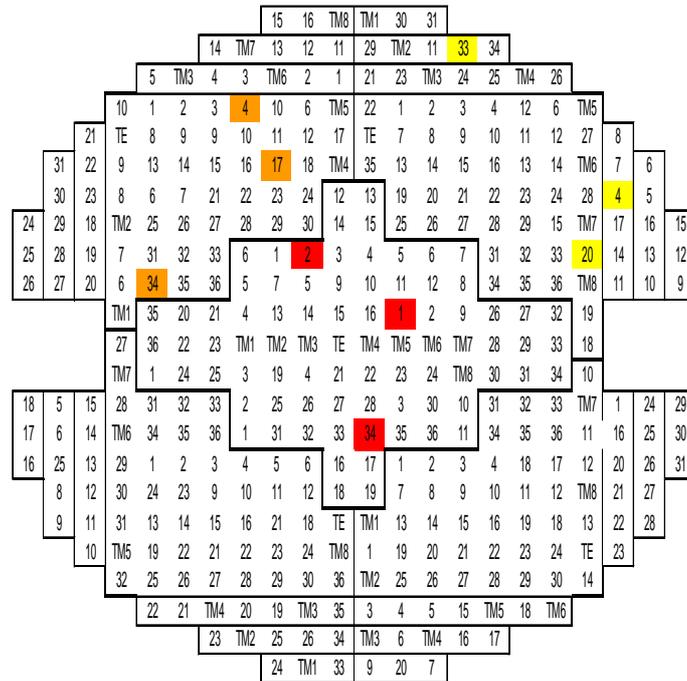


Figure 38 : Positionnement sur un wafer des puces testées pour le contrôle des valeurs des résistances

Les caractéristiques  $I(V)$  de ces résistances sont tracées sur la Figure 39 et les résistances calculées dans le Tableau 27.

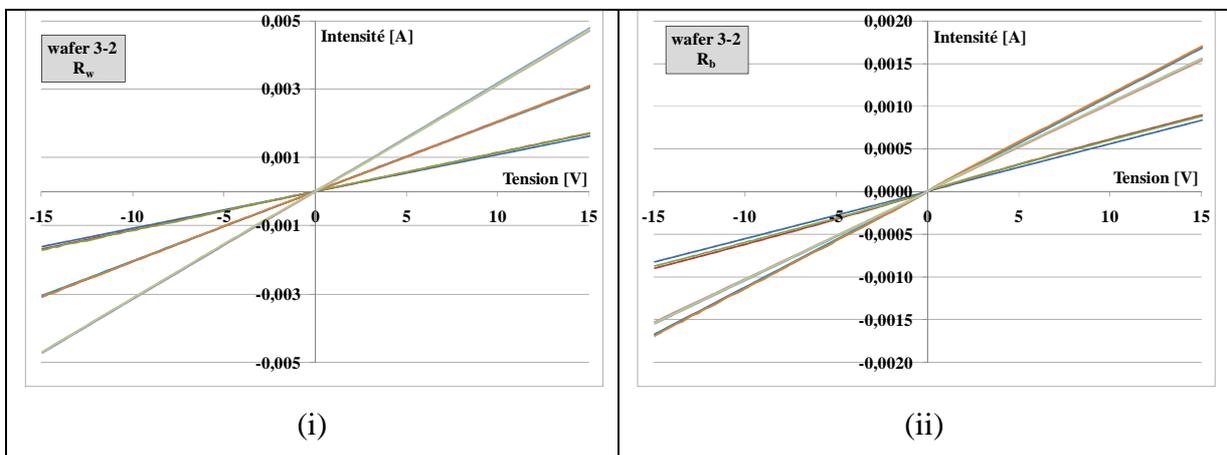


Figure 39 : Caractéristiques  $I(V)$  des différents dessins de résistances pour  $R_w$  (i) et  $R_b$  (ii) avec la dose  $10^{14} \text{ cm}^{-2}$

Nous constatons, quelle que soit la dose d'implantation, que les valeurs mesurées pour la résistance de chauffe correspondent aux valeurs que nous avons choisies. On note ici que les valeurs visées, dans « objectif », sont le fruit d'un calcul ne prenant en compte que les dimensions de la résistance hors contact. On s'affranchit ainsi des zones réimplantées et des résistances de contact entre métal et semi-conducteur.

Pour les doses de  $10^{13}$  et  $10^{14}$   $\text{cm}^{-2}$ , nous constatons, par contre, qu'il y a des écarts que l'on ne retrouve pas avec la dose de  $10^{15}$   $\text{cm}^{-2}$ . Nous expliquons cela par le fait que, pour les 2 doses les plus faibles, il y a eu une double implantation au niveau des contacts ce qui a eu pour effet, en augmentant le nombre de porteurs et en les diffusant ensuite lors du recuit, de diminuer la valeur des résistances.

wafer 1-2 / Dose : $10^{13}$ $\text{cm}^{-2}$									
	$R_c$			$R_w$			$R_b$		
Dessin n°	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Objectif	272,5	363	1817	46870	27250	18530	91015	44690	54500
Mesure	280-300	370-380	1800	35000/36000	16000	13000	65000/70000	35000/36000	41000

wafer 3-2 / Dose : $10^{14}$ $\text{cm}^{-2}$									
	$R_c$			$R_w$			$R_b$		
Dessin n°	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Objectif	82,5	110	550	14190	8250	5610	27555	13530	16500
Mesure	75-80	100	450-460	8700-9200	4800-4900	3200	16000/18000	8800-8900	9500/9700

wafer 5-2 / Dose : $10^{15}$ $\text{cm}^{-2}$									
	$R_c$			$R_w$			$R_b$		
Dessin n°	1	2	3	1	2	3	1	2	3
Objectif	15	20	100	2580	1500	1020	5010	2460	3000
Mesure	26-30	35	140/150	2500	1350	880-890	4800-5000	2400	2600

Tableau 27 : Valeurs de résistances visées et mesurées en fonction du dessin et de la dose d'implantation

Nous avons aussi vérifié l'homogénéité du dopage sur l'ensemble de la plaque. Ainsi, si nous délimitons, virtuellement, le wafer en 5 zones – une zone centrale et 4 zones périphériques correspondant à 4 quarts – nous pouvons mesurer la valeur de résistance pour un dessin en particulier à différents endroits connus.

C'est ce que nous avons fait sur un wafer de test, non réimplanté, pour lequel nous avons effectué 5 mesures de résistance par zone pour un même motif. La moyenne des 5 résistances est calculée et référencée dans le Tableau 28 pour chaque zone. Nous constatons une variation de l'ordre de 2% entre les valeurs, ce qui est très correct et bien inférieur à ce que l'empirisme nous avait appris. En effet, nous savons, que pour l'implanteur ionique du laboratoire, il peut y avoir des variations de 10 à 15% entre le centre du wafer et les bords. C'est un paramètre dont il faut avoir conscience lors de la réalisation du procédé.

zone n°	1	2	3	4	5
$R_w$	5400	5350	5350	5450	5300

Tableau 28 : Valeur moyenne de  $R_w$  dans chaque zone du wafer

➤ Contrôle des coefficients de température ou TCR (*Thermal Coefficient of Resistance*)

La connaissance de la sensibilité de notre micro-capteur passe par celle du coefficient de température de nos résistances. La dépendance thermique de celles-ci a été étudiée en plaçant le wafer sur un *chuck* chauffant, à l'air libre (convection naturelle non contrôlée). La variation thermique des résistances implantées s'écrit :

$$R = R_0(1 + \alpha\Delta T + \beta\Delta T^2) \quad (\text{Equation 72})$$

$R_0$  est la résistance mesurée à une température de référence,  $\alpha$  est le coefficient de température du premier ordre, en ppm/°C et  $\beta$  le coefficient de température du second ordre en ppm/°C<sup>2</sup>. Les variations de résistance qu'implique le terme  $\beta\Delta T^2$  peuvent être négligées en première approximation et c'est la connaissance de  $\alpha$  qui nous permet de conclure quant à la sensibilité de notre mesure.

Ainsi, pour les 3 doses croissantes d'implantation que nous avons utilisées, nous avons mesuré des TCR de 5200, 1130 et 30 ppm/°C respectivement. Nous constatons que le TCR le plus élevé est obtenu pour la dose d'implantation de  $10^{13} \text{ cm}^{-2}$ . Cette valeur de 5000 ppm/°C est en accord avec les données bibliographiques. Dès lors, nous choisirons de ne procéder qu'à cette dose d'implantation pour la réalisation de nouveaux dispositifs puisqu'elle permet d'avoir les résistances les plus sensibles à la température (Figure 40).

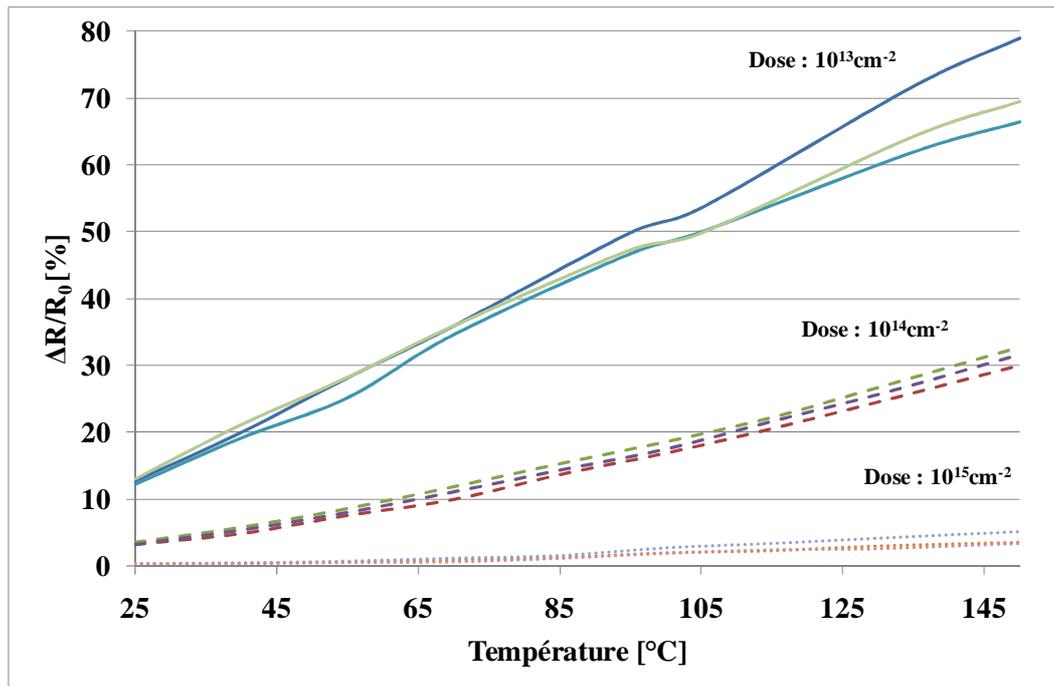


Figure 40 : Pourcentage de variation des résistances en fonction de la température pour les 3 doses d'implantation [113]

Nous avons aussi contrôlé la variation de TCR sur une même plaque. Le TCR est mesuré pour les résistances  $R_w$  en différentes positions référencées sous le nom de « Die » (Tableau 29). La variation de résistance est mesurée entre 25 et 150°C et nous constatons une variation de TCR relativement importante, d'environ 20%, entre les 6 résistances prises en exemple. Ceci peut s'expliquer par le dessin différent des résistances qui vont être plus ou moins sujettes à une modification de valeur lors de l'étape de réimplantation.

T [°C]	Position					
	Die (3,2)	Die (1,3)	Die (-6,4)	Die (-1,4)	Die (1,4)	Die (2,4)
25	12500	18400	12700	12700	12550	18400
40	13200	19500	13400	13550	13400	19450
55	14000	20700	14300	14550	14150	21000
70	14950	22200	15300	15400	15200	22450
95	16450	24400	16800	16950	16750	24400
105	16900	25200	17450	17550	17350	24800
135	18500	28300	19300	19450	19550	27400
150	19750	29600	20400	20500	20600	28000

TCR [ $\Omega/^\circ\text{C}$ ]	57,3	90,8	61,9	61,9	64,6	78,8
TCR [ppm/ $^\circ\text{C}$ ]	4584	4935	4874	4874	5147	4283
$R^2$	0,998	0,998	0,999	1,000	0,997	0,994

Tableau 29 : Mesure de TCR sur des résistances implantées avec une dose de  $10^{13} \text{ cm}^{-2}$  entre 25 et 150°C

### 3.2.5 Contrôle de la résistance mécanique de la membrane

Le cahier des charges a fixé une résistance mécanique à des pressions de 10 bars soit une contrainte de 1 MPa. Nous avons utilisé deux techniques pour connaître la limite de notre micro-capteur.

#### ➤ Pressure Module de SUSS MicroTec

Dans ce premier test, la pression est appliquée localement et normalement sur la surface de la membrane. L'air est injecté au travers d'une buse rectangulaire (0,5 mm x 0,9 mm) située typiquement à une distance  $d_z = 40 \mu\text{m}$  de la surface membranaire (Figure 41). La pression d'admission  $p_f$  est connue et la pression effective  $p_e$  est mesurée. Une calibration du

système permet de connaître quelle doit être la valeur de  $p_f$  correspondant à la commande  $p_e$  lorsque  $d_z$  reste constant et connu. La pression appliquée pour cet appareil est comprise entre 1 et 6,5bars.

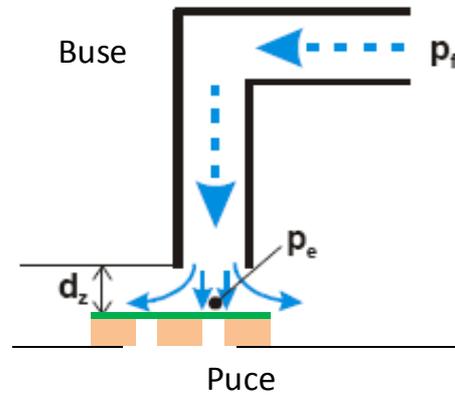


Figure 41 : Schéma de principe d'utilisation du « Pressure Module »

Nous avons soumis 5 puces, dont le *gap*, laissé libre, est de 200  $\mu\text{m}$ , à des échelons de pression de 1 à 6,5 bars (0,1 à 0,65 MPa) par pas de 500 mbar (0,05 MPa). Le test est interrompu dès lors qu'il y a rupture de la membrane. L'application locale de la pression sur la partie centrale ne détériore pas la puce. Si la pression est appliquée sur la membrane, de façon statique, il n'y a pas non plus de rupture. En revanche, la membrane ne supporte que des pressions inférieures à 6 bars si l'on fait des mouvements avec la buse au dessus de la membrane, dans le même plan, à une hauteur fixe  $d_z$ . Il semble donc que le mouvement de la buse induise des phénomènes locaux à la surface de la puce que l'on ne maîtrise pas complètement. C'est pourquoi, nous avons décidé de tester la tenue mécanique avec une autre méthode, plus proche des conditions d'utilisation auxquelles se destine le micro-capteur.

➤ Bulge test (FOGALE Nanotech)

Cette technique de gonflement de la membrane est un essai mécanique qui s'applique à des films minces déposés sur un substrat. La membrane se déforme sous l'effet d'une pression différentielle. La limite de pression d'utilisation de l'appareil est de 17 bars. Cette fois, c'est l'ensemble de la membrane qui est soumise à la pression choisie ; nous sommes donc plus proches des conditions d'utilisation (Figure 42).

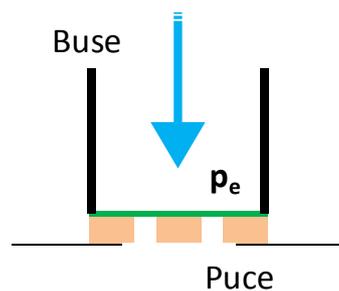


Figure 42 : Schéma de principe du « Bulge test » - La membrane va se déformer avec l'augmentation de la pression

Le capteur de la pression  $p_e$  est un capteur à quartz de haute précision. On peut ainsi stabiliser une pression avec une précision bien inférieure au millibar. Le porte échantillon utilisé a été dessiné et fabriqué au laboratoire ; il convient parfaitement à la taille de notre micro-capteur de 3,5 mm de côté.

Nous avons effectué les tests sur 5 puces dont le *gap*, laissé libre, est de 50  $\mu\text{m}$  de large. La rupture de la membrane s'est faite pour des pressions entre 3,25 et 3,85 bars (0,325 à 0,385 MPa).

Nous avons vu, par la simulation numérique, que les contraintes dans la membrane étaient de 1760 MPa pour un *gap* de 50  $\mu\text{m}$  et une pression appliquée de 10 bars (ou 1 MPa). Comme la variation de contraintes est linéaire avec la variation de la pression subie par la membrane, nous avons calculé les contraintes induites par une pression comprise entre 3,25 et 3,85 bars : elles sont comprises entre 570 MPa et 680 MPa. Or, ces résultats correspondent justement à la valeur minimale de limite à la rupture dans l'oxyde de silicium qui est de 600 MPa [116]. Les résultats expérimentaux corroborent donc les résultats de simulation.

En conclusion, les dispositifs avec un *gap* de 50  $\mu\text{m}$ , non rempli, ne peuvent résister à des pressions supérieures à 3,5 bars (ou 0,35 MPa) si un *packaging* adéquat n'est pas utilisé. Les micro-capteurs dont le *gap* est de 200  $\mu\text{m}$  de large et qui bénéficient d'un remplissage doivent résister aux pressions supérieures, 68 bars (ou 68 MPa d'après le calcul).

### 3.3 De la puce au micro-capteur d'encrassement

Une fois les puces réalisées collectivement sur un même substrat de silicium qui peut en comporter, dans notre cas, jusqu'à 400, il est nécessaire de reporter chacune d'entre elles sur un support qui sert d'interface électrique : le PCB (*Printed Circuit Board*). La dernière étape consiste à assembler l'ensemble dans un support qui constituera l'interface avec le milieu de mesure.

#### 3.3.1 Découpe

Pour identifier les puces, la première étape est la découpe du substrat. Nous la réalisons avec une scie diamantée de 35  $\mu\text{m}$  d'épaisseur pour un trait de découpe de 50 à 60  $\mu\text{m}$ . A cette fin, nous avons prévu un espace entre chaque puce de 400  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Ainsi, le pas de découpe suivant les directions horizontales et verticales est de 3900  $\mu\text{m}$ . Pour éviter l'échauffement de la scie et pour le rinçage du substrat des poussières de silicium, un mince filet d'eau est nécessaire. Celui-ci est réduit à son minimum pour éviter d'endommager les membranes.

Pour effectuer la découpe, le substrat est collé sur un film adhésif. C'est une découpe face arrière pour laquelle les membranes sont disposées contre le film. Grâce à celui-ci, les puces sont maintenues immobiles durant la découpe. Le film se décolle très facilement lorsqu'il est exposé à la lumière U.V., ce qui nous permet également de ne pas détériorer les membranes des puces. On est ainsi à même de sélectionner des puces en fonction des tests effectués au préalable, en reconnaissant leur position particulière.

### 3.3.2 Report des puces

Le report des puces se fait sur un circuit rigide, le PCB. Nous en avons imaginé de deux types :

- Un PCB présentant une section carrée, évidée. De cette manière, le contact entre la puce et le support est réduit à son minimum tout comme le transfert de chaleur. Les fils, d'un contact à un autre, passent par ce trou. La partie électrique est ainsi située sur une face qui pourra être remplie d'un matériau isolant thermique. L'autre face sera soit en contact direct avec un fluide soit apposée contre un autre matériau appropriée qui servira d'interface.
- Un PCB « plein ». Dans ce cas, on s'affranchit des fils électriques. La reprise de contacts peut se faire par la méthode de *Flip chip* que nous allons détailler.

#### 3.3.2.1 PCB présentant un trou

Pour utiliser ce type de PCB, la puce est collée « face composants » sur le circuit imprimé à un emplacement délimité au préalable pour avoir tous les contacts disponibles à travers le trou. Ensuite, la reprise de contacts peut se faire. A noter que les *pads*, plots métalliques sur notre puce ont des dimensions de 150  $\mu\text{m}$  de côté.

Les techniques classiques de *wedge bonding* et de *ball bonding* ont montré leurs limites pour notre application. En effet, l'application d'une pression, très locale et sur chaque contact, ou même d'une vibration ultrasonore a pour conséquence la destruction de la membrane et donc de la puce.

La solution qui s'est imposée est un collage des fils sur la puce avec une colle époxy chargée d'argent (Figure 43). La reprise de contacts sur le PCB ne pose pas de problème particulier. Les connexions filaires sont ensuite protégées avec une résine époxy (EPO-TEK<sup>®</sup> 730 unfilled), qui permet d'isoler thermiquement le système pour éviter les pertes de chaleur en face arrière de la puce.

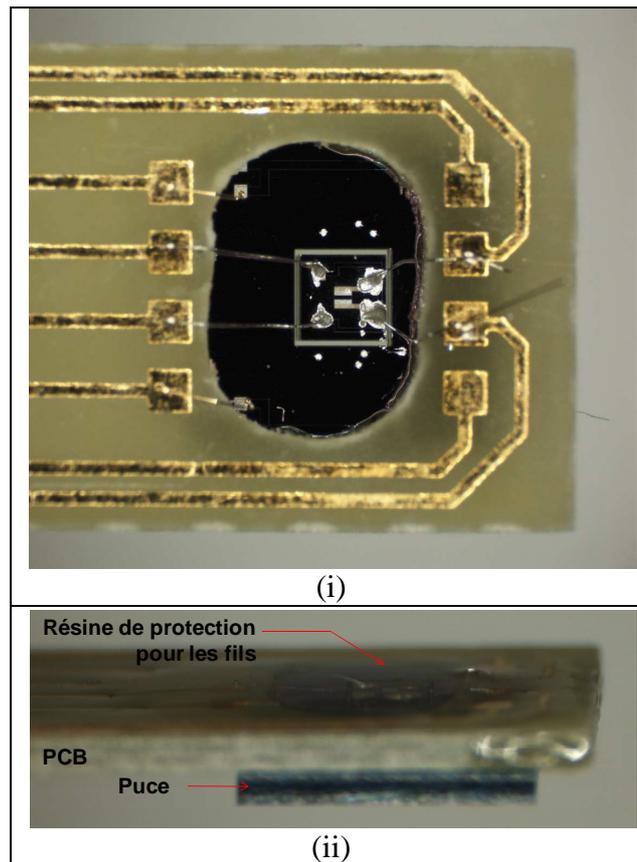


Figure 43 : Report des contacts sur un PCB présentant un trou avec une époxy chargée d'argent – Vue de dessus (i) et vue de profil avec la puce visible (ii)

Cette méthode de report, manuelle, demande beaucoup de minutie. Elle est très coûteuse en temps et risquée. De plus, ce n'est pas une méthode collective. Pour toutes ces raisons, nous avons étudié une autre possibilité.

### 3.3.2.2 PCB « plein »

L'autre option que nous avons envisagée est un report de contact par *flip chip*. Cette technique nécessite l'utilisation d'un PCB, classique, plein (Figure 44). La technique présente l'avantage de faire le report de tous les contacts simultanément et d'être très reproductible.

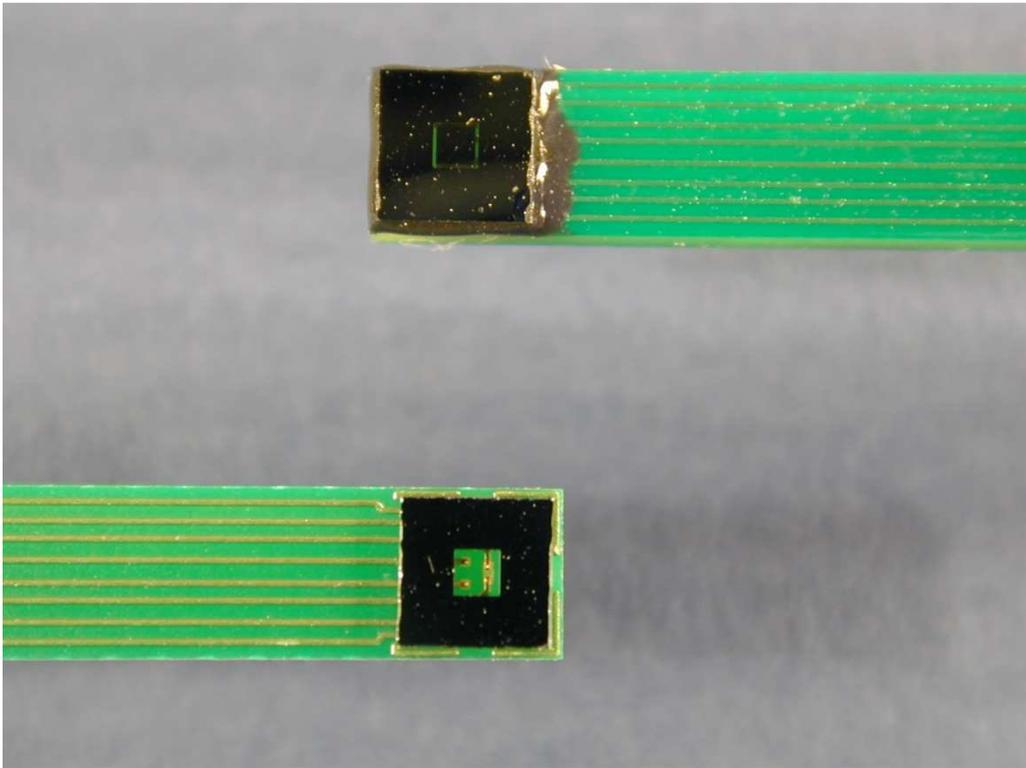


Figure 44 : Puce reportée sur un PCB plein. Vue des 4 contacts pour la partie centrale sur une puce détériorée.

Nous ne devons utiliser qu'une pression très faible voire nulle pour réaliser les contacts sous peine de détruire la membrane. La solution que nous avons adoptée est celle du *reflow* de pâte à braser.

Initialement, nous avons utilisé une pâte à braser de SAC (SnAgCu). Pour ce faire, nous devons disposer sur la puce de contacts avec une métallisation de cuivre ou d'or. C'est pourquoi nous avons réalisé des puces avec des contacts métalliques formés de 500 nm d'aluminium, 50 nm de tantale et 200 nm de cuivre. Nous avons aussi déposé pour certaines d'entre elles une épaisseur de 50 nm d'or sur le cuivre.

La pâte à braser est ensuite disposée sur les contacts métalliques. Au contact de la puce avec le PCB, la température suit une rampe jusqu'à 100°C avant d'atteindre un palier puis une nouvelle rampe jusqu'à 250°C et un nouveau palier. L'ensemble est ensuite refroidi

jusqu'à température ambiante. Le contact billes/puce est assuré par un contrôle en  $z$  (contrôle de hauteur) : on repère la hauteur  $z_0$  à froid des billes de pâte à braser, la puce est remontée verticalement par un bras mécanique, puis redescendue à une hauteur voulue lorsque la température atteint son maximum (Figure 45). Le contrôle de la prise de contacts est fait en mesurant les résistances. Nous avons pu constater un problème avec la pâte à braser SAC puisque le contact ne s'est pas fait correctement : il n'y a pas eu de brasure entre le complexe SAC et le cuivre ou l'or. Ceci est dû à l'oxydation trop importante du cuivre et à la très faible épaisseur d'or qui a empêché la formation de l'intermétallique. Cela a été vérifié au microscope optique.

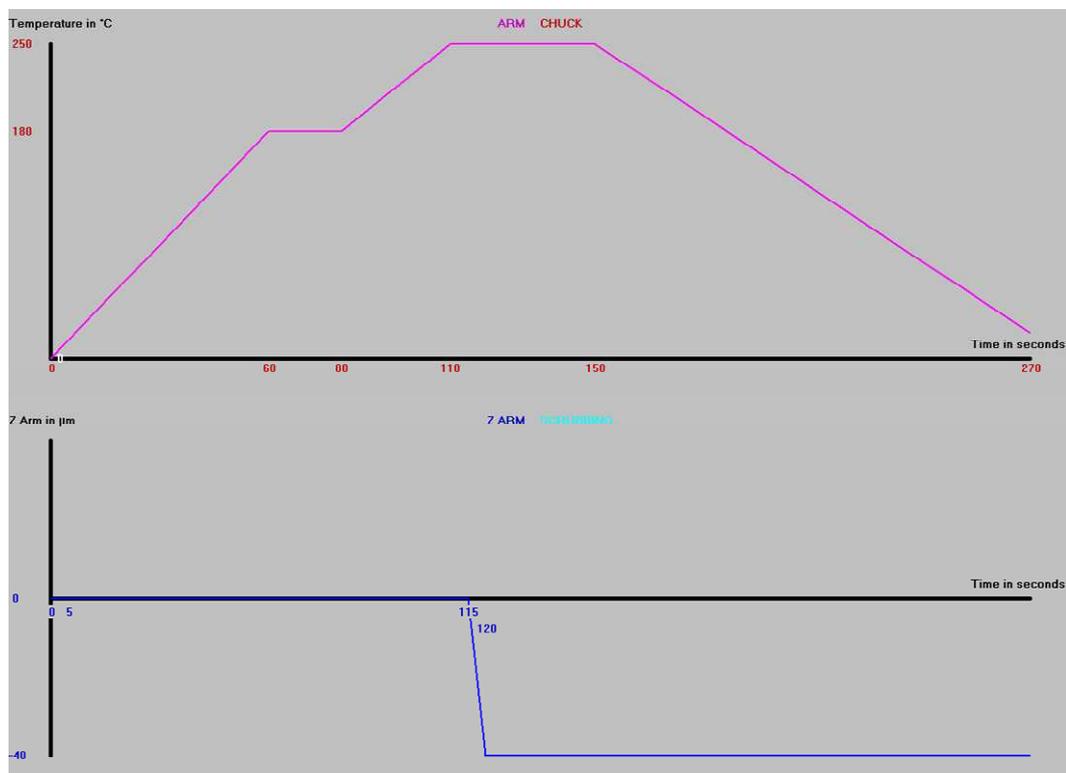


Figure 45 : Température et  $z$  control pour la « techno pâte à braser »

Nous avons également fait un test en réalisant des « stud bumps » en or avec une résine époxy. Le contrôle de la hauteur en  $z$  est fait pour assurer le contact électrique, la puce est chauffée pour réticuler l'époxy et la maintenir mécaniquement sur le support PCB. Cependant, à cause des hauteurs différentes des « bumps », nous n'avons pas pu réaliser tous les contacts d'une même puce en simultanément.

Nous avons, suite à ces échecs, essayé d'utiliser un autre type de pâte à braser : une pâte conductrice chargée d'argent, l'époxy H20E du fabricant EPO-TEK®. Dans ce cas, il

n'est plus nécessaire d'avoir des contacts en cuivre et nous avons utilisé indifféremment des puces avec les contacts précédemment définis ou des puces avec des contacts en aluminium de 500 nm d'épaisseur. L'essai a été concluant, les contacts ont été contrôlés, via la mesure des résistances, au multimètre. Nous avons ainsi un procédé reproductible et pouvant être réalisé de manière collective.

De façon prospective, nous pouvons aussi imaginer réaliser des contacts de Al/Ni/Au avec une épaisseur suffisante (3  $\mu\text{m}$ ) et réaliser l'intermétallique avec la SAC.

Une fois les puces montées sur PCB et avant d'effectuer tout test dans un environnement liquide, il est nécessaire d'assurer l'étanchéité entre la puce et le PCB. Nous réalisons des joints avec une époxy H70E du fabricant EPO-TEK<sup>®</sup>. Cette époxy nécessite un recuit à 80°C pendant 20 minutes.

### 3.3.3 Assemblage

Les tests de performances des puces sont réalisés directement, sans assemblage. Les pistes électriques sur le circuit imprimé étant isolées, l'ensemble puce/PCB est étanche et ne nécessite pas un *packaging* particulier pour les expériences préliminaires qui vont être détaillées dans le chapitre suivant. En revanche, nous avons tout de même étudié la possibilité d'utiliser une interface entre l'ensemble puce/PCB et la matrice fluidique.

Nous disposons dans l'entreprise de pastilles en Inox 316L pour la réalisation du capteur FS et nous avons dessiné et lancé la fabrication de pastilles micro-usinées avec une section carrée ouverte (Figure 46) dans laquelle viendra s'insérer le composant micro-système et faire interface avec le fluide.

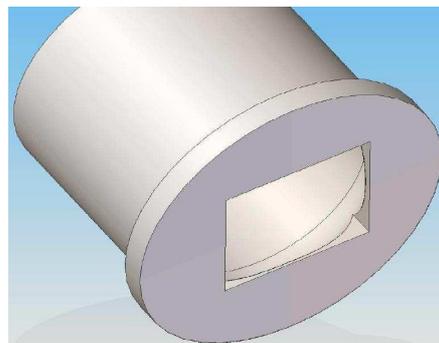


Figure 46 : Pastille en Inox 316L conçue pour le packaging de la puce

Pour l'insertion du composant dans la pastille, nous avons besoin de fabriquer des PCB de taille adaptée et circulaires. C'est ce que nous avons fait et le report de puces par *Flip chip* sur ce type de circuit imprimé a été réalisé avec succès (Figure 47).

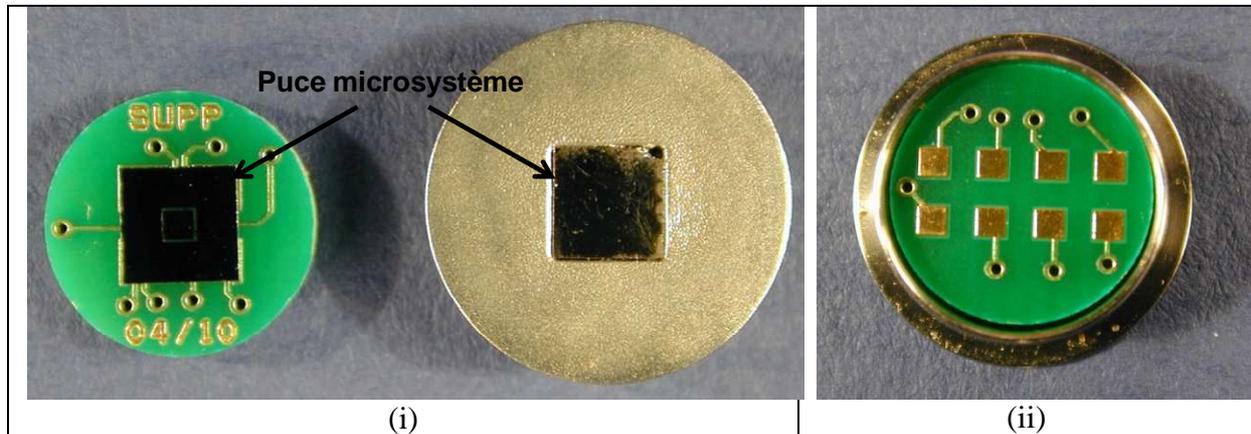


Figure 47 : Report d'une puce sur un PCB circulaire, adapté à la pastille en inox. Vue de la face destinée à être en contact avec le fluide (i) et vue des plots pour les connexions sur le PCB en face arrière (ii)

Ainsi, une face du PCB est destinée à recevoir la puce. L'autre face est prévue pour faire les soudures et le lien avec les appareils électriques.

On a le choix de laisser la puce directement en contact avec le fluide ou d'utiliser un matériau entre celle-ci et le liquide.

La législation concernant l'utilisation de nitrure de silicium, dans les IAA notamment, n'est pas bien définie en France. Dans le monde, certains fournisseurs comme INR bearing recommandent l'utilisation de billes, pour le nettoyage, en nitrure de silicium dans les industries alimentaires. La législation américaine, selon la FDA (*Food and Drug Administration*), classe le nitrure de silicium comme un matériau pouvant être utilisé en contact avec les denrées alimentaires. En outre, on sait que le nitrure de silicium est biocompatible [135, 141, 142]. Ainsi, les capteurs devront être validés et certifiés avant d'être mis sur le marché.

On peut ajouter que la puce peut ne pas être en contact direct avec le fluide. On veillera donc dans ce cas, à utiliser un matériau adapté aux contraintes industrielles et qui n'altère aucunement les performances métrologiques du micro-capteur.

Le procédé utilisé pour la fabrication de nos capteurs intégrés est collectif. Il a bénéficié pour sa mise au point des installations du LAAS-CNRS. Il comporte 10 étapes principales dont la plus délicate est la gravure profonde du silicium. Le chapitre a permis de détailler ces différentes étapes, les mesures de suivi de production et les étapes d'assemblage.

Le travail effectué pour la mise au point du procédé de fabrication a permis d'amener le rendement de fabrication à 90 %.

## - Chapitre 4 : Résultats expérimentaux -

Nous exposons dans ce chapitre nos résultats expérimentaux, leur interprétation et leur comparaison avec la théorie. Nous nous appuyerons sur la caractérisation de la réponse des capteurs en conditions propres et l'évaluation des performances métrologiques en fonction de l'encrassement.

Nous revenons tout d'abord sur la méthodologie même de mesure en présentant les résultats des tests réalisés en régime thermique périodique avec le capteur FS.

Nous détaillons ensuite les premières concrétisations de microsystèmes que nous avons conçus et réalisés. L'objectif est d'en caractériser les performances métrologiques à l'échelle laboratoire.

### 4.1 Fonctionnement du capteur FS en régime thermique périodique

#### 4.1.1 Contexte et objectifs

Comme nous l'expliquions dans le premier chapitre, le capteur existant avant nos travaux fonctionne en régime thermique permanent (RTS pour Régime Thermique Stationnaire). L'apport d'un fonctionnement en régime thermique périodique (RTI pour Régime Thermique Instationnaire) présente plusieurs avantages :

- La modulation de la surchauffe pariétale, celle-ci pouvant devenir un moteur supplémentaire de l'encrassement lors des phases de chauffe,
- L'accès aux propriétés thermo-physiques (conductivité et/ou diffusivité thermique) d'un dépôt,
- La sécurisation de l'information fournie par l'analyse de deux mesures : celle de la surchauffe pariétale et celle du déphasage entre l'excitation thermo-électrique au niveau de l'élément chauffant et la réponse thermique mesurée en surface.

La méthode de mesure de l'encrassement est détaillée dans un brevet issu de nos travaux [65]. La validation s'est faite avec le capteur FS commercialisé par Neosens. C'est un capteur cylindrique dont la zone de travail mesure 1,5 cm de long pour un diamètre de 1,5 mm (soit une surface active de 71 mm<sup>2</sup>). Il est composé d'une résistance en platine qui nous sert d'élément chauffant et de deux thermocouples (TC SA, type K, D = 250 μm, longueur : 150 mm, réf. 406-473), pour les capteurs de température. La résistance chauffante est connectée à un générateur de courant (0 – 50 mA). Le courant électrique  $I$  et la tension  $V$  sont enregistrés et la puissance de chauffe  $P$  (0 – 250 mW), la densité de flux thermique (0 – 3,5 kW/m<sup>2</sup>) sont calculées. Un des thermocouples est situé au milieu de la zone occupée par la résistance de platine ; il permet de mesurer la température  $T_w$  à l'interface capteur/produit. L'autre thermocouple est placé de façon à mesurer la température du fluide  $T_b$ . Tous les signaux sont convertis, traités et enregistrés sur un PC grâce à une carte électronique et un logiciel spécifiques.

Nous avons développé, pour nos essais, un programme de pilotage, de traitement et d'enregistrement des données. Nous avons utilisé l'environnement LabWindows<sup>TM</sup>/CVI commercialisé par la société National Instruments. Pour le calcul de l'amplitude des oscillations en température et celui du déphasage entre les signaux d'excitation en puissance et de réponse en température, nous avons utilisé un traitement par des transformées de Fourier discrètes. Nous allons détailler ce point ci-après. Dans nos essais, nous utilisons et comparons systématiquement les RTS et les RTI.

En conditions propres, en régime permanent, des régimes thermiques et hydrauliques s'établissent autour du capteur et le coefficient de transfert convectif  $h$  devient important ( $> 1000 \text{ W}/(\text{m}^2\cdot\text{K})$ ). En conséquence, la différence de température entre  $T_w$  et  $T_b$  tend vers une valeur nulle (en accord avec la précision des mesures de température). Notons que cette différence,  $\Delta T = T_w - T_b$ , dépend du flux généré et du coefficient global d'échange  $K$ . A densité de flux constante, si la structure du produit évolue ou si un dépôt apparaît ou est éliminé, le coefficient global d'échange est modifié tout comme la valeur de  $\Delta T$ . Ainsi, si nous disposons d'informations suffisantes sur le produit, l'analyse des transferts thermiques (conduction, convection) nous permet d'avoir des informations sur l'état d'encrassement de l'équipement.

En régime thermique périodique, le flux de chaleur généré suit une fonction sinusoïdale. La mesure de  $T_w$  nous donne une information sur la variation de température à l'interface capteur/produit. La densité de flux est modulée avec une fréquence  $f$  et une

amplitude  $A$  connues. Le programme d'acquisition que nous avons développé permet d'extraire l'amplitude de l'oscillation en température  $T_w$  ainsi que le déphasage entre cette réponse et l'excitation en puissance au niveau de l'élément chauffant. Ces deux mesures sont des fonctions de la position du thermocouple, du nombre de Biot et d'un temps caractéristique défini par le nombre de Fourier. L'amplitude est donc une fonction du nombre de Fourier qui est, lui-même, une fonction de la diffusivité thermique du dépôt [77, 78, 82].

L'amplitude et le déphasage sont calculés, en ligne, par transformée de Fourier discrète. On considère une série de  $N$  échantillons :  $x_0, x_1, \dots, x_{N-1}$ . Supposons que cette série est  $N$ -périodique, c'est-à-dire que  $x_k = x_{k+N}$ . La transformée de Fourier de cette série s'écrit :

$$\forall n \in [0, N - 1] \quad X(n) = \frac{1}{N} \sum_{k=0}^{N-1} x(k) \exp(-jk2\pi n/N) \quad (\text{Equation 73})$$

La transformée inverse permet de recalculer les  $x(k)$  à partir des valeurs discrètes  $X(n)$ . Bien que ces fonctions soient définies dans le domaine complexe, il est possible de calculer les valeurs réelles en considérant que la partie imaginaire est nulle. On calcule ainsi l'amplitude  $A$  et la phase  $\phi$  :

$$A = \|X(n)\| = \sqrt{\text{Re}(x)^2 + \text{Im}(x)^2} \quad (\text{Equation 74})$$

$$\phi = \tan^{-1} \frac{\text{Im}(x)}{\text{Re}(x)} \quad (\text{Equation 75})$$

Nous avons procédé à des tests en laboratoire avec une approche maquette froide puis à l'échelle pilote pour des encrassements organique et biologique [16]. Nous présenterons enfin, en complément, un essai réalisé en industrie et ne concernant que le régime thermique permanent mais illustrant la mesure que l'on peut faire avec le capteur d'encrassement.

## 4.1.2 Matériels et méthodes

Différents dispositifs ont été utilisés aux échelles laboratoire, pilote et industrielle pour répondre à nos objectifs scientifiques ou technologiques. Les enjeux scientifiques visaient à appréhender la sensibilité du capteur FS, à caractériser son fonctionnement en régimes thermiques permanent et périodique, avec et sans encrassement, et à déterminer sa sensibilité,

ses limites de détection (LOD) et de quantification (LOQ). Les enjeux techniques et industriels se sont focalisés sur la métrologie des cinétiques d'encrassement (organique ou microbiologique) et de nettoyage sous des conditions opératoires caractéristiques de procédés industriels.

#### 4.1.2.1 A l'échelle du laboratoire

Le dispositif expérimental se compose d'un bain d'eau incluant une régulation en température ( $22^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ) au moyen d'un thermocryostat (Lauda, Proline RP845) et une circulation afin de maintenir un régime d'écoulement turbulent.

Un encrassement modèle est généré par dépôt successif de cire ( $\lambda = 0,084 \text{ W}/(\text{m.K})$ ,  $\rho = 960 \text{ kg}/\text{m}^3$ ,  $C_p = 3430 \text{ J}/(\text{kg.K})$ ). Celle-ci présente les avantages de recouvrir le capteur de façon uniforme et de s'éliminer à la température de fusion :  $57^{\circ}\text{C}$ .

La méthodologie retenue vise à caractériser les réponses thermiques ( $T_b$  et  $T_w$ ) du FS en fonction de la densité de flux imposée (de 0 à  $3000 \text{ W}/\text{m}^2$ ), des régimes thermiques permanent et périodique ( $f < 0,05 \text{ Hz}$ ). Les tests ont été effectués en conditions propres ( $e = 0 \text{ mm}$ ) puis en utilisant différentes épaisseurs de cire ( $e = 0,155 - 0,375 - 0,775$  et  $1,025 \text{ mm}$ ) générant ainsi des résistances thermiques croissantes.

#### 4.1.2.2 A l'échelle pilote

##### ➤ Suivi d'encrassement biologique

Les biofilms sont le résultat du développement de microorganismes sur toutes les surfaces exposées à des environnements humides non stériles. Les microorganismes se fixent sur les surfaces ou s'agrègent aux interfaces ; ils synthétisent des polymères et forment des films de quelques micromètres à quelques millimètres d'épaisseur.

L'objectif poursuivi est de caractériser les étapes clés de formation d'un biofilm à l'aide du capteur FS. Le suivi d'encrassement biologique (formation de biofilm) a été conduit avec deux dispositifs fonctionnant en mode continu, l'un avec des mini-bioréacteurs mécaniquement agités (culture de *Escherichia coli*) et l'autre avec un réacteur comprenant deux boucles de recirculation interne (culture de *Pseudomonas aeruginosa*) et complété avec des essais en mode discontinu (cultures de *P. aeruginosa* et *Staphylococcus aureus*).

Pour le premier dispositif, le système est constitué d'un réservoir contenant le milieu nutritif et des micro-bioréacteurs (Figure 48, licence d'exploitation de l'Institut Pasteur acquise par Neosens). Ceux-ci sont alimentés en milieu M63B1 (milieu minimum glucosé à 0,4%) par l'intermédiaire d'une pompe péristaltique (Watson Marlow 205S) à la vitesse de 1,7 mL/min. Ainsi, le milieu est renouvelé en 35 min ce qui impose le taux de croissance des bactéries à  $1,71 \text{ h}^{-1}$  d'après les études antérieures de l'Institut Pasteur. Au préalable, les sondes sont stérilisées puis inoculées par trempage dans une préculture d'*E.coli* avant d'être plongées dans les micro-fermenteurs où a lieu la croissance du biofilm à 37°C. Le biofilm ainsi obtenu croît dans des conditions optimales et a une structure dense.

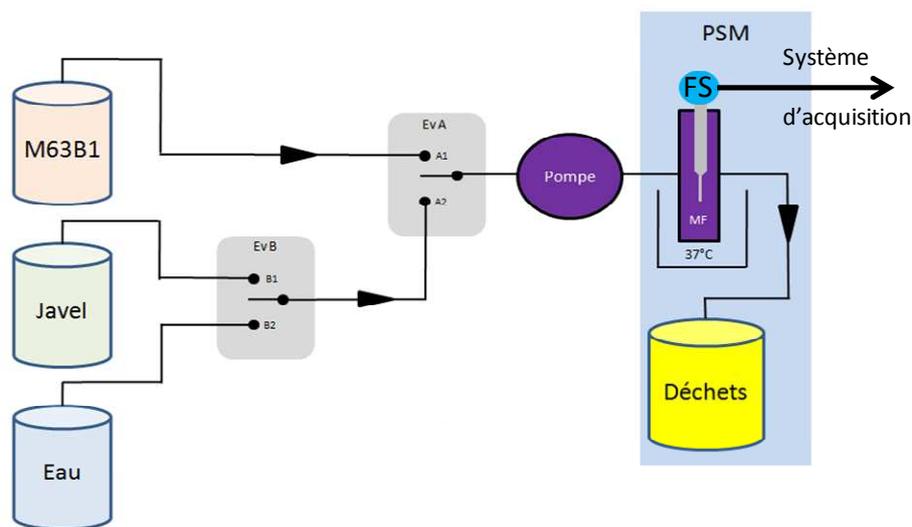


Figure 48 : Système de micro-bioréacteurs contenant la sonde FS sous un Poste de Sécurité Microbiologique (PSM). L'alimentation en liquides se fait par un système de vannes (Ev) et de pompe.

Afin de suivre un encrassement de type biofilm "industriel", une collaboration avec la faculté de Pharmacie de Toulouse a vu le jour. Ainsi, pour le second dispositif, nos conditions sont plus proches de la réalité puisque la source de nutrition est réduite à son minimum et que la nature des biofilms est différente.

Le schéma de principe est représenté sur la Figure 49. Il s'agit d'un bioréacteur alimenté en continu dans lequel s'écoule le milieu nutritif. Ce bioréacteur comprend 2 boucles de recirculation interne, l'une en flexible polymère (Masterflex Tygon 06409-17, D = 8/6,4 mm) destinée à accueillir des coupons en acier inoxydable (numération de l'adhésion bactérienne) et l'autre comprenant un module en acier inoxydable accueillant la sonde FS. Un bain-marie à 30°C permet de maintenir une température homogène dans les boucles de

circulation et la circulation du fluide est assurée par 3 pompes. Le débit d'alimentation en substrat (Pompe 1 : Masterflex n°7544-01, tête de pompe : 7017-20) est fixé à 3 mL/h et détermine le taux de croissance dans le bioréacteur. Les pompes 2 et 3 (Masterflex n°7554-85, tête de pompe : 7017-21) permettent d'assurer un régime d'écoulement laminaire dans la section contenant les coupons et un régime turbulent dans le module recevant la sonde FS.

La sonde FS est utilisée en RTS et RTI avec respectivement une fréquence d'acquisition de 30s et 0,5s. La bactérie *P. Aeruginosa* est inoculée dans le système. Un des points clés de ce protocole est l'utilisation d'un milieu à faible concentration en nutriments (milieu dénommé « Bouillon Biofilm » [143]) qui permet de se rapprocher des conditions dans les circuits de refroidissement. La colonisation des coupons en Inox par les bactéries a été mesurée à 3h, 6h et 48h d'incubation, par écouvillonnage et rinçage des coupons, puis numération bactérienne sur gélose. Le résultat attendu est la mesure d'une épaisseur de biofilm mature de l'ordre de 150 µm après 48h d'incubation.

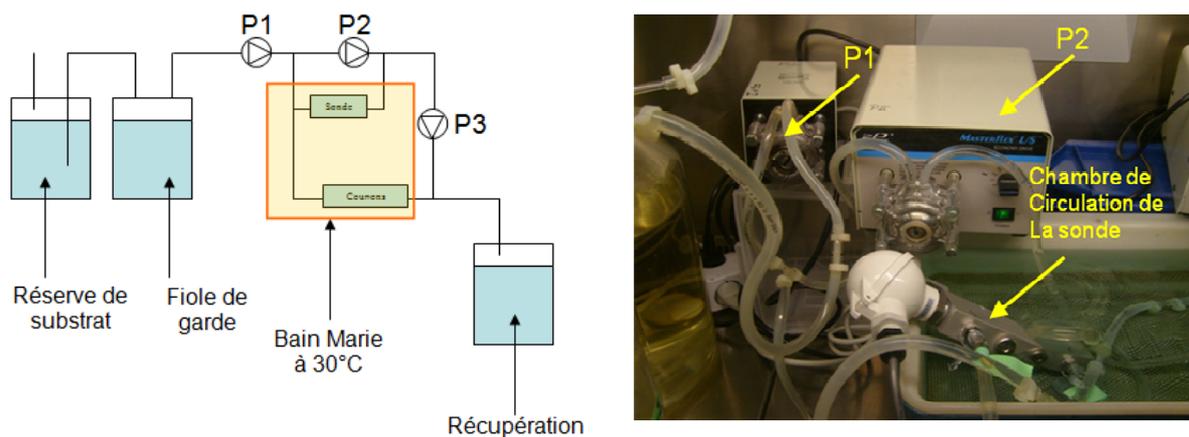


Figure 49 : Schéma de fonctionnement du système Tygon en mode continu sur lequel apparaît également les pompes P1, P2 et P3.

En complément, les sondes FS ont été testées dans un bioréacteur en mode discontinu (Figure 50) afin d'étudier en parallèle les biofilms formés par 2 espèces bactériennes : *P. Aeruginosa* et *S. Aureus*. Selon la littérature [143], *S. Aureus* forme des biofilms plus uniformes et compacts, ce qui devrait en faciliter la détection. Les sondes ont été immergées dans des flacons contenant une suspension bactérienne dans le milieu « Bouillon Biofilm ».

Ces flacons ont été placés sur une même plaque agitante dans une étuve à 37°C. Le milieu nutritif a été renouvelé toutes les 48h et un temps d'incubation de 2 semaines a été retenu pour la détection d'un biofilm mature. Deux sondes FS sont utilisées en RTS mais avec une puissance dissipée importante ( $P = 250 \text{ mW}$  soit  $3500 \text{ W/m}^2$ ) pour accroître la limite de détection.

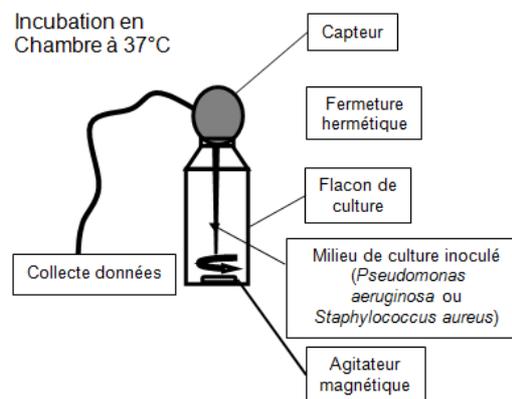


Figure 50 : Schéma du protocole en mode discontinu

#### ➤ Suivi d'encrassement organique de type laitier

Les expérimentations ont été menées sur le pilote présenté dans la Figure 51. Le pilote comprend 4 tanks de stockage ( $1\text{m}^3$ ) contenant le produit, l'eau (stabilisation thermique et hydraulique et rinçage) et 2 solutions de nettoyage (acide, alcalin). Une pompe volumétrique (type PCM Moineau) véhicule ces fluides dans les conduites et les échangeurs de chaleur à plaques (ECP) et tubulaire (ECT). L'installation comporte 4 sections principales :

- Une zone de préchauffage (ECP, type V7, 7 passes, 1c/p),
- Une zone de chauffage (ECP, type V7, 7 passes, 1c/p),
- Une zone de chambrage (conduite de longueur 3m,  $D = 23/25 \text{ mm}$ ),
- Une zone de refroidissement (ECT, Actitube, 12 tubes,  $L = 1,3 \text{ m}$ ,  $D = 23/25 \text{ mm}$ ).

Le produit est stocké à  $T_0 = 4^\circ\text{C}$ , préchauffé à  $T_1 = 60^\circ\text{C}$  et chauffé jusqu'à  $T_2 = 105^\circ\text{C}$  dans l'échangeur de chaleur à plaques. La zone de chambrage, à  $T_3 = T_2 = 105^\circ\text{C}$ , constitue notre zone d'étude. Enfin, le produit est refroidi dans l'échangeur de chaleur tubulaire jusqu'à une température  $T_4 = 20^\circ\text{C}$ . Les mesures expérimentales sur le pilote permettent de contrôler le débit (débitmètre électromagnétique, Khrono, type IFM1080K, précision  $\pm 0,5\%$ ), les températures d'entrée et de sortie de chaque zone (sonde Sensor-Nite, type Pt100, réf. 2327, précision  $\pm 0,2^\circ\text{C}$ ) les pressions relative (manomètre JUMO, type

4AP30, 0 – 10 bars, précision  $\pm 1\%$ ) et différentielle (Schlumberger, 0 – 250 mbar) et la conductivité électrique du fluide (conductimètre Kémotron, type 9111, précision  $\pm 0,1\%$ ). Le capteur FS se situe au sein de la zone de chambrage et l'élément sensible est positionné parallèlement à la direction de l'écoulement.

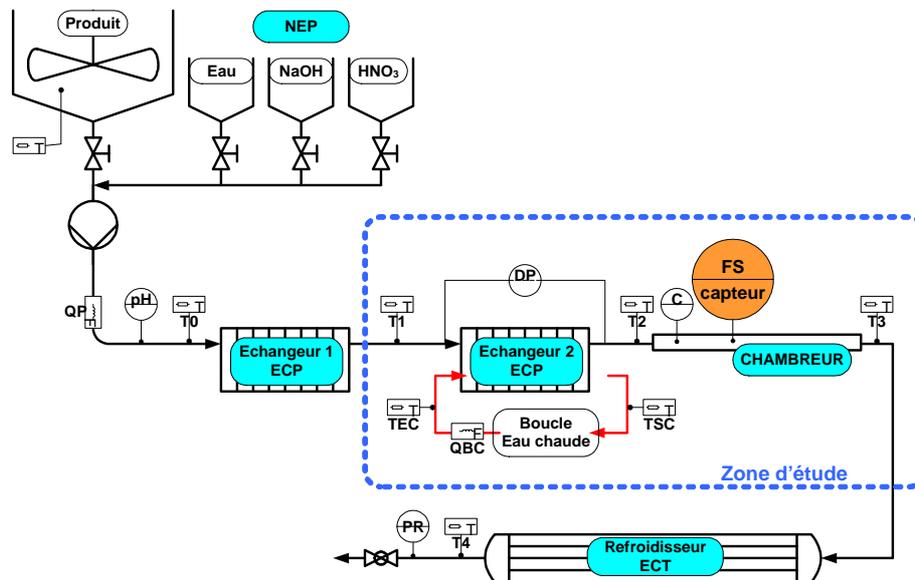


Figure 51 : Schéma du pilote semi-industriel

Le produit est un fluide modèle composé de  $\beta$ -lactoglobuline (1% m/m) ; l'encrassement résulte de la dénaturation des protéines et sa conductivité thermique moyenne est de  $0,27 \text{ W}/(\text{m.K})$  [21]. Pour assurer un régime d'écoulement turbulent ( $Re = 20000$ ) dans la zone de chambrage, un débit de  $400 \text{ L/h}$  est retenu. Le démarrage de la ligne est effectué sur l'eau en vue de stabiliser les paramètres thermiques et hydrodynamiques. Après la phase d'encrassement, qui s'étend sur 2h, l'échangeur de chaleur est démonté pour une observation visuelle de l'encrassement dans le tube et sur le capteur. Enfin, un nettoyage en place (NEP) est effectué à l'aide de soude ( $\text{NaOH } 2\% \text{ m/m}$ ) à une température de  $80^\circ\text{C}$ .

Les paramètres expérimentaux enregistrés et analysés sont la perte de charge réduite  $Dp/Dp_0$  [/], la pression relative d'entrée  $PR$  [/], la résistance au transfert de chaleur  $R_f$ . Ces données sont comparées aux paramètres mesurés par le capteur d'encrassement :  $\Delta T$  ou l'amplitude thermique  $A$ , le coefficient d'échange  $1/KS$  et le déphasage  $\phi$ .

### 4.1.2.3 A l'échelle industrielle

Pour valider le fonctionnement du capteur dans des contraintes industrielles notamment thermiques ( $140^{\circ}\text{C}$ ), nous avons été amenés à faire des essais sur plusieurs sites industriels, dont des industries laitières (exemple rapporté / industrie non mentionnée). La ligne de production considérée est destinée au test de nouvelles formulations. Elle se compose d'un échangeur de chaleur tubulaire (Actitube 10/12 (Actini, Evian), 5 nappes de 18 tubes,  $L = 1400$  mm) et autorise des débits nominaux de  $100 - 150$  L/h sur crème et  $200 - 300$  L/h sur produit "lait". Le point "sensible" de la ligne est le point chaud (sortie du chauffage / entrée de chambreur) pour lequel l'industriel se heurte à un problème récurrent de suivi d'encrassement par les mesures classiques (pression relative et dérive thermique de la boucle d'eau chaude).

Le capteur FS a été positionné à l'entrée de la zone de chambrage ( $D = 25/23$  mm), en piquage dans le coude (Figure 52), en sortie de l'échangeur de chaleur tubulaire. Durant l'essai, le débit est maintenu à  $200$  L/h, ce qui assure un régime d'écoulement turbulent dans la zone de chambrage. Le produit traité est une base laitière. Après une phase de montée en température à  $140^{\circ}\text{C}$  (stérilisation), nous allons mesurer la cinétique d'encrassement lors du passage du produit dans le chambreur. A l'issue de cette étape nous réalisons un nettoyage en place (NEP) avec de la soude afin d'observer la réponse du capteur.



Figure 52 : Implantation du capteur FS sur l'échangeur de chaleur tubulaire (site industriel)

### 4.1.3 Résultats

#### 4.1.3.1 Analyse de la réponse thermique du capteur en régimes permanent et périodique

La réponse du capteur d'encrassement a été analysée pour les deux méthodes avec les mêmes épaisseurs de dépôt et donc les mêmes résistances thermiques  $R_{th}$  et la même diffusivité thermique  $a$  en surface. Les Figure 53 et Figure 54 permettent d'illustrer les données brutes relevées en régimes thermiques permanent puis périodique et la dérive de la réponse de  $T_w$  pour différents encrassements.

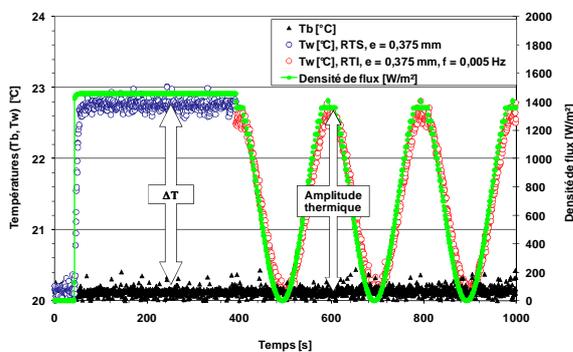


Figure 53 : Evolution des paramètres expérimentaux ( $\varphi$ ,  $T_b$ ,  $T_w$ ) en fonction du régime thermique ( $\varphi = 1400 \text{ W/m}^2$ ,  $e = 0,375 \text{ mm}$ )

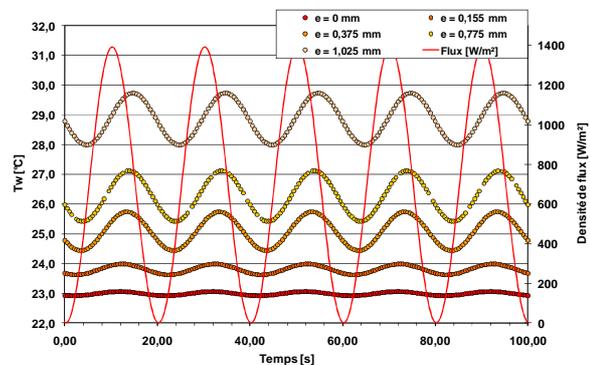


Figure 54 : Evolution de la température  $T_w$ , en fonction de l'épaisseur de dépôt en RTI ( $\varphi = 1400 \text{ W/m}^2$ ,  $f = 0,05 \text{ Hz}$  et  $T_b = 22,9^\circ\text{C}$ )

Dans un premier temps (Figure 53), le capteur fonctionne en régime thermique permanent. Pendant cette phase, c'est la différence de température  $\Delta T$  qui est calculée et qui permettra de suivre une cinétique d'encrassement. On note sur la figure, une période (0 à 40s) durant laquelle la densité de flux dissipée est nulle ;  $T_w$  et  $T_b$  se confondent,  $\Delta T$  tend vers 0. Ensuite, entre 40s et 400s, la densité de flux est non nulle ( $P = 100 \text{ mW}$  ou  $\varphi = 1400 \text{ W/m}^2$ ), l'écart de température devient significatif. Après 400s, le capteur fonctionne en RTI et nous enregistrons l'évolution de l'amplitude des oscillations de  $T_w$  ainsi que le déphasage entre cette température et le flux généré. La température du fluide  $T_b$  demeure constante pendant la durée de l'expérience. Le passage en mode actif (puissance non nulle) permet de déterminer un temps de réponse inférieur à 4s en conditions propres, temps qui dérive et augmente avec l'apparition d'un encrassement ( $t_{rep98\%} = 10s$  et  $t_{rep98\%} = 26s$  respectivement pour  $e = 0,375 \text{ mm}$  et  $1,025 \text{ mm}$ ). En laboratoire, les sensibilités des mesures thermiques sont respectivement

de  $\pm 0,06^\circ\text{C}$  et  $\pm 0,07^\circ\text{C}$  pour  $T_w$  et  $T_b$  en mode passif ( $P = 0$  mW) ou actif. Dans nos conditions, nous considérons une limite de détection égale à 2,58 fois la sensibilité maximale (déviatoin standard), c'est-à-dire  $\pm 0,2^\circ\text{C}$  avec un indice de confiance de 99% pour chaque capteur de température. En termes de résistance thermique, cela est équivalent à 4 K/W ou une épaisseur de biofilm de 170  $\mu\text{m}$ .

L'application d'un régime thermique périodique entraîne trois évolutions :

- une variation de la valeur moyenne temporelle de la température pariétale,  $T_w$ , avec l'encrassement,
- une oscillation sinusoïdale de  $T_w$  caractérisée par une amplitude  $A$  et une fréquence identique à l'excitation,
- un déphasage de la réponse,  $T_w$  par rapport à l'excitation en puissance.

Nous analysons l'évolution de ces signaux en fonction de la densité de flux dissipée, de la fréquence d'excitation et de la résistance thermique de l'encrassement dans les figures suivantes (Figure 55, Figure 56, Figure 57 et Figure 58). La résistance thermique est déterminée par la mesure de l'épaisseur de cire sur le capteur ; sa conductivité thermique est connue.

En conditions propres,  $\Delta T$  ou  $A$  est proche de zéro quand la densité de flux augmente et ce, quel que soit le régime de travail (Figure 55). Lors de la génération d'un encrassement, l'augmentation de  $\Delta T$  ou de  $A$  suit une fonction linéaire avec des densités de flux croissantes. Il est aussi important de remarquer que même si l'amplitude thermique augmente, en RTI, il y a une différence notable avec les résultats obtenus en RTS. Ceci s'explique par le fait que nous avons utilisé une fréquence de travail ( $f = 0,0125$  Hz) élevée par rapport à l'importance de la résistance thermique. Ceci est dû principalement à l'inertie thermique de l'ensemble capteur/dépôt qui, modifié au cours de la phase d'encrassement, affecte le temps de réponse du système.

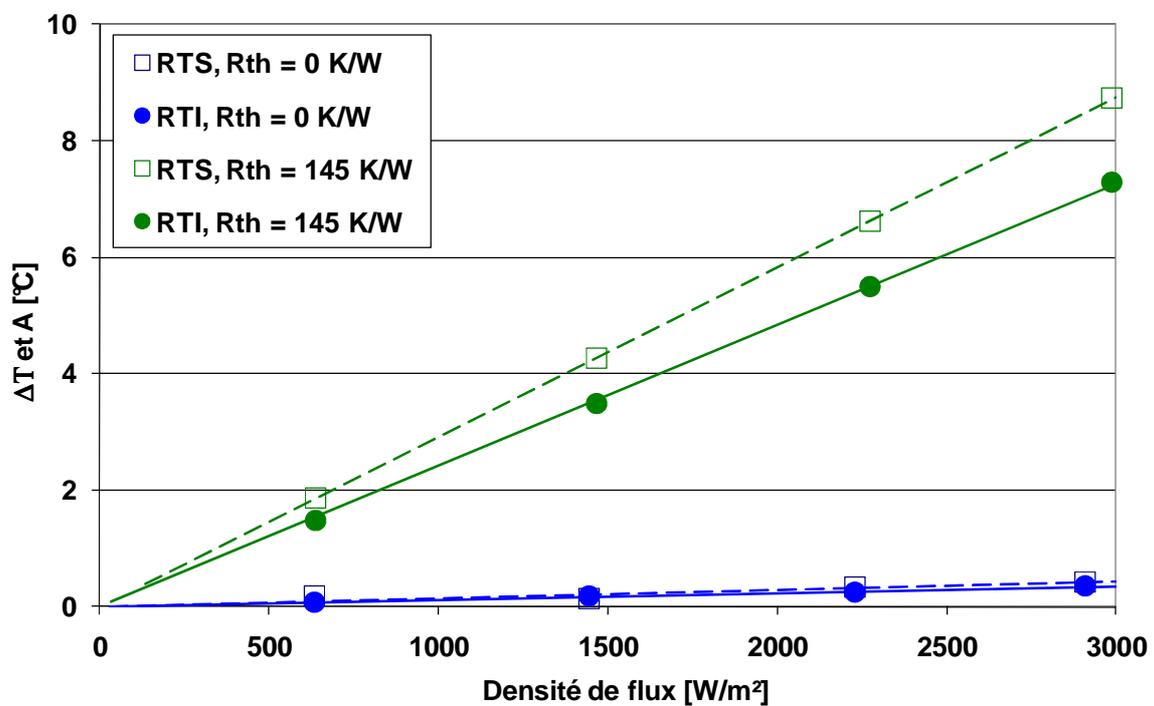


Figure 55 : Evolution du  $\Delta T$  et de l'amplitude ( $f = 0,0125$  Hz) en fonction de la densité de flux en conditions propres et encrassées

Nous constatons également une décroissance de l'amplitude de la réponse thermique,  $A$  lorsque la fréquence des oscillations augmente, la résistance thermique restant cette fois constante (Figure 56).

En l'absence de dépôt, le régime thermique et la fréquence de travail n'ont aucune influence ; les valeurs mesurées sont proches de zéro. Cependant, dès qu'apparaît un encrassement, l'amplitude thermique décroît avec l'augmentation de la fréquence de travail. Pour retrouver la différence de température  $\Delta T$  en RTS ( $f = 0$  Hz), il convient de calculer la moyenne du signal formé en RTI,  $T_w - T_b$ , sur un nombre déterminé de périodes. Cette moyenne est égale à la moitié de  $\Delta T$ .

L'évolution de l'amplitude thermique est une fonction de la fréquence de travail, de l'épaisseur d'encrassement, de sa conductivité thermique mais aussi de la diffusivité thermique du dépôt. Pour éviter l'amortissement de la réponse  $A$ , il est possible d'utiliser des fréquences faibles pour lesquelles l'amplitude des oscillations est égale à  $\Delta T$ .

Enfin, notons que grâce au calcul de la moyenne temporelle, la mesure d'encrassement en RTI se fait sans aucune perte d'information par rapport au régime permanent.

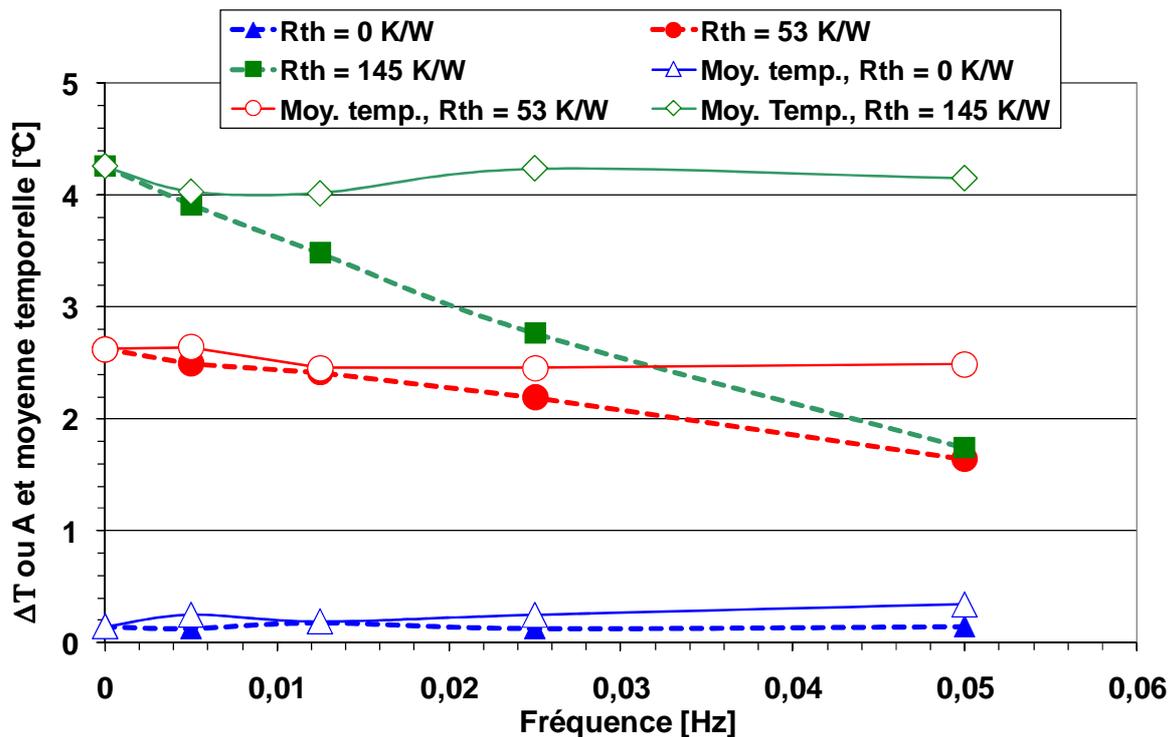


Figure 56 : Evolution du  $\Delta T$ , de l'amplitude thermique  $A$  et de la moyenne temporelle de  $T_w - T_b$  en fonction de la fréquence et de la résistance thermique d'encrassement ( $\phi = 1400$  W/m<sup>2</sup>)

Lorsque la fréquence augmente, il y a dans le même temps une diminution du déphasage  $\phi$  (Figure 57).

En l'absence de dépôt, le déphasage diminue sensiblement avec l'augmentation de la fréquence passant de 4s à 0,005 Hz à 2,5s à 0,05 Hz. Dès qu'apparaît un encrassement, il suit aussi une variation décroissante quelle que soit la résistance thermique déposée. Le déphasage est une fonction de l'épaisseur d'encrassement, de la fréquence de travail et de la diffusivité thermique du dépôt.

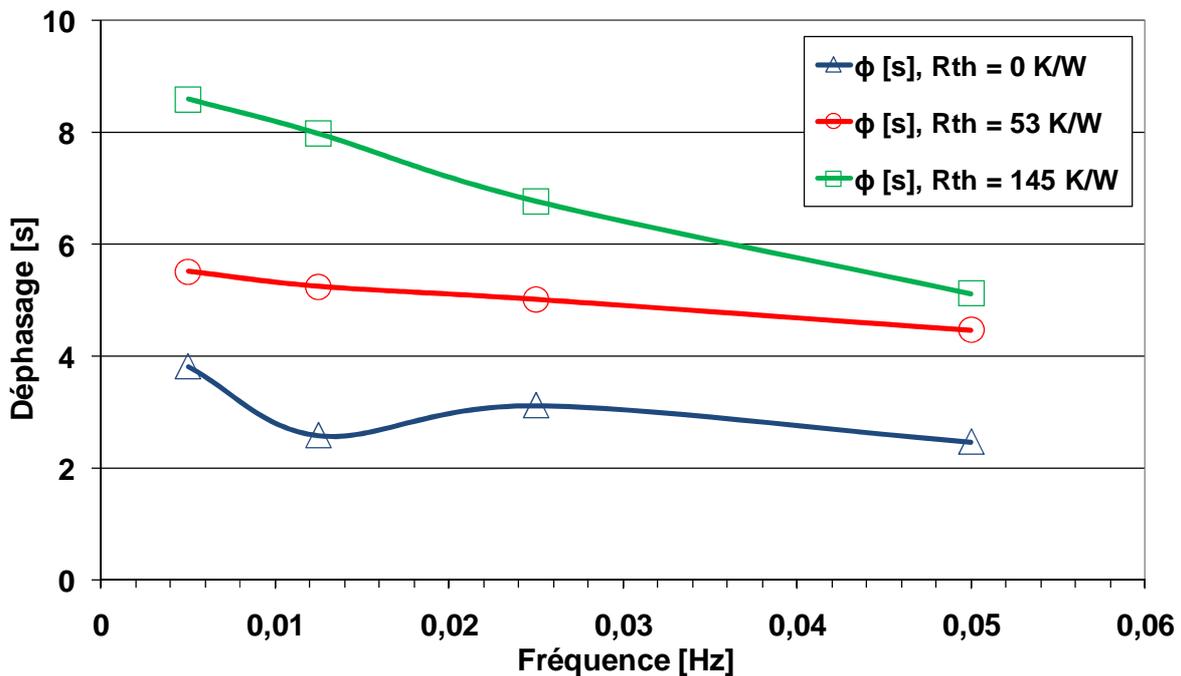


Figure 57 : Evolution du déphasage  $\phi$  en fonction de la fréquence et de la résistance thermique d'encrassement ( $\phi = 1400$  W/m<sup>2</sup>)

La Figure 58 met également en évidence l'augmentation du déphasage avec un encrassement croissant. On note, cette fois encore, la différence qui se crée entre la réponse en régime thermique permanent ( $\Delta T$ ) et celle en régime périodique (amplitude  $A$ ) : lorsque la résistance thermique devient supérieure à 50 K/W, il y a un amortissement de la réponse oscillatoire de  $T_w$  due à l'augmentation de l'inertie thermique du dépôt. Cela conforte les observations que nous avons faites plus haut.

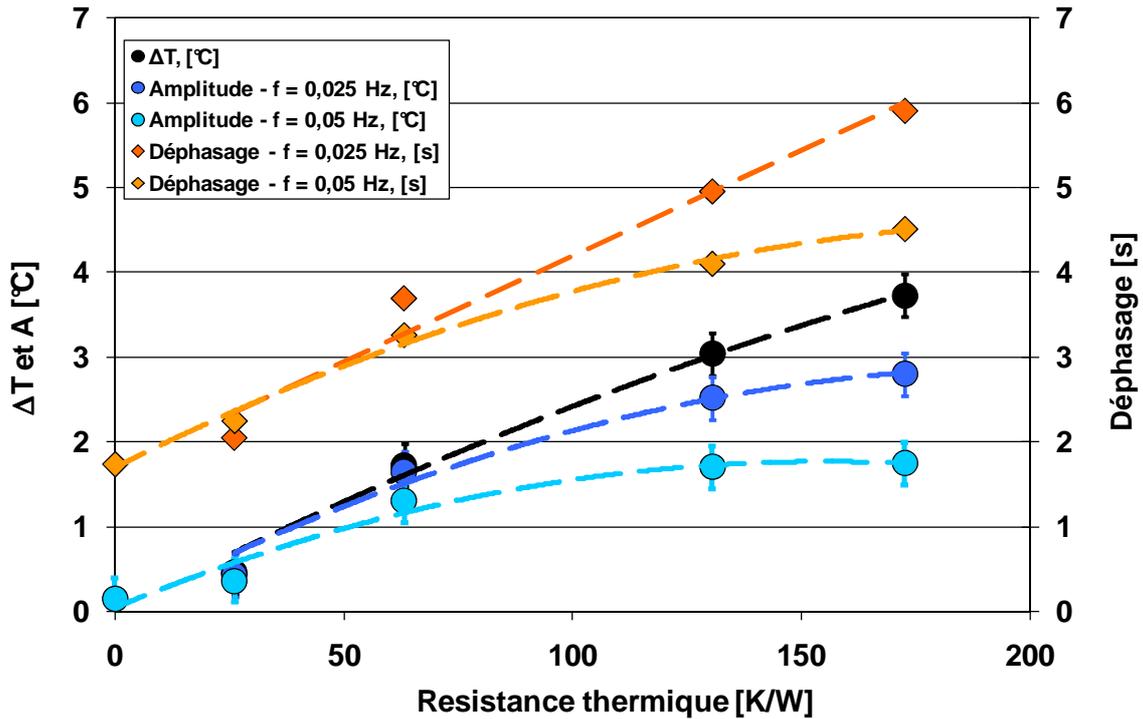


Figure 58 : Comparaison des régimes thermique permanent et périodique – Evolution de la différence de température, de l'amplitude et du déphasage en fonction de la résistance d'encrassement ( $\varphi = 1400 \text{ W/m}^2$  et  $f = 0,025 \text{ Hz}$  ou  $0,05 \text{ Hz}$  en RTI)

En résumé, la réponse du signal,  $T_w$  doit être considérée comme la résultante d'une composante continue (surchauffe pariétale) et d'une composante oscillatoire (amplitude). L'amplitude de la composante oscillatoire s'amortit plus ou moins rapidement avec l'augmentation de la fréquence d'excitation et croît avec l'augmentation du dépôt. Quelle que soit la fréquence de travail, nous noterons que la surchauffe pariétale (composante continue ou moyenne temporelle) devra être égale à la moitié de celle mesurée en régime thermique permanent puisque la puissance moyenne dissipée y est deux fois plus faible. Nous pouvons ainsi réduire la surchauffe pariétale moyenne en maintenant la précision métrologique sur la mesure de l'encrassement. Pour une fréquence infinie, le double de la composante continue (moyenne temporelle sur au moins une période) est égal à la surchauffe pariétale en régime permanent.

Nous avons observé une augmentation de la différence de température  $\Delta T$  ou de l'amplitude mesurée et du déphasage avec l'augmentation de l'encrassement. Comme nous avons pu le voir dans le premier chapitre, ces mesures nous donnent des informations quant à la diffusivité thermique du dépôt. Ainsi, parmi les paramètres  $\lambda$ ,  $\rho C_p$  et  $e$ , la connaissance de l'un d'entre eux permet de calculer le troisième. Enfin, le coefficient d'amortissement des

amplitudes thermiques et la diminution du déphasage en fonction de la fréquence d'excitation sont également des informations caractéristiques du dépôt qu'il conviendra d'intégrer à terme dans un mode de fonctionnement particulier du capteur.

#### 4.1.3.2 Quantification d'encrassements spécifiques

##### ➤ Encrassement biologique de type biofilm

###### ○ Biofilm dense (*Escherichia coli*)

Pour le premier dispositif décrit dans la partie « Matériel et méthodes », les cultures ont permis de réaliser des biofilms à *E. coli*. Dans ce cas, le milieu est très enrichi en nutriments et les conditions d'écoulement sont laminaires autour des sondes. Après 48h, un biofilm dense est formé et peut être observé visuellement (Figure 59). Les réponses de trois capteurs FS ont montré la même tendance et confirmé l'augmentation du dépôt bactérien à leur surface. Initialement, une surchauffe pariétale de 0,4°C est observée. Cette valeur élevée résulte d'un mauvais coefficient de convection du fait d'un régime d'écoulement laminaire. Une dérive de  $\Delta T$  traduit la formation d'un biofilm. Dans nos conditions de travail ( $\varphi = 1600$  W/m<sup>2</sup> et  $\lambda = 0,6$  W/(m.K)), l'épaisseur quantifiable est proche de 150  $\mu$ m.

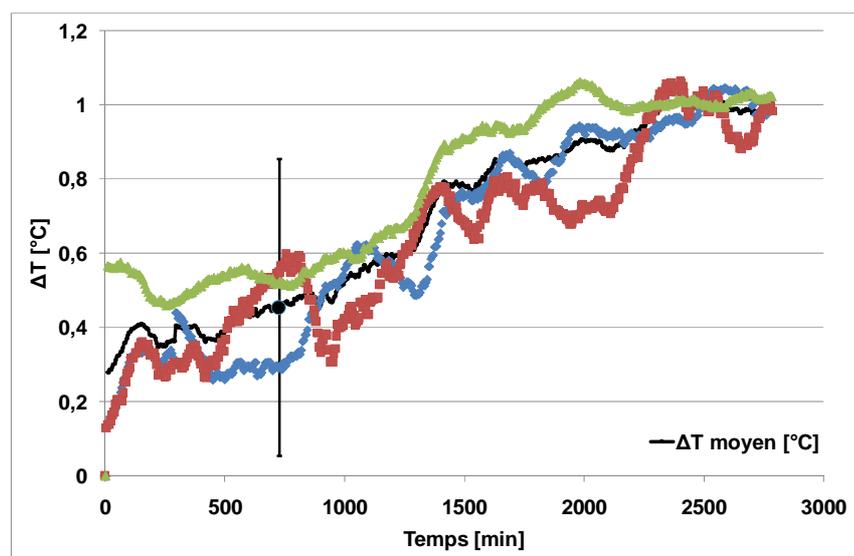


Figure 59 : Evolution de la surchauffe pariétale  $\Delta T$  en RTS en fonction du temps pour 3 essais ( $\varphi = 1600$  W/m<sup>2</sup>)

○ Biofilm diffus et poreux (*P. Aeruginosa*)

Dans le second dispositif, une culture de *P. aeruginosa* dans un bioréacteur continu a été conduite suivant le protocole préalablement défini. La numération des bactéries sur les coupons a montré la présence d'un biofilm constitué de  $7,17 \log$  d'UFC/cm<sup>2</sup> après 48h d'incubation, ce qui correspond, en théorie, à une épaisseur de 100 à 150  $\mu\text{m}$ . Comme le montre la Figure 60, le capteur n'a pas corroboré ce dénombrement. Ni l'analyse des RTS, ni l'analyse des RTI ne permettent la détection d'une adhésion et/ou d'une croissance du biofilm. La dérive thermique mesurée est inférieure au centième de degré ce qui correspondrait à une épaisseur inférieure à 1  $\mu\text{m}$  et reste non significative.

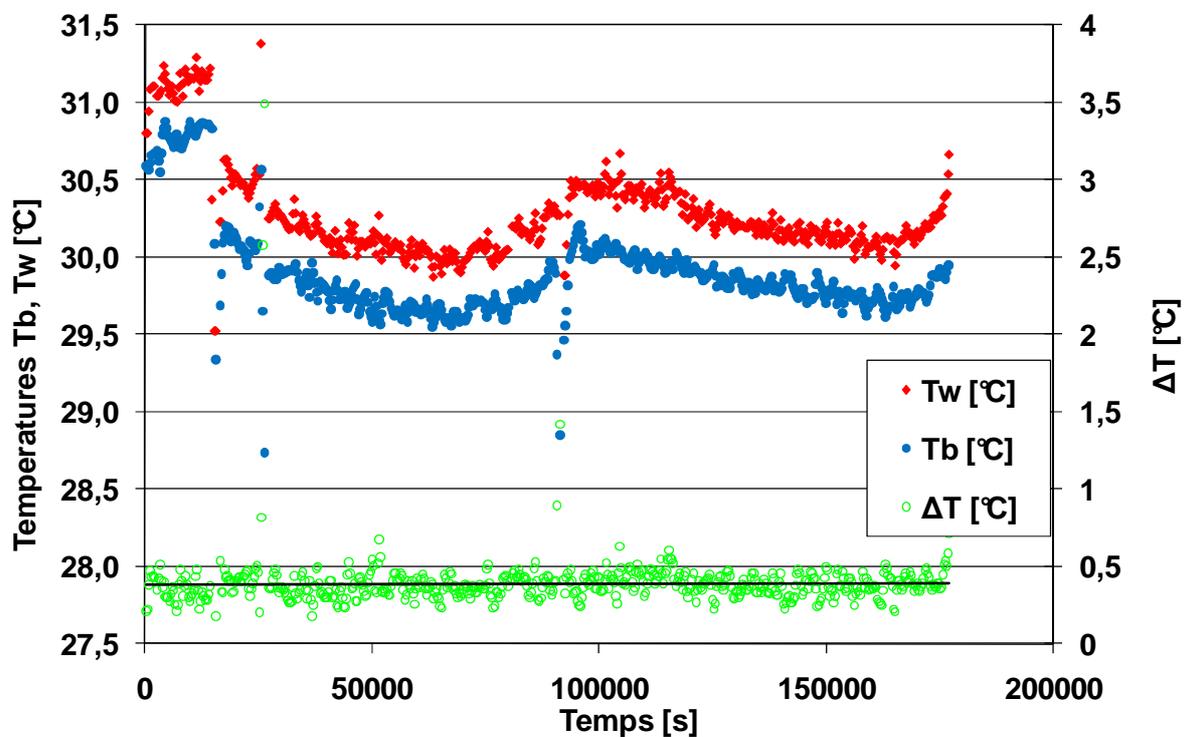


Figure 60 : Evolution des températures  $T_b$  et  $T_w$  et du  $\Delta T$  au cours de l'essai en bioréacteur continu ( $\varphi = 1400 \text{ W/m}^2$ )

La souche bactérienne utilisée, *P. Aeruginosa*, forme des biofilms essentiellement composés de structures en champignon dénommées « mushroom » laissant circuler le fluide au sein d'une matrice poreuse. Ainsi, la surface occupée par ces colonies à la surface du capteur peut ne représenter que 50% (voire moins) de la surface totale et est difficilement quantifiable par le capteur FS. Les phénomènes de convection, forcée, restent donc

prépondérants à la surface de la sonde. La mesure d'une épaisseur de biofilm, dans ces conditions, devient donc impossible.

En second lieu, une étude comparative de deux cultures en mode discontinu a été menée avec 2 souches, *P. aeruginosa* et *S. aureus*, la seconde étant supposée former un biofilm plus uniforme et compact. Dans le flacon inoculé par *P. Aeruginosa*, 6,3 log UFC/cm<sup>2</sup> étaient détectés à la fin de l'essai et le biofilm formé était visible, macroscopiquement, sur la sonde. Dans le flacon inoculé par *S. aureus* (malgré une contamination en fin d'essai), un dénombrement de 5,0 log UFC/cm<sup>2</sup> a été atteint. De même que pour la culture en mode continu, ni l'analyse des RTS ni l'analyse des RTI n'ont permis la détection d'une adhésion et/ou croissance d'un biofilm. La dérive thermique mesurée est en dessous de la sensibilité des sondes de température.

L'ensemble de ces essais démontrent que la quantification des encrassements biologiques de type biofilm semble possible. Cependant la structure des biofilms générés affecte significativement une métrologie basée sur un principe thermique. Il convient donc d'émettre des réserves sur l'aptitude à détecter des biofilms diffus ou poreux contrairement aux biofilms denses. Le croisement d'informations relevant des sciences du vivant (microbiologie) et la connaissance des structures de biofilm au sein des procédés industriels s'avère incontournable pour juger de la pertinence des régimes thermiques permanent ou périodique comme méthodes de détection.

#### ➤ Encrassement organique de type laitier

Dans les procédés industriels, le capteur doit fournir des informations sur l'état d'encrassement d'un équipement. Nous avons placé, pour nos essais, le capteur dans une zone de chambrage pour laquelle très peu de données sont généralement disponibles. Pourtant, ces zones sont parmi les plus importantes, dans le domaine des IAA, pour assurer par exemple la maturation ou la stérilisation d'un produit et elles sont sujettes aux phénomènes d'encrassement tout comme l'est un échangeur de chaleur.

La configuration et l'instrumentation du pilote nous permet de comparer notre méthode de mesure avec celles, plus conventionnelles, que nous rencontrons généralement dans l'industrie : suivi de perte de charge ou du coefficient global d'échange. Nous allons montrer comment nous avons pu contrôler les cinétiques de croissance ou de décroissance de l'encrassement.

La Figure 61 se focalise sur la phase d'encrassement à proprement parler. Nous voyons que les mesures faites en régimes thermiques permanent ( $\Delta T$ ) et périodique (amplitude) sont en accord durant cette phase et permettent de suivre l'augmentation du dépôt à l'intérieur de la conduite. Les mesures globales ( $R_h$ ,  $Dp/Dp_0$ ) confirment les mesures que nous avons faites avec le capteur d'encrassement sur le pilote semi-industriel : il y a une augmentation de la perte de charge réduite et une diminution du coefficient global de transfert lors de cette première phase.

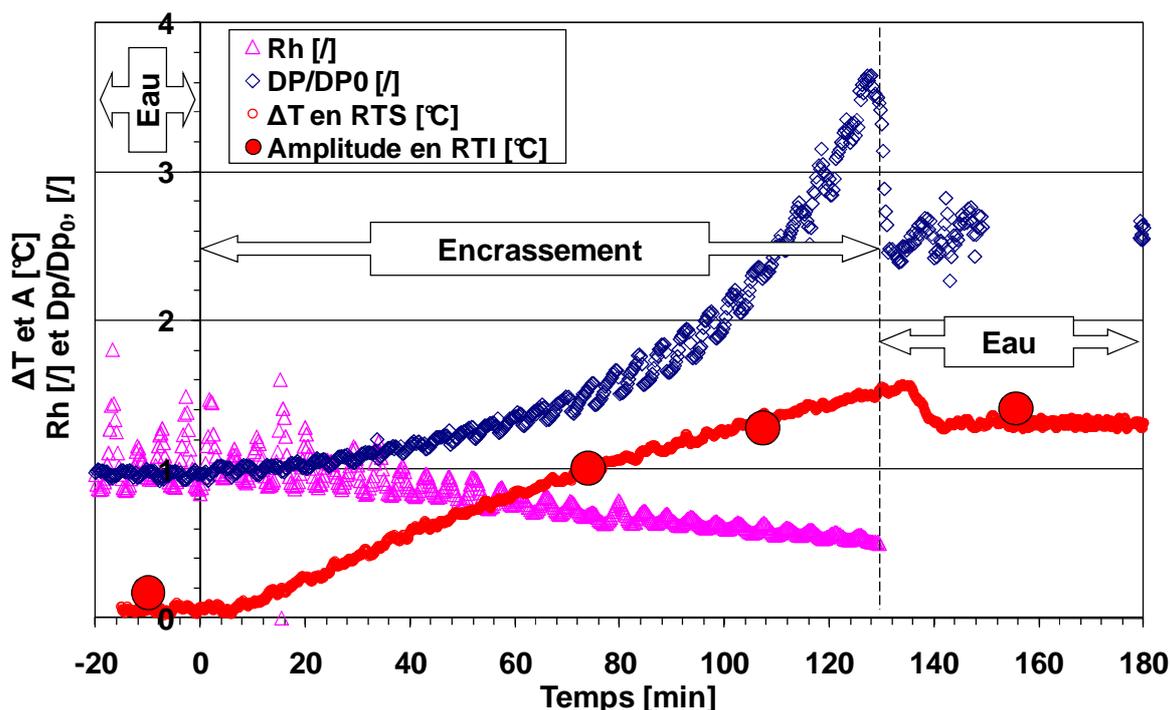


Figure 61 : Evolution du  $\Delta T$ , de l'amplitude et des mesures globales ( $Dp/Dp_0$  et  $R_h$ ) durant une phase d'encrassement laitier ( $\phi = 1800 \text{ W/m}^2$  et  $f = 0,0125 \text{ Hz}$  en RTI)

Il apparaît aussi important, dans ces tests de validation, de montrer la réponse du capteur lors d'une phase de NEP. Ainsi la Figure 62 montre le suivi que nous pouvons réaliser en régime thermique permanent : lors du nettoyage, la différence de température diminue brutalement pour retrouver une ligne de base, proche de zéro. Cette mesure est corrélée avec celle de la pression relative  $PR$  en entrée qui diminue elle-aussi subitement lorsque l'encrassement s'élimine et que par conséquent, la section de la conduite cylindrique retrouve son diamètre initial. Si nous regardons, grâce aux paramètres mesurés, l'évolution du coefficient global de transfert  $1/KS$  à la surface du capteur, nous voyons qu'il suit le même comportement que le  $\Delta T$ , ce qui est logique dans le sens où les transferts thermiques vont

retrouver leur valeur initiale, sans dégradation due à l'encrassement. Nous n'avons pas pour cette phase, très rapide (quelques dizaines de secondes), étudié le régime thermique périodique.

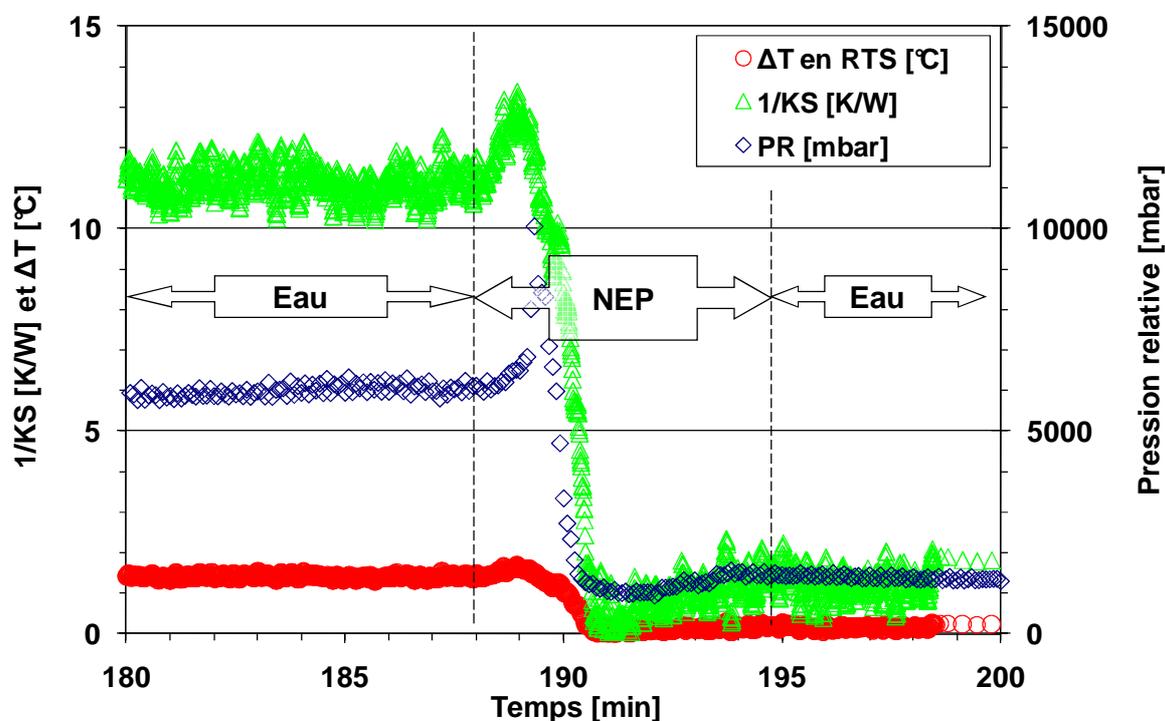


Figure 62 : Evolution du  $\Delta T$ , ou coefficient global d'échange à la surface du capteur  $1/KS$  et de la pression relative  $PR$  durant un NEP ( $\varphi = 1800 \text{ W/m}^2$ )

Ces essais (pasteurisation haute d'un fluide de base laitière) rapportent une étude comparative de trois méthodes de suivi de l'encrassement (perte de charge, coefficient global d'échange, capteur FS) et confirment des phénomènes largement démontrés, expliqués et modélisés en accord avec la littérature scientifique. Le capteur effectue une mesure locale et en ligne, retranscrit précisément les différentes phases d'encrassement en accord avec la littérature et s'avère pertinent pour contrôler et estimer un degré ou une épaisseur de dépôt dans un équipement. Son implantation, son mode de fonctionnement, son environnement thermique et hydraulique sont autant de facteurs à intégrer pour effectuer une mesure fiable. La cohérence entre l'estimation en ligne et la mesure post-opératoire de l'épaisseur a ainsi été vérifiée. De plus la possibilité de positionner ce capteur dans un endroit quelconque de la ligne de production permet de le placer dans des zones sensibles. L'information fournie sera complémentaire de mesures globales dans l'objectif d'un pilotage optimisé du procédé ou d'aide à la décision.

### 4.1.3.3 Validation industrielle

La Figure 63 rapporte l'estimation en ligne de l'épaisseur d'encrassement (capteur FS) et la température de pincement en sortie d'échangeur  $\Delta T_{global}$  (différence entre la température d'entrée du fluide secondaire et la température de sortie du produit), lors du traitement thermique (stérilisation UHT) d'une matrice laitière. Nous avons pu mesurer et suivre l'évolution du dépôt (conductivité thermique connue) au cours d'une phase d'encrassement de 200 min. La mesure thermique globale sur l'échangeur et l'indication du capteur FS sont identiques et traduisent les mêmes mécanismes.

Si le nettoyage en place est difficilement suivi par la méthode globale, le capteur d'encrassement permet de voir précisément l'élimination du dépôt jusqu'à ce que sa réponse retrouve une ligne de base initiale. Dans ce cas, le capteur apparaît comme un outil complémentaire capable de donner une information précise sur l'efficacité du nettoyage et donc de réduire et le temps de cette phase, et la consommation d'énergie qui lui est nécessaire, et les produits utilisés. On peut ainsi imaginer redémarrer un cycle de production plus rapidement ce qui est d'un intérêt évident pour l'industriel.

En complément, de nombreux sites industriels (nationaux et internationaux) sont désormais équipés ou en phase de test sur leur ligne de production (IAA, industries papetières, eaux de procédés industriels). Les différentes versions du capteur (FS) et quelques "success stories" sont consultables sur le site de la société Neosens (<http://www.neosens.com/fr/success-stories/>). Elles confortent la validation industrielle du dispositif.

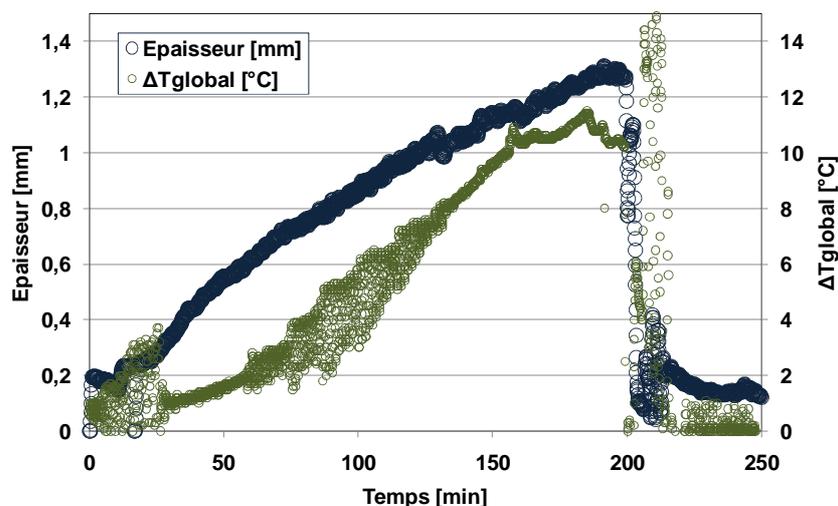


Figure 63 : Comparaison de la mesure du capteur d'encrassement à une méthode globale sur site industriel

#### 4.1.4 Conclusions et discussion à propos des essais

La détection et la quantification de l'encrassement, que ce soit dans le domaine des IAA ou, par exemple, dans les circuits de refroidissement présente un intérêt pratique certain. Nous venons de voir que le fonctionnement du capteur en régime thermique périodique permet de sécuriser la métrologie par la mesure à la fois d'une amplitude et d'un déphasage entre deux signaux, tous deux caractéristiques de l'évolution de l'encrassement. Cette double information peut également permettre de connaître certaines propriétés thermo-physiques du dépôt auxquelles nous n'avions pas accès auparavant ; la mesure est dépendante de la diffusivité thermique du dépôt à travers sa chaleur spécifique et sa conductivité thermique. La connaissance de la nature de l'encrassement est un but que nous cherchons à atteindre. Il permettrait d'optimiser les phases de nettoyage et d'élimination.

Nous avons vu que l'augmentation du dépôt accroît l'inertie du système : la fréquence d'utilisation a ainsi une influence considérable sur les mesures d'amplitude et de déphasage. Il est alors important de remarquer que l'on peut compléter les mesures par le calcul de la surchauffe pariétale équivalente en régime thermique permanent à partir de la moyenne temporelle du signal  $T_w - T_b$  formé en régime thermique périodique.

La précision observée sur les mesures de température du capteur FS ( $\pm 0,2^\circ\text{C}$ ) pointe certaines limites. La détection d'un encrassement ne peut se faire que lorsque la différence,  $\Delta T$ , est supérieure à  $0,4^\circ\text{C}$ , ce qui, pour la géométrie du capteur FS et nos conditions de travail ( $\varphi = 1400 \text{ W/m}^2$ ), ne permet la détection de dépôts qu'à partir d'une centaine de micromètres (pour une conductivité thermique de  $0,1$  à  $0,6 \text{ W/(m.K)}$ ).

Les essais de suivi des encrassements biologiques, ont mis l'accent sur les limites de détection du capteur. Nous n'avons pas été en mesure de détecter la formation d'un biofilm poreux, de type « *mushroom* ». En revanche en augmentant la compacité du dépôt, les capteurs ont une réponse convenable traduisant les cinétiques de formation du biofilm.

Les avantages métrologiques que peut apporter l'utilisation d'un micro-système pour répondre à ces problématiques semblent alors évidents :

- Les dimensions et donc la masse d'un micro-capteur vont diminuer l'inertie du système et donc les temps de réponse. La conséquence est que nous pourrions travailler

à des fréquences plus élevées et pourront, par exemple, suivre plus précisément les cinétiques d'élimination de dépôt,

- La sensibilité des capteurs de température, développés en technologies microsystemes, sera bien meilleure que celle des thermocouples que nous utilisons. En augmentant, la sensibilité thermique, nous espérons diminuer les limites de détection et de quantification du capteur et ainsi détecter des encrassements dont l'épaisseur est beaucoup plus faible ou dont la structure est beaucoup moins dense.

## 4.2 Le micro-capteur et ses performances

### 4.2.1 Contexte et objectifs

L'étape de conception, comprenant les simulations numériques, et les travaux réalisés au LAAS-CNRS ont abouti à la réalisation d'un capteur microsysteme que nous destinons à la mesure de l'encrassement. Outre la diminution des coûts de fabrication et l'augmentation des capacités de production par un procédé de réalisation collectif, la miniaturisation vise l'amélioration des performances métrologiques (sensibilité, LOD, LOQ et temps de réponse) du capteur d'encrassement. Le microsysteme testé est une puce dont le *gap*, rempli d'air, a une largeur de 50 $\mu$ m. Il a été reporté par procédé *flip chip* sur un PCB plein.

L'objectif des expériences est de mesurer la réponse du microsysteme, en environnement hydrodynamique contrôlé, face à des encrassements croissants. Nous avons cherché à analyser les réponses thermiques du microsysteme en fonction :

- Des conditions d'écoulement,
- De la densité de flux dissipée,
- De la résistance thermique de l'encrassement.

Nous avons aussi déterminé, par l'expérience :

- Les limites de détection et de quantification du système,
- Les coefficients de convection moyens à la surface du capteur propre en fonction des conditions d'écoulement.

Toutes les mesures ont permis une comparaison avec les données estimées et les prévisions du cahier des charges.

## 4.2.2 Matériel et méthodes

Le dispositif expérimental est représenté sur la Figure 64. Il se compose de trois organes principaux : un système d'agitation intégré sur un viscosimètre, une cuve double enveloppe et un cryostat permettant le contrôle de la température.

Une cuve en verre à fond plat et à double enveloppe ( $D_{\text{int}} = 80 \text{ mm}$ ,  $h = 100 \text{ mm}$ , soit un volume utile de 0,5 L) a été utilisée. L'agitateur retenu est une hélice marine à trois pales (BOLA, réf. C378-04,  $L_{\text{arbre}} = 250 \text{ mm}$ ,  $D = 50 \text{ mm}$ , matériau Téflon). L'agitateur est centré et positionné au tiers de la hauteur. Les mesures de vitesse d'agitation, de température de référence  $T_{\text{ref}}$  pour la température du fluide et de couple en ligne se font à l'aide du viscosimètre (Viscotester VT 550 Haake, Thermo Fisher Scientific, réf. 002-7026, vitesse : 0,5 à 800  $\text{min}^{-1}$ , couple : 0,01 et 3 N.cm) travaillant à vitesse imposée. La régulation de température et la circulation d'eau dans la double enveloppe se font via le cryostat (HAAKE DC30, précision :  $\pm 0,01^\circ\text{C}$ ,  $P_{\text{max}} = 2 \text{ kW}$ ). Le viscosimètre est relié à un ordinateur et autorise son contrôle/commande via le logiciel « *Haake Rheowin job Manager* » (Thermo Fisher Scientific, v.4.10.00007). La lecture et exportation des données se fait grâce au logiciel « *Haake Rheowin Data Manager* » (Thermo Fisher Scientific, v.4.10.00007).

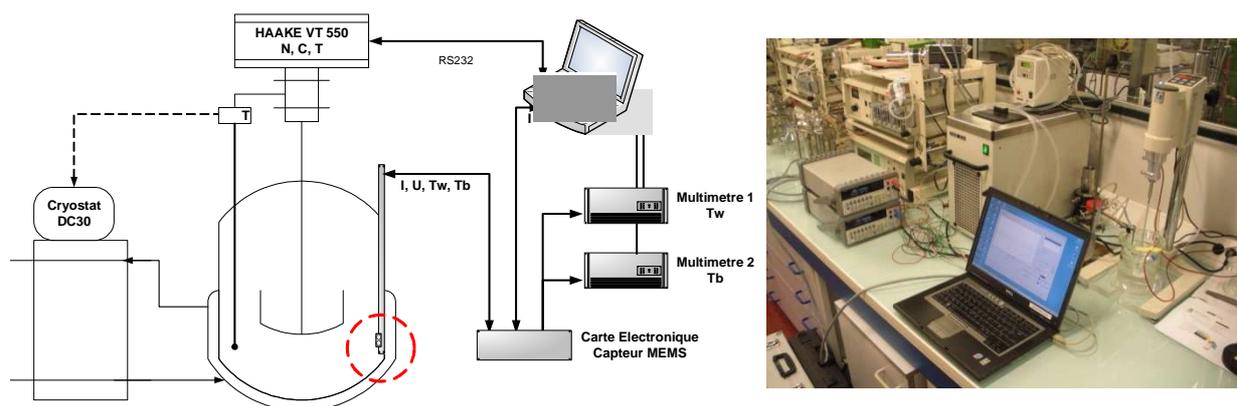


Figure 64 : Dispositif expérimental pour la caractérisation à l'échelle laboratoire du microsystème (entouré en rouge)

Le microsystème testé est une puce (épaisseur = 400  $\mu\text{m}$ , surface : 3,9 mm x 3,9 mm, surface active : 1mm x 1mm) et dont le *gap*, rempli d'air, a une largeur de 50 $\mu\text{m}$ . Le report du

composant s'est fait sur un PCB plein de longueur 100 mm. L'étanchéité, au contact, entre la puce et le PCB, est assurée par un joint d'époxy H70E. Le PCB a été tropicalisé par une laque (APL, fabricant Electrolube). Les coefficients de température pour les deux résistances  $R_w$  et  $R_b$  ont été mesurés : 4546 et 4512 ppm/°C respectivement. Ils sont sensiblement inférieurs à la valeur de 5000 ppm/°C à cause de la prise en compte des autres résistances (fils) non influencées par la température. Par extrapolation de la courbe  $R(T)$ , entre 10 et 40°C, que nous avons étudiée, les résistances  $R_0$  à 0°C sont respectivement de 36600  $\Omega$  et 73000  $\Omega$ . La résistance chauffante est de 520  $\Omega$ .

La mesure et l'enregistrement des résistances,  $R_w$  et  $R_b$ , est effectuée par l'acquisition des données de deux multimètres électroniques (Keithley 2100 6½-Digit USB Digital Multimeter) via l'interface logicielle *KI-Tool*. Enfin, le programme de commande/acquisition que nous avons développé pour les premiers essais nous permet de contrôler et d'enregistrer les paramètres de commande ( $I$ ,  $U$ ) de la résistance chauffante en régimes thermiques permanent et périodique.

Le microsystème est immergé dans la cuve et positionné en paroi au tiers de la hauteur (Figure 65). La température est constante et réglée à 20,5°C  $\pm$  0,01°C et le fluide utilisé est de l'eau dont les propriétés thermo-physiques sont connues.

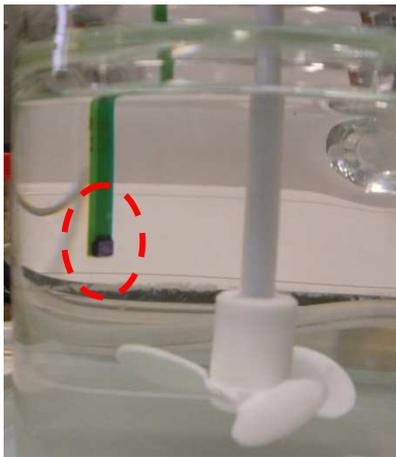


Figure 65 : Micro-captur plongé dans l'eau d'une cuve double-enveloppe



Figure 66 : Réalisation d'un dépôt de résine sur le capteur et les échantillons « témoin »

L'encrassement modèle est réalisé à partir d'une résine photosensible en spray (SU-8 MicroSpray<sup>TM</sup>, fabricant MicroChem) donnée pour la réalisation de couches. Les propriétés thermo-physiques de cette résine sont :  $\lambda = 0,2 \text{ W/(m.K)}$ ,  $\rho = 1190 \text{ kg/m}^3$ ,  $C_p = 1200 \text{ J/(kg.K)}$  [144]. Le protocole d'utilisation que nous avons adopté comprend 3 étapes :

- Pulvérisation par différents va-et-vient à 10 cm de la surface ; le nombre de passages détermine l'épaisseur finale du dépôt (environ  $10\mu\text{m}$  pour 6 à 9 passes),
- Mise au repos des surfaces couvertes pendant 10 minutes,
- Recuit à  $100^\circ\text{C}$  pendant 10 minutes.

En conditions propres, les tests ont été menés en dissipant successivement, dans l'élément chauffant, des puissances de 0 mW, 1,8 mW, 3,9 mW et 8,5 mW (densité de flux maximale de  $8,5 \text{ kW/m}^2$ ), et, pour chacune d'entre elles, en augmentant la vitesse de rotation de 0, 2, 10, 70, 200 à  $500 \text{ min}^{-1}$  (nombre de Reynolds d'agitation maximal de 21600) sur des plages de 5 minutes. L'acquisition des paramètres du capteur ( $R_w$ ,  $R_b$ ,  $I$ ,  $U$ ) et des paramètres opératoires ( $T_{ref}$ , vitesse de rotation  $v$  et couple  $m$ ) se font respectivement toutes les 2s et 10s. L'investigation des régimes thermiques périodiques a été conduite pour une puissance de 8,5 mW, une fréquence constante de 0,0125 Hz et des vitesses de rotation allant de 0 à  $500 \text{ min}^{-1}$ . Dans ce cas, l'acquisition des paramètres du capteur ( $R_w$ ,  $R_b$ ,  $I$ ,  $U$ ) et opératoire ( $T_{ref}$ , vitesse de rotation  $v$  et couple  $m$ ) se font respectivement toutes les 0,5s et 10s.

En conditions d'encrassement, 4 épaisseurs d'encrassement ont été réalisées à la fois sur le micro-capteur mais aussi sur 4 puces "témoin" (Figure 66) afin de contrôler les résistances thermiques déposées. Les épaisseurs de dépôt ont été atteintes par pulvérisation et pour 6, 10, 20 et 40 passages successifs. Les 4 échantillons "témoin" ( $5\text{mm} \times 5 \text{ mm}$ ) sont pesés, d'abord à vide, puis après chaque dépôt successif. Pour chaque dépôt, les deux régimes thermiques ont été testés avec la même puissance dissipée ( $P = 8,5 \text{ mW}$ ) et pour différentes conditions d'agitation avec les mêmes vitesses de rotation que précédemment.

Enfin, nous avons effectué un nettoyage "grossier" de la puce avec de l'acétone pour éliminer la résine tout en laissant un voile (souillure résiduelle non quantifiable). Ce dernier point nous permet alors d'apprécier la sensibilité du capteur en régime thermique permanent, et de contrôler sa sensibilité par rapport aux conditions initiales, propres.

### 4.2.3 Résultats

#### 4.2.3.1 Réponse en régime thermique permanent (temps de réponse, sensibilité, LOD et coefficient de convection local)

En conditions propres, nous avons étudié le comportement du microsysteme en fonction de la puissance dissipée dans l'élément chauffant et des conditions d'écoulement dans le réacteur. La Figure 67 illustre les réponses thermiques enregistrées en fonction du temps pour différentes puissances et conditions d'agitation.

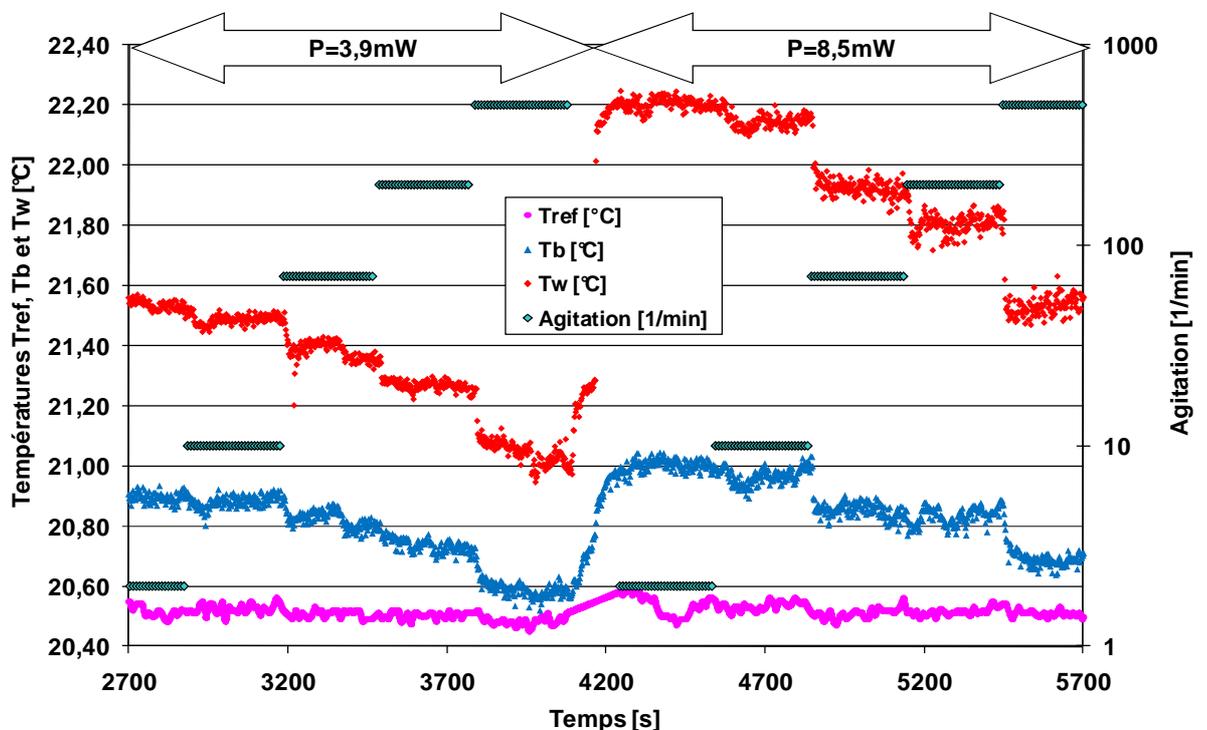


Figure 67 : Evolution des températures,  $T_{ref}$ ,  $T_b$  et  $T_w$  et de la vitesse d'agitation en conditions propres en fonction du temps pour deux puissances différentes ( $\varphi = 3900 \text{ W/m}^2$  puis  $\varphi = 8500 \text{ W/m}^2$ ) en régime thermique permanent

#### ➤ Sensibilité, LOD et temps de réponse

Nous observons une excellente stabilité de la température du fluide (référence), sur chacun des paliers, quelles que soient les conditions opératoires et conformément aux spécifications de régulation de la température ( $\pm 0,01^\circ\text{C}$ ).

Le bruit de mesure observé sur  $T_b$  et  $T_w$  suit sans surprise une distribution normale. La sensibilité des capteurs de température, dans nos conditions expérimentales, peut être estimée à partir de la déviation standard en phases active ( $P > 0$  mW) et passive ( $P = 0$  mW). Les déviations standards traduisent un bruit plus important sur  $T_b$  en mode passif (Tableau 30). En revanche, dès qu'une puissance est dissipée au sein du capteur, le bruit de mesure sur  $T_w$  augmente fortement en lien probable avec un bruit d'origine électrique. Dans nos conditions, nous considérons une LOD égale à 2,58 fois la sensibilité maximale (déviations standard), c'est-à-dire  $\pm 0,05^\circ\text{C}$  avec un indice de confiance de 99% pour les capteurs de  $T_w$  et  $T_b$ . En termes de résistance thermique, cela est équivalent à 12 K/W ou une épaisseur de biofilm de 7  $\mu\text{m}$ .

	Mode inactif ( $P = 0$ mW)	Mode actif ( $P > 0$ mW)
$T_{\text{ref}}$	$\pm 0,0091$	$\pm 0,011$
$T_b$	$\pm 0,016$	$\pm 0,020$
$T_w$	$\pm 0,011$	$\pm 0,020$

Tableau 30 : Analyse de la déviation standard des mesures de température en modes actif et passif (indépendamment de l'agitation)

Lors de la transition entre 2 paliers, le temps de réponse des capteurs en conditions propres est estimé. Nous observons logiquement une diminution de cette grandeur lorsque l'agitation augmente, c'est-à-dire lorsque le coefficient de convection et le nombre de Biot croissent. Ceci traduit une modification de l'équilibre entre les résistances thermiques interne (capteur) et externe (convection). En revanche, le temps de réponse expérimental, estimé entre 2 et 10s en fonction des conditions expérimentales, reste largement supérieur à ceux estimés dans le chapitre 1 (entre 1 et 100ms). Ceci s'explique probablement par une isolation thermique médiocre sur la face arrière du microsystème (points de reprise de contact) et une inertie thermique plus importante du fait d'un couplage avec le support PCB.

➤ Déperdition thermique latérale et coefficient de convection local

La Figure 68 démontre qualitativement que les mesures de températures,  $T_b$  et  $T_w$ , sont affectées par la puissance dissipée et les conditions locales d'écoulement.

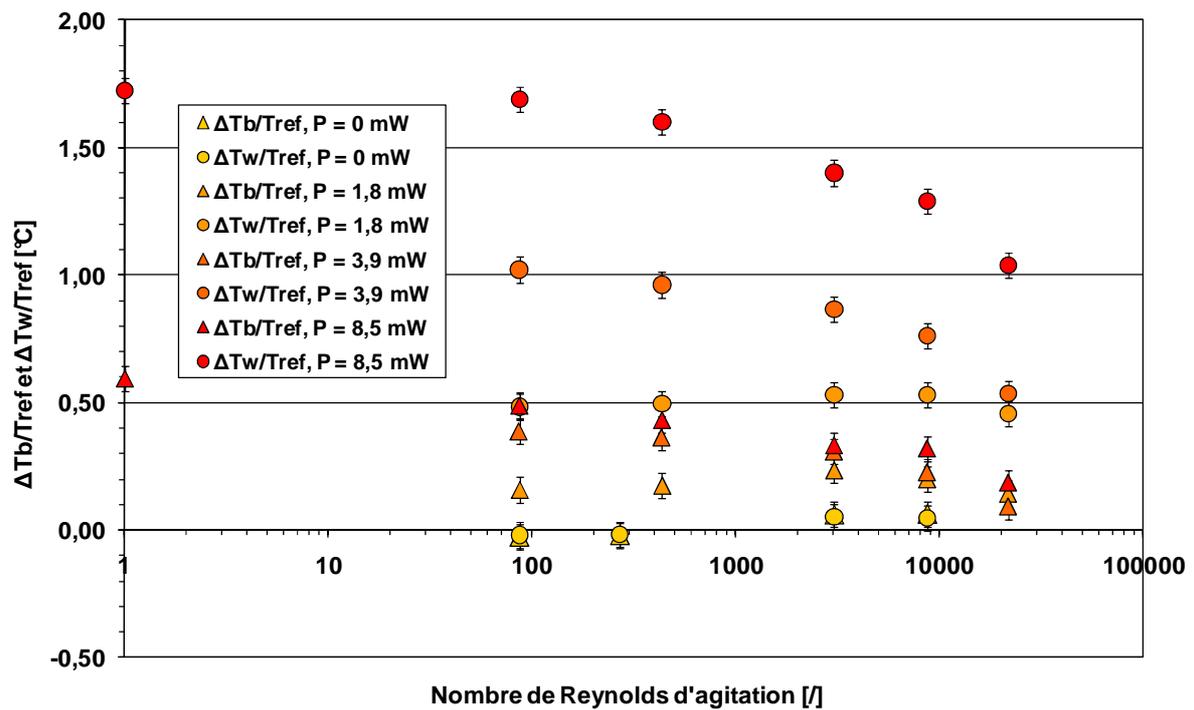


Figure 68 : Evolution des différences de température,  $\Delta T_w/T_{ref}$  et  $\Delta T_b/T_{ref}$  en fonction de la puissance dissipée et du nombre de Reynolds d'agitation.

Nos observations sont que :

- La qualité des mesures de température ( $P = 0 \text{ mW}$ ) est correcte ( $\Delta T_w/T_{ref} = T_w - T_{ref} \sim 0^\circ\text{C}$  et  $\Delta T_b/T_{ref} = T_b - T_{ref} \sim 0^\circ\text{C}$ ).
- La membrane mince ne constitue pas un isolant parfait, ce qui entraîne une déperdition thermique dans le bloc périphérique de la zone active.
- Les différences de température augmentent lorsque la puissance dissipée augmente et lorsque le nombre de Reynolds diminue.
- L'incidence du coefficient de convection, autrement dit du régime d'écoulement, est fondamentale si une estimation de la température du fluide est recherchée.

Les simulations numériques des champs de température dans la structure MEMS ont montré que les températures devaient être homogènes au sein des blocs central et périphérique. Nous pouvons alors estimer un coefficient de convection local soit en négligeant les déperditions thermiques latérales à travers la membrane (valeur maximale théorique), soit en tenant compte du gradient de température généré sur le bloc latéral (valeur minimale

théorique). Nous retiendrons comme hypothèse que le coefficient de convection est le même sur les surfaces active et périphérique du capteur.

$$P = P_{utile} + P_{perte} = h \cdot (S_{active} \cdot (T_w - T_{ref}) + S_{périphérique} \cdot (T_b - T_{ref}))$$

$$\frac{P_{utile}}{P_{total}} = \frac{1}{1 + \frac{S_{périphérique} \cdot \Delta T_b / T_{ref}}{S_{active} \cdot \Delta T_w / T_{ref}}} \quad (\text{Equations 76 et 77})$$

La Figure 69 représente ainsi l'évolution du ratio entre les flux utile et total et l'estimation des coefficients de convection locaux pour les différentes conditions investiguées.

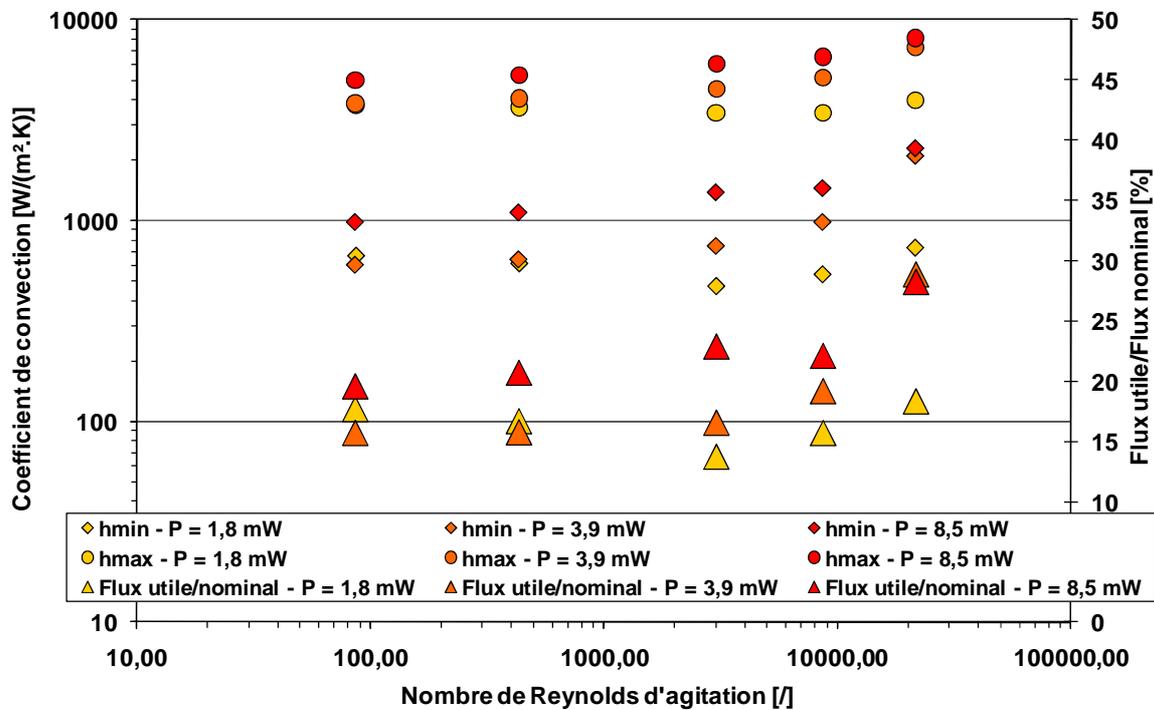


Figure 69 : Evolution des coefficients de convection (minimal, maximal) et du ratio flux utile sur flux nominal en fonction du nombre de Reynolds d'agitation et de la puissance de chauffe

Le calcul des coefficients de convection maximal (sans perte) et minimal (avec les pertes intégrées) permet d'encadrer le coefficient de convection réel sachant que le MEMS n'est pas parfaitement isolé sur sa face arrière et sur les cotés. Nous noterons que les valeurs obtenues (entre 1000 à 8000 W/(m².K)) sont du même ordre de grandeur que celles estimées à partir des corrélations semi-empiriques rapportées dans le chapitre 1. L'évolution du ratio des flux utile et nominal, valeurs comprises entre 15 et 30%, met en évidence que les pertes sont

très importantes. Les simulations numériques ont conduit à une valeur proche de 70% pour un coefficient de convection égal à 2000 W/(m<sup>2</sup>.K). L'allure de ces courbes semble démontrer un effet de pompage (puits thermique) sur la face arrière.

Malgré ces nombreuses limites induites par l'intégration de la structure microsysteme sur un support, nous établissons deux corrélations semi-empiriques entre invariants de similitude ( $Nu$ ,  $Re_{Agitation}$  et  $Pr$ , Figure 70) en utilisant la densité de flux maximale. Ces dernières permettront de définir des conditions favorables (coefficient de convection  $h$  élevé) ou défavorable à l'utilisation du capteur. Il convient de préciser que la dimension caractéristique retenue pour le calcul du nombre de Nusselt est soit la largeur de la surface active, 1 mm (perte négligée) soit la largeur totale du capteur, 3,9 mm (toute la surface du microsysteme contribue à l'échange). Le domaine de validité de ces corrélations devra être étendu pour d'autres fluides et d'autres conditions d'écoulement.

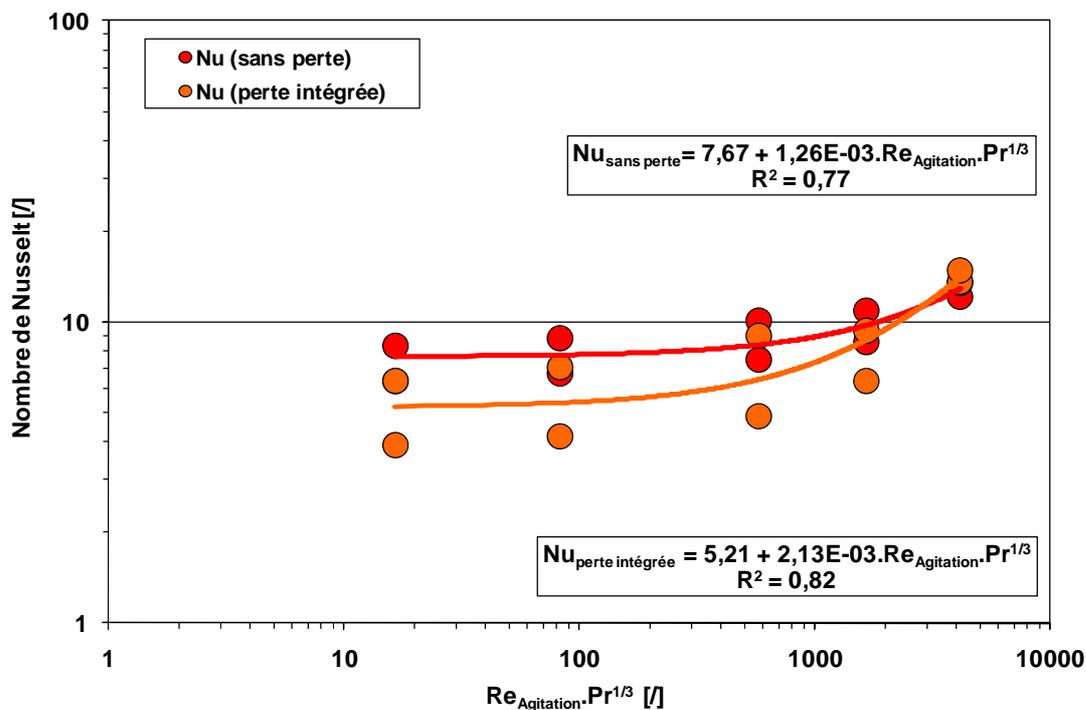


Figure 70 : Corrélations entre invariants de similitude - Evolution du nombre de Nusselt,  $Nu$  en fonction du produit  $Re.Pr^{1/3}$

#### 4.2.3.2 Réponse du microsysteme face à un encrassement en régime thermique permanent

En conditions d'encrassement, la réponse du capteur a été étudiée pour différents dépôts de résine SU8 en fonction du régime d'écoulement et pour une puissance dissipée nominale de 8,5 mW. A la fin de l'expérience, la puce est nettoyée (conditions propres finales) ; il reste cependant des traces de souillure observables à l'œil nu et la résistance thermique à la surface du capteur est non nulle mais d'épaisseur indéterminée. Les épaisseurs des dépôts et les résistances thermiques résultantes ont été déduites par pesée comme le rapporte le Tableau 31.

Référence	$\mathcal{M}$ [mg]	e [ $\mu\text{m}$ ]	$R_{\text{th}}$ [K/W]
Enc. 0	0	0	0
Enc. SR	n. d.	< 10	n. d.
Enc. 1	2,23	18,7	93,7
Enc. 2	5,01	42,1	210
Enc. 3	9,67	81,2	406
Enc. 4	20,21	169,8	849

Tableau 31: Masse de résine SU8 déposée et estimation des épaisseurs et résistances thermique générées pour les différents encrassements (nd : non disponible, SR: souillure résiduelle)

La Figure 71 rapporte l'évolution des différences de température de  $T_w$  et  $T_b$  par rapport à la température de référence,  $T_{ref}$ , en fonction du nombre de Reynolds d'agitation et de l'encrassement.

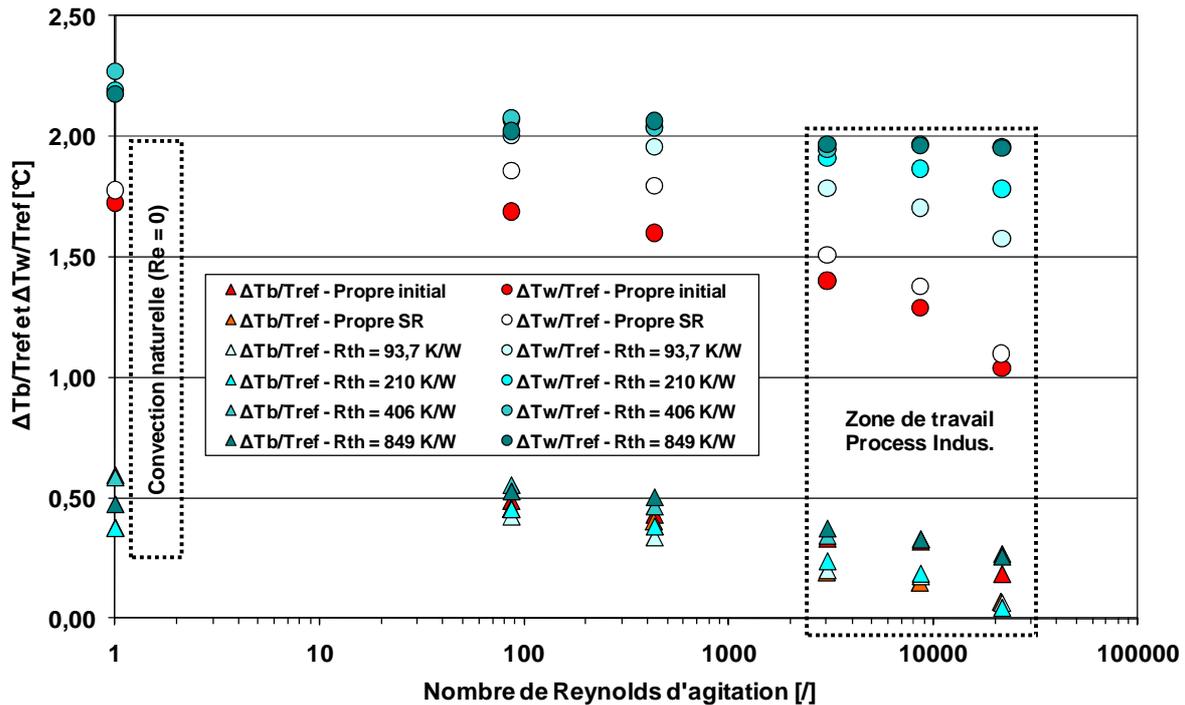


Figure 71 : Evolution des écarts de température avec la référence en fonction du nombre de Reynolds et de l'encrassement ( $\varphi = 8500 \text{ W/m}^2$ )

Nos observations et tendances générales sont les suivantes:

- Les différences de température diminuent lorsque le nombre de Reynolds augmente et la résistance thermique de dépôt diminue.
- La dérive thermique de  $T_b$  en fonction de la résistance thermique de dépôt apparaît faible devant celle de  $T_w$  sans pour autant être négligeable (valeurs supérieures à l'incertitude de mesure  $\pm 0,05^\circ\text{C}$ ).
- Il apparaît, quel que soit le régime d'écoulement, une zone de saturation à partir de laquelle la différence de température,  $\Delta T_w/T_{ref}$  n'évolue plus et tend vers une limite, traduisant l'apparition d'effets de bord importants.

Les conditions optimales de travail du capteur correspondent au régime d'écoulement fortement turbulent. Si les différentes surchauffes pariétales tendent à être confondues pour les différents encrassements en régime de transition ( $10 < \text{Re}_{\text{Agitation}} < 3000$ ), il en est autrement dès que le régime devient turbulent, ce qui correspond souvent aux conditions d'utilisation visées dans l'industrie et à un critère d'utilisation du capteur.

## ➤ LOD et LOQ

L'objectif technologique est d'utiliser la double métrologie ( $T_w$ ,  $T_b$ ) présente sur le capteur microsysteme pour détecter et suivre l'évolution d'encrassement naissant en l'absence de référence thermique externe. La Figure 72 compare l'évolution des différences de température  $\Delta T_w/T_{ref}$ ,  $\Delta T_b/T_{ref}$  et  $\Delta T$  en fonction de la résistance d'encrassement pour un régime d'écoulement turbulent.

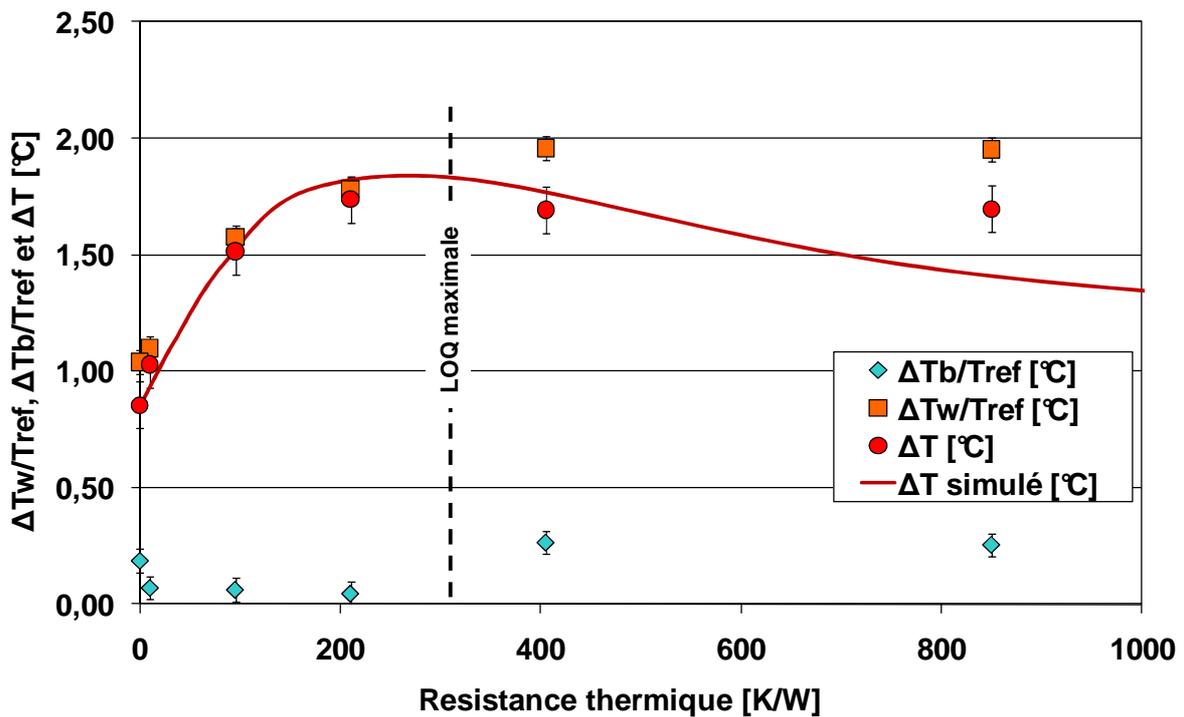


Figure 72 : Evolution des réponses  $\Delta T$ ,  $\Delta T_w/T_{ref}$  et  $\Delta T_b/T_{ref}$  avec la résistance thermique d'encrassement ( $\varphi = 8500 \text{ W/m}^2$  -  $Re_{agitation} = 21000$ )

Nous identifions ainsi une zone de travail pour laquelle l'augmentation de la résistance thermique à la surface du microsysteme est mesurable avec une augmentation significative de la surchauffe pariétale. La représentation de la différence de température  $\Delta T$  en fonction de la résistance thermique traduit une gamme entre 0 et 300 K/W (pour  $S = 1\text{mm}^2$ ) dans laquelle le capteur peut être utilisé. Dans cette zone, le capteur est sensible à l'augmentation de la résistance thermique à sa surface ; ensuite, la mesure atteint un palier et s'atténue à cause des déperditions thermiques latérales et vers l'arrière du microsysteme. Nous noterons que ces données et ce phénomène sont en accord avec les prévisions faites dans le chapitre 2. Nous avons alors déterminé une limite métrologique de l'ordre de 150  $\mu\text{m}$  (pour  $\lambda = 0,6\text{W}/(\text{m.K})$ ).

La LOQ maximale peut être définie par une résistance d'encrassement proche de 300 K/W, ce qui équivaut à une épaisseur d'environ 180  $\mu\text{m}$  (pour  $\lambda = 0,6\text{W}/(\text{m.K})$ ). Rappelons que la LOD est définie par l'incertitude métrologique dans nos conditions, c'est-à-dire  $\pm 0,1^\circ\text{C}$ , ce qui équivaut à une résistance thermique de 12 K/W et une épaisseur de 7  $\mu\text{m}$  (pour  $\lambda = 0,6\text{ W}/(\text{m.K})$ ), sous une densité de flux imposée de 8500 W/m<sup>2</sup>.

#### 4.2.3.3 Réponse du microsystème face à un encrassement en régime thermique périodique

La réponse du microsystème a été analysée, à fréquence et à puissance constantes soit 0,0125 Hz et 8,5 mW respectivement, pour les mêmes épaisseurs croissantes de dépôt que précédemment. Les résistances thermiques  $R_{th}$  et diffusivités thermiques  $a$  sont restées identiques.

L'utilisation du capteur en régime périodique a permis de dresser le même constat que celui établi précédemment quant aux limites de l'isolation thermique entre les deux capteurs de température et l'apparition d'effets de bord importants avec l'augmentation de l'encrassement. C'est pour cette raison que nous allons nous limiter ici à l'étude de la réponse  $T_w$ . En outre, nous considérons la température du fluide,  $T_{ref}$ , comme constante pour chaque épaisseur d'encrassement et pour chaque régime d'écoulement.

La Figure 73 permet d'illustrer les données brutes relevées en RTI pour la température pariétale lorsque la résistance thermique varie et pour la densité de flux dissipée.

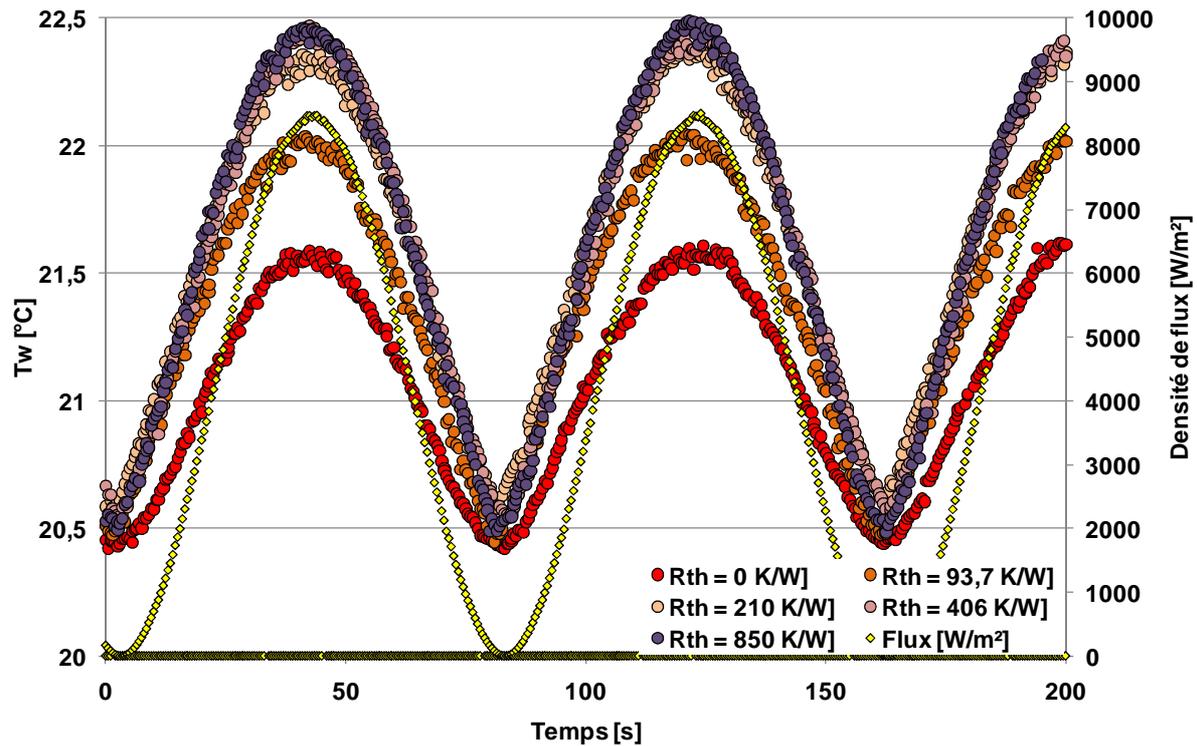


Figure 73 : Evolution de la température pariétale  $T_w$  en fonction de la résistance thermique d'encrassement ( $P = 8,5 \text{ mW}$ ,  $f = 0,0125 \text{ Hz}$ ,  $Re_{agitation} = 21000$ )

Comme pour le capteur FS, l'application d'un régime thermique périodique entraîne trois évolutions :

- une variation de la valeur moyenne temporelle de la température pariétale,  $T_w$ , avec l'encrassement,
- une oscillation sinusoïdale de  $T_w$  caractérisée par une amplitude  $A$  et une fréquence  $f$ ,
- un déphasage de la réponse  $T_w$  par rapport à l'excitation.

La première remarque que nous pouvons formuler est que la variation temporelle de  $T_w$  ne suit pas une fonction sinusoïdale parfaite. Ce phénomène apparaît pour des résistances thermiques d'encrassement non nulles et se traduit par un « effet de pointe » lors du passage par la valeur minimale. Il peut être expliqué par des effets de bord et des effets de pompage thermique, complexes à interpréter, qui peuvent induire une déformation du signal représentatif des variations de  $T_w$ . La première conséquence de ce phénomène est qu'il est difficile d'appliquer un modèle sinusoïdal à l'évolution temporelle de la température pariétale afin de déduire, à partir du modèle, l'amplitude des oscillations en présence d'encrassement (Figure 74).

La deuxième conséquence est que la moyenne temporelle (sur au moins une période) du signal formé  $T_w - T_b$  est maximisée, le signal n'étant pas parfaitement symétrique autour d'une température donnée.

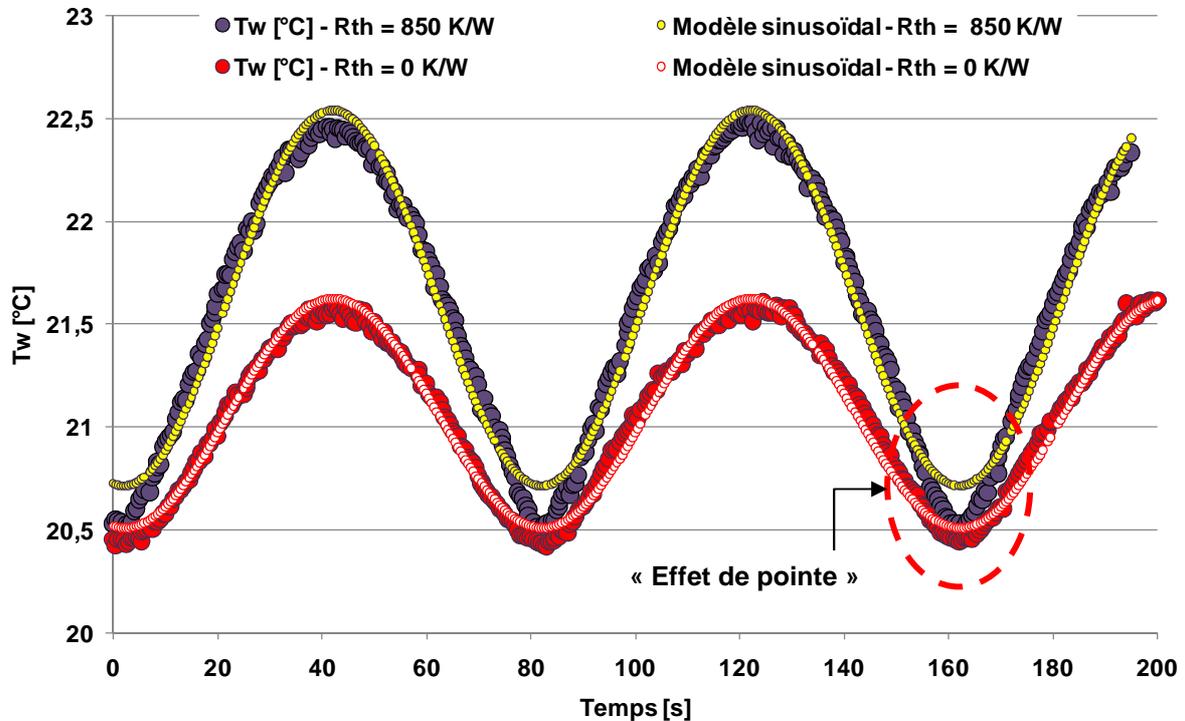


Figure 74 : Evolution de la température pariétale  $T_w$  en conditions propres et encrassées et application d'un modèle sinusoïdal pour le calcul de l'amplitude ( $P = 8,5 \text{ mW}$ ,  $f = 0,0125 \text{ Hz}$ ,  $Re_{agitation} = 21000$ )

La seconde remarque concerne le calcul du déphasage. Le retard enregistré de  $T_w$  par rapport à l'excitation donne des valeurs de l'ordre de 0,5s quel que soit le degré d'encrassement du capteur. Cela permet de mettre en évidence la très faible inertie du capteur et la diminution des temps de réponse par rapport au système FS. Cependant, la période d'enregistrement minimale que nous avons utilisée est de 0,5s et correspond ainsi aux valeurs de déphasage. L'évolution de celui-ci n'est ni significative, ni représentative des phénomènes apparaissant au voisinage de la surface du capteur. Il faudra donc, pour exploiter ce paramètre, travailler avec un système d'acquisition dont la période d'acquisition est très inférieure ( $f \gg 2 \text{ Hz}$ ) au temps de réponse du capteur.

Nous analysons l'évolution de l'amplitude des oscillations de  $T_w$  (calculée à partir de la différence des valeurs maximale et minimale sur au moins une période), et du double de la moyenne temporelle pour les comparer avec la réponse obtenue en RTS,  $\Delta T_w/T_{ref}$  (Figure 75).

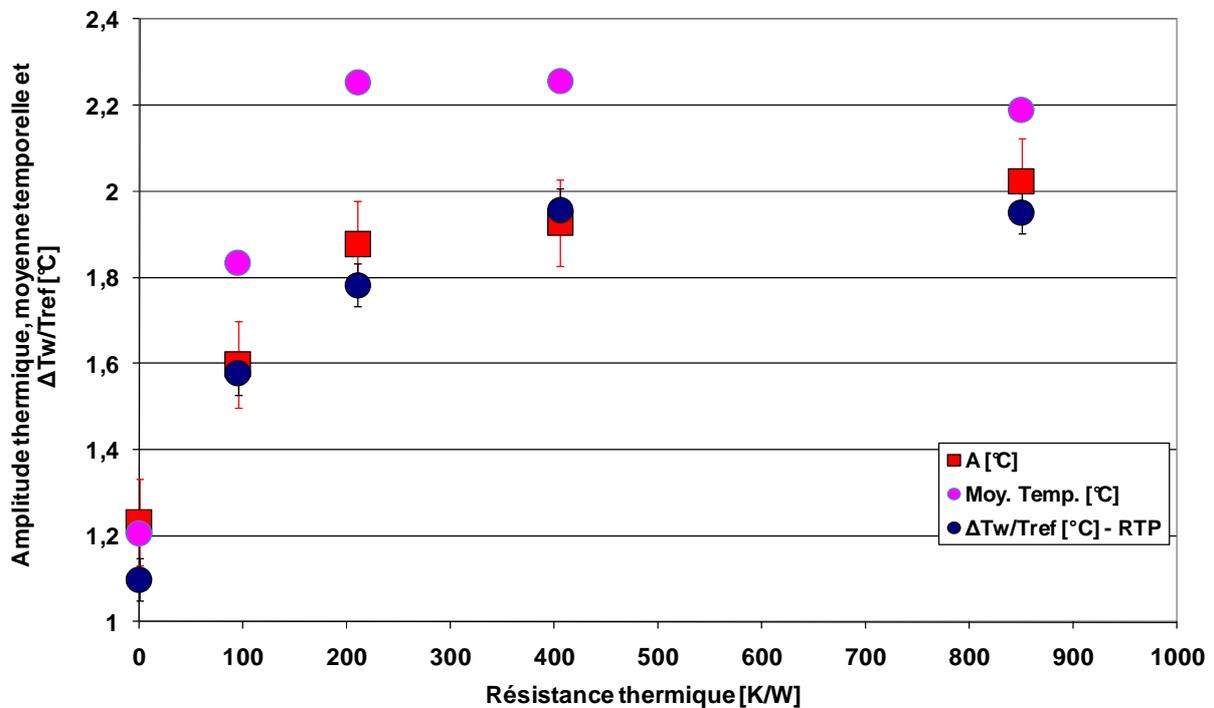


Figure 75 : Evolution de l'amplitude  $A$ , de la moyenne temporelle ( $\times 2$ ) en fonction de la résistance thermique ( $\varphi = 8500 \text{ W/m}^2$ ,  $Re_{agitation} = 21000$ ). Comparaison avec la réponse en RTS,  $\Delta T_w/T_{ref}$

Pour les 3 réponses, la tendance est la même. L'évolution est croissante jusqu'à une résistance thermique de l'ordre de 300 K/W avant d'atteindre une limite et de s'affaïsser à cause de l'apparition d'effets de bord importants et de déperditions thermiques latérales et vers l'arrière de la structure microsysteme.

L'amplitude calculée en RTI permet de retrouver les valeurs de surchauffe pariétale mesurées en RTS car la fréquence de travail ( $f = 0,0125 \text{ Hz}$ ) est très faible en comparaison avec l'inertie et le temps de réponse du micro-capteur. La théorie (Equation 63) nous a enseigné que l'évolution de l'amplitude est croissante avant d'atteindre un maximum et de s'atténuer avec l'augmentation de la résistance thermique. Cependant, le point d'inflexion théorique apparaît pour des épaisseurs supérieures à 1 mm et nous soulignons une nouvelle fois l'apparition des effets de bord et des déperditions thermiques vers les côtés et l'arrière de la puce.

Enfin, comme nous l'avons prévu, le calcul d'une moyenne temporelle (multipliée par un facteur 2), donne des valeurs surestimées par rapport à la surchauffe pariétale réelle à cause de l'asymétrie du signal thermique ; il permet tout de même de suivre l'évolution de l'encrassement jusqu'à une résistance thermique de 300 K/W et suit exactement la même tendance que la réponse en RTS.

Nous avons également comparé les réponses en RTS ( $\Delta T_w/T_{ref}$ ) et RTI (A) en fonction du nombre de Reynolds d'agitation (Figure 76).

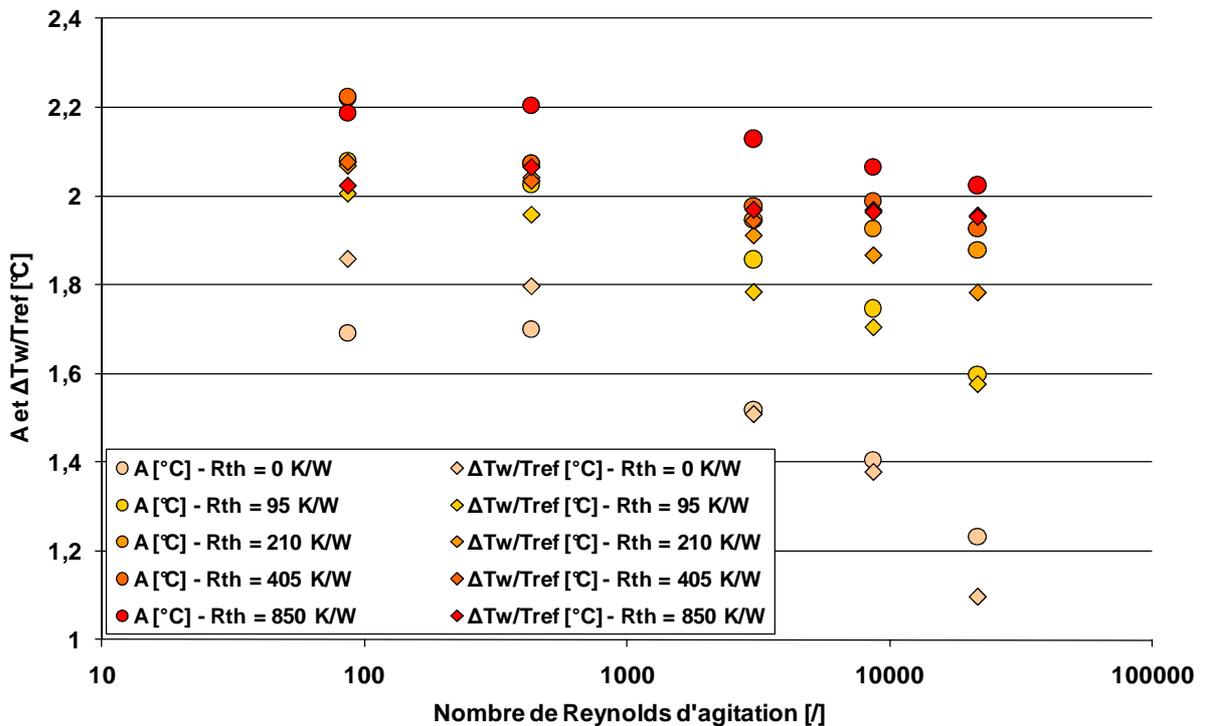


Figure 76 : Evolution de la surchauffe pariétale en RTS ( $\Delta T_w/T_{ref}$  – précision :  $\pm 0,05^\circ\text{C}$ ) et RTI (A – précision :  $\pm 0,1^\circ\text{C}$ ) en fonction du nombre de Reynolds d'agitation pour différentes résistances thermiques d'encrassement ( $\phi = 8500 \text{ W/m}^2$ )

L'évolution de la surchauffe pariétale suit la même tendance quel que soit le mode de fonctionnement (RTS ou RTI). Ainsi, l'amplitude diminue lorsque le nombre de Reynolds augmente et/ou la résistance thermique de dépôt diminue. S'il apparaît, pour un régime d'écoulement donné, une zone de saturation à partir de laquelle la différence de température,  $\Delta T_w/T_{ref}$ , n'évolue plus, cela ne semble pas être le cas lorsque nous travaillons en RTI et mesurons l'amplitude. Ce mode de fonctionnement ouvre peut être la possibilité de mesurer des résistances thermiques plus importantes en s'affranchissant, dans une certaine mesure, des

effets de bord. Seule la poursuite de ce travail nous permettra de renforcer ou d'infirmier cette idée en explorant des résistances thermiques encore plus importantes et avec, par exemple, des fréquences de travail différentes.

Logiquement, comme en RTS, les conditions optimales de travail du capteur correspondent au régime d'écoulement fortement turbulent ( $10 < Re_{agitation} < 3000$ ), pour lequel la distinction entre les différentes surchauffes pariétales est aisée en regard de la précision métrologique des capteurs de température.

### 4.3 Comparaison des capteurs FS et MEMS, des modes de fonctionnement et discussion

La miniaturisation du capteur FS en une structure microsysteme a donc eu plusieurs conséquences :

- La réduction des dimensions en accord avec le cahier des charges. Le capteur microsysteme présente une surface active (zone traversée par le flux de chaleur) de  $1 \text{ mm}^2$  contre  $70 \text{ mm}^2$  avec le capteur FS. Cela a pour conséquence la possibilité d'augmenter la densité de flux de travail et d'augmenter la sensibilité du capteur. Dans le même temps, les dimensions réduites de la puce ainsi que le procédé de réalisation collectif qui a été mis au point vont permettre d'augmenter les capacités de production et d'abaisser les coûts de revient industriels.

- La LOD thermique a été abaissée de  $0,2^\circ\text{C}$  à  $0,05^\circ\text{C}$  conformément aux spécifications du cahier des charges. Cette augmentation de la sensibilité résulte directement des choix technologiques adoptés pour la réalisation du microsysteme. La LOD du capteur est ainsi réduite de  $0,4^\circ\text{C}$  à  $0,1^\circ\text{C}$ .

- L'utilisation d'une faible surface active permet d'atteindre des nombres de Nusselt ou des coefficients de convection plus élevés conformément à la théorie. L'application de densités de flux plus importantes ( $1600 \text{ W/m}^2$  pour le FS et  $8500 \text{ W/m}^2$  pour le microsysteme) tout en conservant une surchauffe pariétale faible (en conditions propres) est alors possible.

- La LOD en termes de résistance thermique surfacique (ou équivalent en épaisseur d'encrassement) résulte directement de la LOD thermique et des densités de flux appliquées. Ces valeurs passent ainsi de  $2,5 \cdot 10^{-4}$  K.m<sup>2</sup>/W à  $1,2 \cdot 10^{-5}$  K.m<sup>2</sup>/W (ou de 170 μm à 7 μm avec  $\lambda = 0,6$  W/(m.K)) traduisant un facteur d'amélioration supérieur à 20. Nous pouvons ainsi effectuer une détection plus précoce, nous pouvons envisager de détecter les premières étapes de formation d'un biofilm mais aussi des biofilms dont la structure est poreuse de type « *mushroom* ».

- La limite de quantification est plus faible. Théoriquement, les modèles du cylindre infiniment long (FS) et de la plaque plane infinie (MEMS) traduisent des évolutions respectivement asymptotiques et linéaires de la surchauffe pariétale en fonction de l'encrassement. Les mesures expérimentales s'écartent rapidement de ces deux modèles du fait de l'apparition des effets de bord. Ainsi, les LOQ maximales passent de 3 mm à 180 μm. A partir d'un certain seuil, il n'est plus possible de mesurer des variations d'épaisseurs d'encrassement. C'est alors que la structure MEMS et le capteur FS apparaissent complémentaires pour couvrir une gamme de mesure de quelques micromètres à plusieurs millimètres.

- Le temps de réponse a été diminué par un facteur 3 mais cette réduction reste bien en deçà des attentes fixées dans le cahier des charges. Ceci s'explique par le fait que même si la mesure se fait à partir de la puce microsysteme, c'est l'ensemble puce et *packaging* (PCB, fils, etc.) qu'il faut prendre en considération. L'inertie de l'ensemble reste encore importante et ne permet d'aboutir à des temps de réponse inférieurs à la seconde.

- Le choix des résistances (implantation ionique) doit nous permettre un fonctionnement entre 0 et 160°C. Ceci reste à vérifier par l'expérience. A noter aussi que des circuits de linéarisation peuvent se révéler nécessaire pour une utilisation sur une large gamme de température puisque la variation des résistances avec la température n'est pas strictement linéaire sur tout le domaine 0 – 160 °C.

- Le capteur microsysteme testé, avec un *gap* de 50μm, permet de résister à des contraintes en pression de 3,5 bars. Cette limite est en deçà des exigences du cahier des charges mais nous savons déjà comment augmenter cette limite soit par un remplissage

approprié des espaces laissés libres par la gravure profonde du silicium, soit par l'utilisation d'un *packaging* adéquat, *packaging* qui doit aussi permettre la résistance chimique du capteur dans un environnement industriel.

L'utilisation d'un nouveau mode de fonctionnement, régime thermique périodique, a permis plusieurs améliorations notables :

- La modulation de la densité de flux permet un fonctionnement du capteur avec une surchauffe pariétale réduite évitant ainsi d'être une force motrice à l'encrassement.
- La métrologie est sécurisée puisque le suivi de l'encrassement se fait à partir de l'évolution de 3 grandeurs : l'amplitude des oscillations en température, le déphasage entre cette réponse et l'excitation en puissance et le calcul d'une moyenne temporelle (dont le double permet de calculer la surchauffe pariétale obtenue en régime thermique permanent).
- Nous pouvons accéder aux propriétés thermo-physiques du dépôt. En effet, les paramètres mesurés, amplitude et déphasage, sont des fonctions de la diffusivité thermique de l'encrassement. Ainsi, parmi les paramètres  $\lambda$ ,  $\rho C_p$  et  $e$ , la connaissance de deux d'entre eux permet de calculer le troisième. Cette information est un pas important dans la quête d'informations concernant la nature de l'encrassement qui permettra, à terme, d'adapter un traitement spécifique pour le nettoyage des équipements.

L'ensemble de ces conclusions est reporté dans le Tableau 32.

	Régime thermique	Information déduite	Conditions d'utilisation	Performances métrologiques déduites		Résistances thermique et mécanique	Validation expérimentale
<b>FS</b> Géométrie cylindrique Surface active : ~ 70 mm <sup>2</sup>	Permanent (RTS)	$R_{th}$ [K/W] e [μm]	Propre (RTS ou RTI)	<b>LOD</b>		Température : 0 – 160°C  Pression : 0 – 30 bars	L / P / I
				Température [°C] : ± 0,4 $R_{th-s}$ [m <sup>2</sup> .K/W] : $2,5 \cdot 10^{-4}$ Epaisseur [μm] : 170			
	<b>Temps de réponse [s]</b>		< 5				
	<b>LOQ<sub>max</sub></b>		$R_{th-s}$ [m <sup>2</sup> .K/W] : < $5 \cdot 10^{-3}$ Epaisseur [mm] : 3				
Périodique (RTI)	$R_{th}$ [K/W] e [μm] a [m <sup>2</sup> /s]	Encrassé (RTS ou RTI)	<b>Temps de réponse [s]</b>		< 30		L / P
<b>MEMS</b> Géométrie plane Surface active : ~ 1 mm <sup>2</sup>	Permanent (RTS)	$R_{th}$ [K/W] e [μm]	Propre (RTS ou RTI)	<b>LOD</b>		Température : 0 – 160°C  Pression : 0 – 3,5 (gap de 50 μm rempli d'air)	L
				Température [°C] : ± 0,1 $R_{th-s}$ [m <sup>2</sup> .K/W] : $1,2 \cdot 10^{-5}$ Epaisseur [μm] : 7			
	<b>Temps de réponse [s]</b>		< 2				
	<b>LOQ<sub>max</sub></b>		$R_{th-s}$ [m <sup>2</sup> .K/W] : < $5 \cdot 10^{-4}$ Epaisseur [μm] : 180				
Périodique (RTI)	$R_{th}$ [K/W] e [μm] a [m <sup>2</sup> /s]	Encrassé (RTS ou RTI)	<b>Temps de réponse [s]</b>		< 10		

Tableau 32 : Synthèse des résultats et comparaison entre capteur FS et capteur MEMS

## - Conclusion -

Les phénomènes d'encrassement dans les procédés industriels sont des phénomènes complexes et à l'origine de nombreux problèmes techniques, financiers et environnementaux.

Les techniques de suivi existantes sont des méthodes généralement globales parfois complexes dans leur mise en œuvre et ne permettent pas de fournir d'informations dans les zones les plus sensibles à l'encrassement d'un équipement.

Dans le cadre de ce travail de thèse, nous avons cherché à développer un capteur peu coûteux, sensible à l'encrassement, facilement implantable dans les procédés et permettant de suivre les cinétiques d'encrassement sans avoir une influence sur le procédé ou l'équipement. L'ensemble des travaux réalisés a conduit à la validation d'une nouvelle méthode pour le suivi de l'encrassement dans les procédés industriels et à la mise au point d'un microsysteme destiné à en faire une mesure extrêmement fine.

Dans le premier chapitre nous nous sommes attachés à développer la problématique posée par l'encrassement dans le milieu industriel. Leurs conséquences sont économiques et environnementales. Nous avons présenté l'état de l'art de l'ensemble des méthodes et mesures permettant le suivi d'un encrassement : elles sont complexes dans leur mise en œuvre, ne permettent ni de cibler des zones critiques favorables à la génération d'un dépôt ni de quantifier de façon précise l'épaisseur d'un encrassement. Enfin, elles n'existent le plus souvent qu'à l'état de prototype. Nous avons ensuite présenté un capteur sur la base d'un principe thermique proposé par l'INRA et commercialisé par Neosens. En pointant les limites du capteur utilisé et son mode de fonctionnement, nous avons été amenés à concevoir une nouvelle méthode de suivi d'encrassement permettant une modulation de la surchauffe pariétale et l'extraction de propriétés thermo-physiques du dépôt non accessibles en ligne jusqu'alors. Ainsi l'utilisation des régimes thermiques périodiques permet de sécuriser la mesure fournie par un capteur d'encrassement puisque l'information est donnée à la fois au travers de la variation d'une amplitude thermique et d'un déphasage entre une réponse thermique et une excitation en puissance. L'apport de ces deux informations permet de collecter des informations complémentaires sur la nature de l'encrassement, caractérisé par sa diffusivité thermique. Les travaux menés sur cette méthode de suivi de l'encrassement ont conduit au dépôt d'un brevet par la société Neosens [65].

Dans le souci d'améliorer les performances métrologiques du capteur, d'en diminuer le coût de fabrication et d'augmenter la capacité de production, nous avons conclu le chapitre en proposant une solution microsysteme.

Le chapitre 2 a permis de détailler les étapes de conception du capteur microsysteme, au travers d'une étude bibliographique et la réalisation de simulations numériques mécaniques et thermiques. Nous avons abouti au choix d'une structure générale monolithique intégrant une membrane mince (1,4  $\mu\text{m}$ ) et des éléments constitutifs – élément chauffant, capteurs de température – du microsysteme. L'étape de conception a été poussée jusqu'à proposer l'assemblage et l'intégration du micro-dispositif dans un support en acier inoxydable, le tout ayant comme objectif de faciliter son déploiement à l'échelle industrielle. La structure fonctionne avec le même principe que le capteur imaginé par l'INRA au début des années 2000 [60].

Dans le chapitre 3, nous avons décrit le procédé de fabrication du micro-dispositif dont le principe et la fabrication ont donné lieu à un dépôt de brevet par la société Neosens [138]. Les installations de la centrale de technologie du LAAS-CNRS ont permis la réalisation d'un capteur monolithique micro-usiné. C'est d'ailleurs, comme nous l'avons vu, ce dernier point qui a nécessité le plus d'ajustements et de précaution dans la mise en place d'un procédé de réalisation collectif et complet. L'utilisation de l'implantation ionique pour la réalisation de capteurs de température a permis d'atteindre des coefficients de température élevés, de l'ordre de 5000 ppm/ $^{\circ}\text{C}$ , en accord avec les données bibliographiques. En outre, précisons que le report de puces sur circuit imprimé est réalisé par un procédé collectif et industrialisable à terme : le procédé *flip chip*. L'ensemble des étapes de fabrication a été contrôlé et caractérisé de façon systématique. Précisons encore que le microsysteme dans sa configuration de « base » – avec un *gap* de 50  $\mu\text{m}$  – peut supporter des pressions maximales de 3,5 bars. Pour répondre aux attentes du cahier des charges (10 bars), un remplissage de cet espace ou un *packaging* adéquat doivent être étudiés.

Les tests de validations finaux ont été menés à l'échelle laboratoire, au LISBP à l'INSA de Toulouse, afin de caractériser le microsysteme. Ils sont développés dans le chapitre 4. Les limites de détection et de quantification ainsi que les temps de réponse ont été considérablement améliorées. Cependant, l'apparition d'effets de bord avec l'augmentation de la résistance thermique à détecter ne nous permettra pas de détecter des encrassements

importants (biofilm dont l'épaisseur dépasse 150  $\mu\text{m}$ ). Le capteur semble donc réservé à une utilisation pour la détection d'encrassements naissants ou à un suivi de l'état de propreté (absence de souillure) des équipements fermés post-sanitation. Il devient un outil complémentaire du capteur FS commercialisé par Neosens (Figure 77).

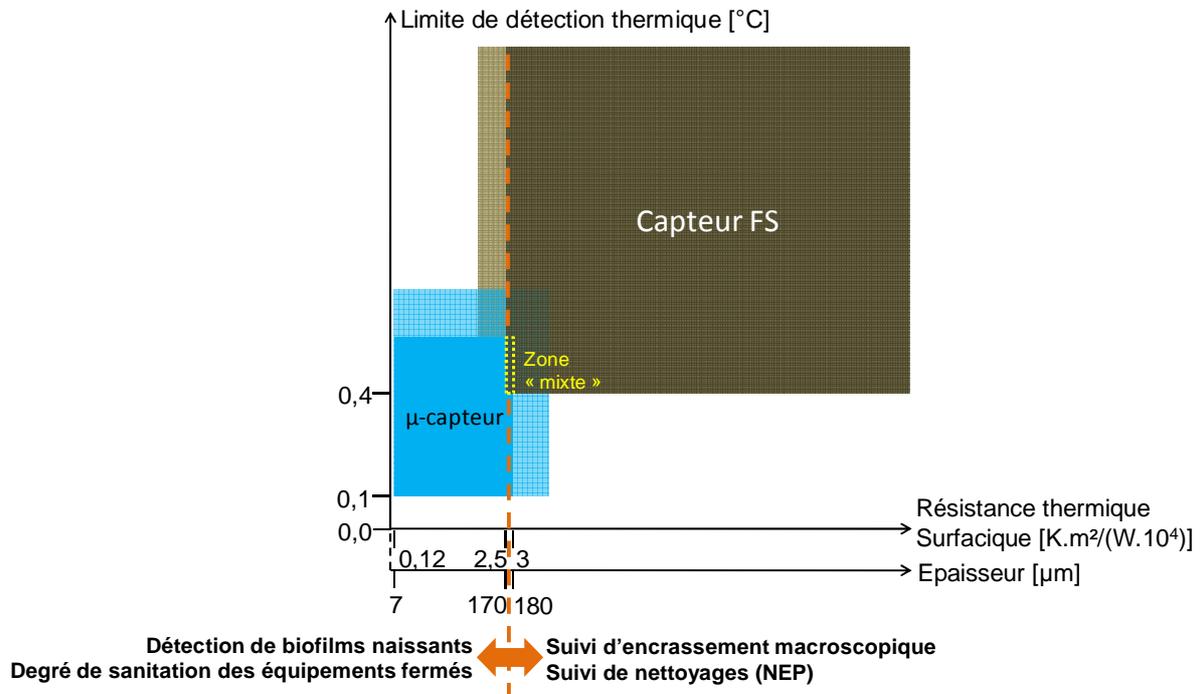


Figure 77 : Domaines et gammes d'utilisation des capteurs FS et microsysteme

Dans le futur, il faudra s'attacher à continuer la caractérisation du micro-capteur. Plusieurs microsystemes doivent être testés et comparés en vue d'un déploiement dans l'industrie. Le dessin de nouveaux masques peut être une solution le développement de capteurs de dimensions différentes que l'on voudra plus résistants aux contraintes mécaniques. D'autres types de membranes pourront aussi être testés, non seulement pour assurer une plus grande résistance mécanique mais aussi en vue de réduire les transferts thermiques entre les deux capteurs de température au sein du microsysteme. De nouvelles alternatives devront être proposées pour l'isolation thermique de la face arrière du composant et la diffusion unilatérale du flux de chaleur généré vers le milieu de mesure en lien avec le *packaging*.

De façon purement prospective, nous pouvons envisager l'intégration de fonctions électroniques sur le microsystème comme des circuits de linéarisation (pour l'exploitation du capteur sur de larges plages de température) ou de commande et traitement.

Même si l'évaluation précise du prix de revient industriel n'a pas été faite, la capacité de production par un procédé collectif et industrialisable permet déjà d'envisager la réduction des coûts de fabrication d'un facteur 100. Cela doit permettre la diffusion du capteur dans le milieu industriel et la multiplication des points de contrôle.

Enfin, si l'utilisation du dispositif en régime thermique périodique nous donne une information complémentaire sur la diffusivité thermique du dépôt, il semble difficile encore d'en déduire sa nature organique ou inorganique. Nous pouvons envisager, de façon prospective, d'associer le principe de détection thermique à des méthodes électrochimiques ou conductimétriques par exemple. Ainsi, des développements futurs doivent prendre cet aspect en considération pour répondre à un nouveau besoin ; la connaissance de la nature de l'encrassement permettra, par exemple, d'adapter un traitement de nettoyage ou une plus fine évaluation d'un risque sanitaire au regard de la nature de l'encrassement déposé.

## - Bibliographie -

1. Kumar C.G. and Anand S.K., *Significance of microbial biofilms in food industry: a review*. International Journal of Food Microbiology, 1998. **42**(1-2): p. 9-27.
2. Bott T.R. *Heat exchanger fouling. The Challenge. Fouling Mechanisms : Theoretical and Practical Aspects*. in Eurotherm Seminar 23. 1992. Grenoble.
3. Bott T.R., *Fouling of Heat Exchangers*. Editions Elsevier, 1995.
4. Epstein N. *Fouling in heat exchangers*. in *Heat Transfer 1978 : 6th International Heat Transfer Conference*. 1978.
5. Flemming H.-C., Tamachkiarowa A., Klahre J. and Schmitt J., *Monitoring of fouling and biofouling in technical systems*. Water Science and Technology, 1998. **38**(8-9): p. 291.
6. Flemming H.C., *Biofouling in water systems - cases, causes and countermeasures*. Applied Microbiology And Biotechnology, 2002. **59**(6): p. 629-640.
7. Ginestet A., *Légionelles: des progrès pour les tours aéroréfrigérantes*. Journal de l'environnement, 2006.
8. Sheikh A.K., Zubair, S. M., Younas, M., Budair, M. O., *A risk based heat exchanger analysis subject to fouling : Economics of heat exchangers cleaning*. Energy 25, Elsevier Editions, 2000: p. 445-461.
9. Bailey K. *Optimize heat exchanger operations by minimizing fouling*. in *Hydrocarbon proceedings*. 1999.
10. Melo L.F. and Bott T.R., *Biofouling in water systems*. 1997. **14**: p. 375-381.
11. Cho Y.I. and Choi B.-G., *Effect of Fouling on Temperature Measurement Error and a Solution*. Journal of Heat Transfer, 1998. **120**: p. 525-528.
12. Duffau C., Grillot J.M., Navarro J.M. and Vidil R., *L'encrassement dans échangeurs : description, prévention et remèdes*. Ed. GRETh ed. 1991.
13. Prakash S., Datta N. and Deeth H., *Methods of detecting fouling caused by heating of milk*. Food Reviews Int., 2005. **21**: p. 267-293.
14. Fillaudeau L., *Investigation of fouling phenomena using hot wire method*. Ed. Dennis R. Heldman, Marcel Dekker Inc. ed. Enc. Agric. Food Biol. Eng. 2006, New York, NY 10016.
15. Janknecht P. and Melo L.F., *Online Biofilm Monitoring* Rev. Environ. Sci. Biotechnol., 2003. **2**: p. 269-283.
16. Fillaudeau L., Crattelet J. and Auret L., *Fouling monitoring using differential thermal analyse under steady and periodic heat flux*. Taylor & Francis Group ed. Encyclopedia of Agricultural, Food, and Biological Engineering. 2010.
17. Corrieu G., Lalande M. and Ferret R., *Mesure en ligne de l'encrassement et du nettoyage d'un stérilisateur UHT industriel*. J. Food Eng., 1986. **5**: p. 231-248.
18. Jones A.D., Ward N.J., Schreier P.J.R. and Fryer P.J. *The use of a heat flux sensor in monitoring fouling*. in *Proceedings of Fouling and Cleaning in Food Processing*. 1994. University of Cambridge (Cambridge, UK).
19. Truong T. and Anema S. *The use of heat flux sensor for in-line monitoring of fouling of non-heated surfaces*. in *Proceeding of Fouling and Cleaning in Food Processing*. 2002. University of Cambridge (Cambridge, UK): Belmar-Beiny MT, Fryer PJ, Eds.
20. Davies T.J., Henstridge S.C., Gillham C.R. and Wilson D.I., *Investigation of whey protein deposit properties using heat flux sensors*. Food and Bioproducts Processing, 1997. **75**(C2): p. 106-110.
21. Delplace F., *Identification des échangeurs de chaleur à plaques. Application à l'étude de l'encrassement par les produits laitiers*. 1995, Université Henri Poincaré: Nancy I, France.
22. Lalande M., Tissier J.P. and Corrieu G., *Fouling of a Plate Heat-Exchanger Used in Ultra-High-Temperature Sterilization of Milk*. Journal of Dairy Research, 1984. **51**(4): p. 557-568.

23. Beuf M., *Conséquence des modifications de surface de l'acier inoxydable sur l'encrassement, le nettoyage et l'hygiène des échangeurs à plaques traitant des produits laitiers*. 2003, Université de Technologie de Compiègne: Compiègne, France.
24. Wolf G., Crespo J.G. and Reis M.A.M., *Optical and spectroscopic methods for biofilm examination and monitoring*, in *Reviews in Environmental Science and Biotechnology*, S. Netherlands, Editor. 2002. p. 227-251.
25. Hardy J., Fanni J. and Scher J., *Une méthode turbidimétrique de mesure de la coagulation du lait*. *Revue laitière française*, 1985. **441**: p. 13-18.
26. Van Asselt A.J., Van Houwelingen G. and Giffel M.C.T., *Monitoring system for improving cleaning efficiency of cleaning-in-place processes in dairy environments*. *Food And Bioproducts Processing*, 2002. **80**(C4): p. 276-280.
27. Payne F.A., Hicks C.L. and Shen P.S., *Predicting Optimal Cutting Time of Coagulating Milk Using Diffuse Reflectance*. *Journal of Dairy Science*, 1993. **76**(1): p. 48-61.
28. Payne F.A. *Fiber optic diffuse reflectance sensor - An analytical sensor for cheesemaking*. in *Food Processing Automation III Conference*. 1994. Florida: Am. Soc. Agri. Eng.
29. Bakke R., Kommedal R. and Kalvenes S., *Quantification of biofilm accumulation by an optical approach*. *Journal of Microbiological Methods*, 2001. **44**(1): p. 13-26.
30. Tamachkiarow A. and Flemming H.C., *On-line monitoring of biofilm formation in a brewery water pipeline system with a fibre optical device*. *Water Science And Technology*, 2003. **47**(5): p. 19-24.
31. Chen X.D., Li D.X.Y., Lin S.X.Q. and Ozkan N., *On-line fouling/cleaning detection by measuring electric resistance-equipment development and application to milk fouling detection and chemical cleaning monitoring*. *Journal of Food Engineering*, 2004. **61**(2): p. 181-189.
32. Mauricio R., Dias C.J. and Santana F., *Monitoring biofilm thickness using a non-destructive, on-line, electrical capacitance technique*. *Environmental Monitoring and Assessment*, 2006. **119**(1-3): p. 599-607.
33. Munoz-Berbel X., Munoz F.J., Vignes N. and Mas J., *On-chip impedance measurements to monitor biofilm formation in the drinking water distribution network*. *Sensors and Actuators B-Chemical*, 2006. **118**(1-2): p. 129-134.
34. Bressel A., Schultze J.W., Khan W., Wolfaardt G.M., Rohns H.P., Irmscher R. and Schoning M.J., *High resolution gravimetric, optical and electrochemical investigations of microbial biofilm formation in aqueous systems*. *Electrochimica Acta*, 2003. **48**(20-22): p. 3363-3372.
35. Dheilly A., Linossier I., Darchen A., Hadjiev D., Corbel C. and Alonso V., *Monitoring of microbial adhesion and biofilm growth using electrochemical impedancemetry*. *Applied Microbiology and Biotechnology*, 2008. **79**(1): p. 157-164.
36. Herbert-Guillou D., Tribollet B., Festy D. and Kiene L., *In situ detection and characterization of biofilm in waters by electrochemical methods*. *Electrochimica Acta*, 1999. **45**(7): p. 1067-1075.
37. Gunasekaran S. and Ay C., *Milk coagulation cut-time determination using ultrasonics*. *Journal of Food Process Engineering*, 1996. **19**(1): p. 63-73.
38. Hay T.R. and Rose J.L., *Fouling detection in the food industry using ultrasonic guided waves*. *Food Control*, 2003. **14**(7): p. 481.
39. Lohr K. and Rose J.L., *Ultrasonic guided wave and acoustic impact methods for pipes fouling detection*. *J. Food Eng.*, 2003. **56**: p. 315-324.
40. Withers P., *Ultrasonic Sensor for the Detection of Fouling in Uht Processing Plants*. *Food Control*, 1994. **5**(2): p. 67-72.
41. Withers P.M., *Ultrasonic, acoustic and optical techniques for the non-invasive detection of fouling in food processing equipment*. *Trends in Food Science & Technology*, 1996. **7**(9): p. 293-298.
42. Pang P., Xiao X.L., Cai Q.Y., Yao S.Z. and Grimes C.A., *A wireless magnetoelastic-sensing device for in situ evaluation of Pseudomonas aeruginosa biofilm formation*. *Sensors and Actuators B-Chemical*, 2008. **133**(2): p. 473-477.

43. Merheb B., Nassar G., Nongaillard B., Delaplace G. and Leuliet J.C., *Design and performance of a low-frequency non-intrusive acoustic technique for monitoring fouling in plate heat exchangers*. Journal of Food Engineering, 2007. **82**(4): p. 518.
44. Pereira A., Rosmaninho R., Mendes J. and Melo L.F., *Monitoring deposit build-up using a novel mechatronic surface sensor (MSS)*. Food and bioproducts processing 2006. **84**(4): p. 366-370.
45. Tuladhar T.R., Paterson W.R., Macleod N. and Wilson D.I., *Development of a novel non-contact proximity gauge for thickness measurement of soft deposits and its application in fouling studies*. Canadian Journal of Chemical Engineering, 2000. **78**(5): p. 935-947.
46. Majors P.D., McLean J.S., Pinchuk G.E., Fredrickson J.K., Gorby Y.A., Minard K.R. and Wind R.A., *NMR methods for in situ biofilm metabolism studies*. Journal of Microbiological Methods, 2005. **62**(3): p. 337-344.
47. Ludensky M., *Control and monitoring of biofilms in industrial applications*. International Biodeterioration & Biodegradation, 2003. **51**(4): p. 255-263.
48. Fillaudeau L., Debreyne P., Ronse G., Guerin R., Doubrovine N., Bonnet B., Desmaret J., Crattelet J. and Auret L., *Contrôle d'un encrassement laitier en procédé continu : comparaison de trois méthodes*. Industries Alimentaires et Agricoles, 2008: p. 12-21.
49. Burton H., *A comparison between a hot wire laboratory apparatus and a plate heat exchanger for determining the sensitivity of milk to deposit formation*. J. Dairy Res., 1966. **33**: p. 317-324.
50. Fryer P.J., *The Uses of Fouling Models in the Design of Food Process Plant*. Journal of the Society of Dairy Technology, 1989. **42**(1): p. 23-29.
51. Kern D.Q., *Temperature. Process Heat Transfer*. 1950. p. 85-101.
52. Perez L., *Développement, étude de performances et intégration de sondes thermiques pour la caractérisation de l'encrassement d'échangeurs tubulaires à courants croisés*. 2003.
53. Hori T., *Objective Measurements of the Process of Curd Formation During Rennet Treatment of Milks by the Hot-Wire Method*. Journal of Food Science, 1985. **50**(4): p. 911-917.
54. Bellon J.L., Quiblier J.P., Durier C. and Noel Y., *Un nouveau capteur industriel de mesure du temps de coagulation du lait*. Technique laitière, 1988. **1031**: p. 29-32.
55. Dulac A., *Etude de la réponse d'une méthode thermique pour suivre la coagulation du lait*. 1990, Université de Compiègne: Compiègne, France.
56. Miyawaki O., Sato Y., Yano T., Ito K. and Saeki Y., *Fundamental-Aspects of Viscosity Monitoring by the Hot-Wire Technique*. Journal of Food Science, 1990. **55**(3): p. 854-857.
57. Shimada K., Sakai Y., Nagamatsu K., Hori T. and Hayashi R., *Gel-setting and gel-melting temperatures of aqueous gelatin solutions under high pressure measured by a hot-wire method*. Bioscience Biotechnology and Biochemistry, 1996. **60**(8): p. 1349-1350.
58. Passos E.F., Monteiro P.S., Oliveira R.C., Martins J.G.O., Alves H.G. and Brandao S.C.C., *Predicting the cutting time of coagulating milk for cheese production using a heated thermistor*. Journal of Food Science, 1999. **64**(5): p. 879-882.
59. Auvergne A., Lekhal D., Surel O. and Bayourthe C., *Utilisation d'un coagulomètre à fil chaud en technologie fermière*. Ind. Alim. Agr., 2002(Juillet-Août): p. 9-13.
60. Fillaudeau L., Debreyne P., Cardenas R. and Korolzuck J., *Méthode et système pour la mesure et l'étude de l'encrassement d'un réacteur*. 2006.
61. Pryfogle P.A., Mines G.L., Sperry T.L. and Allred R.G. *Investigation of an electrochemical monitor for tracking biofilm development at the Bonnett Geothermal Plant, Cove Fort, Utah*. in *Geothermal Resources Council (GRC) meeting*. 2002. Reno, USA.
62. Pereira A., Melo L.F., Martins J. and Freire M. *Fouling and cleaning monitoring using the MSS - Industrial perspective*. in *International Conference on Heat Exchanger Fouling and Cleaning VIII*. 2009. Shladming, Austria.
63. Cloete T.E. and Maluleke M.R., *The use of the Rotoscope as an online, real-time, non-destructive biofilm monitor*. Water Science and Technology, 2005. **52**(7): p. 211-216.

64. Gnielinski V. and Churchill S.W., *Single phase convective heat transfer*. Hemisphere Publishing Corporation ed, ed. J.B.G. Brenda Munz Brienza, Lynne L. Vol. 2. 1983.
65. Crattelet J., Fillaudeau L. and Auret L., *Procédé de mesure ou de détection de l'encrassement d'un réacteur*. 2009.
66. Jannot Y., *Transferts thermiques*. Cours de l'Ecole des Mines de Nancy. 2009. 160.
67. Hewitt G.F., *Heat Exchanger Design Handbook*. Vol. 2. 2002, London, UK.
68. Shah R.K. and London A.L., *Laminar flow forced convection in duct*. 1978, New York: Academic Press.
69. Bimbenet J.-J., Duquenoy A. and Trystram G., *Génie des Procédés Alimentaires*. Dunod ed. 2007. 573.
70. Padet J., *Convection thermique et massique - Nombre de Nusselt*. Techniques de l'Ingénieur, 2005.
71. Wiberg R. and Lior N., *Heat transfer from a cylinder in axial turbulent flows*. International Journal of Heat and Mass Transfer, 2005. **48**(8): p. 1505-1517.
72. Peczalski R. and Laurent M., *Transferts dans les aliments solides - Outils simplifiés de calcul*. Techniques de l'Ingénieur, 2001.
73. Lamvik M., *Determination of thermal diffusivity of solids by use of periodic heat flow*. International Journal of Thermophysics, 1980. **1**(2): p. 233-242.
74. Griesinger A., Heidemann W. and Hahne E., *Investigation on measurement accuracy of the periodic hot-wire method by means of numerical temperature field calculations*. International Communications in Heat and Mass Transfer, 1999. **26**(4): p. 451-465.
75. Glass D.E. and Ozisik M.N., *Transient Temperatures from Periodic Surface Heat-Flux for Slabs, Cylinders, and Spheres*. Warme Und Stoffübertragung-Thermo and Fluid Dynamics, 1988. **22**(3-4): p. 179-183.
76. Czarnetzki W. and Roetzel W., *Temperature Oscillation Techniques for Simultaneous Measurement of Thermal-Diffusivity and Conductivity*. International Journal of Thermophysics, 1995. **16**(2): p. 413-422.
77. Fukai J., Nogami H., Miura T. and Ohtani S., *Simultaneous Estimation of Thermophysical Properties by Periodic Hot-Wire Heating Method*. Experimental Thermal and Fluid Science, 1991. **4**(2): p. 198-204.
78. Lahoucine C.O. and Khellaf A., *Periodic method: Correction for thermocouple and simultaneous estimation of thermal conductivity and thermal diffusivity*. Review of Scientific Instruments, 2004. **75**(7): p. 2356-2361.
79. Bison P.G., Marinetti S., Mazzoldi A., Grinzato E. and Bressan C., *Cross-comparison of thermal diffusivity measurements by thermal methods*. Infrared Physics & Technology, 2002. **43**(3-5): p. 127-132.
80. Irace A. and Sarro P.M., *Measurement of thermal conductivity and diffusivity of single and multilayer membranes*. Sensors and Actuators a-Physical, 1999. **76**(1-3): p. 323-328.
81. Crattelet J., Auret L., Debreyne P., Boukabache A., Estève D. and Fillaudeau L., *Investigation of steady and unsteady thermal regimes to monitor fouling in industrial processes*, in *8th WCCE*. 2009: Montréal, Canada.
82. Strub F., Castaing-Lasvignottes J., Strub M., Pons M. and Monchoux F., *Second law analysis of periodic heat conduction through a wall*. International Journal of Thermal Sciences, 2005. **44**(12): p. 1154-1160.
83. Khaled A.R.A., *Conduction heat and entropy transfer in a semi-infinite medium and wall with a combined periodic heat flux and convective boundary condition*. International Journal of Thermal Sciences, 2008. **47**(1): p. 76-83.
84. Taine J., Iacona E. and Petit J.-P., *Transferts thermiques - Introduction aux transferts d'énergie*. Dunod ed, ed. Dunod. 1998. 478.
85. Crabol J., *Transferts de chaleur*. Masson ed. Masson, ed. N.J. M. 1990. 272.
86. Cole K.D. and Crittenden P.E., *Steady-Periodic Heating of a Cylinder*. Journal of Heat Transfer-Transactions of the Asme, 2009. **131**(9).

87. Cossali G.E., *Periodic heat conduction in a solid homogeneous finite cylinder*. International Journal of Thermal Sciences, 2009. **48**(4): p. 722-732.
88. Zanchini E. and Pulvirenti B., *Periodic heat conduction with relaxation time in cylindrical geometry*. Heat and Mass Transfer, 1998. **33**(4): p. 319-326.
89. Nguyen N.T. and Kiehnscherf R., *Low-Cost Silicon Sensors for Mass-Flow Measurement of Liquids and Gases*. Sensors and Actuators a-Physical, 1995. **49**(1-2): p. 17-20.
90. Rasmussen A., Mavriplis C., Zaghoul M.E., Mikulchenko O. and Mayaram K., *Simulation and optimization of a microfluidic flow sensor*. Sensors and Actuators a-Physical, 2001. **88**(2): p. 121-132.
91. Lewandowski Z. and Beyenal H., *Use of microsensors to study biofilms*, in *Biofilms in medicine, industry and environmental biotechnology—Characteristics, analysis and control*, V.O.F. P. Lens, A. Moran, P. Stoodley, and T. Mahony, Editor. 2003, IWA Publishing: London. p. 375-412.
92. Stenberg M., Stemme G., Kittilsland G. and Pedersen K., *A Silicon Sensor for Measurement of Liquid Flow and Thickness of Fouling Biofilms*. Sensors and Actuators, 1988. **13**(3): p. 203-221.
93. Rasmussen A. and Zaghoul M.E., *In the flow with MEMS*. IEEE Circuits & Devices, 1998. **14**(4): p. 12-25.
94. Van Oudheusden B.W., *Silicon Thermal Flow Sensors*. Sensors and Actuators a-Physical, 1992. **30**(1-2): p. 5-26.
95. Ji-song H., Kadowaki T., Sato K. and Shikida M., *Fabrication of thermal-isolation structure for microheater elements applicable to fingerprint sensors*. Sensors and Actuators a-Physical, 2002. **100**(1): p. 114-122.
96. Briand D., *Thermally Isolated Microelectronic Devices for Gas Sensing Applications*. 2001, University of Neuchâtel: Neuchâtel, Suisse.
97. Courbat J., Briand D. and de Rooij N.F., *Reliability improvement of suspended platinum-based micro-heating elements*. Sensors and Actuators a-Physical, 2008. **142**(1): p. 284-291.
98. Meng E., Li P.Y. and Tai Y.C., *A biocompatible Parylene thermal flow sensing array*. Sensors and Actuators a-Physical, 2008. **144**(1): p. 18-28.
99. Briand D., Colin S., Gangadharaiyah A., Vela E., Dubois P., Thiery L. and de Rooij N.F., *Micro-hotplates on polyimide for sensors and actuators*. Sensors and Actuators a-Physical, 2006. **132**(1): p. 317-324.
100. Stemme G. *Micro fluid sensors and actuators*. in *Micro Machine and Human Science (MHS '95)*. 1995. Nagoya , Japan.
101. Vanderwiel A.J., Linder C., Derooij N.F. and Bezinge A., *A Liquid Velocity Sensor-Based on the Hot-Wire Principle*. Sensors and Actuators a-Physical, 1993. **37-8**: p. 693-697.
102. Mailly F., Giani A., Bonnot R., Temple-Boyer P., Pascal-Delannoy F., Foucaran A. and Boyer A., *Anemometer with hot platinum thin film*. Sensors and Actuators a-Physical, 2001. **94**(1-2): p. 32-38.
103. Hung S.T., Wong S.C. and Fang W.L., *The development and application of microthermal sensors with a mesh-membrane supporting structure*. Sensors and Actuators a-Physical, 2000. **84**(1-2): p. 70-75.
104. Rossi C., Temple-Boyer P. and Esteve D., *Realization and performance of thin SiO<sub>2</sub>/SiN<sub>x</sub> membrane for microheater applications*. Sensors and Actuators a-Physical, 1998. **64**(3): p. 241-245.
105. Kohl F., Jachimowicz A., Steurer J., Glatz R., Kuttner J., Biacovsky D., Olcaytug F. and Urban G., *A Micromachined Flow Sensor for Liquid and Gaseous Fluids*. Sensors and Actuators a-Physical, 1994. **41**(1-3): p. 293-299.
106. Burian E., Pogany D., Lalinsky T., Seliger N. and Gornik E., *Thermal simulation and characterization of GaAs micromachined power-sensor microsystems*. Sensors and Actuators a-Physical, 1998. **68**(1-3): p. 372-377.

107. Shen C.H. and Gau C., *Heat exchanger fabrication with arrays of sensors and heaters with its micro-scale impingement cooling process analysis and measurements*. Sensors and Actuators a-Physical, 2004. **114**(2-3): p. 154-162.
108. Stemme G.N., *A Monolithic Gas-Flow Sensor with Polyimide as Thermal Insulator*. Ieee Transactions on Electron Devices, 1986. **33**(10): p. 1470-1474.
109. Xiao S.Y., Che L.F., Li X.X. and Wang Y.L., *A cost-effective flexible MEMS technique for temperature sensing*. Microelectronics Journal, 2007. **38**(3): p. 360-364.
110. Lysenko V., Boarino L., Bertola M., Remaki B., Dittmar A., Amato G. and Barbier D., *Theoretical and experimental study of heat conduction in as-prepared and oxidized meso-porous silicon*. Microelectronics Journal, 1999. **30**(11): p. 1141-1147.
111. Furjes P., Kovacs A., Ducso C., Adam M., Muller B. and Mescheder U., *Porous silicon-based humidity sensor with interdigital electrodes and internal heaters*. Sensors and Actuators B-Chemical, 2003. **95**(1-3): p. 140-144.
112. Kan P.Y.Y. and Finstad T.G., *Oxidation of macroporous silicon for thick thermal insulation*. Materials Science and Engineering B-Solid State Materials for Advanced Technology, 2005. **118**(1-3): p. 289-292.
113. Crattelet J., Boukabache A., Salvagnac L., Estève D., Fillaudeau L. and Auret L. *Micro-capteur pour la mesure en ligne et en continu de l'encrassement dans les procédés industriels et de traitement de l'eau*. in *5ème Colloque Interdisciplinaire en Instrumentation (C2I 2010)*. 2010. Le Mans, France.
114. Jugieu D., *Conception et réalisation d'une matrice de microéjecteurs thermiques adressables individuellement pour la fonctionnalisation de biopuces*. 2005, Université de Toulouse: Toulouse.
115. Tabata O. and Tsuchiya T., *Material Properties: Measurement and Data* in *MEMS: A Practical Guide to Design, Analysis, and Applications*. 2006. p. 53-92.
116. Gad-el-Hak M., *MEMS: Introduction and Fundamentals*, in *The MEMS Handbook, Second Edition*, V.C.U. Mohamed Gad-el-Hak, Richmond, USA, Editor. 2006. p. 16-32.
117. Yang J. and Paul O. *Fracture Properties of Thermal Silicon Oxide Thin Films from the Load-Deflection of Long SiNx/SiO<sub>2</sub> Membranes*. in *Nano/Micro Engineered and Molecular Systems, 2006. NEMS '06*. 2006. Zhuhai, China.
118. Glaninger A., Jachimowicz A., Kohl F., Chabicovsky R. and Urban G., *Wide range semiconductor flow sensors*. Sensors and Actuators a-Physical, 2000. **85**(1-3): p. 139-146.
119. Pelissier K., Chartier T. and Laurent J.M., *Silicon carbide heating elements*. Ceramics International, 1998. **24**(5): p. 371-377.
120. Bonnier G. and Ronsin H., *Thermistances CTN et autres thermomètres à semi-conducteurs*, in *Techniques de l'Ingénieur*.
121. Urban G., Jachimowicz A., Kohl F., Kuttner H., Olcaytug F., Kamper H., Pittner F., Mannbuxbaum E., Schalkhammer T., Prohaska O. and Schonauer M., *High-Resolution Thin-Film Temperature Sensor Arrays for Medical Applications*. Sensors and Actuators a-Physical, 1990. **22**(1-3): p. 650-654.
122. Neda T., Nakamura K. and Takumi T., *A polysilicon flow sensor for gas flow meters*. Sensors and Actuators a-Physical, 1996. **54**(1-3): p. 626-631.
123. Parret F., *Méthode d'analyse sélective et quantitative d'un mélange gazeux à partir d'un microcapteur à oxyde métallique nanoparticulaire*. 2006, Université de Toulouse: Toulouse. p. 224.
124. Crattelet J., Boukabache A., Auret L., Fillaudeau L. and Estève D. *Fouling measurement using a thermal-based microsystem*. in *20th workshop on micromachining, micro mechanics and micro systems (MME 09)*. 2009. Toulouse, France.
125. Boukabache A. and Pons P., *Doping effects on thermal behaviour of silicon resistor*. Electronics Letters, 2002. **38**(7): p. 342-343.

126. Scarfone L.M. and Chlipala J.D., *Theoretical Estimates of the Sheet Resistance of Gaussian N-Type Ion-Implanted Layers in Semiconductors - Phosphorus in Silicon*. Solid-State Electronics, 1979. **22**(6): p. 559-566.
127. Arora N.D., Hauser J.R. and Roulston D.J., *Electron and Hole Mobilities in Silicon as a Function of Concentration and Temperature*. Ieee Transactions on Electron Devices, 1982. **29**(2): p. 292-295.
128. Li S.S., *Dopant Density and Temperature-Dependence of Hole Mobility and Resistivity in Boron Doped Silicon*. Solid-State Electronics, 1978. **21**(9): p. 1109-1117.
129. Li S.S. and Thurber W.R., *Dopant Density and Temperature-Dependence of Electron-Mobility and Resistivity in N-Type Silicon*. Solid-State Electronics, 1977. **20**(7): p. 609-616.
130. Ku S.M., *Boron-Implanted Silicon Resistors*. Solid-State Electronics, 1977. **20**(10): p. 803-812.
131. Norton P. and Brandt J., *Temperature-Coefficient of Resistance for P-Type and N-Type Silicon*. Solid-State Electronics, 1978. **21**(7): p. 969-974.
132. Nogue M.G.I., Akbarsyah I.J., Bolhuis-Versteeg L.A.M., Lammertink R.G.H. and Wessling M., *Vibrating polymeric microsieves: Antifouling strategies for microfiltration*. Journal of Membrane Science, 2006. **285**(1-2): p. 323-333.
133. Koh C.N., Wintgens T., Melin T. and Pronk F., *Microfiltration with silicon nitride microsieves and high frequency backpulsing*. Desalination, 2008. **224**(1-3): p. 88-97.
134. Beech I.B., Sunner J.A. and Hiraoka K., *Microbe-surface interactions in biofouling and biocorrosion processes*. International Microbiology, 2005. **8**(3): p. 157-168.
135. Voskerician G., Shive M.S., Shawgo R.S., von Recum H., Anderson J.M., Cima M.J. and Langer R., *Biocompatibility and biofouling of MEMS drug delivery devices*. Biomaterials, 2003. **24**(11): p. 1959-1967.
136. Kozłowski A., *Matériaux au contact des denrées. Législation et réglementation*. Techniques de l'Ingénieur.
137. Kozłowski A., *Contact alimentaire. Principaux matériaux autorisés*. Techniques de l'Ingénieur.
138. Crattelet J., Auret L., Boukabache A., Estève D. and Fillaudeau L., *Capteur microsystème de mesure ou de détection d'encrassement*. 2009.
139. Chung C.K., *Geometrical pattern effect on silicon deep etching by an inductively coupled plasma system*. Journal of Micromechanics and Microengineering, 2004. **14**(4): p. 656-662.
140. Yeom J., Wu Y. and Shannon M.A., *Critical aspect ratio dependence in deep reactive ion etching of silicon*, in *Boston Transducers'03: Digest of Technical Papers, Vols 1 and 2*. 2003, Ieee: New York. p. 1631-1634.
141. Cappi B., Neuss S., Salber J., Telle R., Knuchel R. and Fischer H., *Cytocompatibility of high strength non-oxide ceramics*. Journal of Biomedical Materials Research Part A. **93A**(1): p. 67-76.
142. Gustavsson J., Altankov G., Errachid A., Samitier J., Planell J.A. and Engel E., *Surface modifications of silicon nitride for cellular biosensor applications*. Journal of Materials Science-Materials in Medicine, 2008. **19**(4): p. 1839-1850.
143. Pécastaings S. and Crattelet J., *Rapport d'activités - Projet Région "Biofilm"*. 2009.
144. Roch L., Bidaud P., Collard D. and Buchaillet L., *Fabrication and characterization of an SU-8 gripper actuated by a shape memory alloy thin film*. J. Micromech. Microeng., 2003. **13**(2): p. 330.