

UNIVERSITÉ DE NANTES
Ecole polytechnique de l'Université de Nantes

ÉCOLE DOCTORALE
SCIENCES POUR L'INGENIEUR, GEOSCIENCE, ARCHITECTURE DE NANTES

Année 2013

N° attribué par la bibliothèque

--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

Conception, réalisation et mise en œuvre
de fluxmètres thermiques passif et dynamique à base
de couches minces

THÈSE DE DOCTORAT
Discipline : Sciences de l'Ingénieur
Spécialité : Thermique et Energétique

*Présentée
et soutenue publiquement par*

Boussad AZEROU

Le 1^{er} juillet 2013, devant le jury ci-dessous

Président	Najib LARAQI	Professeur, Université Paris X
Rapporteur	Philippe LE-MASSON	Professeur, Université Bretagne Sud
Rapporteur	Patrick SALAGNAC	Professeur, Université de La rochelle
Examineur	Ahmed OULD EL MOCTAR	Maître de conférence HDR, Université de Nantes
Examineur	Abdeljalil LAHMAR	Professeur, Université de Nantes
Examineur	Bertrand GARNIER	Chargé de recherche CNRS, LTN, Université de Nantes

*Directeur de thèse : Abdeljalil LAHMAR
Co-directeur : Bertrand GARNIER*

ED :
(Uniquement pour STIM et SPIGA)

Je dédie ce travail en signe de respect et de reconnaissance

A mes parents

A mes frères et sœurs

A tous mes amis (es)

Remerciements

Ce travail de thèse a été mené au sein du laboratoire de thermocinétique (UMR CNRS 6607) de l'école polytechnique de l'université de Nantes.

Ma profonde reconnaissance va à Monsieur le Professeur Jalil LAHMAR qui a bien voulu m'y accueillir pour la direction scientifique de ce travail ainsi que pour le soutien permanent et les précieux conseils dont il m'a fait profiter tout au long de cette étude, à Monsieur Bertrand GARNIER, chargé de recherche CNRS, qui a contribué pour l'orientation de ce travail dans la bonne direction, qui m'a aidé de ses connaissances, de son expérience et de ses critiques judicieuses. Pendant mes trois ans de thèse, j'ai pu apprécier les remarquables qualités humaines et la grande compétence scientifique de mes encadrants. Qu'ils trouvent ici toute ma respectueuse gratitude.

J'adresse mes remerciements les plus sincères à Monsieur le Professeur Najib LARAQI, de l'université de Paris 10, qui m'a fait l'honneur de présider le jury. Je témoigne ma gratitude à Monsieur le professeur Philippe LE MASSON, de l'université de Bretagne Sud, ainsi qu'à Monsieur le professeur Patrick SALAGNAC, de l'université de LA Rochelle qui ont accepté de rapporter ce travail et m'honorer de leur participation au jury.

Mes remerciements vont également à Monsieur Marc Brunet, ingénieur d'études en électronique à l'école polytechnique de l'université de Nantes pour la réalisation des dépôts en couches minces, à Madame Nicole LANGLOIS, responsable de l'équipement profilomètre à l'institut des matériaux de Nantes (IMN), Yan et Benjamin pour les mesures d'épaisseurs par profilométrie et à Monsieur Ahmed OULD EL MOKTAR, maître de conférences à l'école polytechnique de l'université de Nantes pour les bons conseils et les bonnes démarches scientifiques à suivre pour l'utilisation de la soufflerie.,

Je tiens aussi à témoigner mon profond respect pour toute l'équipe de recherche du laboratoire, je remercie tous les membres pour les services qu'ils m'ont rendus et les précieux conseils qu'ils m'ont donnés, les membres de personnel technique du laboratoire pour leur disponibilité et leur énergie. Je voudrais enfin exprimer ma gratitude à mes notamment mes collègues de bureau, bref tous ceux qui ont contribué à rendre agréable mon séjour au LTN.

Enfin, je remercie également tous ceux qui m'ont aidé et soutenu de près ou de loin, par leurs orientations, renseignements, informations diverses, ainsi que toutes les facilités qu'ils m'ont prodigués pour accéder à l'information et de mener à bien mon étude.

Table des matières

TABLE DES MATIERES	I
NOMENCLATURE	V
LISTE DES FIGURES	IX
LISTE DES TABLEAUX	XIII
INTRODUCTION GENERALE	1
CHAPITRE I : ETAT DE L'ART SUR LES FLUXMETRES ET LA MESURE DE FLUX THERMIQUE	5
I.1 Mesure de flux de chaleur :	7
I.2 Principe de mesure de flux de chaleur : méthodes directes et méthodes indirectes	8
1.2.1 Méthodes directes.....	8
1.2.1.1 Fluxmètres à gradient normal ou tangentiel	8
1.2.1.2 Fluxmètre à dissipation électrique (méthode de zéro).....	9
1.2.1.3 Fluxmètre enthalpique	10
1.2.2 Méthodes indirectes (méthodes inverses).....	10
I.3 Principaux capteurs fluxométriques passifs existants et métrologie thermique à base de couches minces.....	11
1.3.1 Introduction.....	11
1.3.2 Généralités sur la thermométrie à base de couches minces	12
1.3.2.1 Généralités.....	12
1.3.2.2 Thermorésistances	12
1.3.2.3 Thermocouples	14
1.3.3 Principaux fluxmètres existants	17
1.3.3.1 Fluxmètres surfaciques.....	17
1.3.3.2 fluxmètres à très faible perturbation thermique	22
I.4 Fluxmètres dynamiques ou destinés au suivi de variation microclimatique.....	26
I.5 Conclusion	28
CHAPITRE II : COEFFICIENT DE TEMPERATURE DE LA RESISTIVITE ELECTRIQUE DE COUCHES MINCES METALLIQUES	29
II.1 Techniques générales de dépôts de couches minces.....	31
II.2 La technique de dépôt par pulvérisation cathodique (Sputtering)	32

II.2.1 Principe de pulvérisation cathodique.....	32
II.2.2 Dispositif de la pulvérisation cathodique.....	33
II.3 Préparation des échantillons	34
II.3.1 Conditions d'élaboration.....	34
II.3.2 Mesure d'épaisseur des dépôts métalliques	37
II.4. Dispositif expérimental pour les mesures électriques	38
II.5 Mesure et caractérisations électriques	39
II.5.1 Mesure de la résistance électrique	39
II.5.2 La résistivité électrique	40
II.5.3 Le coefficient de température	41
II.6 Effet des conditions d'élaboration sur le coefficient de température des dépôts en couches minces.....	41
II.6.1 Effet de temps du dépôt sur le coefficient de température.....	46
II.6.2 Effet de la pression d'argon sur le coefficient de température	46
II.6.3 Effet de la nature du métal déposé sur le coefficient de température	47
II.6.4 Effet de la nature du substrat utilisé sur le coefficient de température.....	47
II.7 Choix du matériau déposé et du substrat	48
II.8. Conclusion	50
CHAPITRE III : FLUXMETRE PASSIF A BASE DE COUCHES MINCES.....	51
III.1 Présentation des nouveaux fluxmètres passifs	53
III.1.1 Principe et description des nouveaux fluxmètres.....	53
III.1.2 Fabrication des substrats instrumentés.....	54
III.1.3 Mesure de température par montage 4 fils	56
III.2 Etalonnage des capteurs	57
III.3 Calcul de l'effet Joule et de l'auto-échauffement des nouveaux capteurs fluxmétriques passifs.....	58
III.3.1 Modélisation électrothermique d'une seule thermorésistance sur substrat de polyimide	59
III.3.2 Effet de l'intensité du courant électrique sur l'autoéchauffement de la thermoresistance	61
III.4 Tests de performance du nouveau fluxmètre	63
III.4.1 Introduction.....	63
III.4.2 Système d'acquisition.....	67
III.4.3 Test préliminaire : symétrie du dispositif.....	67
III.5 Technique d'estimation de flux de chaleur par spécification de fonction.....	70
III.5.1 Choix de la méthode d'inversion.....	70
III.5.2 Principe de la méthode et formulation du problème.....	71

III.6 Comparaison des performances des nouveaux capteurs fluxmétriques	74
III.6.1 Mesure de champs de température.....	74
III.6.2 Estimation du flux de chaleur.....	77
III.6.3 Calcul d'incertitudes.....	81
III.7 Mesure de la constante de temps du dispositif.....	83
III.8 Conclusion.....	85
CHAPITRE IV : FLUXMETRE DYNAMIQUE A BASE DE COUCHES MINCES	87
IV.1 Caractérisation des transferts thermiques superficiels	89
IV.2 Réalisation des capteurs fluxmétriques dynamiques.....	91
IV.2.1 Principe des capteurs dynamiques	91
IV.2.2 Réalisation et description des capteurs dynamiques.....	92
IV. 3 Etalonnage des capteurs dynamiques à base de couches minces.....	95
IV.4 Calcul de l'auto-échauffement par effet Joule des thermorésistances	97
IV.4.1 Modélisation électrothermiques pour un capteur de température par thermorésistance	97
IV.4.2 Résultat de l'effet de l'intensité du courant électrique.....	100
IV.5 Création et enregistrement des signaux thermiques à impulsion.....	100
IV.5.1.Dispositif de production du signal de chauffage.....	102
IV.5.2 Dispositif de mesure et d'enregistrement des signaux thermiques des capteurs	103
IV.6 Mesure thermique par caméra infrarouge	104
IV.6.1 Profil de température avec courant d'alimentation des ponts de Wheatstone.....	105
IV.7 Dispositif expérimental pour tester les performances du nouveau fluxmètre dynamique	107
IV.7.1 Présentation de la veine d'essai.....	107
IV.7.2 Implantation des capteurs dynamiques.....	108
IV.7.3 Mesure de vitesse de l'air.....	109
IV.7.4 Système simulant le rayonnement solaire.....	109
IV.8 Résultats des essais en soufflerie	110
IV.8.1 Introduction	110
IV.8.2 Calcul de coefficient d'échange h_0'	110
IV.8.3 Capteur isotherme (modèle capacitif).....	111
IV.8.4 Capteur non isotherme (modèle conductif).....	113
IV.8.5 Constante de temps des capteurs dynamiques.....	116
IV.8.6 Mesure du coefficient d'échange h_0'	116
IV.8.6.1 Sans rayonnement solaire.....	117
IV.8.6.2 Avec rayonnement solaire.....	122
IV.9 Conclusion	125

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES.....	127
Conclusion générale	128
Perspectives et travaux futurs.....	130
ANNEX.....	131
<i>Annexe 1 : Variation de la résistance électrique des dépôts du cuivre et d'aluminium sur du substrat de verre et de polyimide</i>	<i>132</i>
<i>Annexe 2 : Mesure d'épaisseur et de largeur de thermorésistance à base de couches minces</i>	<i>134</i>
<i>Annexe 3 : Calcul de la capacité thermique C.....</i>	<i>136</i>
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	137

Nomenclature

Symboles standards

T	Température	(°C)
T_0	Température de référence	(°C)
T_E	Température équivalente au loin	(°C)
T_{moy}	Température moyenne	(°C)
T_p	Température de la paroi	(°C)
T_r	Température radiative	(°C)
T_a	Température de l'air ambiant	(°C)
T_c	Température du capteur chauffé	(°C)
T'_{c0}	Température du capteur non chauffé	(°C)
T_m	Température maximal	(°C)
h	Coefficient globale d'échange	(W.m ² .K ⁻¹)
h_r	Coefficient d'échange radiatif	(W.m ² .K ⁻¹)
h_c	Coefficient d'échange convectif	(W.m ² .K ⁻¹)
h'_0	Coefficient d'échange lié au capteur	(W.m ² .K ⁻¹)
Se	Sensibilité des capteurs	(μV.K ⁻¹)
C_p	Chaleur spécifique	(J.kg ⁻¹ .K ⁻¹)
R	Résistance électrique	(Ω)
R_0	Résistance électrique à T_0	(Ω)
$r_{contact}$	Résistance des contacts électriques	(Ω)
r_{fil}	Résistance des fils	(Ω)
I	Intensité du courant électrique	(A)
U	Tension d'alimentation	(V)
U_{ch}	Tension de chauffage	(V)
E	Tension de déséquilibre	(V)
V	Tension électrique	(V)
V_{air}	Vitesse d'écoulement d'air	(m/s)
P	Pression	(Pa)
P_{el}	Puissance électrique	(W)
$S_{A/B}$	Pouvoir thermoélectrique relatif	(V.K ⁻¹)
e	Epaisseur	(m)
x	Abscisse	(m)
X_s	Position du capteur	(m)
X_s^*	Position relative du capteur	(m)
S	Surfaces	(m ²)
L	Longueur	(m)
l	Largeur	(m)
d	Diamètre	(m)
t	Temps	(s)
t_d	Temps de dépôt	(s)

f_c	Fréquence	(Hz)
C	Capacité thermique du capteur	(J.m ⁻² K ⁻¹)
G	Gain	
a, b	Constantes	
TR	Thermorésistance	
TH	Thermocouple	
RTD	Resistance temperature detector	
SNR	Signal/noise ratio	
$PICC$	Problème inverse de conduction thermique	

Symbole grecs

ρ	Masse volumique	(Kg.m ⁻³)
ρ_0	Résistivité électrique	(Ω m)
a	Diffusivité thermique	(m ² .s ⁻¹)
φ	Densité de flux de chaleur	(W.m ⁻²)
φ_s	Rayonnement solaire incident	(W)
φ_r	Flux de rayonnement	(W)
φ_c	Flux échangé par convection	(W)
φ_p	Flux perdu par la paroi	(W)
α	Coefficient de température	(K ⁻¹)
λ	Conductivité thermique	(W.m ⁻¹ K ⁻¹)
τ	Constante de temps	(s)
μ	viscosité dynamique	(Pa.s)
σ	Conductivité électrique	(Ω^{-1} .m ⁻¹)
ΔT	Différence de température	(°C)
Δt	Pas de temps	(s)
Δx	Pas d'espace	(m)

Liste des figures

CHAPITRE I

Figure I-1 : Fluxmètre thermique disposé sur la surface d'un corps.....	7
Figure I-2 : Fluxmètre à gradient normal	8
Figure I-3 : Fluxmètre à gradient tangentiel.....	8
Figure I-4 : Fluxmètre à dissipation électrique	9
Figure I-5 : Fluxmètre enthalpique.....	10
Figure I-6 : Flux de chaleur appliqué à la surface.....	11
Figure I-7 : Principe de l'effet Seebeck dans un capteur thermocouple en couches minces ...	15
Figure I-8 : a) Vue globale d'un capteur thermocouple en couches minces Or/Pd ; b) Zoom sur la zone active de capteurs (Jonction).....	16
Figure I-9 a) : Capteur fluxmétrique Captec	17
Figure I-9 b) : Capteur fluxmétrique RdF	17
Figure I-9 c) : Capteur fluxmétrique Vatell	17
Figure I-9 d) : Capteur fluxmétrique RdF	17
Figure I-10 : Fluxmètre thermique à thermorésistances en couches minces d'or	20
Figure I-11 : Vue globale d'un capteur à thermopile différentielle	21
Figure I-12 : Photographie et schéma de principe du capteur thermique à base de thermocouples filaires [61].....	23
Figure I-13 : Jonction thermocouple	24
Figure I-14 : Schéma du capteur de Brunjail et al.....	26
Figure I-15 : Schéma du capteur de N T Nguyen	27

CHAPITRE II

Figure II-1 : Méthodes générales de dépôt couches minces sous vide	31
Figure II-2 : Schéma de principe de pulvérisation cathodique.....	33
Figure II-3 : Photo du bâti de pulvérisation cathodique.....	34
Figure II-4 : Vue interne de la chambre à vide (cible et porte substrat).....	35
Figure II.5 : Masque utilisé	36
Figure II-6 : Principe de mesure d'une épaisseur d'un dépôt couche mince	37
Figure II -7 : Dispositif expérimental.....	38

Figure II-8 : Schéma de mesure 4 fils de la résistance électrique	40
Figure II-9 : Variation de la résistance électrique R réduite en fonction de la température T-T ₀ , pour des dépôts de cuivre	42
Figure II-10 : Variation de la résistance électrique R réduite en fonction de la température T-T ₀ , pour des dépôts d'aluminium	43

CHAPITRE III

Figure III-1 : Masque utilisé pour le nouveau fluxmètre à base de couches minces	53
Figure III-2 : Motif du dépôt pour chaque thermorésistance du fluxmètre.....	54
Figure III-3 : Installation du film instrumenté pour la mesure de flux de chaleur	54
Figure III-4 : Nouveau fluxmètre avec motif électrique en cuivre étamé	55
Figure III-5 : Nouveau fluxmètre avec sa connectique (soudeur à l'étain).....	55
Figure III-6: Intégration d'une thermorésistance dans un pont de Wheatstone	56
Figure III-7 : Etalonnage des capteurs	58
Figure III-8: Modèle physique pour l'étude du couplage électrothermique de l'ensemble thermorésistance/polyimide/pièce en acier	60
Figure III-9 : Géométrie et maillage de l'ensemble thermorésistance/substrat.....	61
Figure III-10 a) : Auto-échauffement et effet Joule	62
Figure III-10 b) : Auto-échauffement et effet Joule (zoom sur une zone d'observation pour des valeurs du courants comprises entre 0 et 25 mA)	62
Figure III-11 : Fluxmètre à thermocouples filaires (80µm, type K)	63
Figure III-12a : Schéma et vue en coupe du dispositif expérimental sur lequel sont installés les deux fluxmètres	65
Figure III-12b: Dispositif expérimental complet : système d'acquisition et montage.....	66
Figure III.13 : Tests dissymétrie du dispositif (U _{ch} =20 volts).....	69
Figure III-14 : principe de la méthode	71
Figure III-15a : Températures mesurées par (a) les thermorésistances -TR- et (b) les thermocouples -TH- pour une tension de chauffage de 10 Volts.....	76
Figure III-15b : Températures mesurées par (a) les thermorésistances -TR- et (b) les thermocouples -TH- pour une tension de chauffage de 20 Volts.....	76
Figure III-15c: Températures mesurées par (a) les thermorésistances -TR- et (b) les thermocouples -TH- pour une tension de chauffage de 30 Volts.....	76
Figure III-16 : Estimation de flux et conditions aux limites	77

Figure III-17: Procédé de calcul de φ_{calc}	78
Figure III-18a : Densités de flux estimées par les fluxmètres à (a) thermorésistances et (b) thermocouples, suite à l'application d'un double échelon de flux (durée : 100s ; $U_{\text{ch}} = 10$ Volts).....	79
Figure III-18b : Densités de flux estimées par les fluxmètres à (a) thermorésistances et (b) thermocouples, suite à l'application d'un double échelon de flux (durée : 100s ; $U_{\text{ch}} = 20$ Volts).....	79
Figure III-18c: Densités de flux estimées par les fluxmètres à (a) thermorésistances et (b) thermocouples, suite à l'application d'un double échelon de flux (durée : 100s ; $U_{\text{ch}} = 30$ Volts).....	79
Figure III-19 : enregistrement de température a) par thermorésistances ; b) par thermocouples	83
Figure III-20 : Constante de temps.....	84

CHAPITRE IV

Figure IV-1 : principe du capteur	91
Figure IV-2: Masques utilisés pour la fabrication des capteurs dynamiques, a) face arrière, élément chauffant, b) face avant, capteur de température par thermorésistance.....	93
Figure IV-3: Élément chauffant du capteur.....	93
Figure IV-4 : Schéma des deux capteurs, a) Capteur de température de type thermocouple filaire; b) Capteur de température de type thermorésistance.....	94
Figure IV-5 : Photos des capteurs dynamiques avec mesure de température par thermorésistance en couches minces (n° 3 et 4).....	95
Figure VI-6 : Intégration de la thermorésistance du capteur dans un pont de Wheatstone.....	96
Figure IV-7 : Etalonnage des capteurs dynamiques avec mesures de température par thermorésistances (capteur n° 3 et 4)	97
Figure IV-8 : Modèle électrothermique étudié.....	98
Figure IV-9 : Géométrie et maillage d'un capteur	100
Figure IV-10 : Auto-échauffement et effet Joule	101
Figure IV-11 : Schéma du circuit électrique de production du signal du chauffage des capteurs – Détail du transistor	102
Figure IV-12 : Vue d'ensemble du dispositif de mesure	103

Figure IV-13 : a) Champ de température sur la surface du capteur ($I=30\text{mA}$), b) Distribution de la température en fonction de diamètre du capteur, pour une tension de chauffage de 4v, d'une durée de 4s.....	106
Figure IV-14 : Schéma et photographie du banc de caractérisation expérimental des capteurs	107
Figure IV-15 : Schéma et photo de position des capteurs 3 et 4 dans la paroi et le capteur Schmidt-Boelter (Vatell)	108
Figure IV-16 : Schéma d'un capteur avec lois de chauffage impulsionnel.....	110
Figure IV-17 : Refroidissement du capteur.....	113
Figure IV-18 : Représentation des transferts thermiques au sein d'un capteur dynamique...	114
Figure IV-19 : Variation de la constante de temps en fonction de la vitesse de l'air (capteurs n°3 et 4).....	116
Figure IV-20 : Réponse du capteur, en fonction de la vitesse de l'air ; a) capteur avec mesure de température par thermocouples, b) capteur avec mesure de température par thermorésistance.....	117
Figure IV-21 : Calcul de la constante de temps capteur, paroi ; a) capteur avec mesure de température par thermocouples, b) capteur avec mesure de température par thermorésistance	118

ANNEXES

Figure (annexe 1.1): Variation de la résistance électrique des dépôts de cuivre sur de verre en fonction de la température ; a) $P=7$ mbar, b) $P=3.4$ mbar.....	132
Figure (annexe 1.2): Variation de la résistance électrique des dépôts du cuivre sur de polyimide en fonction de la température ; a) $P=7$ mbar, b) $P=3.4$ mbar	132
Figure (annexe 1.3): Variation de la résistance électrique des dépôts d'aluminium sur de verre	133
en fonction de la température ; a) $P=7$ mbar, b) $P=3.4$ mbar	133
Figure (annexe 1.4): Variation de la résistance électrique des dépôts d'aluminium sur de polyimide en fonction de la température ; a) $P=7$ mbar, b) $P=3.4$ mbar	133
Figure (annexe 2.1) : Image dépôt/substrat obtenue par profilometre Alicona.....	134
Figure (annexe 2.2): largeur d'un dépôt de cuivre	135

Liste des Tableaux

CHAPITRE I

Tableau I-1 : Coefficient de température du platine et d'un alliage à base de cuivre	14
Tableau I-2 : Pouvoir thermoélectrique du constantan (0,4 Ni 0,6 Cu) évaporé sous vide sur du quartz	16
Tableau I-3 : Caractéristiques des différents fluxmètres thermiques commercialisés	18

CHAPITRE II

Tableau II-1 : Conditions d'élaboration des dépôts couches minces de cuivre et d'aluminium	36
Tableau II-2 : Variation de la résistivité électrique et du coefficient de température des films de cuivre	44
Tableau II-3 : Variation de la résistivité électrique et du coefficient de température des films d'aluminium	44
Tableau II-4 : Effet des conditions d'élaboration sur la résistivité électrique des dépôts de cuivre et d'aluminium en couches minces	45
Tableau II-5 : Effet des conditions d'élaboration sur le coefficient de température des dépôts de cuivre et d'aluminium en couches minces	45
Tableau II-6 : Valeurs du produit $\rho_0\alpha$ pour le cuivre et l'aluminium	48

CHAPITRE III

Tableau III-1 : Etalonnage de 4 thermorésistances au sein du fluxmètre	57
Tableau III-2: Résultats de l'analyse de symétrie du dispositif expérimental	70
Tableau III-3 : Position des thermorésistances (TR) et des Thermocouples (TH) par rapport à la surface étudiée	74
Tableau III-4 : Densité de flux estimée par les deux types de capteurs fluxométriques (σ : écart type ; φ : flux de chaleur; <i>TR</i> : thermo-résistance ; <i>TH</i> : thermocouple, les valeurs analysées sont considérées sur une durée de 50s avant la fin du chauffage de durée 100s)	80

Tableau III-5 : Températures mesurées par le capteur le plus proche de la paroi dans les 2 fluxmètres (les valeurs analysées sont considérées sur une durée de 4s avant la fin du chauffage de 100s)	80
Tableau III-6: incertitudes sur les estimations de flux de chaleur par le fluxmètre à thermorésistante en couches minces et le fluxmètre à thermocouples filaire	82
Tableau III-7. Constantes de temps expérimentales pour les deux types de mesure de température TR et TH	85
CHAPITRE IV	87
Tableau IV-1 : Etalonnage des deux capteurs	96
Tableau IV-2 : Calcul de $h0'$ sans rayonnement solaire pour un capteur avec mesure de température par thermocouples (capteur 1).....	120
Tableau IV-3 : Calcul de $h0'$ sans rayonnement solaire pour un capteur avec mesure de température par thermocouples (capteur 2).....	120
Tableau IV-4 : Calcul de $h0'$ sans rayonnement solaire pour un capteur avec thermorésistance (capteur 3)	121
Tableau IV-5 : Calcul de $h0'$ sans rayonnement solaire pour un capteur avec thermorésistance (capteur 4)	121
Tableau IV-6 : Calcul de $h0'$ avec rayonnement solaire pour un capteur avec thermocouples (capteur 1)	122
Tableau IV-7 : Calcul de $h0'$ avec rayonnement solaire pour un capteur avec thermocouples (capteur 2)	122
Tableau IV-8 : Calcul de $h0'$ avec rayonnement solaire pour un capteur avec thermorésistance (capteur 3)	123
Tableau IV-9 : Calcul de $h0'$ avec rayonnement solaire pour un capteur avec thermorésistance (capteur 4)	123
Tableau IV-10 : Pourcentage de variation de $h0'$ en présence de rayonnement solaire	124
ANNEXES.....	ERREUR ! SIGNET NON DEFINI.
Tableau (annexe 2.1 : Mesure de largeur du thermo résistances.....	135

Introduction générale

L'analyse, la compréhension ou l'intensification des transferts thermiques couplés ou non à d'autres phénomènes (physiques, chimiques, mécaniques, électriques...), nécessite souvent de réaliser des expérimentations, les systèmes étant équipés entre autres de capteurs thermiques (température ou flux de chaleur).

Si la mesure de température ne pose en général pas trop de problème, la mesure de flux de chaleur est plus difficile car souvent entachée de biais de mesure, leur implantation étant en générale plus délicate. L'intérêt de l'usage de capteur fluxmétrique est la caractérisation de propriétés thermiques de matériaux, des transferts aux interfaces ou superficiels (résistance de contact, coefficient d'échange...). Les applications relèvent autant de l'analyse en laboratoire que du suivi des échanges thermiques dans les processus industriels sièges de transfert de la chaleur.

Pour assurer une analyse correcte des transferts thermiques, il faut veiller à la qualité métrologique des fluxmètres (précision, justesse, fiabilité, stabilité...). Ainsi le phénomène thermométrique doit être bien choisi et le capteur doit être peu intrusif et judicieusement conçu de manière à assurer une mesure non biaisée de la grandeur thermique recherchée en l'occurrence ici le flux de chaleur. C'est dans cet état d'esprit que s'inscrivent les travaux de cette thèse. Il s'agit de mettre au point de nouveaux capteurs fluxmétriques plus riches en termes d'informations recueillies, plus sensibles, moins biaisés et en outre facilement réalisables en série. Ceci a été rendu possible par une nouvelle conception et en utilisant de préférence des dépôts couches minces pour la réalisation des capteurs.

On étudiera successivement deux types de capteurs fluxmétriques : passif et dynamique. Dans les capteurs passifs l'évolution du flux de chaleur est recherchée tandis que dans les capteurs dynamiques un chauffage activé par intermittence permet d'obtenir plus que la simple évolution du flux de chaleur : l'évolution du coefficient global d'échange et de la température équivalente au loin.

Les fluxmètres passifs sont très utilisés dans les études thermiques pour des mesures de coefficient d'échange fluide-paroi ou de conditions de contact. Les fluxmètres offrant le moins de biais sont à base de micro thermocouples implantés à différentes distances de la paroi et leur réponse est utilisée par une méthode inverse pour obtenir l'évolution du flux de chaleur. L'objectif de notre travail est de remplacer ces thermocouples par des dépôts couches

minces afin de faciliter leur fabrication et d'améliorer la localisation des températures, en vue de réduire les biais de mesure de flux.

Le principe des fluxmètres dynamiques a été développé par Brunjail et al (1981). Ils ont été développés pour caractériser les échanges fluide/paroi à l'extérieur des bâtiments.

Dans nos travaux, les capteurs fluxmétriques sont équipés de capteurs de température sous forme de couches minces. Nous avons privilégié l'usage de thermorésistances (en anglais : RTD resistance temperature detector) devant celui des thermocouples. En effet les thermorésistances ont deux avantages : un seul dépôt est nécessaire et d'autre part on peut changer leurs sensibilités en température en variant la tension d'alimentation du pont de Wheatstone.

L'usage de microthermocouples sous forme de couches minces est plus complexe : deux dépôts sont requis. De plus, les pouvoirs thermoélectriques dépendent de l'épaisseur des couches déposées et il peut apparaître des effets thermoélectriques parasites aux connexions entre couches minces et fils du matériau de même nature.

Ce mémoire s'organise en quatre chapitres, le premier chapitre est consacré à l'étude bibliographique des méthodes de mesure du flux de chaleur et des fluxmètres thermiques existants.

Le deuxième chapitre présente une étude sur l'effet de différents paramètres d'élaboration de dépôts métalliques en couches minces sur la résistivité électrique et le coefficient de température de thermorésistances réalisées à base de dépôts couches minces. Nous décrivons le procédé de dépôt utilisé dans nos travaux, ainsi que le dispositif expérimental pour la caractérisation de propriétés électriques des couches minces métalliques. L'objectif essentiel de ce chapitre est de trouver un compromis entre les différentes conditions d'élaboration et une meilleure combinaison matériau / substrat qui donne la valeur la plus élevée de produit $\alpha \cdot \rho_0$ (α est le coefficient de température du matériau ρ_0 sa résistivité électrique à la température de référence), car c'est ce produit qui définit la sensibilité d'un capteur.

Le troisième chapitre décrit en détail, la conception et la fabrication d'un capteur fluxmétrique passif à base de dépôt en couches minces de cuivre sur un substrat souple et fin. On expose ainsi le principe de fonctionnement du fluxmètre, son étalonnage, l'auto

échauffement ainsi que des tests de performance avec une double comparaison. Cette dernière compare l'évolution du flux de chaleur obtenue avec le nouveau fluxmètre avec celles issues de la mesure de puissance électrique d'une chaufferette et d'un fluxmètre à base de microthermocouples filaires.

Le quatrième chapitre est consacré au développement d'un nouveau capteur fluxmétrique dynamique à base de dépôts couches minces. Nous présentons son principe de mesure, son étalonnage et une étude numérique sur l'auto échauffement des thermorésistances en couches minces, puis nous présentons une analyse thermique par caméra infrarouge sur l'uniformité de la température de paroi du capteur et nous décrivons le dispositif expérimental utilisé pour tester le nouveau fluxmètre dynamique. En fin, nous présentons les tests et essais du nouveau capteur dynamique en situation d'environnement variable dans une soufflerie. Nous présentons les modèles mathématiques choisis pour le calcul du coefficient d'échange h'_0 . Ensuite nous présenterons les résultats expérimentaux des essais avec et sans rayonnement solaire sur les deux types de capteurs. Nous présentons également le calcul de la constante de temps et la valeur du coefficient d'échange h'_0 à partir des réponses obtenues avec une loi de flux impulsionnel pour différentes vitesses d'écoulement de l'air.

Chapitre I
Etat de l'art sur les fluxmètres
et la mesure de flux thermique

Ce premier chapitre vise à présenter un état de l'art sur les méthodes de mesures de flux de chaleur et les dispositifs existants.

Nous nous intéressons aux fluxmètres thermiques existants, une étude bibliographique portera sur les divers fluxmètres thermiques conçus et réalisés.

L'étude bibliographique est essentiellement dédiée aux fluxmètres passifs. A la fin de ce chapitre, nous évoquons les travaux réalisés dans le domaine des capteurs fluxmétriques dynamiques ou autres destinés à l'analyse de l'effet des facteurs microclimatiques sur les échanges fluide / paroi dans le bâtiment.

I.1 Mesure de flux de chaleur :

La mesure de flux de chaleur échangé entre deux milieux, présente un intérêt non négligeable dans le domaine de la thermique, puisqu'elle permet de caractériser différentes grandeurs thermiques (propriétés, coefficient d'échange...) ainsi que d'établir directement des bilans énergétiques. Les capteurs thermiques utilisés à cet effet sont nommés fluxmètres thermiques ou capteurs fluxmétriques, les plus fréquemment utilisés sont ceux commercialisés par un certain nombre d'entreprises (Omega, Vatel, Captec...), qui sont des capteurs de flux thermique total, généralement placés sur la surface. Lorsque ces derniers sont placés sur une paroi (figure I-1), les capteurs mesurent le flux thermique total échangé entre une paroi sur lequel il est installé et son milieu environnant. Dans ce cas les échanges par rayonnement et convection sont pris en compte sans que l'on puisse distinguer la part de chacun.

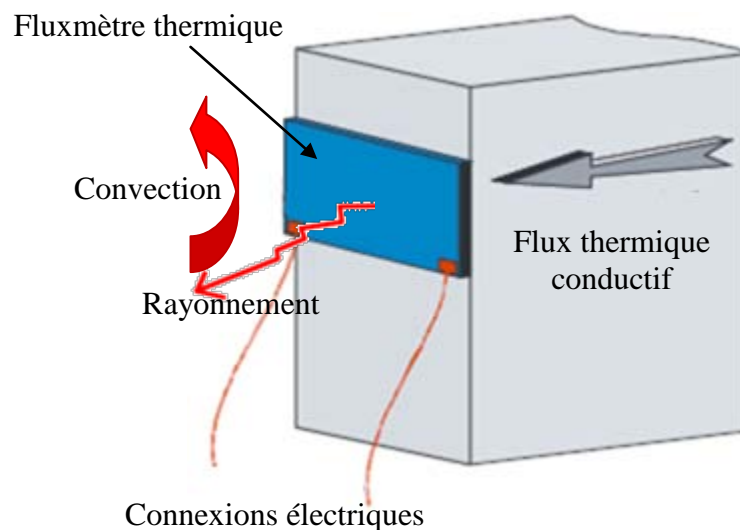


Figure I-1 : Fluxmètre thermique disposé sur la surface d'un corps

Le flux de chaleur peut être mesuré à l'aide de méthodes directes ou méthodes indirectes (méthode inverse). En ce qui concerne les méthodes directes, il existe des capteurs de flux de chaleur à gradient normal ou tangentiel, à dissipation électrique ou par bilan enthalpique [1, 3]. La méthode du gradient fréquemment utilisée repose sur la loi de conduction de Fourier, dans laquelle le flux de chaleur est proportionnel à la conductivité thermique et du gradient de température. Les capteurs fluxmétriques utilisant la méthode du gradient sont les plus fréquemment commercialisés. Dans la plupart de ces capteurs, le

gradient de température est mesuré à l'aide de thermopiles, ou thermocouples en couches minces, déposées sur les deux faces d'une couche mince de polymère (habituellement polyimide). Dans la plupart des cas, la présence de ce type de capteurs perturbe plus au moins les échanges par convection et rayonnement entre la surface et son environnement. Par exemple en utilisant ce type de capteur fluxmétrique, Khaled et al. [4] ont trouvé une perturbation thermique qui induit une erreur de 8% sur la mesure de flux de chaleur.

Dans ce qui suit nous allons rappeler le principe de mesure des fluxmètres thermiques cités dans ce paragraphe, à savoir les fluxmètres à gradient, à dissipation électrique ou par bilan enthalpique.

I.2 Principe de mesure de flux de chaleur : méthodes directes et méthodes indirectes

1.2.1 Méthodes directes

1.2.1.1. Fluxmètres à gradient normal ou tangentiel

Le principe de cette mesure de flux consiste à appliquer directement la loi de Fourier en mesurant un gradient de température au sein de la paroi elle-même (méthode intrinsèque) ou au moyen d'une paroi auxiliaire (fluxmètre) appliquée sur la paroi (méthode par contact). Les caractéristiques de surface sont les plus proches possibles de celles de la paroi sur laquelle le fluxmètre est appliqué. La paroi auxiliaire peut être homogène, on mesure alors la différence de la température entre ses deux faces (fluxmètre à gradient normal, figure I-2) où elle peut présenter des hétérogénéités dans un plan. Ce sont les hétérogénéités de température dans ce plan que l'on mesure (fluxmètre à gradient tangentiel – figure I-3), dont on déduit le flux de chaleur par étalonnage.

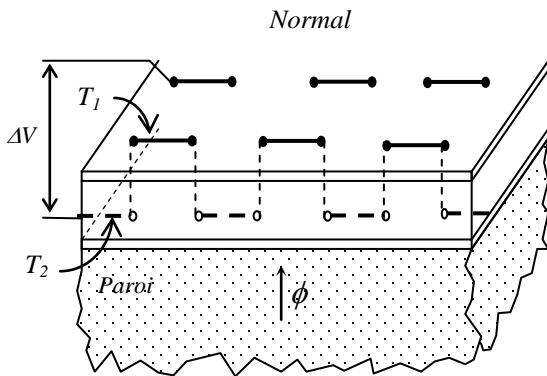


Figure I-2 : Fluxmètre à gradient normal

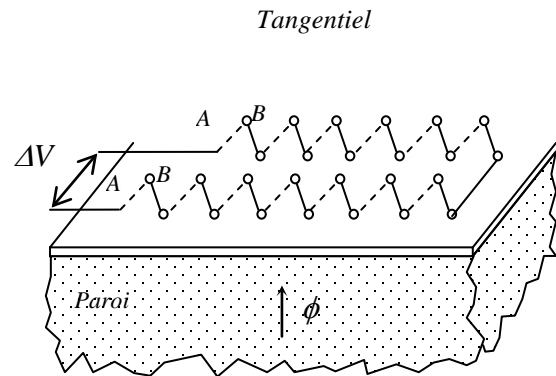


Figure I-3 : Fluxmètre à gradient tangentiel

L'application de tels fluxmètres sur une paroi, perturbe plus ou moins le flux de chaleur qui la traverse. Tout doit être fait pour que la résistance thermique interne et la résistance de contact fluxmètre paroi soient minimisées et puissent être considérées comme négligeables devant celle de la paroi elle-même. Avec les techniques de microfabrication, on assiste depuis quelques années à des progrès considérables dans l'élaboration de tels fluxmètres.

Dans ces dispositifs, la mesure des différences de température se fait par couples thermoélectriques (le plus souvent). Ces fluxmètres peuvent fonctionner quelque soit le sens (entrant ou sortant) du flux de chaleur en régime permanent ou variable modéré.

1.2.1.2 Fluxmètre à dissipation électrique (méthode de zéro)

Le principe de ces fluxmètres est différent des précédents. Il consiste à substituer à un élément de surface de la paroi, un élément actif fluxmètre à dissipation électrique et isolé du reste de la paroi et de même caractéristique superficielle (figure I-4). La puissance électrique de chauffage est ajustée pour que les températures de surface de la paroi et du fluxmètre soient égales. Le flux électrique dissipé est égal au flux thermique qui quitte la paroi dans son voisinage immédiat.

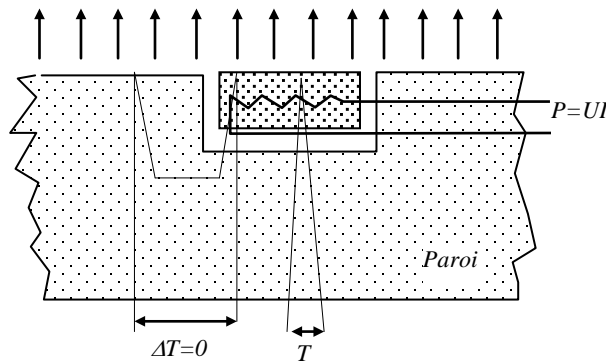


Figure I-4 : Fluxmètre à dissipation électrique

L'inconvénient de ce type de fluxmètre est qu'il ne peut fonctionner que dans la configuration où le flux quitte la paroi et pour des régimes permanents ou lentement variables (il faut dans ce cas que le temps de réponse du fluxmètre soit très petit devant le temps caractéristique du phénomène variable)

1.2.1.3 Fluxmètre enthalpique

Ces fluxmètres sont utilisés pour les mesures de flux de chaleur entrant dans la paroi. Le fluxmètre remplace un élément de surface de la paroi et est isolé de celle-ci. Ce fluxmètre est présenté sur la figure I-5

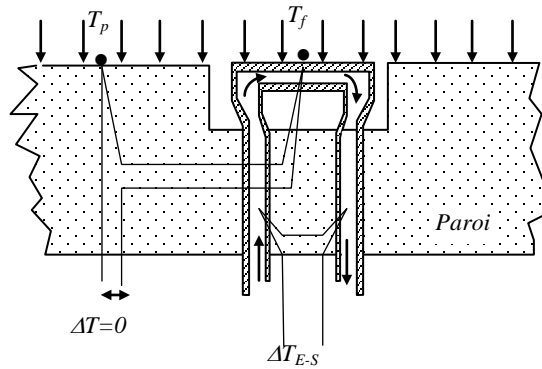


Figure I-5 : Fluxmètre enthalpique

Une circulation d'un fluide thermostaté prélève un flux de chaleur égal à la différence des débits enthalpiques sortie-entrée. Pour un fonctionnement correct, la température du fluide doit être ajustée de telle sorte que les températures de surface du fluxmètre, T_f , et de la paroi, T_p , soient égales. Cette condition n'est pas toujours réalisée et peut être source d'erreur importante. Le choix de la capacité calorifique du fluide aussi est important pour que les échauffements à mesurer soient suffisants

1.2.2 Méthodes indirectes (méthodes inverses)

Au cours des trois dernières décennies, les méthodes inverses se sont fortement développées en thermique. Ces méthodes présentent un grand intérêt dans l'estimation de sollicitations thermiques, flux de chaleur ou température surfacique d'un système lorsque la mesure directe de ces grandeurs n'est pas possible. Le principe de ces méthodes consiste à estimer l'évolution temporelle du flux de chaleur ou de la température surfacique en exploitant les informations apportées par des mesures de températures effectuées au sein de la paroi. Il s'agit d'un problème inverse, appelé dans le cas d'un corps opaque et immobile (figure I-6), problème inverse de conduction thermique (PICC) [5].

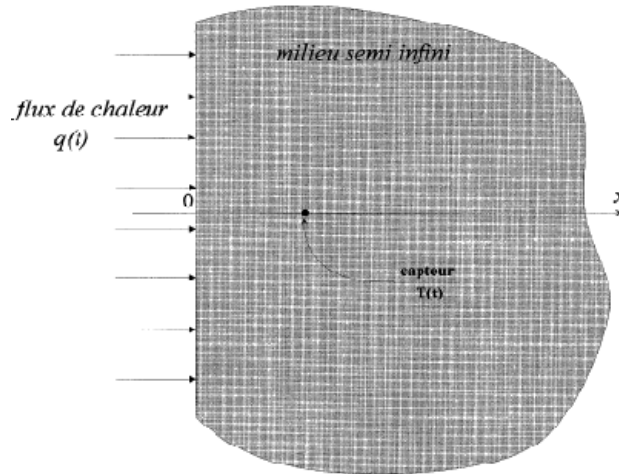


Figure I-6 : Flux de chaleur appliqué à la surface

La résolution d'un *PICC* consiste à remplacer le problème mal posé par un problème bien posé. La solution est basée sur la minimisation d'une norme de l'écart entre la réponse d'un modèle représentatif du comportement thermique instationnaire en un ou plusieurs points du système et des mesures de température réalisées aux mêmes points. Un modèle de transfert de chaleur (analytique ou numérique) est nécessaire pour résoudre le problème direct à chaque étape d'optimisation. La thématique des problèmes inverses de conduction thermique fait l'objet de nombreuses publications depuis plusieurs années [6 - 14], on peut se référer à l'ouvrage de Beck et al [15] pour une description des différentes méthodes de résolution de ces problèmes.

I.3 Principaux capteurs fluxmétriques passifs existants et métrologie thermique à base de couches minces.

I.3.1 Introduction

Cette section est dédiée à la présentation des spécificités de la métrologie thermique (mesure de température) à base de couches minces. On évoque notamment la métrologie par thermorésistances et par thermocouples. Par la suite on présente les capteurs fluxmétriques passif existants, d'abord les plus courants puis ceux d'usage plus spécifique à certaines problématiques.

1.3.2 Généralités sur la thermométrie à base de couches minces

1.3.2.1 Généralités

Les couples thermoélectriques et des résistances thermiques peuvent être déposés sur la surface sous forme de films très minces de quelques dizaines à quelques milliers d'Angstrom d'épaisseur ou de un à quelques dizaines de μm pour des couches plus épaisses. Leurs temps de réponse sont de l'ordre de 10^{-9} à quelques 10^{-6} secondes. De plus la qualité de leur liaison avec la surface est excellente. Ces capteurs à base de couches minces sont utilisés dans plusieurs applications : détection de phénomènes rapides, mesure de haute précision des températures et des flux de chaleur, caractérisation des microsystèmes.

La conception et la fabrication de tels capteurs nécessitent un dépôt de conducteur (métaux purs, alliage, semi-conducteurs...), de diélectriques (silice, alumine...), de couches d'accrochage (Cr, Ni, CuNi, NiCr...), de dispositifs de connexion électrique (Au, AuPt, AuSn pour assurer la liaison fil/films par soudure) et de barrières de protection pour empêcher la formation de composés d'interdiffusion. Les dépôts en couches minces peuvent être élaborés par plusieurs techniques : par procédé de dépôts sous vide (évaporation et sublimation thermique, pulvérisation cathodique, épitaxie...). Tous ces procédés en couches minces exigent d'excellents états de surface pour assurer la continuité électrique.

Les motifs utilisés pour la fabrication des dépôts en couches minces sont obtenus par masquage. Par électroérosion, on peut réaliser des masques métalliques qui permettent d'obtenir des pistes métalliques avec des largeurs supérieures à $100\ \mu\text{m}$. En utilisant un laser on peut obtenir des pistes de $20\ \mu\text{m}$. La photolithographie permet d'atteindre quelques microns.

Généralement, l'élaboration des couches épaisses est obtenue par sérigraphie. L'encre comporte une phase minérale et une phase organique qui disparaît par combustion au cours de la cuisson (entre 400 et 900°C). La largeur minimale des pistes conductrices est de $100\ \mu\text{m}$.

1.3.2.2 Thermorésistances

Les thermorésistances en couches minces utilisées pour les mesures de température, appelées en anglais *RTD* (Resistance Temperature Detector), sont des dispositifs qui utilisent comme phénomène thermométrique le fait que la résistivité électrique des métaux dépend de leur température [16, 17]

La variation de la résistance électrique R avec la température T pour la plupart des matériaux métalliques peut être représentée par une équation de la forme:

$$R = R_0 \left[1 + \alpha_1 (T - T_0) + \alpha_2 (T - T_0)^2 + \dots + \alpha_n (T - T_0)^n \right] \quad (1.1)$$

avec R_0 est la résistance électrique de matériau déposé à la température de référence T_0 , et α_1 , $\alpha_2, \dots, \alpha_n$ sont des constantes spécifiques du matériau déposé. A noter que le nombre de termes nécessaire dépend de la précision requise et de la plage de température à couvrir.

L'utilisation des thermorésistances en couches minces comme capteur de mesure de température nécessite une alimentation électrique pour produire une chute de tension aux bornes de l'élément thermorésistif. Ensuite, le signal généré par le passage du flux thermique dans le système est mesuré par un dispositif de lecture qui envoie un courant de quelques mA environ à travers les thermo résistances pour réaliser les mesures simultanément. En outre, les éléments thermorésistifs réalisés par dépôts en couches minces ont généralement une résistance électrique relativement faible. La variation de leur résistance avec la température n'est pas particulièrement grande, d'où la nécessité d'insérer les thermorésistances dans un pont de Wheatstone. On mesure alors la tension de déséquilibre du pont de Wheatstone.

Cependant, ces capteurs présentent une contrainte du fait qu'ils ont besoin d'un circuit de conditionnement pour faire la mesure de la résistance électrique. Ce dispositif implique donc la circulation de courant à travers les thermorésistances, ce qui induit la production de chaleur par effet Joule et par suite l'auto échauffement des éléments thermorésistifs, d'où la source d'erreur observée dans les mesures de température [18]. Pour palier à ce problème, il faut prendre soin de calculer l'auto-échauffement dû à l'effet Joule, afin de limiter les erreurs dans la mesure de température.

Dans le cas de thermorésistance à base de couches minces, il convient d'effectuer l'étalonnage in situ car les conductivités électriques et les sensibilités sont fortement dépendantes de la morphologie du dépôt (impuretés, défauts structuraux, limitation du libre parcours moyen des porteurs de charge...). Pour cela, on préfère des métaux purs. La sensibilité est inférieure à celle des matériaux massifs (tableau I-1).

En détectant les variations de différence de potentiel par un montage potentiométrique (simple ou double pont de Wheatstone) on peut obtenir des sensibilités de l'ordre de quelques dixièmes à quelques mV/K. Par exemple Sommier (1998) obtient une sensibilité de 20 mV/K c'est-à-dire 500 fois la sensibilité d'un thermocouple de type K.

Tableau I-1 : Coefficient de température du platine et d'un alliage à base de cuivre

	Pulvérisation continue 0,2 à 2 μm	Massif
Manganine (0,86 Cu 0,12 Mn 0,02 Ni)	10^{-5} K^{-1}	10^{-4} K^{-1}
Platine Pt	1 à 1,2 10^{-3} K^{-1}	3,8 10^{-3} K^{-1}

Le passage de courant électrique à travers les thermorésistances en couches minces induit des autoéchauffements par effet Joule du dépôt résistif. Afin de limiter ces échauffements, il faut augmenter sa résistance électrique (i.e. en pratique limiter le courant à quelque mA). Ceci est obtenu en jouant sur la forme, la disposition des contacts électriques, la longueur et l'épaisseur des pistes métalliques déposées.

Ce type de capteur est utilisé dans la détection de flux de chaleur de très haute précision (bolomètres), dans la caractérisation thermique des microsystèmes (Hmina 1996).

1.3.2.3 Thermocouples

Les thermocouples sont plus faciles à obtenir et à utiliser comme capteurs de température. De ce fait, les fluxmètres à base de thermocouples filaires sont largement utilisés à l'échelle du laboratoire et aussi dans l'industrie. Cependant, dans ces dernières décennies, avec l'apparition des systèmes de dépôts en technologie couches minces thermoélectriques, plusieurs équipes ont travaillé sur l'élaboration de nouveaux fluxmètres avec des thermocouples de type couches minces. Ces derniers remplacent les fluxmètres en thermocouples filaires conventionnels, et occupent une place très importante dans de nombreux domaines.

Généralement, les thermocouples en couches minces sont réalisés par deux dépôts métalliques différents en contact. Le principe de fonctionnement des capteurs de température en thermocouples en couches minces est basé sur l'effet Seebeck, qui se produit au sein des films électriques ayant un gradient de température sur toute la longueur.

L'effet Seebeck décrit donc l'apparition d'une force électromotrice dans le circuit ouvert constitué de deux conducteurs de natures différentes, lorsque les jonctions sont portées à des températures différentes T et T_0 , (figure I-7)

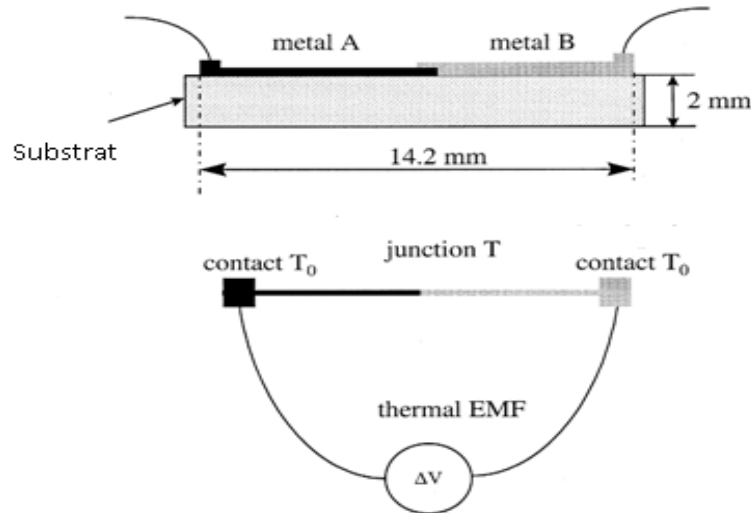


Figure I-7 : Principe de l'effet Seebeck dans un capteur thermocouple en couches minces [32]

La tension thermoélectrique ne dépend que de la différence de température et le rapport du coefficient de Seebeck du couple de conducteurs. Dans ce cas, la tension de Seebeck peut être représentée par l'approximation linéaire suivante :

$$\Delta V = S_{A/B} \Delta T \quad (1.2)$$

où $\Delta T = (T - T_0)$ est la différence de température entre les deux jonctions, et $S_{A/B} = (S_A - S_B)$ représente le pouvoir thermoélectrique relatif pour le couple de conducteurs 1 et 2 de pouvoirs thermoélectriques absolus respectivement S_A et S_B .

Les domaines d'applications de ces capteurs de flux thermiques sont nombreux et divers. Pour mesurer les flux thermiques et la température élevée de la surface, différents capteurs à base de thermocouples en couches minces ont été développés [19-31]. A titre d'exemple, B. Serio et al [32] ont développé un capteur à base de thermocouples en couches minces d'or et de palladium, pour détecter la puissance laser qui présente une application à haute température. Avec le capteur, montré sur la figure I-8 a, des profils de l'énergie ainsi que des micrographies de plusieurs faisceaux laser argon ont été obtenus.

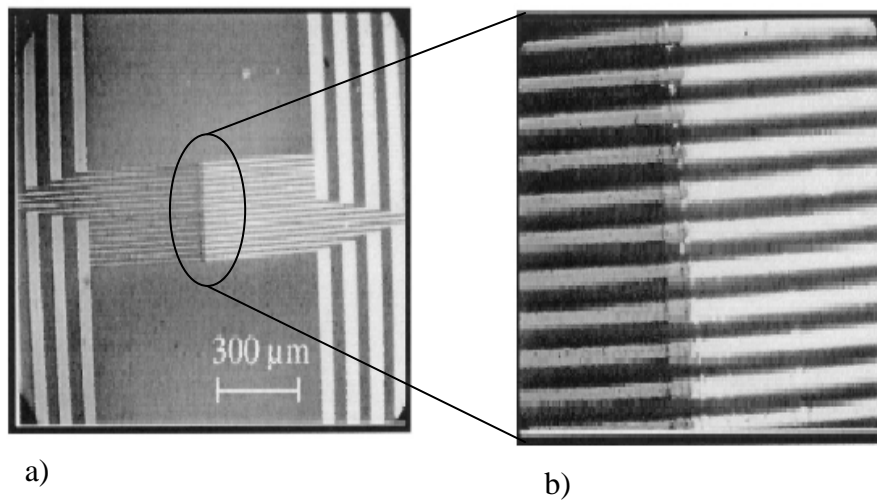


Figure I-8 : a) Vue globale d'un capteur thermocouple en couches minces Or/Pd ; b) Zoom sur la zone active de capteurs (Jonction)[15]

A priori tous les couples thermoélectriques standards conviennent ; cependant on préfère les métaux purs car la reproductibilité de la composition des alliages est plus difficile à obtenir. Un étalonnage in situ est souvent nécessaire du fait de la forte dépendance des pouvoirs thermoélectriques aux conditions d'élaboration et à la structure physicochimique du substrat (nature du matériau, microrugosité). De plus la présence d'impuretés dans les dépôts en couches minces et les structures souvent colonnaires conduisent à des pouvoirs thermoélectriques plus faibles que ceux des matériaux massifs. Le tableau I-2 présente une comparaison des pouvoirs thermoélectriques du constantan massif et celles de dépôts du constantan (0,4 Ni 0,6 Cu) d'épaisseurs différentes évaporés sous vide.

Tableau I-2 : Pouvoir thermoélectrique du constantan (0,4 Ni 0,6 Cu) évaporé sous vide sur du quartz

Épaisseur (nm)	40	100	250	--> ∞
Elaboration	évaporé	évaporé	évaporé	massif
Pouvoir thermoélectrique à 20 °C (μV/K)	-30	-34	-38	-42

I.3.3 Principaux fluxmètres existants

I.3.3.1 Fluxmètres surfaciques

➤ Fluxmètres commerciaux

L'étude bibliographique et les recherches antérieures ont montré que les travaux sur les fluxmètres thermiques, restent rares et très peu d'équipes travaillent actuellement sur ce sujet [33 – 42]. À l'échelle industrielle, il existe peu de sociétés qui fabriquent et commercialisent actuellement des capteurs de flux thermique. Notre étude bibliographique a permis d'identifier trois sociétés aux Etats-Unis qui sont Vatell, R.d.f et Omega, et aussi trois sociétés en Europe qui sont Hukseflux, Wuntronic et enfin Captec qui est une P.M.E française. (Figures I.9)

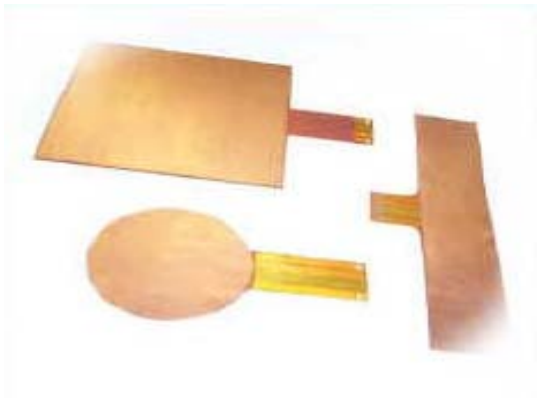


Figure I-9 a) : Capteur fluxmétrique Captec

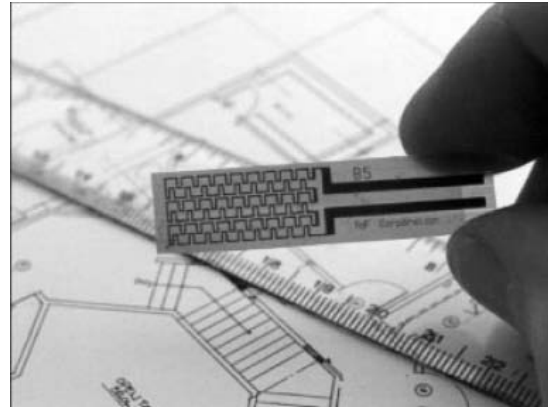


Figure I-9 b) : Capteur fluxmétrique RdF



Figure I-9 c) : Capteur fluxmétrique Vatell

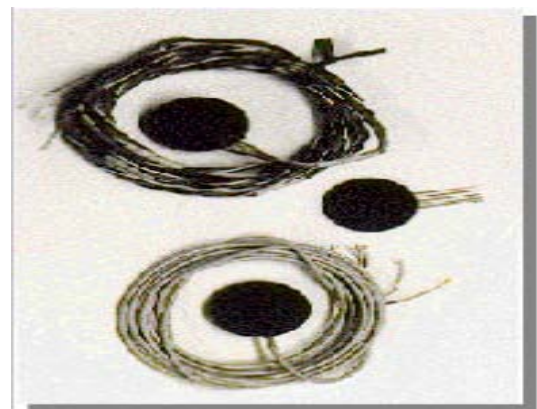


Figure I-9 d) : Capteur fluxmétrique RdF

A partir des fiches techniques données par les différents fabricants de fluxmètres thermiques, nous avons résumé les caractéristiques des différents fluxmètres thermiques commercialisés dans un tableau récapitulatif (tableau I-3)

Toutes ces entreprises fabriquent de façon plus au moins artisanale des capteurs de flux basés sur la technologie des circuits imprimés souples. Ce procédé leur permet de fabriquer et de réaliser des fluxmètres de très faible épaisseur et de surface variable en fonction de la demande. Les différents capteurs présentés dans ce tableau, ne nécessitent pas une alimentation électrique car ils sont basés sur le même principe qui consiste à réaliser des discontinuités thermiques structurelles sur une thermopile planaire. Le passage de flux thermique à travers ces capteurs, génère des gradients de température sur la thermopile qui délivre une tension proportionnelle au flux incident traversant le capteur.

Tableau I-3 : Caractéristiques des différents fluxmètres thermiques commercialisés

Fabricant	Dimensions du capteur	Epaisseur du capteur	Temps de réponse	Sensibilité $\mu v / (W/m^2)$	Température de fonctionnement
Rdf	15x30 mm ²	180 μm	0,13 s	0,82	-184 à 149 °C
Vatell	10x10 mm ²	0.25 mm	0,9 s	0,1	150 °C
	25x25 mm ²			1	
	51x51 mm ²			5	
Omega	35,1x28,5 mm	180 μm	0.2 s	0,95	148,8
				2,06	
Wuntronic	7,4x10,7 mm ²	1,5 mm	3 s	18	148,8 °C
	12,7 mm Ø	1,8 mm			
	0,95 mm Ø	1,8 mm			
	0,64 mm Ø	1,8 mm			
Captec	10x10 mm ²	420 μm	150ms	0,3	200 °C
	50x50 mm ²			0,75	
	100x100 mm ²			30	
	15x130 mm ²			6	
	30 mm Ø			2	
Huskseflux	80 mm Ø	5 mm	240 s	50	70 °C

L'analyse de ce tableau montre que les fluxmètres thermiques commercialisés présentent différentes formes avec des dimensions variables, leur épaisseur varie entre 180 μm et 5 mm.

Tenant compte de leur épaisseur, de leur propre résistance thermique, de leur émissivité et de leur positionnement (en paroi perpendiculairement à la direction du flux de chaleur à mesurer), les fluxmètres commercialisés perturbent les échanges thermiques lorsqu'ils sont fixés sur la surface du corps à étudier.

Les mesures précises de la température qui sont utilisées pour obtenir le flux de chaleur ou les propriétés thermophysiques sont indispensables dans de nombreux domaines. Généralement, les fluxmètres thermiques composés d'un matériau avec thermocouples filaires (précédemment présentés) sont fiables et plus utilisés pour mesurer la température ou le flux de chaleur. En effet ces capteurs sont souvent placés dans le plan parallèle à la direction du flux de chaleur ce qui perturbe très peu la diffusion de la chaleur. Par contre, ces derniers ne sont pas adaptés lorsque l'objectif est de réduire la taille d'un système ou de contrôler la température avec une haute résolution spatiale. Dans de telles situations les mesures de flux thermique ou de température impose l'utilisation de l'un des différents types de capteurs fluxmétriques à base de couches minces que nous avons présenté dans ce chapitre. Cependant, à cause de perturbations mentionnées ci-dessus, ces capteurs sont souvent placés perpendiculairement à la direction du flux de chaleur.

➤ fluxmètres spécifiques à certaines problématiques

- *Fluxmètres à thermorésistances en couches minces pour la caractérisation thermique en micro fluidique.*

Une autre application des résistances électriques en couches minces est présentée pour la mesure du flux de chaleur en thermique. Il s'agit des fluxmètres à base de thermorésistances en couches minces. Ces derniers sont constitués de plusieurs éléments thermorésistifs en couches minces déposés sur des substrats très fins, souples ou rigides, utilisés comme capteurs pour faire des mesures de température. Ces mesures sont simples et nécessaires pour déduire le flux de chaleur à un endroit donné, en utilisant l'enregistrement et l'interprétation de l'histoire de la température en fonction du temps. Il s'agit donc de résoudre le problème de transfert de chaleur de conduction dans le système composé de fluxmètres et de la paroi du matériau sur laquelle est placé ce dernier.

Les fluxmètres à base de thermorésistances en couches minces sont couramment utilisés pour la caractérisation et le contrôle de microdispositifs. Ces capteurs sont généralement constitués d'une couche mince métallique (Cu, Pt, Ni, ..) de quelques μm d'épaisseur, disposée directement sur la zone étudiée ou sur un support inséré dans cette zone. Ce support se nomme substrat. Dans les applications pratiques les thermorésistances sont déposées sur des substrats plat ou cylindrique, souple ou rigide (verre, résine époxy, polyimide, céramique,...) et isolées électriquement.

Ces fluxmètres sont utilisés dans différents domaines. Ils ont été abondamment décrits dans nombreuses publications [43 – 47]. Par exemple, Hamadi et Ammar [48 – 49] ont développé au laboratoire de thermocinétique de Nantes (LTN) une nouvelle métrologie thermique à base de dépôts en couches minces, pour la caractérisation thermique en microfluidique.

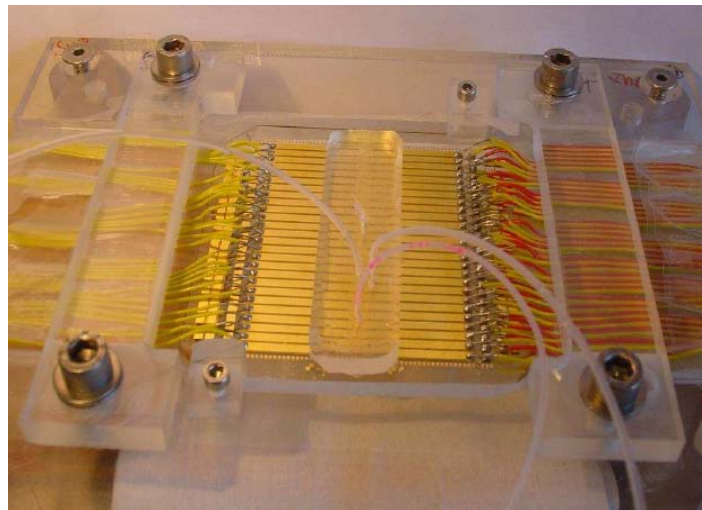


Figure I-10 : Fluxmètre thermique à thermorésistances en couches minces d'or

A titre d'exemple, le fluxmètre présenté dans la figure I-10 a été utilisé pour répondre à des problématiques en microfluidique. Le substrat du fluxmètre est une plaque de borosilicate de dimension 80mm x 80 mm x 1.1 mm, sur laquelle sont déposées sur chaque face des thermorésistances en couches minces de cuivre de 85 nm d'épaisseur. L'étude a montré que les mesures thermorésistives sont peu intrusives et se présentent comme une alternative efficace aux méthodes traditionnelles de mesures de température et de flux de chaleur en microfluidique.

- Fluxmètre avec thermopiles différentielles utilisés dans des environnements à température très élevée

De récents progrès dans la mesure du flux de chaleur ont abouti au développement d'un autre type de capteur de flux thermique, à base de thermopile. Ces capteurs sont robustes et souvent destinés à être utilisés dans des environnements hostiles et à température très élevée.

Le principe de fonctionnement des fluxmètres à thermopiles est basé sur la conversion de flux thermique en gradient de température exploité à l'aide d'une thermopile constituée par l'association d'un grand nombre de micro thermocouples disposés en série. Ce sont donc des capteurs fluxométriques à gradient. Ces derniers sont capables de mesurer simultanément la température de surface de thermopile et le flux de chaleur à des températures élevées. Ces derniers sont décrits dans de nombreuses publications [50 – 57]. Les thermopiles ont différentes conceptions. Elles peuvent être constituées par des thermocouples filaires conventionnels ou par thermocouples en couches minces, montés en série. Dans des travaux très récents (2011), Clayton et al [58, 59] ont présenté un nouveau capteur fluxométrique à base de thermopile différentielle pour des applications à très hautes températures (figure I-11)

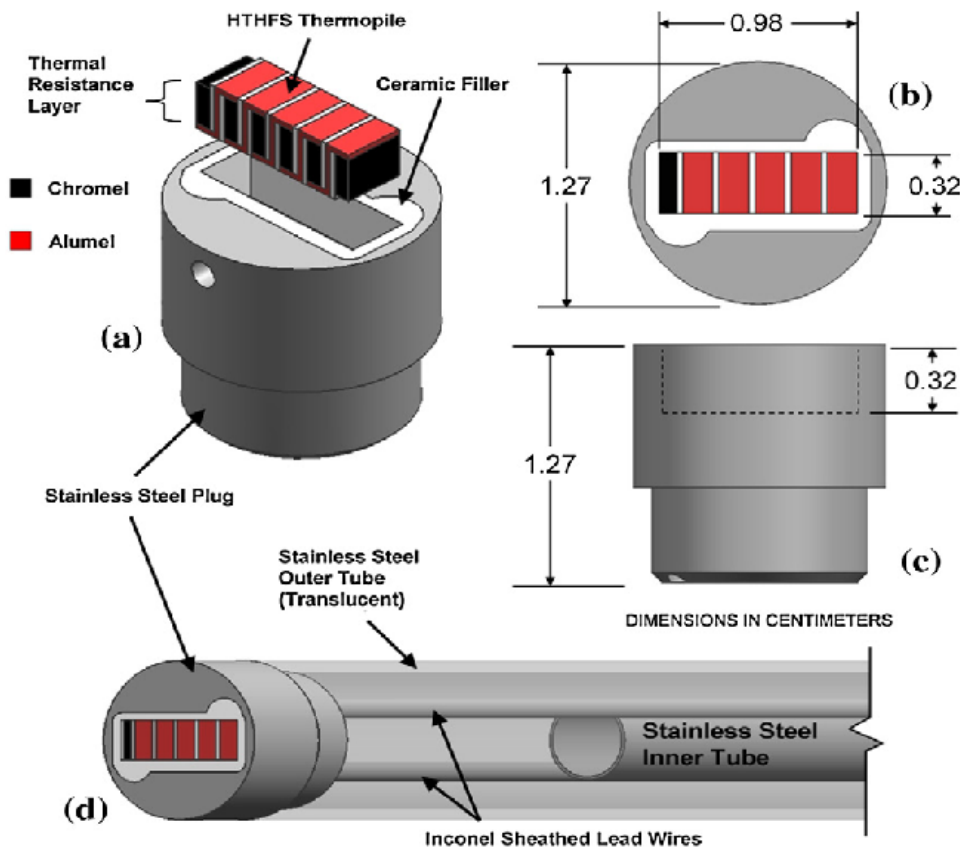


Figure I-11 : Vue globale d'un capteur à thermopile différentielle

Il s'agit d'un capteur à thermopile différentielle. Il peut fonctionner à des températures allant jusqu'à 1000 ° C. La thermopile est constituée de thermocouples de type K soudés entre eux en forme de serpentin pour former une connexion en série. Dans leur configuration, la résistance thermique du capteur est formée par les alliages de thermocouple et des minces plaques en céramique. Ces dernières sont utilisées pour l'isolation électrique entre les jonctions des thermocouples. Lorsque de la chaleur s'écoule à travers la thermopile, le capteur délivre en sortie une tension proportionnelle à la différence de température à travers la résistance thermique du capteur.

1.3.3.2 fluxmètres à très faible perturbation thermique

Dans les cas les plus difficiles et très courants (régime instationnaire et transfert dans des parois métalliques), il existe un autre type de fluxmètre conçu spécialement pour minimiser les bruits de mesures induits par la présence du capteur à la surface où s'effectue les mesures de température.

Les capteurs de flux existants cités précédemment sont souvent biaisés notamment avec des parois métalliques en raison principalement de la propre résistance thermique du capteur, de leur émissivité différente car ils sont généralement installés en paroi perpendiculairement à la direction du flux de chaleur à mesurer. Pour pallier à ce défaut, depuis plusieurs années le Laboratoire de Thermocinétique de Nantes (LTN) développe une micro-instrumentation à l'aide de micro-thermocouples dans un plan parallèle (et non plus perpendiculaire) à la direction du flux à mesurer. Il s'agit de fluxmètres constitués de deux demi-coquilles réalisées dans le même matériau que celui de la paroi avec un réseau de thermocouples filaires. Ces derniers sont installés dans le plan de coupe à différentes distances de la paroi (figure I-12). Ce fluxmètre a été décrit dans un brevet [J Bardon 60]. Comme le plan de coupe est parallèle à la direction du flux de chaleur, ce genre de fluxmètres perturbe très peu la diffusion de la chaleur, notamment pour des transferts 1D perpendiculaires à la paroi. Un certain nombre de travaux existe dans la littérature à propos de ce genre de fluxmètre. Ils concernent autant sa conception (taille des capteurs, l'emplacement des thermocouples) que son utilisation dans diverses situations. [61 ,62]. La plupart des auteurs utilise des thermocouples de type K, implantés dans la paroi solide. Ils constituent des points de mesures locaux desquels sont déduits directement ou indirectement (méthode inverses) les flux de chaleur suivant leur positionnement.

Dans ce qui suit, nous allons présenter en détail le fluxmètre conçu et réalisé par Bourouga et al [61], au sein du laboratoire de Thermocinétique de Nantes (LTN).

Le terme capteur thermique désigne une épaisseur de paroi siège d'un transfert de chaleur par conduction unidirectionnel et équipée de deux thermocouples (ou plus), pour les mesures de température. Cette technique de mesure est classique et très utilisée en laboratoire, souvent réalisée par soi-même du fait de la nécessité de mesures. Les caractéristiques thermo-physiques du matériau ($\lambda, \rho C_p$) sont supposées connues. L'épaisseur de la paroi considérée est comprise entre la surface (ou l'interface) à caractériser $x = 0$ et le point d'implémentation de deuxième thermocouple $x_2 = e$ (ou du $n^{\text{ième}}$ et dernier thermocouple, $x_n = e$).

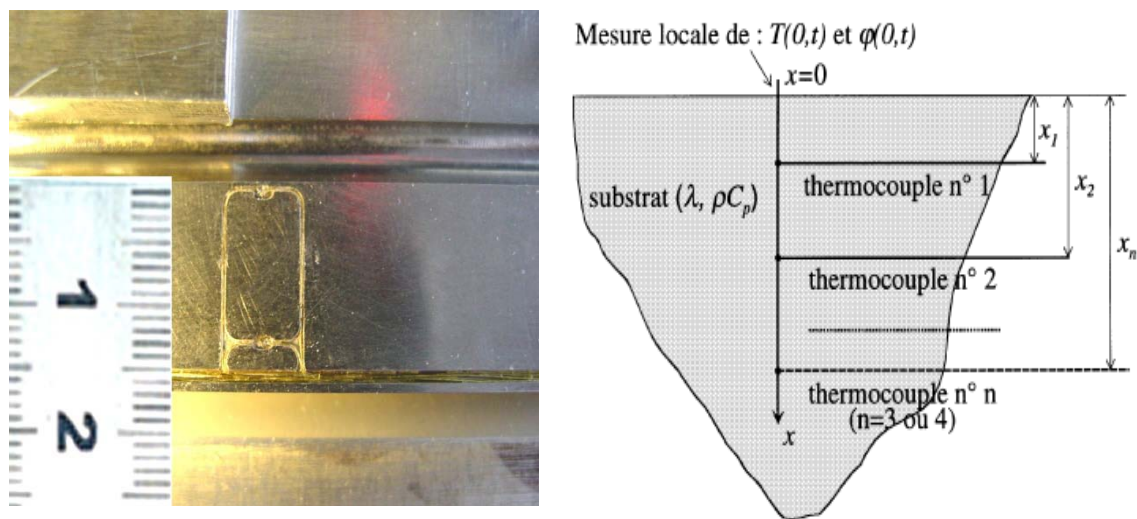


Figure I-12 : Photographie et schéma de principe du capteur thermique à base de thermocouples filaires [61]

Deux thermocouples suffisent pour réaliser un capteur fluxmétrique. Mais dans le but de palier à d'éventuels défauts ou pertes de thermocouple en cours de manipulation, il est convenable d'en implanter un peu plus ($n = 3$ ou 4). Les fils de thermocouple suivent des isothermes et les soudures chaudes sont placées à des cotes x_i et alignées selon la normale à la face $x = 0$. Les fluxmètres sont réalisés à partir des fils habituels, dont le diamètre est de 200, 100 ou 50 μm . La zone active d'un thermocouple soudé (figure I-13), est le volume de sa soudure (jonction). Il existe des cas où on peut être amené à réduire la dimension de la jonction. Cela impose l'utilisation d'autres conducteurs encore plus fins. Il existe des conducteurs de type K ou S dont le diamètre respectif peut atteindre 10 à 0.5 μm , mais la méthode permettant leur soudage n'est pas évidente à mettre en œuvre. Par ailleurs, malgré la

relative fragilité des jonctions pour les conducteurs de très petit diamètre, ces derniers restent dans certains cas le moyen idéal de prise de température.

Habituellement, les thermocouples qui forment ce type de fluxmètre, sont placés dans des rainures ou au fond d'un trou. Les perçages de ces trous sont réalisés à l'aide de diverses techniques telles que l'électroérosion, le perçage laser ou mécanique, rainurage.... Cependant, dans le cas d'instrumentation par thermocouples, des perturbations sont généralement engendrées par la présence de ces trous ou rainures dans lesquelles sont placés les thermocouples.

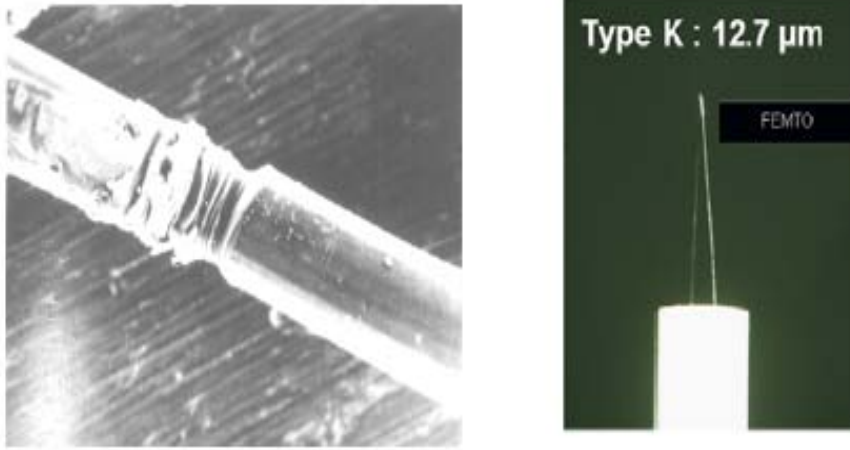


Figure I-13 : Jonction thermocouple

Des règles courantes d'instrumentation par thermocouples existent [61], elles imposent que le fil du thermocouple doit suivre une isotherme afin de limiter l'effet d'ailette par les fils. De plus la position du second thermocouple doit être loin de la surface à caractériser, pour que le problème de conduction de chaleur soit le plus indépendant possible de la source de chaleur. Le positionnement du second thermocouple est très important pour obtenir une meilleure précision de mesure et pour éviter que la constriction dû au trou de ce thermocouple ne perturbe la mesure du premier thermocouple. Pour remédier aux problèmes de mesure rencontrés dans ce cas et afin de diminuer les erreurs de mesure, GUILLOT Emilien [63] avait réalisé une étude dont l'objet était d'obtenir l'évolution paramétrique de la perturbation engendrée par la présence du trou dans lequel est placé le premier thermocouple du fluxmètre. Il a présenté une analyse numérique du problème de transferts thermiques dans une paroi

instrumentée par un fluxmètre à base de thermocouple filaire. Cette étude lui a permis de dégager d'autres règles supplémentaires assurant une meilleure maîtrise du champ de perturbation induit par le caractère intrusif de la pose de thermocouple. Parmi ces solutions, la plus simple et la plus efficace est de diminuer le rayon du trou, car l'erreur de mesure est directement proportionnelle à cette taille.

En effet, dans ces fluxmètres à base de thermocouples filaires, la taille de la jonction peut aussi créer des biais de mesures avec des constriction des lignes de flux par la présence du thermocouple [64]. Et compte tenu de la taille des thermocouples les plus utilisés, autour de 50 μm , il existe une certaine imprécision au niveau de la localisation de la soudure fils (jonction)/paroi métallique. Il en résulte une incertitude d'environ une vingtaine de micromètre pour la distance entre deux thermocouples filaires.

Ce type de fluxmètre sert en pratique à caractériser les conditions thermiques qui prévalent sur une surface ou à une interface donnée. Ces conditions peuvent être une température, une densité de flux, un coefficient de transfert ou une résistance de contact. Le principe de mesure de tels capteurs thermiques est simple. La détermination de ces conditions thermiques repose sur le relevé de mesures de quelques thermocouples judicieusement placés et d'une méthode inverse de conduction de la chaleur, méthodes inverses classiques telles que spécification de fonction ou autres.

I.4 Fluxmètres dynamiques ou destinés au suivi de variation microclimatique

En ce qui concerne les travaux sur les capteurs fluxmétriques dynamiques, des travaux ont été réalisés pour des applications dans le bâtiment, ces travaux ont été initiés par Clavet puis Brunjail *et al*, au laboratoire de Thermocinétique dans les années 1980 menant à des études thermiques et à un premier prototype (figure I-14). Il s'agit d'un capteur à impulsion pour la caractérisation des transferts thermiques entre une paroi et son environnement microclimatique en régime variable [65, 66].

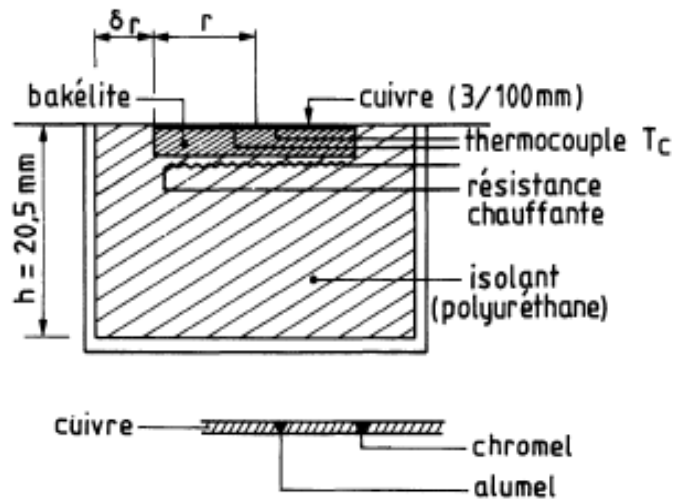


Figure I-14 : Schéma du capteur de Brunjail *et al*

Le principe de mesure du coefficient de transfert thermique lié à la paroi h et la température équivalente T_E a été validé. Compte tenu des technologies de fabrication de l'époque, le prototype présenté sur la figure I-14 est d'une taille trop importante limitant les utilisations et les performances du capteur. Notre étude bibliographique a montré que les travaux sur ce capteur dynamique n'ont jamais été poursuivis. Ces travaux méritent d'être repris compte tenu des besoins actuels. La conception de ces capteurs dynamiques sera revue dans nos travaux en intégrant à la fois l'utilisation de la technologie couches minces et les nouvelles techniques de mesure. Ce qui fera l'objet du chapitre 4 de la présente étude.

Il existe peu de travaux sur ce type de capteur dans la littérature. On trouve des travaux sur des capteurs dynamiques utilisés pour la mesure de la vitesse et direction du vent [67]. N T Nguyen [68, 69] a présenté un nouveau concept de capteur thermique pour l'estimation de la direction et de la vitesse de l'écoulement de l'air. La vitesse d'écoulement et

l'angle qui détermine le sens du vent sont évalués à partir de la température moyenne dans l'ensemble du capteur.

La figure I-15 présente le prototype de ce capteur. Il s'agit d'un capteur réalisé sous la forme d'un disque, composé d'un élément chauffant circulaire de 1 cm de diamètre placé dans le centre d'un disque d'aluminium de 6 cm de diamètre et de 40 capteurs de température (thermocouples K) disposés dans des anneaux concentriques sur le même disque.

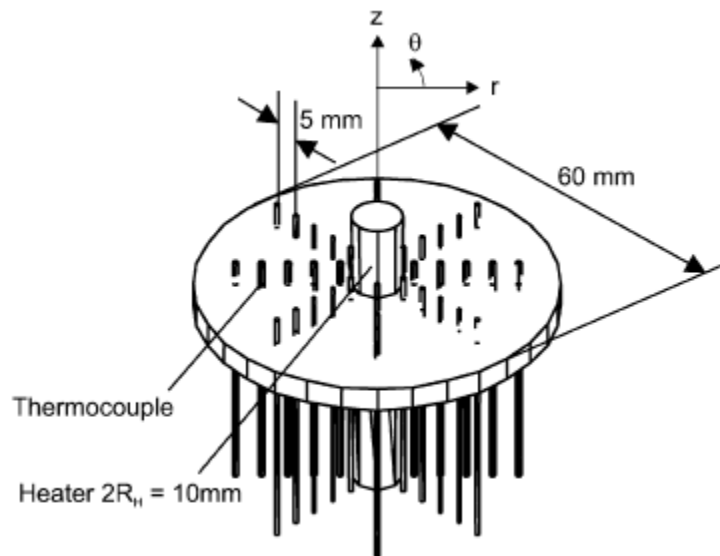


Figure I-15 : Schéma du capteur de NT Nguyen

I.5 Conclusion

Nous avons présenté dans ce premier chapitre, les différentes méthodes utilisées pour mesurer le flux de chaleur. Puis nous avons présenté les principaux capteurs fluxmétriques les plus utilisés actuellement à l'échelle laboratoire ainsi qu'à l'échelle industrielle.

Nous avons passé en revue les principaux travaux déjà réalisés dans ce domaine, nous avons vu que différentes conceptions existent pour chaque type de capteurs fluxmétriques, et chaque équipe développe une méthode de mesure associée à leur capteur de flux thermique. Nous avons pu montrer que les fluxmètres conventionnels réalisés à base de thermocouples filaires ont une large utilisation. Cependant, ces derniers souffrent d'une limitation de leur résolution spatiale, de la taille de la jonction. Cette dernière peut être source de biais de mesures avec des constriction des lignes de flux par la simple présence de thermocouple dans la zone où s'effectue la mesure et d'une imprécision au niveau de la localisation des jonctions de thermocouples. De plus, l'imprécision dans la distance entre deux thermocouples présente elle aussi une source d'erreurs non négligeable dans les mesures de flux par méthodes inverses.

Par ailleurs, nous avons vu la multiplicité de capteurs fluxmétriques réalisés à base de couches minces métalliques. L'intérêt est d'obtenir notamment une moindre perturbation due à la plus faible épaisseur de l'élément thermosensible (autour du μm) ainsi qu'une meilleure connaissance des positions et la distance entre les différents capteurs de température. En revanche cette technique présente aussi une petite faiblesse liée à la tenue mécanique des dépôts sur le substrat mais aussi à la perturbation des transferts de chaleur issue du positionnement des ces capteurs (perpendiculaires à la direction de flux de chaleur).

Pour palier aux problèmes des mesures rencontrés dans l'utilisation des fluxmètres cités dans l'étude bibliographique, nous proposons une nouvelle conception associée à la technique de dépôt en couches mince. C'est donc autour de cette technique prometteuse que notre projet s'est construit.

Dans cette étude, nous allons décrire la conception et la mise en œuvre de deux nouveaux types de fluxmètres thermiques avec mesure de température par thermorésistances en couches minces métalliques. Le premier est un capteur passif et le second est dynamique.

Chapitre II
Coefficient de température
de la résistivité électrique
de couches minces métalliques

Ce chapitre est consacré à l'étude de l'effet de différents paramètres d'élaboration de dépôts métalliques en couches minces sur le coefficient de température de la résistivité électrique des thermorésistances à base de dépôts en couches minces

Dans une première partie, nous décrivons d'abord brièvement les diverses méthodes utilisées pour la fabrication des films minces par voie physique. Nous décrivons ensuite plus particulièrement la méthode utilisée dans nos travaux qui est basée sur le principe de la pulvérisation cathodique, en soulignant ses avantages et les difficultés rencontrées dans sa mise en œuvre.

Ensuite nous allons regarder l'effet de plusieurs paramètres d'élaboration du dépôt sur le coefficient de température des thermorésistances réalisées, tels que : l'épaisseur du film, la nature du métal déposé, la nature du substrat et les conditions d'élaboration comme par exemple la pression du gaz utilisé.

Notons que l'objectif essentiel de cette étude est de trouver un compromis entre les différentes conditions d'élaboration et une meilleure combinaison du couple dépôt / substrat permettant d'atteindre la valeur la plus élevée du produit $\alpha \rho_0$ (avec α coefficient de température du matériau et ρ_0 sa résistivité électrique à la température de référence). C'est ce produit qui définit donc la sensibilité d'un capteur réalisé avec un matériau déposé en couches minces.

La combinaison qui sera choisie par la suite pour la fabrication des capteurs en couches minces passifs est celle qui donne un produit ($\alpha \rho_0$) le plus élevé possible, pour une sensibilité maximale à une variation de température. Car pour ce type de capteur, c'est la qualité des couches minces déposées qui détermine la performance globale du capteur. Cette qualité est régie à la fois par une bonne maîtrise des paramètres d'élaboration du processus et le bon choix du couple dépôt / substrat utilisé.

II.1 Techniques générales de dépôts de couches minces

L'appellation [couche mince] est réservée à des films d'épaisseur micrométrique ou submicrométrique. Il existe de multiples techniques et systèmes de dépôts en couches minces [70-72]. Les principales méthodes utilisées pour fabriquer des couches minces sous vide font appel à la technique de dépôt en phase vapeur chimique (CVD : Chemical Vapor Deposition) et de dépôt en phase vapeur physique (PVD : Physical Vapor Deposition). La classification des méthodes est présentée sur le schéma de la figure II-1.

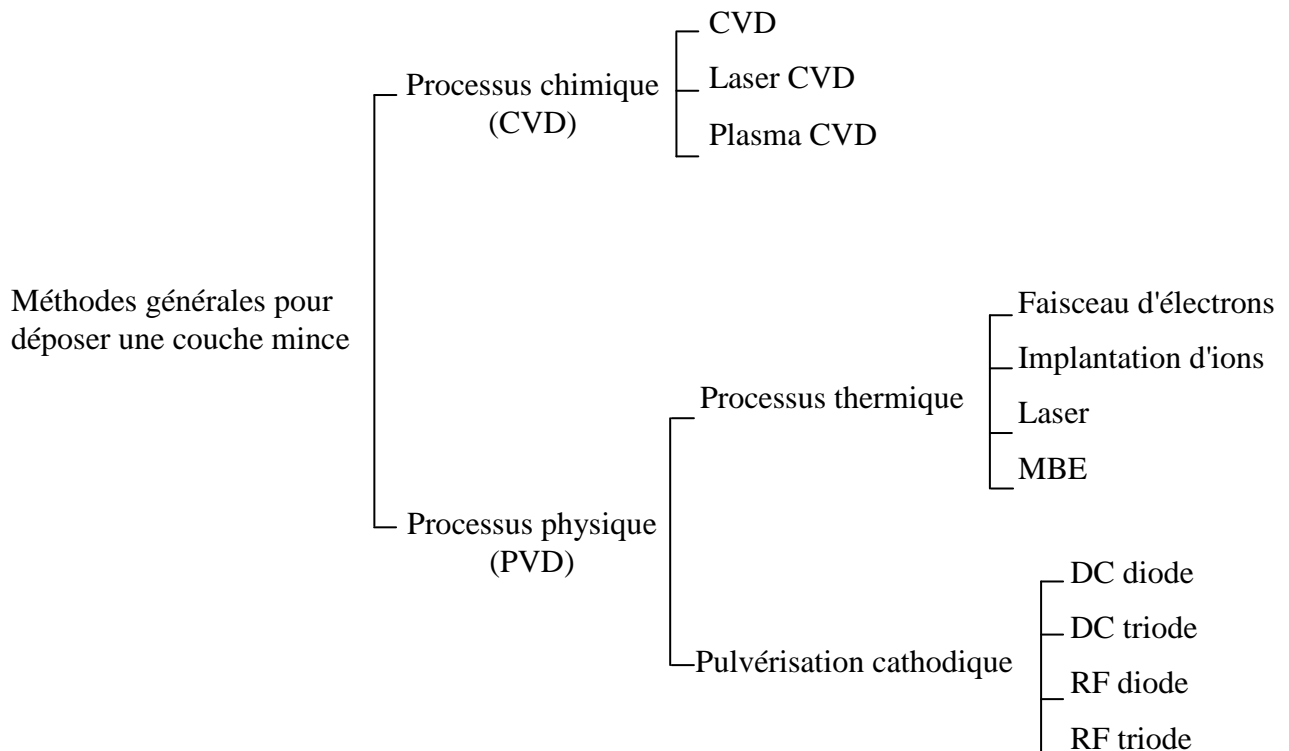


Figure II-1 : Méthodes générales de dépôt en couches minces sous vide

Le dépôt en phase (PVD) présente beaucoup d'avantages par rapport à celui réalisé par voie CVD pour plusieurs raisons : films plus denses, bonne stœchiométrie, processus facile à contrôler, reproductibilité des systèmes réalisés, faible contamination liée à un vide très poussé... Les systèmes de pulvérisations cathodiques font partie de ces procédés de dépôt qui bénéficient d'une très grande popularité notamment en milieu industriel. Ils sont moins performants que le procédé CVD au niveau d'une réalisation multicouches et de la vitesse de dépôts, mais incontestablement, ils sont plus simples à mettre en œuvre car ils permettent de pulvériser une large palette de matériaux à température ordinaire.

Ainsi, la pulvérisation cathodique connaît aujourd'hui un grand succès dans le domaine de l'élaboration des métaux et des diélectriques. Elle a donné lieu à de nombreux travaux de recherche [73 - 78]. Notons qu'en pulvérisation cathodique nous distinguons la pulvérisation simple et la pulvérisation réactive. Dans la pulvérisation simple l'atmosphère de la décharge est chimiquement neutre, c'est-à-dire que l'on produit un vide de 10^{-6} mbar. On injecte ensuite le gaz d'argon pur pour créer le plasma. Dans le cas de pulvérisation cathodique réactive, l'atmosphère de plasma est réactive, c'est-à-dire que l'on introduit un certain pourcentage de gaz actif avec l'argon, par exemple de l'oxygène O_2 ou de l'azote N_2 [79, 82]. Dans chacun de ces cas, la cible peut être constituée d'un matériau simple ou bien d'un composé.

Il existe différents types de systèmes de pulvérisation cathodique, suivant le mode de création du plasma ou la nature de la cible utilisée (conductrice ou isolante) : diode à courant continu, triode à courant continu, ou radio fréquence. Nous présenterons dans le paragraphe suivant la technique de pulvérisation utilisée dans nos travaux pour la réalisation de nos échantillons à base de couches minces en cuivre et aluminium.

II.2 La technique de dépôt par pulvérisation cathodique (Sputtering)

II.2.1 Principe de pulvérisation cathodique

La technique de pulvérisation cathodique a été utilisée tout le long de ce travail. C'est un procédé de dépôt sous vide, fonctionnant à température ambiante, le principe étant de créer un plasma par injection d'un gaz inerte (Ar) à pression réduite. Il s'agit d'un phénomène d'éjection des particules à partir de la surface d'un matériau appelé cible. Celle-ci est portée à une tension négative grâce à un générateur continu pour les films simples ou Rf pour les films composés. Un flux de particules énergétiques (Ar^+ , radicaux, neutres...) est ensuite accéléré dans le plasma grâce à la présence d'un champ magnétique autour de la cible. Lorsque celle-ci est bombardée par ce flux, des particules pulvérisées sont libérées pour constituer le futur dépôt selon deux phases : nucléation et constriction.

Les particules pulvérisées sont en général électriquement neutres. Elles sont diffusées dans toute l'enceinte et peuvent être orientées vers le substrat selon une distribution spatiale maîtrisée (plasma). Donc la qualité thermique d'un dépôt dépend considérablement des phénomènes produits au sein de ce plasma. A petite échelle, la première zone affectée par ces phénomènes est l'interface dépôt- substrat qui joue un rôle prépondérant dans les échanges thermiques.

Le schéma de principe de cette technique est présenté dan la figure II-2 suivante :

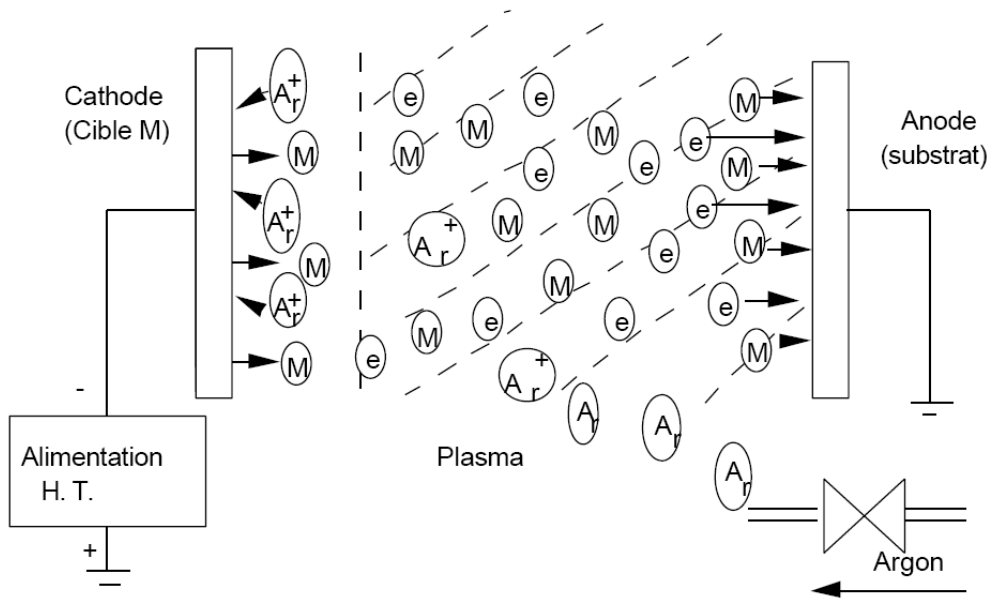


Figure II-2 : Schéma de principe de pulvérisation cathodique

Cette technique permet de déposer tous les types de matériaux, simples ou composés, réfractaires ou non, conducteurs ou isolants. Tous les types de substrats peuvent être recouverts, pourvu qu'ils aient les qualités requises de tenue au vide et à la température. Les différents paramètres de dépôt (orientation et distance cible-substrat, pression d'argon, densité de puissance du plasma, température de substrat, etc..) permettent de faire varier la structure et la microstructure des couches minces. Cette technique nous a permis de déposer des films de cuivre et d'aluminium sur des substrats de verre et de polyimide.

II.2.2 Dispositif de la pulvérisation cathodique

La figure II-3 montre une vue d'ensemble du dispositif de pulvérisation cathodique utilisé. Ce dispositif est composé d'une enceinte à vide ou règne une pression résiduelle inférieure à 10^{-6} mbar, dans laquelle ont été disposées deux électrodes planes, cathode et anode, distantes de quelques centimètres. La cathode froide, sur laquelle le matériau à pulvériser (cible) est fixé, est reliée au pôle négatif d'un générateur de tension continue. L'anode sur laquelle se trouve le substrat, est reliée à la masse



Figure II-3 : Photo du bâti de pulvérisation cathodique

Comme signalé précédemment, le système de pulvérisation cathodique utilisé pour la réalisation des différents dépôts de cuivre et d'aluminium présente l'avantage d'être très simple à mettre en œuvre. Son inconvénient majeur est lié à la nécessité d'utiliser une valeur élevée de la pression (entre 10^{-2} et 10^{-3} mbar) pour entretenir une décharge stable du plasma. En effet aux pressions élevées, on observe dans les films déposés la présence en quantité parfois non négligeable d'impuretés, en provenance principalement du gaz de bombardement (Ar) ou de l'atmosphère résiduelle comme la vapeur d'eau, l'oxygène, ou des molécules organiques, qui ne peuvent être totalement éliminées du fait de la faible dynamique de pompage dans la gamme de pression considérée.

II.3 Préparation des échantillons

II.3.1 Conditions d'élaboration

Les films de cuivre et d'aluminium d'épaisseurs comprises entre 50 et 250 nm, ont été déposés par pulvérisation cathodique sur des substrats de verre (75 x 25 x 01 mm) et de polyimide (75 x 25 x 0,125 mm). Il est à noter que les substrats en polyimide qui sont de nature souple ont été collés sur des lames de verre (75 x 25 x 1 mm) afin de faciliter leur fixation sur le porte substrat et aussi pour éviter toute déformation et ondulation de la surface du polyimide pendant le procédé de dépôt.

La préparation des substrats a consisté en un nettoyage dans un bain d'alcool. L'objectif principal du nettoyage consiste à préparer les échantillons. Dans notre travail, la séquence typique de nettoyage était classique; les échantillons sont dégraissés et nettoyés des impuretés dans un bain d'alcool. Ensuite ils sont rincés et séchés. La cible de cuivre ou d'aluminium dont le diamètre est de 130 mm est disposée horizontalement dans la partie inférieure de l'enceinte à vide. Le substrat est fixé entre le masque et le porte substrat et placé à une distance de 200 mm de la cible faisant un angle d'incidence de 35° par rapport à la normale à celle-ci. La figure II-4 présente la configuration interne de l'enceinte (chambre à vide) utilisée.

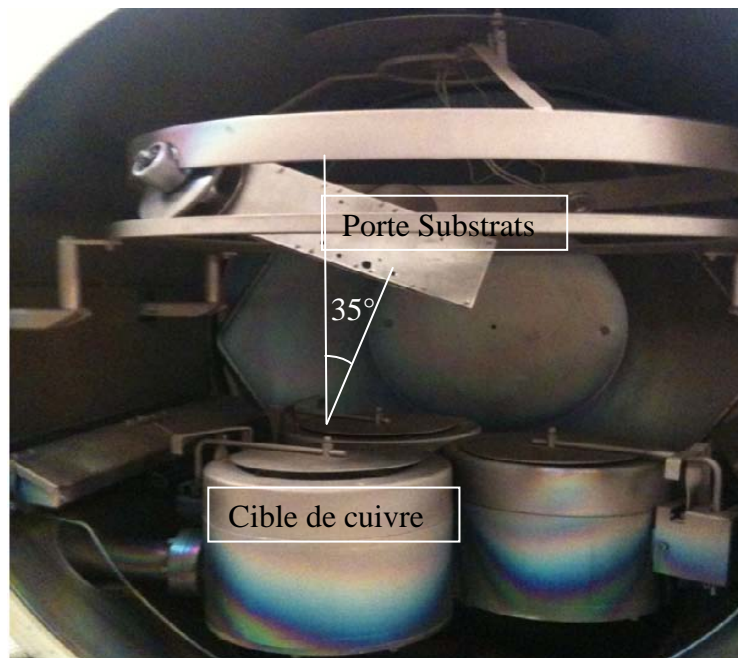


Figure II-4 : Vue interne de la chambre à vide (cible et porte substrat)

Un système de pompage permet d'obtenir un vide poussé de $6 \cdot 10^{-6}$ mbar. Un dispositif d'alimentation en gaz permet d'ajuster la pression d'argon. Nous avons choisi de travailler avec deux pressions différentes l'une à $3,4 \cdot 10^{-3}$ mbar et l'autre à $7 \cdot 10^{-3}$ mbar. La tension d'accélération du générateur continu est de 500 Volts. L'ionisation de l'argon (plasma) est à l'origine d'une décharge luminescente. Les ions positifs Ar^+ pénètrent le réseau atomique de la cible provoquant ainsi l'expulsion des atomes de surface. Les substrats reçoivent alors le flux d'atomes éjectés.

Le tableau II-1, résume les conditions d'élaboration des dépôts métalliques en couches minces fixées pour la réalisation de nos échantillons. Sur ce tableau, sont données les valeurs de la pression résiduelle de l'enceinte à vide, la pression du travail du gaz d'argon, le temps de dépôt, la tension d'accélération du générateur, la distance entre la cible et le substrat ainsi que la température pendant le dépôt.

Tableau II-1 : Conditions d'élaboration des dépôts en couches minces de cuivre et d'aluminium

Paramètre	Valeur
Pression résiduelle	$6 \cdot 10^{-6}$ mbar
Pression du gaz (Ar)	$3,4 \cdot 10^{-3}$ mbar ou $7 \cdot 10^{-3}$ mbar
Temps de dépôt	4 ou 10 min
Tension d'accélération du générateur	500 volts
Distance cible/substrat	0,2 m
Température de travail	27°C

A partir du masque présenté sur la figure II-5, plusieurs échantillons ont été réalisés. Ces échantillons sont utilisés pour la caractérisation électrique (mesure de résistances électriques et coefficients de température). D'autres échantillons ont été réalisés et servent comme témoins pour la caractérisation physique (mesure d'épaisseur).

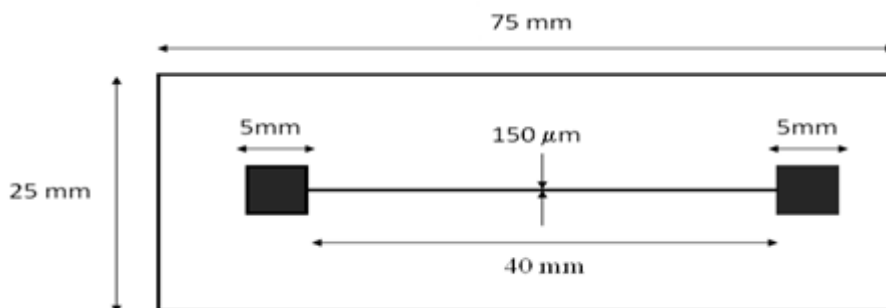


Figure II.5 : Masque utilisé

II.3.2 Mesure d'épaisseur des dépôts métalliques

Une fois les échantillons réalisés, il est indispensable de les caractériser afin de connaître certaines propriétés : leur épaisseur, leur structure...

Il existe de nombreuses méthodes de mesure des épaisseurs des dépôts en couches minces « in situ », c'est-à-dire en temps réel, pendant le procédé de dépôt. Toutefois en pratique, on utilise principalement les méthodes suivantes :

- Profilomètre mécanique
- Mesure de masse par microbalance à quartz
- Mesure optique des variations de transmission ou de réflexion sur une pièce ou témoin exposé au dépôt

En pratique, il suffit de créer, lors de la phase de dépôt, une « marche » entre une zone recouverte de dépôt et une autre non recouverte pour connaître son épaisseur (figure II-6). Dans nos travaux, cette marche a été obtenue grâce à un cache formé par une lame de verre, placée sur la moitié du substrat de verre ou de polyimide avant le dépôt, de manière à avoir à la fin une zone recouverte de dépôt et une autre non recouverte.

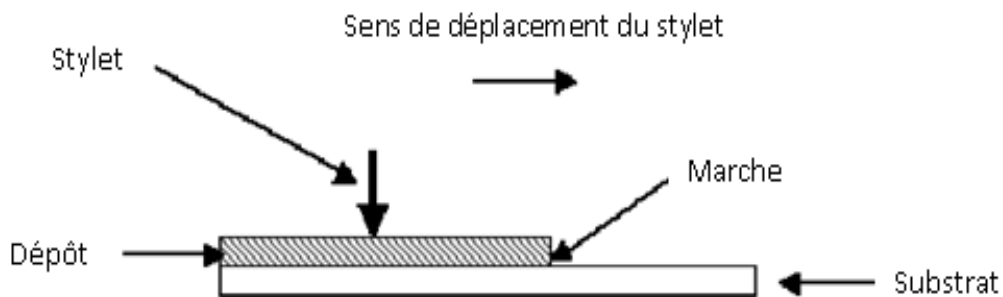


Figure II-6 : Principe de mesure d'une épaisseur d'un dépôt couche mince

Les mesures d'épaisseur des échantillons réalisés ont été effectuées à l'institut des matériaux de Nantes (IMN). Le profilomètre utilisé est un DEKTAK 8 de la société VEECO. Il permet de mesurer des épaisseurs jusqu'à un minimum de quelques dizaines de nm. Le principe de fonctionnement de l'appareil est le suivant : un stylet à pointe diamantée très sensible balaye la surface de l'échantillon à analyser selon un plan de coupe en deux dimensions. Ce stylet est monté sur un système sans friction qui permet de maintenir le contact durant toute la mesure. Les irrégularités de la surface du dépôt analysé se traduisent

immédiatement par une variation dans la position verticale de ce stylet, qui est alors transformée en tension électrique grâce à un transformateur différentiel. Un convertisseur analogique-numérique permettant de convertir les résultats, puis ces derniers sont stockés dans la mémoire de l'appareil, assure alors le lien avec le logiciel. On obtient alors sur l'écran de contrôle la variation verticale de la position du stylet en fonction de la distance qu'il a parcourue sur l'échantillon.

II.4. Dispositif expérimental pour les mesures électriques

Un dispositif expérimental adapté aux mesures des résistances électriques a été mis en place pour déterminer la valeur des résistances électriques des films minces de cuivre et d'aluminium et suivre leur évolution en fonction de la température. Il s'agit d'un boîtier isotherme composé d'un support porte échantillons et d'un capot. Ce dispositif est décrit sur la figure II -7.

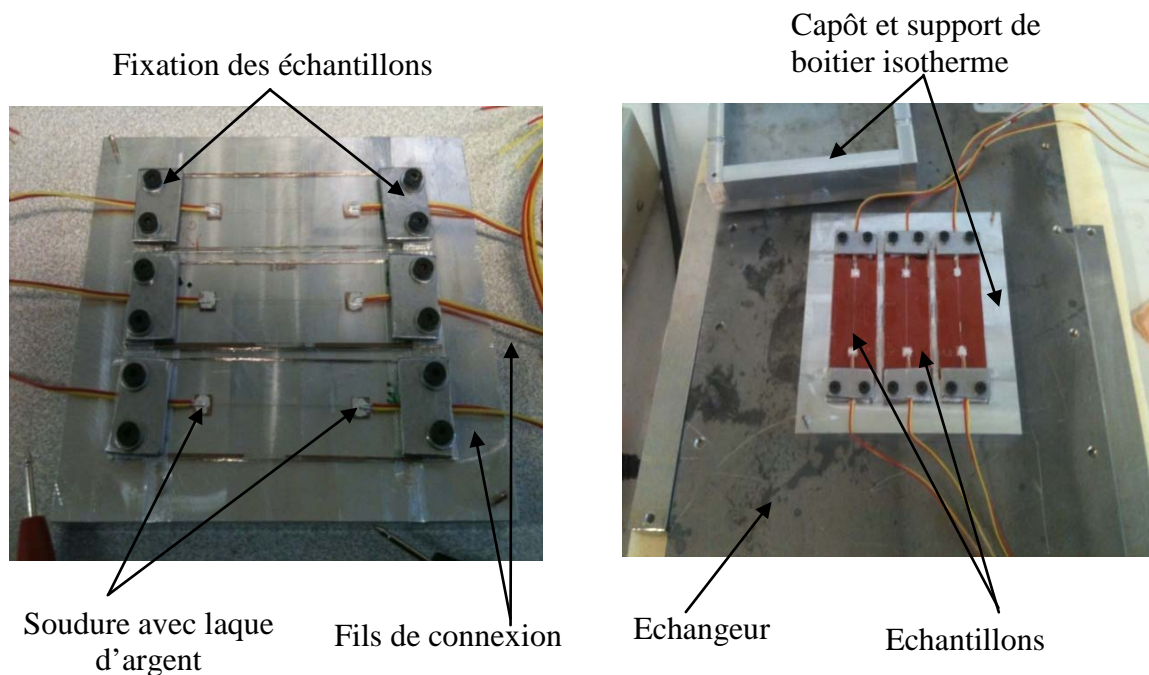


Figure II -7 : Dispositif expérimental

Un système de fixation est conçu afin de bien fixer les échantillons ainsi que les fils de connexion. De ce fait, il faut éviter que les fils de connexion arrachent des dépôts métalliques et aussi éviter toute imperfection de contact pendant les essais.

La connectique qui permet la liaison entre les couches minces métalliques réalisées et le matériel d'acquisition est délicate à mettre en place.

Dans notre cas, pour des mesures de précisions et afin d'éviter les imperfections de contact qui peuvent engendrer des bruits de mesure, notre choix s'est d'abord porté sur le soudage avec de l'étain. Cependant, ce soudage présente des contraintes liées à sa mise en œuvre. En effet, l'étain porté à une température très élevée arrache les dépôts métalliques de leurs substrats. C'est pourquoi, les connexions entre les fils de cuivre étamés et les couches minces de cuivre ou d'aluminium (déposées sur du verre ou sur Kapton polyimide) ont été effectuées par un autre procédé, qui est celui du collage avec de la laque d'argent.

Une fois les échantillons placés et fixés sur le boîtier isotherme, ce dernier sera fermé et placé à son tour sur une plaque d'échangeur. La température de l'échangeur est ajustée à l'aide d'une circulation d'eau à partir d'un bain thermostaté. L'ensemble boîtier isotherme et plaque échangeur est isolé thermiquement. Les mesures de la résistance électrique des dépôts ont été effectuées en régime permanent pour 5 températures, comprises entre 10 et 60 °C. Un thermocouple de type K, est placé sur le boîtier isotherme afin de vérifier et suivre sa température. Les différentes valeurs de résistance électrique des dépôts de cuivre et d'aluminium sont mesurées pour chaque température.

II.5 Mesure et caractérisations électriques

II.5.1 Mesure de la résistance électrique

Il existe différentes techniques pour mesurer précisément une résistance électrique, ces techniques de mesures diffèrent en fonction de la précision souhaitée. La plus simple est la mesure 2 fils. Pour cette technique la tension mesurée est donnée par :

$$V = (R + r_{contacts} + r_{fils})I \quad (2.1)$$

R est la résistance à mesurer, $r_{contacts}$ est la résistance des contacts électriques entre l'élément central et les fils de mesure et r_{fils} est la résistance des fils de mesure.

On voit clairement que dans cette technique il existe des erreurs de mesure liées à la résistance des contacts électriques et des fils de mesure. Pour s'affranchir des erreurs liées aux

résistances de fils, nous avons utilisé une mesure 4 fils. La figure II-8 donne un aperçu simplifié du dispositif de mesure de la résistance électrique.

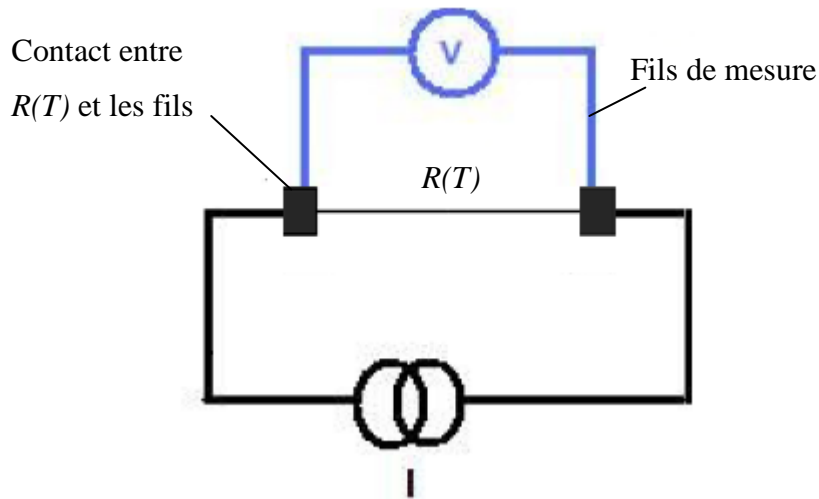


Figure II-8 : Schéma de mesure 4 fils de la résistance électrique

En raison de la forte impédance de l'appareil de mesure, le courant dans les branches de tension est nul et les résistances des fils n'interviennent plus dans la mesure de la chute de tension observée aux bornes de la résistance $R(T)$ à mesurer.

Les mesures de résistance ont été effectuées avec un multimètre de haute précision de type Keithley 2000. Cet appareil présente en face avant quatre bornes qui permettent la connexion de la résistance $R(T)$ de l'échantillon. L'avantage de l'appareil utilisé réside dans sa précision.

II.5.2 La résistivité électrique

La résistivité électrique est une propriété caractéristique du matériau déposé indépendante de la nature et des dimensions du substrat utilisé donnée par la relation (2.2).

$$\rho_0 = R_0(T)S / L \quad (2.2)$$

Le calcul de la résistivité de nos échantillons a été fait à partir de la mesure de la résistance électrique des dépôts de cuivre et d'aluminium $R_0(T)$ et celle des dimensions des films, caractérisées par l'épaisseur du dépôt (e), la longueur d'élément central (L) sans les contacts aux extrémités.

II.5.3 Le coefficient de température

Le coefficient de température peut être calculé à partir de l'acquisition des valeurs de résistances aux différentes températures (entre 10 et 60 °C), d'après la loi de variation de la résistance avec la température

$$R(T) = R_0(1 + \alpha(T - T_0)) \quad (2.3)$$

Le coefficient de température peut être donné par :

$$\alpha = \frac{R(T) - R_0}{R_0} \times \frac{1}{(T - T_0)} \quad (2.4)$$

où α [K^{-1}] est le coefficient de température du matériau, R sa température électrique à une température donnée T et R_0 sa résistance électrique à la température de référence T_0 .

Dans notre étude, les valeurs de coefficient de température ont été obtenues graphiquement par régression linéaire à partir des courbes qui donnent l'évolution de la résistance électrique de dépôts métalliques en fonction de la température.

II.6 Effet des conditions d'élaboration sur le coefficient de température des dépôts en couches minces.

Nous avons mené une étude sur les différentes causes susceptibles de modifier le comportement de coefficients de température des thermorésistances en couches minces métalliques.

Les propriétés électriques comme le coefficient de température et la résistivité électrique du cuivre ou de l'aluminium déposé sous forme de couches minces par pulvérisation cathodique, sont différentes de celle du cuivre ou de l'aluminium massif [83]. Dans cette partie, nous allons présenter les variations de la résistivité électrique et du coefficient de température α des dépôts métalliques en couches minces en fonction des conditions d'élaboration : nature du matériau (cuivre ou aluminium), nature du substrat (verre ou polyimide), temps de dépôt (épaisseur des dépôts) et pression d'argon ($3,4 \cdot 10^{-3}$ ou $7 \cdot 10^{-3}$ mbar).

Les évolutions de la résistance électrique R en fonction de la température $T-T_0$ pour tous les cas étudiés sont données par les figures II-9 et II 10 qui présentent respectivement les variations de la résistance électrique R en fonction de la température, pour des films de cuivre et d'aluminium déposés sur des substrats de verre et de polyimide.

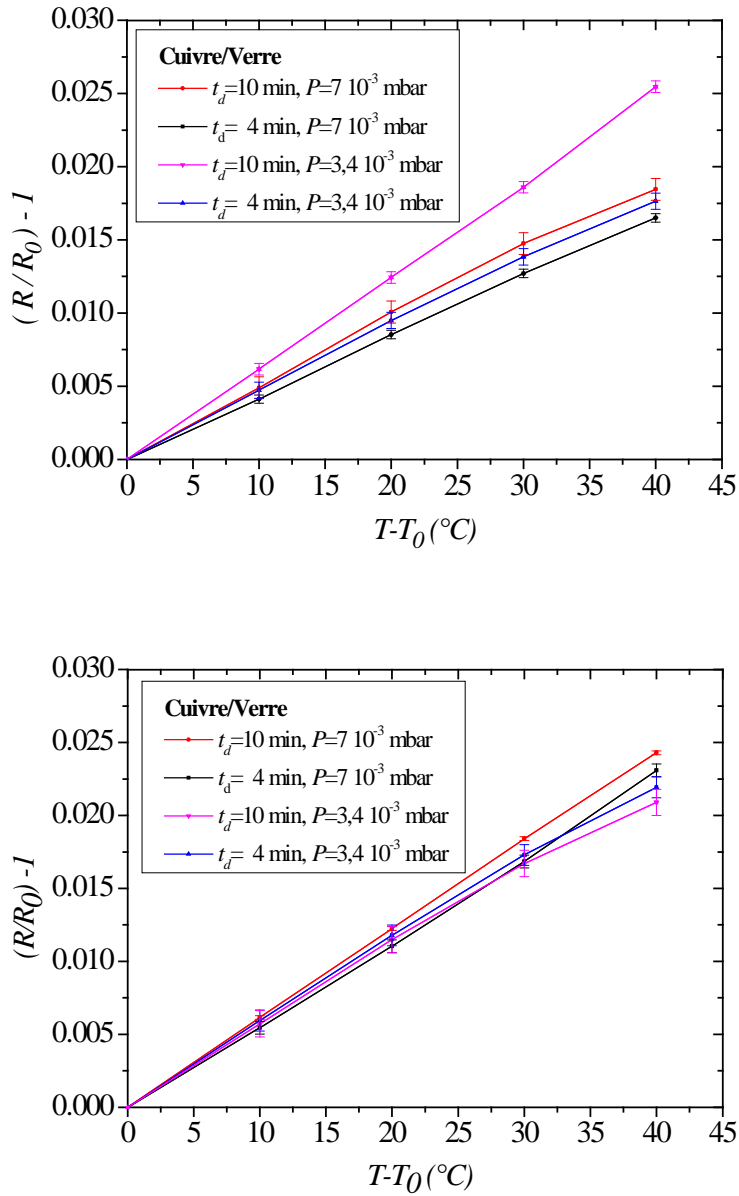


Figure II-9 : Variation de la résistance électrique R réduite en fonction de la température $T-T_0$, pour des dépôts de cuivre

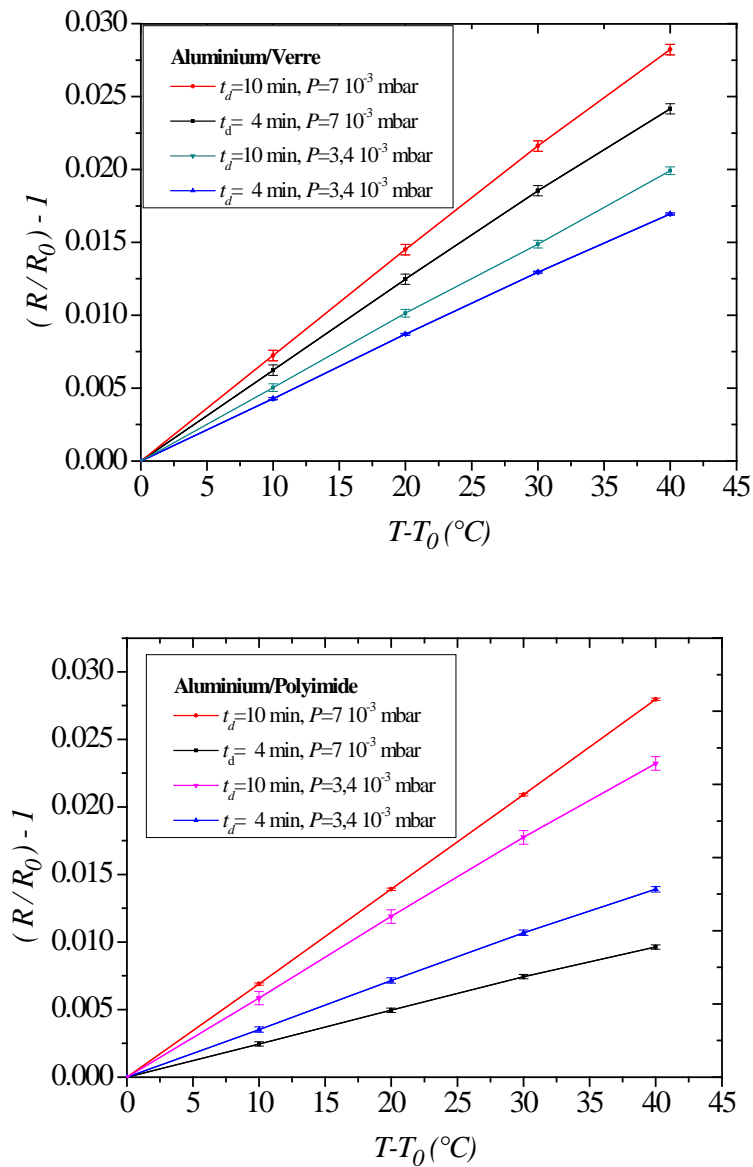


Figure II-10 : Variation de la résistance électrique R réduite en fonction de la température $T-T_0$, pour des dépôts d'aluminium

Les résultats obtenus pour le calcul des valeurs de la résistivité électrique ρ_0 , des coefficients de température α ainsi que des incertitudes sur le calcul de ρ_0 et de α , pour tout les cas étudiés sont récapitulés dans le tableau II-2 (dépôts de cuivre) et dans le tableau II-3 (dépôts d'aluminium).

Tableau II-2 : Variation de la résistivité électrique et du coefficient de température des films de cuivre

Film/ Substrat	N° des essais	Pression d'Argon (mbar)	Temps de dépôt t_d (min)	Epaisseur (nm)	Resistance électrique à T_0 (k Ω)	Résistivité électrique (10^{-7} Ω .m)	Coefficient de température α (10^{-4} K $^{-1}$)
Cuivre/ verre	1	$3,4 \cdot 10^{-3}$	4	96	1,59	$5,72 \pm 0,22$	$4,52 \pm 0,11$
	2		10	252	0,40	$3,78 \pm 0,13$	$5,19 \pm 0,08$
	3	$7 \cdot 10^{-3}$	4	86	1,87	$6,03 \pm 0,24$	$4,17 \pm 0,06$
	4		10	248	0,62	$5,77 \pm 0,20$	$4,77 \pm 0,17$
Cuivre/ polyimide	5	$3,4 \cdot 10^{-3}$	4	68	0,67	$1,71 \pm 0,08$	$5,63 \pm 0,11$
	6		10	183	0,41	$2,81 \pm 0,10$	$5,41 \pm 0,21$
	7	$7 \cdot 10^{-3}$	4	115	2,42	$10,44 \pm 0,39$	$5,68 \pm 0,10$
	8		10	258	0,65	$6,29 \pm 0,21$	$6,10 \pm 0,03$

Tableau II-3 : Variation de la résistivité électrique et du coefficient de température des films d'aluminium

Film/ Substrat	N° des essais	Pression d'Argon (mbar)	Temps de dépôt t_d (min)	Epaisseur (nm)	Resistance électrique à T_0 (k Ω)	Résistivité électrique (10^{-7} Ω .m)	Coefficient de température α (10^{-4} K $^{-1}$)
Aluminium /verre	9	$3,4 \cdot 10^{-3}$	4	54	3,53	$7,15 \pm 0,35$	$4,35 \pm 0,04$
	10		10	81	0,81	$2,46 \pm 0,10$	$5,04 \pm 0,03$
	11	$7 \cdot 10^{-3}$	4	65	2,30	$5,61 \pm 0,25$	$6,16 \pm 0,08$
	12		10	211	0,65	$5,14 \pm 0,18$	$7,19 \pm 0,08$
Aluminium /polyimide	13	$3,4 \cdot 10^{-3}$	4	79	3,88	$11,49 \pm 0,48$	$3,52 \pm 0,04$
	14		10	134	0,70	$3,52 \pm 0,13$	$5,86 \pm 0,06$
	15	$7 \cdot 10^{-3}$	4	55	5,83	$12,02 \pm 0,60$	$2,43 \pm 0,03$
	16		10	86	0,73	$2,35 \pm 0,09$	$6,8 \pm 0,02$

Afin d'analyser d'une manière globale les résultats obtenus pour les différents essais, nous avons présenté respectivement dans les tableaux II-4 et II-5, les effets des conditions d'élaborations sur la résistivité électrique et le coefficient de température des dépôts en couches minces de cuivre et d'aluminium réalisés.

Tableau II-4 : Effet des conditions d'élaboration sur la résistivité électrique des dépôts de cuivre et d'aluminium en couches minces

Conditions d'élaboration des dépôts en couches minces	Résultat sur la résistivité électrique (ρ)		
	↗	↘	≈
Temps de dépôt ↗	(5*, 6)	(1, 2), (7, 8), (9, 10) (11, 12), (13, 14), (15, 16)	(3, 4)
Pression d'argon ↗	(1, 3), (2, 4), (5, 7), (6, 8) (10, 12), (13, 15)	(9, 11), (14, 16)	-
Nature du matériau déposé : Cuivre → Aluminium	(1, 9), (5, 13) (6, 14), (7, 15)	(2, 10), (3, 11), (4, 12), (8, 16)	-
Nature substrat : Verre → Polyimide	(3, 7), (4, 8), (9, 13) (10, 14), (11, 15)	(1, 5), (2, 6), (12, 16)	-

* : Numéro des essais (cf. tableau xx)

≈ : Pratiquement égale (plages d'erreurs de mesures se superposent)

Tableau II-5 : Effet des conditions d'élaboration sur le coefficient de température des dépôts de cuivre et d'aluminium en couches minces

Conditions d'élaboration des dépôts en couches minces	Résultat sur le coefficient de température (α)		
	↗	↘	≈
Temps de dépôt ↗	(1*, 2), (3, 4), (7, 8), (9, 10) (11, 12), (13, 14), (15, 16)	-	(5, 6)
Pression d'argon ↗	(6, 8), (9, 11) (10, 12), (14, 16)	(1, 3), (2, 4), (13, 15)	(5, 7)
Nature du matériau déposé : Cuivre → Aluminium	(3, 11), (4, 12), (6, 14), (8, 16)	(1, 9), (2, 10), (5, 13), (7, 15)	-
Nature du substrat : Verre → Polyimide	(1, 5), (3, 7) (4, 8), (10, 14)	(9, 13), (11, 15), (12, 16)	(2, 6)

* : Numéro des essais (cf. tableau xx)

≈ : Pratiquement égale (plages d'erreurs de mesures se superposent)

II.6.1 Effet de temps du dépôt sur le coefficient de température

L'analyse du tableau II-4 montre que la résistivité électrique des films de cuivre et d'aluminium déposés sur du verre ou du polyimide décroît lorsque le temps de dépôt (épaisseur du dépôt) augmente sauf dans un seul cas (essai n°5 et 6). On peut observer également dans le tableau II-5 que les valeurs du coefficient de température suivent la tendance inverse, c'est-à-dire qu'elles augmentent avec l'accroissement du temps de dépôt (épaisseur du dépôt). Nos résultats sont en parfait accord avec la littérature [84, 85].

II.6.2 Effet de la pression d'argon sur le coefficient de température

Le deuxième paramètre que nous avons fait varier est la pression d'argon, afin de bien mettre en évidence son influence sur la microstructure et le coefficient de température des dépôts métalliques. Nous avons réalisé des dépôts de cuivre et d'aluminium avec deux pressions d'argon différentes ($3,4 \cdot 10^{-3}$ et $7 \cdot 10^{-3}$ mbar).

L'analyse des tableaux II-4 et II-5 montre que dans la plupart des cas étudiés la résistivité électrique des dépôts de cuivre et d'aluminium déposés sur du verre ou polyimide augmente lorsque la pression d'argon croît. Ces résultats sont conformes à ceux publiés par Foroughi *et al* [86] et Grosser *et al* [87]. Quand au coefficient de température il augmente pour certains cas et il suit la tendance inverse dans d'autres cas étudiés.

Ces variations peuvent être attribuées à des changements de taille et de densité dans la structure du film. Sakami [76] a estimé par diffraction de rayon X, la taille des cristallites des films minces de même épaisseur réalisés à des pressions différentes. Il a montré dans ses travaux que l'évolution de la taille des cristallites présente un accroissement linéaire avec la pression d'argon. Par conséquent, il apparaît des modifications dans la composition et dans la porosité des films malgré qu'ils aient la même épaisseur. Le changement de la microstructure se produit pendant la phase de croissance des films et affecte les propriétés électriques, thermophysiques et mécaniques des films.

Ce changement est directement impacté par le libre parcours moyen des particules pulvérisées, quand la pression s'abaisse, la densité du gaz diminue, c'est-à-dire que la probabilité pour un atome de rencontrer les atomes de gaz résiduel diminue donc le libre parcours moyen s'allonge. Par contre si la pression s'élève, le libre parcours moyen et la mobilité des particules pulvérisées à la surface du substrat seront réduits. Donc on peut considérer que pour les hautes pressions, la faible mobilité des particules associée à la

porosité créent une structure moins dense ce qui réduit considérablement la dureté des dépôts et aussi l'adhérence entre le substrat et le film déposé.

II.6.3 Effet de la nature du métal déposé sur le coefficient de température

La nature du métal déposé est un paramètre qui peut affecter sévèrement les propriétés électriques des dépôts métalliques (coefficient de température α et résistivité électrique). Leur influence dépend considérablement de la pureté du matériau déposé, de la pression résiduelle et de la nature de ces impuretés. Avec le cuivre et l'aluminium, contrairement à d'autres matériaux, à température ambiante, il n'apparaît qu'un effet relativement limité des impuretés à condition que les autres paramètres restent bien maîtrisés [83], d'où notre choix de travailler avec le cuivre et l'aluminium. Nous avons donc réalisé des dépôts d'aluminium dans les mêmes conditions d'élaboration que celles du cuivre.

Cependant, sur l'ensemble des résultats représentés dans les tableaux II-4 et II-5, on ne peut pas conclure sur l'effet de la nature du métal déposé sur la variation de la résistance électrique, ni sur la variation de coefficient de température en fonction de la nature des matériaux déposés. Cela peut être dû au pourcentage élevé des impuretés ajoutées aux films pendant la phase d'élaboration des couches minces. Ces impuretés peuvent avoir un impact sur les caractéristiques électriques des couches minces réalisées.

II.6.4 Effet de la nature du substrat utilisé sur le coefficient de température

Cette étude vise à mettre en évidence l'effet de la nature du substrat sur le coefficient de température et sur la résistivité électrique des dépôts métalliques en couches minces. Cette étude a été menée sur des films de cuivre et d'aluminium, pour deux épaisseurs différentes, déposés sur des substrats de verre et de polyimide.

On sait que la nature du support (ou substrat) influence fortement les propriétés structurales de la couche mince déposée. On s'attendait à ce que la nature du substrat présente une influence sur les valeurs trouvées. Mais, comme dans le cas précédent, dans nos résultats présentés dans les tableaux II-4 et II-5 on n'observe pas une influence considérable sur la résistivité électrique et le coefficient de température obtenus pour un même matériau (cuivre ou aluminium) déposé dans les mêmes conditions sur deux substrats différents (verre et polyimide) donc on ne peut pas conclure sur l'influence de la nature du substrat sur les propriétés électriques des couches minces dans nos essais.

Cela peut être expliqué, par l'état de surface lié à une différence de rugosité par exemple. C'est pourquoi les couches d'un même matériau, et pour une même épaisseur déposées dans les mêmes conditions peuvent présenter des propriétés physico-chimiques essentiellement différentes. De plus, le fait qu'il n'y avait pas de traitement préalable du substrat avant dépôt peut également expliquer la possibilité de la présence d'une contamination à l'interface qui contribue à son tour à la variation des propriétés électriques des films.

II.7 Choix du matériau déposé et du substrat

Pour la suite de nos travaux, le matériau et le substrat qui seront choisis pour la fabrication du fluxmètre passif sont ceux qui donnent la combinaison (dépôt/substrat) possédant le produit $\rho_0\alpha$ le plus élevé pour garantir une sensibilité maximale suite à une variation de température, car $\rho(T) = \rho_0 + \rho_0\alpha(\Delta T)$.

Dans le tableau II-6 nous avons reporté les valeurs des résistivités électriques et des coefficients de température ainsi que les valeurs du produit ($\rho_0\alpha$) obtenues pour des dépôts de cuivre et d'aluminium déposés sous vide par pulvérisation cathodique, sur des substrats de verre et de polyimide à une pression de gaz (Ar) de 7.10^{-3} mbar.

Tableau II-6 : Valeurs du produit $\rho_0\alpha$ pour le cuivre et l'aluminium

Dépôt / substrat	Résistivité électrique à T_0 $\rho_0 (10^{-7} \Omega.m)$	Coefficient de température $\alpha (10^{-4} K^{-1})$	$\rho_0 \alpha$
Cuivre / verre	6,03	4,17	$2,51 \times 10^{-10}$
	5,77	4,77	$2,75 \times 10^{-10}$
Cuivre / polyimide	10,44	5,68	$5,92 \times 10^{-10}$
	6,29	6,10	$3,83 \times 10^{-10}$
Aluminium / verre	5,61	6,16	$3,45 \times 10^{-10}$
	5,14	7,19	$3,7 \times 10^{-10}$
Aluminium / polyimide	12,02	2,43	$2,92 \times 10^{-10}$
	2,35	6,8	$1,6 \times 10^{-10}$

Nous avons vu dans le paragraphe II.6 que quelque soit le couple étudié, les valeurs de ρ_0 et α présentent des valeurs différentes selon l'épaisseur des couches minces réalisées. La valeur de la résistivité électrique augmente lorsque l'épaisseur diminue donc son évolution est inversement proportionnelle à l'épaisseur alors que le coefficient de température suit la tendance inverse.

L'analyse de tableau II-6 montre que leur produit ($\rho_0\alpha$) reste plus au moins constant. Donc la variation de la résistivité et de coefficient de température se fait de manière que le produit ($\rho_0\alpha$) soit indépendant de l'épaisseur des couches minces.

Les variations de coefficient de température dans les différents cas traités, se justifient par la disposition des atomes dans les couches minces en lien avec les deux phases citées précédemment : nucléation et croissance. Cette disposition est différente pour chaque matériau. Elle diffère aussi selon l'épaisseur de la couche, la nature du substrat et les conditions d'élaboration notamment la pression de travail.

II.8. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons mené une étude sur l'effet de différents facteurs et paramètres de fabrication sur le coefficient de température qui est la grandeur physique liée aux matériaux déposés et qui conditionne la sensibilité des thermorésistances à base de dépôts métalliques. Des films de cuivre et d'aluminium d'épaisseurs comprises entre 50 et 250 nm, ont été déposés par pulvérisation cathodique sur des substrats de verre et de polyimide avec différentes pressions du gaz (Argon). Les paramètres d'études choisis sont donc, la nature du métal déposé, la nature du substrat, l'épaisseur des dépôts, le réglage des paramètres du procédé de dépôt (pression d'argon). La technique de pulvérisation cathodique utilisée est plus intéressante, aussi bien sur le plan de la mise en œuvre, de la précision que sur celui de la reproductibilité des dépôts. Les couches minces obtenues sont denses, non contaminées et le processus de dépôt est facile à contrôler.

Cette étude expérimentale a permis de mettre en évidence les variations de la résistivité électrique et du coefficient de température α en fonction de l'épaisseur des couches de Cu et d'Al déposées sur des substrats du verre et de polyimide. Nous avons pu identifier d'une part, l'influence de la pression d'argon sur la microstructure et le coefficient de température des dépôts métalliques. D'autre part, nous avons pu montrer que la nature du métal déposé et la nature du substrat sont des paramètres qui influencent peu les propriétés électriques de ces dépôts (coefficient de température α et résistivité électrique). Il est à noter que pendant cette étude, de nombreux problèmes ont été révélés lors de la fabrication des dépôts. Il s'agissait de problèmes de non reproductibilité des dépôts, qui est liée à la difficulté d'assurer un contrôle précis des propriétés physique et chimique des milieux durant le processus de dépôt. En effet la présence d'un gaz résiduel au voisinage du substrat, même en faible quantité, peut considérablement modifier les conditions du dépôt et, par conséquent, la structure et les propriétés des couches minces déposées. C'est la raison pour laquelle, pour assurer une reproductibilité satisfaisante, nous avons veillé à un maintien rigoureux de tous les paramètres du process.

À l'issue des résultats obtenus dans cette partie, pour la réalisation du capteur passif, notre choix s'est porté sur le dépôt (cuivre/polyimide) qui possède le produit $\rho_0\alpha$ le plus élevé. Mais pour des raisons technologiques la méthode de dépôt par pulvérisation cathodique n'a pas été retenue pour la réalisation du capteur passif.

Chapitre III
Fluxmètre passif
à base de couches minces

L'objectif principal de ce chapitre est la conception et la réalisation d'un nouveau type de capteur fluxmétrique à faible perturbation thermique et à base de dépôt en couches minces. Il s'agit donc d'utiliser des thermorésistances déposées sur un substrat souple et fin (polyimide) au lieu de thermocouples filaires soudés sur un échantillon métallique. L'intérêt du remplacement du réseau de thermocouples filaires par un réseau de thermorésistances à base de dépôt en couches minces, est notamment une plus faible perturbation due à la dimension des éléments thermosensibles des capteurs fluxmétriques, à réseau de thermorésistances à base de couches minces, ainsi qu'une bien meilleure connaissance des positions et des distances entre les différents éléments thermorésistifs à base de dépôt en couches minces dans le fluxmètre, celles-ci étant précisément définies avec précision dans le masque utilisé pour réaliser les dépôts. L'intérêt de l'utilisation de couches minces est également la possibilité de réalisation simultanée de plusieurs fluxmètres.

Dans ce chapitre, nous présentons la conception et la fabrication de nouveaux capteurs fluxmétriques à base de dépôt en couches minces, leur étalonnage, l'étude de l'effet de l'auto-échauffement (effet Joule), ainsi que la comparaison de leurs performances avec celles des fluxmètres à faible perturbation thermique mais avec un réseau de thermocouples filaires.

III.1 Présentation des nouveaux fluxmètres passifs

III.1.1 Principe et description des nouveaux fluxmètres

Le nouveau capteur fluxmétrique a été réalisé à partir d'un dépôt couche mince en cuivre étamé, réalisé sur un substrat souple de polyimide, des procédés de photolithographie ayant été utilisés pour obtenir un réseau de thermorésistances. Nous avons choisi de réaliser des thermorésistances en couches minces au lieu de thermocouples en couches minces car comme nous l'avons présenté dans l'introduction, d'une part, les premiers ne nécessitent qu'un seul dépôt et d'autre part, contrairement aux thermocouples la sensibilité des thermorésistances peut être modifiée en variant l'intensité du courant les traversant.

La figure III.1 présente le dessin du masque pour la réalisation du nouveau fluxmètre. Celui-ci comporte 8 thermorésistances déposées sur un film de polyimide. Les 8 thermorésistances sont positionnées tous les 1,7 mm, le masque ayant été réalisé par une imprimante de type flasheuse (carrées de 7 μm). Le bord des motifs électriques est rectiligne à quelques microns près (1 à 2 μm).

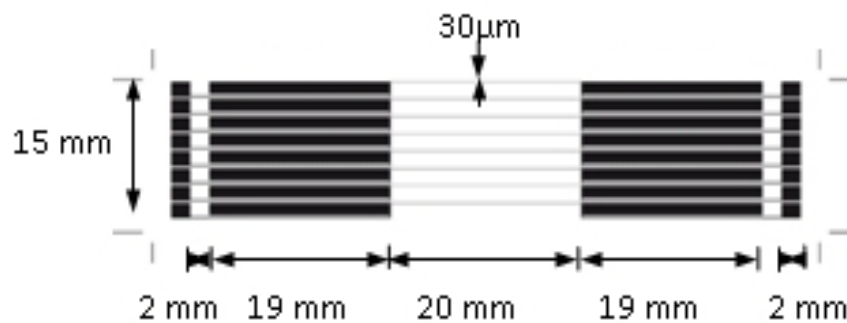


Figure III-1 : Masque utilisé pour le nouveau fluxmètre à base de couches minces

Les thermorésistances de ce nouveau fluxmètre sont réalisées avec le même motif (figure III.2). Dans chaque thermorésistance, la température est intégrée sur un élément thermosensible qui a une longueur de 20 mm, une largeur de 30 μm et une épaisseur de 8 μm

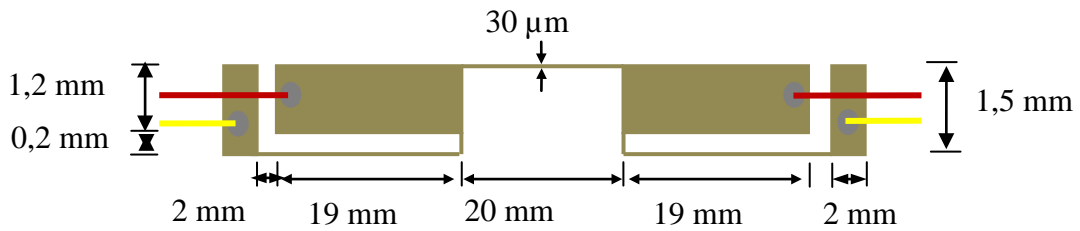


Figure III-2 : Motif du dépôt pour chaque thermorésistance du fluxmètre

L'installation du film instrumenté pour la mesure de flux de chaleur est illustrée dans la figure III.3. Ainsi le substrat positionné parallèlement à la direction principale du flux de chaleur engendre très peu de perturbation thermique.

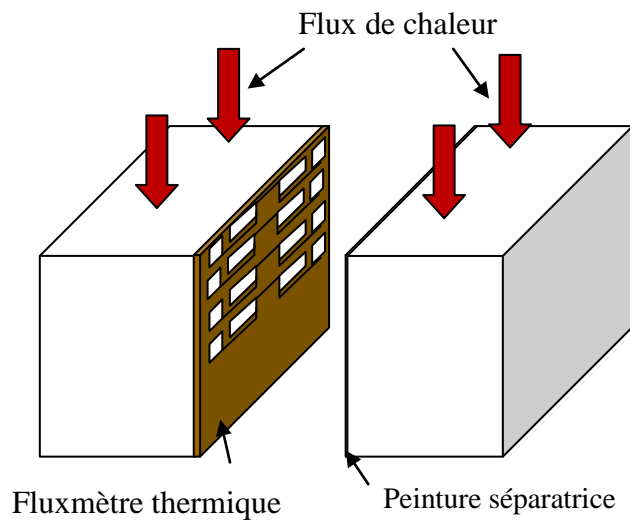


Figure III-3 : Installation du film instrumenté pour la mesure de flux de chaleur

III.1.2 Fabrication des substrats instrumentés

La première étape visant la fabrication du fluxmètre thermique à base de dépôts en couches minces est la création d'un masque permettant la réalisation des motifs électriques souhaités. Le dessin du masque a été réalisé avec un logiciel de dessin (Adobe Illustrator), ensuite imprimé en négatif par flashage sur un film transparent photosensible, solution permettant une résolution spatiale de 1 à 2 μm

Les couches minces de cuivre étamé ont été réalisées sur un substrat souple en polyimide d'épaisseur 25 μm . Le choix du polyimide comme substrat présente un certain nombre d'avantages. C'est un isolant électrique. De plus parmi les polymères, ce matériau a une excellente tenue en température (320 °C) et il est flexible.

Les motifs électriques sont ensuite réalisés par une technique classique de photolithographie, cette technique a comporté les étapes suivantes

- insolation de la résine photo sensible à travers le masque réalisé.
- enlèvement de la résine non réticulée à l'aide d'un produit développeur.
- attaque chimique du cuivre laissé apparent.

Après la réalisation des motifs électriques, un étamage très fin à l'étain (0,3 μm) a été réalisé afin d'éviter une oxydation ultérieure des dépôts de cuivre (figure III.4). Pour la connectique des soudures ont été effectuées avec de l'étain entre des fils de cuivres et les dépôts en couches minces de cuivre étamés, afin d'assurer un bon contact électrique. Les soudures ont été réalisées avec précautions pour que ces dernières aient toutes la même longueur sur le dépôt afin que les résistances électriques des branches extérieures aient à peu près la même valeur. (Figure III-5)



Figure III-4 : Nouveau fluxmètre avec motif électrique en cuivre étamé



Figure III-5 : Nouveau fluxmètre avec sa connectique (soudure à l'étain)

III.1.3 Mesure de température par montage 4 fils

Dans les cas des thermorésistances, la mesure de la variation de la résistance électrique sur un dépôt métallique de largeur et d'épaisseur constantes constitue une mesure indirecte de la température, intégrée sur toute la longueur du dépôt. Un circuit simple peut être source d'erreurs car les résistances des fils de connexion qui relient les dépôts métalliques au matériel d'acquisition, bien que faibles ne peuvent pas être négligeables devant la résistance à mesurer et contribuent à une erreur significative de la mesure de température. L'utilisation de montages en pont de Wheatstone à quatre fils est la solution pour remédier à ce problème.

Le pont de Wheatstone est utilisé pour mesurer une résistance électrique inconnue par équilibrage de deux branches d'un circuit en pont, avec une branche contenant la thermorésistance, ici $R(T)$. L'intérêt principal est donc la suppression de l'influence des variations des résistances des fils de connexion et des branches r_1 et r_2 pour que la tension de déséquilibre du pont devienne uniquement proportionnelle à $R(T)$, (figure III-6)

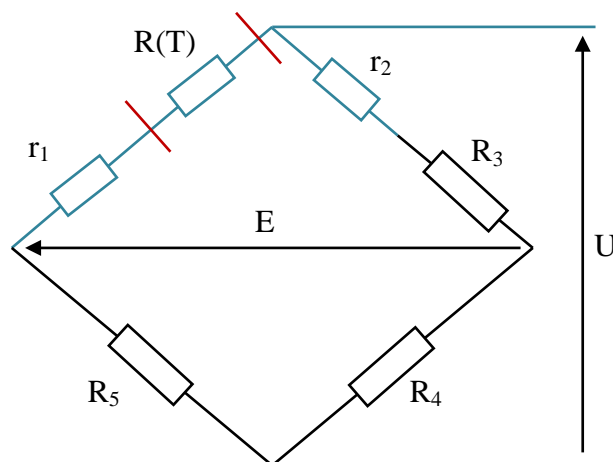


Figure III-6: Intégration d'une thermorésistance dans un pont de Wheatstone

Les résistances du pont de Wheatstone sont installées sur un socle en aluminium en contact avec un échangeur de chaleur qui permet de les maintenir à température constante, durant l'étalonnage et les séries de mesures.

III.2 Etalonnage des capteurs

L'étalonnage des différentes thermorésistances (TR) sur un même fluxmètre a été réalisé en régime permanent pour des températures comprises entre 10 et 60 °C. Un dispositif d'acquisition (Nat. Instrument+ ampli ANS 400 $G = 1000$, $f_c = 10$ Hz) permet de mesurer et de moyenner pour chaque capteur et pour chacune des 5 températures choisies la tension de déséquilibre pour des durées d'une dizaine de minutes après l'établissement du régime stationnaire. La tension d'alimentation du pont de Wheatstone ΔU a été calculé et gardée la même durant l'étalonnage ($\Delta U \approx 46,0$ mV).

A chacun des 4 capteurs indépendants est associée une loi d'étalonnage, où ΔE est la tension de déséquilibre du pont de Wheatstone. Il est apparu que la grandeur $\Delta E/\Delta U$ est une fonction linéaire de la température d'étalonnage:

$$\Delta E / \Delta U = aT + b \quad \text{avec } T \text{ en } ^\circ\text{C} \quad (3.1)$$

Les courbes d'étalonnages associées à chacun des quatre capteurs sont données à la figure III-7. Les résultats de régression linéaire obtenus pour les différents capteurs sont présentés dans le Tableau III-1. Le coefficient de température moyen de la résistivité électrique du cuivre étamé est alors de $\alpha = 1,82 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$, soit inférieure à celle du cuivre massif ($3,93 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$). La sensibilité est obtenue par la multiplication de la valeur de la pente qui correspond à $a = \Delta E/\Delta U$ par la tension d'alimentation ΔU aux bornes de chaque pont de Wheatstone.

Tableau III-1 : Etalonnage de 4 thermorésistances au sein du fluxmètre

TR n°	$a \cdot 10^4 \text{ (K}^{-1}\text{)}$	b	$\alpha \cdot 10^3 \text{ (K}^{-1}\text{)}$
$TR1$	5,882	0,129	1,862
$TR2$	5,641	0,082	1,785
$TR3$	5,700	0,092	1,804
$TR4$	5,815	0,105	1,840

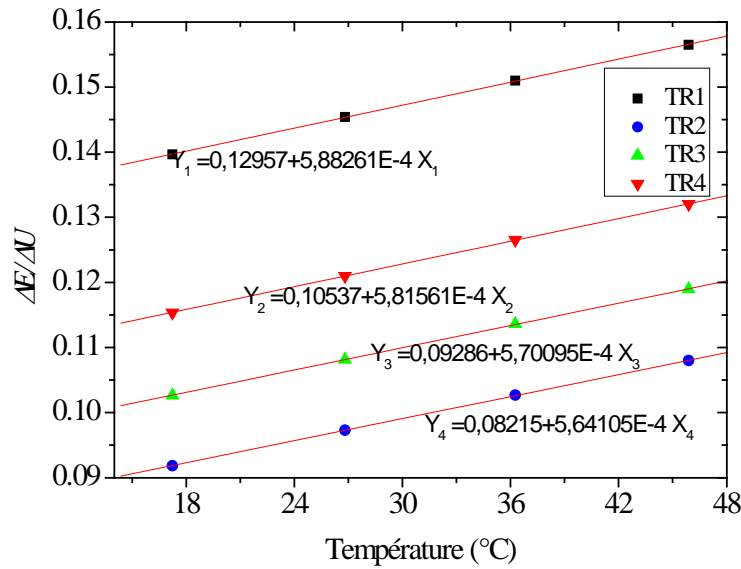


Figure III-7 : Etalonnage des capteurs

Ainsi, pour une valeur de courant d'alimentation de 19 mA obtenu avec $\Delta U \approx 46,0\text{ mV}$ on retrouve une sensibilité moyenne des capteurs de $26,1\ \mu\text{V}/^\circ\text{C}$, soit une valeur plus faible que celle d'un thermocouple massif de type K. La sensibilité est donc fonction du courant électrique qui traverse chacun des ponts.

III.3 Calcul de l'effet Joule et de l'auto-échauffement des nouveaux capteurs fluxométriques passifs

L'auto-échauffement est une des plus grandes sources d'erreur dans la mesure de température par des thermorésistances. En effet le passage d'un courant électrique dans les thermorésistances entraîne un certain auto échauffement par effet Joule et par suite une augmentation de température ce qui crée des biais de mesure si la résistance est utilisée comme capteur de température.

Ainsi, l'objectif de cette partie est l'étude numérique du couplage électrothermique d'une thermorésistance en cuivre déposée sur un substrat de polyimide. Il s'agit de chiffrer les effets parasites résultant de l'effet Joule.

III.3.1 Modélisation électrothermique d'une seule thermorésistance sur substrat de polyimide

Le couplage entre les champs électrique et thermique au sein de la couche mince métallique a été modélisé par éléments finis avec le logiciel Comsol (version 3.4), en utilisant l'approximation de couches minces pour le dépôt de cuivre.

La figure III-8 montre un schéma simplifié du modèle physique électrothermique développé, qui prend en compte un seul capteur thermorésistif (dépôt en couches minces de cuivre) muni au milieu d'une résistance R et de deux autres résistances r_1 et r_2 en série avec R , déposés sur un film fin de polyimide d'une épaisseur de $25 \mu\text{m}$. Le tout est placé sur un bloc en acier inoxydable d'épaisseur 15 mm . Les conditions aux limites sont explicitées dans la figure III-8 (condition d'adiabaticité $h = 0$ sur 5 faces et température imposée $T = 0$ sur la face intérieure). Le problème 3D est résolu en régime stationnaire. Les équations du modèle électrothermique sont les suivantes :

Dans le substrat en polyimide, les équations électrothermiques se réduisent à l'équation de la chaleur stationnaire :

$$\Delta T = 0 \quad (3.2)$$

Avec des conditions aux limites sur toutes les faces de type :

$$-n(-\lambda_s \nabla_t) = h (T_{\text{inf}} - T) \quad (3.3)$$

Où n est le vecteur normal à chaque surface, λ_s est la conductivité thermique du substrat, h le coefficient d'échange sur les faces exposées à l'environnement à la température T_{inf} .

Dans l'élément thermorésistif en couche mince de cuivre, l'équation de la chaleur contient un terme source d'origine électrique : $Q_{\text{elec}} = d \sigma(T) |\nabla_t V|^2$. Le terme source représente l'effet joule dissipé sous un gradient potentiel électrique V , et ∇_t est la composante tangentielle de l'opérateur gradient et σ la conductivité électrique du dépôt qui dépend linéairement de la température dans l'intervalle de température étudiée. Ce terme se retrouve donc dans l'équation de la chaleur dans sa version avec l'approximation couche-mince (température uniforme dans l'épaisseur de la couche) :

$$-(-\lambda_s \nabla_t T) = Q_{elec} + h(T_{inf} - T) - \nabla_t(-\lambda_c d \nabla_t T) \quad (3.4)$$

où λ_c est la conductivité thermique de la couche mince, d son épaisseur et h le coefficient d'échange avec $h=0$.

Cette équation décrit la distribution de température dans le dépôt induite par l'effet Joule Q_{elec} , l'échange convectif avec l'extérieur et la diffusion à travers la couche mince.

L'équation électrique décrit la répartition spatiale du potentiel électrique dans le dépôt, elle contient le terme dépendant de la température $\sigma = \sigma(T)$. Elle se simplifie en une équation de Laplace 2D :

$$\nabla_t(\nabla_t V) = \nabla_t^2 V = \Delta V = 0 \quad (3.5)$$

Les conditions aux limites sont de type potentiel électrique V_0 et V_1 imposé sur les frontières (A et B) et aussi une isolation électrique sur les autres frontières (figure III-8). Ce couplage entre les champs électriques et thermiques au sein de la couche mince est modélisé par éléments finis avec le logiciel Comsol Multiphysics (version 3.4).

L'étude paramétrique, a été réalisée en variant le courant électrique entre 1 et 100 mA par l'intermédiaire de la tension d'alimentation (U)

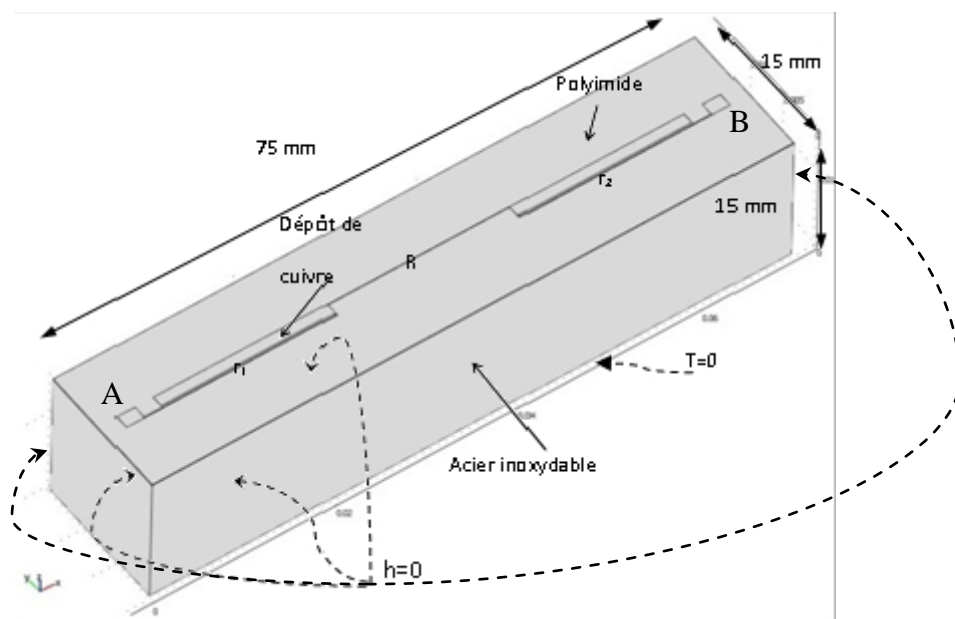


Figure III-8: Modèle physique pour l'étude du couplage électrothermique de l'ensemble thermorésistance/polyimide/pièce en acier

Après la définition précise de la géométrie du capteur, l'ensemble dépôt du cuivre et substrat est maillé. La figure III-9 représente une vue de dessus du système étudié et une vue du maillage de l'ensemble dépôt de cuivre et substrat (polyimide). Le maillage est triangulaire et raffiné dans les zones où les gradients de grandeurs thermiques et électriques peuvent être élevés, principalement au niveau de l'élément thermoresistif central et à ses bords

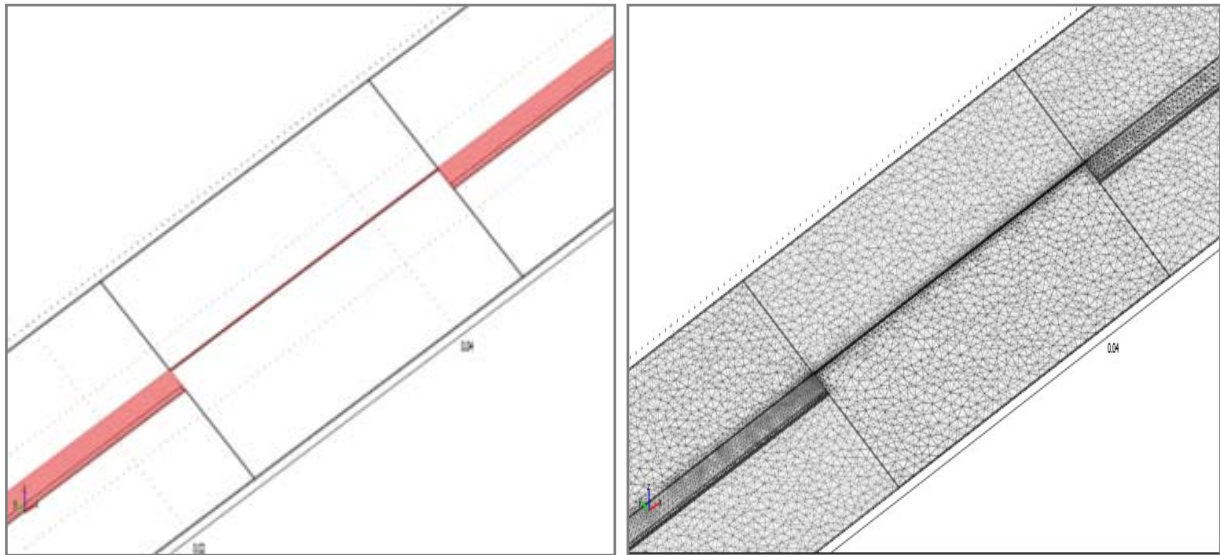


Figure III-9 : Géométrie et maillage de l'ensemble thermorésistance/substrat

L'ensemble du maillage comporte 49200 éléments et la résolution du problème de couplage avec le module thermique stationnaire de Comsol nécessite environ 20 minutes de calcul sur un PC 2,13 Ghz

III.3.2 Effet de l'intensité du courant électrique sur l'autoéchauffement de la thermoresistance

La figure III.10 présente l'effet Joule et les températures moyenne et maximale dans l'élément thermoresistif central traversé par des courants variables entre 1 et 100 mA. La différence de température moyenne en raison de l'auto-échauffement à température ambiante avec un courant d'alimentation typiquement de 19,8 mA est inférieure à 0,06 °C. Par ailleurs, pour le même courant l'effet Joule est de 0,8 mW, ce qui est négligeable devant les flux mesurés dans les essais ultérieurs.

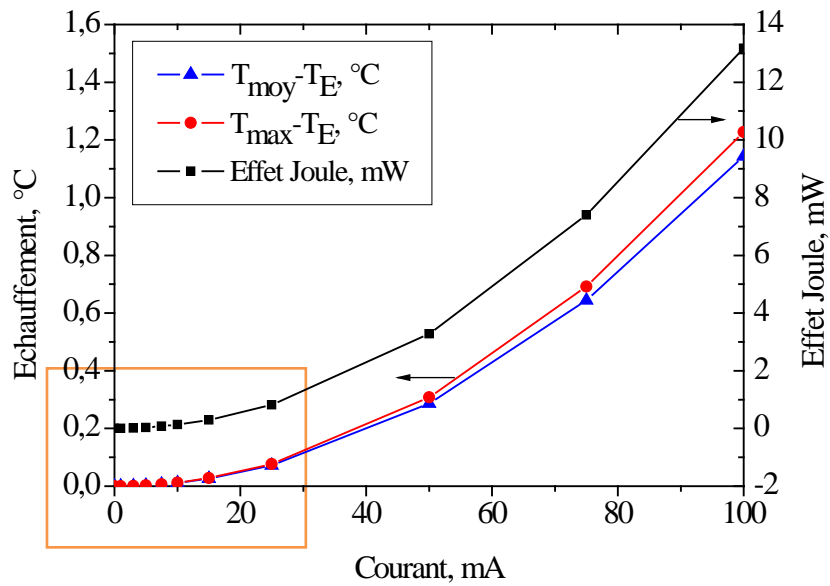


Figure III-10 a) : Auto-échauffement et effet Joule

La figure III-10 b) présente un zoom sur une zone d'observation pour des valeurs de courants comprises entre 0 et 25 mA

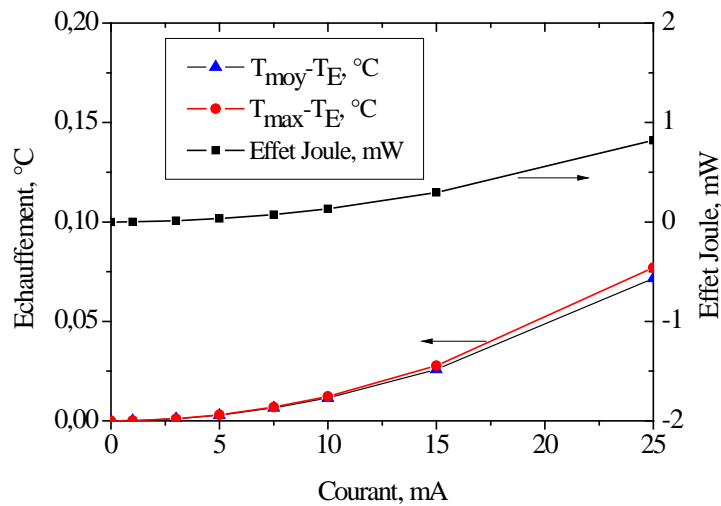


Figure III-10 b) : Auto-échauffement et effet Joule (zoom sur une zone d'observation pour des valeurs de courants comprises entre 0 et 25 mA)

III.4 Tests de performance du nouveau fluxmètre

III.4.1 Introduction

L'objectif est de tester le fonctionnement du nouveau fluxmètre à base de couches minces thermorésistives. Il s'agit plus précisément de comparer le flux de chaleur mesuré avec d'une part celui mesuré aux bornes d'un élément chauffant et d'autre part celui mesuré par un fluxmètre plus classique à base de thermocouples filaires. Pour ce faire, nous avons réalisé un montage symétrique (figures III-12a et III-12b) qui contient en son centre une chaufferette Minco (élément chauffant) avec de part et d'autre des pièces en aluminium 2 mm (pour homogénéiser le flux) puis des pièces en acier inoxydable d'épaisseur 15 mm instrumentées de thermocouples filaires (*TH*) et avec le nouveau fluxmètre à thermorésistances (*TR*)

Le fluxmètre à base de couches minces a été placé entre deux blocs en acier de dimension (75x15x15 mm³). La face du bloc d'acier en contact avec les dépôts métalliques a été recouverte d'une peinture noire d'épaisseur 8 µm afin d'éviter tout contact électrique entre les thermorésistances et la pièce en acier.

Le fluxmètre à base de thermocouples filaires utilisé comme élément de comparaison, comporte dans l'épaisseur d'un bloc d'acier, quatre thermocouples de type K de diamètre 80 µm comme le montre la figure III-11.

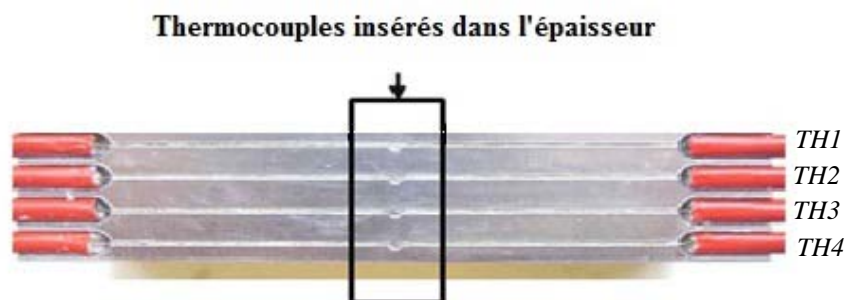


Figure III-11 : Fluxmètre à thermocouples filaires (80µm, type K)

Les deux types de capteur à tester et à comparer sont installés sur la partie supérieure du montage (Partie A). Les différents éléments du dispositif sont séparés par une couche de graisse conductrice afin de favoriser le transfert de chaleur aux interfaces entre les éléments du montage. En appliquant la tension aux bornes de la chaufferette Minco, la chaleur se dissipe symétriquement de part et d'autre de celle-ci (à 1% près comme on le verra par la suite). Il est à noter que les parties haute et basse du dispositif sont maintenues à température constante à l'aide d'échangeurs alimentés par un bain thermostaté avec une température d'eau réglée à 16°C. Par ailleurs pour assurer une bonne répartition de la chaleur, des plaques d'aluminium sont utilisées entre les blocs instrumentés de capteurs à thermorésistances et à thermocouples et les deux échangeurs.

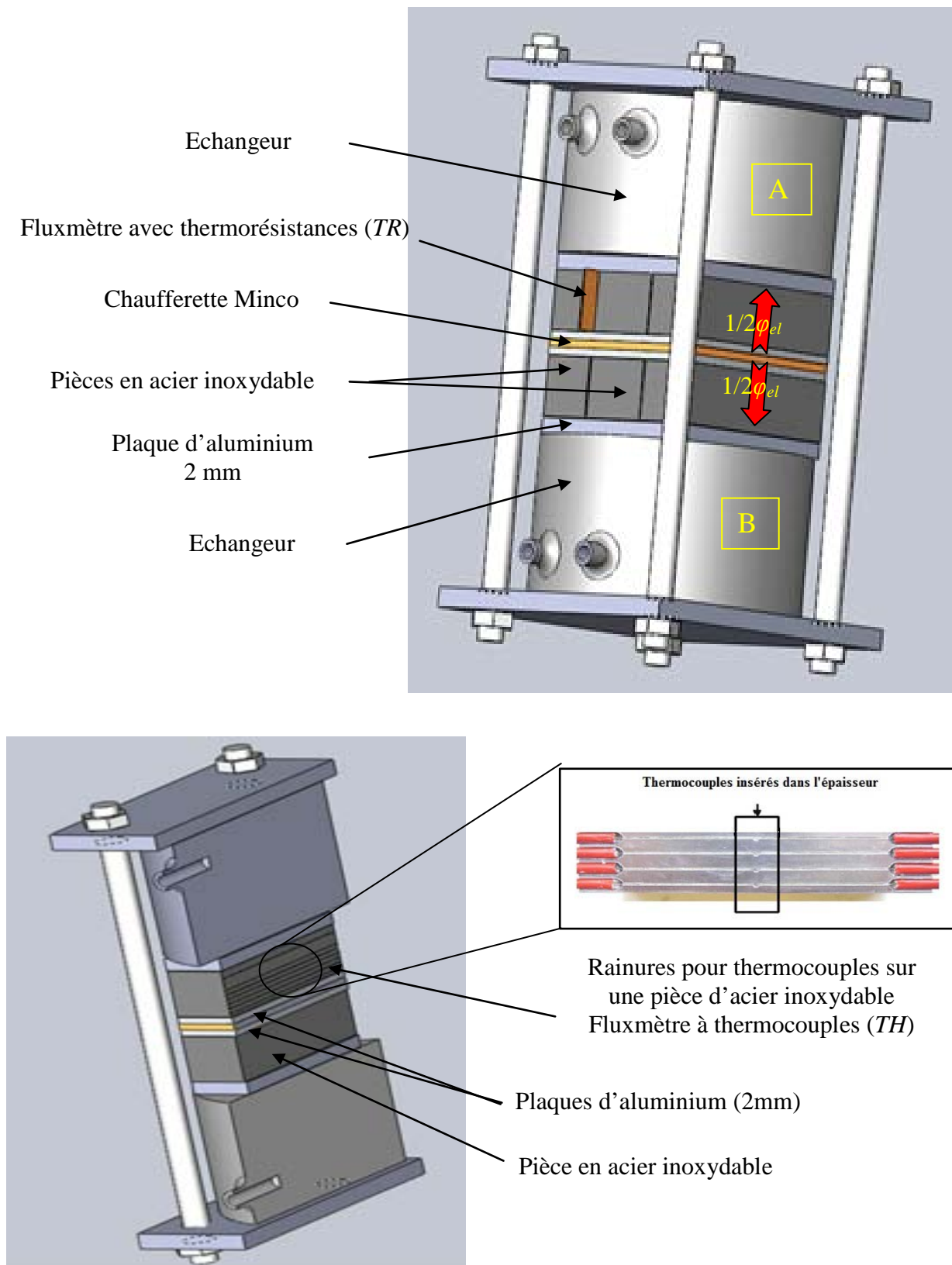


Figure III-12a : Schéma et vue en coupe du dispositif expérimental sur lequel sont installés les deux fluxmètres

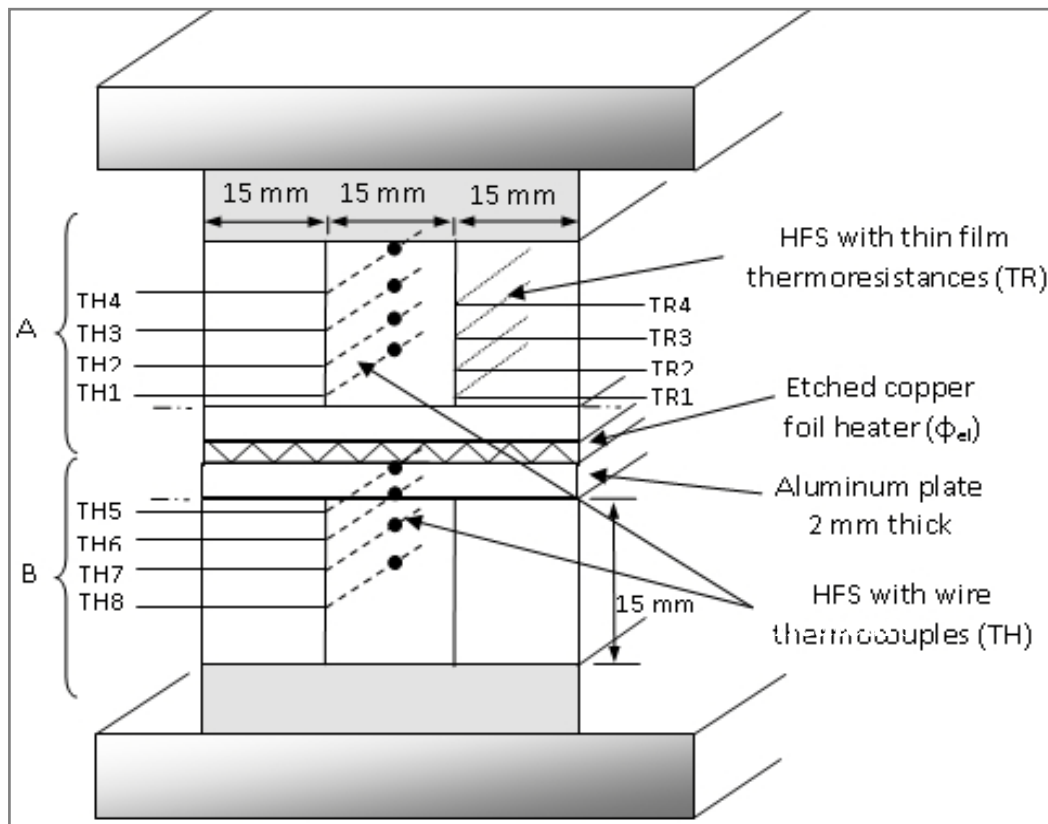
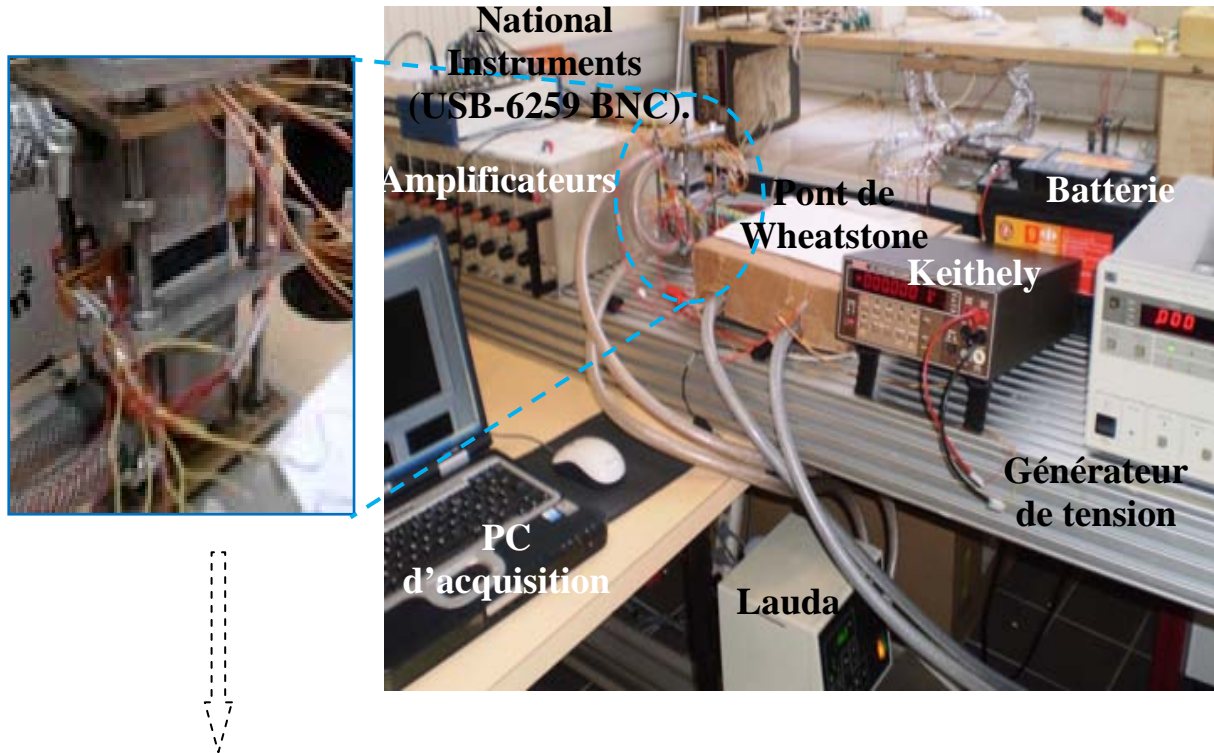


Figure III-12b: Dispositif expérimental complet : système d'acquisition et montage

III.4.2 Système d'acquisition

La comparaison des différents fluxmètres nécessite l'utilisation d'un dispositif d'acquisition de données. En effet, compte tenu de la faible tension de sortie des capteurs de température (quelques dizaines de microvolts), il était indispensable d'amplifier les signaux électriques avant le traitement numérique. Les amplificateurs utilisés sont de type ANS 400 avec un gain $G = 1000$, et une fréquence $f_c = 10$ Hz.

Les températures et puissance électrique dissipée ont été mesurées grâce à un système d'acquisition de National Instruments (USB-6259 BNC) qui est un boîtier multifonction de la Série M hautes performances. Le boîtier NI USB-6259 BNC possède une résolution de 16 bits et il offre 16 entrées analogiques. Les 8 voies de la carte utilisées accueillent des fils de compensation qui prolongent les 4 thermocouples depuis la boîte de référence froide, et des fils qui prolongent les 4 thermorésistances depuis les ponts de Wheatstone.

Les signaux délivrés par les thermorésistances et les thermocouples sont transmis via la carte d'acquisition NI vers le PC pour leurs enregistrements. Le programme d'acquisition a été développé sous un environnement de type LabView pour assurer le pilotage de l'acquisition par le biais de cette carte. La figure III-12b présente une vue d'ensemble du système d'acquisition

III.4.3 Test préliminaire : symétrie du dispositif

Avant d'entamer les tests de comparaison de performances des deux types de fluxmètres, nous avons d'abord étudié la symétrie de montage sur lequel sont installés les deux types de fluxmètres. Le montage est composé d'une chaufferette mince Minco, avec de part et d'autre des pièces en aluminium d'épaisseur 2 mm et des pièces en acier inoxydable d'épaisseur 15 mm. Nous rappelons que les deux fluxmètres à thermoresistances à base de couches minces et à thermocouples sont installés sur la même partie du dispositif (partie supérieure). Les différents éléments du dispositif sont séparés par une couche de graisse thermique conductrice afin de favoriser le transfert de chaleur et limiter les sources de dissymétrie.

L'étude de la symétrie du système s'est déroulée de la manière suivante: d'abord, nous avons fixé la tension d'alimentation aux bornes de la chaufferette Minco, puis en régime permanent, nous avons mesuré les différentes températures ($TH1$ à $TH8$) au sein du dispositif

de test, ces températures ont été fournies par des thermocouples de type K (sensibilité de $40,87 \mu\text{V.K}^{-1}$)

La densité de flux de chaleur dans le dispositif de chauffage φ_{el} (chaufferette Minco) est calculée à partir de l'intensité du courant dans le circuit et les mesures de tension d'alimentation aux bornes du film chauffant, donnée par :

$$\varphi_{el} = \frac{1}{2} \frac{P_{el}}{S} = \frac{1}{2} \frac{U.I}{S} \quad (3.6)$$

avec :

P : puissance délivrée ; U : tension aux bornes du film chauffant, I : intensité dans le circuit et S surface de chaufferette ($S = 50 \times 50 \text{ mm}^2$). Un coefficient $1/2$ a été introduit car seulement la moitié du flux généré traverse chaque partie (inférieure et supérieure du montage)

La densité de flux de chaleur φ transmise dans le dispositif dans la direction verticale et de part et d'autre de l'élément chauffant (partie supérieure A et partie inférieure B du montage) est calculée en utilisant la loi de Fourier, qui s'écrit sous la forme suivante :

$$\varphi = \lambda \frac{dT}{dx} \quad (3.7)$$

avec:

λ : conductivité thermique et dT/dx : gradient de température dans la direction verticale

La conductivité thermique de l'acier inoxydable ($\lambda = 14,8 \text{ Wm}^{-1}.\text{K}^{-1}$) a été mesurée à l'aide de la méthode flash [88]. Le gradient de température dT/dx a été déterminé en utilisant des régressions linéaires et les mesures de température des thermocouples $TH1$ à $TH8$,

La figure III-13 présente les résultats obtenus pour une tension de chauffage de 20 Volts, appliquée au film chauffant. Sur la figure sont présentés les relevés de températures donnés par les thermocouples ($TH1$, $TH2$, $TH3$, et $TH4$) installés sur la partie supérieure (A) et les thermocouples ($TH5$, $TH6$, $TH7$ et $TH8$) installés sur la partie inférieure (B) du montage (figure III-14a)

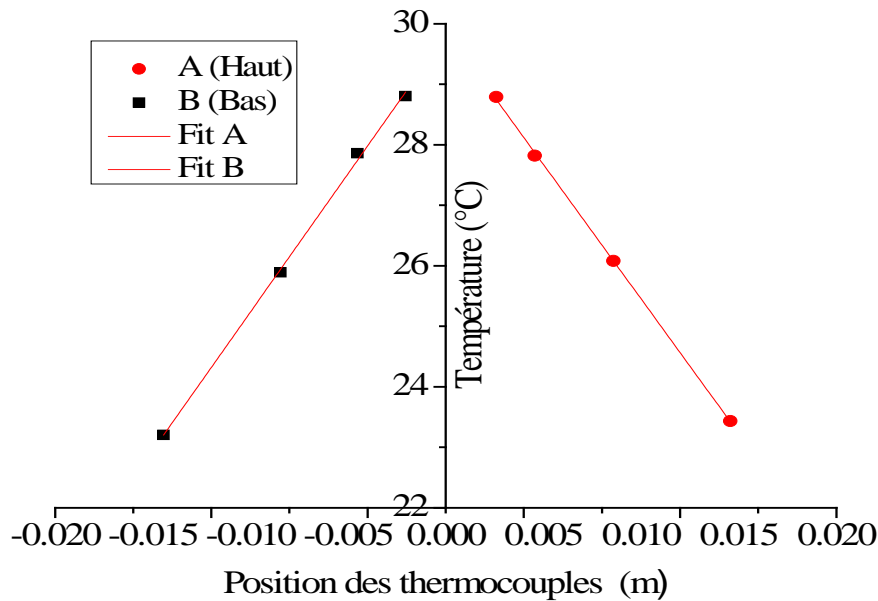


Figure III.13 : Tests de dissymétrie du dispositif ($U_{ch} = 20$ volts)

Le tableau III-2 récapitule les différents résultats obtenus en fonction des différentes tensions de chauffage testées.

Il apparait que le flux dissipé par effet Joule dans l'élément chauffant est retrouvé à mieux que 3,2% dans les parties supérieure et inférieure du montage :

$$\max \left| \left[(\varphi_A + \varphi_B) - \varphi_{el} \right] / \varphi_{el} \right| \leq 3,2\% \quad (3.8)$$

Par ailleurs en comparant les flux dans les parties supérieure et inférieure relativement au flux total, on constate que l'écart par rapport à la valeur théorique (50%) est très faible : elle est inférieure à 0,98% :

$$\max \left| \left(\frac{\varphi_A}{\varphi_A + \varphi_B} - 50\%, \frac{\varphi_B}{\varphi_A + \varphi_B} - 50\% \right) \right| \leq 0,98\% \quad (3.9)$$

La symétrie des flux de chaleur par rapport à l'élément chauffant est ainsi assurée à mieux que 1%.

Tableau III-2: Résultats de l'analyse de symétrie du dispositif expérimental

U_{ch} (Volt)	φ_A (W/m ²)	φ_B (W/m ²)	$(\varphi_A + \varphi_B)$ (W/m ²)	φ_{el} (W/m ²)	$ ((\varphi_A + \varphi_B) - \varphi_{el})/\varphi_{el} $ (%)	$\varphi_A / (\varphi_A + \varphi_B)$ (%)	$\varphi_B / (\varphi_A + \varphi_B)$ (%)
10	1674,4	1694,6	3369	3440	2	49,7	50,3
20	6577,7	6773,6	13351,3	13726,4	2,7	49,27	50,73
30	14469,1	15047,7	29516,8	30502,6	3,2	49,02	50,98

III.5 Technique d'estimation de flux de chaleur par spécification de fonction

III.5.1 Choix de la méthode d'inversion

La technique de la conduction inverse que nous avons choisie pour l'estimation des conditions thermiques superficielles $\varphi(t)$ et $T_p(t)$ est la méthode séquentielle de Beck [14 Beck et al 1985]. Cette méthode est basée sur le concept de spécification de fonction et de pas de temps futurs. L'action combinée de la spécification de fonction et des pas de temps futurs détermine l'estimation de $\varphi(t)$, à un pas de temps donné, à partir du passé, du présent et du futur de l'événement thermique superficiel. La variation de flux de chaleur sur un pas de temps est estimée sur une fenêtre temporelle dont la largeur dépend du nombre de pas de temps futurs. Pour des variations rapides de $\varphi(t)$, plus la fenêtre temporelle est large, plus son estimation s'écarte de sa valeur réelle. Mais en contrepartie, le calcul gagne en stabilité. L'optimisation du compromis stabilité-précision d'estimation décide donc du nombre de pas de temps futurs à considérer. Elle diffère des méthodes globales en ce sens qu'elle permet d'identifier un paramètre pas de temps après pas de temps (de façon séquentielle).

Dans cette méthode, on suppose temporairement que le flux est constant sur une période allant d'un instant donné à des temps futurs. Cette notion de pas de temps futurs s'explique par la remarque suivante : le flux à un instant t_n influence les relevés de température Y_i aux instants ultérieurs t_n, t_{n+1}, \dots

On a choisi cet algorithme séquentiel parmi les autres méthodes inverses car elle offre une assez bonne stabilité, une sensibilité aux erreurs de mesure beaucoup plus faible et des pas de temps les plus petits possibles permettant ainsi une plus grande information sur la variation temporelle du flux à trouver.

La température superficielle est déduite de l'estimation de la densité de flux de chaleur qui est le paramètre principal estimé. Cette méthode robuste présente l'avantage d'un temps de calcul nettement plus court que celui des méthodes globales les plus en vue.

III.5.2 Principe de la méthode et formulation du problème

La connaissance de l'évolution de la température en différents points internes à une paroi nécessite l'utilisation d'une méthode de conduction inverse permettant d'estimer les conditions thermiques instantanées à la surface (figure III-14).

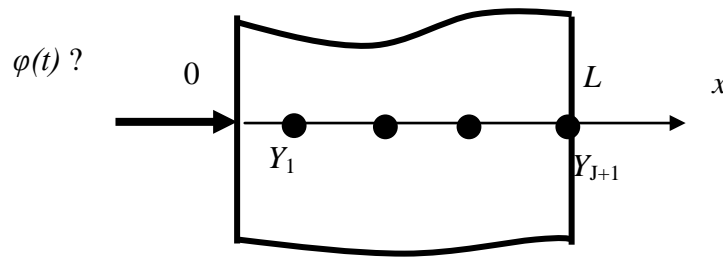


Figure III-14 : principe de la méthode

Soit une paroi d'épaisseur L siège de transfert de chaleur unidirectionnel, le système d'équation qui régit la température T en fonction du temps t et du point M de coordonnée x est :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\partial T}{\partial t}(x, t) = a \cdot \frac{\partial^2 T}{\partial x^2}(x, t) \\ -\lambda \cdot \frac{\partial T}{\partial x}(0, t) = q(t), 0 < x < L; 0 < t < t_f \\ T(L, t) = Y_{J+1}(t) \\ T(x, 0) = T_0(x) \end{array} \right. \quad (3.10)$$

La diffusivité thermique a , la conductivité thermique λ du matériau sont supposés connus. L'information additionnelle nécessaire est apportée par J relevés de température $Y_i(t_k)$, $t_k = (k-1) \Delta t$, $i=1, 2, \dots, J$, $k=1, 2, \dots, M+1$, réalisés dans la paroi aux emplacements d'abscisse $x_i \in [0, l]$.

Le champ initial $T_0(x)$, $0 < x < L$ est obtenu par interpolation linéaire sur les températures mesurées à l'instant initial. La condition à la limite en $x=L$ est celle obtenue par le capteur n° $(J+1)$ situé en $x=L$. Le pas de temps est tel que $M \cdot \Delta t = t_f$

Le problème direct se résout par une méthode numérique aux différences finies, ce qui implique donc une discrétisation du problème

On note :

Δx le pas d'espace,

$x_i = (i-1) \cdot \Delta x$ les nœuds du maillage spatial, $i=1, 2, \dots, s+1$,

$T_i^k = T(x_i, t_k)$ la solution calculée aux différents nœuds du maillage

S'agissant d'une méthode itérative, la méthode utilisée nécessite la connaissance des conditions initiales qui sont la distribution de température $T_0(x)$, $0 < x < L$, et le flux initial $\varphi(0)$:

$$\begin{cases} \varphi(0) = -\lambda \frac{Y_2(0) - Y_1(0)}{x_2 - x_1} \\ T_0(x) = \frac{\varphi(0)}{\lambda} (x_{j+1} - x_i) + Y_{j+1}(0) \end{cases} \quad (3.11)$$

L'algorithme séquentiel pour déterminer $\varphi(t_n) = \varphi^n$, $n=1, 2, \dots, M+1$, peut se résumer comme suit :

à l'instant t_n , on suppose connu :

- le champ de température $T_i^n = T(x_i, t_n)$, $i=1, 2, \dots, N+1$,
- la densité de flux φ^n ,
- les relevés de température Y_j^{n+k} , $j=1, \dots, J+1$; $k=1, \dots, r$, où r désigne un nombre de pas de temps futurs.

La valeur φ^{n+1} s'obtient alors par les relations suivantes :

$$\varphi^{n+1} = \varphi^n \sum_{k=1}^r \sum_{j=1}^J K_j^k [Y_j^{n+k} - T_j^{n+k}] \quad (3.7)$$

avec :

K_j^k = gain calculé à partir des coefficients de sensibilité de la température aux points de mesure :

$$K_j^k = \frac{S_j^k}{\sum_{k=1}^r \sum_{j=1}^3 [S_j^k]^2} \quad (3.8)$$

où les coefficients de sensibilité S_j^k sont les dérivées partielles des paramètres d'observation relativement aux paramètres identifiés :

$$S_j^{n+k} = \frac{\partial T_j^{n+k}}{\partial \varphi} \quad (3.9)$$

Ils sont solutions de l'équation de sensibilité :

$$\begin{cases} \frac{\partial S}{\partial t}(x,t) = a \cdot \frac{\partial^2 S}{\partial x^2}(x,t) \\ -\lambda \cdot \frac{\partial S}{\partial x}(0,t) = 1, 0 < x < L, t_n < t < t_{n+r} \\ S(L,t) = 0 \\ S(x,0) = 0 \end{cases} \quad (3.10)$$

T_j^{n+k} : température calculée à l'emplacement du capteur n°j en résolvant le problème direct sur l'intervalle de temps $[t_n, t_{n+r}]$. Cette résolution est effectuée en considérant un flux constant sur cet intervalle :

$$\varphi^{n+k} = Cte \quad (3.11)$$

On en déduit le champ de température T_i^{n+1} en reprenant le problème direct avec un flux constant et égal à φ^n sur l'intervalle de temps $[t_n, t_{n+r}]$, puis le calcul est répété tant que $t_{n+r} < t_{M+1} = t_f$.

Le programme correspondant à cet algorithme a été écrit sous MATLAB. La méthode inverse telle qu'elle est présentée, permet d'obtenir les flux de chaleur en surface des blocs d'acier instrumentés par deux types de fluxmètres. On peut obtenir ceux-ci par différences

finies puisqu'on connaît, après calcul, l'évolution du champ de température dans le matériau avec un pas de temps Δt et un pas d'espace Δx .

A un instant t , on obtient la densité de flux de chaleur au nœud i par la formule à 3 points :

$$\varphi(i,t) = -\lambda \left(\frac{-T(i+2,t) + 4T(i+1,t) - 3T(i,t)}{2\Delta x} \right) \quad (3.12)$$

III.6 Comparaison des performances des nouveaux capteurs fluxmétriques

III.6.1 Mesure de champs de température

Dans cette partie, nous allons nous intéresser à la comparaison de deux fluxmètres thermiques, un instrumenté par des thermorésistances à base de dépôt en couches minces de cuivre et le second de microthermocouples filaires.

Les positions des différents capteurs de température par rapport à l'élément chauffant sont données dans le tableau III-3. Il s'agit d'une part de thermorésistances dans le nouveau fluxmètre et d'autre part des thermocouples soudés dans des rainures parallèles sur une face latérale d'un bloc d'acier de dimension (75x15x15 mm³).

Tableau III-3 : Position des thermorésistances (TR) et des Thermocouples (TH) par rapport à la surface étudiée

Position des	<i>TR1</i>	<i>TR2</i>	<i>TR3</i>	<i>TR4</i>
Thermorésistances (mm)	0,065	1,765	3,465	5,165
	<i>TH1</i>	<i>TH2</i>	<i>TH3</i>	<i>TH4</i>
Position des	0,5945	2,577	6,607	12,587
thermocouples (mm)	<i>TH5</i>	<i>TH6</i>	<i>TH7</i>	<i>TH8</i>
	0,44	2,507	6,45	12,44

Nous avons appliqué une tension aux bornes de la chaufferette, puis en régime permanent, nous avons relevé les températures mesurées par les quatre thermorésistances

(*TR1*, *TR2*, *TR3* et *TR4*) constituant le fluxmètre à base de couches minces ainsi que les quatre thermocouples (*TH1*, *TH2*, *TH3* et *TH4*) constituant le fluxmètre classique.

Les relevés de température sont enregistrés sous forme de fichiers ASCII par le système d'acquisition de données.

Pour chaque puissance de chauffage, nous avons relevé les durées de chauffage et d'acquisition ainsi que la valeur de la tension de chauffage. Les figures III-15 présentent les relevés de température des thermorésistances et des thermocouples pour des tensions de chauffage de 10, 20 et 30 Volts.

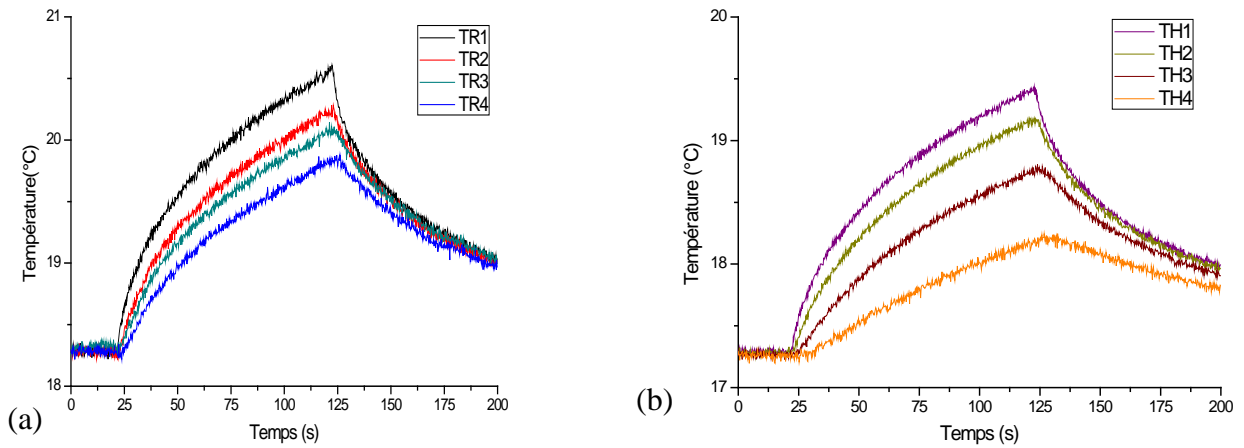


Figure III-15a : Températures mesurées par (a) les thermorésistances -TR- et (b) les thermocouples -TH- pour une tension de chauffage de 10 Volts

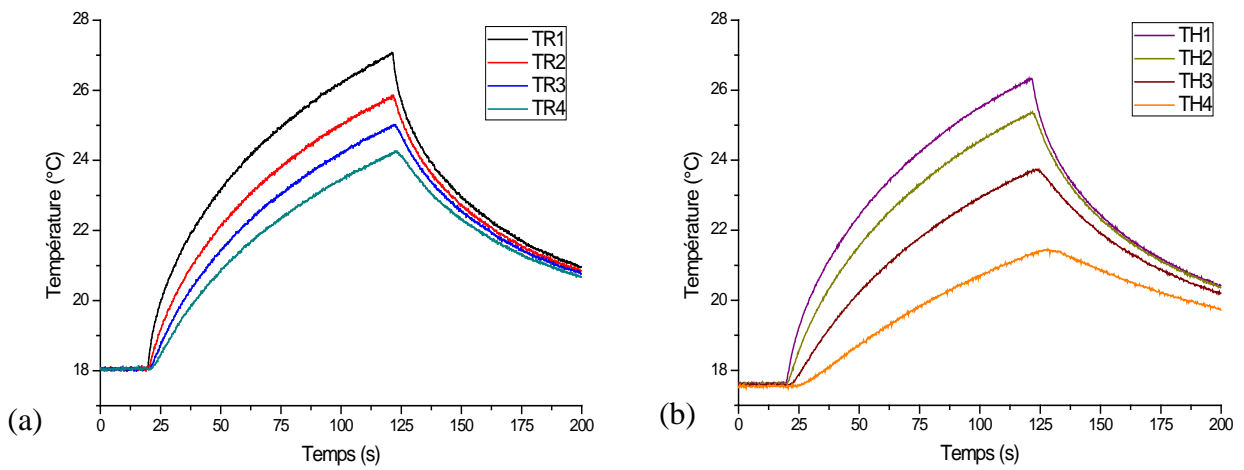


Figure III-15b : Températures mesurées par (a) les thermorésistances -TR- et (b) les thermocouples -TH- pour une tension de chauffage de 20 Volts

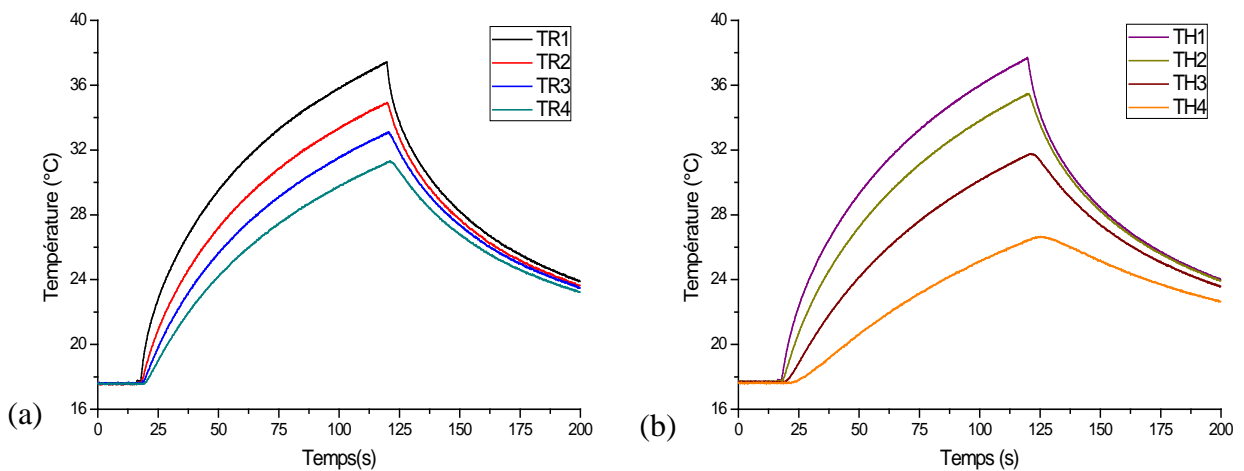


Figure III-15c: Températures mesurées par (a) les thermorésistances -TR- et (b) les thermocouples -TH- pour une tension de chauffage de 30 Volts

III.6.2 Estimation du flux de chaleur

Les relevés de température des thermorésistances $TR1$, $TR2$, $TR3$ et $TR4$ ainsi que les thermocouples $TH1$, $TH2$, $TH3$ et $TH4$ présentés dans le paragraphe III.5.1, ont été utilisés pour identifier le flux de chaleur mesuré par les deux fluxmètres, avec thermoresistances (TR) à base de couches minces et à base de thermocouples filaires (TH).

Nous avons choisi d'utiliser un pas de temps $\Delta t = 0,1s$, un pas d'espace $\Delta x = 1mm$ et cinq pas de temps futur. Les propriétés thermiques des deux blocs en acier sont les suivantes ($\lambda = 14,81 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, $\rho = 7900 \text{ kg.m}^{-3}$).

L'évolution de la densité de flux de chaleur φ a été estimée au moyen de technique inverse présentée dans la section III.5. Lors de cette procédure, le champ de température dans le dispositif est calculé par différences finies (méthode directe), on en déduit ainsi par la formule à 3 points, les densités de flux de chaleur φ à différentes profondeurs au sein des blocs en acier instrumenté par les deux types de fluxmètres, suite à l'application d'un double échelon de flux d'une durée de 100 s et pour des tensions de chauffage $U_{ch} = 10, 20$ et 30 Volts. Les conditions aux limites sont présentées sur la figure III-16

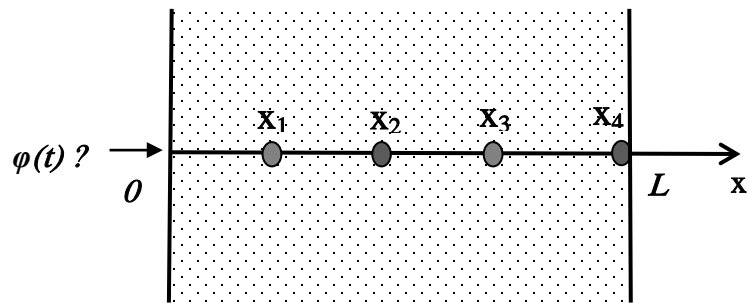


Figure III-16 : Estimation de flux et conditions aux limites

A partir des mesures de température, le flux de chaleur est estimé à l'aide de la méthode de spécification de fonction. Afin de pouvoir faire la comparaison avec le flux électrique généré, nous avons calculé – à l'aide de $\varphi_{el}(t)$ – le flux φ_{calc} à la position x qui correspond à l'endroit où le flux est estimé. Pour le calcul de φ_{calc} , nous avons utilisé le module instationnaire 1D du code éléments finis Comsol (version 4.3), avec comme conditions aux limites d'une part un flux imposé $\varphi_{el}(t)$ et d'autre part une température relevée par un thermocouple ($TH4$) éloigné de la paroi étudiée (figure III-17).

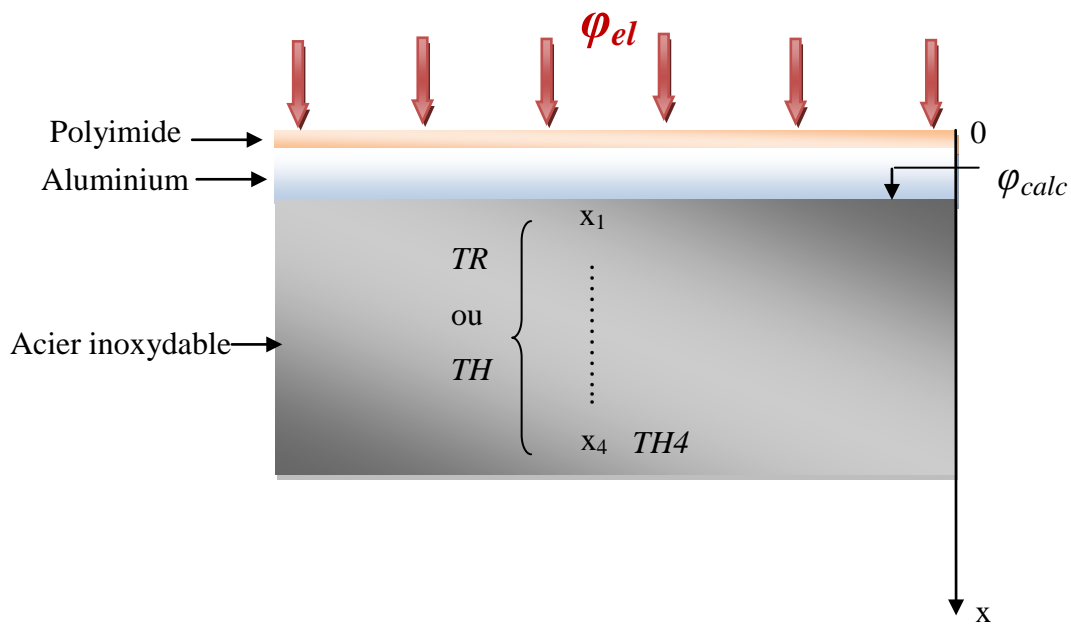


Figure III-17: Procédé de calcul de φ_{calc}

Les figures III-18 présentent les résultats de l'estimation et de calcul des densités de flux de chaleur obtenues pour les fluxmètres à thermorésistances (TR) et à thermocouples (TH), suite à l'application d'un flux de chaleur avec des tensions de chauffage ($U_{ch}= 10, 20$ et 30 Volts) et ceci pour une durée de $100s$ (fréquence d'échantillonnage: 50 Hz).

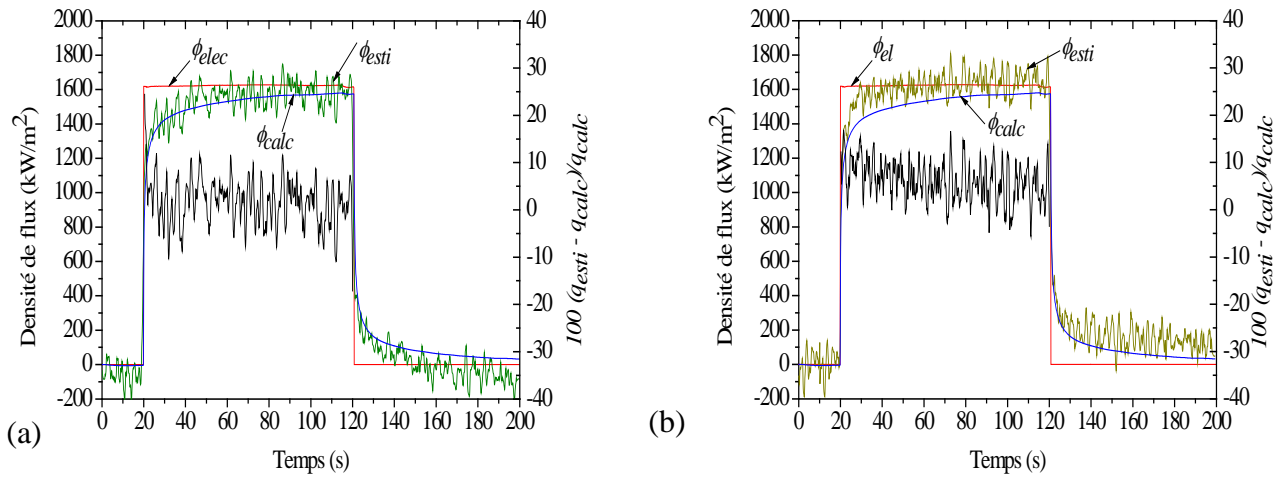


Figure III-18a : Densités de flux estimées par les fluxmètres à (a) thermorésistances et (b) thermocouples, suite à l'application d'un double échelon de flux (durée : 100s ; $U_{ch} = 10$ Volts)

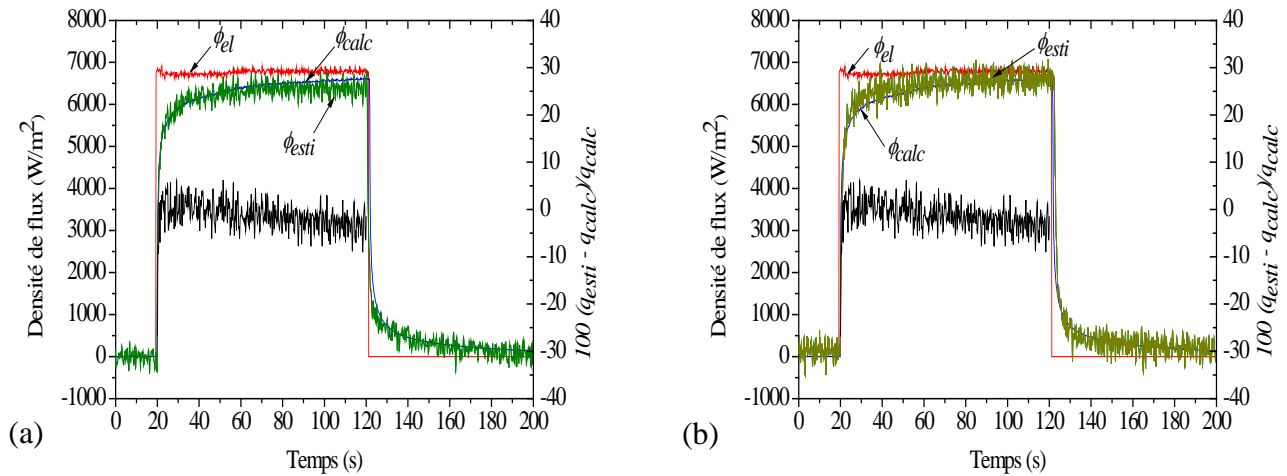


Figure III-18b : Densités de flux estimées par les fluxmètres à (a) thermorésistances et (b) thermocouples, suite à l'application d'un double échelon de flux (durée : 100s ; $U_{ch} = 20$ Volts)

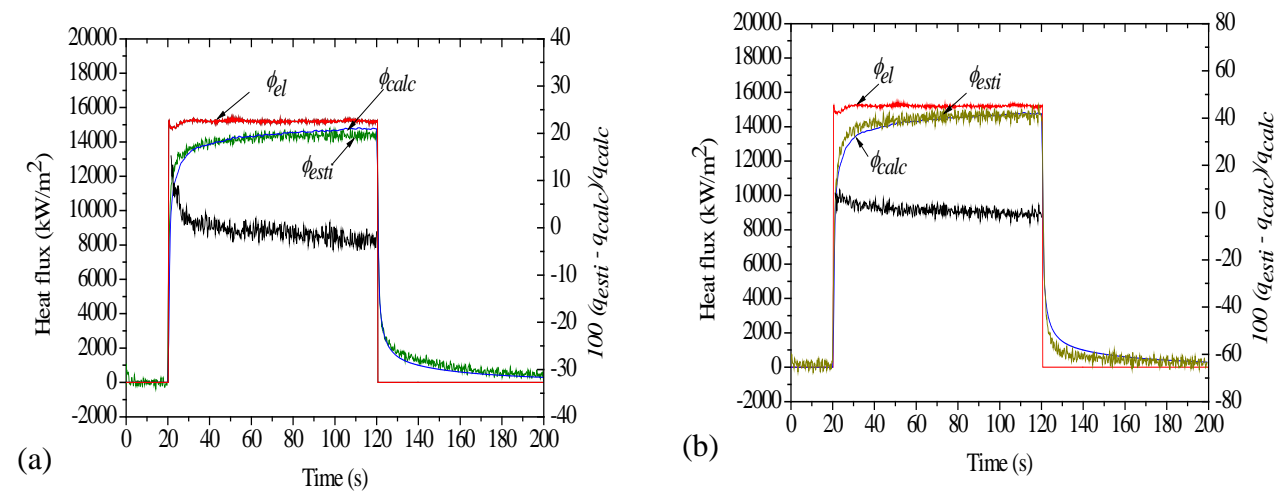


Figure III-18c : Densités de flux estimées par les fluxmètres à (a) thermorésistances et (b) thermocouples, suite à l'application d'un double échelon de flux (durée : 100s ; $U_{ch} = 30$ Volts)

Les tableaux III-4 et III-5 présentent respectivement des valeurs chiffrées concernant le flux de chaleur et les températures obtenus avec les 2 fluxmètres. Il apparaît ainsi que les écarts entre flux dissipés électriquement et flux mesurés sont plus faibles avec le fluxmètre à thermorésistances en couches minces (écarts entre 4,8 et 5,7%) qu'avec le fluxmètre à thermocouples (écarts entre 6,4 et 9,5%). Le gain en terme de précision n'est pas très important : on passe d'un écart de 8% en moyenne à un écart moyen de 5,2%

Par ailleurs, comme le montre le tableau III.6, les écarts types sur la température et le flux restent sensiblement identiques pour les deux types de fluxmètres. Il apparaît ainsi que les bruits de mesure sont similaires.

Tableau III-4 : Densité de flux estimée par les deux types de capteurs fluxométriques (σ : écart type ; φ : flux de chaleur; TR : thermo-résistance ; TH : thermocouple, les valeurs analysées sont considérées sur une durée de 50s avant la fin du chauffage de durée 100s)

U_{ch} (V)	$\frac{1}{2} \varphi_{el}$ (kW/m ²)	φ_{esti}^* (TR) (kW/m ²)	σ_{TR} (W/m ²)	φ_{esti}^* (TH) (kW/m ²)	σ_{TH} (W/m ²)	φ_{calc} (kW/m ²)	$\frac{100(\varphi_{esti} - \varphi_{calc})}{\varphi_{calc}}$ (%)	
							TR	TH
10	1,6	1,64	0,154	1,72	0,177	1,57	4,8	9,5
20	6,79	7,1	0,186	6,9	0,199	6,55	5,7	8,3
30	15,2	15,43	0,014	15,61	0,019	14,67	5,2	6,4

*: moyenne sur 50s

Tableau III-5 : Températures mesurées par le capteur le plus proche de la paroi dans les 2 fluxmètres (les valeurs analysées sont considérées sur une durée de 4s avant la fin du chauffage de 100s)

U_{heat} (Volt)	Fluxmètre thermique avec thermorésistances (TR)		Fluxmètre thermique avec thermocouples (TH)	
	$TR1^*$ (°C)	σ_{TR1} (°C)	$TH1^*$ (°C)	σ_{TH1} (°C)
10	2,23	0,027	2,22	0,019
20	9,45	0,048	8,85	0,048
30	20,78	0,095	20,10	0,100

*: moyenne sur 4s

III.6.3 Calcul d'incertitudes

Les estimations de flux de chaleur sont soumises à une incertitude. Cette incertitude est liée à deux sources principales, la première est liée aux mesures de température réalisées lors des expériences, la deuxième est liée aux paramètres du modèle thermique supposés connus et aux données géométriques (positions des capteurs notamment). Les données nécessaires aux estimations de flux de chaleur pour les deux fluxmètres (à thermorésistances et à thermocouples filaires) sont celles des paramètres thermophysiques et de leurs variations en fonction de la température.

Dans notre étude, l'estimation de flux de chaleur réalisée par la méthode inverse dépend des propriétés thermophysiques de la paroi (λ et $\rho.C_p$), des mesures des positions des capteurs et des mesures des températures. Dans les calculs, nous allons donc tenir compte de l'erreur sur les mesures de température, sur le positionnement des capteurs de température dans les deux fluxmètres et également de l'incertitude sur les paramètres thermophysiques de la paroi. En fait l'objectif est de connaître l'effet de l'erreur de positionnement des capteurs sur les erreurs au niveau de l'estimation du flux de chaleur.

Comme la paroi est la même dans les deux fluxmètres à thermorésistances en couches minces et à thermocouples filaires, l'effet des paramètres thermophysiques seront similaires. Les incertitudes des paramètres thermophysiques de matériau utilisé sont :

$$\frac{\sigma_{\lambda}}{\lambda} = 3\% \text{ et } \frac{\sigma_{\rho C_p}}{\rho C_p} = 1\%$$

L'incertitude sur l'estimation du flux de chaleur par méthode inverse est due à la méconnaissance de la localisation des capteurs de température est donnée par D. Maillet et al [89] par les relations suivantes:

1- Sans incertitudes sur la position des capteurs

$$\frac{\sigma_{\varphi}}{\varphi} = \frac{1}{1 - X_s^*} \frac{1}{SNR} \quad (3.13)$$

Dans cette équation, l'incertitude sur la mesure de flux dépend du rapport signal/bruit

$SNR = (T_0 - T_e) / \sigma_T$ et de la position relative du capteur $X_s^* = \frac{X_s}{e}$, avec X_s , position du capteur et e distance entre $TR1$ et $TR4$ ou $TH1$ et $TH3$.

2- Avec incertitudes sur la position des capteurs

$$\frac{\sigma_{\varphi}}{\varphi} = \frac{1}{1 - X_s^*} \frac{1}{SNR} \quad (3.14)$$

Dans ce cas : $SNR = (T_0 - T_e) / \sigma_T'$,

Avec $(\sigma_T')^2 = (\sigma_T)^2 (1 + (SNR)^2 / R_{pos}^2)$, et $R_{pos} = \frac{e}{\sigma_{pos}}$

Les incertitudes sur les estimations de flux de chaleur par le fluxmètre à thermorésistances en couches minces et le fluxmètre à thermocouples filaire, tenant compte de l'erreur sur les mesures de température, et l'incertitude sur les paramètres thermophysiques de la paroi avec et sans tenir compte des incertitudes sur la position des capteurs sont calculés à partir de la relation suivante :

$$\frac{\sigma_{\varphi}}{\varphi} = \left[\left(\frac{\sigma_{\lambda}^2}{\lambda^2} \right) + \left(\frac{\sigma_{\rho C_p}^2}{(\rho C_p)^2} \right) + \left(\frac{1}{SNR^2} \right) \right]^{1/2} \quad (3.15)$$

Les valeurs obtenues sont fournies dans le tableau III-6.

Tableau III-6: incertitudes sur les estimations de flux de chaleur par le fluxmètre à thermorésistante en couches minces et le fluxmètre à thermocouples filaires

	σ_T (°C)	σ_{pos} (µm)	e (mm)	$T_0 - T_e$ (°C)	X_s (mm)	SNR	$\frac{\sigma_{\varphi}^{(1)}}{\varphi}$ sans σ_{pos}	$\frac{\sigma_{\varphi}^{(2)}}{\varphi}$ avec σ_{pos}	écart* (%)
Fluxmètre avec (TR)	0,025	7	$x_1 - x_4$ 5,16	$TR1 - TR4$ 2,5	1,765	100	1,54 %	1,6 %	3 %
Fluxmètre avec (TH)	0,025	30	$x_1 - x_3$ 6,6	$TH1 - TH3$ 2,66	2,577	106,4	1,65 %	2,11 %	21,7 %

* écart = [(2)-(1)]/(1)

L'incertitude sur la position des thermorésistances augmente l'erreur lors de l'estimation du flux de chaleur d'environ 3 %, tandis que l'incertitude sur la position des thermocouples augmente l'erreur de 21,7 %.

III.7 Mesure de la constante de temps du dispositif

Il est important de connaître le temps de réponse du dispositif pour pouvoir mener à bien la comparaison entre les deux types de fluxmètres, à thermorésistances et à thermocouples filaires.

La constante de temps du système (chaufferette Minco, plaques d'aluminium, blocs d'acier inoxydable, cylindre échangeur de chaleur...) a été calculée en utilisant des mesures de température données par les thermorésistances (*TR*) et les thermocouples (*TH*) placés sur la partie supérieure du dispositif expérimental, suite à une tension de chauffage de 30 volts, et à une durée de 1200 s.

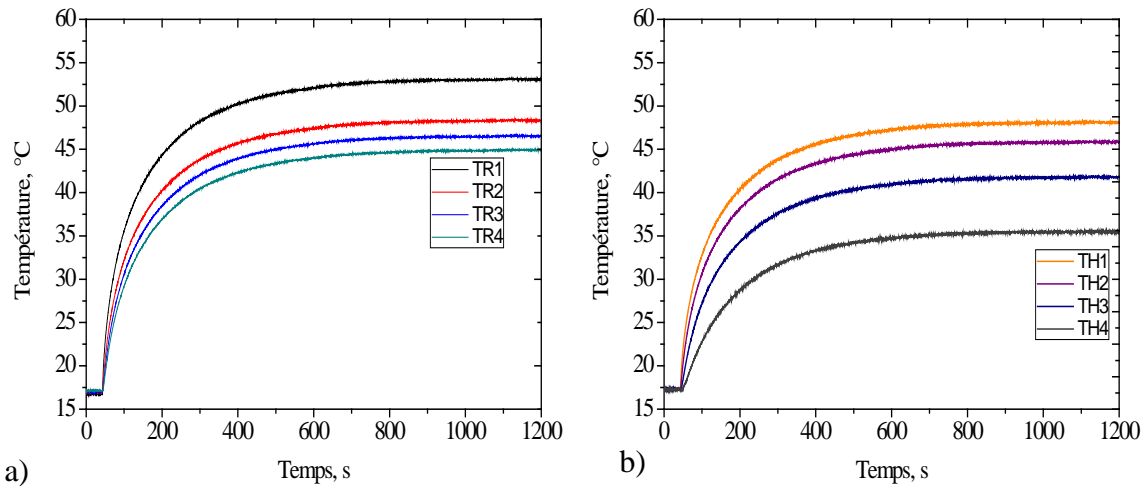


Figure III-19 : enregistrement de température a) par thermorésistances ; b) par thermocouples

Les enregistrements de températures (*TR* et *TH*) suite au chauffage sont représentés sur la figure III-19. Les températures restent constantes sur l'intervalle de temps 0 – 40s correspondant au régime permanent initial, ensuite à partir de $t = 40s$ le temps correspondant à l'application de tension de chauffage, la température évolue avec le temps pour atteindre le régime permanent final vers les 800s. Les capteurs (*TR* et *TH*) le plus chaud sont *TR1* et *TH1* qui sont implantés en x_1 et x_1' , le point le plus proche de l'élément chauffant pour chacun des deux fluxmètres. Les plus froids sont *TR4* et *TH4* situés dans le point le plus loin de l'élément chauffant et plus proche de l'échangeur de chaleur.

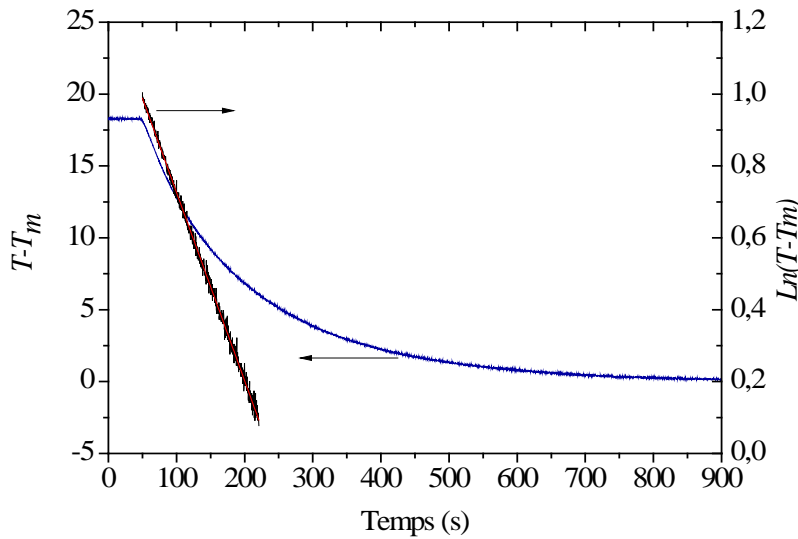


Figure III-20 : Constante de temps

La constante de temps a été déterminée avec une loi en $e^{-t/\tau}$ pour des temps supérieurs à τ ($\tau < t < \infty$). Sur la figure III-20 est représentée la composante transitoire de l'échauffement donnée par un capteur TR . La partie linéaire de la courbe $\text{Ln}(T-T_m)$ est représentée aussi en fonction du temps et elle a comme pente $(1/\tau)$, où la constante de temps τ est de 175s.

Au bout d'un certain temps inférieur à la valeur de la constante de temps, la courbe présente une allure quasi exponentielle; et comme on peut le constater le régime permanent est atteint au bout de 4 à 5τ . Dans nos mesures, le régime permanent est atteint à 99% au bout de 800s, soit une durée d'environ 5 fois la valeur de la constante de temps.

Les valeurs de temps de réponse de système mesurés avec thermorésistances et thermocouples sont données dans le tableau III-7.

On peut constater que la constante de temps ne dépend pas beaucoup du choix du capteur (à thermorésistance ou à thermocouple), autrement dit pas de leur emplacement par rapport à l'élément chauffant. En outre, il apparait que les constantes de temps obtenues avec des mesures par thermorésistances (TR) sont un peu plus élevées (de 0,3 à 1%) par rapport à celles mesurées à l'aide de thermocouples filaires. Cet écart qui n'est pas très important peut provenir de la résistance thermique du substrat en polymère (polyimide de 25 μm d'épaisseur), de la couche de la peinture noire d'environ 8 μm d'épaisseur.

L'écart peut provenir aussi des résistances de contact qui séparent les thermorésistances des pièces en acier inoxydable.

Tableau III-7. Constantes de temps expérimentales pour les deux types de mesure de température TR et TH .

Capteur de température	TR τ (s)	TH τ (s)
$TR1$ ou $TH1$	175,25	174,39
$TR2$ ou $TH2$	174,9	173,3
$TR3$ ou $TH3$	176,84	173,54
$TR4$ ou $TH4$	175,96	174,37

Par ailleurs, il est très important de signaler que ces couches de polymère et les résistances de contact affectent légèrement le temps de réponse du système, mesuré expérimentalement avec thermorésistance, mais elle ne modifie pas de façon significative le flux de chaleur circulant à travers les pièces en acier inoxydable dans la direction verticale (direction principale, voir figure III-13a). En effet les couches de polymère et les surfaces de contact sont parallèles à la direction principale du transfert de chaleur.

III.8 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons exposé le procédé de fabrication et les caractéristiques d'un nouveau fluxmètre passif à base de dépôts en couches minces de cuivre. Ensuite nous avons présenté l'étude de l'auto-échauffement par effet Joule dans les thermorésistances en couches minces. Puis nous avons détaillé la méthode d'estimation de la densité de flux utilisée, qui est une méthode inverse basée sur le concept de spécification de fonction et de pas de temps futur. Enfin nous avons présenté les tests et résultats de la comparaison des performances de ces nouveaux fluxmètres avec celles des fluxmètres classiques à réseau de thermocouples filaires.

Après les tests de comparaison et suite aux résultats obtenus, il est apparu que le nouveau fluxmètre à base de thermorésistances en couches minces de cuivre s'avère être plus précis que le fluxmètre classique à thermocouples filaires. Les évolutions en température et en flux sont similaires. Il apparaît ainsi que les écarts entre flux basé sur le flux dissipé

électriquement et flux mesuré sont plus faibles avec le fluxmètre à thermorésistances en couches minces (écarts entre 4,8 et 5,7%) qu'avec le fluxmètre à thermocouples (écarts entre 6,4 et 9,5%). Par ailleurs, les écarts types sur la température et le flux restent sensiblement identiques pour les deux types de fluxmètres d'où des bruits de mesure similaires. Aucun changement significatif du temps de réponse n'a pu être constaté.

Le calcul d'incertitudes montre que l'influence de l'incertitude sur la position des capteurs de température sur les valeurs de flux de chaleur estimées par un fluxmètre à base de thermoresistances est 12 fois moindre que dans le cas d'un fluxmètre à thermocouples filaires.

Avec l'utilisation des dépôts en couches minces, nous avons pu réussir la réalisation d'une instrumentation très performante avec les nouveaux fluxmètres. Les intérêts de l'utilisation d'un tel fluxmètre sont multiples; on peut citer une localisation très précise des différents capteurs, celles-ci étant définies avec précision dans le masque réalisé lors du procédé d'élaboration du dépôt. La précision dans la position des capteurs est un paramètre très important et d'une grande utilité lors du calcul du flux de chaleur par méthode inverse. On peut citer aussi la sensibilité accrue à la température, cette sensibilité peut être ajustée en variant la tension d'alimentation des ponts de Wheatstone et donc le courant traversant chaque thermorésistance.

Par ailleurs, compte tenu du procédé de fabrication, ce type de fluxmètre a l'avantage d'être réalisable en série et avec des techniques de fabrication relativement simples à mettre en œuvre. Ces résultats ont été rendus possibles par l'association d'une conception originale à des procédés de fabrication de couches minces sur supports souples.

Chapitre IV
Fluxmètre dynamique à base
de couches minces

Les fluxmètres thermiques présentent un grand intérêt pour la métrologie et tout particulièrement en thermique du bâtiment. Le travail présenté dans ce chapitre concerne essentiellement ce domaine. Les transferts thermiques entre une paroi et l'ambiance environnante dépendent de divers facteurs climatiques (absorption solaire, échanges par rayonnement avec les surfaces environnantes, échanges par convection par évaporation qui fluctuent sans cesse au cours du temps. Ce travail, a pour objectif essentiel la réalisation de nouveaux fluxmètres dynamiques à base de couches minces, ainsi qu'une étude de son fonctionnement afin de caractériser globalement l'évolution des transferts thermiques fluide / paroi sous l'action de fluctuations microclimatiques.

Ce chapitre est consacré donc au fluxmètre dynamique, celui-ci comporte un dispositif de microchauffage qui permet d'obtenir plus d'information sur les transferts thermiques fluide-paroi qu'un simple fluxmètre qui mesure seulement l'évolution du flux de chaleur comme exposé dans les travaux précédents de Brunjail à l'origine de ce type de capteur [65]. Le fluxmètre dynamique permet ainsi de mesurer en continu le coefficient d'échange global ainsi que la température équivalente au loin.

Dans nos travaux, il s'agit de mettre au point de nouveaux capteurs fluxométriques dynamiques en associant une conception originale à des procédés de fabrication de couches minces afin d'obtenir des capteurs plus sensibles et aisément réalisables en série, à faible inertie thermique et avec des mesures peu biaisées.

L'utilisation des couches minces permet d'obtenir des capteurs avec une moindre inertie thermique et une température plus uniforme en paroi. Nous présentons ici la réalisation des capteurs leur étalonnage, l'étude de leur autoéchauffement par effet Joule ainsi qu'une vérification de l'uniformité de leur température en surface. Par la suite, on testera leur fonctionnement en soufflerie avec présence ou non de source de rayonnement.

IV.1 Caractérisation des transferts thermiques superficiels

Les transferts superficiels à la paroi englobent les échanges par convection thermique et par rayonnement. Ces transferts de chaleur superficiels résultent :

- De l'absorption de rayonnement solaire $\alpha_s \varphi_s$ (φ_s : rayonnement solaire incident ; α_s absorptivité à ce rayonnement) ;
- Des échanges par rayonnement avec les surfaces environnantes à température radiative T_r . Ceux-ci, vu les faibles écarts de températures, peuvent se mettre sous la forme :

$$\varphi_r = \sigma \varepsilon_r (T_p^4 - T_r^4) \quad (4.1)$$

où σ constante de Stefan Boltzman $5,67 \cdot 10^{-8}$ ($\text{Wm}^{-2} \text{K}^{-4}$) et ε_r émissivité du milieu environnant.

La température T_p est voisine de T_r , donc l'écart $T_p - T_r$ est faible devant T_p ou T_r , la quantité $(T_p - T_r)$ peut être linéarisé et la relation (4.1) peut s'écrire sous la forme:

$$\varphi_r = h_r (T_p - T_r) \quad (4.2)$$

h_r est le coefficient d'échange radiatif, il dépend de l'émissivité des parois, des facteurs de formes et de T_m^3 où T_m est une température moyenne

$$h_r = 4\varepsilon\sigma T_m^3 \quad \text{avec} \quad T_m = (T_p + T_r) / 2$$

- Des échanges par convection avec l'air ambiant à T_a qui peuvent être stylisés par la relation

$$\varphi_c = h_c (T_p - T_a) \quad (4.3)$$

où h_c est le coefficient de convection.

- Des échanges dus à l'évaporation qui s'exprime par la relation :

$$\varphi_v = h_v (T_p - T_a) + \rho_v \quad (4.4)$$

h_v et ρ_v étant proportionnels à la chaleur latente d'évaporation de l'eau, et dépendant de la température de l'air ; ρ_v dépend en plus du degré hygrométrique de l'air. On peut noter qu'il

Il y a analogie entre les transferts de chaleur par convection dans l'air sec et les transferts massiques de vapeur d'eau sous l'action de gradient de concentration. La notion de couche limite s'applique aux deux transferts : transfert thermique dans l'air, diffusion de la vapeur d'eau dans l'air, et comme le nombre de Schmidt pour ce transfert massique est très voisin du nombre de Prandtl, les épaisseurs des couches limites thermiques et massiques coïncident pratiquement [66].

Finalement, la densité de flux φ_p perdue par la paroi est la résultante de tous ces flux :

$$\varphi_p = -\alpha_s \varphi_s + h_r (T_p - T_r) + h_c (T_p - T_a) + h_v (T_p - T_a) + \rho_v \quad (4.5)$$

Où l'indice r est relatif au rayonnement des parois environnantes, s au rayonnement solaire, c aux échanges convectifs et v à l'évaporation.

Ce qui peut s'écrire encore sous une forme plus compacte :

$$\varphi_p = h (T_p - T_E) \quad (4.6)$$

$$h = h_r + h_c + h_v \quad (4.7)$$

$$T_E = \frac{(h_c + h_v)T_a + h_r T_r + \alpha_s \varphi_s - \rho_v}{h} \quad (4.8)$$

avec : h le coefficient global de transfert et T_E la température équivalente au loin.

La détermination du flux pariétal φ_p revient à connaître à chaque instant T_p , h et T_E . Du point de vue énergétique h et T_E caractérisent globalement l'environnement microclimatique de la paroi à la température T_p .

Si on veut caractériser φ_p , on doit mesurer un grand nombre de grandeur h_r , h_v , h_c , α_s , φ_s , ρ_v . L'alternative que l'on a développée est l'usage d'un capteur fluxmétrique dynamique, c'est-à-dire équipé d'un dispositif de microchauffage. Celui-ci permettra de mesurer le coefficient global d'échange h et la température équivalente au loin T_E . Dans ce qui suit, on présente le principe de fonctionnement du capteur dynamique.

IV.2 Réalisation des capteurs fluxmétriques dynamiques

IV.2.1 Principe des capteurs dynamiques

Le principe de ces nouveaux capteurs repose sur l'idée suivante : on place dans la paroi, affleurant juste sa surface, un capteur isolé thermiquement de cette paroi. Le capteur est seulement muni d'un système de microchauffage. La température du capteur T_c n'est pas égale à T_p (l'amplitude des lois de chauffage est choisie de manière à ce que l'écart $T_c - T_p$ reste inférieur à 2 °C).

Il est démontré dans le paragraphe précédent que T_E (température équivalente) dépend des différents coefficients d'échange et des températures des surfaces environnantes, de l'air ambiant, du flux solaire absorbé, de la chaleur latente de vaporisation de l'eau...

De ce fait la mesure du couple T_E et h et de leur variations au cours du temps nécessite différents types de mesure. Par ailleurs, si on utilise un capteur fluxmétrique passif à gradient normal ou tangentiel comme il en existe pour des applications en thermique du bâtiment, on peut accéder seulement à l'évolution du flux de chaleur (et parfois la température) à la paroi mais pas au coefficient d'échange global h et à la température équivalente T_E .

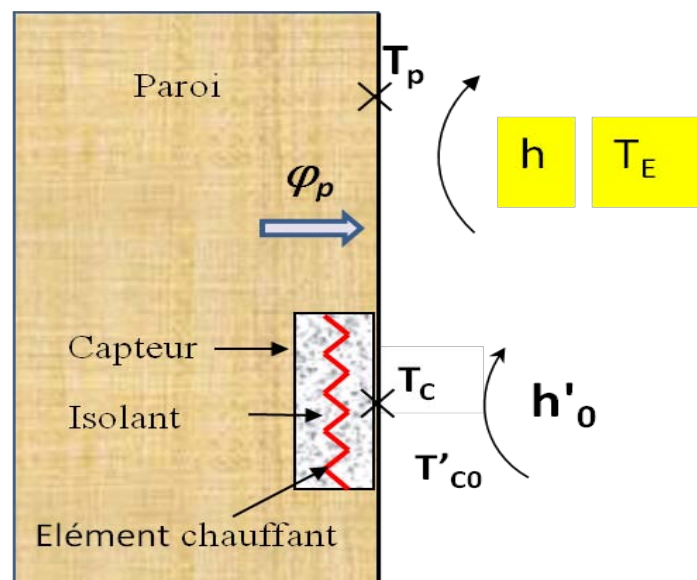


Figure IV-1 : principe du capteur

Alors que le couple de données h'_o et T'_{c0} directement liés au capteur (figure IV-1) peut être déterminé avec un capteur présentant un simple dispositif de chauffage programmable ; T'_{c0} est obtenu par l'enregistrement de la température d'un capteur non

chauffé, et h_0' peut être obtenu en étudiant la température du capteur avant chauffage et son refroidissement consécutif à un double échelon de flux généré par effet Joule.

C. Brunjail a obtenu des relations entre les deux couples de données, (h, T_E) et (h_0', T_{c0}') :

$$h = D(h_0' - k_i - h_r)^n + h_r \quad (4.9)$$

$$T_E = T_P - \frac{h_0'}{k} (T_P - T_{c0}') \frac{1}{h} \quad (4.10)$$

Avec D, k_i, k, n : coefficients de correction

Des travaux ont été initiés dans ce domaine par Calvet puis Brunjail [65, 66]. Les capteurs réalisés par Brunjail ont pour élément chauffant, un fil de constantan collé à la bakélite. Cette conception entraîne une inertie importante du capteur, donc un temps de réponse assez long. Et comme l'inertie thermique des capteurs joue un rôle essentiel, nous avons réalisé des capteurs à base de dépôts en couches minces, ce choix devrait nous permettre d'obtenir des capteurs avec une moindre inertie thermique et une température uniforme sur la surface. La réalisation de ces nouveaux capteurs est présentée en détail dans le paragraphe suivant

IV.2.2 Réalisation et description des capteurs dynamiques

Deux types de capteur dynamique ont été réalisés : un avec capteur de température de type thermocouple à contact séparé et l'autre par un capteur de type thermorésistance. L'inertie thermique des capteurs joue un rôle essentiel dans la sensibilité des capteurs. En effet, un capteur sera sensible aux fluctuations de l'environnement dont la durée est supérieure à sa constante de temps τ . Donc les nouveaux capteurs à réaliser devront avoir une moindre inertie thermique et doivent être capable de suivre des fluctuations de l'ordre de quelques minutes. Dans le but d'obtenir des capteurs dont la capacité thermique soit la plus faible possible, ces derniers ont été réalisés à partir de plaques d'époxy d'épaisseur 1,60 mm doublement revêtues d'un dépôt de cuivre d'épaisseur 28 μm et par la suite étamé à froid pour éviter leur oxydation. Une des faces est l'élément chauffant (diamètre $d = 60$ mm), et sur l'autre face se trouve le capteur de température. Les motifs électriques ont été réalisés par attaque chimique après dépôt d'une résine photosensible et insolation en utilisant un masque. Sur la figure IV-2 sont présentés les deux masques utilisés pour la fabrication d'un capteur dynamique en couches minces, (a) face élément chauffant, (b) face capteur de température de type thermorésistance.

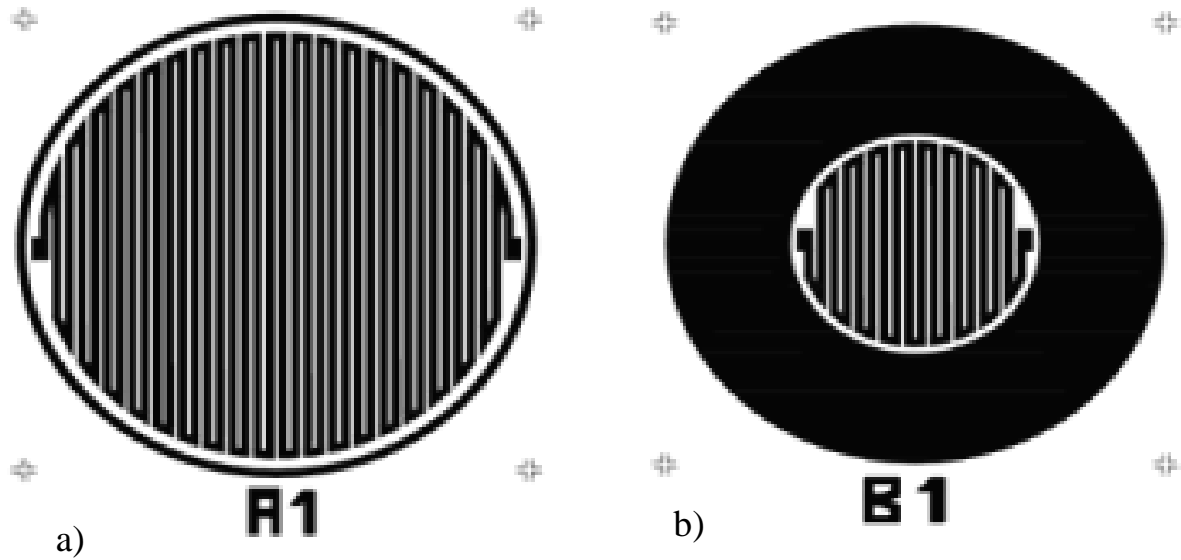


Figure IV-2: Masques utilisés pour la fabrication des capteurs dynamiques, a) face arrière, élément chauffant, b) face avant, capteur de température par thermorésistance.

Dans les deux types de capteur, les bandes chauffantes à base de dépôts en couches minces de cuivre étamé, déposées sur la face arrière (élément chauffant), ont une largeur de 1 mm et la distance inter-bande a été fixée égale à $500\ \mu\text{m}$ afin d'obtenir un flux de chaleur le plus uniforme possible sur la face opposée du capteur (figure IV-3).



Figure IV-3: Elément chauffant du capteur

Pour le capteur avec mesure de température par thermocouple, la face opposée, qui est la face avant du capteur est totalement recouverte de cuivre étamée, est équipée d'un micro-thermocouple de diamètre $80\ \mu\text{m}$ à contacts séparés pour minimiser l'effet de la perturbation locale de température due aux pertes thermiques par les fils (figure IV-4a).

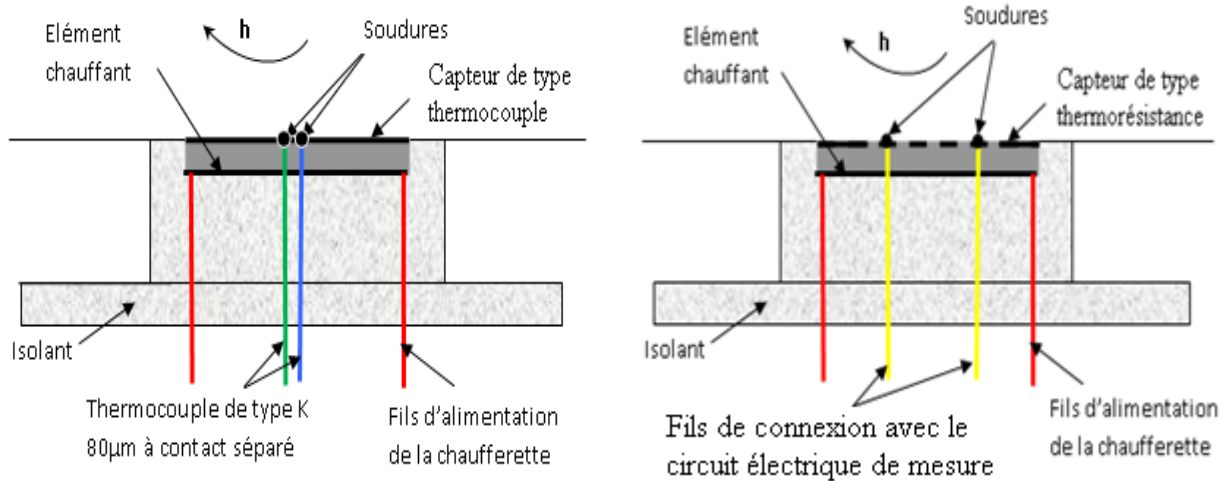


Figure IV-4 : Schéma des deux capteurs, a) Capteur de température de type thermocouple filaire; b) Capteur de température de type thermorésistance

Ainsi, les soudures des microthermocouples sont distantes de $5,5\text{mm}$, ce qui excède $0,4\ \text{mm}$ qui correspond à la taille de la zone où 95% de la perturbation due aux fils est contenue (10 fois le rayon des thermocouples).

Pour ce qui concerne le second type c'est-à-dire le capteur de température par thermorésistance, la face opposée (face avant du capteur) est revêtue de dépôt de cuivre d'épaisseur $28\ \mu\text{m}$. Mais contrairement au premier type, le dépôt de cuivre ne couvre pas la totalité de la face avant du capteur, une discontinuité dans le dépôt était prévu dans la conception du masque utilisé pour la fabrication des capteurs, afin d'isoler électriquement l'élément thermorésistif central sensible à la variation de température, du reste du dépôt sur la surface du capteur. Un schéma du capteur de température de type thermorésistance est présenté sur la figure IV-4b.

Enfin les deux types de capteurs sont isolés de la paroi étudiée par un manchon en polyuréthane, afin que la quasi-totalité du flux thermique dissipé par l'élément chauffant qui se trouve dans la face arrière du capteur soit évacué vers l'ambiance extérieure en traversant l'ensemble substrat et dépôt de cuivre.

De plus, afin d'étudier l'influence du rayonnement sur le refroidissement des capteurs, une fine couche de peinture noire mat a été pulvérisée sur la surface du capteur de type thermorésistance et une fine couche de peinture argentée et brillante a été pulvérisée sur la surface d'un autre capteur de type thermorésistance (figure IV-5).

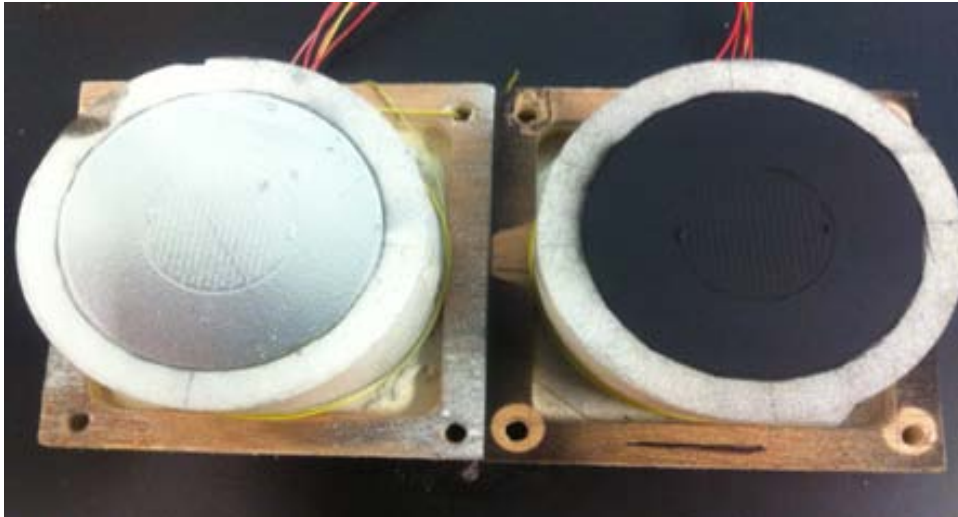


Figure IV-5 : Photos des capteurs dynamiques avec mesure de température par thermorésistance en couches minces (n° 3 et 4)

IV. 3 Etalonnage des capteurs dynamiques à base de couches minces

Les deux capteurs dynamiques avec mesure de température par thermorésistance à base de couches minces (capteurs n°3 et 4), ont été étalonnés de la même façon que le capteur passif (paragraphe III.2.1). L'étalonnage des thermorésistances (TR) a été réalisé en régime permanent en faisant varier la température entre 16 et 56°C à l'aide d'un échangeur alimenté par un bain thermostaté.

Pour éviter les effets de la convection dans l'enceinte, les deux capteurs sont posés de manière à ce que l'élément thermorésistif du capteur soit face à l'échangeur plan. Pour le suivi de la température d'étalonnage dans l'enceinte, un thermocouple de type K a été placé à l'interface capteur - échangeur.

Les thermorésistances en couches minces (capteurs 3 et 4) sont insérées dans un pont de Wheatstone (figure IV-6). Le pont de Wheatstone est constitué de 3 résistances fixes R_1 , R_2

et R_3 et un capteur dont la résistance est $R(T)$. Ces résistances sont maintenues à une température constante grâce à un échangeur de chaleur durant l'étalonnage et les séries de mesures.

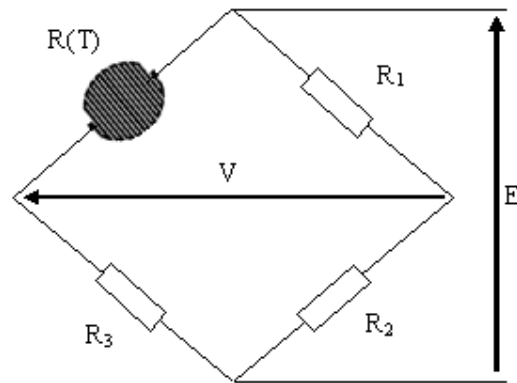


Figure IV-6 : Intégration de la thermorésistance du capteur dans un pont de Wheatstone

La tension d'alimentation ΔU a été gardée la même durant l'étalonnage ($\Delta U \approx 44,0$ mV). Une loi d'étalonnage $\Delta E / \Delta U = f(T)$ est associée pour chacun des deux capteurs, la grandeur $\Delta E / \Delta U$ est une fonction linéaire de la température d'étalonnage: $\Delta E / \Delta U = aT + b$, ΔE : est la tension de déséquilibre des ponts.

Les résultats obtenus pour les deux capteurs sont présentés dans le Tableau IV-1 et la figure IV-7. La sensibilité est obtenue par la multiplication de la valeur de la pente qui correspond à $a = \Delta E / \Delta U$ par la tension d'alimentation aux bornes de chaque pont de Wheatstone. Pour une valeur de courant d'alimentation de 30 mA, on retrouve une sensibilité moyenne des capteurs de $18,7 \mu\text{V}/^\circ\text{C}$.

Tableau IV-1 : Etalonnage des deux capteurs

Capteur n°	$a \cdot 10^4 \text{ (K}^{-1}\text{)}$	b
Capteur n°3	4,06912	0,09573
Capteur n°4	4,43337	0,10036

Les courbes d'étalonnage associées à chacun des deux capteurs dynamiques avec mesure de température par thermorésistances en couches minces de cuivre sont données par la figure suivante :

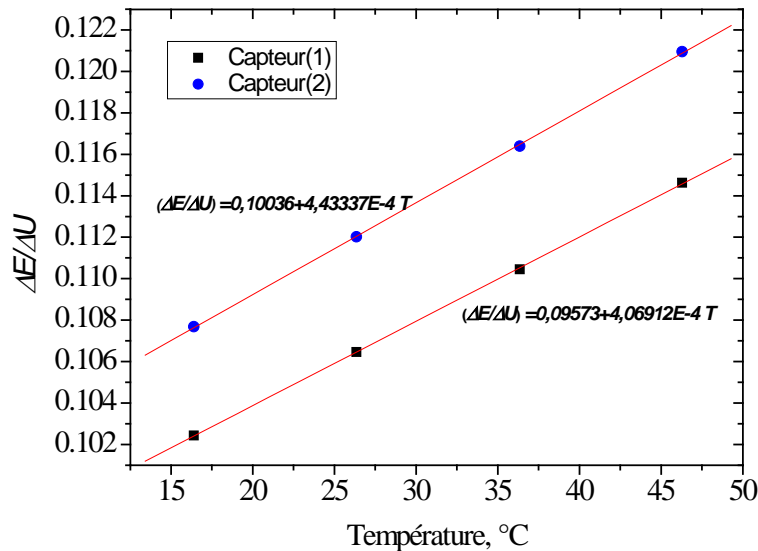


Figure IV-7 : Etalonnage des capteurs dynamiques avec mesures de température par thermorésistances (capteurs n° 3 et 4)

IV.4 Calcul de l'auto-échauffement par effet Joule des thermorésistances

L'objectif de cette étude est de déterminer la valeur optimale du courant pour d'une part assurer une sensibilité élevée et d'autre part limiter le phénomène d'auto-échauffement par effet Joule.

IV.4.1 Modélisation électrothermique pour un capteur de température par thermorésistance

La figure IV-8 représente un schéma simplifié du modèle électrothermique développé (substrat en plaque d'époxy et dépôt couche mince). Le couplage entre les champs électrique et thermique au sein de la couche mince en cuivre a été modélisé par élément finis en utilisant le logiciel Comsol Multiphysics (version 3.4).

Le modèle développé prend en compte un capteur en couche mince similaire à celui utilisé lors des essais. L'élément thermorésistance en couche mince de cuivre d'épaisseur 28 μm est placé sur une plaque d'époxy d'épaisseur de 1,6 mm. Cette étude a été menée en variant le courant électrique qui traverse l'élément thermorésistif, entre 0 et 150 mA. Il est à noter que h est le coefficient d'échange convectif entre le fluxmètre et l'environnement extérieur.

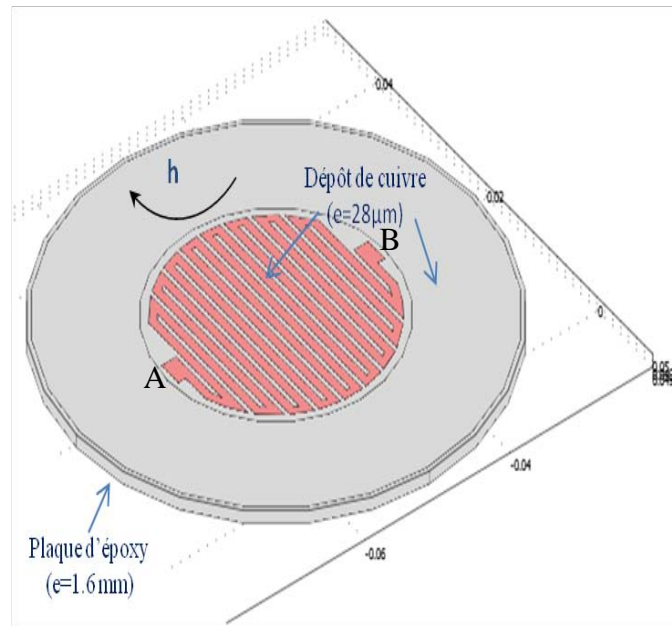


Figure IV-8 : Modèle électrothermique étudié

Dans le substrat en époxy, les équations thermiques se réduisent à l'équation de la chaleur stationnaire :

$$\Delta T = 0 \quad (4.11)$$

Avec des conditions aux limites sur toutes les faces de type :

$$-n \left(-\lambda_s \frac{\partial T}{\partial n} \right) = h (T_{amb} - T) \quad (4.12)$$

Où n est le vecteur normal à chaque surface, λ_s est la conductivité thermique du substrat, T_{amb} est la température de l'air et h le coefficient d'échange sur les faces exposées à l'environnement à la température T_{amb} .

Dans l'élément thermorésistif en couche mince de cuivre, l'équation de la chaleur contient un terme source d'origine électrique :

$Q_{elec} = d \sigma(T) |\nabla_t V|^2$. Le terme source représente l'effet Joule dissipé sous un gradient potentiel électrique $\nabla_t V$, et σ la conductivité électrique du dépôt qui dépend linéairement de la température dans l'intervalle de température étudié.

Ce terme se retrouve donc dans l'équation de la chaleur dans sa version avec l'approximation couche-mince (température uniforme dans l'épaisseur de la couche) :

$$-(\lambda_s \nabla_t T) = Q_{elec} + h (T_{amb} - T) - \nabla_t (-\lambda_c d \nabla_t T) \quad (4.13)$$

où λ_c est la conductivité thermique de la couche mince, d son épaisseur et h le coefficient d'échange avec $h = h_{ambient}$.

Cette équation décrit la distribution de température dans le dépôt induite par l'effet Joule Q_{elec} , l'échange convectif avec l'extérieur et la diffusion à travers la couche mince.

L'équation électrique décrit la répartition spatiale du potentiel électrique dans le dépôt, elle contient le terme dépendant de la température $\sigma = \sigma(T)$. Elle se simplifie en une équation de Laplace 2D :

$$\Delta V_t = 0 \quad (4.14)$$

Les conditions aux limites sont de type potentiel électrique V_0 et V_l imposé sur les frontières (A et B) et partout ailleurs une isolation électrique (figure IV-8). Ce couplage entre les champs électriques et thermiques au sein de la couche mince est modélisé par éléments finis avec le logiciel Comsol Multiphysics v3.4.

Un maillage a été effectué sur l'ensemble dépôt en couches minces et substrat. Les mailles sont triangulaires, leur nombre est de 55420. La figure IV-9 présente une vue de la géométrie et une autre du maillage. Il est à noter que le maillage a été raffiné au niveau de l'élément thermorésistif central en couches minces car dans cette zone les gradients de grandeurs thermiques et/ou électriques peuvent être élevés.

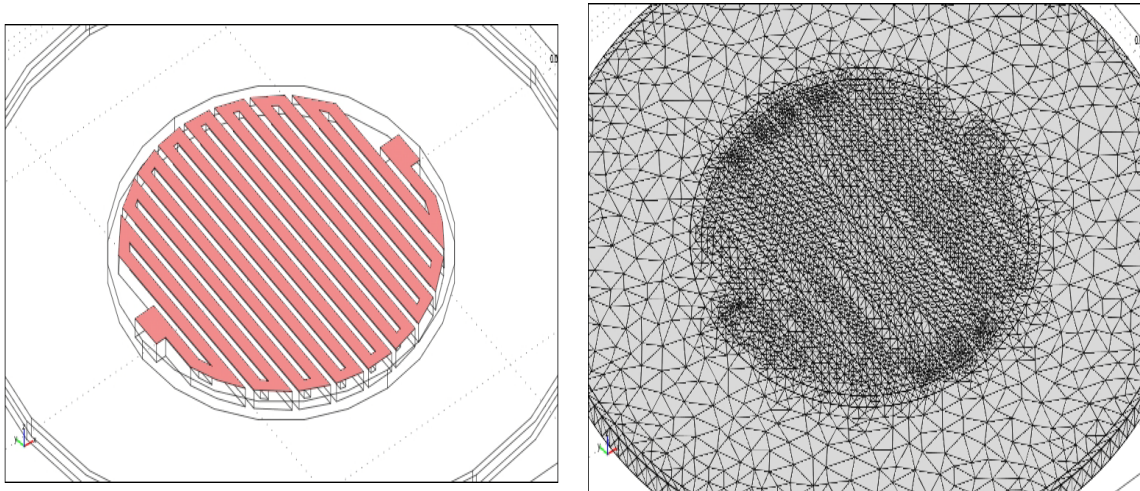


Figure IV-9 : Géométrie et maillage d'un capteur

IV.4.2 Résultat de l'effet de l'intensité du courant électrique

L'effet Joule et les températures moyenne et maximale dans l'élément thermorésistif central du capteur dynamique en couches minces sont représentés sur les figures IV-10.

L'élément thermorésistif du capteur est traversé par des courants variables entre 1 et 150 mA. Le courant qui traverse l'élément thermorésistif en couches minces sur les deux capteurs dynamique est typiquement de 30 mA.

Sur la figure IV-10b, on constate que dans nos tests, l'auto échauffement par effet Joule, dû au passage du courant est inférieur à $0,34^{\circ}\text{C}$ pour un courant de 30 mA.

IV.5 Création et enregistrement des signaux thermiques à impulsion

Après l'étalonnage des capteurs et l'étude de leur échauffement par effet Joule, nous avons mené une étude qui consiste à enregistrer la réponse des capteurs pour différentes puissances de chauffage, le chauffage peut être nul, c'est le cas d'un capteur inerte, ou de nature impulsionnel ou constant (capteur actif).

Dans ce qui suit nous allons décrire les éléments électriques et thermiques utilisés dans les dispositifs pour la production et l'enregistrement des signaux thermiques

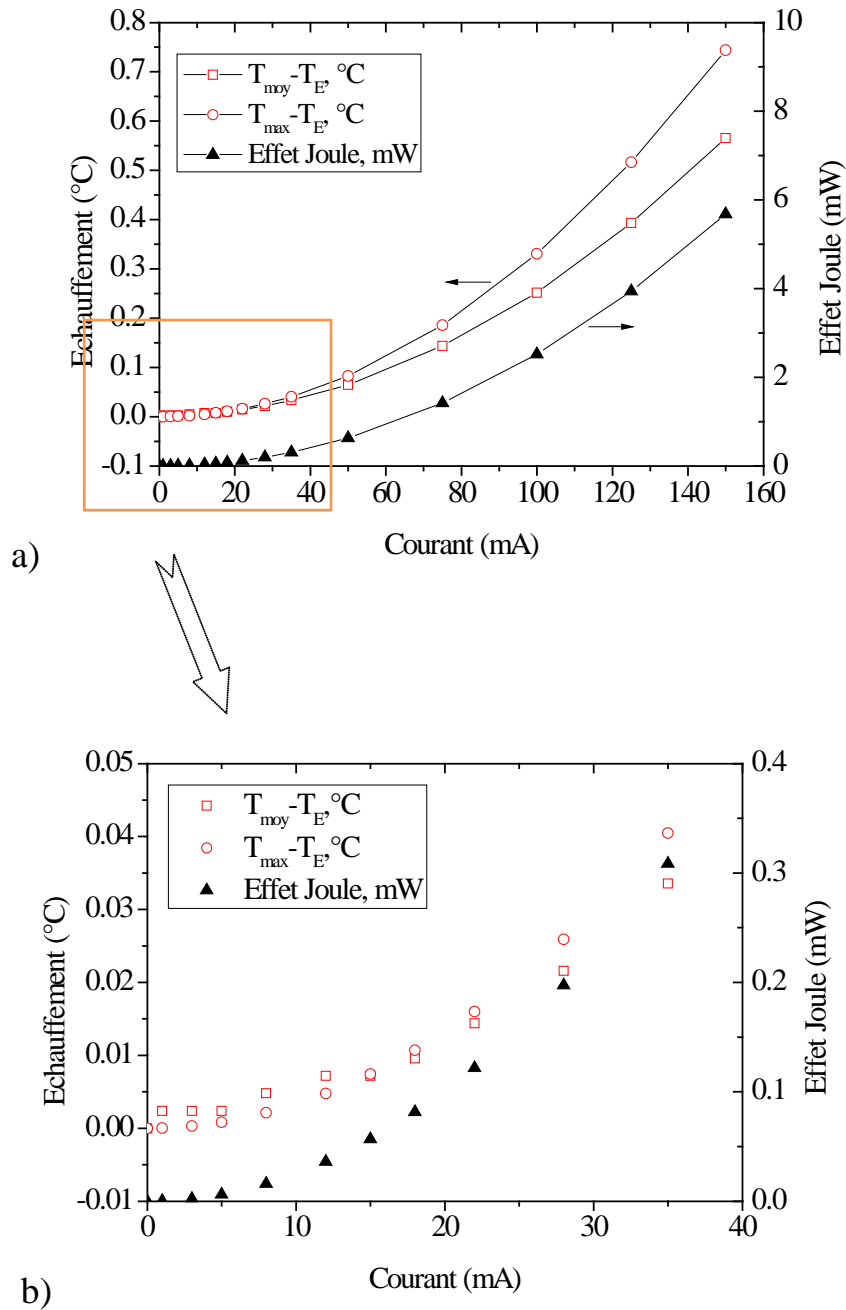


Figure IV-10 : Auto-échauffement et effet Joule

IV.5.1. Dispositif de production du signal de chauffage

Dans le cas d'un capteur actif, l'élément chauffant constitué d'une résistance en couche mince est alimentée par une source de tension. Les impulsions de tension électrique sont obtenues en utilisant un dispositif électrique, composé d'un générateur de signaux, un transistor de puissance et un générateur de tension. (Figure IV-11)

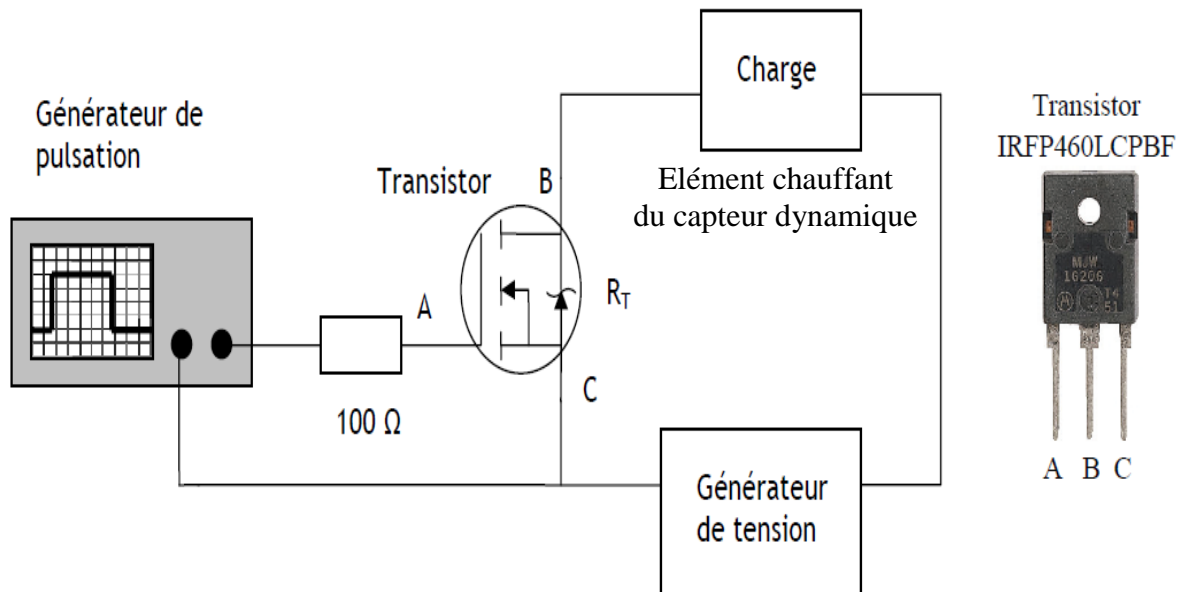


Figure IV-11 : Schéma du circuit électrique de production du signal du chauffage des capteurs – Détail du transistor

Le transistor Mosfet VISHAY IRFP460LCPBF utilisé est piloté par à un générateur d'impulsion Tektronix PG201 qui génère un échelon de tension entre les bornes A et C du composant, correspondant à la tension de seuil du transistor, comprise entre 2 et 4V. Une résistance de 100 Ohm est placée entre le générateur de signaux et le transistor afin de limiter l'intensité du courant parcourant le circuit. De cette manière, la tension résiduelle dans le circuit est nulle (le transistor non alimenté correspondant à un interrupteur ouvert), et lors de l'impulsion la tension produite par le générateur de tension ferme le circuit contenant la charge.

Les temps d'ouverture et de fermeture du transistor sont très faibles, soit 95 ns pour la montée et 83 ns pour la descente, [90].

Pour étudier la loi de refroidissement des capteurs, nous avons choisi d'alimenter l'élément chauffant de ces derniers par un train d'impulsion d'une période τ_i plus grande que la constante de temps τ . En effet si τ_i est du même ordre de grandeur que τ , le capteur n'a pas suffisamment de temps pour se refroidir complètement entre deux impulsions successives.

IV.5.2 Dispositif de mesure et d'enregistrement des signaux thermiques des capteurs

Suite à l'application de la tension de chauffage pendant typiquement 4s, la température du capteur s'élève de 1 à 2 °C, ce qui correspond à des tensions de l'ordre d'une dizaine de microvolts. L'enregistrement de ces faibles tensions nécessite leur amplification, pour cela nous avons connecté des amplificateurs aux entrées d'un système d'acquisition de données (National Instruments USB-6259 BNC). Ces amplificateurs ont été configurés avec un gain de 1000 et un filtre passe bas de 10 Hertz.

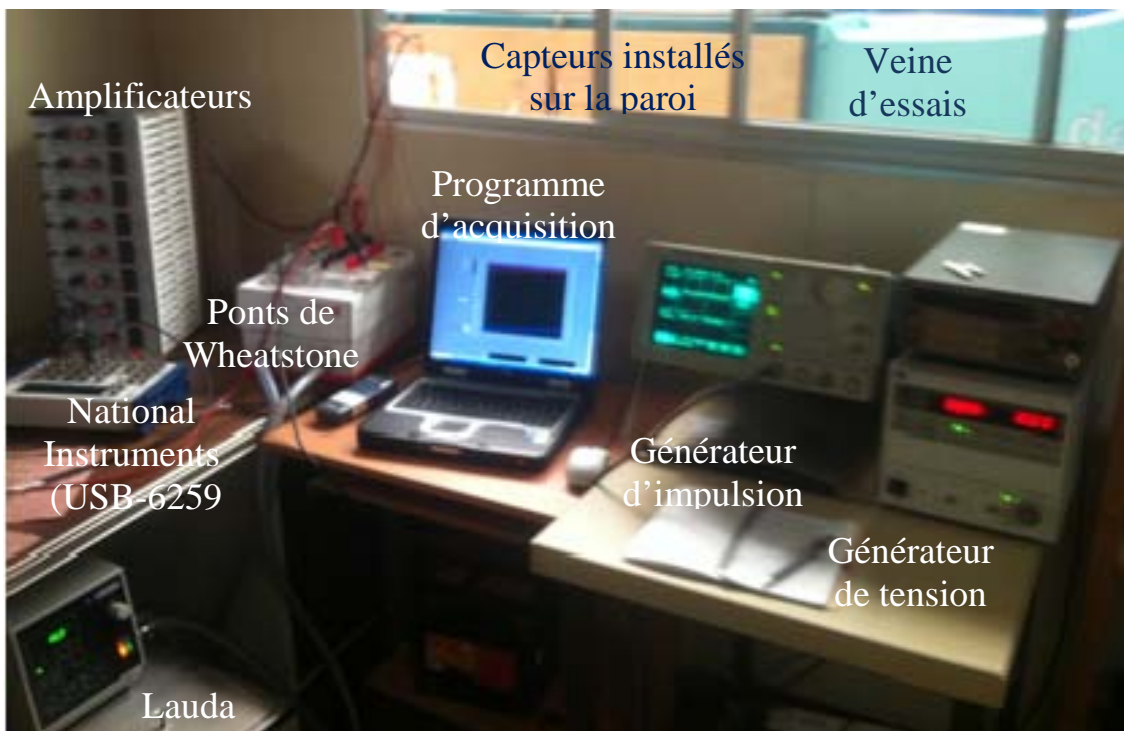


Figure IV-12 : Vue d'ensemble du dispositif de mesure

Pour les capteurs de température de type thermocouple, les mesures ont été faites par des thermocouples chromel – alumel composés de deux fils de 80 μm de diamètre chacun et d'une longueur d'environ 3 m. Les fils des thermocouples ont été protégés des champs électriques extérieurs, en les entourant de papier aluminium de la boîte froide au capteur.

Les capteurs de température de type thermorésistance ont été raccordés directement aux amplificateurs. La connexion a été faite par des fils de cuivre étamé. Les deux fils traversent la face arrière de capteur en les faisant passer dans des trous de 400 μm de diamètre effectué dans l'espace inter bandes de la chaufferette, puis soudé sur la face avant du capteur. (Figure IV-4)

Un programme d'acquisition a été développé sur un environnement LabView, ce programme a été configuré de manière à ce qu'il enregistre les températures avec une fréquence de 50 Hertz pendant 250 s. Les éléments utilisés dans le dispositif sont présentés dans la figure IV.12

IV.6 Mesure thermique par caméra infrarouge

La mesure de h et T_E via l'analyse de la réponse du nouveau capteur dynamique avant et après le microchauffage nécessite certaines précautions dans sa conception et son fonctionnement afin de minimiser les pertes thermiques latérales et en face arrière. Il est aussi très important d'étudier l'effet de l'uniformité en paroi du capteur, tout cela de manière à réaliser des mesures les moins biaisées possibles des grandeurs h et T_E avec ces nouveaux capteurs.

L'objectif de cette étude est donc d'effectuer des mesures de température sur la surface des capteurs, afin de bien étudier l'uniformité de la température suite aux échauffements. Une caméra infrarouge a été utilisée pour mesurer la distribution de la température sur la surface des capteurs. (FLIR 7000, résolution spatiale : 30 μm , fréquence acquisition 320 hz), elle est sensible aux rayonnements sur la gamme de longueur d'onde allant de 3 à 5 μm . Le système de détection de la caméra est composé de plusieurs rangées de détecteurs In-Sb (Antimoniure d'indium). La caméra est connectée à un ordinateur doté d'un logiciel ALTAIR.

Les mesures ont été faites sur un capteur dynamique (capteur de type thermorésistance), une couche de peinture noire mat d'une épaisseur de 8 μm a été déposée sur la face avant du capteur, c'est-à-dire la face où se trouve l'élément exposé à la caméra infrarouge. Ces mesures ont été réalisées en effectuant dans un premier temps des tests avec un courant d'alimentation des ponts de Wheatstone ($I = 30 \text{ mA}$), puis sans courant d'alimentation des ponts de Wheatstone ($I = 0 \text{ mA}$).

- ***Profil de température avec courant d'alimentation des ponts de Wheatstone***

Le principe consiste à appliquer aux bornes de l'élément chauffant situé dans la face arrière du capteur une impulsion de tension de 4V et d'une durée de 4s. L'élément thermorésistif en couche mince de cuivre du capteur est inséré dans une branche d'un pont de Wheatstone qui a été dimensionné d'après la valeur de la résistance électrique de la thermorésistance. Le pont, est alimenté par une batterie avec un courant de 30 mA, et disposé sur une plaque froide régulée en température par un bain thermostaté à 16°C.

Pour ce premier cas, l'image obtenue de la face avant du capteur est présentée par la figure IV-13a. Après traitement des données obtenues, nous avons tracé les distributions de températures selon le diamètre du capteur à différents instants (figure IV-13b).

D'après la figure IV-13b, on peut constater qu'avant d'appliquer une tension de chauffage sur l'élément chauffant du capteur, sa température de surface est quasi uniforme (courbe correspondante à $t = 0s$). Au cours du chauffage, la température relevée par la caméra IR sur la surface avant du capteur augmente tout en restant uniforme (courbes correspondantes à $t = 2s$ et $t = 4s$). L'échauffement maximum produit est de l'ordre de 2°C, atteint au temps $t=8s$. Sur la courbe qui donne la distribution de la température en fonction du diamètre du capteur, on peut constater que pour l'échauffement maximal, la température varie d'environ 0,2 °C selon le diamètre. Cette variation est produite au niveau de l'élément thermorésistif du capteur, la variation de 0,2°C est observée également pendant le début de refroidissement du capteur (courbe correspondant à $t = 20s$). À partir de ce temps, le capteur se refroidit et sa température de surface mesurée par la caméra IR redevient uniforme et les courbes obtenues sont similaires.

La légère non uniformité en température résulte du fait de la présence de l'inter-bande de 500 μm de large, endroit où le cuivre a été enlevé. Ainsi lors du chauffage le produit mC_p étant moindre que dans la zone entourant le capteur de température, il s'ensuit une élévation plus forte de la température. Ce problème peut être aisément amélioré, il suffira dans la prochaine réalisation du capteur de température de mettre également des inter-bandes (donc un motif similaire) dans la zone entourant le capteur de température.

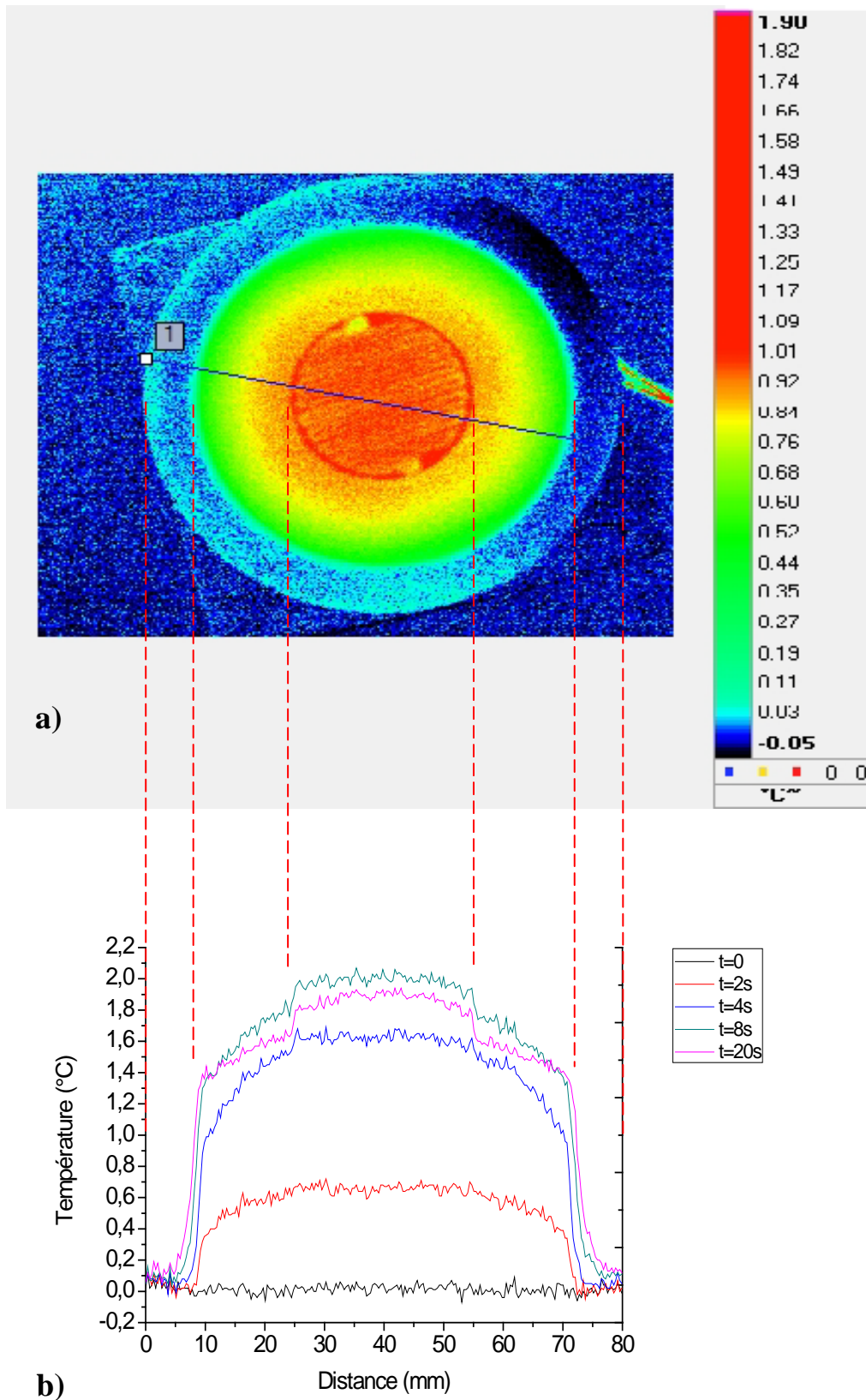


Figure IV-13 : a) Champ de température sur la surface du capteur ($I=30\text{mA}$), b) Distribution de la température en fonction de diamètre du capteur, pour une tension de chauffage de 4 Volts, d'une durée de 4s

IV.7 Dispositif expérimental pour tester les performances du nouveau fluxmètre dynamique

IV.7.1 Présentation de la veine d'essai

Dans la section IV.5, nous avons décrit le principe de fonctionnement des nouveaux fluxmètres dynamiques. Il s'agit ici de présenter le dispositif expérimental réalisé pour l'étude des performances de ces capteurs. Le dispositif est constitué de trois parties (figure IV-14) : la paroi sur laquelle sont placés les capteurs, la veine d'essai avec un écoulement d'air à vitesse réglable et le dispositif de chauffage simulant un rayonnement solaire. Les différents éléments sont décrits successivement dans les paragraphes suivants.

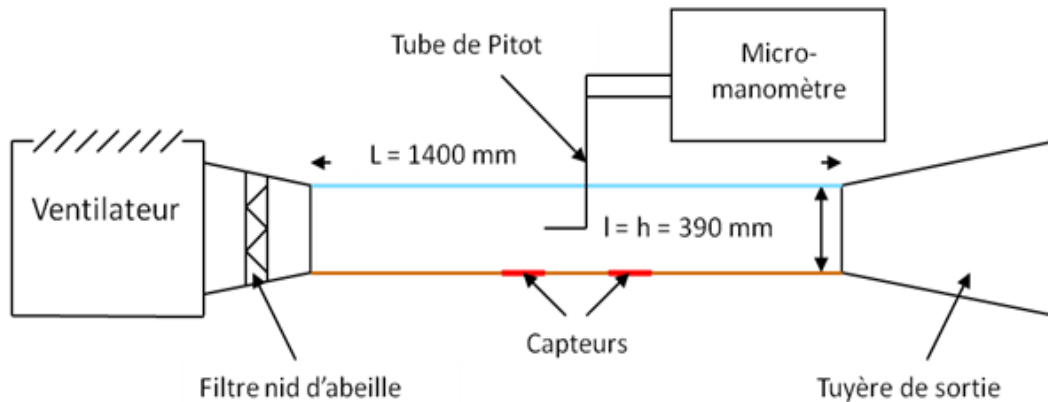


Figure IV-14 : Schéma et photographie du banc de caractérisation expérimental des capteurs

V.7.2 Implantation des capteurs dynamiques

Les capteurs dynamiques, avec mesure de température par thermorésistances en couches minces ou par thermocouples présentée dans la section IV.2.2 ont été implantés dans une paroi en bois (figure IV-15), d'une longueur de 1400 mm, une largeur de 390 mm et une épaisseur de 10 mm. La face sur laquelle se trouvent les éléments de mesure des capteurs est exposée à un écoulement d'air.

Afin d'éviter l'apparition des perturbations dans l'écoulement de l'air, due à une mauvaise disposition des capteurs. Ces derniers sont soigneusement placés de façon à ce qu'ils affleurent juste la paroi. Les joints entre la couronne isolante de capteur (manchon en polyuréthane) et la paroi en bois sont couverts et rebouchés avec de l'enduit choisi de manière à pouvoir être poncé.

Pour mesurer et suivre la température de surface de la paroi, nous avons placé un thermocouple de type K sur la surface de la paroi de bois au niveau des capteurs.

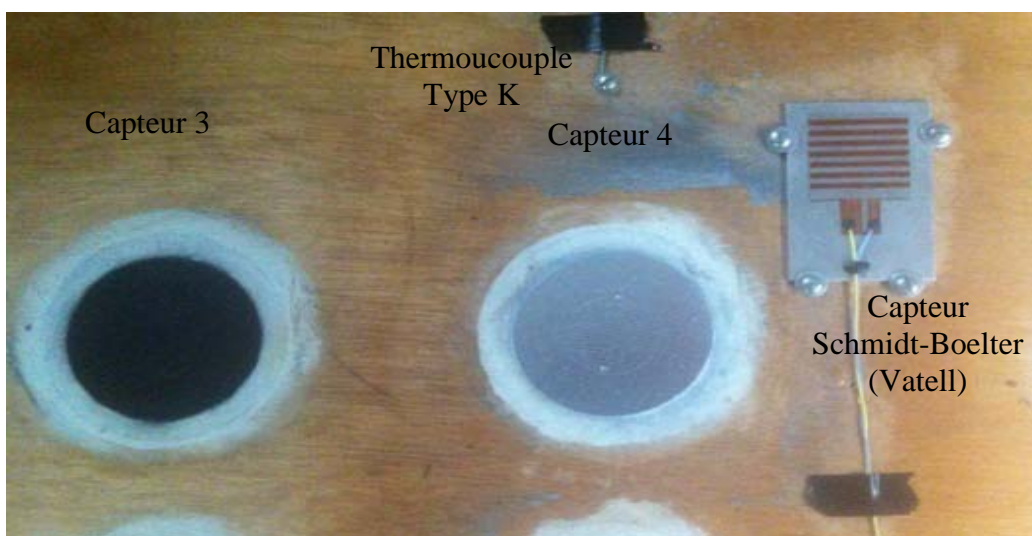
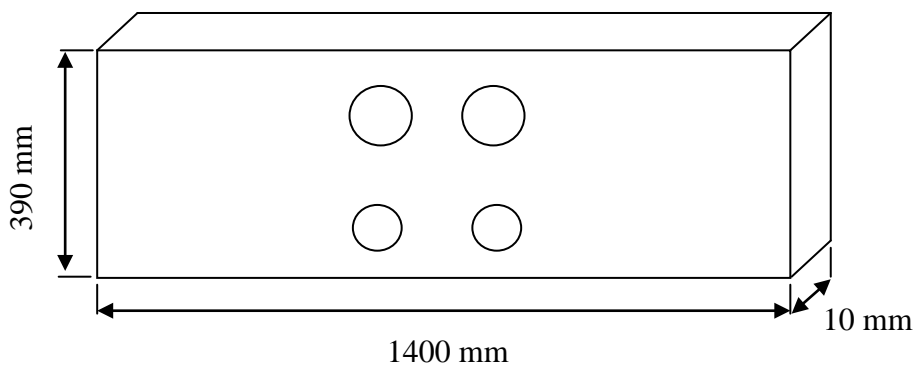


Figure IV-15 : Schéma et photo de position des capteurs 3 et 4 dans la paroi et le capteur Schmidt-Boelter (Vatell)

IV.7.3 Mesure de vitesse de l'air

L'écoulement dans la veine d'essais est assuré par un ventilateur centrifuge placé en amont. Il est actionné par un moteur à vitesse variable. Sa vitesse de rotation est réglable à l'aide d'un potentiomètre. Des grilles placées dans un caisson en amont de la veine et le filtre en nid d'abeille installé derrière le ventilateur, assurent une répartition homogène des vitesses d'air dans toute section droite de la veine d'essai.

Une sonde de Pitot raccordée à un micro-manomètre (FC 05510 fabriqué par la société Furness Control) est installée dans la veine d'essais. Sa position longitudinale et transversale peut être ajustée. Cette sonde placée au centre de la veine permet de mesurer la vitesse de l'écoulement d'air. Afin d'assurer des mesures de vitesse les plus précises possible, le tube de Pitot est placé dans une section du canal à proximité des capteurs fluxométriques.

Nous avons imposé des vitesses d'écoulement (V_{air}) entre 0 et 12 m/s. Pour varier la vitesse d'écoulement de l'air, nous varions tout simplement la vitesse de rotation de ventilateur, en augmentant ou en diminuant la tension d'alimentation du moteur qui l'actionne. Cet intervalle de vitesse de l'écoulement de l'air dans la veine d'essai [0, 12 m/s], a été choisi de telle sorte que le nombre de Reynolds $Re = \frac{\rho VL}{\mu}$ reste inférieur à 10^5 . Cette gamme de Re a été choisie afin que l'écoulement soit assimilable à un écoulement laminaire sur une plaque plane.

IV.7.4 Système simulant le rayonnement solaire

La simulation du rayonnement solaire est effectuée artificiellement à l'aide de quatre lampes de 500 Watt chacune. Ces lampes sont situées en face de nos capteurs, à une distance de 80 cm de la vitre de la veine d'essais. La disposition des lampes a été étudiée de façon à obtenir un flux de rayonnement sensiblement uniforme sur la paroi où se trouvent les capteurs.

Pour mesurer la densité de flux arrivant sur la partie de la paroi où sont implantés les capteurs, nous avons installé un capteur de flux de type Schmidt-Boelter, conçu par la société VATELL (figure IV-15). Une grande partie du rayonnement infrarouge est comprise dans le spectre de rayonnement des lampes utilisées pour simuler le rayonnement solaire. Et comme ces lampes sont situées en face de la veine, ce rayonnement est absorbé par la vitre, ce qui provoque son échauffement. Il en résulte une augmentation de la température T_r (température de la vitre du côté de l'écoulement d'air), et donc du rayonnement grande longueur d'onde.

Pour s'affranchir de cet inconvénient, la solution est de retirer la vitre, mais dans ce cas l'écoulement dans la veine se trouve alors modifié. On a ainsi plutôt choisi de mesurer le flux atteignant la paroi équipée de capteur en utilisant le fluxmètre Vatell.

IV.8 Résultats des essais en soufflerie

IV.8.1 Introduction

Dans cette section, nous allons présenter les modèles mathématiques choisis pour le calcul du coefficient d'échange h'_0 . Deux modèles ont été adoptés pour un capteur avec loi de flux impulsionnelle. Le premier est un modèle simplifié, dans lequel nous avons considéré que le capteur est isotherme (pas de transferts thermiques dans le capteur). Le second est un modèle exact, dans ce dernier nous avons considéré que le capteur est non isotherme, et la conduction de la chaleur dans le capteur est ainsi prise en compte.

Ensuite nous présenterons les résultats des essais réalisés avec et sans rayonnement solaire sur les deux types des capteurs ainsi que le calcul de la constante de temps et du coefficient d'échange h'_0 à partir des réponses des capteurs suite à un chauffage de type impulsionnel et ceci pour différentes vitesses d'écoulement d'air dans la veine d'essai.

V.8.2 Calcul de coefficient d'échange h'_0

L'activation du dispositif de chauffage du capteur affleurant la paroi, provoque des échauffements très réduits, de l'ordre de 1 à 2 °C sur le capteur. Ce qui veut dire que la température de surface du capteur T_c devient différente de la température de la paroi T_p , avec un écart ($T_c - T_p$) qui reste de l'ordre de 1 à 2 °C.

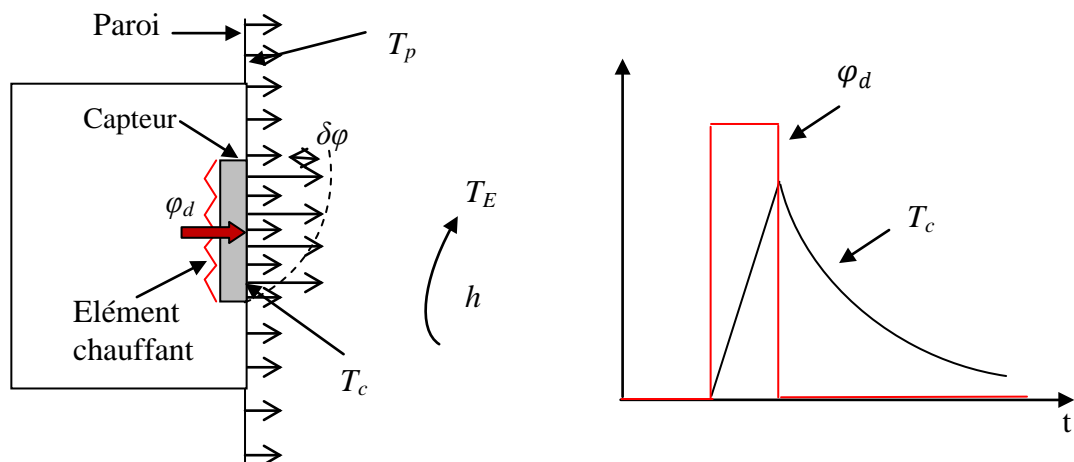


Figure IV-16 : Schéma d'un capteur avec lois de chauffage impulsionnel

Sur la figure IV-16, on désigne par T_p la température de la paroi, par T_c la température de capteur et par φ_d la densité de flux dissipée par le système de chauffage du capteur.

La température du capteur dépend des échanges avec l'environnement extérieur et aussi de la température T_p de la paroi voisine. Comme $T_c \neq T_p$, on peut écrire l'expression du flux $\varphi_d \neq \varphi_p$ sous la forme :

$$\varphi_d = \varphi_p + \delta\varphi$$

$\delta\varphi$ est la perturbation de flux introduite par le système de chauffage du capteur, $\delta\varphi$ peut s'écrire sous la forme

$$\delta\varphi = h'_0(T_c - T_p)$$

Si on considère que le capteur est parfaitement isolé de la paroi, c'est-à-dire qu'il n'y a pas de transfert superficiel entre l'isolant et l'air sur la couronne isolante, et que la loi de chauffage est de type impulsionnelle, le bilan d'énergie en tenant compte de l'équation (IV.15) s'écrit :

$$\varphi_d = h(T_p - T_E) + h'_0(T_c - T_p) + C \frac{dT_c}{dt} \quad (4.15)$$

avec C : la capacité calorifique du capteur ramenée à l'unité de surface

On a calculé le coefficient d'échange h'_0 du capteur par deux modèles mathématiques. Dans le premier cas, on suppose que le capteur est isotherme selon son épaisseur. Dans le second cas, on prend compte les effets de conduction de chaleur à travers le capteur.

IV.8.3 Capteur isotherme (modèle capacitif)

Dans ce modèle, on néglige les transferts thermiques dans le capteur, en le considérant isotherme. Dans le cas d'un capteur non chauffé, c'est-à-dire $\varphi_d = 0$, la température du capteur sans chauffage est T_c^0 , elle dépend uniquement des fluctuations de h , de T_E et de T_p

La relation (4.1) peut s'écrire sous la forme suivante :

$$h(T_p - T_E) + h'_0(T_c^0 - T_p) + C \frac{dT_c^0}{dt} = 0 \quad (4.16)$$

D'où

$$h'_0(T_p - T_c^0) - C \frac{dT_c^0}{dt} = h(T_p - T_E) = \varphi_p \quad (4.17)$$

L'équation (4.15) peut s'écrire sous une forme simplifiée, en lui retranchant l'équation (4.17), on trouve

$$\varphi_d = h'_0(T_c - T_c^0) + C \frac{d(T_c - T_c^0)}{dt} \quad (4.18)$$

A partir de cette équation, on peut obtenir la formule exprimant la loi de refroidissement du capteur, qui permet de trouver h'_0 , pour une loi de flux donnée. Dans le cas d'un capteur avec loi de flux impulsionnelle, la formule est donnée par:

$$\begin{aligned} \varphi_d &= \varphi_0 \quad \text{pour } (0 \leq t \leq t_0) \\ \varphi_d &= 0 \quad \text{pour } (t > t_0) \end{aligned}$$

Si on suppose qu'à l'état initial $t = 0$, $(T_c - T_c^0) = 0$ et que $t_0 \ll \frac{C}{h'_0}$, la solution de l'équation (4.18) est :

$$T_c - T_c^0 = \frac{\varphi_0}{h'_0} \left[1 - e^{(-\frac{h'_0 t}{C})} \right] \approx \frac{\varphi_0 t}{C} \quad \text{pour } (0 \leq t \leq t_0) \quad (4.19)$$

$$T_c - T_c^0 = \frac{\varphi_0}{h'_0} \left[1 - e^{[-\frac{h'_0 t(t-t_0)}{C}]} \right] \quad \text{pour } (t > t_0) \quad (4.20)$$

Avec T_c^0 , la température du capteur sans chauffage, T_c , la température du capteur chauffé, C la capacité calorifique du capteur, φ_d le flux de chauffage et t_0 le temps où la température atteint sa valeur maximale T_m .

La courbe de refroidissement du capteur présente une relaxation de type exponentielle, cette courbe dépend de h'_0 . (Figure IV-17).

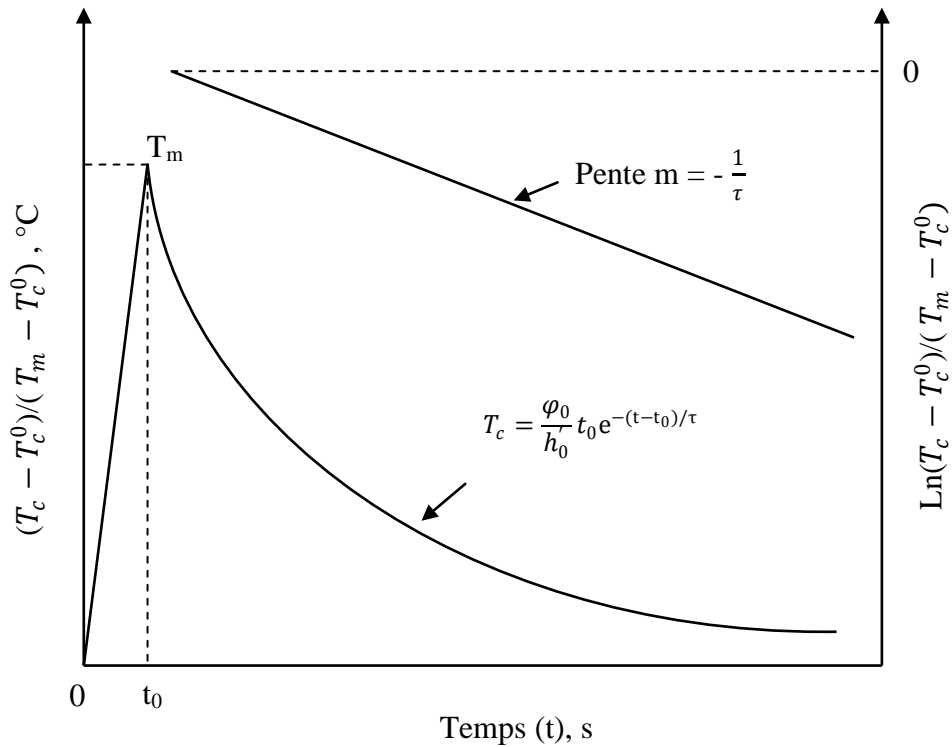


Figure IV-17 : Refroidissement du capteur

En traçant la quantité $\text{Ln}(T_c - T_c^0) / (T_m - T_c^0)$ en fonction de $(t-t_0)$, on en obtient une pente de tendance linéaire. On vérifie d'une part, que la forme de la loi de refroidissement du capteur est bien de nature exponentielle, et d'autre part, on en déduit que la constante de temps du capteur τ est lié à la pente m par la formule :

$$\tau = \frac{-1}{m} = \frac{C}{h_0'} \quad (4.21)$$

D'où l'expression de h_0' :

$$h_0' = -mc = \frac{C}{\tau} \quad (4.22)$$

IV.8.4 Capteur non isotherme (modèle conductif)

En fait le capteur est constitué d'une plaque d'époxy, recouverte par des couches minces en cuivre sur ses deux faces, l'élément chauffant étant la couche de cuivre disposé sur la face arrière. Dans ce modèle la conduction de la chaleur à travers l'épaisseur du capteur est prise en compte.

Nous considérons que le phénomène de transfert est unidimensionnel (figure IV-18), les caractéristiques thermophysiques (λ et C) constantes et uniformes (calcul de C en annexe)

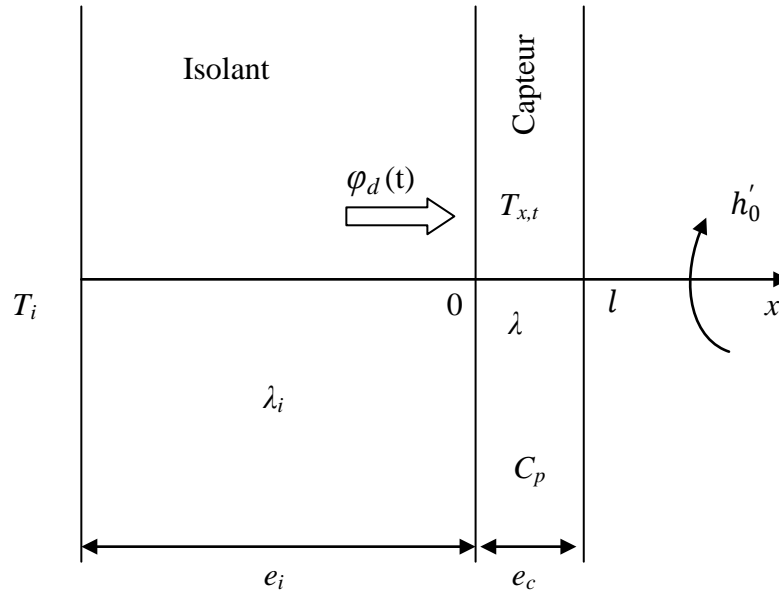


Figure IV-18 : Représentation des transferts thermiques au sein d'un capteur dynamique

Nous considérons aussi que le capteur est parfaitement isolé à l'arrière et le coefficient de transfert superficiel sur la face avant est h'_0 .

Dans le cas d'une loi de flux impulsionnelle, il faut différencier deux réponses :

$$\begin{aligned} \varphi_d &= \varphi_0 \quad \text{pour } (0 \leq t \leq t_0) \\ \varphi_d &= 0 \quad \text{pour } (t > t_0) \end{aligned}$$

Les conditions aux limites en $x = 0$ et $x = l$ sont :

$$\begin{cases} x = 0 & -\lambda \left[\frac{\partial T}{\partial x} \right] = \varphi_d(t) \\ x = l & -\lambda \left[\frac{\partial T}{\partial x} \right] = h'_0 [T(l, t) - T_p] + \varphi_p \end{cases} \quad (4.23)$$

Le champ de température $T(x, t)$ au sein du capteur, correspondant à la loi de flux impulsionnelle est solution du système suivant :

$$\begin{cases} a \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} - \frac{\partial T}{\partial t} = 0 \\ x = 0 & -\lambda \left[\frac{\partial T}{\partial x} \right] = \varphi_d(t) \\ x = l & -\lambda \left[\frac{\partial T}{\partial x} \right] = h'_0 [T(l, t) - T_p] + \varphi_p \\ t = 0 & T(x, 0) = T_c^0 \end{cases} \quad (4.24)$$

T_c^0 : Temperature du capteur non chauffé (inerte).

La solution de ce système est [66] :

$$T(x, t) = T_c^0 + \frac{\varphi_0}{\lambda} (l - x) + \frac{\varphi_0}{h_0} - \sum_{k=1}^{\infty} A_k \cos \frac{u_k x}{l} e^{-\frac{au_k^2}{l^2} t} \quad \text{pour } (0 \leq t \leq t_0) \quad (4.25)$$

$$T(x, t) = T_c^0 + \sum_{k=1}^{\infty} A_k \cos \frac{u_k x}{l} e^{-\frac{au_k^2}{l^2} t} \left(e^{\frac{+au_k^2}{l^2} t} - 1 \right) \quad \text{pour } (t > t_0) \quad (4.26)$$

Sur la surface du capteur c'est-à-dire en $x = l$, on retrouve :

$$T(l, t) - T_c^0 = \frac{\varphi_0}{h_0} - \sum_{k=1}^{\infty} A_k \cos u_k \cdot e^{-\frac{au_k^2}{l^2} t} \quad (0 \leq t \leq t_0) \quad (4.27)$$

$$T(l, t) - T_c^0 = \sum_{k=1}^{\infty} A_k \cos u_k \cdot e^{-\frac{au_k^2}{l^2} t} \left(e^{\frac{+au_k^2}{l^2} t} - 1 \right) \quad (t > t_0) \quad (4.28)$$

La courbe de refroidissement du capteur suit une loi exponentielle du même type que celle que donne la solution capteur isotherme. Le coefficient d'échange h_0' est déterminé lorsque la courbe $\text{Ln}(T_c - T_c^0)/(T_m - T_c^0)$ est linéaire, c'est-à-dire pour $(t > t_0)$.

De ce deuxième modèle, on en déduit l'expression de h_0' donnée par :

$$h_0' = u_1 \tan u_1 \frac{\lambda}{l} \quad (4.29)$$

Avec $u_1 = \sqrt{\frac{l^2}{a\tau}}$, a la diffusivité thermique du capteur, λ sa conductivité thermique, l son épaisseur.

Dans le deuxième modèle, la constante de temps a pour expression :

$$\tau = \frac{l^2}{au} \quad (4.30)$$

IV.8.5 Constante de temps des capteurs dynamiques

Pour les deux types de capteur, les deux modèles mathématiques que nous avons présentés aboutissent à une loi de refroidissement exponentielle. La pente négative de la droite expérimentale $\ln(T_c - T_c^0) / (T_m - T_c^0)$, nous permet de déterminer la constante de temps du capteur $\tau = \frac{-1}{m}$.

Le calcul de la constante de temps donne des valeurs inférieures à 100s, généralement de l'ordre de la minute. Ces valeurs varient avec la vitesse de l'écoulement de l'air. La figure IV-19, montre la variation de la constante de temps en fonction de la vitesse de l'air pour les capteurs fluxmétriques n° 3 et 4.

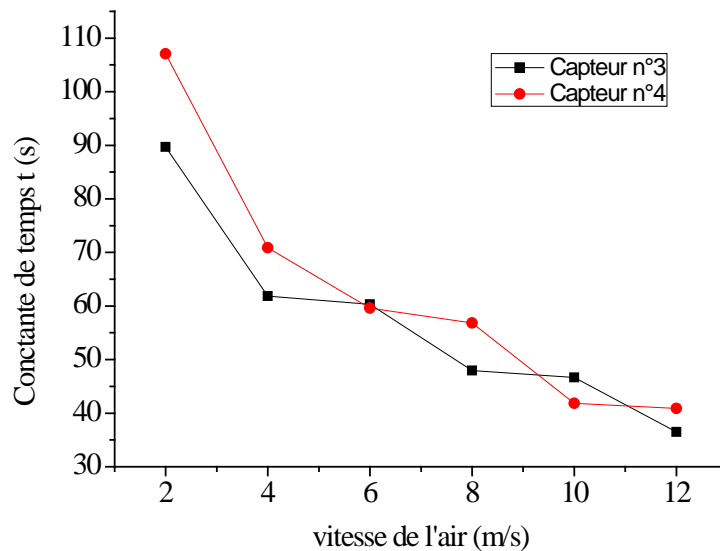


Figure IV-19 : Variation de la constante de temps en fonction de la vitesse de l'air (capteurs n°3 et 4)

La constante de temps est de l'ordre de la minute. Globalement, sa valeur décroît avec la vitesse de l'écoulement d'air. Elle passe de $\tau = 89,6\text{s}$ ($V_{air} = 2\text{m/s}$) à $\tau = 36,5\text{s}$ ($V_{air} = 12\text{m/s}$) pour le capteur n°3 et de $\tau = 107\text{s}$ ($V_{air} = 2\text{m/s}$) à de $\tau = 40,9\text{s}$ ($V_{air} = 12\text{m/s}$) pour le capteur n°4.

IV.8.6 Mesure du coefficient d'échange h_0'

IV.8.6.1 Sans rayonnement solaire

Dans ce premier cas, les expériences ont été réalisées en l'absence de rayonnement solaire. Les réponses des deux types de capteur pour différentes vitesses d'écoulement d'air, comprises entre 2 et 12 m/s sont représentées sur les figures IV-20. Ces réponses correspondent aux évolutions de la température relevées par les thermocouples pour le premier type de capteur (Figure IV-20a) ou par les thermorésistances en couches minces de cuivre pour le second type de capteur (figure IV-20b). Les courbes ont été obtenues en enregistrant l'évolution de la température de chaque capteur, sur ces courbes sont représentés l'élévation de la température du capteur, puis son refroidissement suite à une impulsion de chauffage d'une durée de 4s.

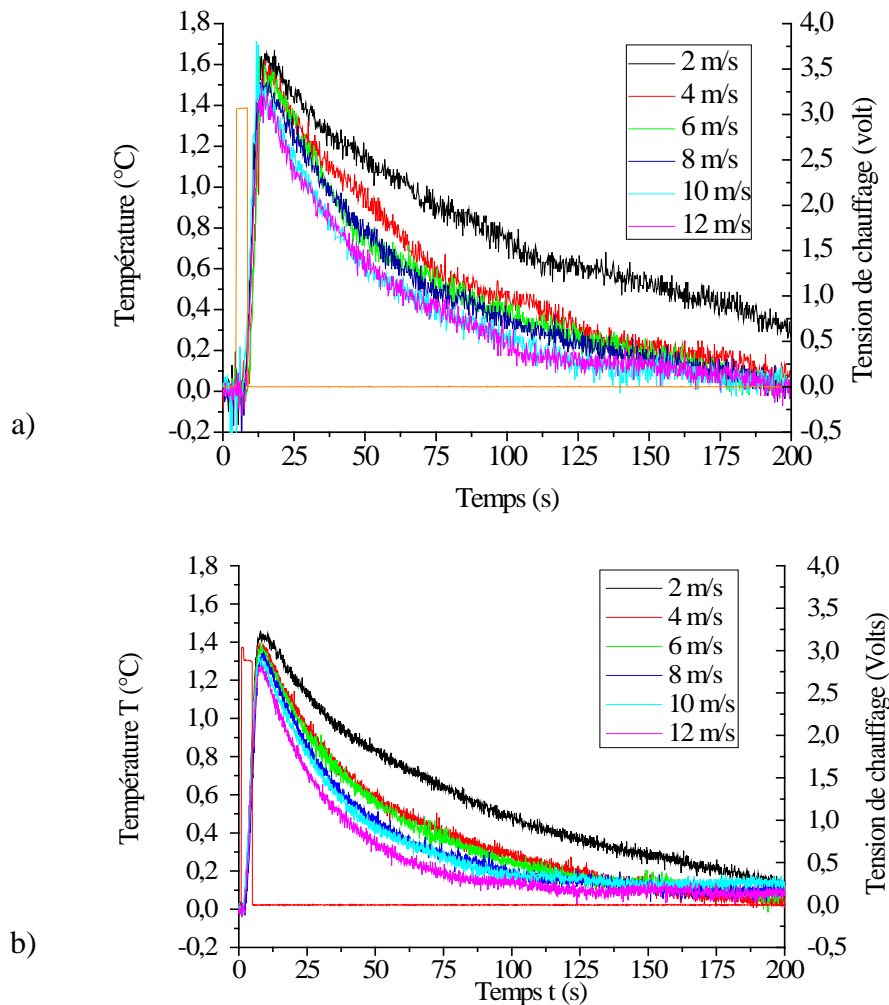


Figure IV-20 : Réponse du capteur, en fonction de la vitesse de l'air ; a) capteur avec mesure de température par thermocouples, b) capteur avec mesure de température par thermorésistance

On peut observer sur ces deux courbes que, excepté le début de refroidissement, la réponse des deux capteurs présente une relaxation de type exponentiel. Ensuite nous avons tracé pour l'ensemble des relevés, l'évolution de $\ln(T_c - T_c^0)/(T_m - T_c^0)$ en fonction de $(t - t_0)$, avec T_m la température maximale et T_c^0 la température du capteur inerte.

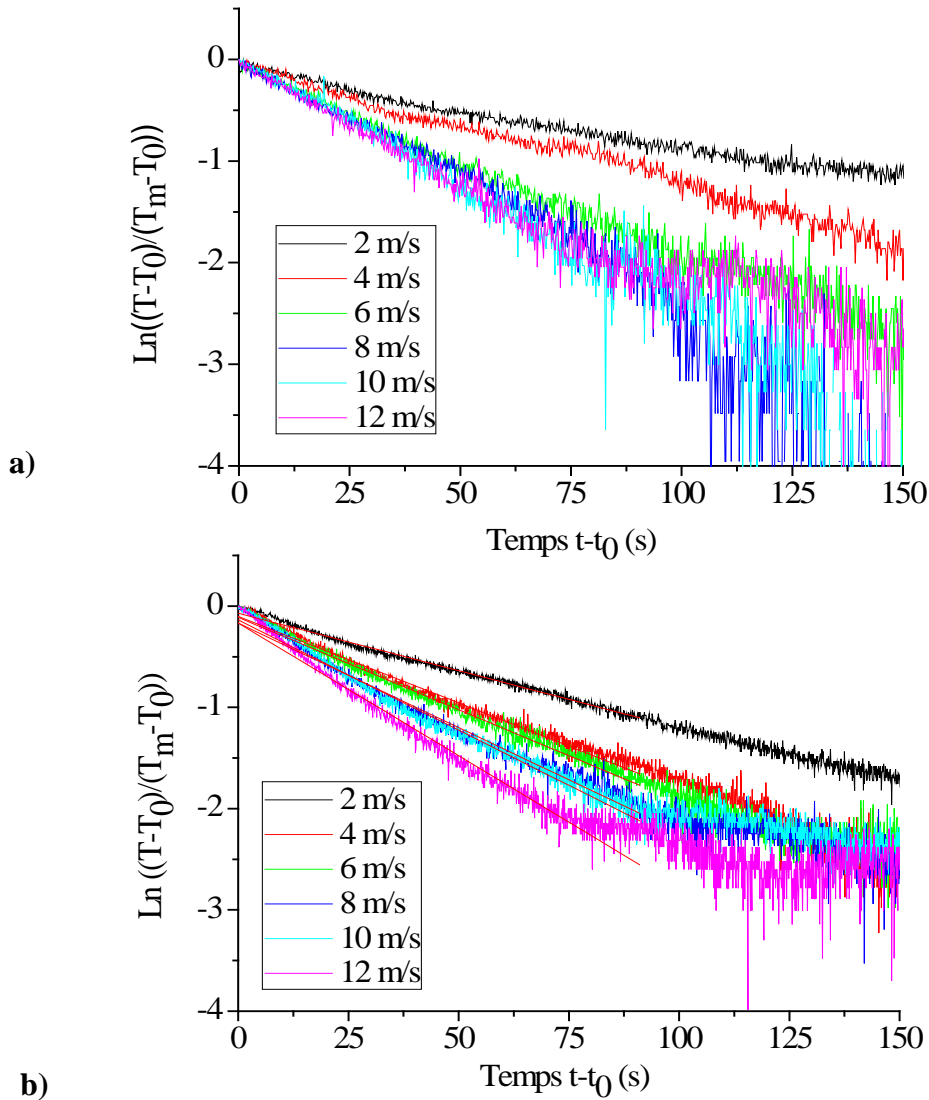


Figure IV-21 : Calcul de la constante de temps capteur, paroi ; a) capteur avec mesure de température par thermocouples, b) capteur avec mesure de température par thermorésistance

Les courbes tracées sont représentés sur les figures IV-21. Ces courbes présentent des pentes linéaires. Avec ce résultat, on vérifie d'une part, que la forme de la loi de refroidissement est bien de nature exponentielle et d'autre part, on peut en déduire que le coefficient directeur m de la droite est lié à la constante de temps τ par la formule : $\tau = 1/m$

Le coefficient directeur de la droite a été calculé par régression linéaire d'une sélection des données. Nous avons sélectionné une partie quasiment linéaire sur chaque courbe, en définissant un intervalle de temps autour de la minute [0s, 75s].

La valeur du coefficient d'échange h'_0 a été calculée à partir des deux modèles présentés précédemment.

$$h'_0 = -mc = \frac{C}{\tau} \quad , \text{ pour un capteur isotherme (modèle capacitif)}$$

$$h'_0 = u_1 \tan u_1 \frac{\lambda}{l} \quad , \text{ pour un capteur non isotherme (modèle conductif)}$$

En ce qui concerne le premier modèle, la capacité des capteurs a été obtenue théoriquement, en considérant les caractéristiques géométriques et thermophysiques des différents éléments qui composent le capteur. La valeur de la capacité a été estimée égale à $C = 2630 \text{ J/m}^2\text{K}$ (Annexe). Pour le second modèle, nous avons considéré les caractéristiques thermophysiques suivantes : conductivité thermique $\lambda = 0,46 \text{ W/m K}$ et diffusivité thermique $a = 2,85 \cdot 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$ qui sont les caractéristiques de l'époxy qui est l'élément dominant dans la construction du capteur. L'épaisseur du capteur est donnée par la somme des épaisseurs de la couche mince de cuivre et de l'époxy ($e = 1,62 \text{ mm}$).

Dans les deux modèles du calcul, la mesure de h'_0 est soumise à une incertitude. Cette incertitude provient de deux sources : l'incertitude liée à l'estimation de la constante de temps par régression linéaire et l'incertitude liée aux données (épaisseur et paramètres thermophysiques).

Les données sur les incertitudes sont résumées dans le tableau suivant :

Tableau IV-2 : Incertitude de mesure des différents paramètres

Epaisseur des capteurs	Capacité des capteurs	Diffusivité thermique	Conductivité thermique
$\delta e = 0.02 \text{ mm}$	$\frac{\partial C}{C} = 3\%$	$\frac{\partial a}{a} = 5\%$	$\frac{\partial \lambda}{\lambda} = 5\%$

Les incertitudes sur l'estimation de coefficient d'échange h'_0 sont données par la formule (4.31) pour le modèle capacitif et la formule (4.32) pour le modèle conductif :

$$\frac{\Delta h'_0}{h'_0} = \sqrt{\left(\frac{\partial C}{C}\right)^2 + \left(\frac{\partial \tau}{\tau}\right)^2} \quad (4.31)$$

$$\frac{\Delta h'_0}{h'_0} = \sqrt{\left(\frac{\partial e}{e}\right)^2 + \left(\frac{\partial a}{a}\right)^2 + \left(\frac{\partial \lambda}{\lambda}\right)^2 + \left(\frac{\partial \tau}{\tau}\right)^2} \quad (4.32)$$

Les valeurs de coefficient d'échange h'_0 calculées pour chaque type de capteur, en appliquant les deux modèles sont données par les tableaux IV-3 à IV-6.

a) Capteur avec mesure de température par thermocouples

Capteur 1 (noir mat)

Tableau IV-3 : Calcul de h'_0 sans rayonnement solaire pour un capteur avec mesure de température par thermocouples (capteur 1)

Vitesse de l'air (m/s)	h'_0 (W/m ² K)		$100 \left(\frac{\left(\frac{C}{\tau} - u_1 \tan u_1 \frac{\lambda}{l} \right)}{u_1 \tan u_1 \frac{\lambda}{l}} \right)$ (%)
	$h'_0 = \frac{C}{\tau}$	$h'_0 = u_1 \tan u_1 \frac{\lambda}{l}$	
2	30,27	31,4	3,6
4	36,16	37,79	4,3
6	56,20	60,26	6,7
8	62,28	67,3	7,5
10	67,17	73,06	8
12	83,40	92,72	10

Capteur 2 (argentée brillant)

Tableau IV-4 : Calcul de h'_0 sans rayonnement solaire pour un capteur avec mesure de température par thermocouples (capteur 2)

Vitesse de l'air (m/s)	h'_0 (W/m ² K)		$100 \left(\frac{\left(\frac{C}{\tau} - u_1 \tan u_1 \frac{\lambda}{l} \right)}{u_1 \tan u_1 \frac{\lambda}{l}} \right)$ (%)
	$h'_0 = \frac{C}{\tau}$	$h'_0 = u_1 \tan u_1 \frac{\lambda}{l}$	
2	29,82	30,92	3,6
4	44,87	47,41	5,4
6	47,89	50,80	5,7
8	54,23	57,99	6,5
10	57,26	61,47	6,8
12	68,91	75,12	8,3

b) Capteur avec mesure de température par thermorésistance

Capteur 3 (noir mat)

Tableau IV-5 : Calcul de h'_0 sans rayonnement solaire pour un capteur avec thermorésistance (capteur 3)

Vitesse de l'air (m/s)	Constante de temps τ (s)	h'_0 (W/m ² K)		100 $\left(\frac{\left(\frac{C}{\tau} - (u_1 \tan u_1 \frac{\lambda}{l}) \right)}{u_1 \tan u_1 \frac{\lambda}{l}} \right)$ (%)
		$h'_0 = \frac{C}{\tau}$	$h'_0 = u_1 \tan u_1 \frac{\lambda}{l}$	
2	89,68	29,32 ± 1,08	30,19 ± 1,7	2,9
4	61,84	42,52 ± 1,71	44,51 ± 2,4	4,5
6	60,31	43,6 ± 1,42	45,70 ± 2,3	4,6
8	47,96	54,83 ± 1,87	58,29 ± 2,96	5,9
10	46,68	56,33 ± 2,55	60,01 ± 3,47	6,1
12	36,48	71,48 ± 2,17	78,38 ± 3,7	8,8

Capteur 4 (argentée brillant)

Tableau IV-6 : Calcul de h'_0 sans rayonnement solaire pour un capteur avec thermorésistance (capteur 4)

Vitesse de l'air (m/s)	Constante de temps τ (s)	h'_0 (W/m ² K)		100 $\left(\frac{\left(\frac{C}{\tau} - (u_1 \tan u_1 \frac{\lambda}{l}) \right)}{u_1 \tan u_1 \frac{\lambda}{l}} \right)$ (%)
		$h'_0 = \frac{C}{\tau}$	$h'_0 = u_1 \tan u_1 \frac{\lambda}{l}$	
2	107,06	24,56 ± 0,78	25,14 ± 1,3	2,3
4	70,87	37,11 ± 1,3	38,58 ± 2	3,8
6	59,63	44,1 ± 1,53	46,25 ± 2,4	4,6
8	56,85	46,25 ± 1,46	48,64 ± 2,42	4,9
10	41,84	62,85 ± 2,6	67,52 ± 3,7	6,9
12	40,88	64,32 ± 2,06	69,23 ± 3,4	7

Sur les résultats obtenus pour l'ensemble des 4 capteurs, on peut constater que les écarts entre les valeurs de h'_0 calculées à partir des deux modèles mathématiques présentés dans ce chapitre sont faibles moins de 7 % pour les grandes valeurs de constante de temps τ . Par ailleurs, ces écarts deviennent importants pour les faibles valeurs de τ qui correspond aux plus grandes vitesses d'écoulement de l'air (10 et 12 m/s). Pour les petites valeurs de la constante de temps le modèle capacitif est moins justifié.

En ce qui concerne les résultats obtenus par les capteurs à thermocouples (n°1 et 2) et ceux obtenus par les capteurs à thermorésistance (n° 3 et 4) en couches minces, on peut dire que les valeurs obtenus restent assez proches et évoluent de façon similaire, dans la gamme de vitesses étudiée.

IV.8.6.2 Avec rayonnement solaire

De nouveaux essais ont été réalisés avec l'utilisation des lampes simulant le rayonnement solaire (paragraphe IV.7.4). Pour chaque mesure, nous avons vérifié que la vitesse de l'écoulement et le flux de rayonnement reçu sont constants. De la même manière lors des essais précédents, nous avons enregistré l'évolution de la température de chaque type de capteur pour différentes vitesses d'écoulement d'air, suite à une impulsion de chauffage d'une durée de 4s. Les valeurs des coefficients d'échange h'_0 calculés qui résultent de ces nouveaux essais en présence de rayonnement solaire sont présentées dans les tableaux IV-7 à IV-10

a) Capteur avec mesure de température par thermocouples

Capteur 1 (noir mat)

Tableau IV-7 : Calcul de h'_0 avec rayonnement solaire pour un capteur avec thermocouples (capteur 1)

Vitesse de l'air (m/s)	h'_0 (W/m ² K)		$100 \left(\frac{\left(\frac{C}{\tau} - (u_1 \tan u_1 \frac{\lambda}{l}) \right)}{u_1 \tan u_1 \frac{\lambda}{l}} \right)$ (%)
	$h'_0 = \frac{C}{\tau}$	$h'_0 = u_1 \tan u_1 \frac{\lambda}{l}$	
2	29,43	30,5	3,5
4	54,94	58,81	6,6
6	59,89	64,51	7,2
8	70,8	77,38	8,5
10	82,11	91,12	9,9
12	86,74	96,87	10,5

Capteur 2 (argentée brillant)

Tableau IV-8 : Calcul de h'_0 avec rayonnement solaire pour un capteur avec thermocouples (capteur 2)

Vitesse de l'air (m/s)	h'_0 (W/m ² K)		$100 \left(\frac{\left(\frac{C}{\tau} - (u_1 \tan u_1 \frac{\lambda}{l}) \right)}{u_1 \tan u_1 \frac{\lambda}{l}} \right)$ (%)
	$h'_0 = \frac{C}{\tau}$	$h'_0 = u_1 \tan u_1 \frac{\lambda}{l}$	
2	22,96	23,6	2,7
4	40,19	42,21	4,8
6	57,52	61,77	6,9
8	70,30	76,78	8,4
10	77,01	84,87	9,3
12	78,82	87,08	9,5

b) Capteur avec mesure de température par thermorésistance

Capteur 3 (noir mat)

Tableau IV-9 : Calcul de h'_0 avec rayonnement solaire pour un capteur avec thermorésistance (capteur 3)

Vitesse de l'air (m/s)	Constante de temps τ (s)	φ^* ray reçu (W/m ²)	h'_0 (W/m ² K)		100 $\left(\frac{\left(\frac{C}{\tau} - (u_1 \tan u_1 \frac{\lambda}{l}) \right)}{u_1 \tan u_1 \frac{\lambda}{l}} \right)$ (%)
			$h'_0 = \frac{C}{\tau}$	$h'_0 = u_1 \tan u_1 \frac{\lambda}{l}$	
2	95,60	252,9	27,5 ± 0,86	28,26 ± 1,43	2,7
4	69,39	316,1	37,89 ± 1,18	39,44 ± 1,97	3,9
6	48,17	302,4	54,59 ± 1,64	58,03 ± 2,81	5,9
8	44,15	296,0	59,57 ± 1,79	63,71 ± 3,06	6,5
10	42,39	284,7	62,04 ± 1,87	66,57 ± 3,2	6,8
12	35,06	278,9	75,00 ± 2,25	81,87 ± 3,86	8,4

* : Capteur Schmidt-Boelter (Vatell)

Capteur 4 (argentée brillant)

Tableau IV-10 : Calcul de h'_0 avec rayonnement solaire pour un capteur avec thermorésistance (capteur 4)

Vitesse de l'air (m/s)	Constante de temps τ (s)	φ^* ray reçu (W/m ²)	h'_0 (W/m ² K)		100 $\left(\frac{\left(\frac{C}{\tau} - (u_1 \tan u_1 \frac{\lambda}{l}) \right)}{u_1 \tan u_1 \frac{\lambda}{l}} \right)$ (%)
			$h'_0 = \frac{C}{\tau}$	$h'_0 = u_1 \tan u_1 \frac{\lambda}{l}$	
2	98,04	254,8	26,82 ± 1,01	27,54 ± 1,51	2,6
4	78,68	315,9	33,42 ± 1,14	34,59 ± 1,8	3,9
6	57,20	302,0	45,97 ± 1,5	48,33 ± 2,44	4,9
8	50,65	296,7	51,92 ± 2,9	55,00 ± 3,66	5,6
10	43,78	284,5	60,06 ± 1,82	64,30 ± 3,1	6,9
12	37,55	276,5	70,04 ± 2,1	75,94 ± 3,6	7,8

* : Capteur Schmidt-Boelter (Vatell)

Les valeurs de h'_0 calculées pour les deux types de capteur à partir des deux modèles mathématiques en présence de rayonnement solaire réalisé avec les quatre lampes de 500 W chacune, restent proches de celles de h'_0 sans rayonnement solaire, et cela pour la plupart des vitesses d'écoulement étudiées.

Tableau IV-11 : Pourcentage de variation de h'_0 en présence de rayonnement solaire

		Ecart en pourcentage de la variation de h'_0 avec ou sans rayonnement solaire (%)							
		$h'_0 = \frac{C}{\tau}$				$h'_0 = u_1 \tan u_1 \frac{\lambda}{l}$			
Capteur N°		1	2	3	4	1	2	3	4
Vitesse de l'air (m/s)	2	-31,8	-29,9	-6,6	+8,4	-2,9	-31	-6,8	+8,7
	4	+10	-11,6	-12,2	-11	+35,7	-12,3	-12,8	-11,5
	6	+2,3	+16,7	+20,1	+4	+6,6	+17,7	+21,2	+4,3
	8	+11,4	+22,8	+7,9	+10,9	+13	+24,5	+8,5	+11,6
	10	+12,8	+25,6	+9,2	-4,6	+19,8	+27,6	+9,8	-5
	12	+5,8	+12,6	+4,7	+8,2	+4,3	+13,7	+4,3	+8,8

On constate cependant pour les 4 capteurs que les valeurs de h'_0 sont systématiquement supérieures dans le cas de vitesses supérieures à 6 m/s là où les pentes m sont plus élevées en valeur absolue (tableau IV-11)

Nous avons observé également que dans les deux cas de tests (avec et sans rayonnement solaire), les capteurs peints en noir s'échauffent plus que les capteurs argenté. Cela peut être expliqué par le fait que les dépôts noirs ont une absorptivité plus importante que celles des dépôts argentés

IV.9 Conclusion

L'objectif de ce chapitre était la conception et la réalisation de nouveaux capteurs fluxométriques dynamiques à base de dépôts en couches minces de cuivre, plus riches en termes d'informations recueillies, plus sensibles et moins biaisés. Nous avons donc exposé la conception et le procédé de fabrication de deux types de capteurs dynamiques. Pour le premier type, la mesure de température s'effectue par thermocouple. Dans le second type la mesure de température est faite par un élément thermorésistif à base de dépôts en couches minces en cuivre étamé. Ensuite, nous avons présenté l'étalonnage et l'étude de l'auto échauffement par effet Joule dans les thermorésistances de type couches minces.

Dans cette partie, nous avons proposé deux modèles mathématiques pour le calcul de coefficient d'échange h'_0 , pour les deux types de capteur. Les modèles ont été adoptés pour un capteur avec loi de flux impulsif. Dans le premier modèle nous avons considéré que le capteur est isotherme (pas de transferts thermiques dans le capteur), or dans le second nous avons considéré que le capteur est non isotherme.

Un certain nombre d'essais a été entrepris sur les deux types de fluxmètre réalisés (avec thermocouple et avec thermorésistance). Les essais ont été réalisés avec et sans rayonnement solaire. Les réponses obtenues par les nouveaux capteurs dynamiques témoignent de leur bon fonctionnement et argumentent le choix de l'utilisation de couches minces dans la fabrication de tels capteurs fluxométriques. Les valeurs de h'_0 calculés pour les deux types de capteur à partir des deux modèles mathématiques correspondent aux valeurs attendues y compris en les comparant avec celles de Brunjail [66].

Nous avons constaté également que la variation de h'_0 dépend essentiellement de la vitesse de l'écoulement d'air et d'une façon moindre du rayonnement solaire avec des lampes de 500 W à travers une paroi vitrée. Ainsi les nouveaux capteurs ont une sensibilité aux fluctuations de vitesse à la température environnante. Ces derniers ont un temps de réponse de l'ordre de la minute, leur utilisation dans le domaine du bâtiment nous permet de suivre des fluctuations microclimatiques de durée égale ou supérieure à 3 minutes.

Avec le nouveau design basé sur l'évaluation de couches minces, nous avons réussi la fabrication de deux types de capteur qui ont une inertie thermique 20% plus faible que celle obtenue par Brunjail [66], d'où des temps de réponse plus faible.

Conclusion générale et perspectives

Conclusion générale

Nous avons présenté dans ce mémoire, les travaux de recherches effectués durant cette thèse. Ces travaux portaient essentiellement sur le développement de nouveaux capteurs fluxmétriques afin d'obtenir une instrumentation très performante et facilement réalisable en série. Nous avons ainsi conçu, réalisé et testé deux types de fluxmètres thermiques : passif et dynamique.

Nous avons consacré le premier chapitre à une étude bibliographique sur les capteurs fluxmétriques passifs et dynamiques. Ainsi, nous avons présenté les principales méthodes qui permettent de mesurer le flux de chaleur, ces méthodes étant de type direct ou indirect (méthode inverse). Nous avons discuté les points forts et les points faibles des différents fluxmètres existants.

Il existe ainsi des fluxmètres à gradient normal ou tangentiel qui sont très largement commercialisés. Cependant ils sont installés perpendiculairement à la direction principale des transferts thermiques et leur utilisation induit des biais non négligeables lors de la mesure du flux de chaleur. Par ailleurs, il est apparu que les capteurs fluxmétriques présentant le moins de biais sont ceux à thermocouples filaires insérés dans la paroi, le flux étant évalué à l'aide de méthodes inverses. Dans ce fluxmètre qui a fait l'objet d'un dépôt de brevet au laboratoire de Thermocinétique, il existe une certaine imprécision sur la localisation précise des thermocouples en raison de la procédure de soudage. En outre ces fluxmètres sont complexes à fabriquer nécessitant un travail technique relativement important et délicat. Dans nos travaux, on s'est attaché à améliorer ces deux points soit une meilleure localisation des capteurs de température d'une part et d'autre part une fabrication en série facilitée.

Concernant les capteurs fluxmétriques dynamiques, nous avons vu que les travaux sur ce type de capteurs remonte aux années 1980 et concerne le domaine de la thermique du bâtiment. Ils ont été initiés au laboratoire de Thermocinétique par Brunjail et al qui a développé le principe de la caractérisation des transferts thermiques (h et T_E) avec un dispositif de microchauffage. Le prototype réalisé à l'époque est améliorable en changeant les procédés de fabrication (utilisation de couches minces).

Les objectifs de cette thèse découlent des observations réalisées lors de l'étude bibliographique. Pour palier aux problèmes de mesures rencontrés dans l'utilisation des fluxmètres cités dans l'étude bibliographique, nous avons cherché à développer une nouvelle conception basée sur l'utilisation de dépôt en couches minces. Ces recherches ont été

motivées par la nécessité de la réduction de la consommation énergétique et aussi par la volonté de participer et de contribuer au développement d'une nouvelle métrologie passant par la conception et la mise en œuvre de nouveaux capteurs fluxmétriques à base de couches minces, à la fois plus riches en termes d'informations recueillies, plus sensibles, moins biaisés et facilement réalisables en série.

Dans la première partie de ce travail de thèse, nous avons conçu un dispositif de mesure de résistivité électrique et de coefficient de température de différents échantillons de dépôts en couches minces de cuivre et d'aluminium réalisés sur des substrats de verre et de polyimide. Cette étude a contribué à bien comprendre le rôle de la microstructure sur les propriétés électriques (coefficient de température et résistivité) des films en couches minces métalliques déposées sous vide. Nous avons choisi d'analyser l'effet des conditions d'élaboration de dépôts en couches minces sur le coefficient de température et la résistivité électrique des films métalliques déposés par pulvérisation cathodique sur différents substrats. Dans cette partie, nous avons montré que le produit de la résistivité électrique avec le coefficient de température des couches minces ($\rho_{0,\alpha}$) était maximal pour du cuivre déposé sur un substrat de polyimide. C'est ce couple (cuivre polyimide) que nous avons choisi pour la fabrication ultérieure du fluxmètre passif.

La deuxième partie de ce travail a été consacrée à la conception, à la fabrication, à l'étalonnage et aux tests de performances d'un capteur fluxmétrique passif à base de dépôt en couches minces de cuivre sur un substrat de polyimide. Nous avons présenté un modèle électro-thermique et une étude numérique qui met en relation l'effet Joule et le courant traversant un élément thermorésistif du nouveau capteur. Cette étude numérique a permis de quantifier l'auto échauffement par effet Joule et de trouver les conditions expérimentales qui assurent une sensibilité maximale avec un effet Joule négligeable. Nous avons aussi présenté le dispositif expérimental pour tester ce nouveau capteur fluxmétrique avec une comparaison de ses performances par rapport à celles d'un fluxmètre à base de thermocouples filaires. Nous avons alors montré que le nouveau fluxmètre à base de thermorésistances en couches minces est sensiblement plus précis que le fluxmètre plus classique à thermocouples filaires. L'intérêt de tels fluxmètres est une meilleure connaissance de la localisation des différents capteurs utiles lors du calcul du flux de chaleur par méthode inverse. De plus, de part le procédé de fabrication, ce type de fluxmètre a l'avantage d'être facilement réalisable en série. Par ailleurs, sa sensibilité peut être ajustée en variant la tension d'alimentation des ponts de Wheatstone et donc le courant traversant chaque thermo-résistance.

Dans la dernière partie, nous avons présenté le développement d'un nouveau capteur fluxmétrique dynamique à base de dépôts en couches minces. Nous avons proposé deux nouveaux prototypes avec une nouvelle métrologie et en utilisant de préférence la technologie en couches minces pour réduire l'inertie des capteurs et favoriser leur fabrication en série. Nous avons présenté l'étalonnage des capteurs et une étude numérique sur l'auto échauffement des thermorésistances en couches minces. Une analyse thermique par caméra infrarouge a permis d'étudier l'uniformité de la température de paroi d'un capteur. Un dispositif expérimental a été mis au point pour tester les nouveaux fluxmètres dynamiques. Ces fluxmètres ont été testés en situation d'environnement variable dans une veine d'essai. Un certain nombre de grandeurs ont été mesurées à partir des réponses des capteurs avec loi de flux impulsionnelle de chauffage pour différentes vitesses d'écoulement de l'air. Nous avons présenté les modèles mathématiques choisis pour le calcul de coefficient d'échange h'_0 - cf travaux de Brunjail-. Les résultats expérimentaux ont été obtenus avec et sans rayonnement solaire en utilisant deux types de capteurs.

Perspectives et travaux futurs

Suite aux travaux réalisés, on peut envisager un certain nombre de travaux :

- Approfondissement des études expérimentales avec notamment l'effet des conditions d'élaboration sur les propriétés des couches minces métalliques. Avec une analyse basée non seulement sur les caractéristiques électriques (mesure de résistivité), mais aussi sur des caractéristiques microstructurales (analyse par microscopie électronique à balayage ou à transmission) et physico-chimiques (analyse par spectroscopie de photoélectrons X).
- Conception et réalisation de la version thermocouple en couches minces métalliques (cuivre/nickel) sur un substrat souple en polyimide, pour le capteur fluxmétrique passif déjà réalisé en version thermorésistances en couches minces de cuivre (une version thermocouple en couches minces est actuellement en cours de réalisation).
- Développement d'un modèle décrivant les transferts thermiques en régime périodique et réalisation des essais pour estimer le coefficient d'échange h et la température équivalente au loin T_E , en régime périodique avec les capteurs fluxmétriques dynamiques développés au cours de cette thèse.

Annexes

Annexe 1 : Variation de la résistance électrique des dépôts du cuivre et d'aluminium sur du substrat de verre et de polyimide

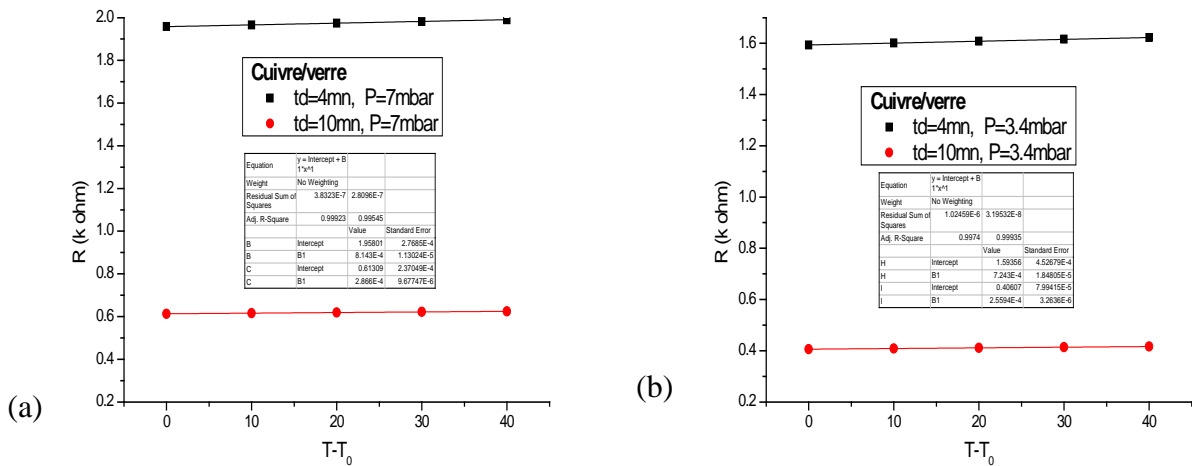


Figure (annexe 1.1): Variation de la résistance électrique des dépôts de cuivre sur de verre en fonction de la température ; a) P=7 mbar, b) P=3.4 mbar

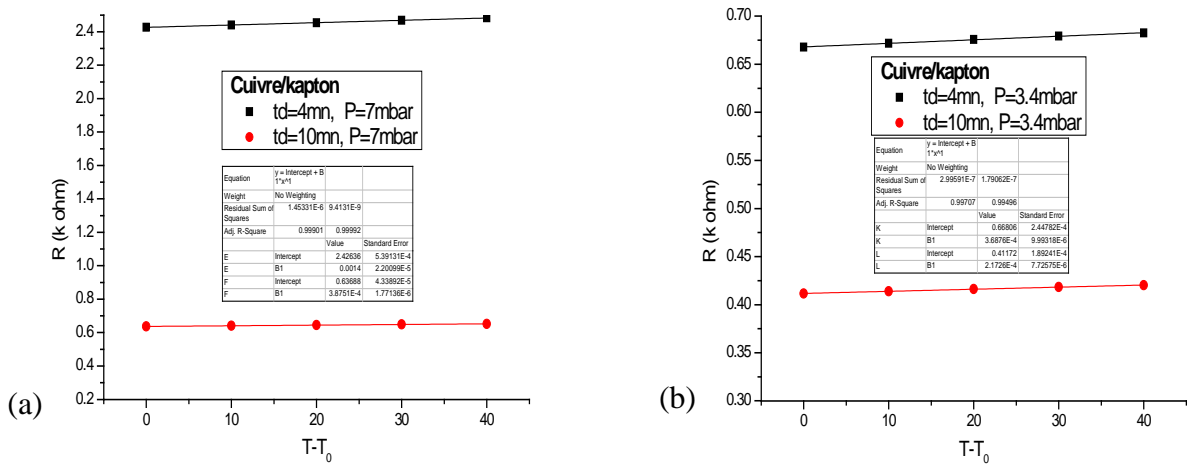


Figure (annexe 1.2): Variation de la résistance électrique des dépôts du cuivre sur de polyimide en fonction de la température ; a) P=7 mbar, b) P=3.4 mbar

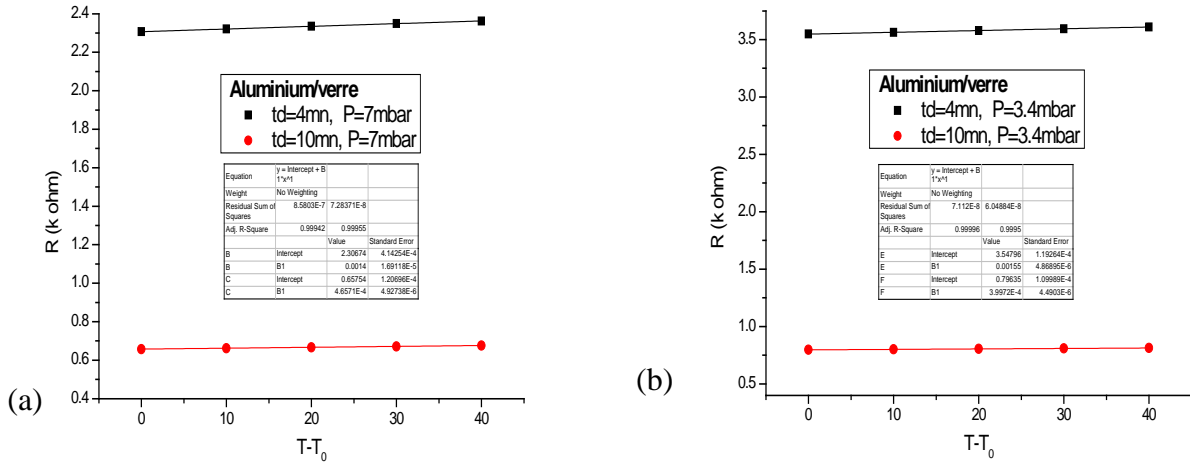


Figure (annexe 1.3): Variation de la résistance électrique des dépôts d'aluminium sur de verre en fonction de la température ; a) P=7 mbar, b) P=3.4 mbar

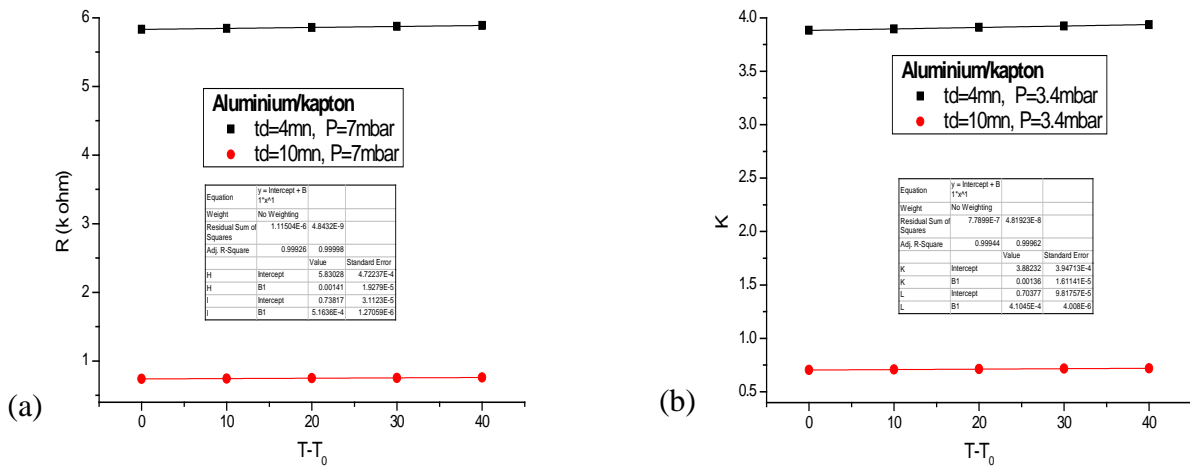


Figure (annexe 1.4): Variation de la résistance électrique des dépôts d'aluminium sur de polyimide en fonction de la température ; a) P=7 mbar, b) P=3.4 mbar

Annexe 2 : Mesure d'épaisseur et de largeur de thermorésistance à base de couches minces

Le profilomètre utilisé pour la mesure des épaisseurs de dépôts de cuivre étamé du capteur passif est le profilomètre Alicona, il utilise une technique de variation de la focale. Cette technique combine la faible profondeur de champ du système optique et le déplacement vertical de l'optique. Le composant principal de ce système est l'optique utilisé. Un faisceau lumineux émis par une source de lumière blanche est projeté sur un miroir semi transparent et est alors dirigé dans un chemin optique et concentré sur la surface d'étude au travers de l'objectif. Selon la surface, la lumière est réfléchié suivant dans certaines directions privilégiées. Dans le cas de matériau diffusif, la réflexion se fera de manière égale dans toutes les directions. Les faisceaux réfléchis passant par l'objectif sont guidés dans le chemin optique et rassemblé avant d'être capté par le capteur optique.

Etant donné la faible profondeur de champ du système optique, seule une faible portion de la surface est traitée. C'est la raison pour laquelle un système de déplacement vertical est utilisé. Ainsi, chaque région ou chaque intervalle de hauteur est précisément analysé.

Un algorithme analyse ensuite les données issues du capteur optique pour les transformer en une topographie 3D couplée à une image de la surface réelle. Les images obtenues pour le capteur passif à base de dépôts en couches minces de cuivre déposées sur un substrat souple de polyimide sont présentés dans la **figure III-6**.

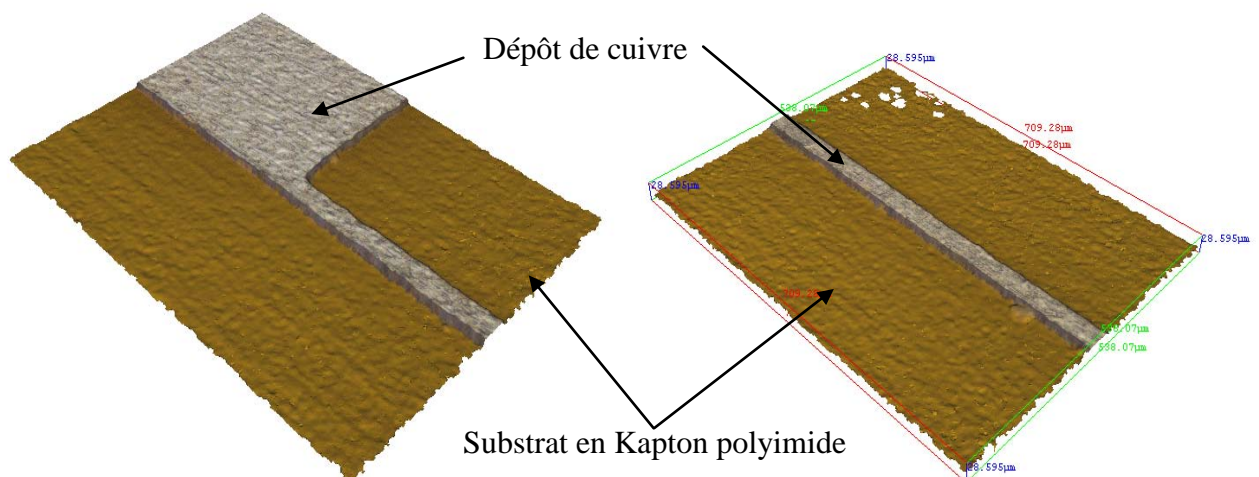


Figure (annexe 2.1) : Image dépôt/substrat obtenue par profilomètre Alicona

L'épaisseur moyenne des dépôts mesurée est de 8,24 μm , à l'aide de profilomètre nous avons également vérifié la longueur de l'élément thermorésistif (résistance centrale) et la distance entre deux thermorésistances adjacentes. Nous avons mesuré une longueur de TR de 20 mm et une distance de 1,7 mm entre deux TR adjacentes.

La largeur des éléments thermorésistifs dans le capteur, a été vérifiée par microscopie numérique. Nous avons réalisé des mesures à l'aide d'un microscope numérique (Motic), nous avons mesuré la largeur à trois endroits différents sur la longueur de l'élément thermorésistif central, les trois points de mesure (l_1 ; l_2 et l_3) sont montrés sur la [figure III-7](#).

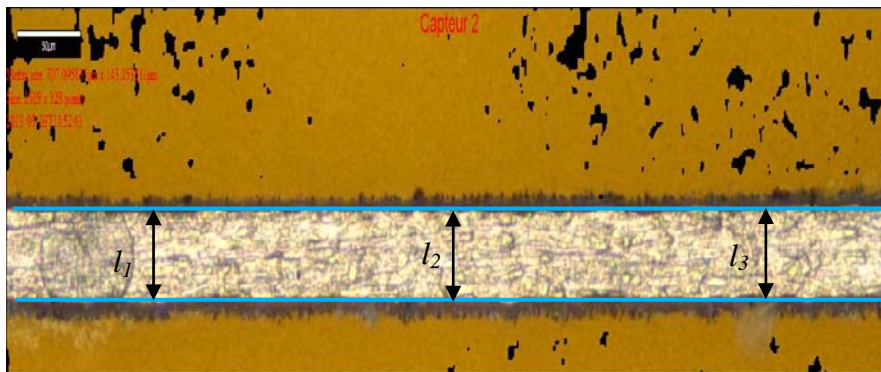


Figure (annexe 2.2): largeur d'un dépôt de cuivre

Les résultats de mesure de largeur des quatre premiers thermo résistances du capteur sont donnés dans le tableau suivant

Tableau (annexe 2.1 : Mesure de largeur du thermo résistances

Thermorésistance	l_1 (μm)	(μm)	l_3 (μm)
TR ₁	27	26	28
TR ₂	29	32	27
TR ₃	29	31	29
TR ₄	27	31	28

Annexe 3 : Calcul de la capacité thermique C

Pour appliquer les différents modèles, la valeur de C, la capacité calorifique de l'échantillon ramenée à une unité de surface est nécessaire. La capacité des capteurs ont été déterminées théoriquement en considérant les caractéristiques géométriques et thermophysiques des différents éléments qui les composent :

Données :

- Longueur échantillon : $L(e) = 65,49 \text{ mm}$
- Largeur échantillon : $l(e) = 19,11 \text{ mm}$
- Epaisseur cuivre : $e(\text{Cu}) = 28 \text{ }\mu\text{m}$
- Largeur cuivre : $l(\text{Cu}) = 4,55 \text{ mm}$
- Epaisseur échantillon : $e(e) = 1,63 \text{ mm}$
- Masse volumique cuivre : $\rho(\text{Cu}) = 8954 \text{ kg/m}^3$
- Masse échantillon : $m(e) = 4,0887 \text{ g}$
- Capacité thermique cuivre : $C_p(\text{Cu}) = 0,39 \text{ J/kg.K}$
- Capacité thermique époxy : $C_p(\text{ep}) = 0,7 \text{ J/kg.K}$
- Surface cuivrée : $S1 = L(e) \times l(\text{Cu})$ et $S2 = L(e) \times l(e)$
- $S(\text{Cu}) = S1 + S2 = 1549,49 \text{ mm}^2$
- Masse du cuivre : $m(\text{Cu}) = \rho(\text{Cu}) \times v(\text{Cu}) = \rho(\text{Cu}) \times e(\text{Cu}) \times S(\text{Cu}) = 0,4856 \text{ g}$
- Masse epoxy : $m(\text{ep}) = m(e) - m(\text{Cu}) = 3,6031 \text{ g}$
- Volume epoxy : $V(\text{ep}) = L(e) \times l(e) \times e(e) - e(\text{cu}) = 1,601 \text{ cm}^3$
- Masse volumique epoxy : $\rho(\text{ep}) = m(\text{ep})/v(\text{ep}) = 2249,15 \text{ kg/m}^3$

Capacité thermique de l'échantillon : $C = \rho(\text{ep}) \times e(\text{ep}) \times C_p(\text{ep}) + \rho(\text{Cu}) \times e(\text{Cu}) \times C_p(\text{Cu})$

On obtient :

$$C = 2630 \text{ J/m}^2.\text{K}$$

Références bibliographiques

- [1] F Van der Graff, F. 1990, Heat flux sensors, in Ricol, T. and Scholz, J. (eds), *Thermal Sensors 4*, VCH, Weinheim, Germany-(1990) 297–322.
- [2] J M Devisme, T Langlet, O Douzane, J M Roucoult, M Quéneudec, “Etude théorique et expérimental de fluxmètres à gradient transversal pour la thermique du bâtiment”, *Int. J. Therm. Sci.* 40 (2001)205-215
- [3] A V Mityakov, S Z Sapozhnikov, V Y Mityakov, A A Snarskii, M I Zhenirovsky, J J Pyrhonen, “Gradient heat flux sensors for high temperature environments”, *Sens Actuators A*, 176 (2012) 1-9
- [4] M Khaled, B Garnier, F Harambat, H Peerhossaini, “A new method for simultaneous measurement of convective and radiative heat flux in car underhood applications”, *Meas. Sci. Technol.*, 21 (2010) 025903
- [5] Raynaud M, Bransier J, “A new finite difference method for nonlinear inverse heat conduction problems”, *Numerical Heat Tr* 9(1) (1986) 27-42
- [6] J V Beck, B Blackwell, A H Sheik, “Comparaison of some inverse heat conduction methods using experimental data”, *Int. J. Heat Mass Transfer*, 39 (1996) 3649-3657
- [7] B Blackwell, J V Beck, “A technique for uncertainty analysis for inverse heat conduction problems”, *Int. J. Heat Mass Transfer*, 53 (2010) 753-759
- [8] G Blanc, M Raynaud, T H Chau, “A guide for the use of the function specification method for 2D inverse heat conduction problems”, *Rev Gén Therm*, 37 (1998) 17-30
- [9] N Daouas, M S. Radhouani, “Version étendue du filtre de Kalman discret appliquée à un problème inverse de conduction de chaleur non linéaire”, *Int. J. Therm. Sci.* 39 (2000) 191-212
- [10] J L Battaglia, L L Lay, J C Batsale, A Oustaloup, O Coise, “Utilisation de modèles d’identification non entiers pour la résolution de problèmes inverses en conduction”, *Int. J. Therm. Sci.* 39 (2000) 374-389
- [11] D A Murio, “The Mollification method and the numerical solution of the inverse heat conduction probleme by finite differences”, *Computers Math. Applic.* 17 (1989) 1385-1396
- [12] G A Dorai, D A Tortorelli, “Transient inverse heat conduction problem solution via Newton’s method”, *Int. J. Heat Mass Transfer*, 40 (1997) 4115-4127
- [13] A Saidi, J Kim, “Heat flux sensor with minimal impact on boundary conditions”, *Exp Therm. Fluid Sci.*, 28 (2004) 903-908
- [14] X Ling, S N Atluri, “Stability analysis for inverse heat conduction problems”, *CMES* 13 (2006) 219-228
- [15] J V Beck, B. Blackwell, C. A St. Clair, “*Inverse Heat Conduction, Ill-posed problems*’. Wiley & Sons, Inc. New York, 1985
- [16] E Piccini, S M Guo, T V Jones, « The development of a new direct-heat flux gauge for heat transfert facilities”, *Meas. Sci. Technol.*, 11 (2000) 342-349

- [17] R Kumr, N Sahoo, V Kulkarni, « Conduction based calibration of handmade platinum thin film heat transfer gauges for transient measurements », *Int. J. Heat Mass Transfer*, 55 (2012) 2707-2713
- [18] F P D'Aleo, H M Prasser, "Design, calibration and testing of a thin film temperature gauge array for temperature and heat flux measurements in fluid mixing experiments", *Flow measurement and instrumentation*, 24 (2012)29-35
- [19] J M Hager, W Langleyl., S Onishi, T E Diller, "Microsensors for high heat flux measurements" *J. Thermophysics*, v7, n3:Technical Notes, (1992) 531-534
- [20] J Ewing, A Gifford, D Hubble, P Vlachos, A Wicks, T E Diller, "A direct measurement thin film heat flux sensors array", *Meas. Sci. Technol*, 21 (2010) 105201 (8pp)
- [21] D J Lartz, H H Cudney, T E Diller, "Heat flux measurement used for feedforward temperature control" paper 2-MT-14, 1994
- [22] H D Bhatt, R Vedula, S B Desu, G C Fralick, "Thin film TiC/TaC thermocouples", *Thin silid films* 342 (1999) 214-220
- [23] S K Mukherjee, M K Sinha, B Pathak, S k Rout, P K Barhai, A K Balamurugan, A K Tyagi, F L Ng, "Invistigations on the structure, composition and performance of nanocrystalline thin film thermocouples deposited using anodic vacuum arc", *Thin silid films* 518 (2010) 5839-5854
- [24] J J A therton, M C Rosamond, S Johnstone, D A Zeze, "Thermal characterisation of μ L volume using a thin film thermocouple based sensor", *Sens Actuators A*, 166 (2011) 34-39
- [25] J J Atherton, M C Rosamond, D A. Zeze, "A leaf-mounted thermal sensor for the measurement of water content", *Sensors and Actuators A* 187 (2012) 67-72
- [26] D S Rimai, R Anne, "The fabrication of thin film thermocouples for determining the temperature and thermal conductivity within a flexible material", *Rev. Sci. Instrum.* 64 (1993) 16011605
- [27] H Mohammed, H Salleh, M Z Yusoff, "Design and fabrication of coaxial surface junction thermocouples for transient heat transfer measurement", *Int. J. Heat Mass Transfer*, 35 (2008) 853-859
- [28] H Mohammed, H Salleh, M Z Yusoff, "The effect of scratch technique on the thermal-product value of temperature sensors", *Ahermophysics and Aeromechanics*, 18 (2011) 51-64
- [29] J F Lei, L C Martin, H A Will, "Advance in thin film sensor technologies for engine applications", *NASA Technical Memorandum*, 107418
- [30] L C Martin, R Holanda, "Applications of thin film thermocouples for surface temperature measurement", *NASA Technical Memorandum*, 106714
- [31] PThery, B Duthoit, J Pauquet, "Propriétés thermoelectriques des Systems à deux couches minces superposées. Application à la mesure des flux thermiques", *Revue Phys. Appl* 15 (1980) 741-747
- [32] B Serio, H Gualous, J P Prenel, "A gold palladium thin film microsensor array for thermal imaging of laser beam waists", *Sensors and Actuators A*, 84 (2000) 303-309
- [33] L Thiery, Y Bailly, F Lanzetta, H Gualous, "Evolution des techniques de micromesures thermiques au travers de quelques applications", *Rev Gén Therm*, 37 (1998) 60-73
- [34] J P Prenel, F Lanzetta, E Gavignet, Y Bailly, L Thiery, " Thermal microsensors : Applications to temperature and fluidic measurements", *Encyclopedia of Sensors* volume X: Pages (1-29)

- [35] T E Diller, "Advances in heat flux measurements", Advance in heat transfert, vol 23, Academic press, Cambridge, 1993 pp 279-368
- [36] E Bertolazzi, L Battisti, F Trivellato, " Numerical processing of thin-film thermometer data for determining transient heat fluxes", *Applied Mathematical Modelling* 36 (2012) 3645–3662
- [37] D G Holmberg, Y S Mukkamala, T E Diller, "Shock tunnel evaluation of heat flux sensors", 32nd Aerospace Sciences Meeting and Exhibit, Reno NV, 1-7, Jan. 10-13, 1994
- [38] J W Baughn, M A Hoffman, "An instrument for the heat flux measurement from a contour of a surface with uniform temperature", *Rev. sci. Instrum.* 65 (3) March 1994 689-694
- [39] N R Keltner, J V Beck, "Surface temperature measurement errors", *Int. J. Heat Transfer*, 105 (1983) 312-318
- [40] J R Philip, "The theory of heat flux meters", *Journal of Geophysical research*, 66 (1961) 571-579
- [41] P Paranthoen, J C Lecordier, « Mesures de température dans les écoulements turbulents », *Rev Gén Therm* 35 (1996) 283-308
- [42] H A Mohammed, H sallaeh, M Z Yusof, "Thermal Product estimation method for aerodynamics experiments", *J. Eng. Phy. Thermophysics*, 84 (2011) 849-859
- [43] D Hamadi, B Garnier, H Willaime, F Monti, H Peerhossaini, "A novel thin-film temperature and heat-flux microsensor for heat transfer measurements in microchannels", *Lab on a chip*, 12 (2012) 652-658
- [44] D Hamadi, H Ammar, B Garnier, M Brunet, H Willaime, F Monti, H Peerhossaini, "Nouvelle technique d'analyse des transferts de chaleur dans les microcanaux à l'aide de couches minces thermoresistives", *SFT* 2010.
- [45] S He, M m Mench, S Tadigadapa, "Thin film temperature sensor for real time measurement of electrolyte temperature in a polymer electrolyte fuel cell", *Sens Actuators A*, 125 (2006) 170-177
- [46] M A Shannon, T M Leicht, P S Hrnjak, N R Miller, F A Khan, "Thin film resistances sensor for measuring liquid mass fraction in super heated refrigerant", *Sens Actuators A*, 88 (2001) 164-177
- [47] A G Kozlov, "Analytical modeling of temperature distribution in resistive thin film thermal sensors", *Int. J. Therm. Sci*, 45 (2006) 41-50
- [48] H Davide, Thèses de l'université de Nantes, 2010
- [49] H Ammar, Thèses de l'université de Nantes, 2012
- [50] D G Holmberg, T E Diller, "High frequency heat flux sensor calibration and modeling", *J. of Fluids Engineering*, v117, 659-664, Dec, 1994
- [51] S H Oh, K C Lee, J Chun, M Kim, S S Lee, "Micro heat flux sensor using copper electroplating in US- 8 microstructures", *J. Micromech. Microeng*, 11(2001) 221-225
- [52] L W Langley, A Barnes, G Matijasevic, P Gandhi, "High sensitivity, surface attached heat flux sensors", *Micro-elect Journal*, 30 (1999) 1163-1168
- [53] G Ravalitera, M Cornet, B Duthoit, P Thery, "Etude et description d'un nouveau thermo fluxmètre permettant la mesure simultanée des flux thermiques et des variations de température" *Revue Phys*, 17 (1982) 177-185
- [54] M Aithammouda, K Ziouche, M Haffer, P Godts, D Leclercq, "Etude du pouvoir thermo électrique de couches de polysilicium dopes N et P de 20 à 450°C", *inria-00000730*, version 1

- [55] M Aithammouda, Thèse de l'université de science et technologies de Lille, 2007
- [56] M Boutchich, K Ziouche, M A Hammouda, P Godts, D Leclercq, "Package free infrared micro sensor using polysilicon thermopile", *Sensors and Actuators A*, 121 (2005) 52-58
- [57] C A Pullins, T E Diller, "Adaptation of the in cavity calibration method for high temperature heat flux sensors", *Int. J. Heat Mass Transfer*, 54 (2011) 3369-3380
- [58] C A Pullins, T E Diller "In situ high temperature heat flux sensor calibration", *Int. J. Heat Mass Transfer*, 53 (2010) 3429-3438
- [59] J M Hager, J P Terrell, E Sivertson, T E Diller, "In situ calibration of a heat flux microsensor using surface temperature measurements", ISA Paper 94-1034, 261-270, 1994
- [60] J.P. Bardon, Y. Jarny, "Procédé et dispositif de mesure en régime transitoire de température et flux surfacique" Brevet n° 94.01996, 22 Février 1994
- [61] B Bourouga, V Goizet, J P Bardon, "Les aspects théoriques régissant l'instrumentation d'un capteur thermique pariétal à faible inertie" *Int. J. Therm. Sci*, 39 (2000) 96-109
- [62] K Mahmoud, Thèses de l'université de Nantes, 2008
- [63] GUILLOT Emilien, Thèses de l'université de Nantes, 2009
- [64] K S Kulkarni, S Han, R J Goldstein, "Numerical simulation of thermal boundary layer profile measurement", *Heat Mass Transfer*, 47 (2011) 869-877
- [65] C Brunjail, F Fragnaud, "Capteur à impulsion pour la caractérisation des transferts thermique entre une paroi et son environnement microclimatique en régime variable", *Revue Physi. Appl*, 17 (1982) 187-199
- [66] C Brunjail, Thèses de l'université de Nantes, 1982
- [67] N T Nguyen, "A novel thermal sensor concept for flow direction and flow velocity", *IEEE Sensors Journal*, 5 (2005) 1224-1234
- [68] N T Nguyen, "A novel wind sensor concept based on thermal image measurement using a temperature sensor array", *Sensors and Actuators A*, 110 (2004) 323-327
- [69] H Ruser, M Horn, "Low cost weather sensor based on thermal impedance measurements", *Instrumentation and Measurement Technology Conference-IMTC 2007*
- [70] A. Billard, F. Perry, "Pulvérisation cathodique magnétron", *Techniques de l'ingénieur*, Réf. M-1654, 2005
- [71] D. M. Mattox, "Handbook of physical vapor deposition (PVD) processing", *Noyes Publications*, 1998
- [72] C. Manasterski, "La pulvérisation cathodique industrielle", *Presses polytechniques et universitaires romandes*, 2005
- [73] A Morilhat, Thèse de l'université de technologie de Belfort-Montbéliard, 2011
- [74] M Arab pour yazid, Thèse de l'université de technologie de Belfort-Montbéliard, 2009
- [75] D Sakami, Thèse de l'université de Nantes, 2001
- [76] P Briois, Thèse de l'institut National Polytechnique de Lorraine, 2005
- [77] A Daniel, Thèse de l'institut National Polytechnique de Lorraine, 2006
- [78] D Horwat, Thèse de l'institut National Polytechnique de Lorraine, 2006
- [79] J F Pierson, J Jolly, "Caractérisation de film de nitrure de cuivre élaborés par pulvérisation magnétron réactif", *pem.utbm.fr*, Matériaux 2002
- [80] S K Kim, Y H Ahn, "Electrical resistance of Ti-B-Al-O thin films deposited by r.f magnetron sputtering", *Thin Solid Films*, 377- 378 (2000) 772-775
- [81] F H Lu, H D Tsai, Y C Chieh, "Plasma oxidation of Al thin films on Si substrates", *Thin Solid Films*, 516 (2008) 1871-1876
- [82] G S Chung, C H Kim, "RTD characteristics for micro thermal sensors", *Microelectronics Journal*, 39 (2008) 1560-1563
- [83] M. Fallou, «Résistivité des métaux » *Techniques de l'ingénieur*, Réf. K710, 2009

- [84] P Broquet, V N Van, "Variation avec la température de la résistivité des couches minces d'or", *Surface Science*, 6 (1967) 98-114
- [85] A Jacquot, Thèse de l'institut National Polytechnique de Lorraine, 2003
- [86] A F Abari, C Xu, K C Cadien, "The effect of argon pressure, residual oxygen and exposure to air on the electrical and microstructural proprieties of sputtered chromium thin films", *Thin Solid Films*, 520 (2011) 1762-1767
- [87] M Grosser, U Schmid, "the impact of sputter conditions on the microstructure and on the resistivity of tantalum thin films", *Thin Solid Films*, 517 (2009) 4493-4496
- [88] T Moussa, B Garnier, H Peerhossaini, Proceedings of the ASME 2012 11th Biennial Conference on Engineering Systems Design and Analysis, Nantes France, July 2-4 2012
- [89] D Maillet, Y Jarny, D Petit, O Fudym, P Lemasson, "Lecture 1 : Getting started with problematic inversions", *Metti 5 Spring School*, Roscoff – Juin 13-18, 2011
- [90] Éric CHAPELLE, Thèses de l'université de Nantes, 2008
- [91] N R Keltner, B L Bainbridge, J V Beck, "Rectangular heat source on a semi infinite solid an analysis for a thin film heat flux gage calibration", *Int. J. Heat Transfer*, v110, 42-?, Feb. 1988
- [292] J E Doorly, "Procedures for determining surface heat flux using thin film gages on a coated metal model in a transient test facility", *Journal of turbomachinery*, 110 (1988) 242-250
- [93] L Zalewski, S Lassue, Daniel Rousse, K Boukhalfa, "Experimental and numerical characterization of thermal bridges in prefabricated bulding wallw", *Energy Conversion and Measurement*, 51 (2010) 2869-2877
- [94] G J Borell, T E Diller, "A convection calibration method for local heat flux gages", *Int. J. Heat Transfer*, 109 (1987) 83-89
- [95] A W Ruff, K G Kreider, "Deposited thin film wear sensors: material and design", *Wear*, 203-204 (1997) 187-195
- [96] K G Kreider, A W Ruff "Material for thin film wear sensors", *Surface and Coatings Tecnnology*, 86-87 (1996) 557-563
- [97] J P Ploteau, P Glouannec, H Noel, "Conception of thermoelectric flux meters for infrared radiation measurements in industrial furnaces", *Applied Thermal Engineering*, 27 (2007) 674-681
- [98] D R Buttsworth, R Stevens, C R Stone, "Eroding ribbon thermocouples: impulse reponse and transient heat flux analysis", *Meas. Sci. Techno*, 16 (2005) 1487-1494
- [99] W K P van Loon, H M H Bastings, E J Moors, "Calibration of soil heat flux sensors", *Agricultural and Forest Meteorology*, 92 (1998) 1-8
- [100] A K Alekseev, "The heat flux measurement method based on isotherm registration", *Int. J. Heat Mass Transfer*, 40 (1997) 1643-1646
- [101] A K Alekseev, "On heat flux estimation from isotherm", *Int. J. Heat and Fluid Flow*, 18 (1997) 437-439
- [102] H A Mohammed, H Salleh, M Z Yusoff, A Camp, "Thermal product of type E fast response temperature sensors", *J. Therm Scien*, 19 (2010) 364-371
- [103] Application and specification of heat flux sensor, Hukseflux thermal sensors, version 9904
- [104] N Giordani, L Camberlein, E Gaviot, F Polet N Pelletier, B Beche, "Conception et realization d'un micro-psychrometre thermoelectrique base sur une structure polymere SU-8", *Congrès Français de Mécanique*, 2005
- [105] K B Sobolik, N R Keltner, J V Beck, "Measurement errors for thermocouples attached to thin plates: application to heat flux measurement device", ASME, HTD-vol 112, heat transfer measurements analysis, and flow vizualisation, 1989

