



Micro-échangeur Multifonctionnel (MIEMUF)

Partenaires:

Laboratoire de Thermocinétique¹ (LTN) CNRS , Université de Nantes

Laboratoire Microfluidique, MEMS et Nanostructures², CNRS-ESPCI, Paris

Laboratoire de Génie Chimique³ (LGC), Université de Toulouse, CNRS, INPT

Laboratoire d'Energetique et de Mécanique Théor. Appliquée⁴ (LEMETA) , CNRS -INPL – UHP, Nancy

Participants:

H. AMMAR¹, B. GARNIER¹, A.OULD EL MOCTAR¹, F.MONTI², H.WILLAIME², K.LOUBIERE³, L. PRAT³, M. GRADECK⁴,
M. LÉBOUCHE⁴, C. GOURDON³, H. PEERHOSSAINI¹

PR 2009/2012 soutenu par le Prog. Interdisc. Energie du CNRS



Colloque du PIÉnergie du CNRS
Montpellier 28 au 30 mars 2011

Contexte et objectif

➤ Contexte- objectifs

• Intérêt des microéchangeurs – réacteurs :

- ✓ le rapport surface/ volume est très important → intensification des transferts de chaleur
 - ✓ meilleure maîtrise des processus réactionnels de l'industrie chimique via le contrôle de la température et des flux de chaleur
- meilleure qualité des produits finis et sécurité accrue, gain énergétique...

• Etude des aspects hydrodynamique , **thermique** et chimique avec:

- des écoulements monophasiques ou diphasiques (réaction en goutte) de réactifs
- des microcanaux tels que :
hauteur=10 à 200 μ m, largeur =200 μ m et longueur=40mm

Contexte et objectifs

➤ Moyens d'analyse

- Vitesse : μ PIV (LGC, LTN), polarographie (LEMETA)
- Thermique: température + flux de chaleur en paroi des microcanaux

<i>Instrumentation</i>	<i>Commentaires</i>
Microthermocouples filaires insérées dans la paroi [Mokrani 2009, Bavière 2006]	intrusif, incertitude sur la position
Imagerie infrarouge [Pradere 2006]	résolution spatiale : $\sim 30 \mu\text{m}$
Diodes Zener [Marty 2009]	forte sensibilité ($200\text{mV}/^\circ\text{C}$) mais signal bruité
Calorimètre [Hany 2010]	calorim. à base d'éléments Peltier de dim. cm
Couches minces thermorésistives ou thermocouples [Velve Casquillas 2008, Klong 1989]	température à l'entrée et à la sortie du canal

Fig 1: *Méetrologie thermique pour l'étude des transferts au sein des microcanaux (littérature)*

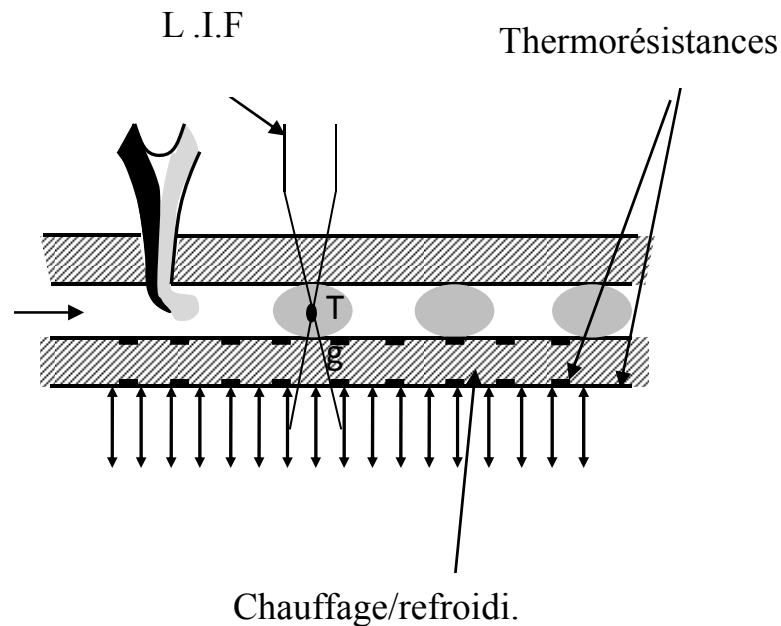
➔ besoin d'une nouvelle métrologie thermique adaptée à l'échelle des dispositifs étudiés : température et flux de chaleur en paroi

Contexte et objectifs

➤ 1^{er} Objectif



Développement de fluxmètre 2D à gradient avec des thermorésistances en couche mince + imagerie IR



Rq: Pour la mesure de la température du fluide : pLIF en cours de mise au point au LTN

Fluxmètre 2D à base de thermorésistances en couche mince

▪ **Principe du fluxmètre 2D à couche mince**

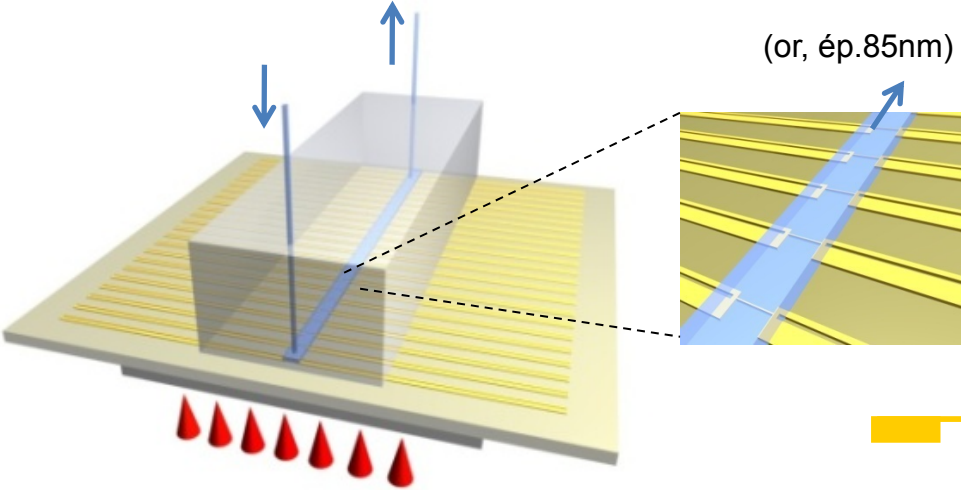


Fig. 1 : Principe du dispositif de mesure

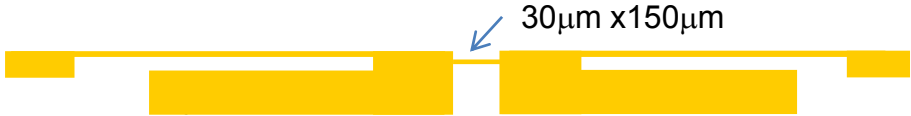
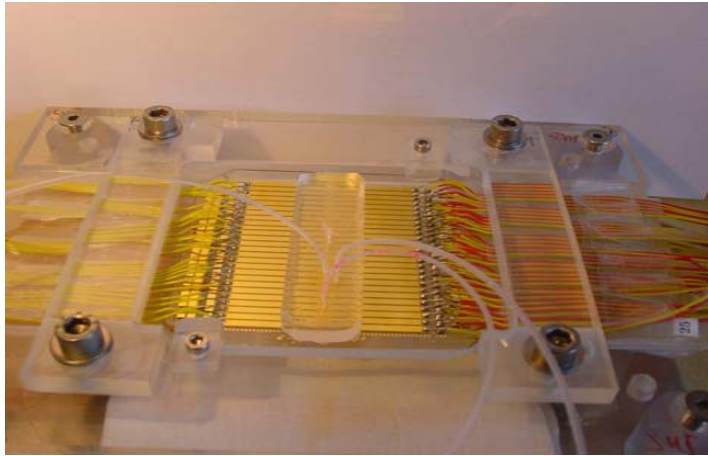


Fig. 2 : Montage+ détail d'un élément thermorésistif

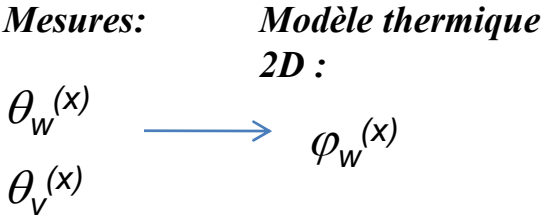
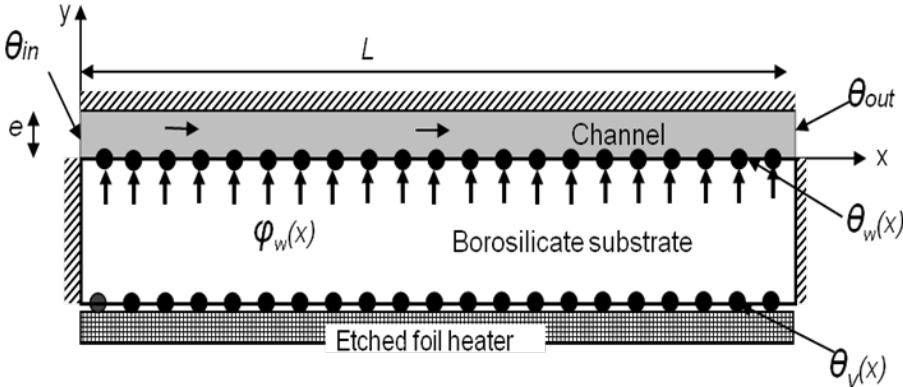


Fig. 3 : Principe de la mesure de flux de chaleur en paroi

Fluxmètre 2D à base de thermorésistances en couche mince

➤ Thermorésistances réalisées à partir d'un dépôt d'or d'épaisseur 85 nm

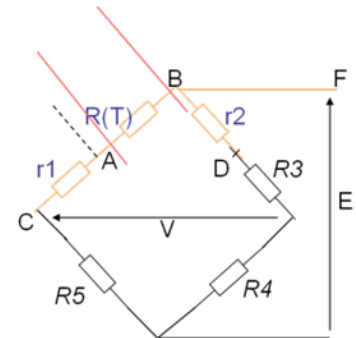
□ Avantages

- Capteur peu intrusif
- **Sensibilité réglable** via la tension d'alimentation des ponts de Wheatst.
- Capteur de température + flux de chaleur en paroi des microcanaux
- éventuellement peut être utilisé en tant qu'élément chauffant (**actionneur**)

□ Fabrication des dépôts :

dépôt de Cr (5nm) et d'or 80nm + gravure par photolithographie

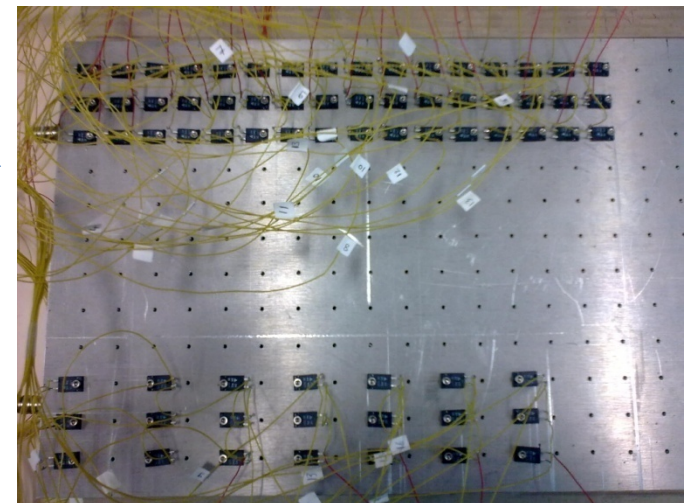
(réalisation ESPCI H Willaime)



□ Les 30 thermo-résistances sont reliées à 30 **ponts de Wheatstone** (méthode 3 fils)

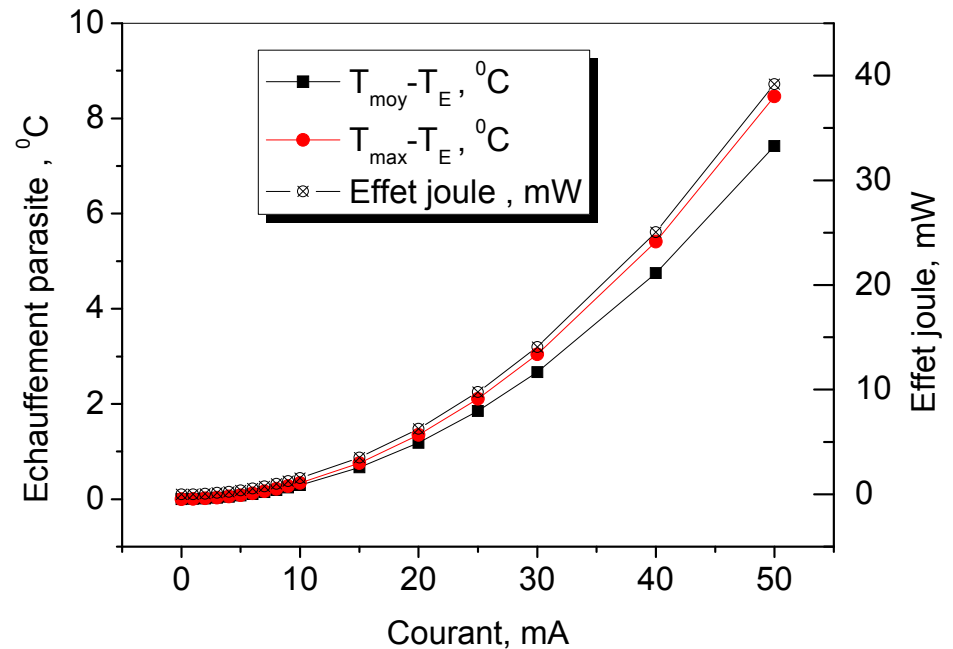
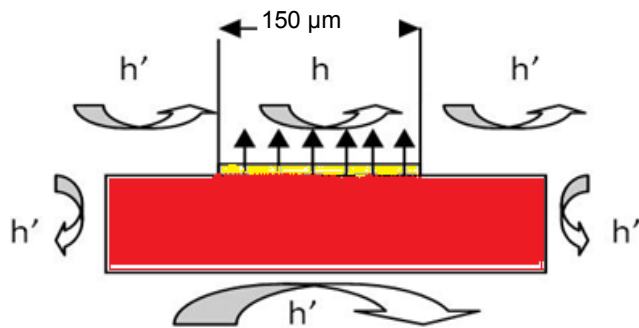
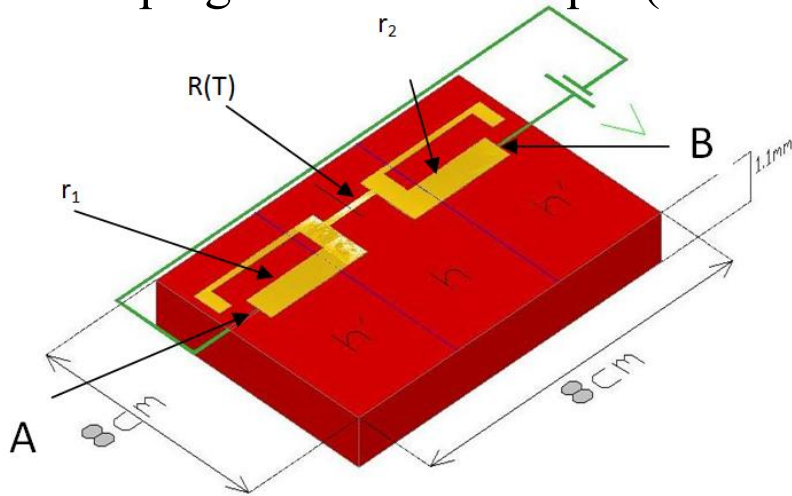
□ Etalonnage

→ sensibilité autour de **28 $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$** pour **$i=4,5\text{mA}$**



Biais de mesure : auto-échauffement des thermo-résistances (effet Joule)

➤ couplage électrothermique (éléments finis Comsol. v3.4 50000 nds)



Pour $i=4,5$ mA , $h=60$ kW/m²K
on obtient: $\Delta T \approx 0,06^\circ\text{C}$ + $\Delta \phi \approx 0,04$ mW

→ auto-échauff négligeable

➤ Analyse des effets thermiques de la neutralisation acide/base: NaOH/HCl

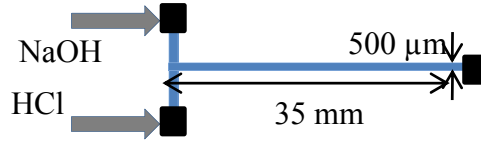


Fig. 1 : Microcanal en T avec $h=50\mu\text{m}$

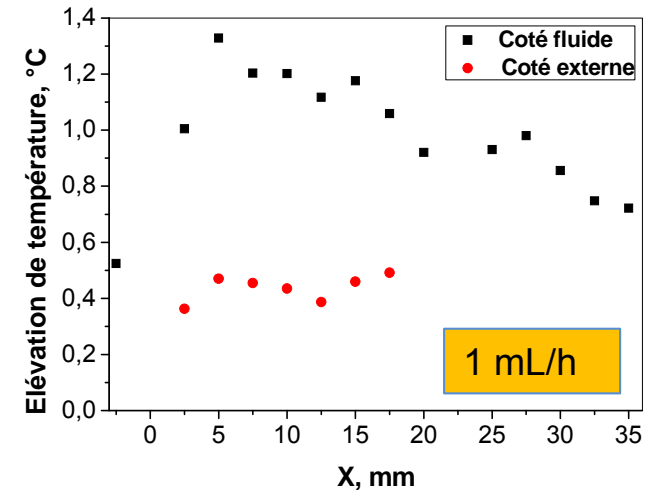
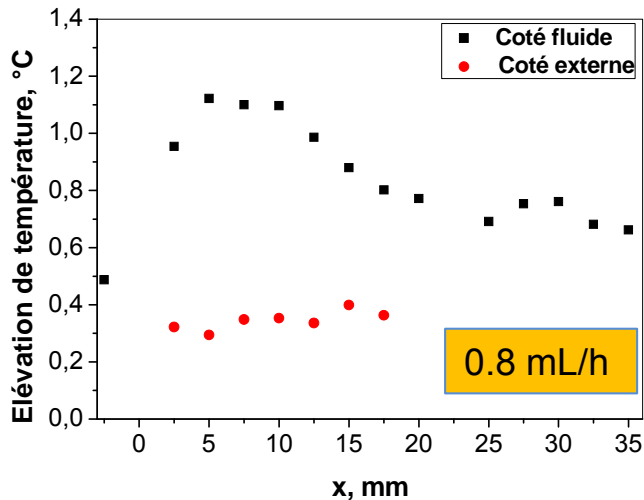
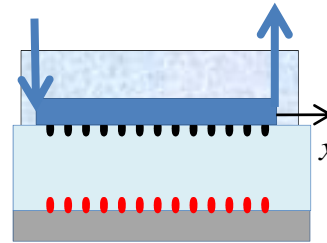
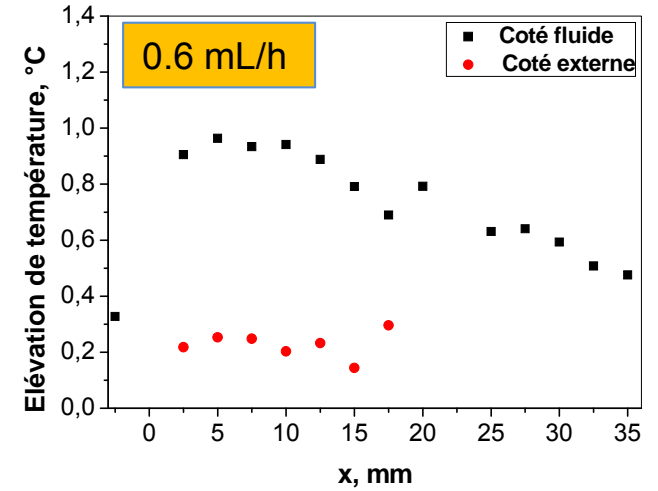
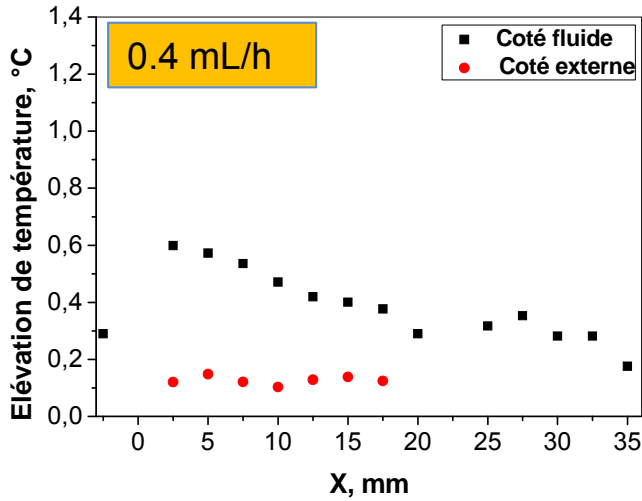


Fig. 6 : Distribution de température sur les 2 faces du fluxmètre pendant l'écoulement des réactifs NaOH/HCl ($C=0.8 \text{ mol/l}$, $Q_{\text{HCl}} = Q_{\text{NaOH}}$) = (a) 0.4ml/h ; (b) 0.6ml/h) ; (c) 0.8ml/h ; (d) 1ml/h)

Quantité de chaleur dégagée et mesure d'enthalpie de réaction

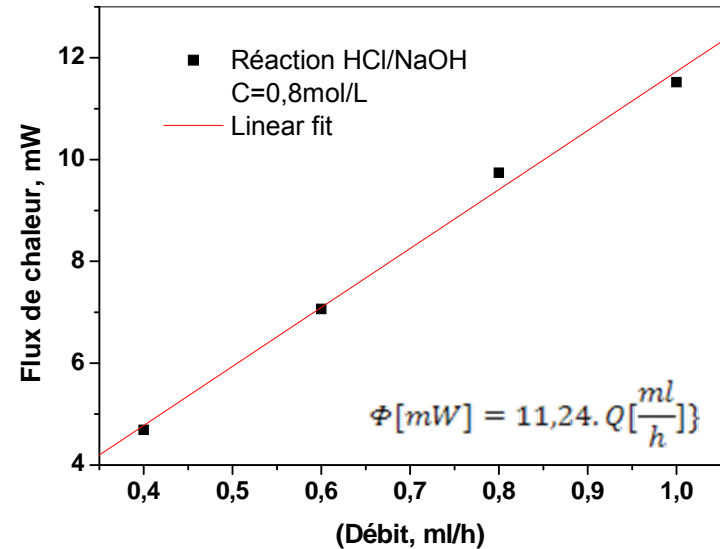
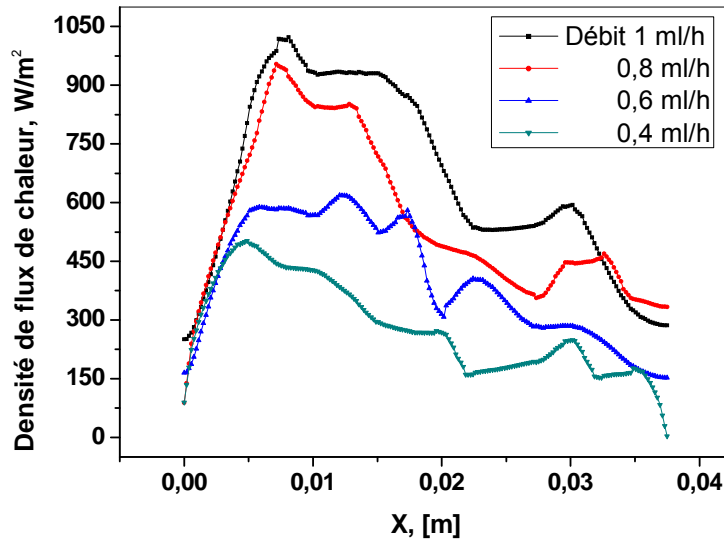


Fig. 7 : (a) Distribution de flux de chaleur à travers les parois, (b) Flux de chaleur moyen dégagé en fonction du débit de réactif. (réaction HCl/NaOH ; C=0,8mol/l)

$$\text{Chaleur de réaction} = \dot{m} \cdot C_p \cdot \frac{dT_x}{dx} dx + \text{Flux à travers les parois}$$

$$-Q \cdot \frac{dC}{dx} \cdot \Delta H_{\text{réaction}} \cdot dx = \dot{m} \cdot C_p \cdot \frac{dT_x}{dx} dx + \frac{\lambda}{e} \cdot (T_{p1} - T_{p2}) \cdot l \cdot dx$$

$$-\int_0^L Q \cdot \frac{dC}{dx} \cdot \Delta H_{\text{réaction}} \cdot dx = \int_0^L \frac{\lambda}{e} \cdot (T_{p1} - T_{p2}) \cdot l \cdot dx = Q \cdot C_0 \cdot \Delta H = \Phi$$

Débit (ml/h)	0,4	0,6	0,8	1
ΔH (kJ/mol)	55,18	52,88	54,66	51,8

Valeurs de ΔH pour plusieurs débits

$$\Delta H_{\text{moy}} = 53.63 \text{ kJ/mol}$$

→ Ecart de 7% par rapport à la valeur théorique 56.5 kJ/mol (NaOH/HCl)

Température et flux de chaleur par Imagerie Infrarouge

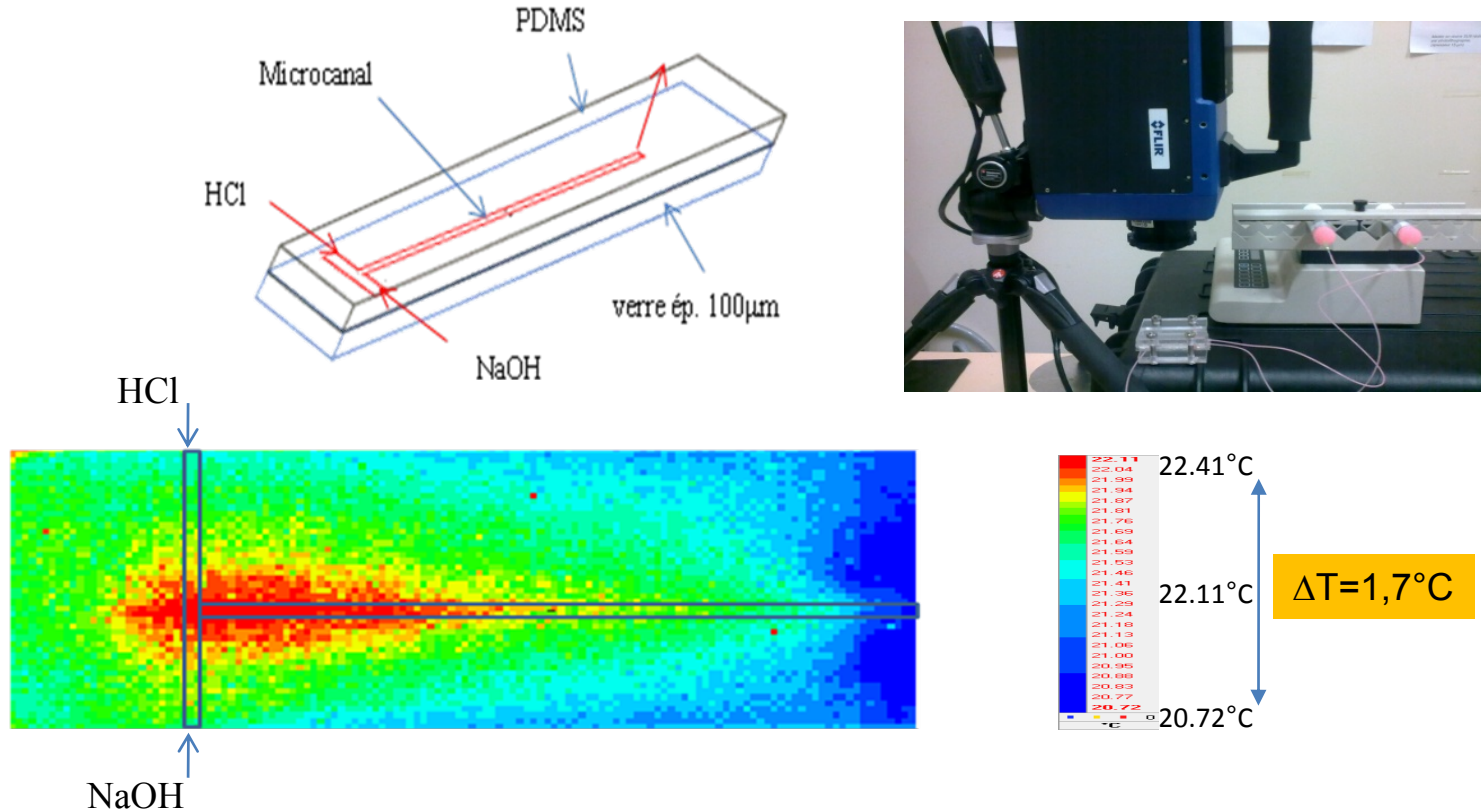
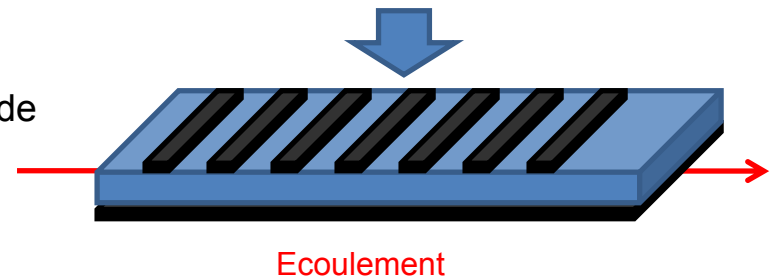


Fig.8 : Cartographie de température sur une paroi en verre d'épaisseur 100µm recouvrant un microcanal en T (l=500µm, h=50µm, L=45mm) siège d'un écoulement de réactifs HCL/NaOH -0,8mole/l-0,6ml/h-(camera Titanium objectif 50mm 160x128 px)

En perspective: mesure de flux de chaleur à partir de champ de température sur les 2 faces d'une plaque transparente dans la gamme 3 à 5µm



Actions en cours

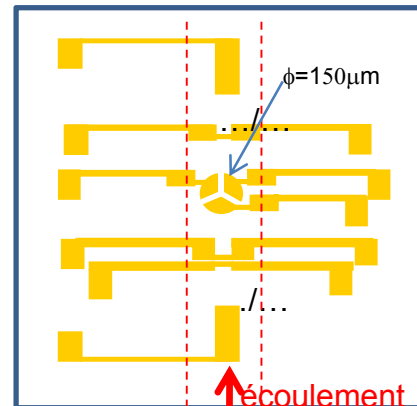
- Analyse des transferts et des effets thermiques avec des réactions modèles :

	MONOPHASIQUE	DIPHASIQUE (L/L)
<i>Réaction :</i>	Acide-base (HCl-NaOH)	Oxydation du thiosulfate de sodium par H₂O₂ Nitration du toluène
<i>Caractéristiques :</i>	Cinétique instantanée ($k_0 \sim 10^8 \text{ m}^3/\text{mol/s}$, $t_{\text{neut}} = 10^{-8} \text{ s}$) Exothermie IC = BBT	Cinétique rapide Très forte exothermie Paramètres thermo- cinétiques connus (ordre 2, $k_0 = 6.85 \cdot 10^8 \text{ m}^3/\text{mol/s}$, $E_a = 7;62 \cdot 10^4 \text{ J/mol}$)

- Analyse de vitesse (μPIV + polarographie) et de température dans le fluide (pLIF)



μPIV + pLIF
(LTN, LGC)



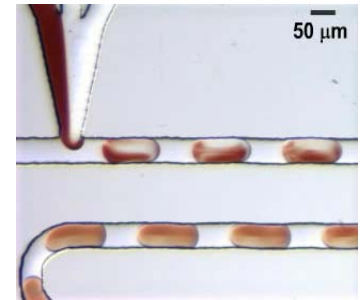
Polarographie
(LEMETA)

Actions en cours

- Effet du rapport de forme dans la section des microcanaux (i.e. largeur/hauteur)

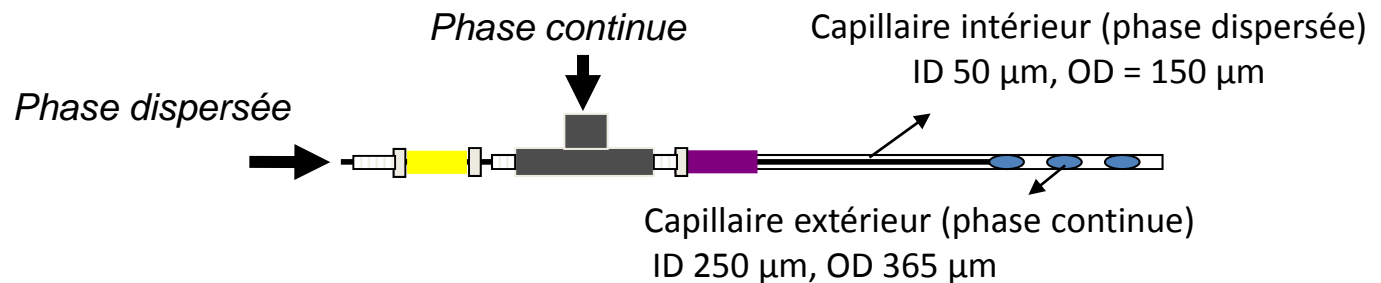
- Ecoulement diphasique (réactions en goutte)

→ analyse des effets et des transferts thermiques



Tice 2004

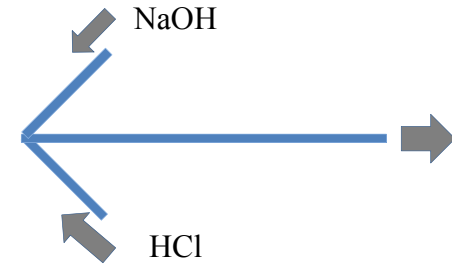
- Microréacteurs sous forme de micro capillaire ($\phi=365\mu\text{m}$)



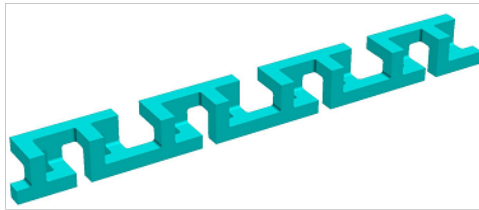
Actions en cours

➤ *Amélioration du mélange jusqu'à l'échelle micro :*

✓ Microcanal Y inversé



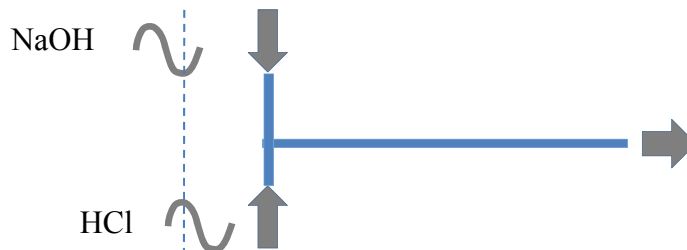
✓ Microcanaux à structure 3D de type Chen & Meiners 2004



(ESPCI 2011, $b=200\mu m$
largeur= $300\mu m$)



✓ Débits variables (déphasage entre débits d'entrées des 2 réactifs)



pousse seringue .
Nemesys





Site web du projet :

<http://www.polytech.univ-nantes.fr/miemuf/>

**PR MIEMUF
(Micro-échangeur multifonctionnel) 2009/2012
Prog. Interdisc. Energie du CNRS**

