



**HAL**  
open science

## Micro-capteur pour la mesure en ligne et en continu de l'encrassement dans les procédés industriels et de traitement de l'eau : Réalisation et caractérisation du microsysteme

Jonathan Crattelet, Luc Fillaudeau, Laurent Auret, Ludovic Salvagnac, Ali Boukabache, Daniel Esteve

### ► To cite this version:

Jonathan Crattelet, Luc Fillaudeau, Laurent Auret, Ludovic Salvagnac, Ali Boukabache, et al.. Micro-capteur pour la mesure en ligne et en continu de l'encrassement dans les procédés industriels et de traitement de l'eau : Réalisation et caractérisation du microsysteme. *Instrumentation Mesure Métrologie*, 2011, 11 (3-4), pp.107-130. hal-02263864

**HAL Id: hal-02263864**

**<https://hal.science/hal-02263864>**

Submitted on 5 Aug 2019

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

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

---

# Micro-capteur pour la mesure en ligne et en continu de l'encrassement dans les procédés industriels et de traitement de l'eau

## Réalisation et caractérisation du microsysteme

Jonathan Crattelet\*\*\*\*\*, Luc Fillaudeau\*\*\*\*\*, Laurent Auret\*, Ludovic Salvagnac, Ali Boukabache et Daniel Estève\*\*\*\*\*

\* Neosens SA

Diapason, Bât. B, rue Jean Bart, BP 57490, F-31674 Labège, France  
jonathan.crattelet@neo-sens.com

\*\* CNRS- LAAS, 7 avenue du colonel Roche, F-31077 Toulouse, France

\*\*\* Université de Toulouse (UPS, INSA, INP, ISAE, UT1, UTM, LAAS)  
F-31077 Toulouse, France

\*\*\*\* Laboratoire d'Ingénierie des Systèmes Biologiques et des Procédés (LISBP)  
CNRS UMR5504/INRA UMR792  
INSA, 135 avenue de Ranguel, F-31077 Toulouse, France

---

*RÉSUMÉ.* Dans les industries de procédés comme les systèmes de refroidissement, les industries agroalimentaires et du papier, les phénomènes d'encrassement sont encore mal connus. Leur détection présente donc des intérêts scientifiques et économiques indéniables. Dans le but de contrôler l'état d'encrassement des équipements, un microsysteme reposant sur un principe thermique a été réalisé. Dans cet article, nous présentons la conception et la réalisation du micro-capteur ainsi que ses caractéristiques métrologiques. Les performances, la taille, les coûts sont améliorés grâce à l'utilisation des technologies microsystemes.

*MOTS-CLÉS:* capteur, MEMS, encrassement, contrôle, mesure thermique.

*ABSTRACT.* In process industries such as cooling systems, food and beverage and pulp and paper, fouling remains a complex and misunderstood phenomena. The detection of fouling is of unquestionable scientific and economic interest. In order to monitor fouling status of equipment, a thermal-based microsystem has been realised. In this paper, conception, realization and characterisation of the micro-sensor are reported. Performances, size, production costs are improved by MEMS technologies.

*KEYWORDS:* : sensor, MEMS, fouling, monitoring, thermal measurement.

---

## **1. Introduction**

Dans les industries de procédés, les opérations de pompage et de transformation sont fondamentales et omniprésentes. Durant ces opérations unitaires (incluant des transferts de chaleur, de matière et de quantités de mouvement), les produits évoluent (réactions chimiques et biochimiques, croissances microbiennes, traitements thermiques, etc.) induisant dans de nombreux cas des phénomènes d'encrassement. La quantification de l'encrassement (organique, minéral ou microbiologique) constitue généralement un verrou scientifique et technologique (Ludensky et al., 2003). Les cinétiques (quelques heures à quelques années) et intensités (quelques micromètres à quelques centimètres) de ces phénomènes sont extrêmement variables d'un procédé à l'autre. Une information sur l'état d'encrassement contribuerait à déceler, suivre et prédire les perturbations et la dégradation des transferts dues à un dépôt mais aussi à réduire la consommation d'énergie et à limiter les rejets dans l'environnement.

L'état de l'art fait état de nombreux dispositifs macroscopiques ou « macro » reposant sur des méthodes variées mais souvent inappropriées au milieu industriel et complexes dans leur mise en œuvre. Des recherches ont conduit à la mise au point d'un capteur d'encrassement basé sur une analyse thermique différentielle et locale. Ce dernier permet le contrôle en continu et en ligne du niveau d'encrassement d'un équipement.

Dans ce travail, nous visons à atteindre plusieurs objectifs à savoir l'amélioration des performances métrologiques du capteur « macro » existant d'une taille de quelques centimètres (série FS pour Fouling Sensor, société Neosens, Labege, France) pour ouvrir de nouveaux champs applicatifs, la réalisation d'une structure intégrée pouvant recevoir de multiples fonctionnalités, l'accès à une version du capteur intégrable et diffusable (réseaux de capteurs communicants, réseaux de surveillance), une augmentation de la capacité de production industrielle et enfin, une diminution des coûts liés à la fabrication du capteur. Pour ce faire, le passage en technologies microsystèmes semble être une option à privilégier. Ce travail s'appuie naturellement sur des travaux antérieurs et les principales phases de recherche ont porté sur la conception, la réalisation et l'intégration d'éléments sensibles sur les bases technologiques des microsystèmes et sur la validation expérimentale du microsystème à l'échelle laboratoire.

## **2. Structure et mode de fonctionnement**

### **2.1. Principales méthodes de suivi de l'encrassement et inconvénients**

Les techniques dont nous disposons à l'heure actuelle sont très variées et basées sur des principes thermique, mécanique, optique, électrique, ultrasonore, rhéologique ou chimique. Elles peuvent reposer sur :

- la détermination de la résistance thermique par des sondes de température (Corrieu et al., 1986) ou des fluxmètres (Jones et al., 1994, Truong et al., 2002, Davies et al. 1997)
- la réduction de la section de passage à cause de l'encrassement, entraînant une perte de charge linéique (Corrieu et al., 1986, Delplace, 1995),
- la pesée des équipements (Lalande et al., 1984, Beuf, 2003)
- la variation des propriétés optiques (Wolf et al., 2002) que l'on peut mesurer par turbidimétrie (Hardy et al., 1985, Van Asselt et al., 2002), spectrophotométrie (Payne et al., 1993, Payne, 1994, Bakke et al., 2001) ou par la mesure de transmission ou réflexion lumineuse (Tamachkiarow et al., 2003),
- la mesure de résistance électrique (Chen et al., 2004), de capacité électrique (Mauricio et al., 2006, Munoz-Berbel et al., 2006) ou une mesure électrochimique (Bressel et al., 2003, Dheilly et al., 2008, Herbert-Guillou et al., 1999),
- la mesure par des méthodes ultrasonores (Gunasekaran et al., 1996, Hay et al., 2003, Lohr et al., 2003, Withers, 1994, Whitters, 1996, Pang et al., 2008, Merheb et al., 2007, Pereira et al., 2006),
- la mesure d'un débit : dans un capteur avec une aspiration de fluide, le débit mesuré est alors fonction de sa distance par rapport à une surface. Cette technique pneumatique permet d'estimer l'épaisseur d'un dépôt (Tuladhar et al., 2000),
- les techniques de comptage direct sur coupons de micro-organismes,
- la mesure de l'activité métabolique d'un biofilm (Majors et al., 2005). Un exemple de technique est la mesure de l'ATP (Ludensky, 2003), fréquemment associée aux biopuces.

L'ensemble des techniques décrites se différencient suivant leur niveau de développement (laboratoire ou industriel), le type d'information fournie (mesure locale ou globale, directe ou indirecte, en ligne ou après un arrêt du procédé) et suivant le type de capteur utilisé (intrusif ou non). Elles présentent cependant plusieurs inconvénients. Elles peuvent être complexes dans leur mise en œuvre et difficilement applicables dans un environnement industriel (pesée des équipements, comptage de micro-organismes, mesures optiques nécessitant des équipements transparents, etc.). Les mesures globales, comme leur nom l'indique, ne permettent pas de connaître précisément le niveau d'encrassement dans les zones critiques (coudes, zone d'échange de chaleur, etc.). Enfin, leur niveau de développement n'est pas encore assez avancé pour une utilisation dans les industries de procédés (mesures acoustiques, mesures de résistance ou de capacité électrique).

Plus précisément, l'utilisation des fluxmètres est très délicate (précision, phénomène d'effet de bord par rapport au flux réel, collage et maintien mécanique du capteur, insertion dans l'équipement) et nécessite un étalonnage très rigoureux et une vérification régulière. Ceci est difficilement compatible avec un contexte procédé industriel. Les techniques électrochimiques sont difficiles à mettre en œuvre

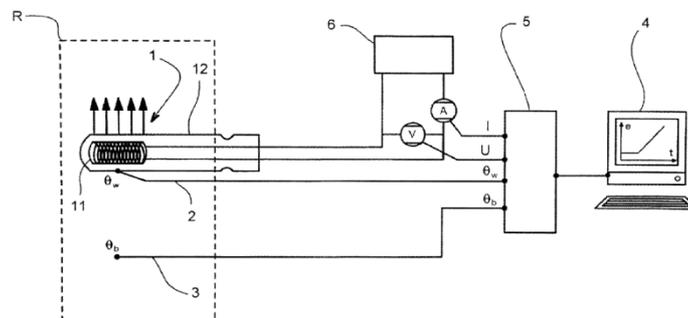
par rapport au placement des électrodes dans une installation. Leur principe de fonctionnement repose sur la consommation et la transformation des électrodes. Se posent alors des problèmes évidents de maintenance, de changement des électrodes et de compatibilité des matériaux avec les normes réglementaires (pour l'industrie agro-alimentaire par exemple). Les techniques thermiques fonctionnant avec une surchauffe pariétale constante peuvent induire, localement, des conditions différentes du reste de la surface de la conduite. Cela peut même être un moteur supplémentaire à l'encrassement.

Nous allons détailler dans la suite le fonctionnement d'un capteur reposant sur un principe thermique, une invention à la base de nos travaux.

## 2.2. L'analyse thermique différentielle

L'information sur l'encrassement doit être obtenue en ligne, en temps réel et de façon non destructive. Le capteur doit être robuste, facile d'utilisation et bon marché. Dans cette perspective, un capteur a été développé et breveté par l'INRA. Il permet de quantifier localement un dépôt en phase de formation ou d'élimination.

La structure et le principe de fonctionnement du capteur sont décrits dans le brevet n°FR2885694 (Fillaudeau et al., 2006). Une licence d'exploitation exclusive a été concédée à la société Neosens (Labege, France). Son principe repose sur une mesure thermique différentielle et locale.



**Figure 1.** Structure et principe du capteur d'encrassement (Fillaudeau et al., 2006). 1 : générateur de chaleur ; 2 : sonde thermique ; 3 : sonde thermique ; 4 : moyen de traitement ; 5 : interface ; 6 : générateur de courant ; 11 : résistance électrique ; 12 : paroi.

Le capteur comprend une résistance en platine qui fait office d'élément chauffant et deux capteurs de température. On utilise, en tant que thermomètres, des thermocouples de type K. Un thermocouple est situé au centre du flux de chaleur généré par l'élément chauffant ; il mesure la température de peau  $T_w$ . Le second

thermocouple est isolé thermiquement du premier afin de mesurer la température du fluide  $T_b$  (Figure 1).

La résistance en platine est connectée à un générateur de courant et la puissance  $P$ , qui est ainsi générée, est calculée et enregistrée tout comme la densité de flux thermique  $\varphi$ . Le mode de fonctionnement permet d'alterner des phases inactives (aucune dissipation de chaleur) et active, et la modulation de la densité de flux en fonction des conditions d'utilisation. En conditions propres, les conditions d'écoulement sont telles que la différence entre les températures de peau et du fluide est maintenue proche de zéro. L'analyse des transferts thermiques au sein de la sonde permet de calculer la résistance thermique de l'encrassement à la surface de l'élément sensible. Si la conductivité thermique du dépôt est connue et la densité de flux adaptée, une estimation de l'épaisseur peut être faite.

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

$$\rho \cdot C_p \cdot \frac{dT}{dt} = \lambda \cdot \Delta T + q \quad [1]$$

$$\text{avec } \Delta T = \frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \cdot \frac{\partial T}{\partial r} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} + \frac{1}{r} \cdot \frac{\partial^2 T}{\partial \alpha^2}$$

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

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

A partir de cette relation, on peut calculer une épaisseur d'encrassement  $e$ . Ce capteur a été testé et validé à différentes échelles : laboratoire, pilote puis industrielle (Crattelet et al., 2008).

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

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

### 2.3. Dispositif microsysteme

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

L'introduction de tels dispositifs dans les industries de procédés doit permettre d'accéder en ligne et en temps réel à des informations nombreuses et pertinentes, et pour ce qui nous concerne, l'état d'encrassement d'un équipement, à des échelles jusqu'ici inaccessibles et de rétroagir dès que cela s'avérera nécessaire. Nous mentionnerons, à titre d'exemple, l'optimisation de l'efficacité des ajouts d'agent chimique dans les circuits d'eau industrielle pour contrôler et/ou éliminer la formation de biofilm.

Nous espérons une résolution en température telle que nous pourrions détecter les premières phases de formation des dépôts et avoir une information sur l'épaisseur proche du micromètre (Tableau 1). Le capteur, par ses dimensions réduites, aura une inertie thermique très faible, ce qui aura pour effet de diminuer le temps de réponse par rapport à la version « macro » existante. Cette réduction de taille induit mécaniquement des coefficients de convection locaux plus élevés ce qui permet de travailler avec des densités de flux imposées plus importantes sans induire de surchauffe pariétale dommageable en conditions propres.

Ainsi, à partir des caractéristiques métrologiques des températures, du contrôle de la densité de flux et de conditions d'écoulement favorables au sein du procédé, une gamme de mesure d'encrassement peut être définie en considérant un encrassement biologique dense et isotrope de type biofilm ( $\lambda = 0,6 \text{ W/(m.K)}$ ). Le Tableau 1 synthétise les performances métrologiques existantes et souhaitées pour la structure microsysteme.

Performances métrologiques	Macrosystème (série FS)	Micro système
Dimension de la zone active [mm <sup>2</sup> ]	100	1
Densité de flux imposée [W/m <sup>2</sup> ]	< 2000	< 10000
Métrologie thermique (Précision)	$\pm 0,2^\circ\text{C}$	$\pm 0,05^\circ\text{C}$
<b>Limites de détection :</b>		
- Température [°C]	$\pm 0,4$	$\pm 0,1$
- Résistance thermique surfacique [K.m <sup>2</sup> /W]	$2,5 \cdot 10^{-4}$	$1,5 \cdot 10^{-5}$
- Epaisseur (biofilm) [µm]	150	5
<b>Limites de quantification (<math>\lambda = 0,6 \text{ W/(m.K)}</math>) :</b>		
- Minimale [µm]	300	20
- Maximale [µm]	3000	1000

Tableau 1. Cahier des charges pour le microsysteme et comparaison de performances avec le capteur « macro » (série FS)

Le capteur aura une géométrie plane (du côté du fluide) et devra être intégré dans un conditionnement adapté aux conditions d'utilisation. Le fonctionnement de la structure microsystème est le même que celui du capteur existant.

Nous nous sommes orientés vers une structure monolithique micro-usinée. La mesure de la température de paroi  $T_w$  se fait au niveau d'une zone de chauffe, en position centrale. La chaleur est générée au niveau de cette partie centrale par un élément chauffant. Un autre élément permet de relever la dérive de la température dans cette zone due à l'augmentation de l'épaisseur de dépôt. La mesure de la température du fluide  $T_b$  se fait sur une partie périphérique isolée thermiquement de la partie centrale par micro-usinage du silicium. Les deux parties sont maintenues solidaires par une membrane isolante. Ce choix est justifié pour les raisons suivantes :

- Le flux thermique est conduit via la structure silicium de la partie centrale directement vers le fluide.
- Le capteur de température de peau mesure la température du bloc central en silicium et est donc directement soumis à l'action du flux thermique.
- Les pertes latérales de chaleur autour de la partie centrale sont réduites à leur minimum puisque tout autour de celle-ci, on trouve un isolant thermique, par exemple de l'air.
- La partie périphérique, en silicium, est solidaire de la partie centrale via une membrane qui de par sa composition et sa très faible épaisseur permettent de limiter le transfert de chaleur d'une partie vers l'autre.

Le principe de fonctionnement est le même que le capteur « macro » (Crattelet et al., 2010). Une puissance connue et constante est injectée au niveau de l'élément chauffant et en mesurant la dérive de la température de peau par rapport à la température du fluide, on obtient une information sur la résistance thermique d'encrassement voire son épaisseur, en continu (Figure 2).

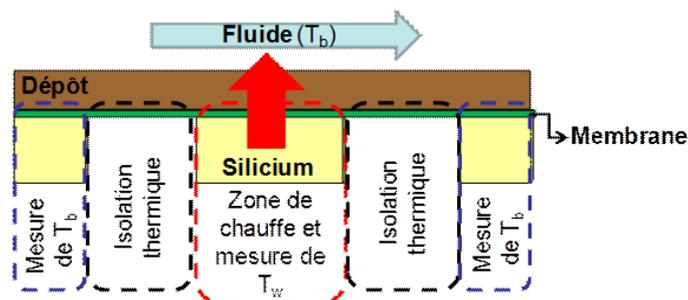


Figure 2. Vue en coupe du micro-capteur

Pour cette configuration plane, la résolution de l'équation de la chaleur nous permet de calculer une valeur pour l'épaisseur d'encrassement :

$$e = \frac{\Delta T \times S \times \lambda}{P} \quad [3]$$

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

### 3. Réalisation technologique

#### 3.1. Description du procédé de fabrication

Le procédé de fabrication est relativement simple et comprend 4 niveaux de masque pour les étapes suivantes : réalisation des éléments sensibles, formation des contacts (2 masques) et réalisation de l'isolation thermique.

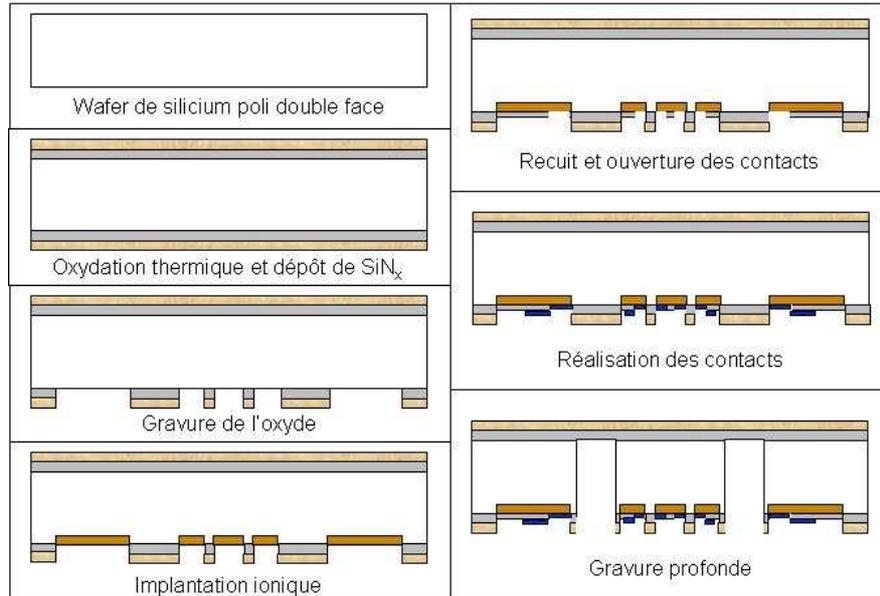
Le procédé de fabrication pour le microsystème est détaillé dans ce qui suit (Figure 3). La membrane est réalisée par une oxydation thermique suivie d'un dépôt de nitrure de silicium SiN<sub>x</sub> par LPCVD sur un wafer de silicium. Des ouvertures sont réalisées dans la bicouche diélectrique sur l'une des faces du wafer. Les éléments sensibles (élément chauffant et capteurs de température) sont réalisés par implantation ionique avec du phosphore, avec trois doses 10<sup>13</sup>, 10<sup>14</sup> et 10<sup>15</sup> cm<sup>-2</sup> à une énergie de 20keV. Après un recuit de redistribution à 1050°C et une ouverture par voie chimique de fenêtres dans l'oxyde formé lors de cette étape, les contacts sont assurés par un dépôt d'aluminium. La dernière étape consiste en la gravure profonde du silicium, autour de ce qui deviendra la partie centrale. L'arrêt de gravure se fait sur l'autre face du wafer grâce à la membrane. Ce sera celle-ci qui sera en contact direct ou indirect par l'intermédiaire d'un matériau d'interface avec le fluide.

Nous détaillons dans ce qui suit les étapes de fabrication les plus importantes.

#### 3.2. Membrane

La membrane utilisée est formée d'une bicouche d'oxyde de silicium et de nitrure de silicium non stœchiométrique dont les épaisseurs sont respectivement de 0,8 μm et 0,6 μm. Elle présente un caractère d'isolant électrique et d'isolant thermique, les conductivités thermiques de l'oxyde de silicium et du nitrure de silicium étant respectivement de 1,4 W/(m.K) et 17 W/(m.K). La membrane a été conçue et réalisée de façon à ne présenter qu'un faible niveau de contraintes résiduelles et à pouvoir ainsi être libérée sur de grandes surfaces. La couche d'oxyde de silicium est réalisée par oxydation thermique et est compressive. Le nitrure de silicium déposé par LPCVD est une couche en tension. Des études ont montré que

leur association permet d'avoir une contrainte résiduelle quasi-nulle et inférieure à 50 MPa (Jugieu, 2005). Les dépôts se font de part et d'autre de la plaque en silicium.



**Figure 3.** Procédé de fabrication du microsystème

### 3.3. Implantation ionique

Pour notre travail, nous nous sommes orientés vers la réalisation d'éléments chauffants et de capteurs de température par implantation ionique du silicium (Crattelet et al., 2009). Les coefficients de température (TCR pour *thermal coefficient of resistance*) sont plus élevés pour les impuretés de type N. C'est pourquoi nous allons choisir un dopage du silicium au phosphore avec des concentrations en dopants allant de  $10^{17}$  à  $10^{19}$   $\text{cm}^{-3}$  soit des doses d'implantation de  $10^{13}$  à  $10^{15}$   $\text{cm}^{-2}$  pour une profondeur de jonction de  $1\mu\text{m}$ .

Les profondeurs de jonction ainsi que les concentrations en dopants en surface sont contrôlées par analyse SIMS (figure 4).

Les TCR mesurées pour la plus faible dose d'implantation sont de  $5000\text{ppm}/^\circ\text{C}$  ce qui est en accord avec les données bibliographiques.

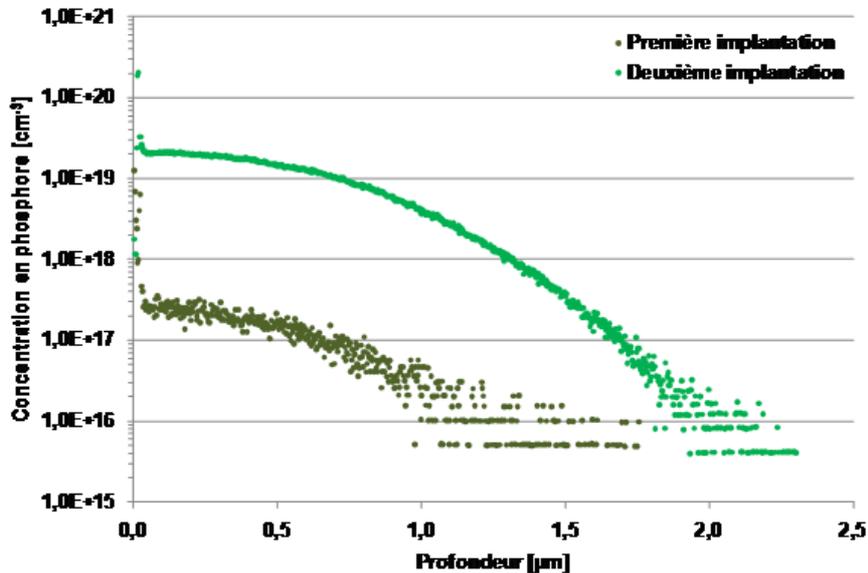


Figure 4. Profil de concentration ( $\text{cm}^{-3}$ ) en phosphore dans le silicium après la première et la seconde implantation.

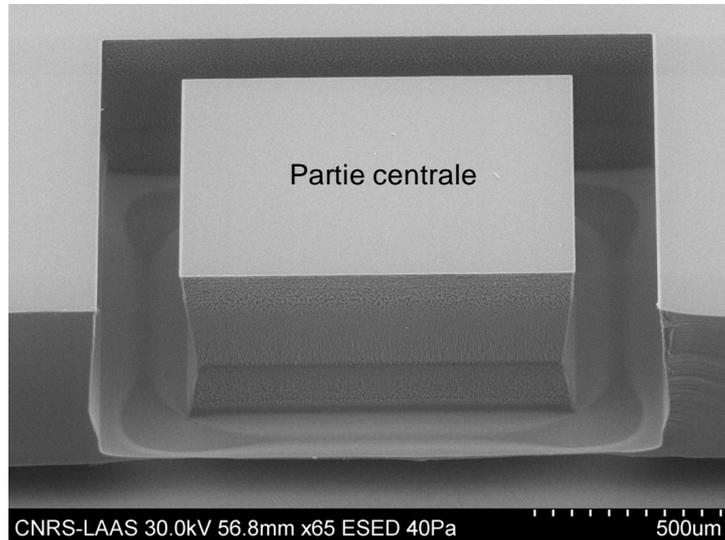
### 3.4. Gravure

L'étape la plus critique de notre fabrication est la gravure profonde du silicium (*DRIE, Deep Reactive Ion Etching*). L'objectif de cette étape est l'isolation thermique de la partie périphérique de la puce par rapport à la partie centrale. Pour ce faire, une gravure est opérée autour du bloc central afin d'éliminer le silicium et de traverser le wafer jusqu'à la membrane qui maintient solidaire la structure complète. Nous avons utilisé un procédé « tripulse » alternant trois étapes successives et répétables :

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

Une particularité de ce procédé, en termes de performances, est la grande vitesse de gravure :  $15 \mu\text{m}/\text{min}$  contre  $2,5 \mu\text{m}/\text{min}$  avec un procédé Bosh plus classique.

Le procédé, dans notre cas, doit permettre la réalisation d'une gravure anisotrope afin d'avoir des flancs droits autour de la partie centrale (figure 5).



**Figure 5.** Observation au microscope électronique à balayage des profils de gravure

### 3.5. Report de puce et assemblage final

L'option envisagée est un report de contact par procédé *flip chip* sur PCB. La technique présente l'avantage de faire le report de tous les contacts simultanément, de façon collective et d'être très reproductible. La solution adoptée est celle du *reflow* de pâte à braser pour minimiser les contraintes appliquées sur la membrane.

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

Deux options sont envisagées :

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

la partie périphérique. On choisit donc de préférence un matériau conducteur thermique de très faible épaisseur.

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

Les tests de performances des puces sont réalisés directement, sans assemblage. Les pistes électriques sur le circuit imprimé étant isolées, l'ensemble puce/PCB est étanche et ne nécessite pas un *packaging* particulier pour les expériences préliminaires en laboratoire qui vont être détaillées dans la suite.

#### 4. Résultats expérimentaux

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

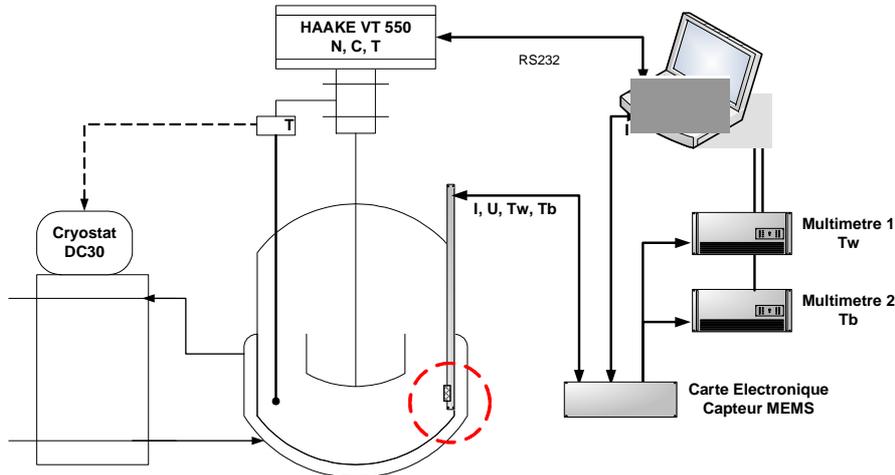
- Des conditions d'écoulement,
- De la densité de flux dissipée,
- De la résistance thermique de l'encrassement.

##### 4.1. Matériel et méthodes

Le dispositif expérimental est représenté sur la figure 6. Il se compose de trois organes principaux : un système d'agitation intégré sur un viscosimètre, une cuve double enveloppe et un cryostat permettant le contrôle de la température.

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

logiciel « *Haake Rheowin Data Manager* » (Thermo Fisher Scientific, v.4.10.00007).



**Figure 6.** Dispositif expérimental pour la caractérisation à l'échelle laboratoire du micro-système (entouré en rouge)

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

Le micro-système est immergé dans la cuve et positionné en paroi au tiers de la hauteur. La température est constante et réglée à  $20,5^\circ\text{C} \pm 0,01^\circ\text{C}$  et le fluide utilisé est de l'eau dont les propriétés thermo-physiques sont connues.

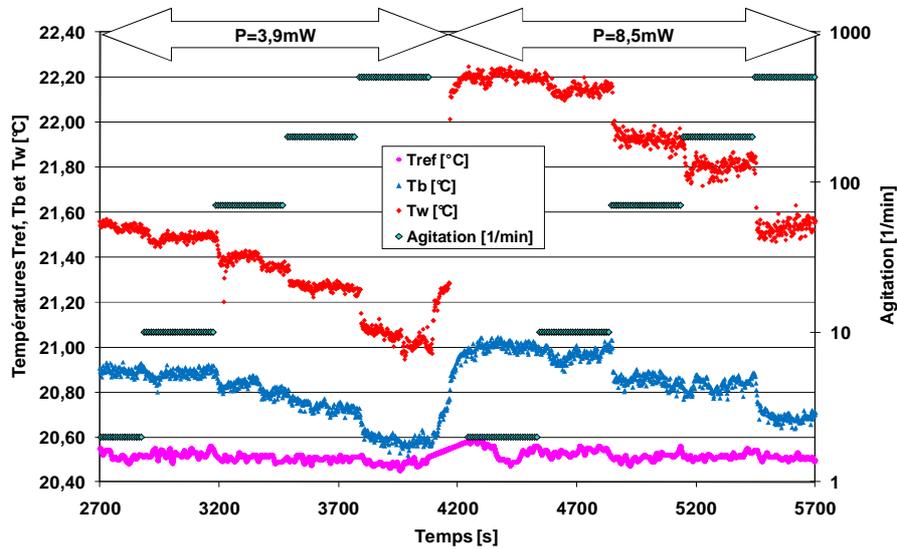
L'encrassement modèle est réalisé à partir d'une résine photosensible en spray (SU-8 MicroSpray™, fabricant MicroChem) donnée pour la réalisation de couches. Les propriétés thermo-physiques de cette résine sont :  $\lambda = 0,2 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ ,  $\rho = 1190 \text{ kg}/\text{m}^3$ ,  $C_p = 1200 \text{ J}/(\text{kg}\cdot\text{K})$  (Roch et al., 2003).

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

En conditions d'encrassement, 4 épaisseurs différentes ont été réalisées. Les tests ont été menés pour différentes conditions d'agitation avec les mêmes vitesses de rotation que précédemment et une puissance dissipée de 8,5mW.

#### 4.2. Etude en conditions propres

En conditions propres, nous avons étudié le comportement du microsysteme en fonction de la puissance dissipée dans l'élément chauffant et des conditions d'écoulement dans le réacteur. La figure 7 illustre les réponses thermiques enregistrées en fonction du temps pour différentes puissances et conditions d'agitation.



**Figure 7.** Evolution des températures,  $T_{ref}$ ,  $T_b$  et  $T_w$  et de la vitesse d'agitation en conditions propres en fonction du temps pour deux densités de flux ( $\phi = 3900$  et  $8500$   $W/m^2$ ) en régime thermique permanent.

##### 4.2.1. Sensibilité, limite de détection (LOD)

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

Le bruit de mesure observé sur  $T_b$  et  $T_w$  suit sans surprise une distribution normale. La sensibilité des capteurs de température, dans nos conditions expérimentales, peut être estimée à partir de la déviation standard en phases active ( $P > 0$  mW) et passive ( $P = 0$  mW). Les déviations standards traduisent un bruit plus

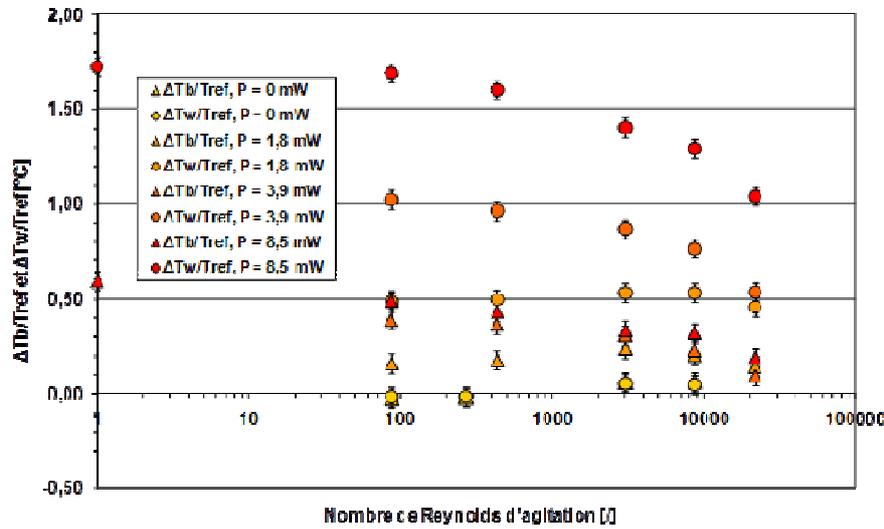
important sur  $T_b$  en mode passif (Tableau 2). En revanche, dès qu'une puissance est dissipée au sein du capteur, le bruit de mesure sur  $T_w$  augmente fortement en lien probable avec un bruit d'origine électrique. Dans nos conditions, nous considérons une LOD égale à 2,58 fois la sensibilité maximale (déviatoin standard), c'est-à-dire  $\pm 0,05^\circ\text{C}$  avec un indice de confiance de 99% pour les capteurs de  $T_w$  et  $T_b$ . En termes de résistance thermique, cela est équivalent à 12 K/W ou une épaisseur de biofilm de 7  $\mu\text{m}$ .

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

**Tableau 2.** Analyse de la déviation standard des mesures de température en modes actif et passif (indépendamment de l'agitation)

4.2.2. Déperdition thermique latérale et coefficient de convection local

La figure 8 démontre qualitativement que les mesures de températures,  $T_b$  et  $T_w$ , sont affectées par la puissance dissipée et les conditions locales d'écoulement.



**Figure 8.** Evolution des différences de température,  $\Delta T_w/T_{ref}$  et  $\Delta T_b/T_{ref}$  en fonction de la puissance dissipée et du nombre de Reynolds d'agitation.

Nos observations sont que :

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

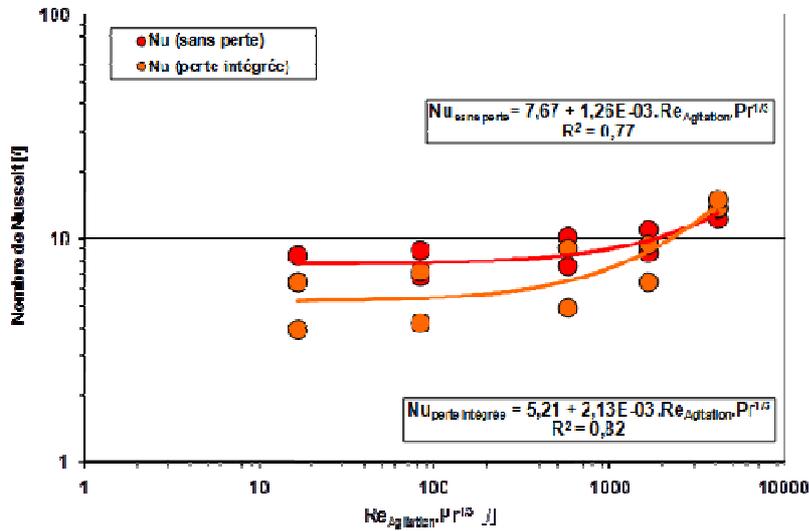
Des simulations numériques des champs de température dans la structure MEMS ont montré que les températures devaient être homogènes au sein des blocs central et périphérique. Nous pouvons alors estimer un coefficient de convection local soit en négligeant les déperditions thermiques latérales à travers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

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

$$\frac{P_{utile}}{P_{total}} = \frac{1}{\left(1 + \frac{S_{périphérique} \cdot \Delta T_b / T_{ref}}{S_{active} \cdot \Delta T_w / T_{ref}}\right)} \quad [4]$$

Le calcul des coefficients de convection maximal (sans perte) et minimal (avec les pertes intégrées) permet d'encadrer le coefficient de convection réel sachant que le MEMS n'est pas parfaitement isolé sur sa face arrière et sur les cotés. L'évolution du ratio des flux utile et nominal, valeurs comprises entre 15 et 30%, met en évidence que les pertes sont très importantes.

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

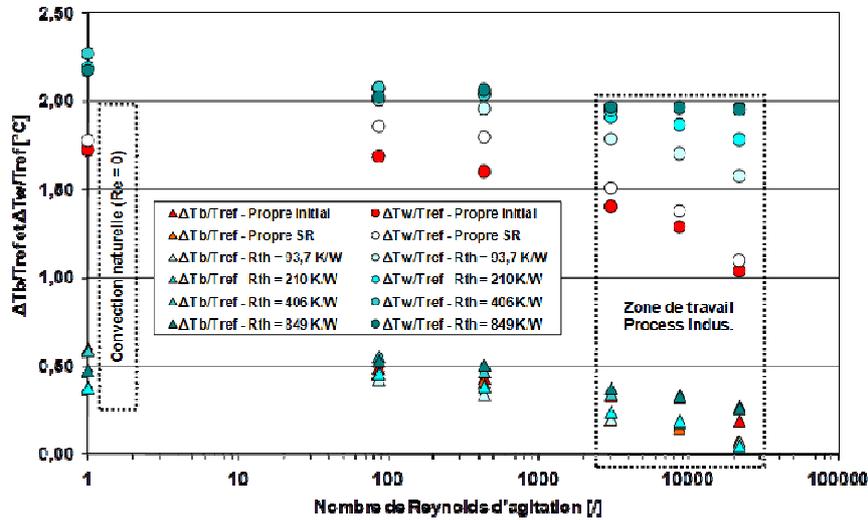


**Figure 9.** Corrélations entre invariants de similitude permettant d'estimer le coefficient de convection local - Evolution du nombre de Nusselt, Nu en fonction du produit  $Re_{Agitation} \cdot Pr^{1/3}$

#### 4.3. Réponse à un encrassement modèle

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

La figure 10 rapporte l'évolution des différences de température de  $T_w$  et  $T_b$  par rapport à la température de référence,  $T_{ref}$  en fonction du nombre de Reynolds d'agitation et de l'encrassement.



**Figure 10.** Evolution des écarts de température,  $T_w$  et  $T_b$  avec la température de référence,  $T_{ref}$  en fonction du nombre de Reynolds et de la résistance d'encrassement ( $\phi = 8500 \text{ W/m}^2$ ). SR: souillure résiduelle

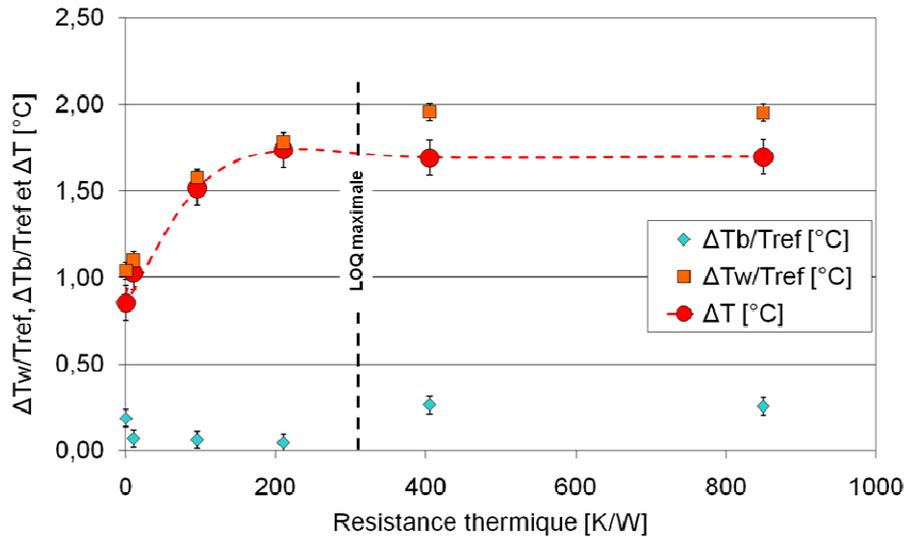
Nos observations et tendances générales sont les suivantes:

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

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

L'objectif technologique est d'utiliser la double métrologie ( $T_w$ ,  $T_b$ ) présente sur le capteur microsystème pour détecter et suivre l'évolution d'encrassement naissant en l'absence de référence thermique externe. La figure 11 compare l'évolution des

différences de température  $\Delta T_w/T_{ref}$ ,  $\Delta T_b/T_{ref}$  et  $\Delta T$  en fonction de la résistance d'encrassement pour un régime d'écoulement turbulent.



**Figure 11.** Evolution des réponses  $\Delta T$ ,  $\Delta T_w/T_{ref}$  et  $\Delta T_b/T_{ref}$  avec la résistance thermique d'encrassement ( $\phi = 8500 \text{ W/m}^2$  -  $Re_{agitation} = 21000$ )

Nous identifions ainsi une zone de travail pour laquelle l'augmentation de la résistance thermique à la surface du microsysteme est mesurable avec une augmentation significative de la surchauffe pariétale. La représentation de la différence de température  $\Delta T$  en fonction de la résistance thermique traduit une gamme entre 0 et 300 K/W (pour  $S = 1 \text{ mm}^2$ ) dans laquelle le capteur peut être utilisé. Dans cette zone, le capteur est sensible à l'augmentation de la résistance thermique à sa surface ; ensuite, la mesure atteint un palier et s'atténue à cause des déperditions thermiques latérales et vers l'arrière du microsysteme.

La limite de quantification maximale peut être définie par une résistance d'encrassement proche de 300 K/W, ce qui équivaut à une épaisseur d'environ 180  $\mu\text{m}$  (pour  $\lambda = 0,6 \text{ W/(m.K)}$ ). Rappelons que la LOD est définie par l'incertitude métrologique dans nos conditions, c'est-à-dire  $\pm 0,1^\circ\text{C}$ , ce qui équivaut à une résistance thermique de 12 K/W et une épaisseur de 7  $\mu\text{m}$  (pour  $\lambda = 0,6 \text{ W/(m.K)}$ ), sous une densité de flux imposée de  $8500 \text{ W/m}^2$ .

La miniaturisation du capteur « macro » en une structure microsysteme a donc eu plusieurs conséquences.

Le capteur microsysteme presente une surface active (zone traversée par le flux de chaleur) de 1 mm<sup>2</sup> contre 70 mm<sup>2</sup> avec le capteur « macro ». Cela se traduit par des coefficients de convection plus importants qui autorisent des densités de flux de travail plus élevées (sans compromettre une faible surchauffe pariétale en condition propre) et conduisant à une augmentation de la sensibilité du capteur. L'utilisation d'une faible surface active permet d'atteindre des nombres de Nusselt plus élevés conformément à la théorie et l'application de densités de flux plus importantes (1600 W/m<sup>2</sup> pour le capteur « macro » et 8500 W/m<sup>2</sup> pour le microsysteme) est alors possible.

La LOD thermique a été abaissée de 0,2°C à 0,05°C. Cette augmentation de la sensibilité résulte directement des choix technologiques adoptés pour la réalisation du microsysteme. La LOD du capteur est ainsi réduite de 0,4°C à 0,1°C.

La LOD en termes de résistance thermique surfacique (ou équivalent en épaisseur d'encrassement) résulte directement de la LOD thermique et des densités de flux appliquées. Ces valeurs passent ainsi de  $2,5 \cdot 10^{-4}$  K.m<sup>2</sup>/W à  $1,2 \cdot 10^{-5}$  K.m<sup>2</sup>/W (ou de 170 μm à 7 μm d'épaisseur de dépôt pour  $\lambda = 0,6$  W/(m.K)) traduisant un facteur d'amélioration supérieur à 20. Nous pouvons ainsi effectuer une détection plus précoce, nous pouvons envisager de détecter les premières étapes de formation d'un biofilm.

La limite de quantification est plus faible. Théoriquement, les modèles du cylindre infiniment long (« macro ») et de la plaque plane infinie (MEMS) traduisent des évolutions respectivement asymptotiques et linéaires de la surchauffe pariétale en fonction de l'encrassement. Les mesures expérimentales s'écartent rapidement de ces deux modèles du fait de l'apparition des effets de bord. Ainsi, les limites de quantification maximales passent de 3 mm à 180 μm. A partir d'un certain seuil, il n'est plus possible de mesurer des variations d'épaisseurs d'encrassement. C'est alors que la structure MEMS et le capteur « macro » apparaissent complémentaires pour couvrir une gamme de mesure de quelques micromètres à plusieurs millimètres.

Dans le même temps, les dimensions réduites de la puce ainsi que le procédé de réalisation collectif qui a été mis au point doivent permettre d'augmenter les capacités de production et d'abaisser les coûts de revient industriels de l'élément sensible.

## 5. Conclusion

Les phénomènes d'encrassement dans les procédés industriels sont des phénomènes complexes et à l'origine de nombreux problèmes techniques, financiers et environnementaux. Les techniques de suivi existantes sont des méthodes généralement globales parfois complexes dans leur mise en œuvre et ne permettent

pas de fournir d'informations dans les zones les plus sensibles à l'encrassement d'un équipement.

Dans le cadre de cet article, nous avons cherché à développer un capteur peu coûteux, sensible à l'encrassement, facilement implantable dans les procédés et permettant de suivre les cinétiques d'encrassement sans avoir une influence sur le procédé ou l'équipement. Cette démarche a conduit à la réalisation d'une structure MEMS originale basée sur une structure monolithique micro-usinée, à l'obtention de coefficient de température élevé grâce à l'utilisation de l'implantation ionique. La structure microsysteme réalisée permet de donner une information en temps réel et en continu sur le degré d'encrassement d'un équipement.

La caractérisation et validation expérimentale du capteur a permis de définir les LOD, LOQmax et temps de réponse mais également de pointer certaines limites, comme l'apparition d'effets de bord et de déperditions thermiques non désirées vers l'arrière du microsysteme notamment. Un travail d'optimisation reste donc à mener.

Cependant, la structure mise au jour permet la détection d'encrassements dont la résistance thermique est très faible. Il est alors envisageable de détecter les premières étapes de formation d'un biofilm (à partir de  $7\mu\text{m}$  d'épaisseur pour de dépôt pour  $\lambda = 0,6 \text{ W}/(\text{m.K})$ ) ou d'évaluer le degré de propreté d'un équipement.

## 6. Nomenclature

<b>Symboles</b>	<b>Grandeurs</b>	<b>Unités</b>
$C_p$	Chaleur spécifique	J/(kg.K)
$D$	Diamètre	m ou pouces
$e$	Épaisseur d'encrassement	m
$H$	Hauteur	m
$h$	Coefficient de transfert par convection	W/(m <sup>2</sup> .K)
$I$	Intensité électrique	A
$L$	Longueur	m
$m$	Couple	N.m
$P$	Puissance	W
$q$	Quantité de chaleur	W
$R_{th}$	Résistance thermique	K/W
$r$	Rayon de la sonde	m
$R$	Résistance électrique	$\Omega$
$S$	Surface	m <sup>2</sup>
$T$	Température	°C ou K
$V$	Tension électrique	V
$v$	Vitesse	m/s
<b>Lettres grecques</b>		
$\Delta$	Ecart	-
$\varphi$	Densité de flux	W/m <sup>2</sup>
$\rho$	Masse volumique	kg/m <sup>3</sup>
$\lambda$	Conductivité thermique	W/(m.K)
<b>Nombres adimensionnels</b>		

<i>Nu</i>	Nombre de Nusselt
<i>Pr</i>	Nombre de Prandtl
<i>Re</i>	Nombre de Reynolds

**Indices**

<i>active</i>	Surface active du capteur
<i>b</i>	Produit ( <i>bulk</i> )
<i>périphérique</i>	Partie périphérique du capteur
<i>ref</i>	référence
<i>w</i>	Paroi ( <i>wall</i> )

**7. Bibliographie**

- Bakke R., Kommedal R. and Kalvenes S., *Quantification of biofilm accumulation by an optical approach*. Journal of Microbiological Methods, 2001. **44**(1): p. 13-26.
- Beuf M., *Conséquence des modifications de surface de l'acier inoxydable sur l'encrassement, le nettoyage et l'hygiène des échangeurs à plaques traitant des produits laitiers*. 2003, Université de Technologie de Compiègne: Compiègne, France.
- Bressel A., Schultze J.W., Khan W., Wolfaardt G.M., Rohns H.P., Irmischer R. and Schoning M.J., *High resolution gravimetric, optical and electrochemical investigations of microbial biofilm formation in aqueous systems*. Electrochimica Acta, 2003. **48**(20-22): p. 3363-3372.
- Chen X.D., Li D.X.Y., Lin S.X.Q. and Ozkan N., *On-line fouling/cleaning detection by measuring electric resistance-equipment development and application to milk fouling detection and chemical cleaning monitoring*. Journal of Food Engineering, 2004. **61**(2): p. 181-189.
- Corrieu G., Lalande M. and Ferret R., *Mesure en ligne de l'encrassement et du nettoyage d'un stérilisateur UHT industriel*. J. Food Eng., 1986. **5**: p. 231-248.
- Crattelet J., Boukabache A., Salvagnac L., Estève D., Fillaudeau L. and Auret L. *Micro-capteur pour la mesure en ligne et en continu de l'encrassement dans les procédés industriels et de traitement de l'eau*. in *5ème Colloque Interdisciplinaire en Instrumentation (C2I 2010)*. 2010. Le Mans, France.
- Crattelet J., Boukabache A., Auret L., Fillaudeau L. and Estève D. *Fouling measurement using a thermal-based microsystem*. in *20th workshop on micromachining, micro mechanics and micro systems (MME 09)*. 2009. Toulouse, France.
- Davies T.J., Henstridge S.C., Gillham C.R. and Wilson D.I., *Investigation of whey protein deposit properties using heat flux sensors*. Food and Bioproducts Processing, 1997. **75**(C2): p. 106-110.
- Delplace F., *Identification des échangeurs de chaleur à plaques. Application à l'étude de l'encrassement par les produits laitiers*. 1995, Université Henri Poincaré: Nancy I, France.
- Dheilly A., Linossier I., Darchen A., Hadjiev D., Corbel C. and Alonso V., *Monitoring of microbial adhesion and biofilm growth using electrochemical impedancemetry*. Applied Microbiology and Biotechnology, 2008. **79**(1): p. 157-164.

- Fillaudeau L., Debreyne P., Cardenas R. and Korolzuck J., *Méthode et système pour la mesure et l'étude de l'encrassement d'un réacteur*. Brevet INRA FR2006/05424, 2006.
- Gunasekaran S. and Ay C., *Milk coagulation cut-time determination using ultrasonics*. Journal of Food Process Engineering, 1996. **19**(1): p. 63-73.
- Hardy J., Fanni J. and Scher J., *Une méthode turbidimétrique de mesure de la coagulation du lait*. Revue Laitière Française, 1985. **441**: p. 13-18.
- Hay T.R. and Rose J.L., *Fouling detection in the food industry using ultrasonic guided waves*. Food Control, 2003. **14**(7): p. 481.
- Herbert-Guillou D., Tribollet B., Festy D. and Kiene L., *In situ detection and characterization of biofilm in waters by electrochemical methods*. Electrochimica Acta, 1999. **45**(7): p. 1067-1075.
- Jones A.D., Ward N.J., Schreier P.J.R. and Fryer P.J. *The use of a heat flux sensor in monitoring fouling*. in *Proceedings of Fouling and Cleaning in Food Processing*. 1994. University of Cambridge (Cambridge, UK).
- Jugieu D., *Conception et réalisation d'une matrice de microéjecteurs thermiques adressables individuellement pour la fonctionnalisation de biopuces*. 2005, Université de Toulouse: Toulouse.
- Lalande M., Tissier J.P. and Corrieu G., *Fouling of a Plate Heat-Exchanger Used in Ultra-High-Temperature Sterilization of Milk*. Journal of Dairy Research, 1984. **51**(4): p. 557-568.
- Lohr K. and Rose J.L., *Ultrasonic guided wave and acoustic impact methods for pipes fouling detection*. J. Food Eng., 2003. **56**: p. 315-324.
- Ludensky M., *Control and monitoring of biofilms in industrial applications*. International Biodeterioration & Biodegradation, 2003. **51**(4): p. 255-263.
- Majors P.D., McLean J.S., Pinchuk G.E., Fredrickson J.K., Gorby Y.A., Minard K.R. and Wind R.A., *NMR methods for in situ biofilm metabolism studies*. Journal of Microbiological Methods, 2005. **62**(3): p. 337-344.
- Mauricio R., Dias C.J. and Santana F., *Monitoring biofilm thickness using a non-destructive, on-line, electrical capacitance technique*. Environmental Monitoring and Assessment, 2006. **119**(1-3): p. 599-607.
- Merheb B., Nassar G., Nongaillard B., Delaplace G. and Leuliet J.C., *Design and performance of a low-frequency non-intrusive acoustic technique for monitoring fouling in plate heat exchangers*. Journal of Food Engineering, 2007. **82**(4): p. 518.
- Munoz-Berbel X., Munoz F.J., Vignes N. and Mas J., *On-chip impedance measurements to monitor biofilm formation in the drinking water distribution network*. Sensors and Actuators B-Chemical, 2006. **118**(1-2): p. 129-134.
- Pang P., Xiao X.L., Cai Q.Y., Yao S.Z. and Grimes C.A., *A wireless magnetoelastic-sensing device for in situ evaluation of Pseudomonas aeruginosa biofilm formation*. Sensors and Actuators B-Chemical, 2008. **133**(2): p. 473-477.
- Payne F.A., Hicks C.L. and Shen P.S., *Predicting Optimal Cutting Time of Coagulating Milk Using Diffuse Reflectance*. Journal of Dairy Science, 1993. **76**(1): p. 48-61.

24 12M – 2011. Instrumentation: du capteur au diagnostic.

- Payne F.A. *Fiber optic diffuse reflectance sensor - An analytical sensor for cheesemaking*, in *Food Processing Automation III Conference*. 1994. Florida: Am. Soc. Agri. Eng.
- Pereira A., Rosmaninho R., Mendes J. and Melo L.F., *Monitoring deposit build-up using a novel mechatronic surface sensor (MSS)*. *Food and bioproducts processing* 2006. **84**(4): p. 366-370.
- Roch L., Bidaud P., Collard D. and Buchaillot L., *Fabrication and characterization of an SU-8 gripper actuated by a shape memory alloy thin film*. *J. Micromech. Microeng.*, 2003. **13**(2): p. 330.
- Tamachkiarow A. and Flemming H.C., *On-line monitoring of biofilm formation in a brewery water pipeline system with a fibre optical device*. *Water Science And Technology*, 2003. **47**(5): p. 19-24.
- Truong T. and Anema S. *The use of heat flux sensor for in-line monitoring of fouling of non-heated surfaces*. in *Proceeding of Fouling and Cleaning in Food Processing*. 2002. University of Cambridge (Cambridge, UK): Belmar-Beiny MT, Fryer PJ, Eds.
- Tuladhar T.R., Paterson W.R., Macleod N. and Wilson D.I., *Development of a novel non-contact proximity gauge for thickness measurement of soft deposits and its application in fouling studies*. *Canadian Journal of Chemical Engineering*, 2000. **78**(5): p. 935-947.
- Van Asselt A.J., Van Houwelingen G. and Giffel M.C.T., *Monitoring system for improving cleaning efficiency of cleaning-in-place processes in dairy environments*. *Food And Bioproducts Processing*, 2002. **80**(C4): p. 276-280.
- Withers P., *Ultrasonic Sensor for the Detection of Fouling in Uht Processing Plants*. *Food Control*, 1994. **5**(2): p. 67-72.
- Withers P.M., *Ultrasonic, acoustic and optical techniques for the non-invasive detection of fouling in food processing equipment*. *Trends in Food Science & Technology*, 1996. **7**(9): p. 293-298.
- Wolf G., Crespo J.G. and Reis M.A.M., *Optical and spectroscopic methods for biofilm examination and monitoring*, in *Reviews in Environmental Science and Biotechnology*, S. Netherlands, Editor. 2002. p. 227-251.