

Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse

Numéro d'ordre : 870

THESE

Pour obtenir le grade de : DOCTEUR DE L'I.N.S.A.T

Discipline : Génie Mécanique

Présenté et soutenue publiquement par

Christine BARROT LATTES

Le 22 Mai 2007

DEVELOPPEMENT DE METHODES EXPERIMENTALES POUR L'ANALYSE DES ECOULEMENTS DE LIQUIDES DANS LES MICROCANAU

JURY

M. Lucien BALDAS	Maître de Conférences à l'INSA de Toulouse	Examineur
M. Stéphane COLIN	Professeur à l'INSA de Toulouse	Directeur
M. Christian DRUON	Professeur à l'Université des Sciences et Technologies de Lille	Rapporteur
Mme. Sylvie LORENTE	Professeur à l'INSA de Toulouse	Présidente
M. Gian-Luca MORINI	Professeur à l'Université de Bologne, Italie	Examineur
M. Lounès TADRIST	Professeur à l'Université de Provence	Rapporteur

Je tiens tout d'abord à remercier le directeur de cette thèse, Stéphane Colin pour la confiance, le temps et la patience qu'il m'a accordés durant ces quatre années. L'aide et les conseils qu'il m'a prodigués tout au long de ce travail m'ont permis de progresser dans le domaine de la recherche scientifique.

J'adresse ma reconnaissance à M. Christian Druon, Professeur à l'Université des Sciences et Techniques de Lille et M. Lounès Tadrist, Professeur à l'Université de Provence qui ont accepté de juger ce travail et d'en être les rapporteurs. Je remercie sincèrement Gian Luca Morini d'avoir fait le déplacement depuis l'Italie et Lucien Baldas d'avoir fait quelques pas pour être les examinateurs de ce travail. Je remercie également Sylvie Lorente d'avoir accepté de présider le jury de thèse.

J'exprime toute mon amitié aux membres de l'équipe MMF pour l'aide qu'ils m'ont apportée et la convivialité qu'ils ont su donner à cette équipe. Je remercie les membres et amis de l'équipe COSAM et ASCOM de m'avoir supporté (malgré eux) lors de mes intrusions dans leur bureau ainsi que pour tous les bons moments passés ensemble. Je remercie les membres du Stokes Research Institute de Limerick de m'avoir si chaleureusement accueilli aussi bien dans le laboratoire que dans leurs foyers.

J'adresse mes remerciements à tout le personnel enseignant et technique du Département de Génie Mécanique de l'INSA pour leur accueil, leur aide et leurs conseils avisés ainsi qu'à tout le personnel du Laboratoire de Génie Mécanique de Toulouse et de la filière Génie Mécanique de l'Université Paul Sabatier pour la sympathie qu'ils m'ont témoignée.

Enfin, je remercie ma famille et belle-famille pour leur compréhension et le soutien qu'elles m'ont fourni tout au long de la réalisation de ces travaux.

Je dédicace cette thèse à Adrien, pour ses encouragements et son aide précieuse, et à Antoine qui a patiemment attendu la fin de ce travail pour se manifester.

Table des matières

NOMENCLATURE	I
INTRODUCTION GENERALE	1
LES MICROSYSTEMES	1
LES MICROSYSTEMES A FLUIDE : QUELQUES APPLICATIONS	1
<i>Le médical</i>	2
<i>Les biotechnologies</i>	3
<i>Le génie chimique et le génie des procédés</i>	4
MATERIAUX ET MICROFABRICATION	6
<i>Techniques de microfabrication dures</i>	6
<i>Techniques de microfabrication douces</i>	10
DEROULEMENT DE L'ETUDE.....	14
CHAPITRE 1 : HYDRODYNAMIQUE DES ECOULEMENTS LIQUIDES DANS LES MICROCANAU	17
1.1. MODELISATION DES ECOULEMENTS	17
1.1.1. <i>Equations générales et hypothèses</i>	17
1.1.2. <i>Modélisation locale des écoulements : expression de la vitesse</i>	19
1.1.3. <i>Nombre de Poiseuille</i>	22
1.2. ETUDES EXPERIMENTALES	26
1.2.1. <i>Expériences menées : études globales d'écoulements</i>	26
1.2.2. <i>Conclusion</i>	33
CHAPITRE 2 : TECHNIQUES EXPERIMENTALES POUR L'ANALYSE DE MICRO-ECOULEMENTS DE LIQUIDES : MESURES EXPERIMENTALES DE MICRO-DEBITS DE LIQUIDE.....	35
2.1. DIFFERENTS SYSTEMES DE MESURE DE DEBITS DANS DES MICROSYSTEMES.....	35
2.1.1. <i>Mesure par pesée de liquide</i>	36
2.1.2. <i>Mesure par déplacement de ménisque</i>	36
2.1.3. <i>Mesure par échange thermique</i>	37
2.1.4. <i>Autre système</i>	38
2.1.5. <i>Mesure de la pression</i>	38
2.1.6. <i>Bilan</i>	39

2.2. DESCRIPTION DU BANC D’ESSAIS EXISTANT	39
2.2.1. <i>Connectique utilisée - Etanchéité</i>	41
2.2.2. <i>Mesure du débit</i>	41
2.2.3. <i>Mesure de la pression</i>	45
2.2.4. <i>Mesure et régulation de la température</i>	46
2.2.5. <i>Acquisition des résultats</i>	47
2.3. ADAPTATION DU BANC D’ESSAIS	47
2.3.1. <i>Système de mise sous pression</i>	48
2.3.2. <i>Connexions - Etanchéité</i>	49
2.3.3. <i>Mesure du débit</i>	50
2.3.4. <i>Mesure de la pression</i>	51
2.3.5. <i>Incertitudes des mesures</i>	52
2.4. EXEMPLES DE MESURES DE MICRODEBITS	55
2.4.1. <i>Etude de microvalves</i>	55
2.4.2. <i>Etude de micropompes à usage médical</i>	60
2.5. CONCLUSION	60
CHAPITRE 3 : MESURE DE VITESSES D’ECOULEMENT DANS DES MICROCANAUX.....	61
3.1. TECHNIQUES VELOCIMETRIQUES (MICRON RESOLUTION VELOCIMETRY TECHNIQUES)	61
3.1.1. <i>Techniques d’imagerie scalaire</i>	61
3.1.2. <i>Techniques d’imagerie de particules</i>	63
3.2. PRESENTATION GENERALE DE LA μ -PIV (ET μ -PTV).....	64
3.3. μ -PIV : PRINCIPES ET SPECIFICITES	65
3.3.1. <i>Principe</i>	65
3.3.2. <i>Système optique : Composants et caractéristiques</i>	66
3.3.3. <i>Ensemencement</i>	72
3.3.4. <i>Acquisition et traitement des images</i>	75
3.4. DIFFERENTES ETUDES MENEES	77
3.4.1. <i>Etude des phénomènes électrocinétiques</i>	78
3.4.2. <i>Etude de la transition</i>	79
3.5. FORCES ET FAIBLESSES DE LA μ -PIV	82
3.5.1. <i>Ensemencement</i>	82
3.5.2. <i>Profondeur de mesure</i>	84
3.5.3. <i>Proximité de la paroi</i>	85
3.5.4. <i>Mesures tridimensionnelles</i>	86
3.6. AMELIORATION PROPOSEE ET RECONSTRUCTION D’UN PROFIL EN 3-D.....	87
3.6.1. <i>Principe de la méthode</i>	87
3.6.2. <i>Paramètres</i>	89
3.6.3. <i>Relation entre vitesse mesurée et vitesse dans l’épaisseur δ</i>	90
3.6.4. <i>Validation de la méthode sur des essais virtuels</i>	91

Table des matières

3.6.5.	<i>Détermination des paramètres Δy_1 et Δy</i>	98
3.7.	ETUDE EXPERIMENTALE D'UN ECOULEMENT 2-D PAR μ -PIV	101
3.7.1.	<i>Dispositif expérimental</i>	101
3.7.2.	<i>Résultats obtenus avec un traitement conventionnel des données</i>	105
3.7.3.	<i>Application et limites actuelles de la méthode à des essais expérimentaux réels</i>	109
3.8.	CONCLUSIONS	113
 CHAPITRE 4 :MICRO ECOULEMENTS GENERES PAR UN GRADIENT DE PRESSION : LIMITES DE LA LOI DE POISEUILLE		115
4.1.	EFFETS ELECTRIQUES.....	116
4.1.1.	<i>Origine du chargement de surface</i>	116
4.1.2.	<i>Schématisation de la DCE</i>	116
4.1.3.	<i>Modélisation de la DCE</i>	120
4.1.4.	<i>Effets électrocinétiques</i>	136
4.1.5.	<i>Études d'écoulements générés par un gradient de pression : influence de la DCE</i>	138
4.1.6.	<i>Etude de l'électroosmose dans des réseaux dendritiques</i>	150
4.2.	DISSIPATION VISQUEUSE.....	162
4.2.1.	<i>Principales études menées dans la littérature</i>	162
4.2.2.	<i>Modèles et hypothèses</i>	165
4.2.3.	<i>Modèle numérique</i>	178
4.2.4.	<i>Expériences menées</i>	183
4.2.5.	<i>Conclusion</i>	186
4.3.	DEFORMATION DU SU-8	187
4.3.1.	<i>Modélisation par éléments finis</i>	188
4.3.2.	<i>Etude de l'écoulement de fluide et corrélation avec le modèle par éléments finis</i>	196
 CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES.....		201
 ANNEXE.....		205
 REFERENCES		207
 LISTE DES TRAVAUX PUBLIES.....		217

Nomenclature

1.Lettres latines

<u>Symbole</u>	<u>Dénomination</u>	<u>Unité</u>
a	Demi-profondeur de canal Rayon (canaux de section circulaire)	m
b	Demi-largeur de canal	m
c_0	Concentration molaire	mol.m ⁻³
c_p	Capacité thermique à pression constante	J.kg ⁻¹ .K
C	Concentration volumique de particules	
C_s	Rapport de section (Hess-Murray)	
d_p	Diamètre de la particule	m
D_f	Déplacement (signal sinusoïdal de fréquence f)	m
D	Diamètre	m
e	Energie dissipée par unité de masse	J.kg ⁻¹
e_p	Distance de résolution sur un détecteur (distance entre deux pixels sur une caméra CCD)	
e_{ps}	Epaisseur de paroi supérieure d'un microcanal	m
E	Module d'Young	Pa
E'	Module élastique	Pa
E''	Module visqueux	Pa
E_s	Potentiel d'écoulement	V
ΔE	Différence de potentiel	V
\vec{f}	Résultante des forces extérieures massiques s'exerçant sur le fluide	N.kg ⁻¹
F_f	Force résultante (signal sinusoïdal de fréquence f)	N
g	Rapport de débit	
h	Coefficient d'échange convectif	J. K ⁻¹
I_s, I_c	Courants d'écoulement et de conduction	A
k	Conductivité thermique	J. K ⁻¹ .m ⁻¹
K	Raideur	N.m ⁻¹
l	Longueur du canal	m
L_e	Longueur d'établissement	m

Nomenclature

M	Grandissement du système optique	
n_i	Indice de réfraction du fluide immergeant la lentille	
n_0	Concentration initiale en ions	m^{-3}
n^+, n^-	Concentration en ions positifs ou négatifs	m^{-3}
NA	Ouverture numérique de la lentille	
P_s	Périmètre mouillé du canal	m
P	Pression	Pa
ΔP	Différence de pression	Pa
Po	Nombre de Poiseuille	
Po^*	Nombre de Poiseuille adimensionné	
Q	Débit	$m^3.s^{-1}$
Q'	Débit par unité de longueur	$m^2.s^{-1}$
r^*	Rapport de forme	
R_h	Résistance hydraulique	$Pa.s.m^{-3}$
R_t	Résistance thermique	$K.J^{-1}.m^{-2}$
R_m	Résolution du microscope	m
S	Aire de la section du canal	m^2
t	Temps	s
Δt	Intervalle de temps	s
T	Température	K
u_{moy}	Vitesse moyenne débitante	$m.s^{-1}$
$\overline{u_z}$	Vitesse adimensionnée dans le canal	
V	Volume	m^3
V_0	Vitesse de référence	$m.s^{-1}$
$\vec{u} = (u_x, u_y, u_z)$	Vitesse locale et ses composantes dans le repère cartésien	$m.s^{-1}$
$\overline{V_e^i}$	Vitesse pondérée au niveau du point médian de l'épaisseur δ'	$m.s^{-1}$
$\overline{V_p^i}$	Vitesse traitée du fluide	$m.s^{-1}$
$\overline{V_r^i}$	Vitesse brute du fluide, obtenue après post-traitement des mesures	$m.s^{-1}$
w	Déformée	m

Nomenclature

w_0	Déformée initiale	m
x, y, z	Coordonnées cartésiennes	
$\vec{\Delta x}$	Déplacement	m
Δy	Épaisseur du plan focal ou profondeur de mesure	m
Δy_1	Distance paroi du canal	m
Δy_c	Profondeur de champ	m
$z (z^+ \text{ et } z^-)$	Valence d'ion (positif et négatif)	

2.Lettres grecques

<u>Symbole</u>	<u>Dénomination</u>	<u>Unité</u>
α	Diffusivité thermique du matériau	$\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$
δ	Déplacement microscope	
δ'	Définis tels que : $k\delta + \delta' = \Delta Z$	m
ε_r	Permittivité relative du milieu	
ϕ	Flux thermique	W
η	Viscosité de volume	Pa.s
φ	Densité de flux thermique	$\text{W} \cdot \text{m}^{-2}$
φ_p	Densité de flux thermique à la paroi	$\text{W} \cdot \text{m}^{-2}$
λ	Longueur d'onde de la lumière	m
λ_b	Conductivité du volume du fluide	$\Omega^{-1} \text{ m}^{-1}$
$\lambda_D = \kappa^{-1}$	Épaisseur de la DCE (longueur de Debye)	m
λ_s	Conductance de la surface du canal	Ω^{-1}
λ_0	Longueur d'onde de la lumière dans le vide vue par le système optique, $\lambda_0 = n_i \lambda$	m
$\mu\phi$	Puissance dissipée par viscosité par unité de volume	$\text{W} \cdot \text{m}^{-3}$
μ	Viscosité dynamique	Pa.s
μ_a	Viscosité apparente	Pa.s
θ	Angle de correction de la lentille	
ρ	Masse volumique	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$
ρ_E	Densité volumique de charge	$\text{C} \cdot \text{m}^{-3}$
σ	Tenseur des contraintes	Pa
σ_0	Densité de charge de surface	$\text{C} \cdot \text{m}^{-2}$

5. Nombre adimensionnels

<u>Symbole</u>	<u>Dénomination</u>	<u>Valeur</u>
E_c	Nombre d'Eckert	$E_c = \frac{u_{moy}}{2c_p T}$
N_u	Nombre de Nusselt	$N_u = \frac{hD_H}{k}$
P_r	Nombre de Prandtl	$P_r = \frac{\mu c_p}{k}$
Re	Nombre de Reynolds	$Re = \frac{\rho u_{moy} D_H}{\mu}$
Re_c	Nombre de Reynolds critique	
f	Coefficient de frottement (coefficient de Darcy)	$f = \frac{2\tau_m}{\rho u_m^2}$
Vi	Nombre de viscosité	$Vi = \frac{\mu u_{moy}^2 l}{\rho u_{moy} c_p T_{ref} D^2}$

Nomenclature

τ_m	Contrainte tangentielle moyenne au niveau de la paroi	Pa
ϑ	Porosité du matériau	
ψ_0	Potentiel de surface	V
ψ	Potentiel électrique en un point quelconque de la DCE	V
ζ	Potentiel zêta	V

3.Indices

<u>Symbole</u>	<u>Dénomination</u>
<i>c</i>	Commande
<i>cond</i>	Conductif
<i>conv</i>	Convectif
<i>e</i>	Electro-osmotique
<i>exp</i>	Expérimental
<i>h</i>	Hydraulique
<i>i, j</i>	Indices itératifs
<i>moy</i>	Valeur moyenne
<i>obj</i>	Valeur caractéristique de l'objectif
<i>p</i>	Valeur à la paroi
<i>s</i>	Valeur à la surface
<i>ref</i>	Valeur de référence
<i>réseau</i>	Valeur relative au réseau
<i>t</i>	Thermique
<i>th</i>	Théorique

4.Constantes universelles

<u>Symbole</u>	<u>Dénomination</u>	<u>Valeur</u>
<i>e</i>	Charge d'un électron	$1,6021 \cdot 10^{-19} \text{C}$
<i>k_b</i>	Constante de Boltzmann	$1,3805 \cdot 10^{-23} \text{J mol}^{-1} \text{K}^{-1}$
ε_0	Permittivité du vide	$8,854 \cdot 10^{-12} \text{C V}^{-1} \text{m}^{-1}$
N_a	Constante d'Avogadro	$6,23 \cdot 10^{23} \text{mol}^{-1}$

Introduction générale

Afin de situer le contexte du travail qui est développé dans ce mémoire, nous consacrons ces premières pages aux systèmes microfluidiques et à quelques unes de leurs applications concernant le transport des liquides. Les principaux matériaux et procédés de fabrication des microcanaux utilisés lors nos travaux expérimentaux sont ensuite succinctement présentés.

Les microsystemes

Depuis la création au 17^{ème} siècle du microscope, l'accès au monde sub-millimétrique a été ouvert. Au 20^{ème} siècle, grâce aux progrès technologiques, de nombreux défis dans le domaine de la miniaturisation ont été relevés. La micro-électronique et les techniques de fabrication qu'elle a permis de développer sont à l'origine de cette évolution. Depuis 1960, la taille d'un transistor a diminué d'un facteur 10 000 : en 1958, leur taille est de l'ordre du cm^3 , en 1964, ils atteignent la taille d'un grain de sel. Aujourd'hui, un circuit intégré est un morceau de plaque de silicium de 10 à 300 mm^2 pouvant comporter plusieurs dizaines de millions de composants. Les progrès technologiques accomplis permettent désormais de créer des systèmes extrêmement petits dans des domaines d'applications très variés allant de la micromécanique à la biologie. La réduction du volume physique des systèmes micro-électromécaniques (MEMS) a non seulement permis un gain de place et de poids mais aussi une réduction des coûts, une augmentation des performances des dispositifs et une rapidité de calcul permettant de mettre à la disposition des chercheurs et des ingénieurs des outils de plus en plus performants.

Les microsystemes à fluide : quelques applications

Parmi tous les microsystemes, on trouve les microsystemes à fluide qui sont des dispositifs utilisant ou véhiculant des fluides liquides ou gazeux. Permettant d'envisager le transport et la manipulation de nanolitres de fluide dans des canaux de la taille d'un cheveu, la microfluidique est, depuis les années 1990, une discipline en plein essor trouvant de nombreuses applications dans des domaines très variés [Erickson et Li, 2004]. Quelques domaines d'applications basés sur des exemples utilisant spécialement le transport de liquides sont cités par la suite.

Le médical

Les μ TAS (Micro Total Analysing Systems) apparus dans les années 1990 [Manz *et al.*, 1990] sont des microsystèmes à vocation biomédicale pouvant s'implanter dans le corps humain. A terme ces systèmes permettront d'administrer la dose de médicament nécessaire après une analyse faite *in vivo* sur le patient. Debiotech SA développe actuellement une pompe implantable, la « Implatable Nanopump »TM permettant de délivrer des médicaments à un débit allant de 0 à $100\mu\text{l.h}^{-1}$. (Figure 1).

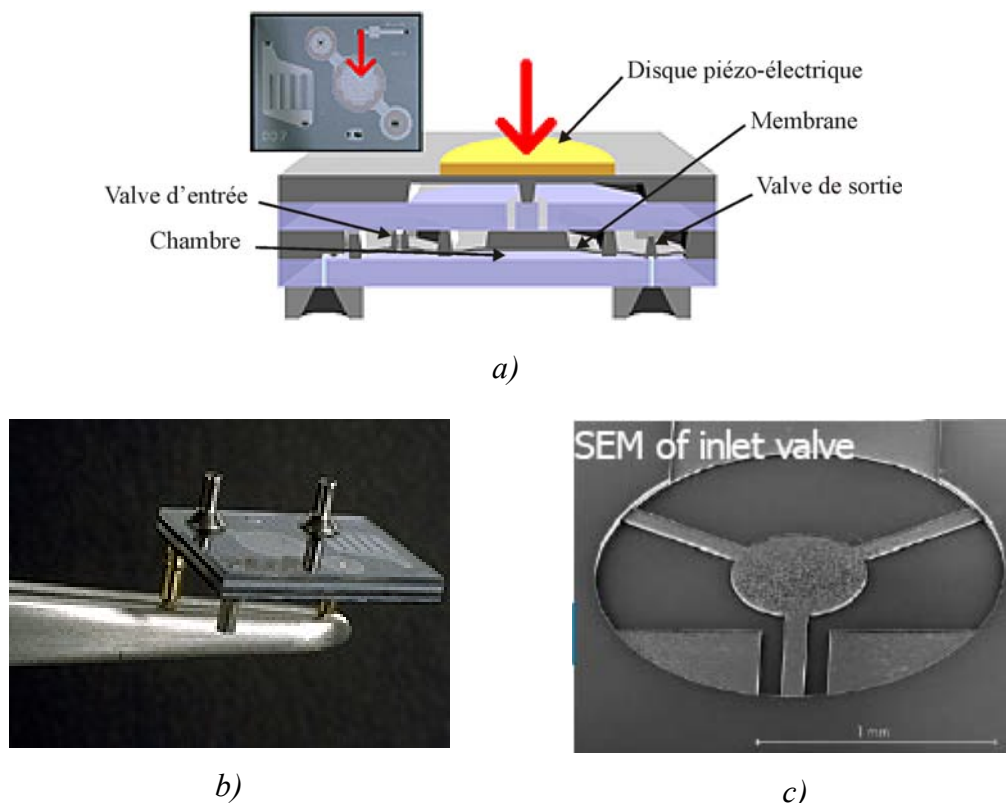


Figure 1 : Pompe en silicium permettant la délivrance contrôlée de médicaments. [Debiotech SA, 2004]

a) Schéma de principe, b) Photo de la pompe, c) Détail de la valve d'entrée

Sans être d'une taille inférieure au millimètre, les micropompes à insuline deviennent de plus en plus courantes et compactes afin de permettre aux usagers d'être autonomes. Elles font intervenir des éléments micrométriques comme des cathéters venant s'implanter dans le corps. Certaines commencent à s'équiper d'outils de diagnostic permettant de gérer le débit d'insuline à distribuer en fonction du besoin du patient. A terme, l'idée des diabétologues et plus généralement des chercheurs est de fabriquer un injecteur d'insuline implantable sur le corps humain et régulé

automatiquement en fonction du taux de glycémie. Autrement dit un vrai pancréas artificiel. Un tel système est encore en phase de test. Le premier prototype de « pancréas artificiel » a été implanté dans un patient en 2000. Il comprend les deux appareils : un détecteur du niveau de sucre sanguin (glucomètre) et une pompe à insuline. A ce stade de l'essai, les deux appareils ne sont pas encore reliés ; les mesures du capteur sont affichées sur un cadran externe et la pompe est actionnée par télécommande. Si les essais sont concluants, les deux systèmes pourront alors être reliés.

Les biotechnologies

Les « lab-on-chip », laboratoires miniatures, permettent d'analyser, séparer, détecter ou répliquer. Ces systèmes promettent de révolutionner les biotechnologies en permettant, par exemple, de diviser une petite goutte de sang en mille microgouttes pour faire mille analyses biologiques en parallèle. Ceci remplacerait les méthodes actuelles qui demandent des quantités beaucoup plus grandes et des temps de réaction plus longs.

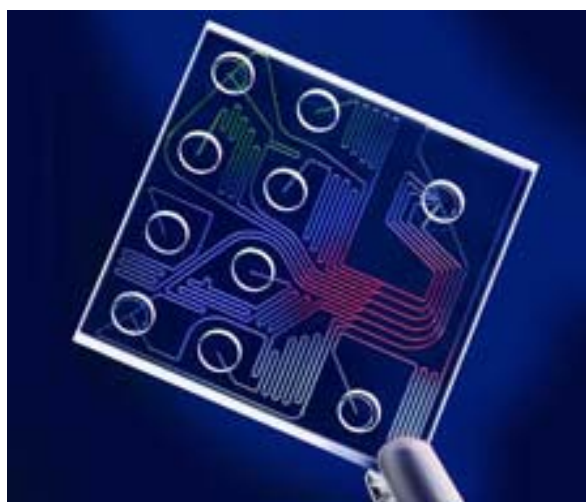


Figure 2 : Lab-on-a-chip [Agilent Technologies, 2006]

Par exemple, les puces réalisant une Amplification en Chaîne par Polymérase (ACP) (Figure 3), sont en plein essor. Cette technique permet de répliquer massivement une séquence d'ADN à partir d'une très faible quantité initiale afin de détecter, par exemple, des anomalies génétiques. L'ordre de grandeur à retenir est celui du million de copies (30 cycles) en 30 minutes.

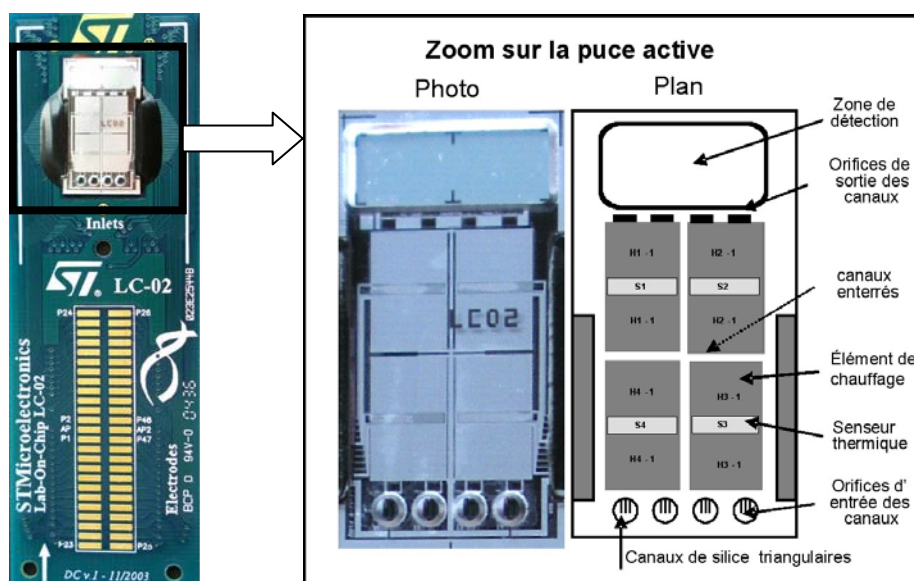


Figure 3 : Photo et schéma de principe d'une puce pour l'analyse et la répllication d'ADN pour la détection de *Streptococcus pneumoniae* [ST-Microelectronics et CEA]

Le génie chimique et le génie des procédés

Les petites quantités mises en jeu permettent de mieux contrôler certaines réactions chimiques rendant la maîtrise du risque plus facile. Les microréacteurs peuvent alors être de simples gouttes. Un travail sur la géométrie des microcanaux permet de créer ces gouttes (Figure 4), de les scinder (Figure 5), de les convoier ou de mélanger leur contenu (Figure 6).

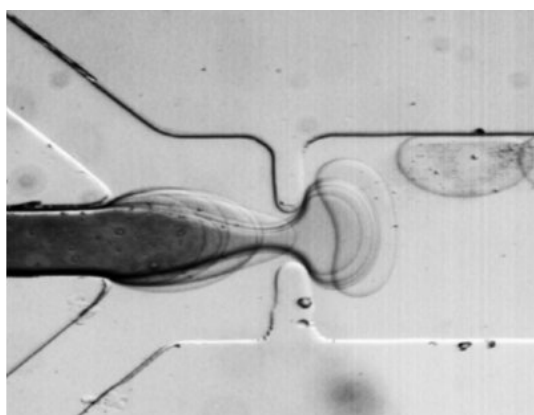


Figure 4 : Formation de gouttes d'eau dans de l'huile dans un microcanal. La taille typique d'une goutte est de 1 nanolitre (10^{-9} l), avec des variations de taille inférieures à 5 %. Cette superposition d'images permet de visualiser les différentes étapes du détachement [LadHyX, 2005]

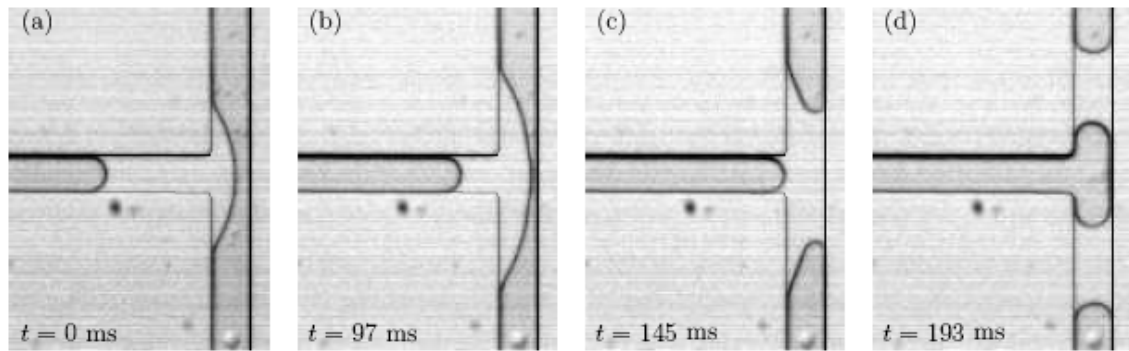


Figure 5 : Séquence d'une scission de goutte dans une jonction en T donnant lieu à la formation de gouttes symétriques dans les branches de sortie
[Ody et al., 2006]

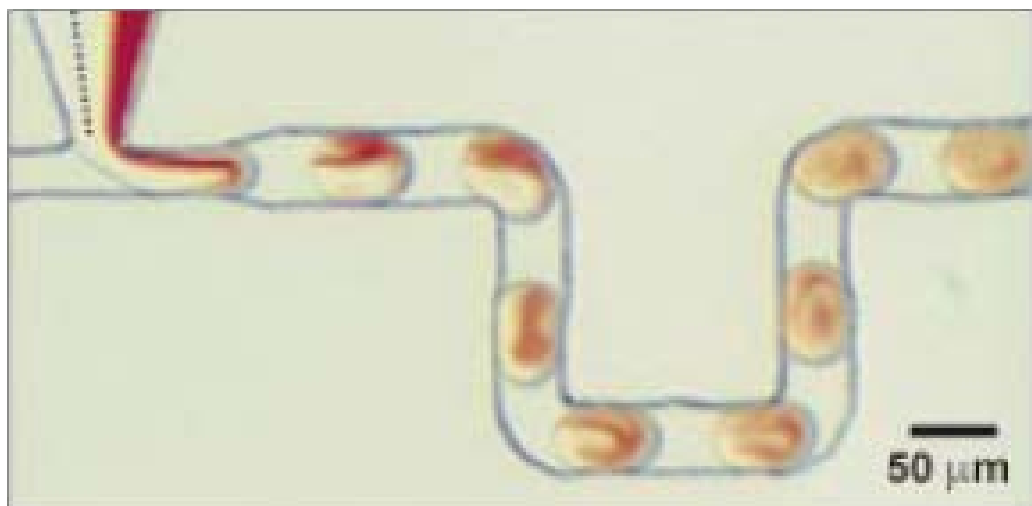


Figure 6 : Mélange au sein de gouttes par advection chaotique
[Song et al., 2003]

Matériaux et microfabrication

Les techniques de fabrication des microsystèmes découlent directement de celles développées pour la microélectronique dans les années 70. Le matériau principal utilisé initialement est le silicium, que des méthodes de gravure et de collage permettent de mettre en forme afin d'obtenir des microsystèmes à fluide de géométries diverses. Ces méthodes sont regroupées sous le nom de méthodes *dures* par référence aux matériaux utilisés (verre et silicium). Depuis une quinzaine d'années un bon nombre de polymères est apparu, donnant naissance à des méthodes de microfabrication dites *douces* [Becker et Gärtner, 2000].

Dans cette partie sont présentées les principales techniques de fabrication des microsystèmes en se limitant à celles utilisées lors de ce travail. Des techniques complémentaires sont recensées dans les travaux d'Abgrall [Abgrall, 2006] et de Thuillier [Thuillier, 2006] pour les polymères.

Techniques de microfabrication dures

La lithographie [Danel et Camon, 1994]

Cette technique consiste à dupliquer une forme donnée par un masque sur un substrat. Chaque matériau nécessite un procédé particulier mais le principe général reste le même dans chaque cas. Les principales étapes sont montrées dans la Figure 7. La première consiste à déposer une couche protectrice sur le substrat (1). La résine photosensible est ensuite déposée par centrifugation (2). L'utilisation de la tournette permet d'obtenir une couche de résine d'épaisseur régulière. Cette épaisseur dépend de la vitesse de rotation et de la viscosité de la résine. Ensuite, un masque opaque est déposé sur le substrat puis insolé par des rayons ultraviolets (3). Deux types de résines existent :

- Les résines positives : elles sont dégradées par l'insolation ; ainsi les structures obtenues sont celles qui ont été protégées par le masque.
- Les résines négatives (telles que la SU8) : l'insolation provoque la réticulation de ce type de résine. Les parties qui resteront après le développement seront celles complémentaires au masque.

La dernière étape est le développement (4) ; suivant le type de résine, un produit chimique adapté dissout les parties insolées ou non.

Le motif ainsi révélé permet alors de graver des couches inférieures suivant des techniques expliquées par la suite. La résolution d'un tel procédé est limitée par la précision du masque (de l'ordre de $1\mu\text{m}$) et par l'épaisseur de résine déposée.

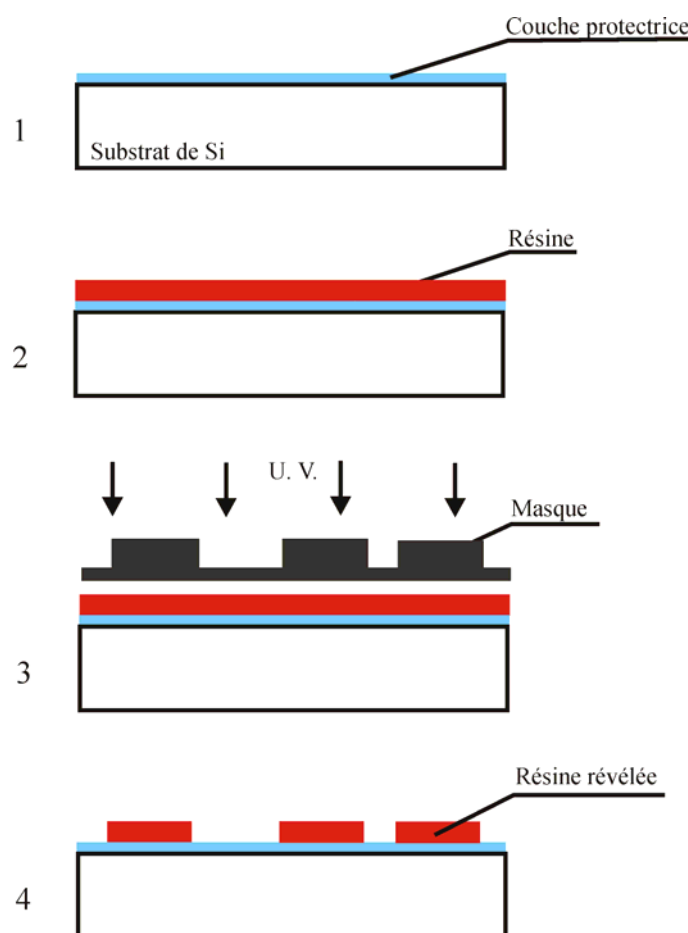


Figure 7 : Principales étapes de la lithographie

La gravure

Les techniques de gravures consistent à creuser chimiquement ou physiquement un substrat après l'étape de photolithographie. Il existe plusieurs types de gravure qui utilisent la voie chimique pour laquelle le substrat est immergé dans une solution chimique ou la voie sèche qui consiste à venir l'attaquer par un plasma ionique.

La gravure par voie chimique (gravure humide)

Selon l'agent chimique utilisé, la gravure peut être isotrope ou anisotrope.

- Gravure isotrope : les agents acides (par exemple, une solution d'acide chlorhydrique, fluorhydrique et acétique) réagissent sur le substrat (silicium) de la même façon dans toutes les directions à la même vitesse, formant des cavités dont les contours sont arrondis. L'inconvénient d'une telle technique est la difficulté de contrôler exactement le profil. En effet, une partie du substrat étant sous le masque peut être gravée et selon que le bain est agité ou non, les formes peuvent être légèrement différentes (Figure 8).

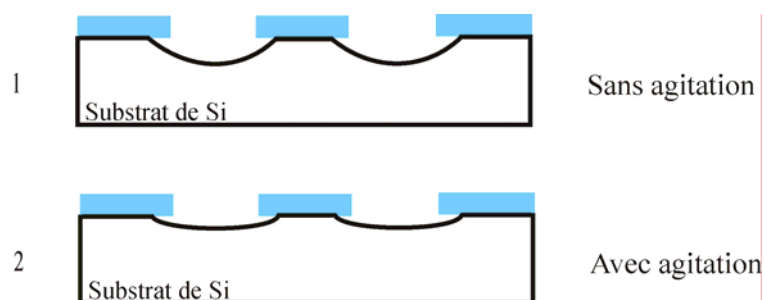


Figure 8 : Profils obtenus par gravure isotrope

- Gravure anisotrope : la solution d'attaque est généralement de l'hydroxyde de potassium (KOH). On parle d'anisotropie car la forme du canal dépend du plan d'orientation du substrat de silicium (cristal cubique à face centrée). Grâce à ce procédé, il est possible de contrôler des profils (Figure 9).

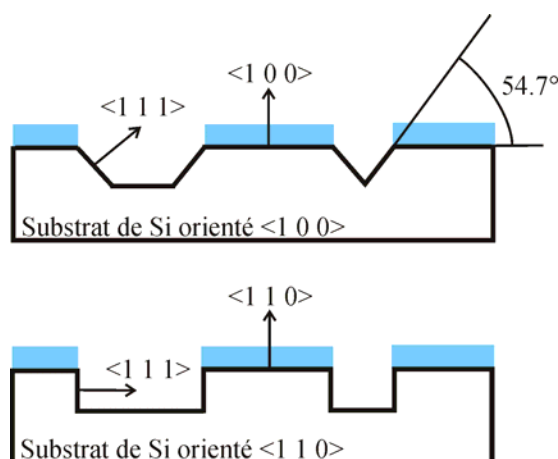


Figure 9 : Profils obtenus par gravure anisotrope

La gravure par voie sèche

Cette technique de gravure consiste à venir bombarder le substrat par des ions. La technique la plus courante utilise du plasma, gaz constitué d'ions négatifs et positifs en quantité égale. Les atomes de silicium présents dans les parties non recouvertes de la couche protectrice sont arrachés. La DRIE (Deep Reactive Ion Etching) est une méthode améliorée de gravure sèche qui permet d'avoir des vitesses de gravure beaucoup plus importantes. Afin d'augmenter la vitesse de gravure, les ions utilisés réagissent avec le matériau constituant le substrat et le plasma est créé entre deux électrodes. La gravure se produisant au niveau du substrat est issue de deux phénomènes :

- l'attaque chimique isotrope des espèces réactives,
- le bombardement chimique du substrat (gravure anisotrope).

L'intérêt d'une telle technique est qu'il est possible d'obtenir des profils à flancs verticaux sur une grande profondeur et des géométries complexes.

Le collage

Le collage par fusion atomique

Après nettoyage et polissage, les deux substrats sont mis en contact puis portés à très haute température (température de transition vitreuse des substrats en contact).

Le collage anodique

Le wafer de silicium et un wafer de verre ou également de silicium sont mis en contact puis chauffés à une température de 400°C. Le collage anodique consiste alors à appliquer une différence de potentiel importante entre les deux substrats (plusieurs centaines de volts). Les ions vont alors migrer d'une plaque à l'autre réalisant un collage de très grande qualité pouvant résister à des pressions de plusieurs dizaines de bars.

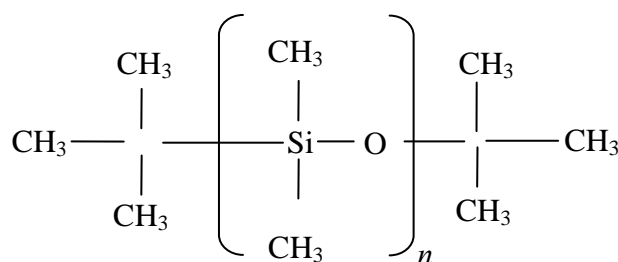
Techniques de microfabrication douces

Les techniques de microfabrication douces sont celles qui s'appliquent aux polymères. Elles se basent sur le principe du moulage par coulage puis par réticulation d'un élastomère (PDMS) ou du matriçage à chaud pour les polymères thermoplastiques. Nous présentons ici le procédé d'obtention de microcanaux en PDMS utilisés dans ce travail de recherche.

Le PDMS (Polydimethylsiloxane)

Le PDMS est le polymère le plus fréquemment utilisé pour des systèmes microfluidiques [Duffy *et al.*, 1998]. Il présente de nombreux avantages qui en ont fait un matériau très répandu pour la fabrication de microsystèmes. Il est notamment très utilisé en chimie et biotechnologie de par sa bonne compatibilité chimique, son faible coût et une technique fabrication par moulage de rapide et simple [Mata *et al.*, 2005]. Pour l'étude de micro-écoulements, il est intéressant car il possède de bonnes caractéristiques optiques permettant de visualiser les écoulements.

C'est un matériau silicone dont la formule chimique se présente sous la forme suivante :



où n dépend du degré de réticulation.

Non réticulé, il se présente sous la forme d'un liquide visqueux et transparent en deux composants : le prépolymère et l'agent réticulant. Deux types de PDMS thermoréticulables existent principalement sur le marché, dont les caractéristiques sont similaires :

- le Sylgard 184 de Dow Corning que nous avons utilisé
- le RTV 615 de Bayer Silicones.

Nous avons réalisé nos microcanaux en PDMS Sylgard 184 au LAAS (Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes). Ses principales caractéristiques sont recensées en Annexe.

Réalisation d'un micro-canal en PDMS

La fabrication d'une plaque de microcanaux nécessite deux heures suivant le protocole décrit ci-dessous et illustré en Figure 11. Le PDMS et l'agent réticulant sont mélangés dans les proportions de 10 pour 1 (en poids ou en volume). Ce mélange est ensuite placé sous une cloche à vide pour dégazage pendant 30 minutes (jusqu'à disparition des bulles d'air du mélange) puis versé sur le moule ayant le motif en relief (1) de la structure à réaliser (2). Ce moule est généralement en résine (SU-8). La proportion entre le réticulant et le PDMS [Armani et Liu, 1998], la durée et la température de l'étape de réticulation déterminent les caractéristiques mécaniques de l'élastomère.

Le protocole que nous avons suivi pour la réalisation des microcanaux implique une cuisson à une température de 100°C pendant 45 minutes. Quand le PDMS est réticulé, il est démoulé puis les connexions sont percées à l'aide d'un emporte pièce.

La fermeture des canaux s'effectue alors à l'aide d'un substrat en PDMS réticulé ou d'une plaque en verre. Les deux parties à mettre en contact sont traitées au plasma d'oxygène (3). Une couche nanométrique de SiO₂ se forme à la surface du PDMS ainsi que des fonctions silanols Si-OH.

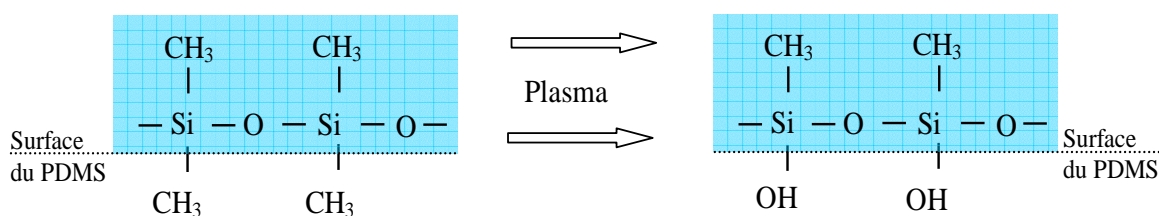


Figure 10: Traitement au plasma du PDMS : modification de la surface

Si les surfaces de verre ou de PDMS exposées à ce plasma sont rapidement mises en contact, des liaisons covalentes sont créées, produisant un collage irréversible (4).

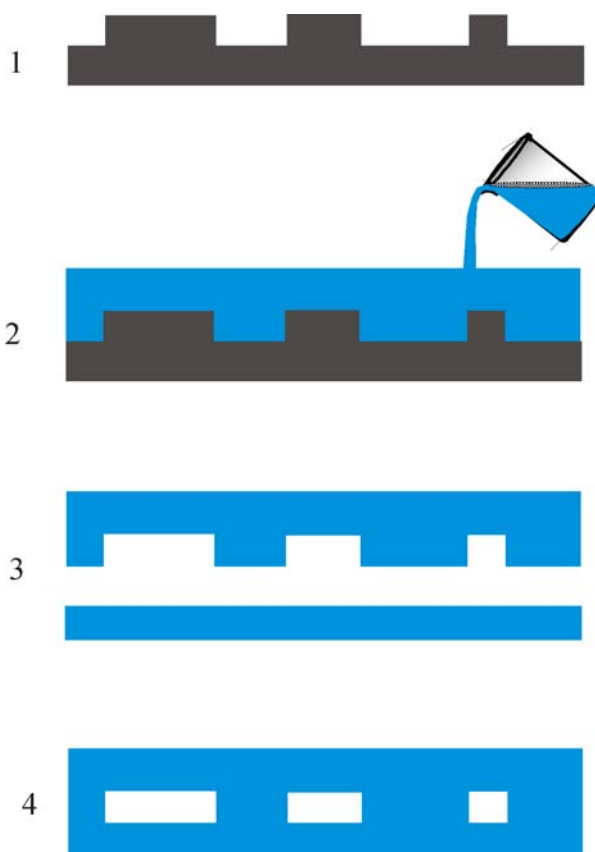


Figure 11 : Etapes de la réalisation du PDMS :
1-Fabrication du moule, 2-Moulage et réticulation,
3-Traitement de surface, 4-Collage

Propriétés

Le PDMS est hydrophobe. De nombreuses études sont menées afin d'élaborer des techniques permettant de modifier la nature de sa surface [Bodas et Khan-Malek, 2006 ; Bodas et Khan Malek, 2006 ; Bubendorfer *et al.*, 2007]. Le traitement par plasma d'oxygène est le moyen le mieux maîtrisé. Il rend le PDMS hydrophile, mais de manière temporaire.

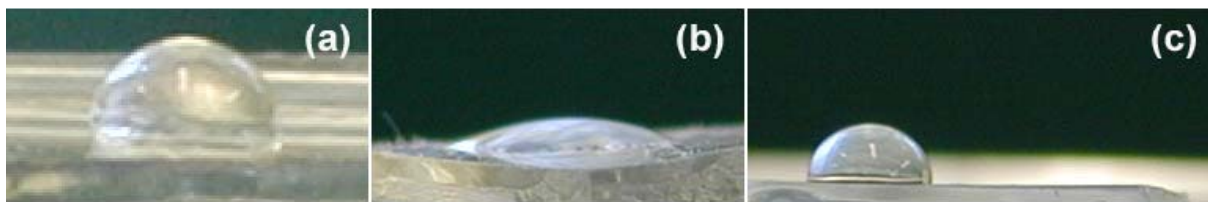


Figure 12 :Goutte d'eau sur une surface de PDMS (a) sans traitement au plasma, (b) avec traitement au plasma, (c) après traitement au plasma et contact avec de la vapeur de perfluorooctyl-trichlorosilane (PFTS) [Bubendorfer *et al.*, 2007]

Une autre particularité du PDMS est sa perméabilité au gaz qui peut être utilisée afin d'oxygéner des solutions, ce qui peut également représenter un inconvénient à cause de la formation de bulles dans les systèmes.

Le PDMS est un élastomère qui peut se déformer très facilement sous l'action de la pression. Avec une faible épaisseur on peut fabriquer des vannes ou des pompes [Unger *et al.*, 2000 ; van Noort et Zhang, 2004] (Figure 13, Figure 14).

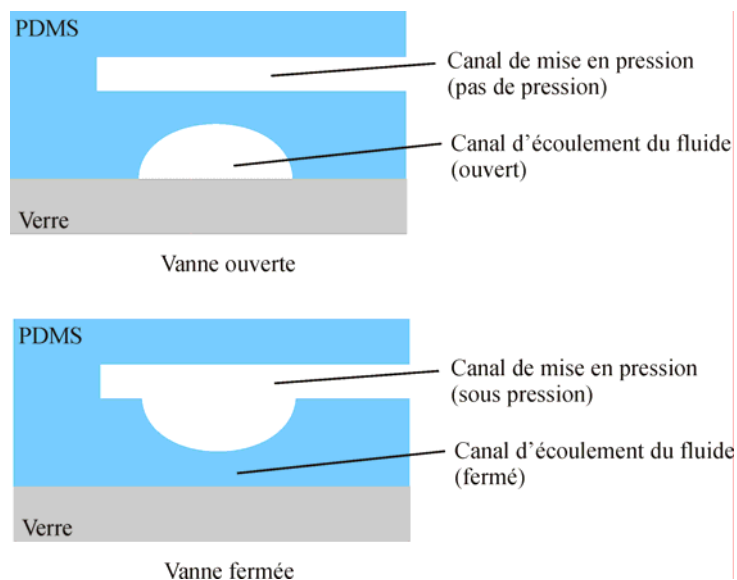


Figure 13 : Principe d'une valve en PDMS d'après [Unger *et al.*, 2000]

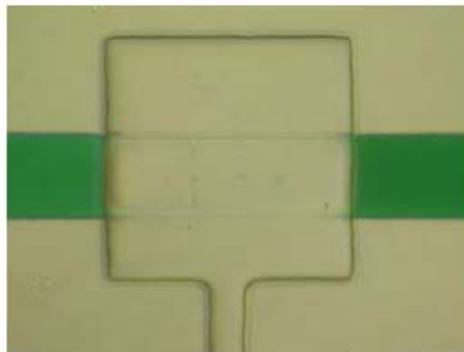


Figure 14 : Valve pneumatique ($300 \times 300 \mu\text{m}^2$) fermant un canal de $100 \mu\text{m}$ rempli de liquide colorant [van Noort et Zhang, 2004]

Déroulement de l'étude

Notre travail concerne l'étude expérimentale d'écoulements de liquides dans des microcanaux. Dans toutes les applications vues précédemment, la problématique principale est relative au transport du fluide et au contrôle précis du débit. L'hydrodynamique est caractérisée par les échelles de longueur des canaux, les techniques de fabrications des échantillons, et les lois de conservation. On considère classiquement que la microfluidique concerne les écoulements à travers des canaux de diamètre hydraulique compris entre 100 nm et 100 μm , dans des systèmes microfabriqués en silicium, en verre, ou en polymères. Les lois physiques appliquées aux microécoulements liquides sont généralement correctement décrites par la théorie du milieu continu, mais les changements d'échelle ne conduisent pas seulement à appliquer une homothétie. Les effets de tension superficielle (linéiques) et les effets électrocinétiques (surfaiques) sont alors importants devant les forces d'inertie (volumiques) qui deviennent négligeables [Colin, 2004], ce qui peut conduire à des comportements inhabituels. Comme de plus, les éléments microfabriqués peuvent présenter une grande variété de formes géométriques, de nouvelles problématiques peuvent être explorées.

A travers une étude bibliographique, le premier chapitre traite de la modélisation des micro-écoulements liquides et des principaux résultats expérimentaux publiés. La divergence des conclusions dans diverses publications y est mise en évidence. Dans le cas de micro-écoulements générés par un gradient de pression, un bilan non exhaustif des principales causes d'écart entre ces mesures expérimentales et le modèle de Poiseuille est proposé, mettant en évidence certains points restés encore flous lors des études de micro-écoulements de liquides.

Dans le deuxième chapitre, une liste de quelques-unes des techniques expérimentales permettant de mener des études globales d'écoulement de liquides est dressée. Le banc d'essais développé lors d'un précédent travail de thèse et utilisé au laboratoire de Génie Mécanique de Toulouse est décrit. Une adaptation est ensuite proposée et détaillée. Cette dernière permet d'élargir la plage de mesures disponibles en permettant des études de microsystèmes à des pressions élevées, allant jusqu'à 140 bars. Un exemple de mesure de microdébit est montré, il consiste en la caractérisation de valves microfluidiques en PDMS.

Le troisième chapitre décrit des techniques expérimentales d'étude locale de micro-écoulements et plus particulièrement la Vélocimétrie par Image de Particules (PIV). Son adaptation à la micro-échelle présente certaines limites que nous décrivons. Une amélioration est alors proposée et validée, permettant non seulement d'obtenir une cartographie en trois dimensions de l'écoulement mais aussi d'augmenter la précision des résultats.

Le quatrième chapitre traite des différents phénomènes apparaissant dans les écoulements au sein de microsystèmes. Certains d'entre eux comme la double couche électrique peuvent être exploités et utilisés pour répondre à des besoins donnés, d'autres sont à l'origine de certains écarts par rapport aux modèles classiques. Une analyse critique sur la double couche électrique et les effets qu'elle engendre sur les écoulements soumis à des gradients de pression est tout d'abord menée. Nous proposons ensuite une étude du comportement de réseaux de microcanaux soumis à des écoulements électro-osmotiques en dégagant des critères géométriques d'optimisation de ces réseaux. Le deuxième phénomène étudié dans ce chapitre est la dissipation visqueuse. Des essais à haute pression (80 bars environ) dans des microcanaux de silice ont été faits. Les mesures obtenues sont confrontées à un modèle analytique et à des résultats numériques. La dernière partie du chapitre est consacrée à l'étude des déformations de microcanaux en SU8 sous la pression de fluide. Une étude par éléments finis de la déformation de la paroi supérieure de ces microcanaux est confrontée aux résultats de mesures de débits que nous avons pu obtenir.

Une conclusion dégagant les perspectives et développements futurs de notre travail termine ce mémoire.

Chapitre 1 : Hydrodynamique des écoulements liquides dans les microcanaux

Dans ce chapitre est présenté un bilan des principales études expérimentales relatives à l'écoulement de liquides dans des microcanaux que nous avons pu identifier en menant une étude bibliographique. Pour cela, les modèles d'écoulement sont détaillés puis les mesures expérimentales de la littérature et leur interprétation sont analysées. Une étude des phénomènes rencontrés dans ces études permet de présenter les différents points abordés dans ce mémoire.

1.1. Modélisation des écoulements

1.1.1. Equations générales et hypothèses

Que ce soit à une échelle macroscopique ou microscopique, l'écoulement d'un fluide visqueux newtonien dans une conduite peut être décrit en traduisant la conservation de la masse (1-1), un bilan de la quantité de mouvement (1-2) et la conservation de l'énergie (1-3) :

$$\frac{d\rho}{dt} + \text{div}\rho\vec{u} = 0 \quad (1-1)$$

$$\rho \frac{\partial \vec{u}}{\partial t} + \rho(\vec{u} \cdot \overrightarrow{\text{grad}})\vec{u} = -\overrightarrow{\text{grad}}P + \rho\vec{f} + \mu\Delta\vec{u} + \left(\frac{\mu}{3} + \eta\right)\overrightarrow{\text{grad}}(\text{div}\vec{u}) \quad (1-2)$$

$$\rho\left(\frac{de}{dt} + P\text{div}\vec{u}\right) = \mu\phi + \text{div}(k\overrightarrow{\text{grad}}T) \quad (1-3)$$

avec ρ représentant la masse volumique, t le temps, \vec{u} la vitesse locale, P la pression, \vec{f} la résultante des forces massiques s'exerçant sur le fluide, μ la viscosité dynamique, η la viscosité de volume, e l'énergie totale par unité de masse, $\mu\phi$ la puissance dissipée par viscosité par unité de volume, k la conductivité thermique et T la température.

1.1.1.1. Hypothèses

Les hypothèses classiques posées pour la modélisation d'écoulements de liquides dans des microconduites cylindriques sont les suivantes :

- La section du canal étudié est constante.
- L'écoulement engendré par le gradient de pression est laminaire, isotherme, unidirectionnel et pleinement développé, la miniaturisation conduisant à de faibles nombres de Reynolds.
- Le fluide étudié est incompressible : la masse volumique ρ est constante.

Ainsi, pour un microcanal d'axe z , l'équation de continuité se réduit alors à :

$$\frac{du_z}{dz} = 0 \quad (1-4)$$

où u_z est la composante suivant l'axe z du microcanal.

Avec les hypothèses l'équation de bilan de quantité de mouvement se réduit alors à l'équation de Poisson :

$$\frac{\partial P}{\partial z} = \mu \nabla^2 \vec{u} \quad (1-5)$$

et

$$\frac{\partial P}{\partial x} = \frac{\partial P}{\partial y} = 0. \quad (1-6)$$

De façon générale, quelle que soit la géométrie de la section, la résolution de (1-5) avec des conditions aux limites de vitesse nulle à la paroi conduit à l'expression du débit volumique Q en fonction de la pression sous la forme :

$$Q = \frac{SD_h^2 \Delta P}{2\mu Po l} \quad (1-7)$$

où D_h est le diamètre hydraulique donné par l'expression suivante :

$$D_h = \frac{4 \times S}{P_s},$$

S est la section du canal, P_s le périmètre mouillé du canal, ΔP la différence de pression entre l'entrée et la sortie du canal de longueur l . Po est le nombre de Poiseuille défini le paragraphe suivant.

1.1.2. Modélisation locale des écoulements : expression de la vitesse

La vitesse locale se détermine à partir de l'équation de bilan de quantité de mouvement (1-5).

1.1.2.1. Ecoulement entre deux plaques planes parallèles

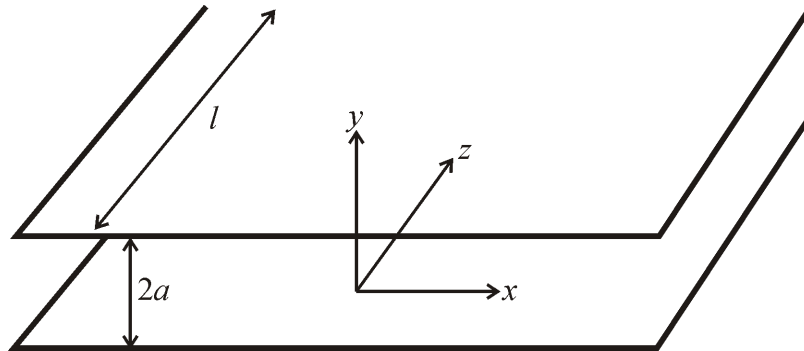


Figure 1.1 : Notations utilisées pour des plaques planes parallèles

Dans le cas d'écoulement entre plaques planes parallèles (Figure 1.1), la vitesse a une seule composante: $\vec{u} = u_z(y)\vec{z}$. L'équation (1-5) se réduit à :

$$\mu \left(\frac{d^2 u_z(y)}{dy^2} \right) = \frac{dP}{dz} \quad (1-8)$$

Cette équation menant à :

$$u_z(y) = -\frac{1}{2\mu} \frac{\partial P}{\partial z} (a^2 - y^2) \quad (1-9)$$

en considérant les conditions limites suivantes :

- $u_z \Big|_{y=\pm a} = 0$,
- $\frac{du_z(y)}{dy} \Big|_{y=0} = 0$

où a représente la demi-distance entre les plaques.

1.1.2.2. *Écoulement dans des conduites de section circulaire*

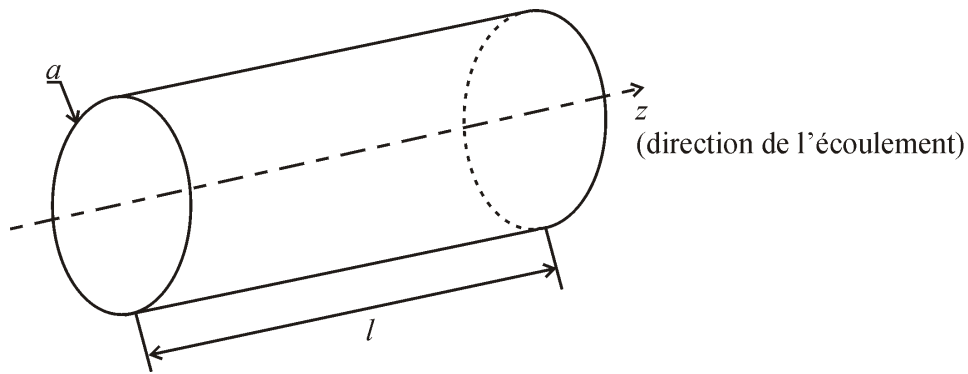


Figure 1.2: Notations utilisées pour les canalisations de section circulaire

Dans le cas d'écoulement dans un canal de section circulaire (Figure 1.2), l'équation (1-5) s'écrit alors :

$$\mu \frac{1}{r} \frac{d}{dr} \left(r \frac{du_z(r)}{dr} \right) - \frac{dP}{dz} = 0 \quad (1-10)$$

avec les conditions aux limites suivantes :

- $u_z \Big|_{r=a} = 0,$
- $\frac{du_z(r)}{dr} \Big|_{r=0} = 0$

où a représente le rayon de la section Figure 1.2.

La résolution de l'équation (1-10) conduit à :

$$u_z(r) = -\frac{1}{4\mu} (r^2 - a^2) \frac{dP}{dz} \quad (1-11)$$

1.1.2.3. Écoulement dans des conduites de section rectangulaire

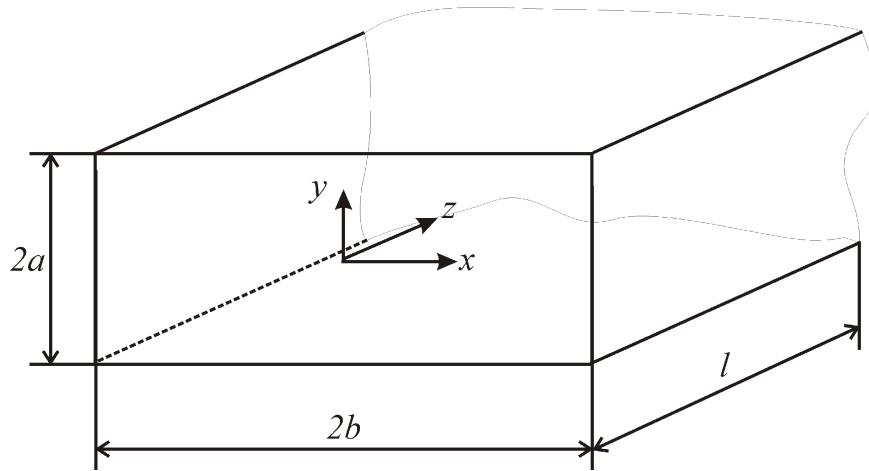


Figure 1.3: Notations utilisées pour les canalisations de section rectangulaire

Pour des écoulements dans des canaux de section rectangulaire (Figure 1.3), l'équation de Poisson (1-5) s'écrit :

$$\mu \left(\frac{\partial^2 u_z}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 u_z}{\partial y^2} \right) = - \frac{dP}{dz} \quad (1-12)$$

avec les conditions aux limites suivantes:

- $u_z|_{y=\pm a} = 0$ et $\frac{\partial u_z}{\partial z}|_{y=0} = 0$,
- $u_z|_{x=\pm b} = 0$ et $\frac{\partial u_z}{\partial z}|_{x=0} = 0$,

On obtient le système d'équation dont la résolution donne la vitesse sous la forme [Morini, 2000; Spiga et Morini, 1994] :

$$u(x, y) = u_{moy} \sum_{n=1, \text{impair}}^{\infty} \sum_{m=1, \text{impair}}^{\infty} u_{n,m} \sin(n\pi x) \sin\left(\frac{m\pi y}{r^*}\right), \quad (1-13)$$

où

$$u_{n,m} = \frac{\pi^2}{4mn(r^{*2} n^2 + m^2)} \frac{1}{\sum_{i=1, \text{impair}}^{\infty} \sum_{j=1, \text{impair}}^{\infty} \frac{1}{i^2 j^2 (r^{*2} i^2 + j^2)}}$$

où $u_{moy} = Q/S$ la vitesse débitante dans la section.

1.1.3. Nombre de Poiseuille

1.1.3.1. Nombre de Poiseuille expérimental

Lorsqu'un écoulement est étudié, les grandeurs facilement mesurables sont la pression et le débit. A partir du débit mesuré, la vitesse débitante dans la section, $u_{moy} = Q/S$ peut être déterminée et le nombre de Reynolds Re calculé à partir de l'équation suivante :

$$Re = \frac{\rho u_{moy} D_h}{\mu} \quad (1-14)$$

La mesure de la pression permet d'obtenir le facteur de frottement f (coefficient de Darcy) donné par l'équation (1-15) :

$$f = \frac{2\bar{\tau}_w}{\rho u_{moy}^2} = -\frac{D_h}{2\rho u_{moy}^2} \frac{dP}{dz} \quad (1-15)$$

Il représente la forme adimensionnée de la contrainte tangentielle moyenne à la paroi $\bar{\tau}_w$, laquelle s'exprime en fonction du gradient local de pression $\frac{dP}{dz}$ à partir d'un bilan des forces sur un élément de conduite de largeur dz par $\bar{\tau}_w P_s dz = -SdP$.

Le nombre de Poiseuille expérimental est alors défini comme étant le produit entre le nombre de Reynolds et le facteur de frottement : $Po_{exp} = f Re$. Il peut être directement déduit des relevés expérimentaux et des dimensions des canaux par l'expression suivante :

$$Po_{exp} = \frac{SD_h^2 \Delta P}{2\mu Ql} \quad (1-16)$$

en notant que pour un écoulement incompressible $-\frac{dP}{dz} = \frac{\Delta P}{l}$.

1.1.3.2. Nombre de Poiseuille théorique

Pour un écoulement laminaire, en régime établi, d'un fluide newtonien incompressible, le nombre de Poiseuille théorique Po_{th} , produit du nombre de Reynolds et du facteur de frottement, est constant. Il dépend seulement de la géométrie du canal. Ainsi pour des capillaires de section circulaire, il est égal à 16, pour un écoulement entre deux plaques planes, ce nombre vaut 24. Pour des microcanaux de sections plus complexes, il s'exprime en fonction du rapport de forme r^* et des angles de la section.

Canaux rectangulaires

Les canaux de section rectangulaire sont obtenus par gravure anisotrope dans le silicium orienté $\langle 110 \rangle$ ou par moulage de polymères sur des formes rectangulaires. Trois modèles approchés ont été proposés par différents auteurs [Anduze, 2000] et sont comparés sur la Figure 1.4 :

- Tirunarayanan et Ramachandran, 1965

$$Po_{th} = 14,277 + 1402,5 \left(\frac{1+r^*(\sqrt{2}-1)}{4(1+r^*)} - \frac{\sqrt{2}}{8} \right)^{1,9}, \quad (1-17)$$

- Shah et London, 1978

$$Po_{th} = 24 \left[1 - 1,3553r^* + 1,9467r^{*2} - 1,7012r^{*3} + 0,9564r^{*4} - 0,2537r^{*5} \right], \quad (1-18)$$

- Natarajan et Lakshmanan, 1967

$$Po_{th} = 8,968 \left(\frac{1+r^*}{\sqrt{r^*}} \right)^{0,75}. \quad (1-19)$$

Lorsque le rapport de forme $r^* = a/b$ est nul, on retrouve le nombre de Poiseuille d'un écoulement entre deux plaques parallèles ; lorsque r^* est égal à 1, sa valeur égale à 14,277 est celle d'un écoulement dans une canalisation de section carrée. Les formes approchées de Tirunarayanan et Ramachandran et de Shah et London donnent une valeur très proche de la solution exacte alors que la forme simple proposée par Natarajan et Lakshmanan est peu précise, notamment pour des petits rapports de forme.

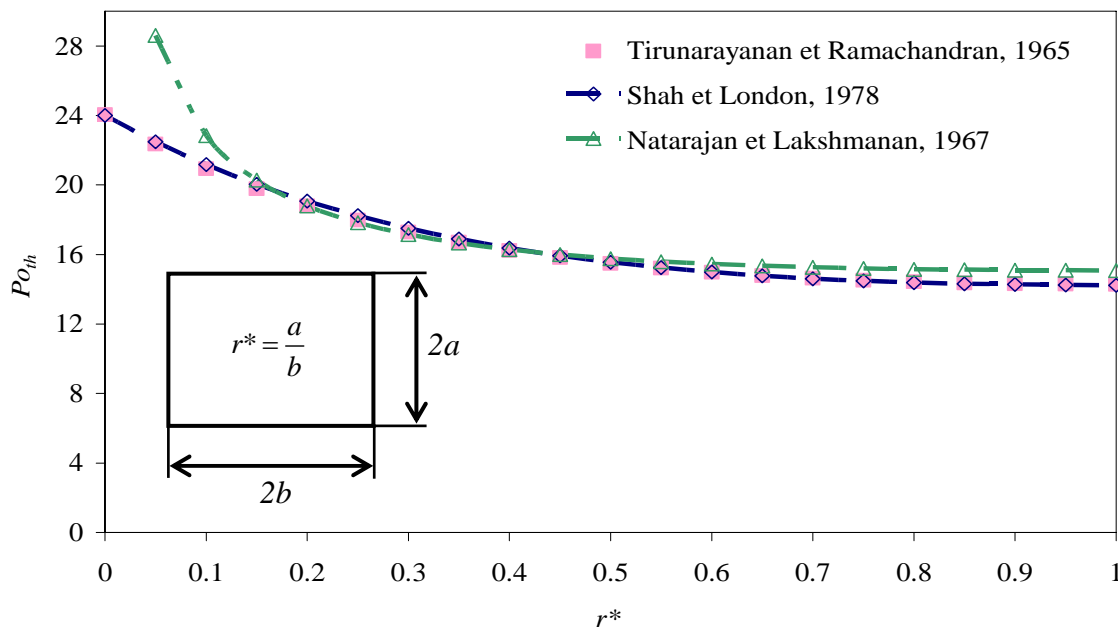


Figure 1.4: Variation du nombre de Poiseuille théorique en fonction du rapport de forme pour une section rectangulaire

Canaux hexagonaux

Pour des canaux de section hexagonale, Sadasivam *et al.* [Sadasivam *et al.*, 1999], donnent l'expression du nombre de Poiseuille sous la forme polynomiale suivante :

$$Po_{th} = c_0 + c_1 r^* + c_2 r^{*2} + c_3 r^{*3} + c_4 r^{*4} + c_5 r^{*5} + c_6 r^{*6} + c_7 r^{*7} + c_8 r^{*8} \quad (1-20)$$

où les coefficients c_i dépendent de l'angle θ .

Damean et Regtien [Damean et Regtien, 2001] calculent numériquement le nombre de Poiseuille et obtiennent l'expression polynomiale suivante pour un angle de $54,74^\circ$. Ce type de géométrie est obtenu à partir de collage de deux échantillons de silicium dans lesquels sont gravés les microcanaux suivant l'orientation $\langle 1\ 0\ 0 \rangle$.

$$Po_{th} = 23,9992 - 28,7209 r^* + 30,5528 r^{*2} - 10,7186 r^{*3}, \quad (1-21)$$

Le rapport de forme r^* étant $r^* = \frac{a}{b}$.

Ces résultats présentés dans la Figure 1.5 sont en bon accord avec ceux obtenus par Morini [Morini, 2004] qui évalue numériquement le nombre de Poiseuille au moyen du code de calcul FLEXPDE™ et qui propose une interpolation par un polynôme du 5^{ème} degré.

Une section en forme de losange correspond au cas limite du rapport de forme obtenu pour un angle donné. La courbe obtenue par Shah *et al.* passe donc par les points extrêmes des courbes tracées pour des sections hexagonales.

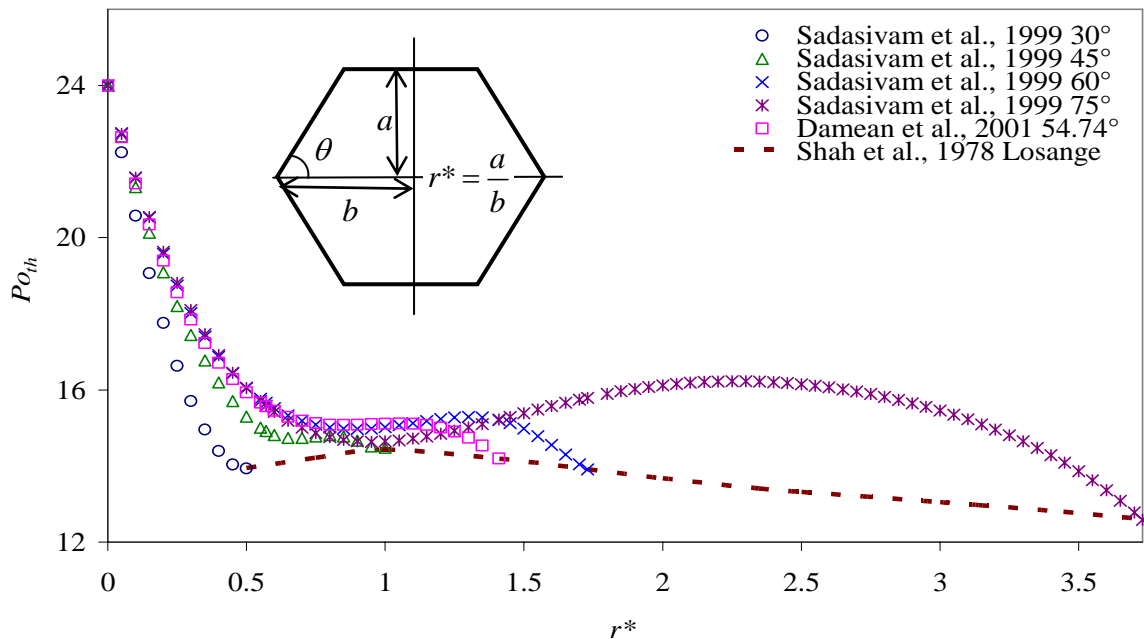


Figure 1.5: Variation du nombre de Poiseuille théorique en fonction du rapport de forme pour une section hexagonale

Canaux trapézoïdaux

Weilin *et al.* [Weilin *et al.*, 2000] calculent par différences finies le nombre de Poiseuille théorique et trouvent des résultats en accord avec ceux présentés par Shah et London [Shah et London, 1978] (Figure 1.6). D'après un calcul numérique, Morini [Morini, 2004] propose un polynôme du 5^{ème} degré pour un angle de 54,74°, géométrie obtenue par gravure anisotrope dans du silicium :

$$Po_{th} = 24 - 42,267r^* + 64,272r^{*2} - 118,42r^{*3} + 242,12r^{*4} - 178,79r^{*5} \quad (1-22)$$

où $r^* = \frac{2a}{b}$.

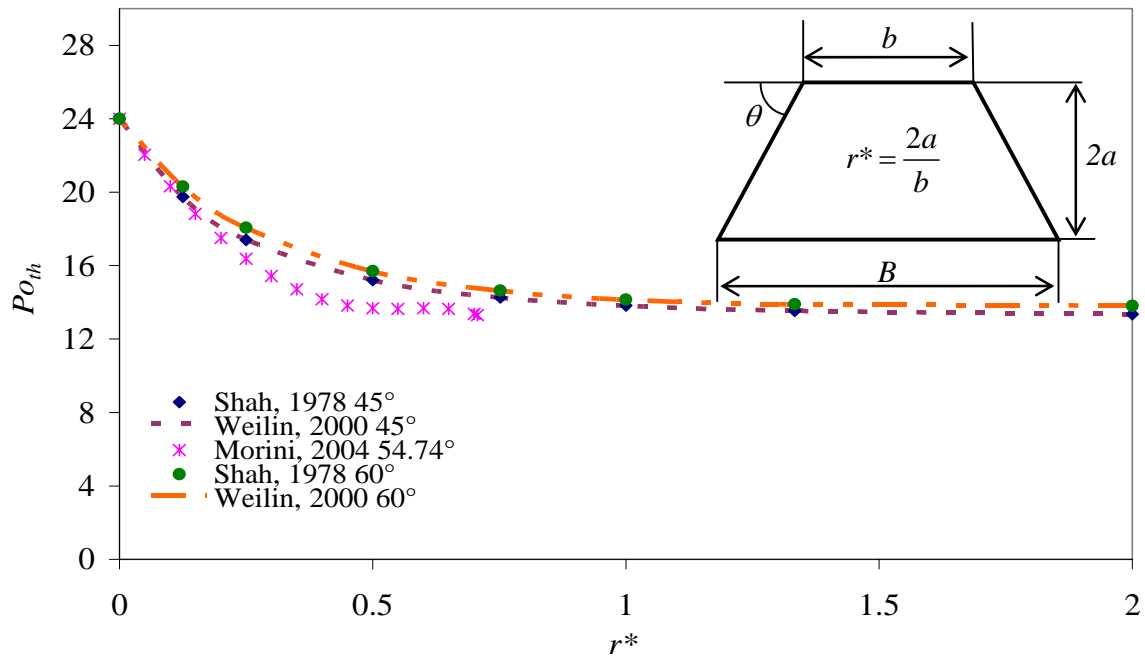


Figure 1.6: Variation du nombre de Poiseuille théorique en fonction du rapport de forme pour une section trapézoïdale

1.1.3.3. Forme réduite du nombre de Poiseuille

Par commodité, on définit fréquemment le coefficient Po^* , forme réduite du nombre de Poiseuille, comme étant le rapport entre nombre de Poiseuille expérimental et nombre de Poiseuille théorique.

$$Po^* = \frac{Po_{exp}}{Po_{th}} \quad (1-23)$$

Lorsque ce coefficient est égal à un, le modèle de Poiseuille et le résultat expérimental concordent. Pour $Po^* > 1$, le modèle de Poiseuille surestime le débit mesuré, et pour $Po^* < 1$ il sous-estime ce débit.

1.1.3.4. Récapitulatif

Le tableau ci-dessous reprend en résumé les expressions, des diamètres hydrauliques permettant le calcul du nombre de Poiseuille exprimé à partir des données géométriques des mesures de la pression et du débit :

Section	D_h	Po_{exp}	Po_{th}
Circulaire	D	$\frac{\pi D^4}{8\mu l Q} \Delta P$	16
Rectangulaire	$\frac{4ab}{(a+b)}$	$\frac{32a^3b^3}{(a+b)^2} \frac{\Delta P}{\mu l Q}$	(1-17)
			(1-18)
			(1-19)
Plaque planes	$2a$	$\frac{4a^3}{\mu l Q} \Delta P$	24
Trapèze	$\frac{4(B \tan \theta - 2a)a}{B \tan \theta + 2a \left(\frac{1}{\cos \theta} - 1 \right)}$	$\frac{16(B \tan \theta - 2a)^3 a^3}{\tan \theta \left(B \tan \theta + H \left(\frac{1}{\cos \theta} - 1 \right) \right)^2} \frac{\Delta P}{\mu l Q}$	(1-22)
Hexagone	$\frac{2a(2 - (r^*/\tan \theta))}{1 - (r^*/\sin \theta)(\cos \theta - 1)}$	$\frac{4a^2 r^* (2 - (r^*/\tan \theta))^3}{(1 - (r^*/\sin \theta)(\cos \theta - 1))^2}$	(1-20)
			(1-21)

Tableau 1.1 : Diamètre hydraulique et nombre de Poiseuille pour différentes géométries de canaux

1.2. Etudes expérimentales

1.2.1. Expériences menées : études globales d'écoulements

La littérature concernant l'étude expérimentale d'écoulements de liquides est fournie (Tableau 1.2). Cependant, résultats et conclusions divergent considérablement suivant les auteurs. Les valeurs du nombre de Poiseuille réduit Po^* sont très dispersées (Figure 1.7) et la variation de ce nombre en fonction de différents paramètres est sujette à de nombreuses controverses. Le nombre de Reynolds critique au delà duquel l'écoulement devient turbulent, donne également lieu à de nombreux résultats contradictoires (Figure 1.11).

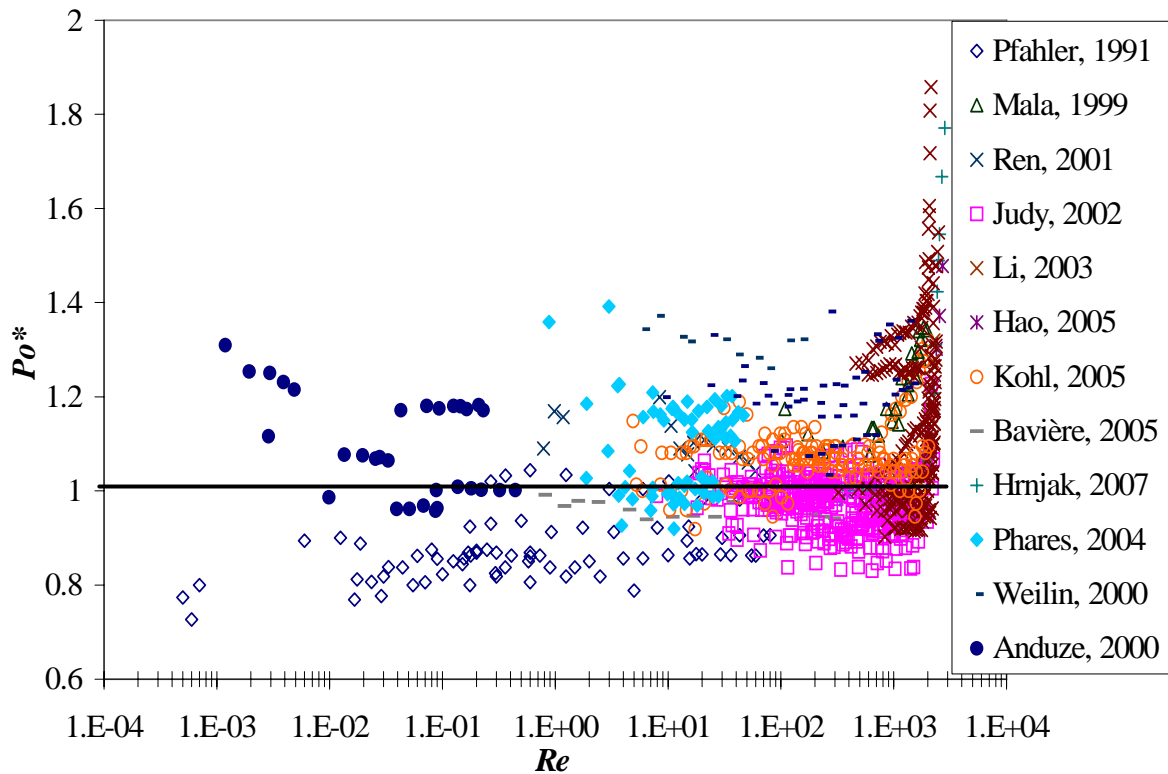


Figure 1.7: Nombre de Poiseuille réduit obtenu dans différentes études

1.2.1.1. Le nombre de Poiseuille réduit Po^*

Les figures (Figure 1.8, Figure 1.9, Figure 1.10) montrent qu'en régime laminaire, les valeurs obtenues par les différents auteurs sont très dispersées. La plupart des auteurs cherchent à voir, si à partir d'une certaine échelle de longueur, le modèle classique n'est plus valable, si les équations de Navier-Stokes doivent être modifiées et comment elles doivent l'être. Pour ce faire, des comparaisons sont menées entre écoulements de différents liquides, dans des canaux de différentes formes, de différentes rugosités et de différents diamètres.

Références	Section	D_h (μm)	Matériau	Fluide	Gamme de Re	Re critique
[Pfahler <i>et al.</i> , 1991]	Trapézoïdale	0.96-39.7	Silicium	Iso-propanol, Huile de Silicone	0.0001-100	
[Maal et Li, 1999]	Circulaire	50-254	Silice Acier inoxydable	Eau	100-2000	1500
[Anduze, 2000]	Trapézoïdale	3,4-16.25	Silicium	Iso-propanol	0.001-0.5	
[Weilin <i>et al.</i> , 2000]	Trapézoïdale	51-169	Silicium	Eau déionisée	6-1500	
[Ren <i>et al.</i> , 2001]	Plaques planes	14,1-40.5	Silicium	Eau KCl	0-60	
[Judy <i>et al.</i> , 2002]	Circulaire, Carrée	15-150	Silice, Acier inox	Iso-propanol, Eau, Méthanol	8-2300	~2000
[Brutin et Tadriss, 2003]	Circulaire	50-530	Silice	Eau		
[Li <i>et al.</i> , 2003]	Circulaire	79,9-166,3, 100,25-205,3, 12,,76-179,8	Verre, Silicium, Acier inoxydable	Eau déionisée	300-2500	2000 tube lisse 1700-1900 tube rugueux
[Phares et Smedley, 2004]	Circulaire	120- 440	Polyimide, Acier Inox	Eau déionisée Eau courante Solution saline Mélange Glycérol / Eau	0,-50	
[Sharp et Adrian, 2004]	Circulaire	50-247	Silice	Eau déionisée 1-propanol	20-2900	1800-2000
[Bavière <i>et al.</i> , 2005]	Rectangulaire	4,5-21	Silicium - Pyrex	Eau différentes conductivités, 0,-300 électriques		
[Hao <i>et al.</i> , 2005]	Trapézoïdale	237	Silicium	Eau	45- 2700	1500-1800
[Kohl <i>et al.</i> , 2005]	Rectangulaire	25-100	Silicium	Eau	4,-2068	2067
[Hrmjak et Tu, 2007]	Rectangulaire	69,5-304,7	PVC	R 134 liquide (et vapeur)	112-9180	1570 tube rugueux 2150-2290 tube lisse

Tableau 1.2 : Principales études expérimentales d'écoulements de liquides en micro-conduites

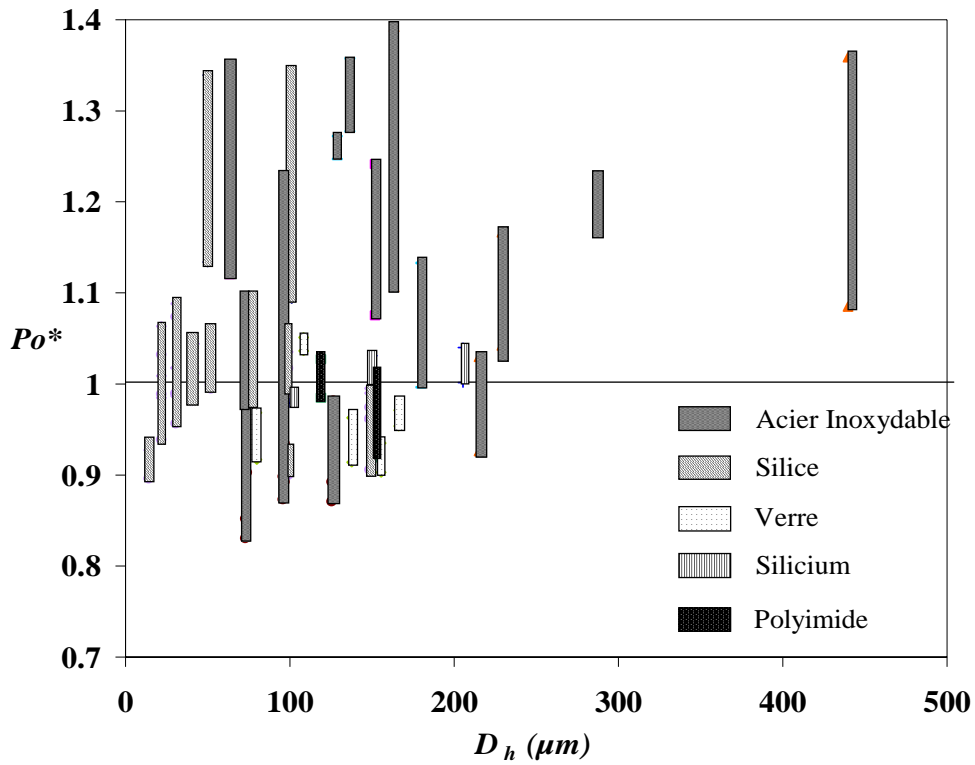


Figure 1.8: Nombre de Poiseuille réduit obtenu dans des microcanaux de section circulaire

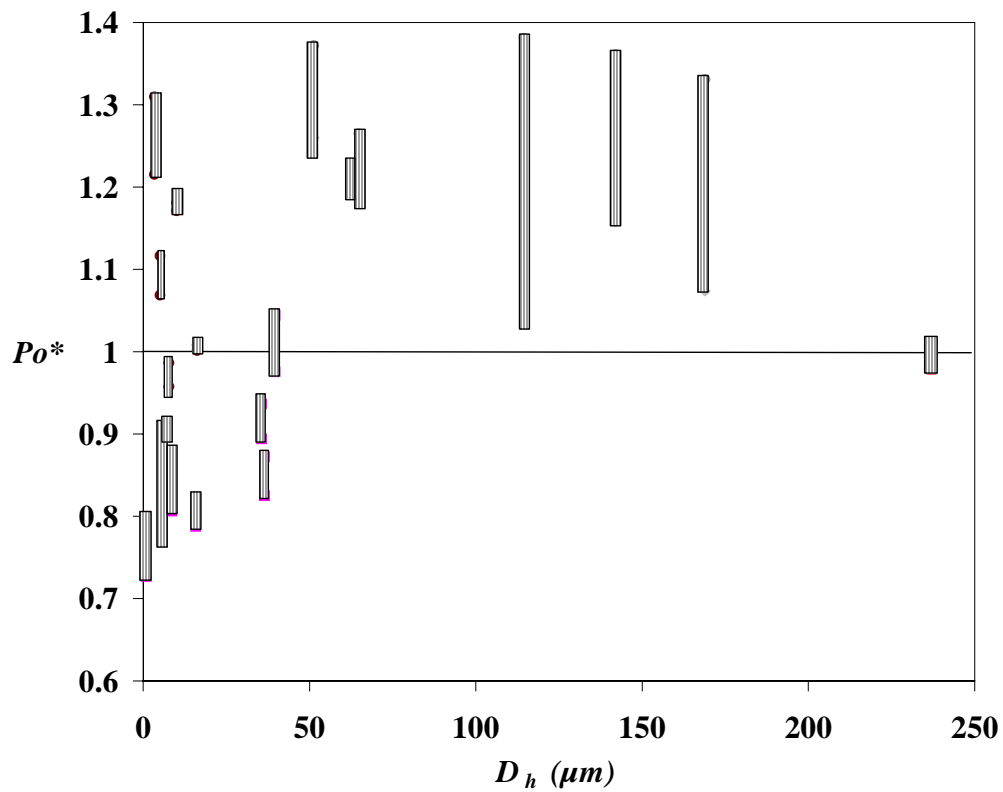


Figure 1.9: Nombre de Poiseuille réduit obtenu dans des microcanaux de section trapézoïdale en silicium

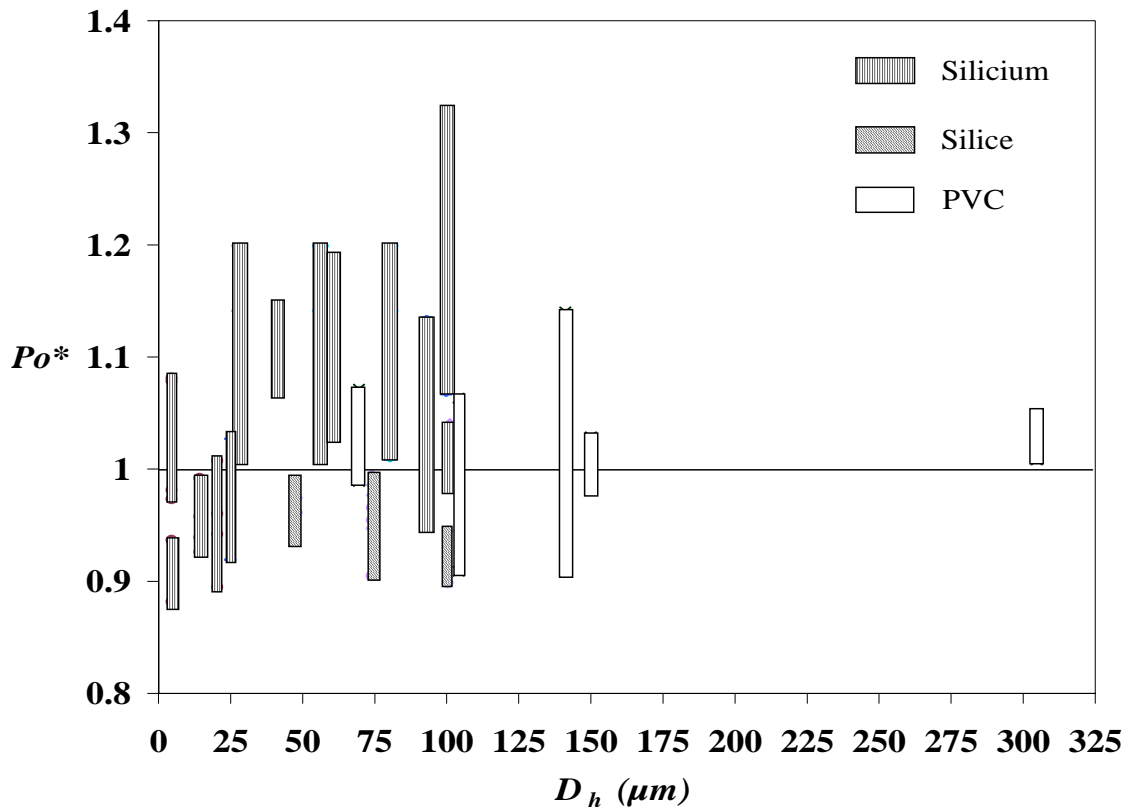


Figure 1.10: Nombre de Poiseuille réduit obtenu dans des microcanaux de section rectangulaire

Influence du liquide

Ren *et al.* [Ren *et al.*, 2001] et Brutin [Brutin, 2003], en utilisant des liquides de concentrations ioniques différentes, obtiennent des nombres de Poiseuille réduits supérieurs à 1. La valeur est d'autant plus grande que la concentration ionique est faible [Ren *et al.*, 2001] et le diamètre des canalisations est petit [Brutin, 2003]. Ces essais leur permettent de montrer que les effets de la double couche électrique peuvent être à l'origine des écarts observés avec la théorie conventionnelle.

Phares et Smedley [Phares et Smedley, 2004], par contre, ne notent aucune influence de la concentration en ions et de la viscosité du liquide dans des tubes de diamètres supérieurs à 100 μm . Pfahler *et al.* [Pfahler *et al.*, 1991] mènent des expériences dans des canaux de diamètre hydraulique de 1 μm à 40 μm avec deux liquides différents et ne trouvent aucune différence flagrante entre le liquide polaire (iso-propanol) et le liquide non polaire (huile de silicone). Judy *et al.* [Judy *et al.*, 2002] mènent des expériences similaires et comparent l'écoulement de liquides de différentes polarités (eau, iso-propanol, méthanol), dans des canaux de dimensions variées et fabriqués dans différents matériaux pour un nombre de Reynolds allant de 80

à 2300. Aucun écart avec la théorie classique n'apparaît de manière significative dans la gamme de diamètres étudiée. De même, le passage à la transition ne se fait pas à un nombre de Reynolds critique inférieur à 2000.

Bavière *et al.* [Bavière *et al.*, 2005] testent de l'eau de différentes conductivités électriques mais ne notent aucune différence de comportement entre les liquides et avec la théorie de Poiseuille. La différence trouvée par rapport à d'autres auteurs tels que Ren *et al.* [Ren *et al.*, 2001] et Brutin et Tadriss [Brutin et Tadriss, 2003] est expliquée par la différence entre les moyens de mesure expérimentaux. De même, Kohl *et al.* [Kohl *et al.*, 2005] trouvent une bonne corrélation entre expérience et théorie et expliquent les variations trouvées dans la littérature par une différence entre les conditions expérimentales des différents auteurs.

Influence du diamètre hydraulique

Une baisse significative du nombre de Poiseuille avec le diamètre du canal est mise en valeur par Pfahler *et al.* [Pfahler *et al.*, 1991] et Mala et Li [Mala et Li, 1999] indiquant un écart par rapport à la théorie de Poiseuille lorsque le diamètre du micro-canal devient plus petit. Anduze [Anduze, 2000] obtient un nombre de Poiseuille réduit Po^* supérieur à 1 pour des canaux de section trapézoïdale mais ne retrouve pas ce résultat dans des canaux de section rectangulaire. Il explique cet écart par la différence du mode de gravure permettant d'obtenir ces deux types de section.

Influence de la rugosité

Li *et al.* [Li *et al.*, 2003], Phares et Smedley [Phares et Smedley, 2004] comparent les écoulements d'eau dans des canalisations de section circulaire de rugosités différentes (verre, silicium, polyimide et acier inoxydable). Les expériences montrent que le nombre de Poiseuille réduit Po^* obtenu à partir de mesures dans les tubes rugueux (acier inoxydable pour lequel la rugosité relative $Ra/D_h \geq 2,5\%$) est nettement supérieur à celui obtenu pour des tubes lisses (verre, polyimide et silicium pour lesquels $Ra/D_h \leq 1\%$). Weilin *et al.* [Weilin *et al.*, 2000] testent différentes rugosités de canaux et obtiennent un nombre de Poiseuille réduit supérieur à l'unité. Ils introduisent un modèle d'écoulement prenant en compte la rugosité et qui se trouve en bon accord avec les résultats expérimentaux obtenus.

Hrnjak et Tu [Hrnjak et Tu, 2007] étudient l'écoulement de liquide R134 dans des canaux de section rectangulaire de différentes rugosités. Le coefficient de frottement est en accord avec la théorie.

Influence du nombre de Reynolds

Les résultats expérimentaux de nombreux auteurs [Bavière *et al.*, 2005 ; Hao *et al.*, 2005 ; Hrnjak et Tu, 2007 ; Judy *et al.*, 2002 ; Kohl *et al.*, 2005 ; Pfahler *et al.*, 1991 ; Phares et Smedley, 2004 ; Ren *et al.*, 2001] mettent en valeur la constance du nombre de Poiseuille réduit en fonction du nombre de Reynolds tant que le régime est laminaire.

D'autres, [Li *et al.*, 2003 ; Mala et Li, 1999 ; Weilin *et al.*, 2000 ; Hao *et al.*, 2005] notent que dans tous les cas, Po^* augmente avec le nombre de Reynolds. Cette dépendance du coefficient de frottement peut s'expliquer par le fait que soit le régime n'est plus laminaire au dessus d'un $Re_c < 2000$ et donc que l'équation de Poiseuille devient inutilisable, soit que des effets tels que la rugosité de la surface, la double couche électrique ou la dissipation visqueuse doivent être pris en compte afin de décrire correctement l'écoulement du liquide.

1.2.1.2. Le nombre de Reynolds critique, Re_c . (Figure 1.11)

Certains auteurs [Judy *et al.*, 2002 ; Kohl *et al.*, 2005 ; Sharp et Adrian, 2004] observent que le passage au régime turbulent a lieu pour des nombres de Reynolds inférieurs à 2000. D'autres [Hrnjak et Tu, 2007 ; Li *et al.*, 2003] ne voient aucun changement par rapport à la théorie classique.

D'autres enfin observent une influence de la rugosité de la paroi sur le passage à la transition : si dans le cas de tubes lisses, le nombre de Reynolds critique est de 2000, il devient inférieur à 2000 dans le cas de tubes rugueux.

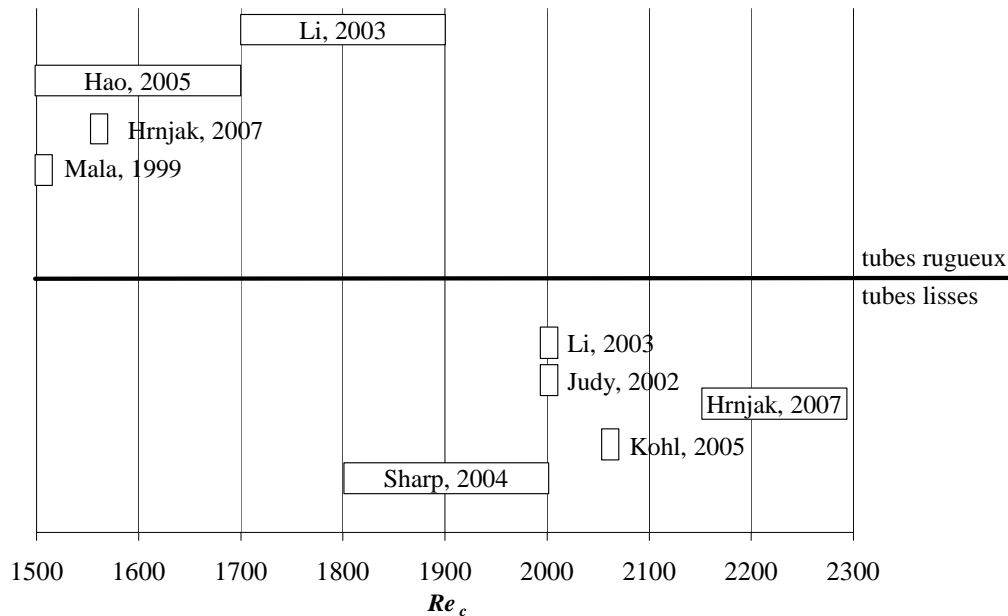


Figure 1.11: Nombre de Reynolds critique obtenu par différents auteurs

1.2.2. Conclusion

La théorie des écoulements dans les microcanaux s'appuie classiquement sur des modèles issus d'écoulements macroscopiques. Cependant, lorsque l'échelle diminue, les effets surfaciques prennent de plus en plus d'importance devant les effets volumiques. Ainsi certaines hypothèses négligées pour la modélisation de macro-écoulements peuvent dans certains cas devoir être pris en compte lors d'étude à micro-échelle.

L'étude bibliographique menée dans le paragraphe précédent montre que certains phénomènes sont à étudier afin de mieux caractériser l'écoulement en microcanal. Ainsi, la rugosité du microcanal, la double douche électrique et la dissipation visqueuse peuvent expliquer certains écarts. Cependant, avant de pouvoir identifier clairement si ces effets ont réellement une influence sur l'écoulement, des mesures expérimentales précises sont nécessaires. En effet, d'après le bilan des expériences résumées ci-dessus, la dispersion des résultats expérimentaux a plusieurs origines, dont la précision des moyens de mesure de débit et les erreurs métrologiques dans la détermination des dimensions des canaux.

Devant ce besoin de mesure précise du couple débit / pression aussi bien au niveau global que local, l'un des objectifs de ce travail de thèse est d'affiner les moyens expérimentaux de mesure du débit en fonction de la pression.

Chapitre 2 : Techniques expérimentales pour l'analyse de micro-écoulements de liquides : Mesures expérimentales de micro-débits de liquides

Dans le chapitre précédent, il a été mis en évidence la disparité des résultats expérimentaux expliquée par certains auteurs par les imprécisions expérimentales. L'objectif de ce chapitre est de présenter les différents systèmes de mesure de micro-débits de liquides trouvés dans la littérature ainsi que leurs principales caractéristiques. Dans un second temps, le banc d'essais réalisé lors d'une précédente étude par Marc Anduze et utilisé au cours de ce travail de recherche est décrit. Une adaptation permettant d'avoir une plage de mesure plus étendue est ensuite détaillée. Pour finir, des mesures de débit dans des microvalves en PDMS illustrent une utilisation possible du banc d'essais.

2.1. Différents systèmes de mesure de débits dans des microsystèmes

Lors d'un écoulement de fluide dans un microcanal, la mesure du débit et de la pression aux bornes de ce canal permettent de caractériser l'écoulement et d'accéder expérimentalement à des grandeurs adimensionnées telles que le nombre de Poiseuille réduit et le nombre de Reynolds. Ces mesures faciles à réaliser à l'échelle macroscopique deviennent plus ardues lorsque les dimensions diminuent. En effet, les débits à mesurer sont de l'ordre du microlitre par minute et sont impossibles à mesurer par un débitmètre usuel. De nombreux dispositifs de mesure de microdébit ont été créés depuis quelques années. Pour les réaliser, les principes les plus courants sont des mesures par :

- pesée du liquide,
- déplacement de ménisque,
- échange thermique.

2.1.1. Mesure par pesée de liquide

La mesure par pesée du liquide (Figure 2.1) est très répandue car le système est facile à mettre en œuvre. Les balances utilisées sont des balances de précision (précision de l'ordre de 0,001g à 0,01g suivant les modèles). L'écoulement peut être généré de différentes façons : débit imposé par un pousse-seringue, application d'une pression par l'intermédiaire d'un gaz. L'inconvénient majeur d'un tel dispositif est l'évaporation du liquide de test. Certains auteurs la négligent [Ren *et al.*, 2001], d'autres la prennent en compte dans le traitement des données [Judy *et al.*, 2002 ; Kohl *et al.*, 2005a] ou mettent une protection sur le liquide (interface d'huile ou couvercle de protection [Brutin et Tadrist, 2003]).

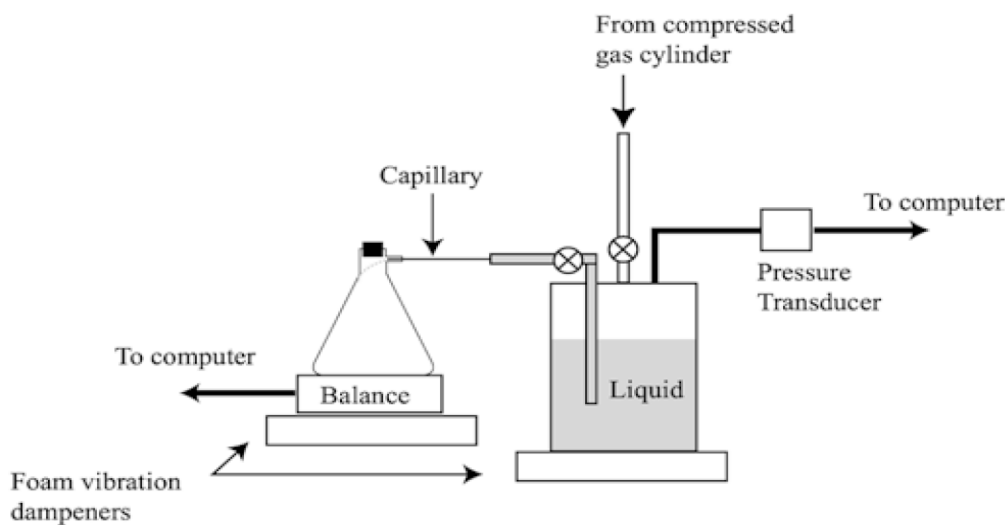


Figure 2.1: Banc d'essais de Sharp et Adrian [Sharp et Adrian, 2004]

2.1.2. Mesure par déplacement de ménisque

Les bancs d'essais utilisant le principe de mesure par déplacement de ménisque sont tous bâtis sur un même principe (Figure 2.2) : l'écoulement dans le microsystème est généré par application d'une pression à l'aide d'une bouteille de gaz comprimé. Le débit volumique est mesuré à l'aval du microsystème en mesurant le déplacement du ménisque formé entre le liquide de test et l'air ambiant. L'inconvénient de tels systèmes est que la progression du ménisque peut varier à cause d'éléments extérieurs (poussières, ...) venant se déposer dans la pipette. De plus, les erreurs de mesures sont importantes car le passage du ménisque est repéré manuellement. Enfin, comme dans le cas précédent, la pression aval est obligatoirement la pression atmosphérique et le débit est systématiquement mesuré à l'aval du microsystème.

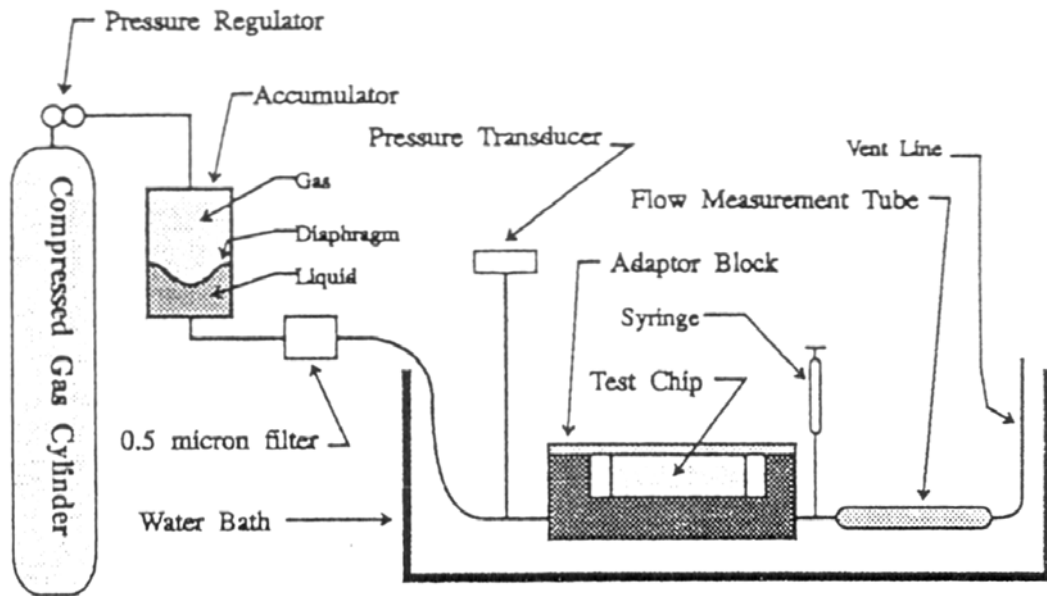


Figure 2.2: Banc de mesure de Pfahler et al. [Pfahler et al., 1991]

2.1.3. Mesure par échange thermique

Le principe des débitmètres thermiques consiste à exploiter les échanges thermiques dans l'écoulement de fluide. Une résistance chauffante dont la température est supérieure à celle de l'écoulement est placée dans celui-ci. Un transfert thermique donne alors lieu à un gradient de température, mesuré à l'aide de capteurs en amont et en aval de l'élément chauffant. La différence de température est alors proportionnelle au débit massique. Sensirion [Sensirion, 2003] a développé la technologie CMOSens[®] miniaturisant ce principe (Figure 2.3). Des débits pouvant aller jusqu'à 50 nl.min⁻¹ peuvent être mesurés. Cette valeur est cent fois plus faible que pour les précédents bancs développés suivant ce principe.

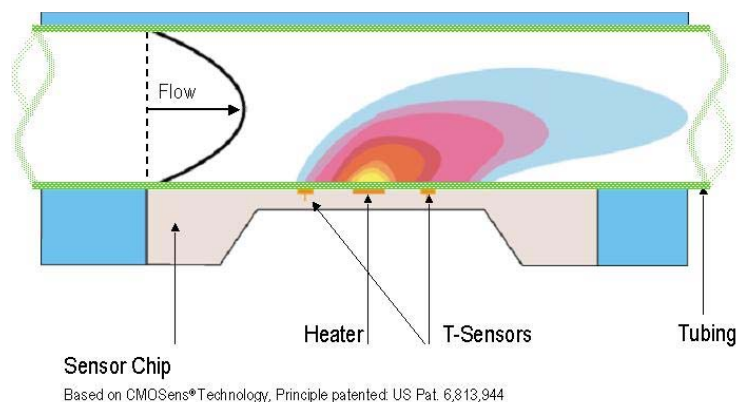


Figure 2.3: Principe de la technologie CMOSens [Sensirion, 2003]

2.1.4. Autre système

De nombreux auteurs utilisent également un pousse-seringue, système équipé d'un moteur pas à pas afin d'imposer un débit constant, et mesurent la pression grâce à un capteur. La seule mesure du débit est ainsi celle annoncée par le pousse-seringue et elle est donc soumise aux incertitudes de celui-ci.

2.1.5. Mesure de la pression

La mesure de pression au niveau des microsystèmes se fait de manière externe par des capteurs classiques (par exemple piézo-électrique, piézo-résistif, ou à pont de jauges), ou des manomètres (par exemple de type Bourdon). De plus en plus de dispositifs intégrés aux microsystèmes voient le jour grâce aux progrès fait en microfabrication. Par exemple Kohl *et al.* [Kohl *et al.*, 2005b] proposent un dispositif qui mesure la déformation d'une membrane par mesure optique (Figure 2.4).

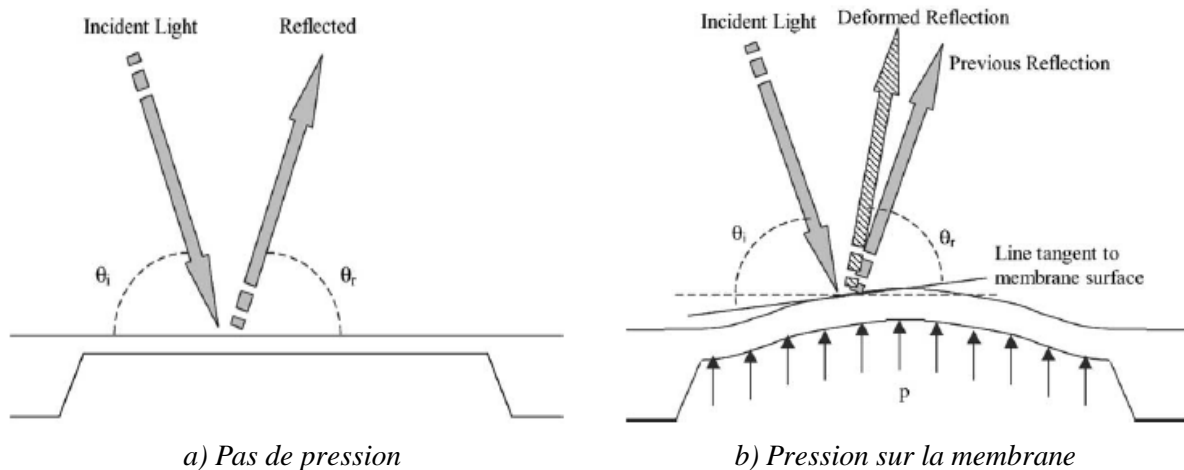


Figure 2.4: Principe de fonctionnement du dispositif élaboré par Kohl : sous l'action de la pression la membrane de silicium se déforme, modifiant l'angle d'incidence du faisceau laser. Un capteur optique permet de mesurer la déformation et d'obtenir la valeur de la pression.

2.1.6. Bilan

Dans la plupart des publications rencontrées, les systèmes décrits présentent quelques inconvénients :

- Ils ne permettent pas de détecter la présence de fuite dans le circuit de test. En effet la majorité des mesures de débit se fait soit en aval, soit en amont du microsystème.
- L'écoulement de liquide ne peut se faire que dans un sens, obligeant un démontage du microsystème lorsque celui-ci a un fonctionnement qui nécessite un essai dans les deux sens d'écoulement.
- Très peu ont une enceinte régulée thermiquement, or viscosité et pression (via la déformation de l'enceinte) sont des paramètres sur lesquels la température a une forte influence.
- Les circuits hydrauliques sont ouverts. Si le liquide de test est volatil (propanol, éthanol, ...) il aura tendance à s'évaporer, biaisant ainsi les mesures. Des poussières peuvent également venir polluer le liquide.

2.2. Description du banc d'essais existant

Ce banc a été élaboré au LGMT par Anduze [Anduze, 2000]. Le principe utilisé est celui de la mesure du déplacement du ménisque. Pour le réaliser, Marc Anduze a corrigé les inconvénients des bancs d'essais existant présentés dans le paragraphe précédent.

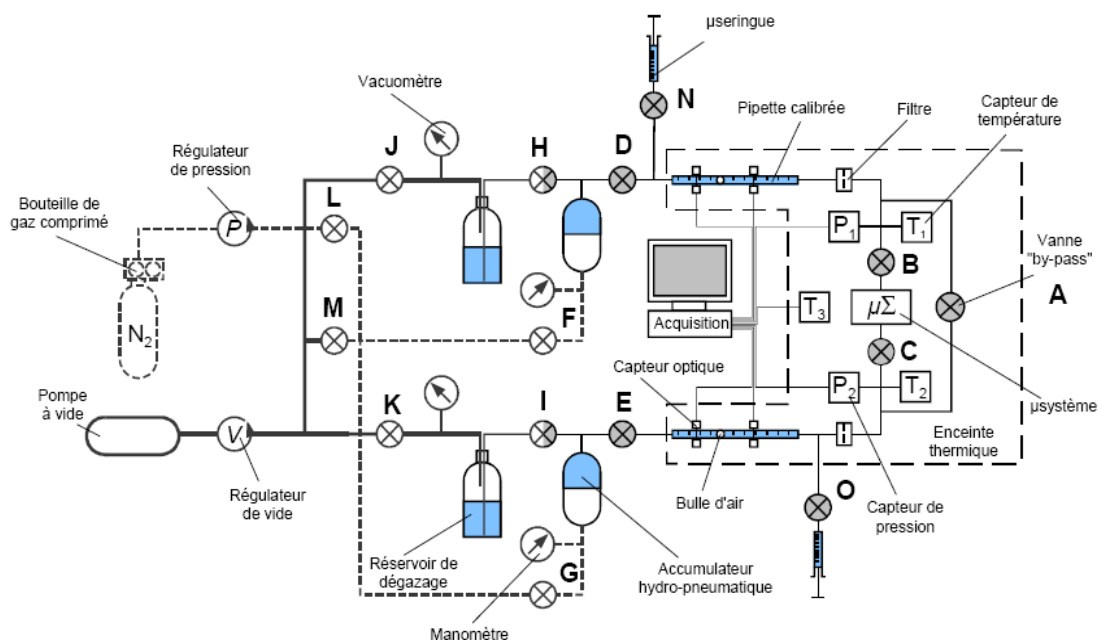


Figure 2.5: Schéma de principe du banc d'essais

Ce banc d'essais comporte trois parties distinctes (Figure 2.5) :

- un circuit hydraulique de test,
- un circuit pneumatique de commande de la pression,
- un circuit de dégazage.

Le circuit pneumatique de commande se compose de deux accumulateurs hydro-pneumatiques indépendants en acier inoxydable alimentés en pression par de l'azote en bouteille. Un détendeur permet de régler indépendamment la pression de chacun des accumulateurs sur une plage allant de 0 à 0,4 MPa. Cette pression est mesurée grâce à un manomètre relié à chacun des accumulateurs. Une fois sous pression, les accumulateurs sont isolés du reste du circuit grâce aux vannes de commandes F et G, évitant ainsi toute perte de pression due aux éventuelles fuites dans le circuit pneumatique externe. La pression se transmet au circuit hydraulique par l'intermédiaire d'une membrane en Viton à l'intérieur de l'accumulateur. Ces accumulateurs ont une capacité de 500 ml et doivent être remplis au moins de 250 ml d'azote pour que les variations de pression restent négligeables, la quantité de liquide déplacé lors de chaque mesure étant d'environ 1ml, les fluctuations sont inférieures à 1/250 en valeur relative.

Le circuit hydraulique de test est en inox. Il est constitué de deux lignes de mesure symétriques permettant de travailler dans différentes configurations : une pression peut être imposée d'un côté du microsystème tandis que de l'autre une contre-pression peut être ajoutée. Le microsystème peut être testé dans les deux sens d'écoulement du liquide sans pour autant être démonté. A la sortie de l'accumulateur se trouve une vanne (D et E) permettant d'isoler le circuit lorsque les accumulateurs sont sous pression. Ces deux vannes débouchent sur des pipettes calibrées de classe A dans lesquelles le liquide de test circule. Des filtres constitués d'une membrane de PTFE à 0,45 μm sont placés à la suite des pipettes, afin d'éviter toute obstruction des microsystèmes étudiés. Enfin, de part et d'autre du microsystème se trouvent deux plots en inox comportant une vis de purge, les capteurs de pression et de température et la connexion au microsystème. L'intérêt d'un tel circuit est que le liquide circule dans une boucle fermée évitant ainsi tout contact avec l'environnement extérieur.

Le circuit de dégazage permet au liquide de test d'être dépourvu de toute bulle de gaz qui pourrait influencer ses caractéristiques. L'opération de dégazage se fait grâce à une pompe à vide reliée à deux réservoirs de dégazage en verre. Le taux de vide est réglé suivant le liquide grâce à un régulateur de vide de précision.

2.2.1. Connectique utilisée - Etanchéité

La majeure partie du circuit est en acier inoxydable et verre afin d'avoir une bonne compatibilité chimique avec les différents liquides de test. Les raccords et les vannes sont en Inox de la marque Swagelok[®]. Les pipettes sont reliées par des raccords Omnifit[®] en téflon permettant un éventuel démontage.

Le microsystème est relié au banc grâce à des vannes en téflon Omnifit[®] permettant de connecter des tubes de 0,5 mm à 4 mm de diamètre et prévues pour une pression maximale d'utilisation de 0,35 MPa.

Après une longue période sans utilisation, l'étanchéité du banc doit être vérifiée en mesurant l'évolution de la pression au cours du temps durant quelques dizaines d'heures. Lorsque le banc reste trop longtemps inutilisé (sans mise sous pression) certains joints ont tendance à se dégonfler. La mise en route nécessite alors quelques jours durant lesquels le circuit hydraulique est mis sous pression. Aucune fuite n'est détectable ensuite.

2.2.2. Mesure du débit

2.2.2.1. Principe

Une bulle d'air est insérée dans chaque pipette. La mesure du débit se fait alors en suivant le déplacement de la bulle dans la pipette par l'intermédiaire de douze capteurs optiques. Ces capteurs de type Omron[®] EE-SX4070 à fourche se composent d'une photodiode et d'un transistor placés de chaque côté de la pipette. La diode émet un faisceau infrarouge qui traverse la pipette. La différence de luminosité reçue par le transistor permet de détecter la présence de la bulle. Ce système permet ainsi de relever le front (ménisque amont) montant et le front descendant (ménisque aval) de la bulle passant devant chaque capteur (Figure 2.6).

Les douze capteurs sont placés à intervalles réguliers (10 mm environ). La longueur entre chaque faisceau a été étalonnée. Entre deux capteurs, le débit volumique Q_j est alors obtenu par la relation :

$$Q_j = \frac{l_i V_{ref}}{L_{ref}} \frac{1}{(t_{i+1} - t_i)} \quad (2-1)$$

où $l_i = l_j - l_{j-1}$ est la distance entre les faisceaux lumineux, V_{ref} et L_{ref} le volume et la longueur de référence de la pipette, t_{i+1} et t_i les instants de détection par les capteurs $i+1$ et i du ménisque amont (ou aval) lors du passage de la bulle.

Les douze capteurs placés sur les lignes de mesure donnent ainsi deux fois onze mesures de débit permettant de voir l'évolution du débit dans le microsystème au cours du temps (Figure 2.7).

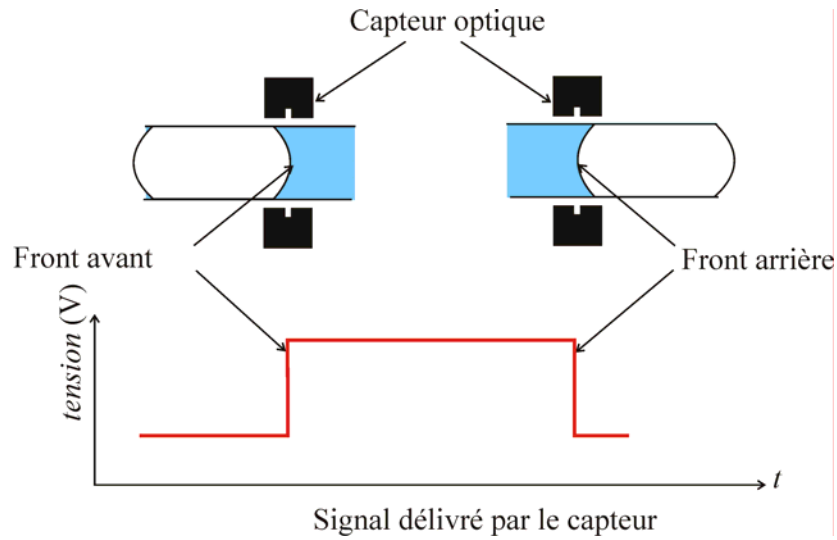


Figure 2.6 : Détection du front avant et du front arrière de la bulle par le capteur optique

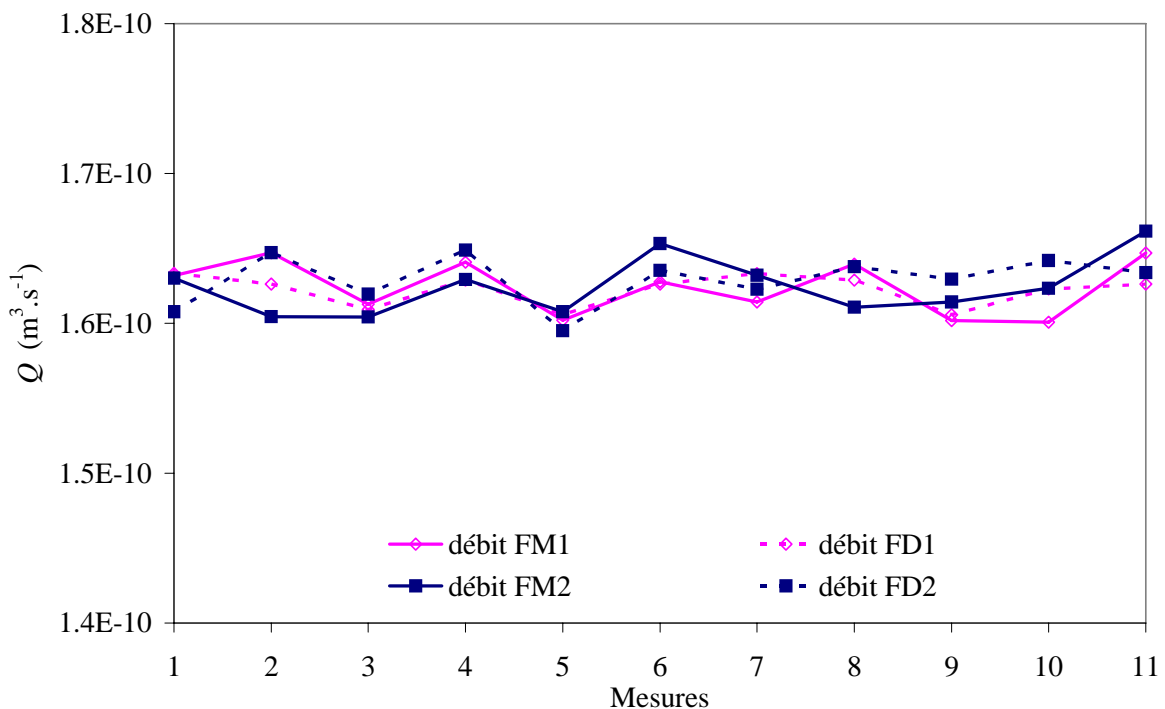


Figure 2.7 : Exemple de débits obtenus par le banc d'essais

FM1 (FM2): débits calculés d'après les fronts montants détectés par les capteurs situés sur la ligne de mesure n°1 (n°2)

FD1 (FD2) débits calculés d'après les fronts descendants détectés les capteurs situés sur la ligne de mesure n°1 (n°2)

2.2.2.2. Détection de fuite

Grâce à la présence de deux lignes symétriques, la mesure du débit est double, à l'entrée et à la sortie du micro-système. Ceci permet de contrôler la conservation du débit et la présence éventuelle de fuite en amont ou en aval du micro-système (Figure 2.8).

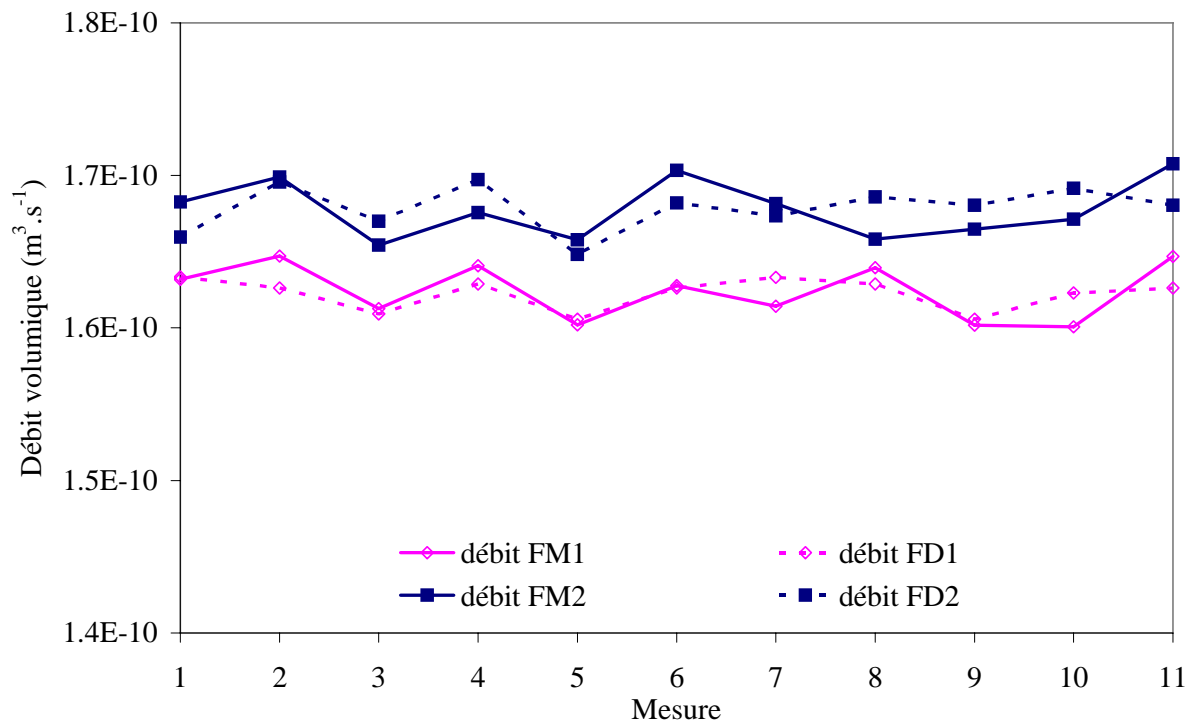


Figure 2.8 : Mise en évidence de la présence de fuite lors de la mesure

- débit FM2, débit FD2 : débits en amont du système

- débit FM1, débit FD1 : débits en aval du système

2.2.2.3. Correction du débit : prise en compte du rétrécissement de la bulle

Lorsque les mesures sont longues dans le temps ou lorsque la pression est élevée, une variation au cours du temps entre les débits correspondant aux fronts montants et les débits correspondant aux fronts descendants se remarque : les débits mesurés grâce aux fronts montants tendent à diminuer au cours de la mesure, tandis que ceux mesurés grâce aux fronts descendants augmentent. Ceci est dû à la variation de la taille de la bulle pendant le test du fait de la dissolution de la bulle dans le liquide. Un exemple d'un tel phénomène est représenté Figure 2.9, l'expérience ayant duré environ 6 heures. Une correction doit alors être apportée sur le débit calculé. La taille de la bulle

en début et en fin de d'expérience est mesurée grâce à une loupe binoculaire montée sur une platine micrométrique.

La correction consiste à répartir le rétrécissement total R_T de la bulle entre chaque couple de capteurs. En considérant que la bulle diminue autant à l'avant qu'à l'arrière, le rétrécissement partiel R_P de la bulle est alors donné par la formule suivante :

$$R_{Pi} = \frac{R_T l_i}{2 l_T} \quad (2-2)$$

où l_T représente la distance totale entre le premier et le dernier faisceau.

Ce rétrécissement R_{Pi} évolue au cours du temps : lors de son passage au niveau du premier capteur, la bulle n'a pas changé de taille ; le débit mesuré est alors exact. Au fur et à mesure de l'essai, la taille de la bulle devenant de plus en plus petite, le débit mesuré est de plus en plus faussé.

Le rétrécissement au cours du temps R_i entre chaque couple de capteurs est alors obtenu grâce à la formule :

$$R_{ii} = \frac{t_{i+1} - t_i}{t_T} R_P \quad (2-3)$$

où t_T représente le temps total de l'essai, t_{i+1} et t_i les instants de détection par les capteurs $i+1$ et i .

L'erreur sur le débit mesuré entre chaque couple de capteur, causée par ce rétrécissement est alors donnée par :

$$\varepsilon_{débit i} = \frac{R_{ii}}{l_i} \quad (2-4)$$

Le débit peut être ainsi corrigé de la façon suivante :

$$Q_{corrigé FMi} = Q_{mesuré i} (1 + \varepsilon_{débit i}) \quad (2-5)$$

et

$$Q_{corrigé FDi} = Q_{mesuré i} (1 - \varepsilon_{débit i}), \quad (2-6)$$

suyant que le débit à corriger est celui du front montant (2-5) ou du front descendant (2-6).

Les débits mesurés et les débits corrigés obtenus pour une seule ligne de mesure sont représentés sur la Figure 2.9.

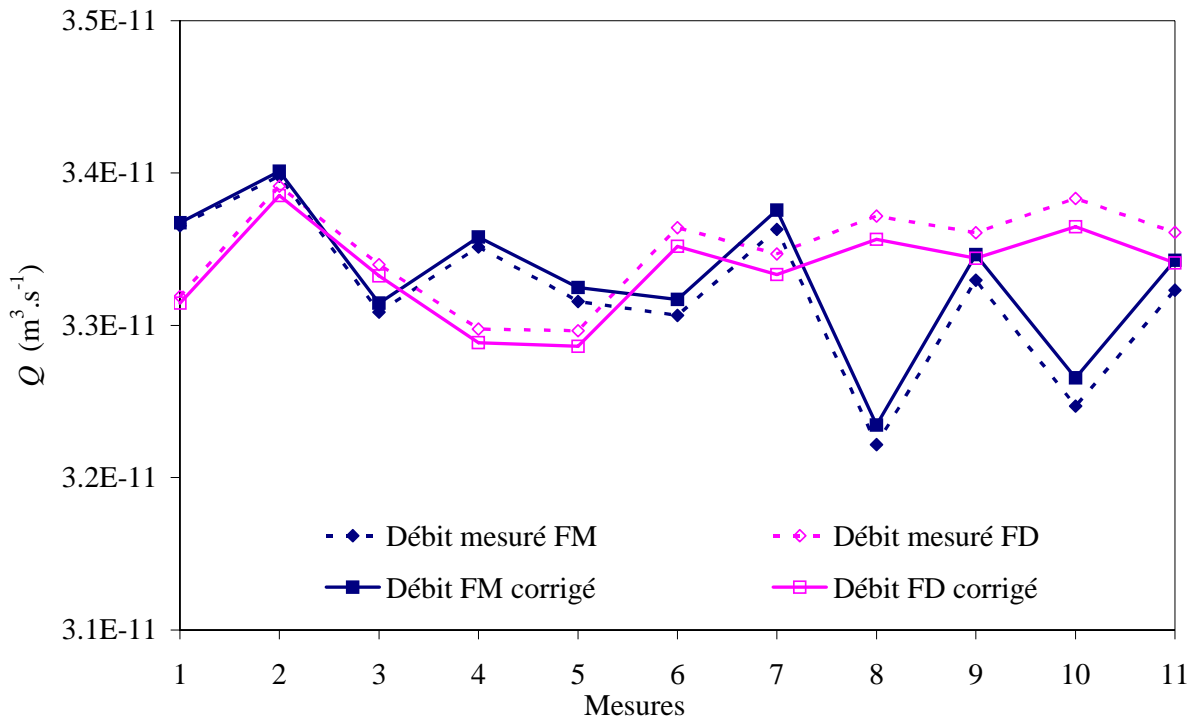


Figure 2.9 : Evolution du débit avec rétrécissement de la bulle de 1,3 mm

Débit FM : débit calculé d'après les fronts montants

Débit FD : débit calculé d'après les fronts descendants

2.2.3. Mesure de la pression

La pression au niveau des accumulateurs est mesurée grâce à deux manomètres (0 – 1 MPa). La mesure de la pression au niveau du circuit de dégazage se fait par l'intermédiaire d'un vacuomètre.

Pour avoir une mesure précise de la pression aux bornes du microsystème, des capteurs de pression sont placés dans les blocs en inox, au niveau des raccords de connexion avec le microsystème. Les pertes de charges dans les tubes de raccordement sont négligeables. Les capteurs sont piézorésistifs de la marque Kulite[®], de type HKM 375. L'intérêt d'un tel montage est l'interchangeabilité des capteurs permettant d'avoir un capteur adapté à la gamme de mesure souhaitée.

Cependant les pipettes et certains des raccords employés ne sont utilisables que jusqu'à une pression maximale de 0,4 MPa, la plage de mesure possible est donc limitée à 0-0,35 MPa.

Afin de s'affranchir de cette limite en pression, une adaptation permettant de monter à haute pression a été faite tout en gardant une double mesure du débit en amont et en aval du microsystème. Elle est décrite dans le paragraphe 2.3.

2.2.4. Mesure et régulation de la température

Des capteurs de température T1 et T2 sont également placés dans les blocs en amont et en aval du microsysteme.

La température ayant une très forte incidence sur les propriétés du liquide de test, une enceinte isolée thermiquement contient le microsysteme et la majeure partie du circuit hydraulique permet de faire des mesures à une température régulée, les accumulateurs étant à l'extérieur de cette enceinte. Un système de ventilation permet d'uniformiser la température à l'intérieur de l'enceinte en brassant l'air. Une sonde T3 est présente dans l'enceinte régulée en température à proximité du microsysteme afin de vérifier l'uniformité de la température. Un capteur supplémentaire (thermistance) est relié au module de régulation de température et permet de contrôler la température de consigne. Le système de régulation choisi est un module de régulation à effet Peltier capable de chauffer ou de refroidir l'air dans l'enceinte : la plage de régulation va de 10°C à 50°C environ.

La stabilité de la régulation permet de faire des mesures durant dans le temps avec une très faible variation de température. Les écarts de température maximum étant de l'ordre de 0,3°C (Figure 2.10).

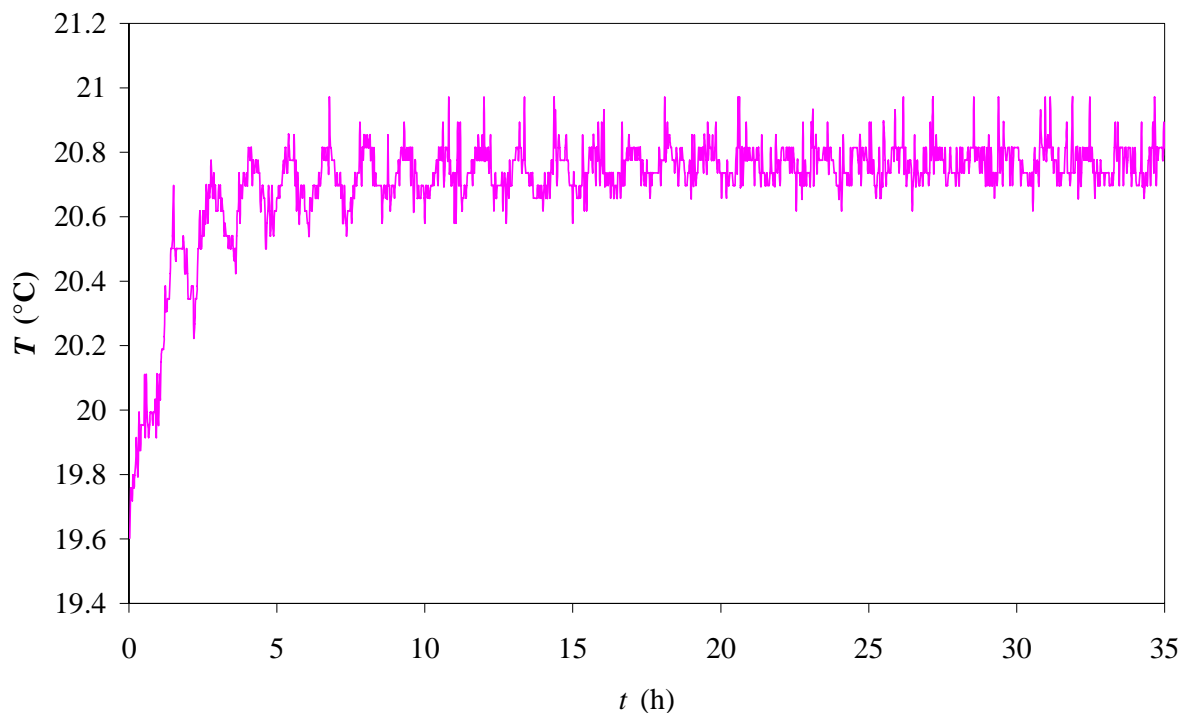


Figure 2.10 : Régulation en température : évolution de la température mesurée par la sonde T3, pour une valeur constante de la consigne

2.2.5. Acquisition des résultats

Les différents signaux de température et de pression sont enregistrés par l'intermédiaire d'une carte d'acquisition DAS-1604 (Keithler). Le logiciel de commande et de traitement du signal utilisé est Testpoint ; il enregistre l'évolution des différentes valeurs au cours du temps. La fréquence d'acquisition est variable (de 0,01 Hz à 100 Hz) permettant d'adapter la taille des fichiers en fonction de la durée de l'expérience.

Pour un calcul des débits volumiques, le signal délivré par les capteurs optiques doit être traité. Huit des capteurs de chacune des lignes est relié à une voie digitale de la carte d'acquisition, les quatre capteurs restant dans chaque ligne sont repartis sur une troisième voie. Chaque capteur est connecté à une entrée indépendante qui permet de connaître son état à chaque instant d'acquisition.

Le débit est calculé à partir du temps écoulé entre chaque front montant (ou descendant) de deux capteurs successifs. La détection des fronts est faite en comparant pour chaque point d'acquisition la valeur du signal par rapport à la valeur précédente.

2.3. Adaptation du banc d'essais

Le banc d'essais présenté dans le paragraphe précédant est limité à cause des pipettes et des différents raccords à une pression de 0,35 MPa. Afin de compléter l'étude de micro-écoulements de liquides et parcourir une gamme de débit / pression plus importante, nous avons cherché à augmenter le gradient de pression admissible aux bornes du microsystème tout en gardant un maximum d'avantages que présentait le banc d'essais initial.

Pour pouvoir utiliser le banc dans les différentes configurations (études à basses ou hautes pressions), le dispositif est « amovible » et vient se greffer sur le banc si besoin est (Figure 2.11).

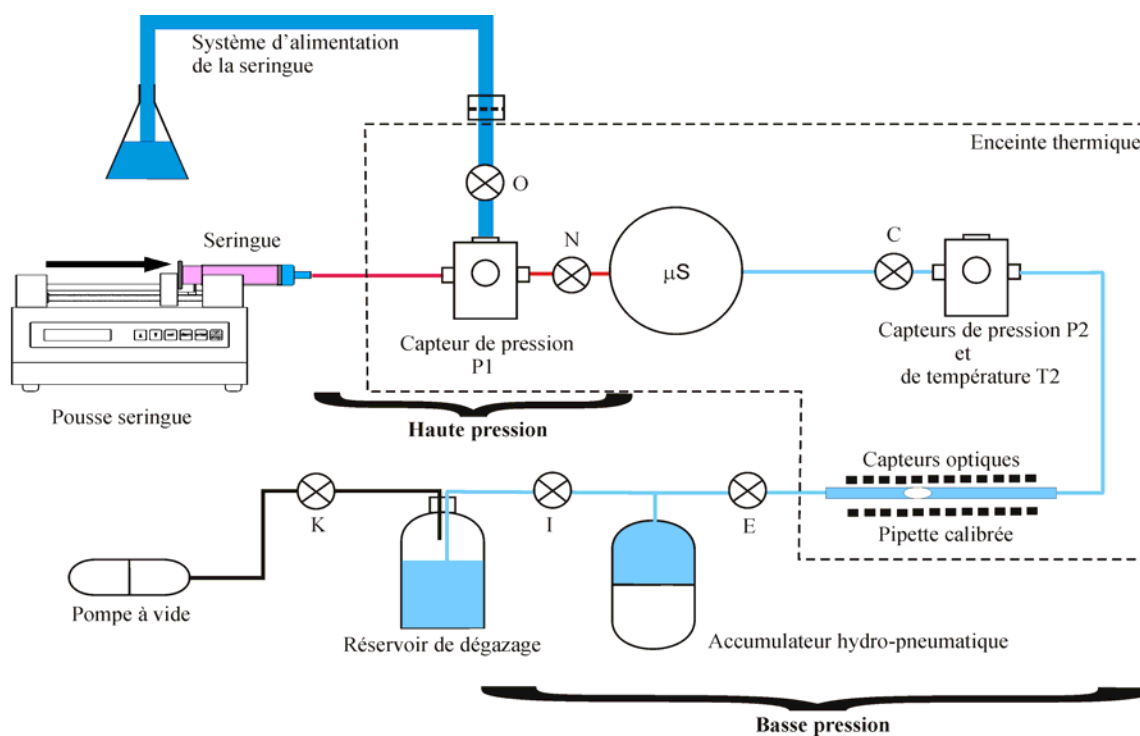


Figure 2.11: Schéma de principe du système de mesure haute pression

2.3.1. Système de mise sous pression

Le système d'alimentation par bouteille de gaz comprimé et accumulateur hydropneumatique étant limité en pression, l'emploi d'accumulateur est abandonné au profit d'un pousse-seringue. L'inconvénient est que contrairement au banc précédent, ce n'est plus une pression qui est imposée mais un débit.

Les pousse-seringues les plus performants trouvés dans le commerce sont ceux du fabricant Harvard Apparatus. Dans un premier temps, le modèle PDH 2200 a été testé ; par la suite un modèle plus performant, le PDH 4400 Hpsi a été acheté. Le tableau 2.1 suivant recense les principales caractéristiques de ces éléments.

Référence	PHD 2200	PHD 4400 Hpsi
Plage de débit	0,0001 $\mu\text{l} \cdot \text{min}^{-1}$ – 220,82 $\text{ml} \cdot \text{min}^{-1}$	0,0001 $\mu\text{l} \cdot \text{hr}^{-1}$ – 220,82 $\text{ml} \cdot \text{min}^{-1}$
Effort linéaire max	~ 220 N	~ 890 N
Précision	0,35 %	
Pas du moteur	1,8°	

Tableau 2.1: Principales caractéristiques des pousse-seringues

Une seringue en inox elle-même fournie par Harvard Apparatus est associée à ce pousse-seringue. D'une capacité de 8 ml et de diamètre intérieur 9,525 mm, l'ensemble permet d'atteindre une pression de l'ordre de 12 MPa. Spécialement conçu pour des applications à haute pression, le piston possède deux joints O-ring Chemraz[®] et deux bagues anti-extrusion en téflon.

Une pression supérieure est envisageable par l'utilisation d'une seringue de diamètre plus petit mais ce type de seringue n'existe pas dans le commerce et est difficile à fabriquer. L'état de surface à l'intérieur de la seringue doit être très bon ($R_a < 0,3 \mu\text{m}$) afin d'éviter les à coups dans la délivrance du débit (phénomène de stick-slip).

2.3.2. Connexions - Etanchéité

La sortie de la seringue est un raccord conique Swagelok[®] auquel est connecté un tube PEEK[™] de diamètre intérieur de 0,762 mm (0,03 in) et de diamètre extérieur 1/16'' capable de supporter une pression proche de 50 MPa. Un bloc en inox sert de support à la connexion du tube de raccord avec la seringue, à celle du microsystème, au capteur de pression et au système de remplissage de la seringue. Toutes les connexions utilisées au niveau du plot sont des raccords Swagelok[®] 1/16'' car ils ont l'avantage d'être résistants à de très fortes pressions (plus de 70 MPa) et de rester démontables.

Une des difficultés rencontrées dans la réalisation d'un tel montage est le remplissage de la seringue une fois que celle-ci est en bout de course. Un réservoir est relié au plot et une vanne O permet de l'isoler de la partie sous pression. Un filtre est placé entre le réservoir et la vanne afin de limiter les risques de pollution du microsystème. Ce système d'alimentation sert également de purge lorsqu'une bulle d'air reste piégée dans le circuit. A terme, le réservoir sera monté sur la pompe à vide permettant comme dans le banc précédant de dégazer le liquide de test. Des tests de fuites au niveau de l'ensemble seringue, tube PEEK[™] et bloc inox ont été faits pendant plus de 50 heures : la pression est restée à 2,2 MPa, pression réglée en début de test.

L'inconvénient d'un tel système est que contrairement au banc d'essais initial, la pression n'est pas tout de suite celle que l'on souhaite. Ce temps d'établissement est d'autant plus important qu'il y a de l'air piégé dans le bloc (Figure 2.12). Pour limiter ce phénomène, chaque remplissage de seringue s'effectue par une série de remplissage / vidage jusqu'à ce qu'aucune bulle ne subsiste dans le circuit.

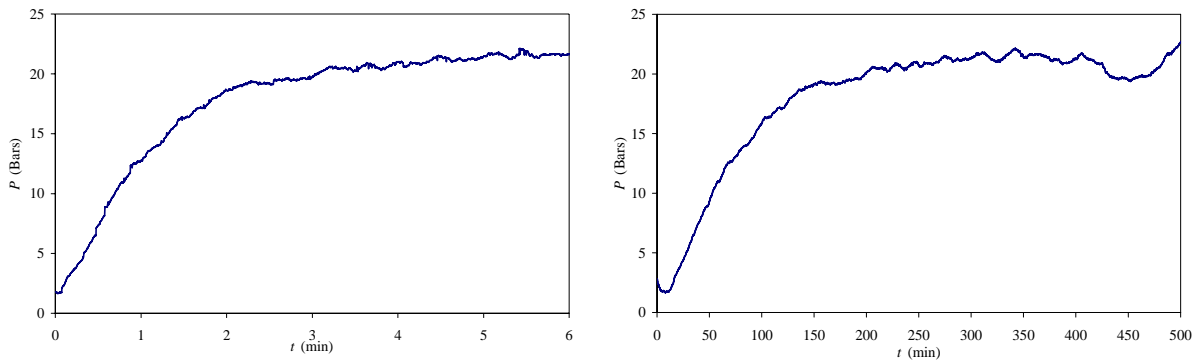


Figure 2.12 : Comparaison du temps de montée en pression pour un débit de la pompe réglé à $20 \mu\text{l}\cdot\text{min}^{-1}$ et un microcanal connecté de $50 \mu\text{m}$ de diamètre intérieur et de 10 cm de longueur
 a) sans présence d'air dans le circuit
 b) avec présence d'air dans le circuit

2.3.3. Mesure du débit

En amont du microsystème, le débit est donné par le pousse-seringue. Afin de garder la double mesure du débit, le microsystème est relié à sa sortie au banc d'essais initial. Le débit en aval du microsystème est alors mesuré par déplacement du ménisque dans la pipette, la pression de sortie étant dans la plage d'utilisation du banc.

Le débit annoncé par le pousse-seringue a été vérifié sur le banc d'essais en connectant directement la seringue au circuit hydraulique. La Figure 2.13 représente un exemple de résultat type obtenu grâce au banc d'essais. L'échelle a été volontairement grandie afin de mieux voir les faibles fluctuations de la mesure. Les écarts types trouvés lors de ces essais sont de l'ordre de 3% permettant de valider le fonctionnement à débit constant du pousse-seringue.

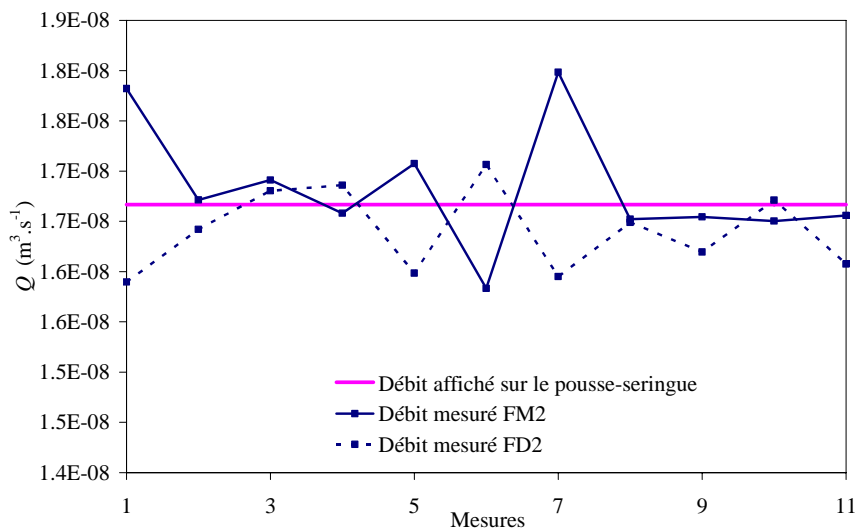


Figure 2.13 : Mesure du débit fourni par le pousse-seringue sur le banc d'essais pour un débit réglé sur $1000 \mu\text{l}\cdot\text{min}^{-1}$

Différentes valeurs de débits ont été testées (Figure 2.14). La différence entre le débit que doit délivrer la pompe et le débit trouvé est dans tous les cas inférieure à 1%, permettant de valider la précision de la mesure du débit en amont du système.

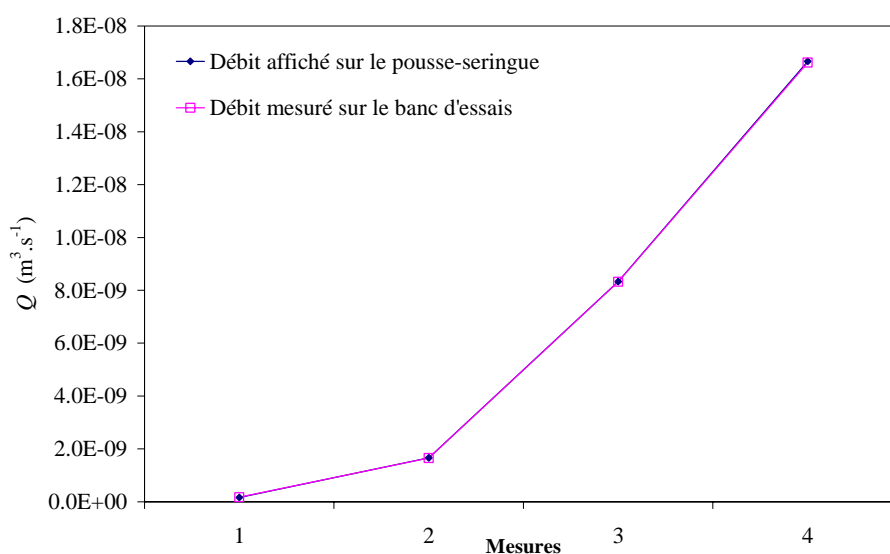


Figure 2.14: Comparaison des débits réglés sur le pousse-seringue et des débits mesurés sur le banc d'essais

2.3.4. Mesure de la pression

La mesure de la pression se fait par des capteurs piézo-résistifs de la marque Kulite® dont les caractéristiques sont présentées dans le tableau suivant. Le bloc permet de changer les capteurs en fonction de la gamme de pression étudiée permettant de garder une bonne précision dans la mesure de la pression malgré la grande plage de pression parcourue.

Référence du capteur	HKM 375-35 A	HKM 375-140 SG
Plage de mesure	0 – 3,5 MPa absolus	0 – 14 MPa relatifs
Non-linéarité, hystérésis et répétabilité	0,1%	
Température de fonctionnement	-55 à 175 °C	

Tableau 2.2: Principales caractéristiques des capteurs de pression

Le comportement linéaire vérifié, le calage est effectué en prenant deux valeurs : la valeur de la pression atmosphérique par un baromètre à mercure et la valeur maximale de la pression admissible par le capteur mesurée grâce à un manomètre 0 – 16 MPa de classe 1. Les capteurs sont vissés sur le bloc d'inox, et l'étanchéité se fait grâce à des bagues BS pouvant supporter de fortes pressions (plusieurs centaines de bars).

2.3.5. Incertitudes des mesures

Les mesures de grandeurs physiques ne sont jamais exactes. Les résultats se trouvent toujours dans un certain intervalle de tolérance défini par les incertitudes de mesures. Ces incertitudes sont dues aux erreurs systématiques issues des instruments de mesure choisis et de leur étalonnage mais aussi à des erreurs accidentelles se produisant aléatoirement. Nous détaillons dans cette partie les incertitudes correspondant aux différentes grandeurs permettant de caractériser l'écoulement mesurées directement ou indirectement sur le banc de mesure de microdébit et incluant son extension pour les mesures à hautes pressions.

2.3.5.1. Grandeurs mesurées directement

Température

Les capteurs de température ont été étalonnés avec un thermomètre étalon d'incertitude absolue de 0,1 K. Les écarts de température dans l'enceinte représentent une incertitude de 0,5 K. Pour une plage de température de 288 K à 328 K, l'incertitude relative sur la température sera de l'ordre de 0,2 %.

Pression

Les capteurs de pression ont été étalonnés à la pression atmosphérique grâce à un baromètre à mercure dont l'incertitude est estimée à 0,5 mmHg, soit $\Delta P_{atm} = 6,7 \times 10^{-5}$ MPa. Ceux utilisés sur le banc d'essais initial ont été ensuite testés à leur pression maximale par un manomètre de classe 0,6%, soit pour une incertitude absolue $\Delta P_{max} = 2,1 \times 10^{-3}$ MPa. Les capteurs pour les pressions supérieures ont été étalonnés à leur valeur maximale par un manomètre de classe 1% correspondant à une incertitude absolue de $\Delta P_{max} = 1,6 \times 10^{-1}$ MPa.

L'incertitude relative de mesure de chaque capteur pour une plage allant de la pression atmosphérique à la pression maximale est recensée dans le tableau suivant.

<i>Référence capteur</i>	<i>Incertitude relative</i>
HKM 375-3.5 A	0,02% à 0,6%
HKM 375-35 A	0,002% à 4%
HKM 375-140 SG	0,0004% à 1%

Tableau 2.3 : Incertitude relative des capteurs de pression

La grandeur nécessaire la plus intéressante est la différence de pression $\Delta P = P_{amont} - P_{aval}$ entre l'amont et l'aval du micro-système. Son incertitude de mesure est alors déterminée par :

$$\frac{\Delta(\Delta P)}{\Delta P} = \frac{\Delta P_{amont} + \Delta P_{aval}}{|P_{amont} - P_{aval}|} \quad (2-7)$$

L'incertitude absolue est donc comprise entre $1,34 \times 10^{-4}$ MPa et $4,2 \times 10^{-3}$ MPa pour les mesures effectuées à basse pression. Pour que les incertitudes relatives restent de l'ordre de 5%, les mesures de différence de pressions doivent alors ne pas être inférieures à $8,4 \times 10^{-2}$ MPa pour des mesures proches de P_{maxi} et à $2,5 \times 10^{-3}$ MPa pour des mesures proches de P_{atm} .

Pour les mesures à haute pression, l'incertitude est comprise entre $1,34 \times 10^{-4}$ MPa et $1,62 \times 10^{-1}$ MPa.

Débit

Le débit mesuré sur le banc d'essais est déterminé par l'équation (2-1). L'incertitude est obtenue à partir de l'expression suivante :

$$\frac{\Delta Q_j}{Q_j} = \frac{2\Delta l}{|l_j - l_{j-1}|} + \frac{2\Delta t}{|t_j - t_{j-1}|} + \frac{\Delta L_{ref}}{L_{ref}} + \frac{\Delta V_{ref}}{V_{ref}} \quad (2-8)$$

L'incertitude absolue de mesure des distances entre les faisceaux lumineux est estimée à 0,1 mm. Le temps d'acquisition est choisi en fonction de la durée de l'essai. Les incertitudes sur les dimensions sont données par l'étalonnage du constructeur : $\Delta V_{ref} = 0,005 \times 10^{-6} \text{m}^3$ et $\Delta L_{ref} = 0,1 \times 10^{-3} \text{m}$. Les cas les plus défavorables correspondent à des débits élevés, l'incertitude relative pour chacune des mesures est alors de l'ordre de 3%.

L'incertitude relative sur le débit engendré par le pousse-seringue, fournie par le constructeur, est de l'ordre de 0,35%.

2.3.5.2. Grandeur mesurée indirectement

Viscosité

La température a une influence significative sur la viscosité des liquides (Figure 2.15). Pour décrire cette dépendance, le modèle d'Arrhénius est souvent utilisé.

La viscosité dynamique s'exprime alors de la façon suivante :

$$\mu = Ae^{(B/T)} \quad (2-9)$$

où A, coefficient de viscosité, et B, coefficient de température, sont donnés en fonction du liquide. Pour l'iso-propanol liquide utilisé dans notre étude, ces coefficients sont $A=4,18 \times 10^{-4} \text{ Pa.s}$ et $B=2536,19\text{K}$.

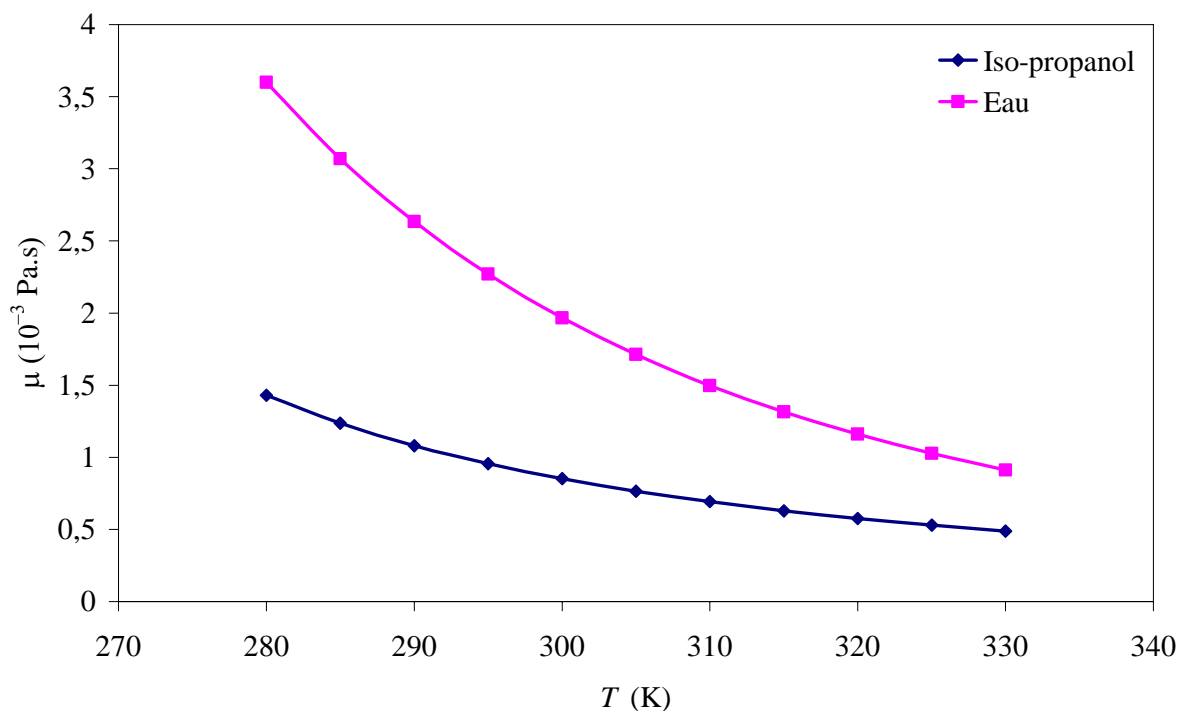


Figure 2.15 : Influence de la température sur la viscosité de l'iso-propanol et de l'eau

A partir de l'équation (2-9), les incertitudes relatives peuvent être calculées de la façon suivante :

$$\frac{\Delta\mu}{\mu} = B \frac{\Delta T}{T^2} + \frac{\Delta M}{M} \quad (2-10)$$

$\frac{\Delta M}{M}$ sont les incertitudes dues au modèle d'Arrhenius et sont estimées à 1%

[Anduze, 2000].

2.4. Exemples de mesures de microdébits

Dans cette partie, deux exemples d'utilisation du banc d'essais de microdébit de liquide sont présentés. Une microvalve à actionnement pneumatique pour des applications biologiques a été réalisée par l'institut FEMTO de Besançon. Sa caractérisation hydraulique a nécessité l'utilisation du banc de mesure de microdébits de liquides.

2.4.1. Etude de microvalves

Les microvalves sont des éléments microfluidiques intégrables sur les laboratoires sur puces. Gaël Thuillier [Thuillier, 2006] a réalisé durant sa thèse de doctorat une microvalve silicium – PDMS que nous avons caractérisée hydrauliquement sur le banc d'essais.

Elle se compose de deux parties (Figure 2.16) :

- une partie destinée à l'écoulement du fluide en PDMS (canaux et membrane),
- une partie rigide en silicium servant de support aux connexions fluidiques et pneumatique, l'actionnement choisi pour un tel dispositif étant pneumatique.

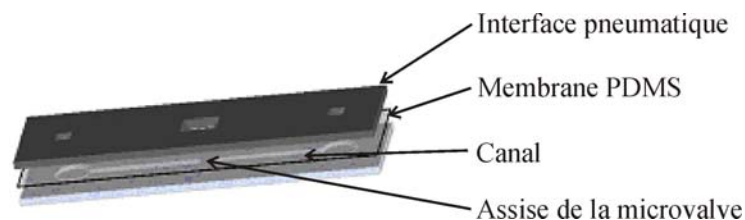


Figure 2.16 : Vue éclatée de la microvalve

La Figure 2.17 représente les phases de fonctionnement de la valve. Au repos la valve est normalement fermée, la membrane de PDMS appuyant sur l'assise (1). Sous la pression du fluide circulant dans les canaux, la membrane se soulève permettant alors le passage du fluide. Ce passage peut être aidé en appliquant une dépression sur la membrane (2). Lorsque le liquide s'écoule, en appliquant une surpression sur la membrane, il est alors possible de la maintenir en position fermée (3).

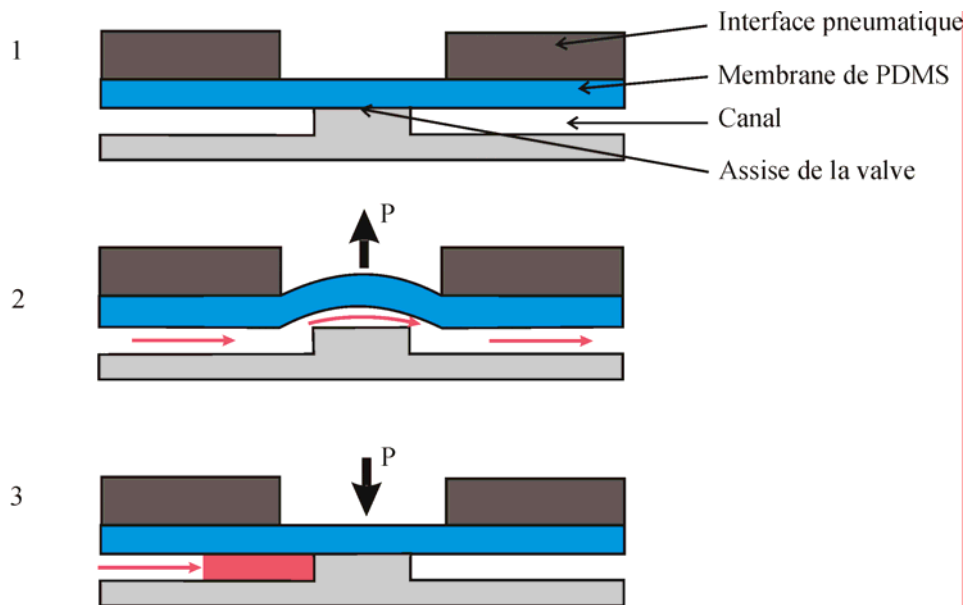


Figure 2.17: Principe de fonctionnement de la valve d'après Thuillier [Thuillier, 2006]

2.4.1.1. Caractérisation de la microvalve

Une fois relié au banc d'essais, le système complet est constitué de deux capillaires (un en amont et un en aval du dispositif), de deux canaux (entrée et sortie de la valve) et de la microvalve (Figure 2.18). Les connexions utilisées pour la liaison avec le banc sont coniques de la marque Upchurch[®] et pour la partie pneumatique, de type Luer[®] (Figure 2.19). Le PDMS étant perméable à l'air, une goutte d'eau a été déposée dans ce raccord. La membrane est alors actionnée par cette eau poussée elle-même par de l'air.

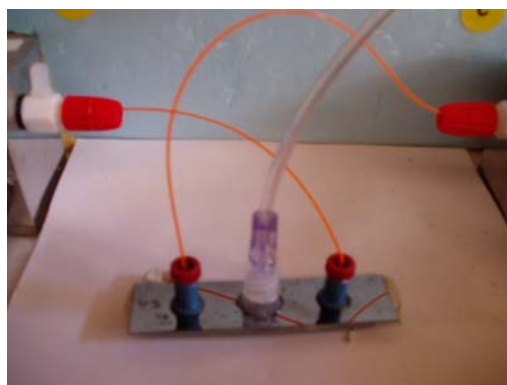


Figure 2.18: Microvalve reliée au banc d'essais

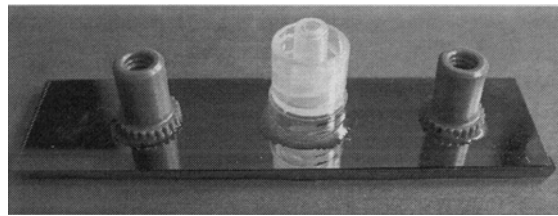


Figure 2.19 : Connectique associée à la valve

Afin d'obtenir les pertes de charges au niveau de la microvalve seule, il est alors nécessaire de calculer la résistance hydraulique de chacun des canaux de connexion permettant de relier la valve au dispositif de mesure. Pour réaliser les mesures, nous avons connecté la microvalve au banc d'essais avec des capillaires PEEK™ de diamètre intérieur 508 μm et de longueur 184 mm pour l'entrée et 123 mm pour la sortie. Les microcanaux en amont et en aval de la microvalve sont de section carrée de 200 μm de coté et de longueur totale 22 mm. La résistance hydraulique R_h de ces éléments se calcule grâce à l'équation :

$$R_h = \frac{2P_{O_{th}}\mu l}{SD_h^2} \quad (2-11)$$

Le liquide de test utilisé étant de l'iso-propanol (viscosité dynamique $\mu=2.35 \times 10^{-3}$ Pa.s à 20°C, température de régulation de l'enceinte thermique), la résistance hydraulique peut être calculée pour les différents éléments.

Type de tube	Section	Dimensions	$P_{O_{th}}$	R_h (Pa.s.m ⁻³)
Tube de connexion PEEK™	Circulaire	D = 508 μm l = 307 mm	16	4,42×10 ⁸
Canaux intégrés valve	Carrée	2a = 200 μm l = 22 mm	14	9,06×10 ⁸

Tableau 2.4 : Résistance hydraulique des tubes utilisés pour le montage des micro-valves

Les tubes de connexion au banc d'essais ont une résistance deux fois plus faible que ceux intégrés au dispositif de la valve. Les pertes de charge à leur niveau sont déduites de celles au niveau de la valve. Afin d'obtenir l'évolution du débit en fonction de la pression, un gradient de pression est imposé aux bornes de la microvalve. Pour ce faire, la pression en amont de la valve varie tandis que la sortie de la valve est laissée à pression atmosphérique.

Afin d'étudier le comportement seul de la valve, la perte de charge au niveau de la valve ΔP_{valve} peut alors être calculée grâce aux équations suivantes :

$$\Delta P_{valve} = \Delta P - \Delta P_{tubes} - \Delta P_{canaux} \quad (2-12)$$

ou

$$\Delta P_{valve} = \Delta P - R_{h,tubes} Q - R_{h,canaux} Q \quad (2-13)$$

Les valves ont été testées pour leurs différents modes de fonctionnement :

- sans effort de commande pneumatique : la membrane est soumise à la pression atmosphérique, le liquide s'écoulant dans les canaux étant l'actionneur,
- avec effort de commande pneumatique : la membrane est soumise à différentes pressions de commande P_c .

La figure suivante (Figure 2.20) montre les résultats obtenus sans pression de commande. Le fonctionnement de la valve est complètement réversible mais une légère hystérésis est observée. Le débit est fonction linéaire de la pression indiquant que la section minimale de passage du fluide n'augmente pas malgré l'augmentation de la pression, du moins dans la gamme de pression testée.

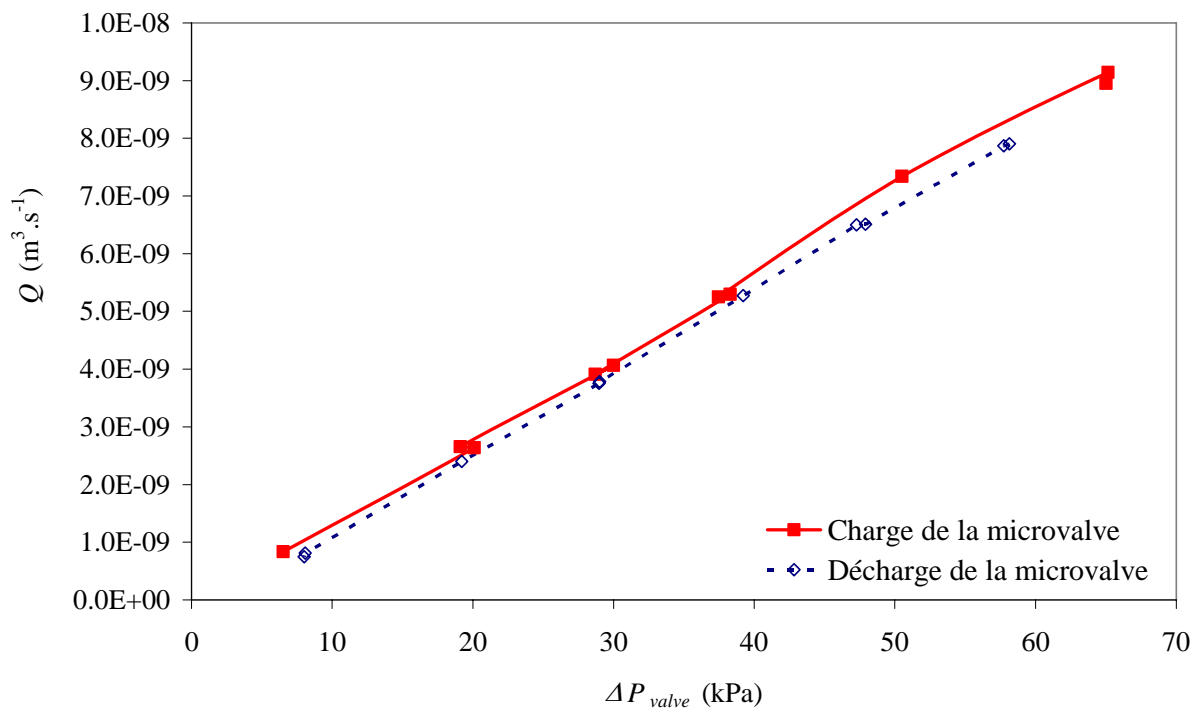


Figure 2.20 : Débit dans la microvalve en fonction de la différence de pression aux bornes de la microvalve

Les valves ont ensuite été testées pour différents efforts de commande sur la membrane P_c (Figure 2.21).

Une pression du liquide de plus en plus forte est nécessaire pour l'ouverture de la microvalve lorsque la pression de commande augmente. Pour un effort de commande $P_c = 20$ kPa la pression au niveau de la valve doit être $\Delta P_{valve} = 40$ kPa, pour $P_c = 40$ kPa sa valeur doit atteindre $\Delta P_{valve} = 52$ kPa.

De plus, on remarque que la pression d'ouverture est supérieure à la pression de fermeture. Lors de l'ouverture, la membrane adhère à l'assise de la microvalve, imposant au liquide en écoulement de vaincre un effort d'adhésion.

Enfin, la pression de chargement n'a pas d'influence significative sur le débit qui pour une pression de commande donnée, évolue linéairement par rapport à la pression. La résistance hydraulique de la valve est juste diminuée indiquant une variation de la section d'écoulement au niveau de la membrane.

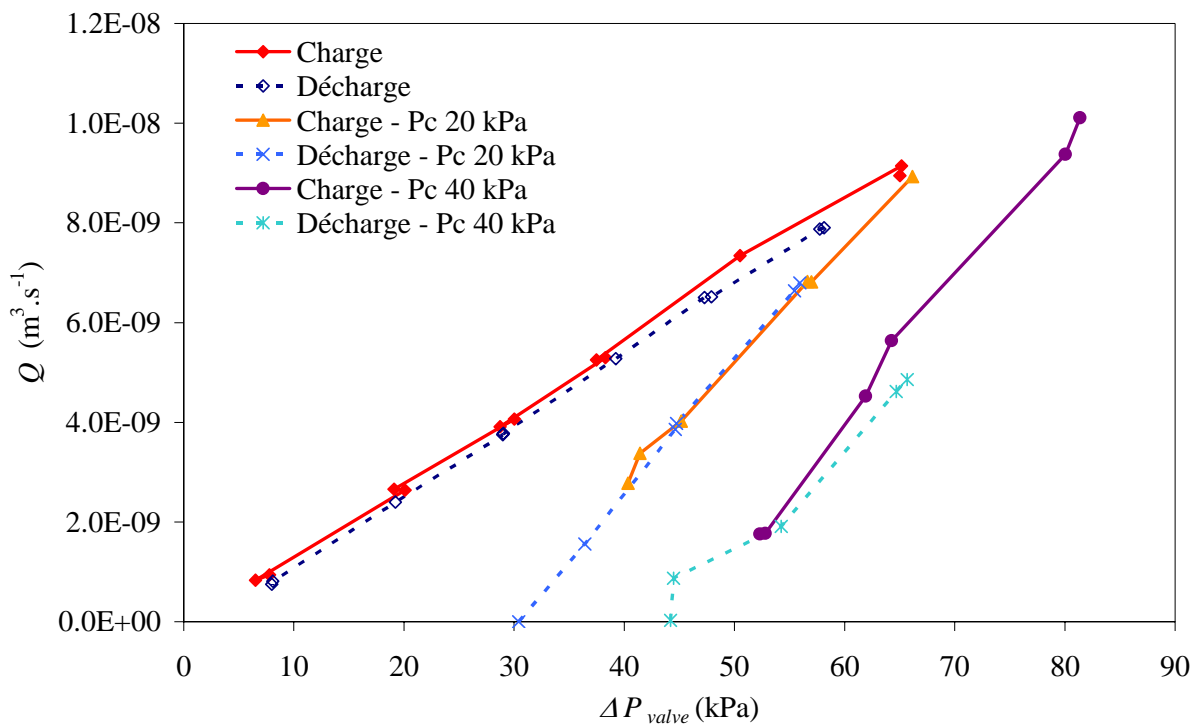


Figure 2.21 : Débit dans la microvalve en fonction de la différence de pression au niveau de la microvalve pour différents efforts de commande sur la membrane

Une mesure en chargement dynamique consistant à étudier le comportement de la microvalve avec une charge oscillante sur la membrane, serait nécessaire pour compléter l'étude de la microvalve.

2.4.2. Etude de micropompes à usage médical

Nous avons exploité le banc d'essais pour une étude systématique de micropompes à usage médical. Les détails et résultats de cette étude ne sont pas présentés ici car ils relèvent pour l'instant d'un accord de confidentialité avec l'entreprise partenaire.

2.5. Conclusion

Une extension du banc d'essais pour la mesure de micro-débits de liquides a été développée. Elle permet l'étude d'écoulements générés par de forts gradients de pression, la plage de pression pouvant aller de 0 à 14MPa, pour des débits entre 10^{-7} et $10^{-13} \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$. Une vérification des nouveaux composants a été effectuée, montrant que la précision des résultats n'est pas altérée par cette adaptation. Les différents intérêts du banc existant ont pu être maintenus : la conservation de la double mesure du débit permet de vérifier la présence de fuites, les mesures peuvent toujours se faire dans l'enceinte thermique à température régulée. La nouvelle configuration du banc sera exploitée au chapitre 4, paragraphe 4.2.

Chapitre 3 : Mesure de vitesses d'écoulement dans des microcanaux

Une grande variété de techniques de visualisation de microécoulements est apparue et évolue depuis les années 1990. Elles jouent un rôle central dans le développement de la microfluidique car elles permettent d'analyser les micro-écoulements et de mieux comprendre certains comportements non triviaux d'écoulements de fluides. La plupart des techniques de visualisation sont développées dans le but de mesurer la vitesse du fluide dans un microsystème.

Ce chapitre présente succinctement différentes techniques de vélocimétrie. L'une d'entre elles, la μ -PIV, que nous avons utilisée, est ensuite plus précisément développée. Une étude bibliographique et une présentation des principales caractéristiques de cette technique est d'abord faite. Nous proposons ensuite une méthode que nous avons élaborée pour obtenir un champ 3-D de vitesses précis à partir d'une série de données 2-D. En plus de l'amélioration de la précision des résultats, cette méthode permet également de déterminer précisément la position des parois et la profondeur de champ réelles. Enfin, des mesures expérimentales que nous avons réalisées sont étudiées et traitées par la méthode proposée.

3.1. Techniques vélocimétriques (Micron-Resolution Velocimetry Techniques)

3.1.1. Techniques d'imagerie scalaire

Ces techniques se basent sur l'observation du mouvement du fluide au moyen de molécules fluorescentes ou phosphorescentes injectées dans le fluide et émettant de la lumière [Sinton, 2004].

La fluorescence est due à l'excitation de molécules par des rayonnements électromagnétiques. Une fois excitées, ces molécules émettent quasi-instantanément un photon qui est ensuite absorbé par un fluorophore atteignant à son tour un état d'excitation et émettant alors de la lumière fluorescente. Cet état est limité dans le temps (typiquement de 1 à 10 ns), le fluorophore revient ensuite à son état initial. A cause de cette durée de vie limitée, les fluorophores sont utilisés avec des molécules fixatrices. Une telle technique est souvent utilisée pour l'étude de mélange [Oddy *et al.*, 2001] (Figure 3.1) ou pour l'étude de processus de distribution dans des microsystèmes [Sinton *et al.*, 2003b].

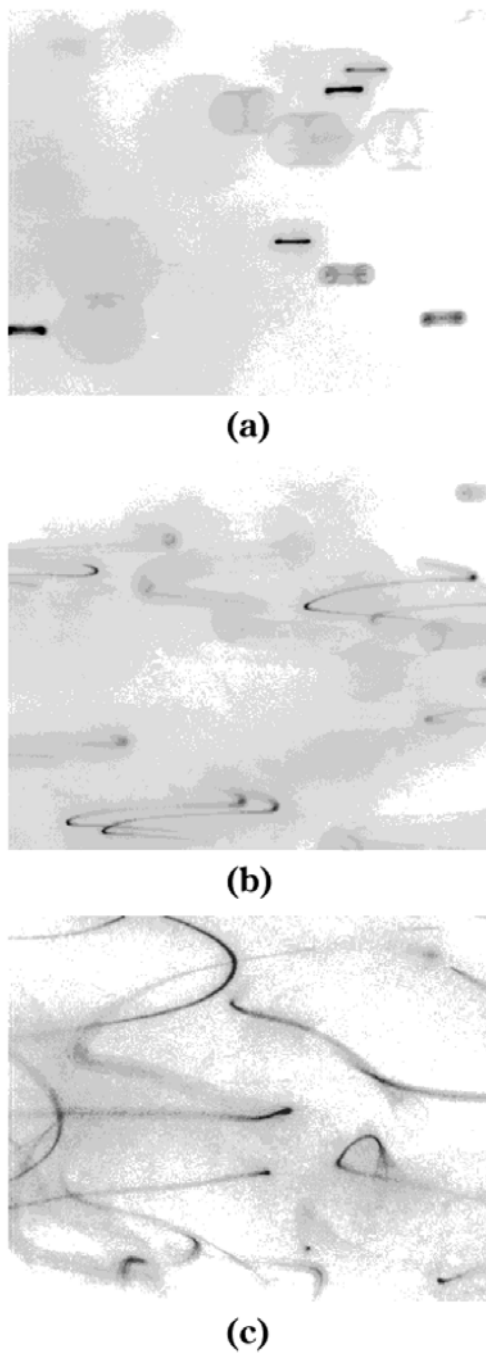


Figure 3.1: Images de mouvement de fluideensemencé de particules fluorescentes correspondant à l'oscillation des particules due à l'électrophorèse et à l'électroosmose. L'échelle d'intensité a été inversée de sorte que les stries sombres correspondent aux particules fluorescentes

(a) Oscillations uniaxiales (tension appliquée de 1 kV)

(b) Oscillation avec une composante transverse (tension appliquée de 4 kV)

(c) Trajectoires instables (tension appliquée de 8 kV)

Une autre technique, le photoblanchissement, consiste en l'altération du fluorophore des molécules fluorescentes sous l'exposition d'une lumière le rendant alors non-fluorescent (Figure 3.2) [Sinton, 2004].

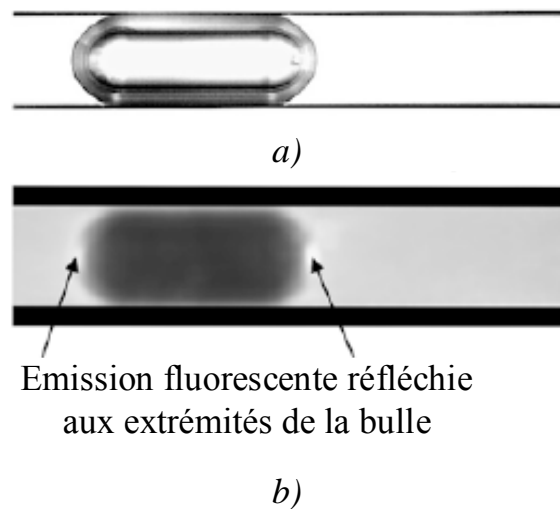


Figure 3.2 : Image de bulle par photoblanchissement [Sinton et al., 2003a]

a) avec éclairage à contre jour

b) avec émission fluorescente

La phosphorescence se base sur le même principe que la fluorescence : une molécule est excitée par rayonnement électromagnétique. Les principales différences entre phosphorescence et fluorescence résident dans la durée caractéristique entre excitation et émission, ainsi que dans la durée de vie de l'émission. De l'ordre de la nanoseconde pour la fluorescence, elle peut atteindre plusieurs millisecondes pour la phosphorescence.

3.1.2. Techniques d'imagerie de particules

Ce sont les techniques de visualisation les plus répandues. Le mouvement du fluide est observé par l'intermédiaire de particules mélangées au fluide en mouvement. Elles se distinguent les unes des autres par la méthode d'acquisition et d'analyse des images. On distingue [Sinton, 2004] :

- La LDV (Vélocimétrie Laser Doppler), technique pour laquelle des particules hautement réfléchissantes sont utilisées. Le signal, constitué de franges d'interférences émises par ces particules, est enregistré. La vitesse est ensuite obtenue en divisant la distance entre les franges d'interférences par le temps de réponse.

- La PSV (Particle Streak Velocimetry) qui consiste à enregistrer le déplacement d'une particule sur une seule image pendant une période de temps donnée. Cette technique ne permet pas d'obtenir des champs de vitesses très précis (10 fois moins précis que la μ -PIV) mais les mesures obtenues permettent d'obtenir une tendance du profil de vitesse.
- La μ -PIV (Particle Image Velocimetry) et μ -PTV (Particle Tracking Velocimetry), techniques que nous avons utilisées et qui sont présentées en détails dans la suite de ce chapitre.

3.2. Présentation générale de la μ -PIV (et μ -PTV)

La vélocimétrie par imagerie de particules (PIV) est une méthode optique d'obtention de cartographie de vitesses développée dans les années 1980. La méthodologie et les algorithmes de corrélation pour son application à macro-échelle ont été développés par Adrian [Adrian, 1991] et Meinhart *et al.* [Meinhart *et al.*, 1993]. La PIV connaît un essor considérable dans les années 1990 pour l'étude des écoulements turbulents instationnaires et depuis dix ans, avec le développement des MEMS. Santiago *et al.* [Santiago *et al.*, 1998] sont les premiers à étendre la technique à micro-échelle pour étudier un écoulement d'Hele-Shaw autour d'un cylindre elliptique de 30 μm de diamètre avec une vitesse moyenne de 50 $\mu\text{m s}^{-1}$. Cette technique s'adapte avec plus ou moins de facilités aux micro-écoulements avec des champs de vitesses ayant des dimensions de l'ordre de 100 micromètres et une résolution spatiale entre 1 et 10 microns.

Les techniques de μ -PIV et de μ -PTV sont très proches. La première consiste à calculer la vitesse dans une zone d'interrogation contenant plusieurs particules. Dans la seconde, le champ est estimé en considérant le déplacement individuel de chaque particule. Le principe est d'enregistrer l'image de particules à des instants successifs, ainsi la comparaison de deux images consécutives permet de remonter localement au déplacement du fluide et d'obtenir le champ de vitesses pour un instant donné. Un post-traitement des résultats permet d'obtenir des vitesses moyennes, des cartes de vorticités instantanées ou moyennes, des cartes d'intensités de turbulence. Cette technique de mesure donne donc accès à des informations quantitatives très utiles pour la caractérisation des écoulements, la gamme de vitesses mesurable allant des très basses vitesses au supersonique.

La mise en œuvre de telles techniques de mesure repose sur quatre étapes distinctes développées pour la μ -PIV et présentées dans la suite du chapitre :

- L'ensemencement de l'écoulement : La μ -PIV et la μ -PTV reposent sur la mesure de vitesse de particules en suspension dans l'écoulement. Des techniques de visualisation permettent ensuite de rendre ces particules visibles et d'en observer le mouvement dans le fluide.

- La création d'un plan lumineux : A l'échelle macroscopique, ces techniques requièrent la génération d'un plan lumineux pulsé. Dans le cas de la μ -PIV, tout le volume de fluide est illuminé, causant des imprécisions non négligeables. Une source laser pulsée génère sur un même axe optique deux impulsions lumineuses décalées d'un intervalle de temps réglé en fonction des vitesses dans l'écoulement.

- L'acquisition d'images : Deux images successives ou des séries de deux images successives sont numérisées puis envoyées vers un processeur pour être analysées.

- Le post-traitement des données : Il consiste en l'analyse des paires d'images au moyen d'algorithmes de corrélation d'images. L'image est parcellée en zones d'interrogations dans lesquelles on tente expérimentalement d'avoir au moins trois particules. L'algorithme permet alors de retrouver la position de la zone d'interrogation qui s'est déplacée entre les deux instants. Le déplacement de cette zone, divisé par l'intervalle de temps entre les images, permet alors d'avoir la valeur et la direction de la vitesse à l'endroit de l'écoulement où se situe la zone.

Dans le paragraphe suivant, la μ -PIV, adaptation de la PIV à une micro-échelle, est décrite en mettant l'accent sur les spécificités de cette technique dues à la miniaturisation du système.

3.3. μ -PIV : principes et spécificités

3.3.1. Principe

Le principe consiste à enregistrer deux images successives des particules introduites dans le fluide et qui par conséquent suivent le mouvement du fluide. Ces images sont séparées par un intervalle de temps Δt . Une première estimation de la vitesse locale du fluide \vec{u} est donnée par :

$$\vec{u} = \frac{\overrightarrow{\Delta x}}{\Delta t} \quad (3-1)$$

Où $\overrightarrow{\Delta x}$ est le déplacement de la particule.

La figure suivante représente un schéma de principe d'un montage expérimental de μ -PIV. Les différentes composantes indiquées sont expliquées dans ce paragraphe.

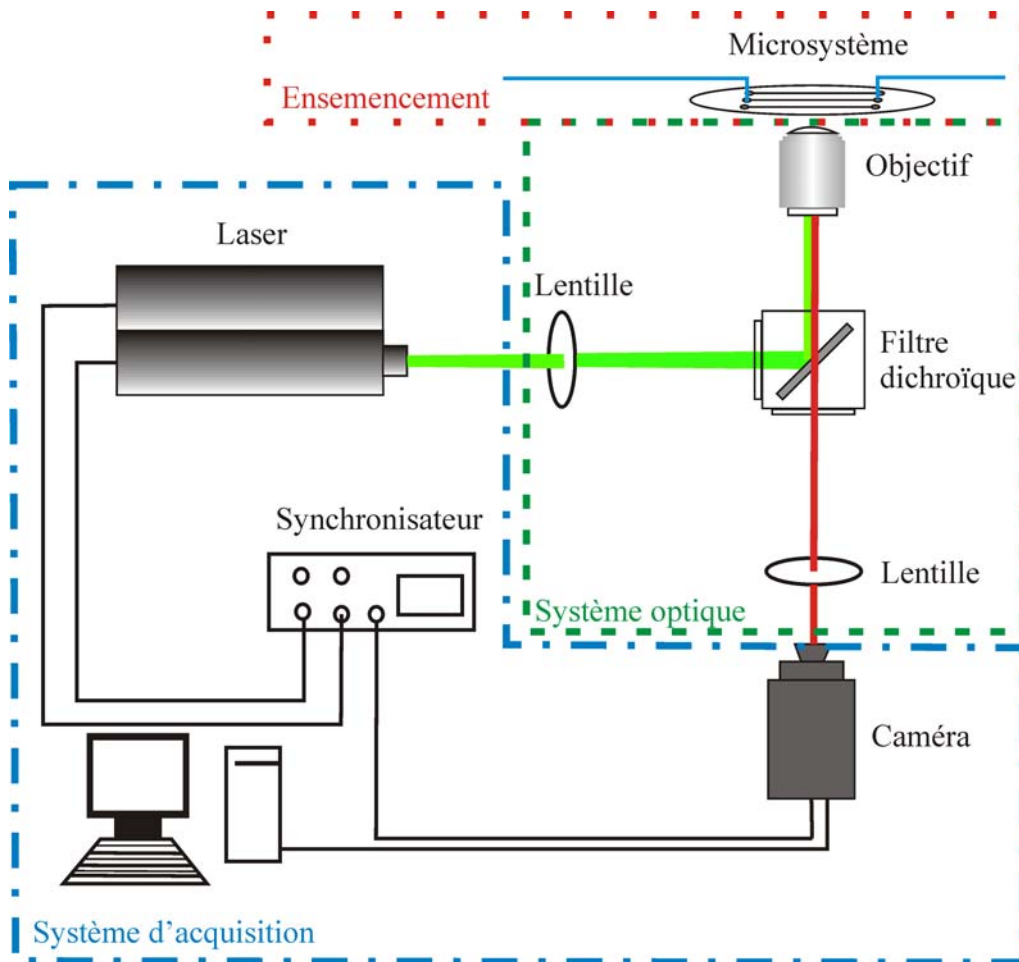


Figure 3.3 : Schéma de principe d'une installation de μ -PIV, d'après Devasenathipathy et Santiago. [Devasenathipathy et Santiago, 2003]

3.3.2. Système optique : Composants et caractéristiques

3.3.2.1. L'objectif

Résolution

La résolution d'un microscope peut être définie comme étant la plus petite distance entre deux points pour laquelle ces deux points peuvent être vus distinctement. Dans le cas d'un microscope à lumière transmise où la lumière traverse l'échantillon transparent (Figure 3.4), la résolution R_m est déterminée par la longueur d'onde de la lumière émise λ , l'ouverture numérique de l'objectif NA_{obj} et l'ouverture numérique du condenseur NA_{cond} par la relation suivante :

$$R_m = \frac{1,22\lambda}{NA_{obj} + NA_{cond}} \quad (3-2)$$

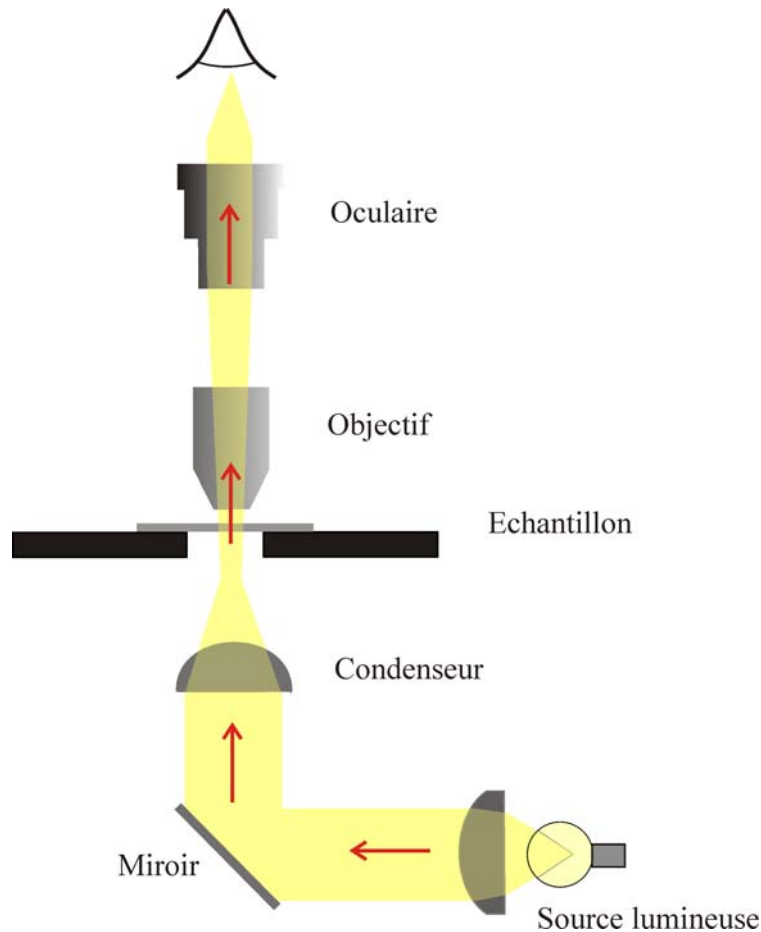


Figure 3.4 : Schéma de principe et principaux éléments d'un microscope à lumière transmise

Quand l'ouverture numérique du condenseur est ajustée à celle de l'objectif, c'est-à-dire lorsqu'elles sont considérées comme égales, l'équation (3-2) peut se simplifier en :

$$R_m = \frac{0,61\lambda}{NA_{obj}} \quad (3-3)$$

Ouverture numérique (NA)

L'ouverture numérique d'un objectif microscope est la représentation de sa capacité à collecter la lumière, autrement dit de sa résolution des détails à une distance fixée. L'ouverture numérique est calculée avec la formule suivante :

$$NA = n_i \sin\theta \quad (3-4)$$

où n_i est l'indice de réfraction du fluide immergeant la lentille, c'est-à-dire le fluide entre la lentille de l'objectif et le spécimen ($n_i = 1,00$ pour l'air et $n_i = 1,51$ pour l'huile). θ est la demi-ouverture angulaire représentant le demi-angle du cône de lumière entrante (Figure 3.5). Plus cet angle est grand, plus l'ouverture numérique est élevée (Figure 3.6).

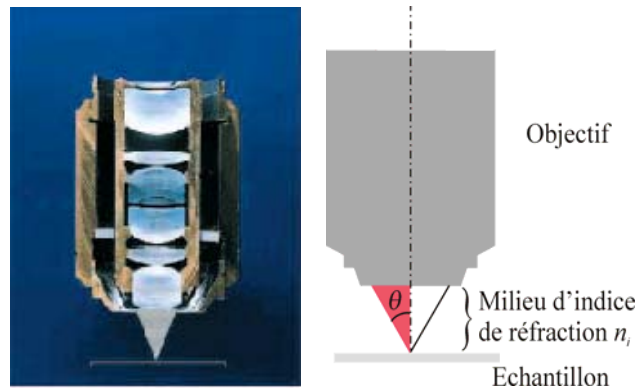


Figure 3.5 : Paramètres définissant l'ouverture numérique

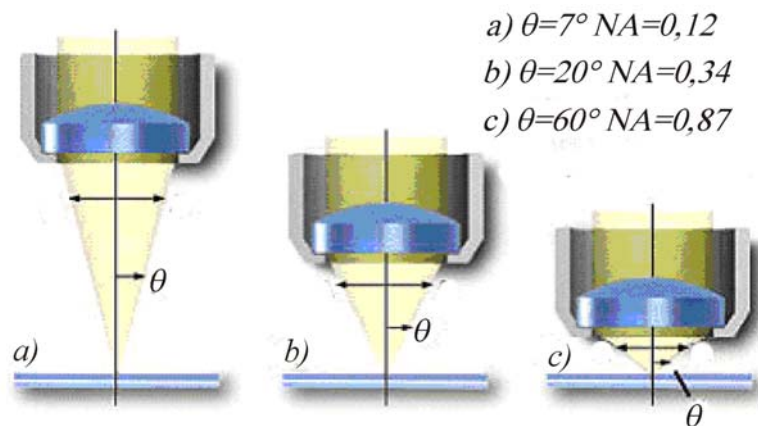


Figure 3.6 : Valeur de l'ouverture numérique pour différentes demi-ouvertures angulaires et lorsque le milieu entre l'échantillon et l'objectif est de l'air

3.3.2.2. *Fluide d'immersion*

Avec de l'air, l'ouverture numérique maximale est en théorie $NA = 1$ ($\theta = 90^\circ$), en pratique elle est limitée à $NA = 0,95$. Pour atteindre une valeur supérieure à 1 et donc augmenter l'ouverture numérique, on utilise des objectifs à immersion de liquide, c'est-à-dire qu'un liquide est inséré entre l'échantillon observé et la lentille de l'objectif. L'huile et l'eau sont les milieux les plus fréquemment utilisés. L'ouverture numérique atteint typiquement la valeur de 1,51 pour les objectifs à immersion d'huile.

3.3.2.3. *Volume d'illumination : Profondeur de corrélation (Δy_c)*

La μ -PIV est essentiellement une adaptation de la PIV à travers un microscope. Contrairement à la PIV qui requiert la génération d'un plan lumineux de quelques millimètres d'épaisseur, du fait de la miniaturisation du procédé, la lumière émise en μ -PIV illumine un volume de fluide appelé volume d'illumination ou cône d'illumination. Lorsque les vitesses d'écoulement sont faibles, il peut être généré par un éclairage continu en général produit par une lampe à mercure [Santiago *et al.*, 1998]. Pour des vitesses d'écoulement plus grandes, la plupart du temps, un laser Ng :YAG est utilisé [Meinhart *et al.*, 1999 ; Sharp et Adrian, 2003 ; Kinoshita *et al.*, 2002], la lumière étant alors émise à une longueur d'onde de $\lambda = 532$ nm.

Profondeur de champ

Toutes les particules à l'intérieur de ce cône vont émettre de la lumière mais seules les particules dans le plan focal, c'est-à-dire les particules nettes, contribueront lors du post-traitement au « pic de déplacement », tandis que les particules floues ne feront qu'augmenter le « pic de bruit » du signal enregistré. On définit alors la profondeur de champ Δy_c qui est l'épaisseur de tranche illuminée dans laquelle tous les points de l'objet donnent une image nette. Elle dépend de l'objectif et de son ouverture numérique. Inoué et Spring [Inoué et Spring, 1997] donnent la relation suivante pour un objectif standard :

$$\Delta y_c = \frac{n_i \lambda_0}{NA^2} + \frac{n_i e}{NA \cdot M} \quad (3-5)$$

où λ_0 est la longueur d'onde de la lumière dans le vide, NA l'ouverture numérique de l'objectif, e est la plus petite distance résolue sur le détecteur (sur une caméra CCD, c'est la distance entre deux pixels) et M le grandissement total du système optique.

Le premier terme de l'équation (3-5) est dû aux effets de diffraction, le second est dû aux effets géométriques. Lorsque l'ouverture numérique est grande, le terme dû à la diffraction est prédominant ; lorsque l'ouverture est petite, le terme géométrique domine. La profondeur de champ dépend fortement de l'ouverture numérique : plus cette dernière sera grande, plus la profondeur de champ sera petite (Figure 3.7).

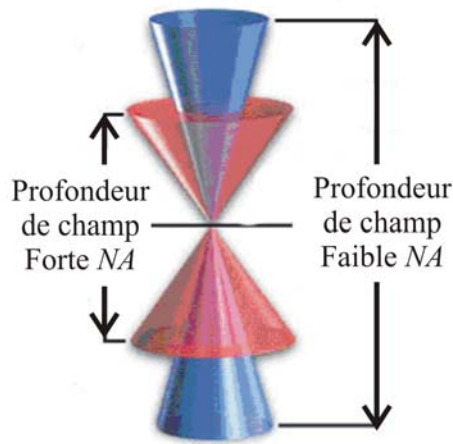


Figure 3.7 : Profondeur de champ en fonction de l'ouverture numérique (NA)

Profondeur de mesure

Meinhart *et al.* [Meinhart *et al.*, 2000a] montrent que lors de mesures en μ -PIV, ce n'est plus cette profondeur de champ qui entre en compte mais plutôt une profondeur de mesure Δy qui influence la résolution des mesures. La profondeur de mesure est alors définie comme étant deux fois la distance du plan objet à laquelle la particule devient suffisamment floue pour ne pas contribuer de manière significative aux mesures de vitesse (Figure 3.8).

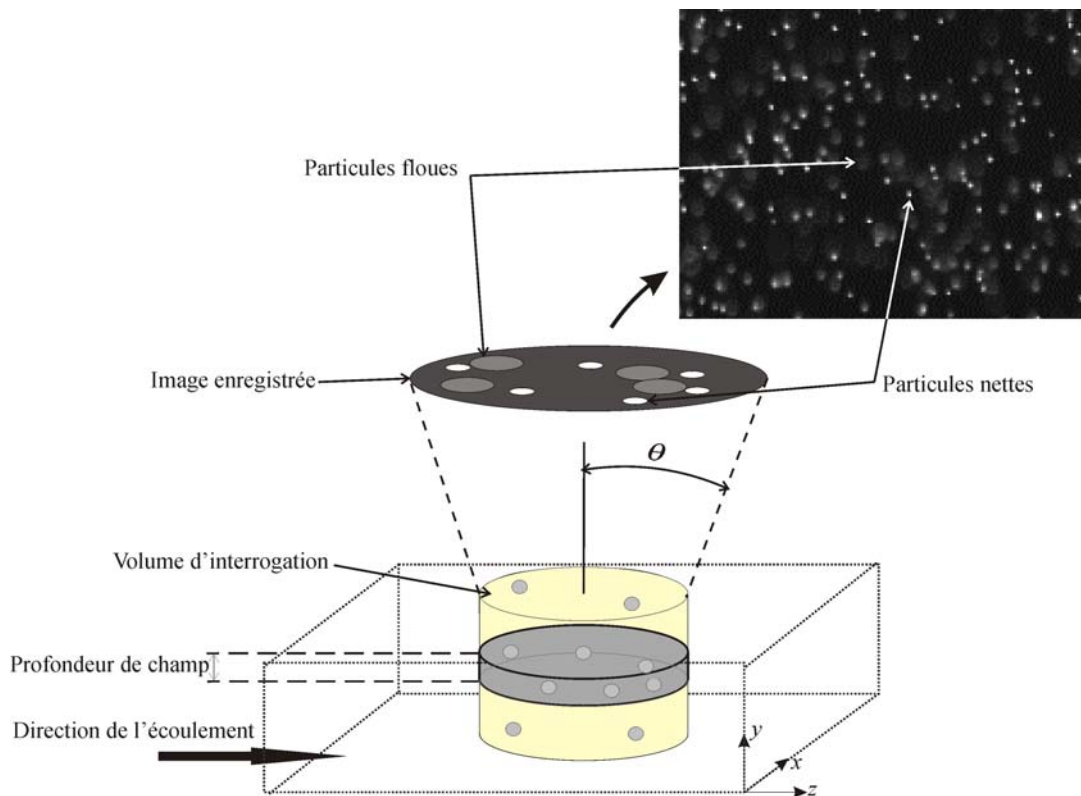


Figure 3.8 : Schéma montrant comment les particules dans la profondeur de mesure apparaissent et contribuent au pic de corrélation, d'après [Ou et Rothstein, 2005]

A partir de l'équation (3-5), pour calculer cette épaisseur de mesure, Meinhart examine la contribution d'une particule floue en considérant les effets suivants :

- l'effet de la diffraction, en considérant la fonction « d'étalement du point » le long de l'axe optique. La profondeur de mesure de diffraction Δy_d peut donc être estimée par :

$$\Delta y_d = \frac{3n_i \lambda_0}{NA^2}, \quad (3-6)$$

- l'effet dû à la géométrie de l'optique, en estimant la distance entre le plan objet et la particule, à partir de laquelle l'intensité de la lumière émise par la particule de diamètre d_p le long de l'axe optique diminue d'une quantité $\Delta \phi_p = 0,1$. En supposant que $d_p > e/M$; l'épaisseur de mesure due aux effets géométriques Δy_g peut être évaluée par :

$$\Delta y_g = \frac{(1 - \sqrt{\Delta \phi_p})}{\sqrt{\Delta \phi_p}} \frac{d_p}{\tan \theta}, \quad (3-7)$$

- l'épaisseur de mesure due à la taille des particules Δy_p :

$$\Delta y_p = d_p. \quad (3-8)$$

L'épaisseur de mesure appelée aussi épaisseur du plan focal Δy représente la somme des termes des différentes contributions et est donnée par la formule [Meinhart *et al.*, 2000a] :

$$\Delta y = \frac{3n\lambda_0}{NA^2} + \frac{2.16d_p}{\tan \theta} + d_p. \quad (3-9)$$

A titre d'exemple, la lentille utilisée lors de nos expériences est une lentille à immersion d'air ($n_i = 1$), d'un grandissement $M = 20$ et avec une ouverture numérique $NA = 0,6$. Les particules ont un diamètre $d_p = 1 \mu\text{m}$. La profondeur focale obtenue est $\Delta y = 26 \mu\text{m}$, qui représente plus de la moitié du canal étudié, dont la profondeur est $44 \mu\text{m}$ (cf. paragraphe 3.7). Cependant cette valeur n'est qu'une approximation. Aucune référence de la littérature autre que l'article de Meinhart ne la confirme par des essais. Les résultats trouvés par Meinhart figurent dans le tableau suivant :

NA	M	N	d_p (μm)	Δy (μm)	
				expérimental	théorique
1,4	60	1,515	0,2	1,75	1,8
1,4	60	1,515	1,0	3,5	3,4
0,6	40	1,0	1,0	10,6	8,6

Tableau 3.1 : Epaisseurs de plan focal calculées par Meinhart [Meinhart, 2000a]

3.3.3. Ensemencement

3.3.3.1. Taille des particules

Comme le précisent Santiago *et al.* [Santiago *et al.*, 1998], les particules injectées dans les micro-canaux doivent être suffisamment petites pour ne pas perturber l'écoulement, pour ne pas obstruer le microsystème et pour ne pas produire inutilement de trop gros points images. Elles doivent cependant être assez grosses pour diffuser suffisamment la lumière (elles doivent occuper au moins 2 ou 3 pixels) et pour amortir les effets du mouvement Brownien. En général, les auteurs prennent des particules dont le diamètre représente 1/1000 du diamètre hydraulique de la section.

La plupart des travaux de μ -PIV s'accordent sur un diamètre de particules d_p de 100 nm à 1 μ m.

3.3.3.2. Nature des particules

En général ce sont des billes de polystyrène teintées de colorant fluorescent réagissant à une certaine longueur d'onde dépendante du produit fluorescent utilisé. Elle absorbent la lumière à une certaine longueur d'onde et émettent à une longueur d'onde plus élevée (Figure 3.9).

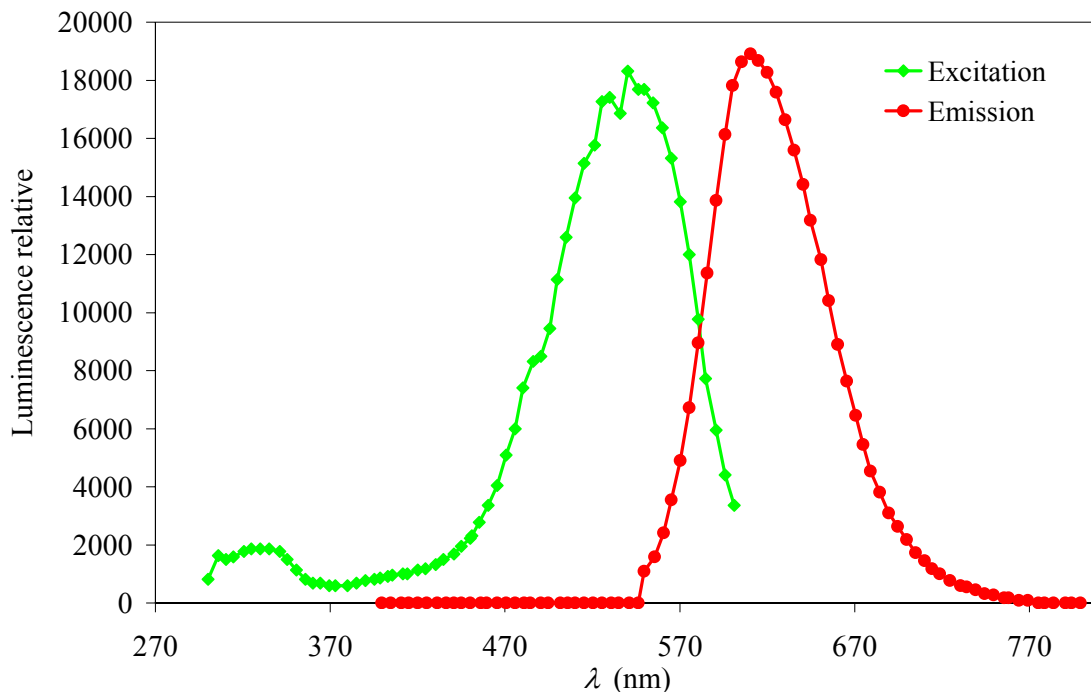


Figure 3.9 : Spectre d'absorption et d'émission de particules fluorescentes rouges
(Duke Scientific Corporation®)

Concentration en particules

La détermination de la concentration optimale en particules est faite de manière empirique. On estime qu'il faut en général entre 5 et 10 particules par zone d'interrogation. Cependant, cette concentration joue un rôle important dans les résultats obtenus : si trop de particules sont présentes dans l'écoulement, d'une part les propriétés du fluide étudié risquent d'être affectées et d'autre part, le post traitement des données peut être erroné car le pic lumineux de chaque particule peut être difficilement différencié. Si, au contraire, il n'y a pas assez de particules dans l'écoulement, les images enregistrées ne peuvent pas être analysées convenablement puisqu'il n'y a pas assez de particules présentes dans chaque fenêtre d'interrogation.

Li *et al.* [Li *et al.*, 2005b] proposent un calcul permettant d'estimer cette concentration optimale en particules. La densité minimale d'ensemencement est donnée par l'équation :

$$N = CA(2Z_{corr}) \quad (3-10)$$

où N est le nombre de particules désiré dans les zones d'interrogation, C est la concentration volumique des particules de la solution, A est l'aire de chaque fenêtre d'interrogation et $2Z_{corr}$ est la profondeur de corrélation estimée par l'équation :

$$Z_{corr} = \left[\frac{(1-\sqrt{\varepsilon})}{\sqrt{\varepsilon}} \left(f^{\#2} d_p^2 + \frac{5,95(M+1)^2 \lambda^2 f^{\#4}}{M^2} \right) \right]^{1/2} \quad (3-11)$$

Ici $\varepsilon = 0,01$ est une constante, $f^{\#}$ est le nombre focal de la lentille, d_p est le diamètre des particules, M est le grandissement et λ est la longueur d'onde émise par chaque particule.

Meinhart et Wereley [Meinhart et Wereley, 2003] fournissent un tableau donnant le pourcentage maximum de la fraction volumique de particules V_f en fonction des caractéristiques de l'objectif et de la taille des particules (Tableau 3.2).

Taille de la particule d_p (μm)	Caractéristiques de l'objectif				
	$M = 60$ $NA = 1,4$	$M = 40$ $NA = 0,75$	$M = 40$ $NA = 0,6$	$M = 20$ $NA = 0,5$	$M = 10$ $NA = 0,25$
0,01	$6,50 \times 10^{-6}$	$1,86 \times 10^{-6}$	$1,20 \times 10^{-6}$	$7,91 \times 10^{-7}$	$1,80 \times 10^{-7}$
0,10	$6,25 \times 10^{-3}$	$1,84 \times 10^{-3}$	$1,19 \times 10^{-3}$	$7,88 \times 10^{-4}$	$1,80 \times 10^{-4}$
0,20	$4,50 \times 10^{-2}$	$1,43 \times 10^{-2}$	$9,29 \times 10^{-3}$	$6,21 \times 10^{-3}$	$1,44 \times 10^{-3}$
0,30	$1,29 \times 10^{-1}$	$4,56 \times 10^{-2}$	$3,03 \times 10^{-2}$	$2,50 \times 10^{-2}$	$4,83 \times 10^{-3}$
0,50	$4,04 \times 10^{-1}$	$1,81 \times 10^{-1}$	$1,26 \times 10^{-1}$	$8,80 \times 10^{-2}$	$2,19 \times 10^{-2}$
0,70	$7,47 \times 10^{-1}$	$4,09 \times 10^{-1}$	$3,02 \times 10^{-1}$	$2,19 \times 10^{-1}$	$5,87 \times 10^{-2}$
1,00	1,29	$8,68 \times 10^{-1}$	$6,90 \times 10^{-1}$	$5,33 \times 10^{-1}$	$1,62 \times 10^{-1}$
3,00	4,68	4,45	4,25	3,98	2,44

Tableau 3.2: Pourcentage maximum de la fraction volumique de particules d'après [Meinhart et Wereley, 2003]

De façon générale, les formules (3-10) ou le tableau (Tableau 3.2) proposés ne sont pas satisfaisants. Ils permettent d'avoir une concentration d'essais de départ mais chaque type d'écoulement étudié nécessite des ajustements par rapport à la quantité fournie par l'équation (3-10) ou le Tableau 3.2. Nous avons mené une étude expérimentale sur l'effet de la concentration. Les résultats sont présentés au paragraphe 3.7.2.

Mouvement brownien

Dès que les particules utilisées ont un diamètre inférieur au micron, le mouvement Brownien est non négligeable dans les écoulements lents. Ce mouvement a pour effet de diminuer la puissance du signal lumineux et affecte les paramètres expérimentaux. Santiago *et al.* [Santiago *et al.*, 1998] donnent une méthode de calcul de l'erreur relative due à ce mouvement de particules.

La moyenne quadratique de la distance de diffusion s est donné par :

$$\langle s^2 \rangle = 2D\Delta t \quad (3-12)$$

où Δt est l'intervalle de temps donné et D est le coefficient de diffusion décrit par Einstein (1905), donné par la relation :

$$D = \frac{k_b T}{3\pi\mu d_p} \quad (3-13)$$

où k_b est la constante de Boltzmann, d_p le diamètre des particules, T la température du fluide et μ la viscosité dynamique.

Dans les régions où les gradients de vitesse sont faibles, la diffusion peut être assimilée à un bruit qui augmente l'incertitude avec laquelle le déplacement d'une particule peut être mesuré. Le déplacement d'une particule à la vitesse u pendant un intervalle de temps Δt donné est :

$$\Delta x = u \cdot \Delta t \quad (3-14)$$

L'erreur due au mouvement Brownien peut être estimée par [Meinhart et al., 1999] :

$$\varepsilon_B = \frac{\langle s^2 \rangle^{1/2}}{\Delta x} = \frac{1}{u} \sqrt{\frac{2D}{\Delta t}} \quad (3-15)$$

Lorsque la vitesse devient plus grande, l'erreur est plus difficile à déterminer.

3.3.4. Acquisition et traitement des images

Le principe général d'acquisition d'images repose sur l'enregistrement de deux images successives A et B qui sont numérisées puis envoyées vers un processeur. Celui-ci permet alors de calculer, via des algorithmes d'intercorrélation, les champs de vecteurs de l'écoulement.

En matière de système vidéo, la caméra CCD constitue un bon compromis entre rapidité et haute résolution. Elle permet d'effectuer le traitement d'images pratiquement en temps réel. Le capteur CCD est déclenché en synchronisation avec chaque impulsion du laser pour être exposé uniquement à la lumière le temps de l'impulsion, ce qui garantit aux images successives d'une particule donnée de recevoir la même énergie. Pour chaque impulsion lumineuse, la position des particules est enregistrée.

La vitesse locale de l'écoulement est donnée par la relation :

$$\vec{u} = \frac{1}{M} \left(\frac{\vec{D}}{\Delta t} \right) \quad (3-16)$$

En notant \vec{D} le déplacement local des particules pendant l'intervalle Δt .

Les paramètres importants dans l'acquisition sont le type de caméra, le temps entre les expositions et la résolution spatiale. Cette dernière est limitée par la taille des particules, la densité de particules et la qualité de l'image.

Une fois les images enregistrées, il faut les traiter afin de calculer les champs de vecteurs. Il existe tout un cheminement (Figure 3.10) permettant de transformer deux images successives en un champ de vecteurs.

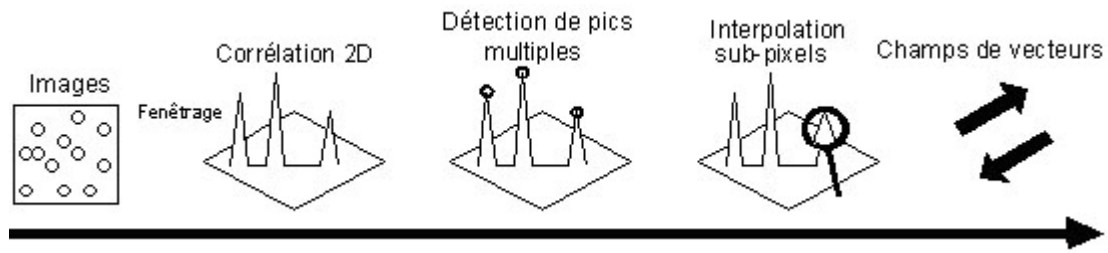


Figure 3.10 : Détails du processus d'obtention d'un vecteur

Chaque image est d'abord divisée en zones d'interrogation sur lesquelles s'appliqueront les fonctions de corrélations. Il faut adapter la taille de la zone d'interrogation à la géométrie du système, le nombre de vecteurs dépendant du nombre de pixels et de la taille de la zone d'interrogation.

L'étape de corrélation consiste à donner une expression mathématique des niveaux de gris des zones de chaque image A et B. Lorsqu'une particule est présente, la fonction de corrélation passe par un pic (Figure 3.11). Le logiciel de post-traitement recherche ensuite des pics similaires entre les zones de l'image A et les zones de l'image B. Une fois les pics détectés, le déplacement des zones fournit le champ de vecteurs vitesses.

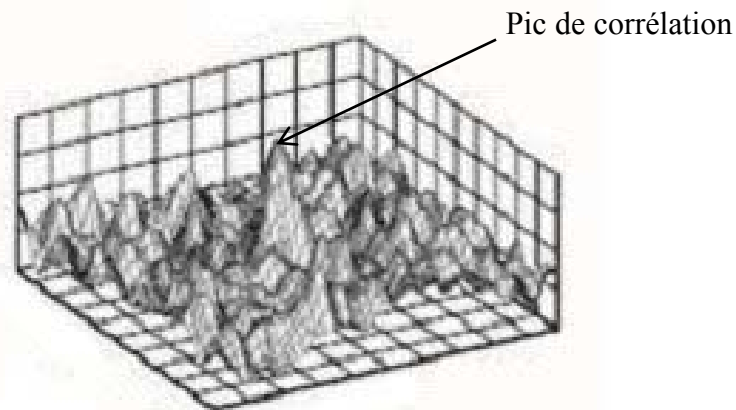


Figure 3.11 : Fonction de corrélation sur une zone d'interrogation

[Meinhart et al., 2000c]

Lorsque le champ de vecteur est défini, on peut suivre une étape dite de validation qui consiste à retirer les vecteurs totalement faux à l'aide d'un filtre. Par exemple, pour un écoulement unidirectionnel, il est possible de venir filtrer les vecteurs vitesses ne suivant pas le sens de l'écoulement, les vecteurs trop grands ou trop petits.

3.4. Différentes études menées

La littérature à propos d'études d'applications ou de phénomènes microfluidiques au moyen de la μ -PIV est très étoffée. Nous ne présentons ici que quelques-unes des applications possibles de la μ -PIV permettant de voir l'étendue du domaine d'utilisation et d'illustrer le type de résultats disponibles.

Comme nous l'avons cité précédemment, Santiago *et al.* [Santiago *et al.*, 1998] sont les premiers à adapter la PIV à l'échelle micrométrique. Ils étudient un écoulement d'eau de Hele-Shaw autour d'un obstacle de $30\ \mu\text{m}$ de diamètre. Les particules utilisées ont un diamètre d_p de $300\ \mu\text{m}$. Les zones d'interrogation sont de $32\ \text{pixels} \times 32\ \text{pixels}$, donnant approximativement 900 vecteurs vitesses dans le champ de vue de $120\ \mu\text{m} \times 120\ \mu\text{m}$. Le résultat obtenu pour une paire d'images (Figure 3.12a) présente beaucoup de bruit dû au mouvement brownien. Un traitement est donc appliqué en prenant huit mesures et faisant une moyenne des vecteurs obtenus dans chaque mesure, les vecteurs non valides étant exclus de cette moyenne (Figure 3.12b).

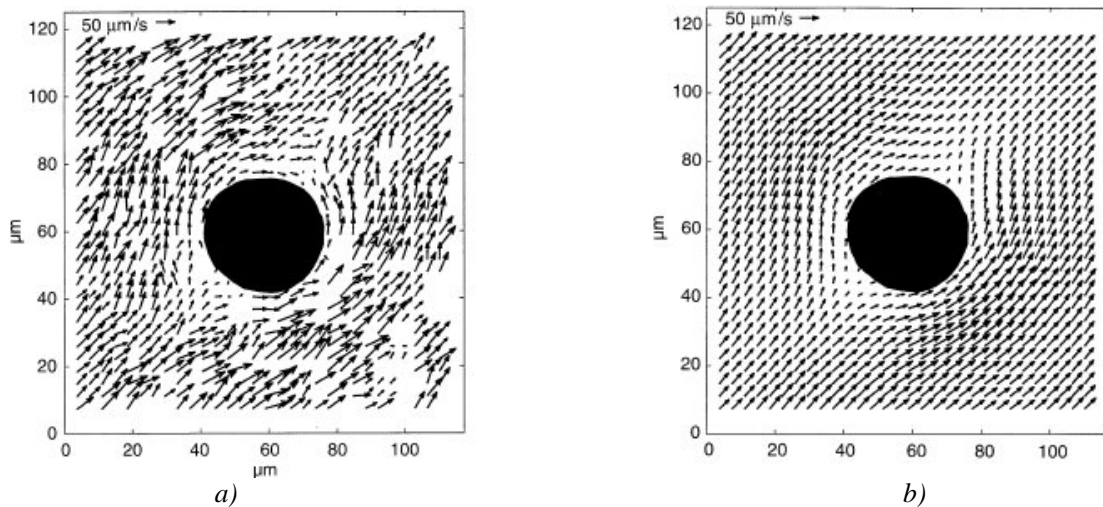


Figure 3.12 : Champ de vecteur d'un écoulement d'Hele-Shaw obtenu par μ -PIV [Santiago *et al.*, 1998]

- a) Vecteurs instantanés obtenus par analyse d'une paire d'images
- b) Moyenne de huit vecteurs

3.4.1. Etude des phénomènes électrocinétiques

Devasenathipathy *et al.* [Devasenathipathy *et al.*, 2002 ; Kim *et al.*, 2002] utilisent la μ -PIV afin de mesurer la vitesse électro-osmotique engendrée par une différence de potentiel de 100 V.cm^{-1} dans une intersection en T de largeur $120 \mu\text{m}$ et de profondeur $50 \mu\text{m}$ et dans des canaux rectangulaires de largeur $1000 \mu\text{m}$ et de profondeur $100 \mu\text{m}$ en PDMS et verre. Dans l'intersection en T, la μ -PIV permet d'obtenir la moyenne temporelle des vecteurs vitesses à l'intersection (Figure 3.13).

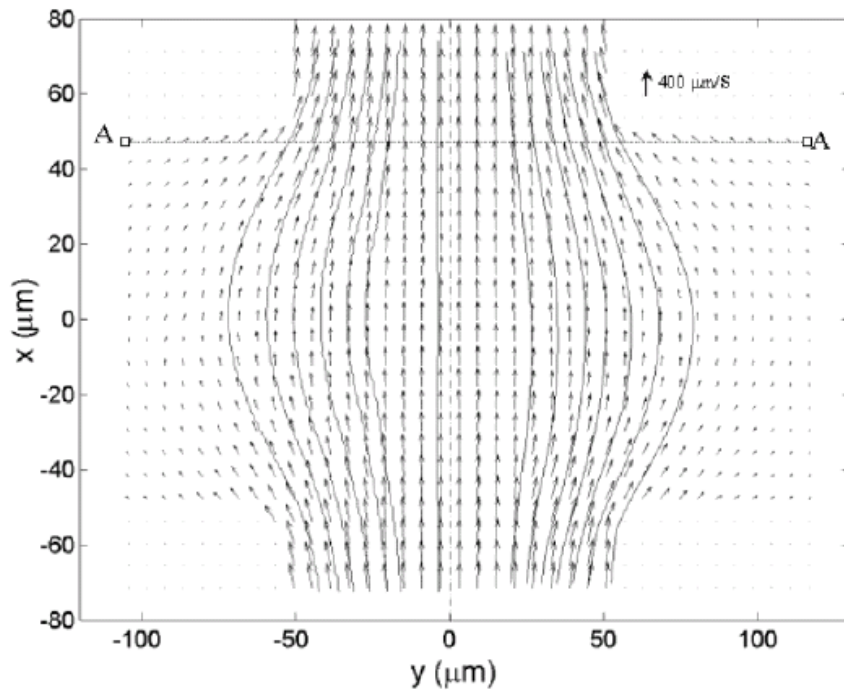


Figure 3.13 : Champ de vecteurs obtenus au niveau de l'intersection sur une moyenne de 10 paires d'images [Devasenathipathy *et al.*, 2002]

Kinoshita *et al.* [Kinoshita *et al.*, 2002] étudient un écoulement soumis à la fois à un gradient de pression et un champ électrique dans des microcanaux de PDMS de sections rectangulaires de $400 \mu\text{m}$ de large et de $130 \mu\text{m}$ de profondeur. Le champ électrique appliqué est de 30 V.cm^{-1} . Les zones d'interrogation sont de $32 \text{ pixels} \times 32 \text{ pixels}$. Les profils de vitesses obtenus sont présentés sur la Figure 3.14.

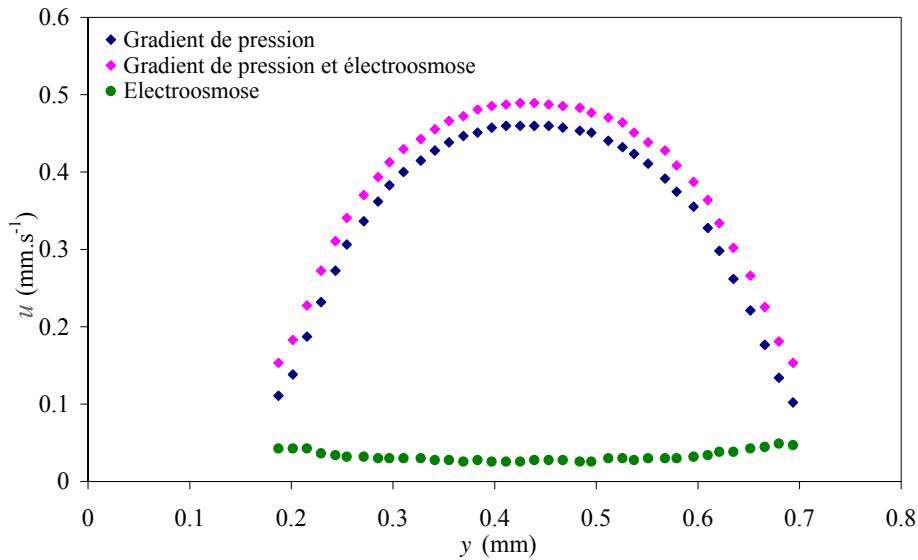


Figure 3.14 : Profils de vitesses obtenus pour différents types de mise en mouvement du liquide, d'après [Kinoshita et al., 2002]

Lauga [Lauga, 2004] soulève un problème d'interprétation des résultats lors de mesures de vitesses électro-osmotiques. En effet lorsque les particules se déplacent dans le liquide, il se passe également un phénomène d'électrophorèse. Les particules se comportent alors comme si elles étaient transportées par un fluide avec une vitesse de glissement non nulle alors que le fluide respecte la condition de non glissement.

3.4.2. Etude de la transition

Sharp et Adrian [Sharp et Adrian, 2003] observent la transition au régime turbulent. En effet, les mesures par μ -PIV sont capables de déterminer les fluctuations de la vitesse dans le temps et dans le plan. Li *et al.* [Li *et al.*, 2005a] étudient des écoulements d'eau déionisée dans des microcanaux de PDMS de section rectangulaire de $320 \mu\text{m} \times 330 \mu\text{m}$ de côté et de 5 cm de long. Les nombres de Reynolds vont de 272 à 2853. La nature turbulente de l'écoulement se voit plus facilement par soustraction de la vitesse moyenne de champ de vitesses instantanées (Figure 3.15).

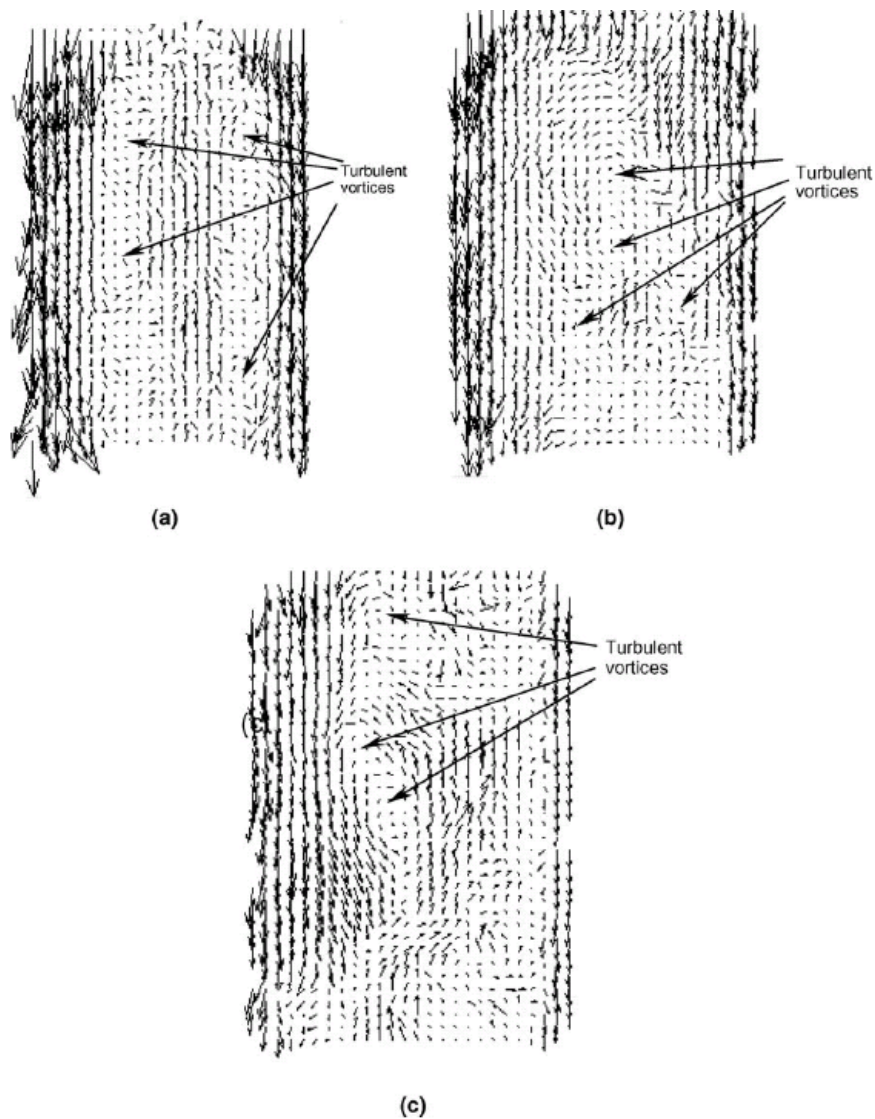


Figure 3.15: Champ de vitesses instantanées montrant les structures tourbillonnaires turbulentes dans l'écoulement pour différents Re a)2342, b)2630, c)2853 [Li et al., 2005b]

L'analyse et le traitement des images de μ -PIV permettent d'obtenir les fluctuations des composantes de la vitesse et les contraintes de cisaillement en fonction du nombre de Reynolds. A partir du nombre de Reynolds critique, ces grandeurs augmentent significativement, traduisant le changement de régime de l'écoulement (Figure 3.16). La forme des profils de vitesses obtenus montre également très clairement un passage à la transition pour un nombre de Reynolds de 1347 (Figure 3.17).

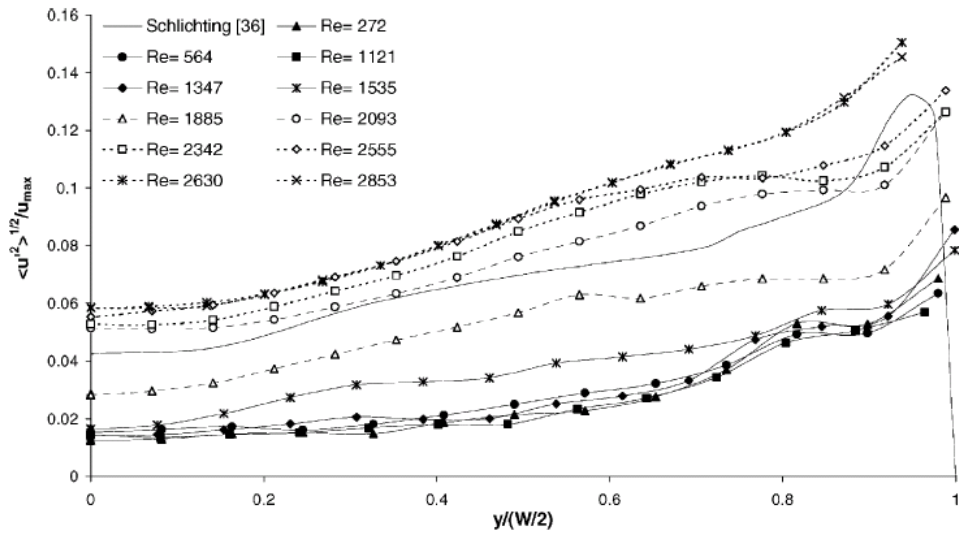


Figure 3.16 : Intensité turbulente le long de la largeur du canal pour différents nombres de Reynolds [Li et al., 2005b]

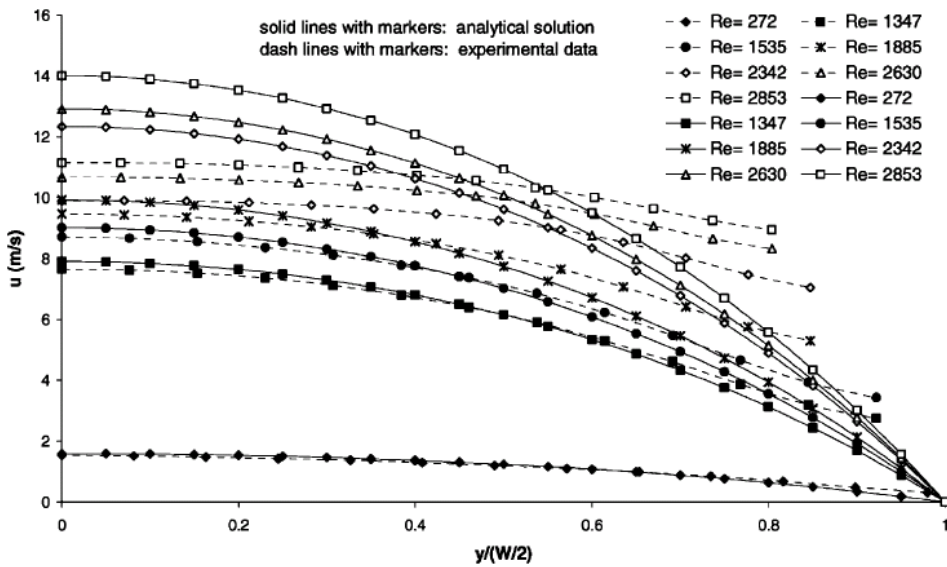


Figure 3.17 : Comparaison de profils de vitesses obtenus suivant la largeur de canal pour différents nombres de Reynolds. Les traits pleins correspondent à la solution analytique et les pointillés aux résultats expérimentaux [Li et al., 2005b]

3.5. Forces et Faiblesses de la μ -PIV

3.5.1. Ensemencement

La technique de PIV repose essentiellement sur l'aptitude de la caméra CCD à capter les positions initiale et finale des particules contenues dans un plan de l'écoulement, afin de pouvoir calculer les champs de vecteurs correspondants. La qualité des mesures dépend donc de la qualité des images enregistrées. Pour cela, il faut conjuguer un bon ensemencement avec une bonne illumination. Une densité de particules trop importante peut empêcher la caméra de capter le moindre déplacement.

Différentes solutions permettent de réduire la concentration en particules : au lieu de traiter chaque paire d'images séparément et de faire une moyenne des champs de vitesses obtenus pour chaque paire (Figure 3.19a), il est également possible de faire une moyenne des images et d'analyser la paire d'images résultante de cette moyenne (Figure 3.19b). Meinhart *et al.* [Meinhart *et al.*, 2000c] proposent un algorithme permettant d'additionner les fonctions de corrélation obtenues pour chaque paire d'images, d'en faire une moyenne et de déduire le champ de vitesses à partir de cette fonction moyenne (Figure 3.18 et Figure 3.19c).

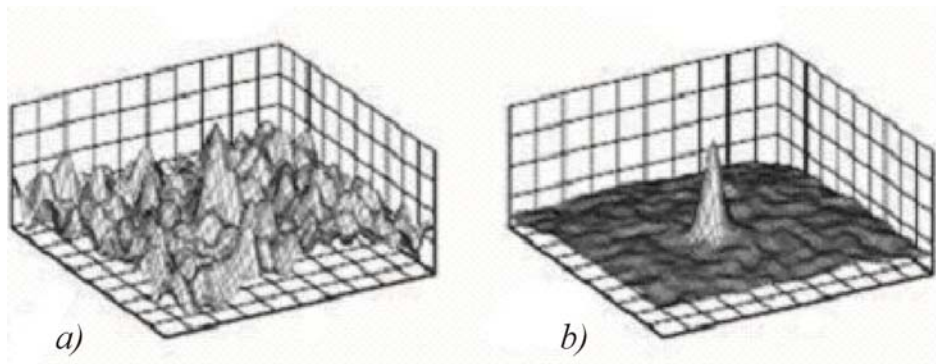


Figure 3.18 : Fonctions de corrélation [Meinhart *et al.*, 2000c]

a) pour une seule image,

b) moyenne de fonction de corrélation sur 10 images

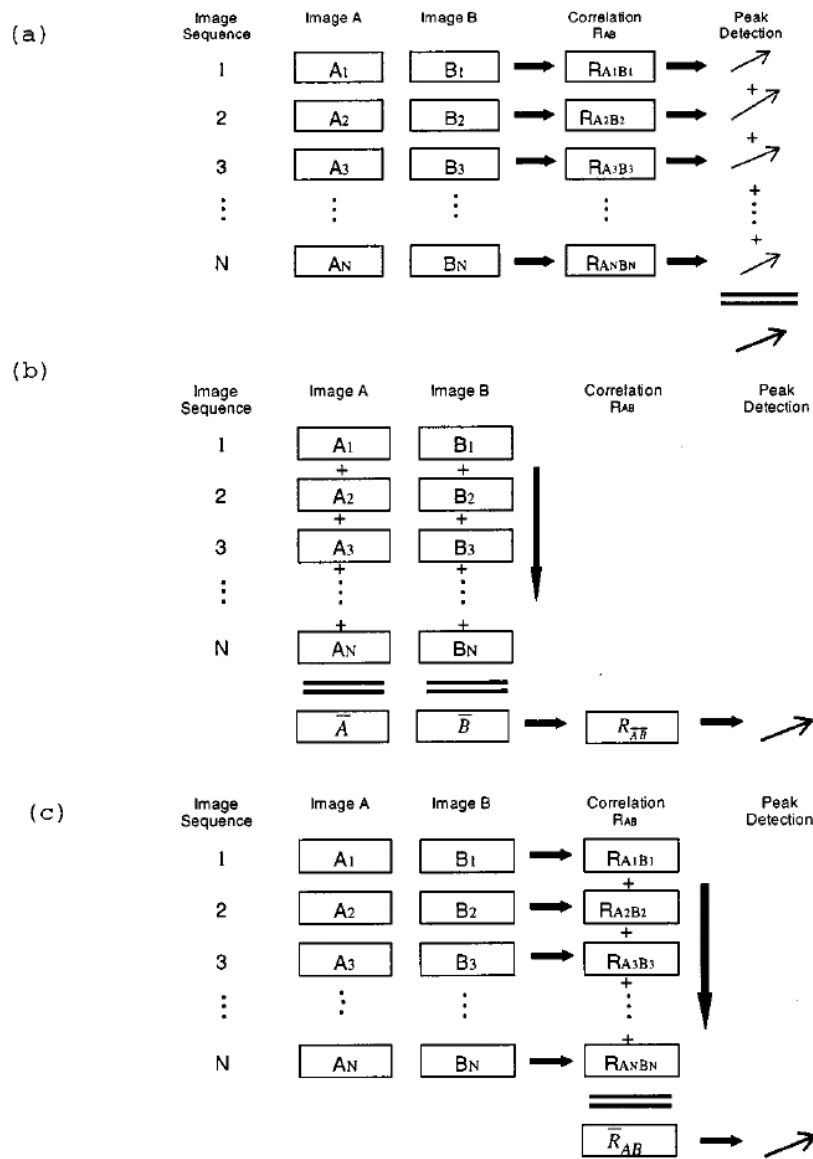


Figure 3.19 : Diagramme représentant les différentes façons d'obtenir une vitesse moyenne [Meinhart et al., 2000c]

a) Méthode de vitesse moyenne

b) Méthode d'image moyenne

c) Méthode de fonction de corrélation moyenne

De nombreux autres algorithmes plus complexes sont proposés dans la littérature [Wereley et al., 2002] afin d'améliorer la précision du traitement, par exemple en utilisant des fonctions de corrélation plus précises [Wereley et Meinhart, 2001] ou en diminuant la taille des zones d'interrogation [Billy et al., 2004 ; Westerweel et al., 2002].

3.5.2. Profondeur de mesure

L'un des principaux problèmes rencontrés avec la μ -PIV est que, suivant le système optique utilisé, la valeur élevée de la profondeur de champ devant la profondeur des canaux ne permet pas d'atteindre une bonne précision. Pour contourner ce problème, les auteurs utilisent des canaux de profondeur très importante par rapport à cette profondeur de champ, mais ne peuvent donc pas étudier les écoulements 3-D dans un canal de rapport de forme non négligeable. Une autre solution qui diminue la profondeur de champ est d'utiliser des objectifs dont l'ouverture numérique est très grande, mais ce type d'objectif sort des standards de la microscopie et par conséquent est très onéreux.

Face à ce problème, Mielnik *et al.* [Domagalski *et al.*, 2006 ; Mielnik et Saetran, 2006a ; Mielnik et Saetran, 2006b] proposent une technique expérimentale originale : l'ensemencement sélectif. L'écoulement dans des microcanaux étant majoritairement laminaire, ils utilisent cette propriété afin d'insérer dans l'écoulement une nappe de particules d'épaisseur Δy_{ps} (Figure 3.20). Lorsque l'épaisseur de la nappe est inférieure à l'épaisseur de mesure Δy , toutes les particules appartiennent au plan de mesure et donc sont nettes. La vitesse obtenue par analyse des résultats est donc plus précise, car moyennée sur une épaisseur Δy_{ps} plus faible que l'épaisseur de mesure Δy .

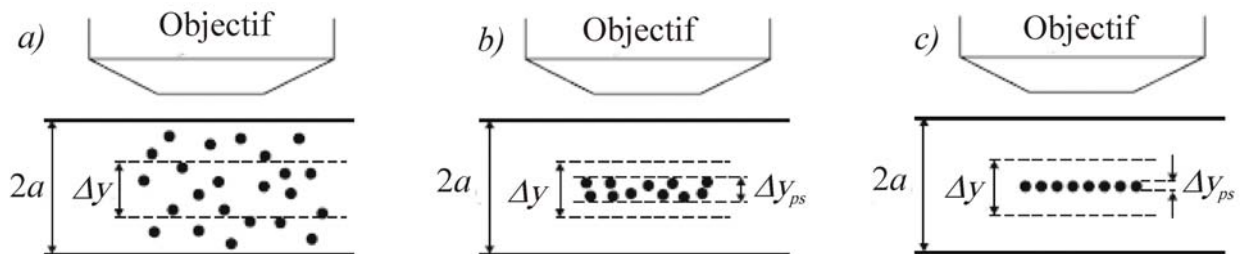


Figure 3.20 : Représentation schématique de différents ensemencements

- a) les particules occupent tout le canal
- b) les particules sont dans une nappe d'épaisseur Δy_{ps}
- c) cas extrême où la nappe est constituée d'une seule rangée de particules

Le principe d'insertion de la nappe est représenté Figure 3.21 : à l'intersection de deux canaux, le liquide est inséré de part et d'autre de la bifurcation, perpendiculairement à l'écoulement visualisé, avec un débit Q_A et un débit Q_B . Les particules sont injectées dans le sens de l'écoulement dans un troisième canal avec un débit Q_C . Le contrôle de l'épaisseur de la nappe se fait par modification du rapport $Q_C/(Q_A + Q_B)$. Ce système permet également de contrôler la position de la nappe dans l'écoulement par modification du rapport Q_A/Q_B .

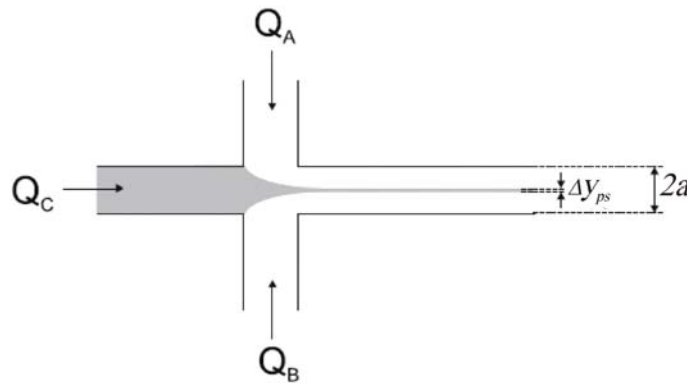


Figure 3.21 : Principe d'ensemencement : le contrôle de l'épaisseur et du changement de position de la nappe se fait par action sur les débits Q_A , Q_B et Q_C

3.5.3. Proximité de la paroi

Dans les mesures par μ -PIV il est très difficile d'obtenir un profil de vitesses en proximité des parois. En effet, à la paroi, la trajectoire des particules peut être déviée par le mouvement brownien. La particule vient alors se heurter contre la paroi. Le post-traitement des images donne alors des vecteurs vitesses erronés. Afin d'améliorer la précision du profil de vitesses, Meinhart *et al.* [Meinhart *et al.*, 1999] proposent de définir des zones d'interrogation très grandes loin de la paroi et de diminuer ces zones en proximité de la paroi. La densité des vecteurs vitesses est alors plus importante près des parois (Figure 3.22).

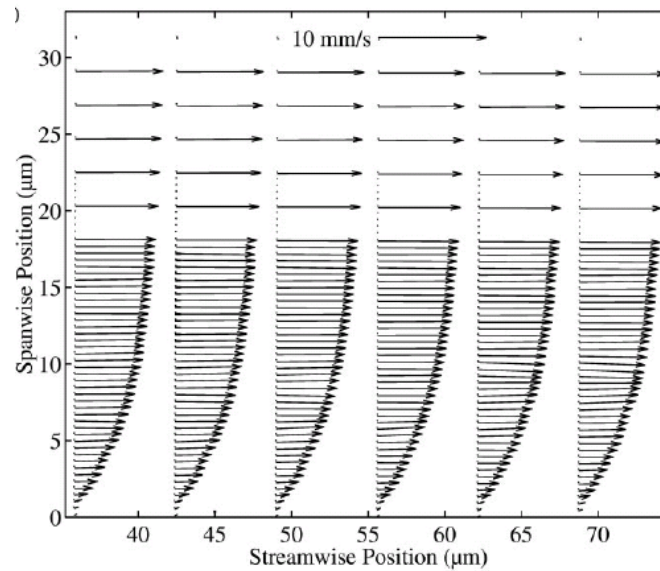


Figure 3.22 : Champ de vecteurs vitesses obtenus par Meinhart [Meinhart et al., 1999] dont un canal de $300\ \mu\text{m}$ de large, $30\ \mu\text{m}$ de profondeur et $25\ \text{mm}$ de long. En proximité de la paroi les vecteurs vitesses sont espacés de $450\ \text{nm}$.

3.5.4. Mesures tridimensionnelles

La μ -PIV est une méthode de mesure de vitesses instantanées bidimensionnelles. Elle ne permet pas de déterminer la troisième composante de la vitesse qui peut, dans certains cas, entraîner une erreur relativement importante sur la mesure des deux composantes de la vitesse dans le plan. Afin de palier ce problème, différentes techniques ont été élaborées, comme par exemple la PIV 3-D par stéréoscopie [Bown et al., 2005 ; Bown et al., 2006 ; Klang et al., 2002] qui semble la voie la plus simple pour estimer la troisième composante de vitesse dite composante hors plan. Cette technique très récente consiste à réaliser simultanément deux clichés de PIV en observant l'écoulement sous deux incidences différentes (deux caméras CCD). Par conséquent, la PIV stéréoscopique requiert, en plus des outils de la PIV classique, l'utilisation d'outils de traitement d'images afin de redresser les déformations des images dues à la perspective des prises de vue.

3.6. Amélioration proposée et reconstruction d'un profil en 3-D

Dans ce paragraphe est détaillée la méthode que nous avons mis au point afin d'analyser des données expérimentales quand la profondeur de champ est grande devant la profondeur du canal et quand l'évolution de la vitesse suivant la profondeur est recherchée. Cette méthode est ensuite testée sur des essais virtuels dans des canaux de section rectangulaire afin de s'affranchir des problèmes expérimentaux liés à l'acquisition de données et au post-traitement. Son application à des données expérimentales réelles est présentée dans le paragraphe 3.7.

3.6.1. Principe de la méthode

La méthode consiste à balayer l'écoulement suivant la direction y , de façon à obtenir différents profils dans des plans (x, z) (Figure 3.23). Expérimentalement, ce balayage se fait grâce au micromètre du microscope.

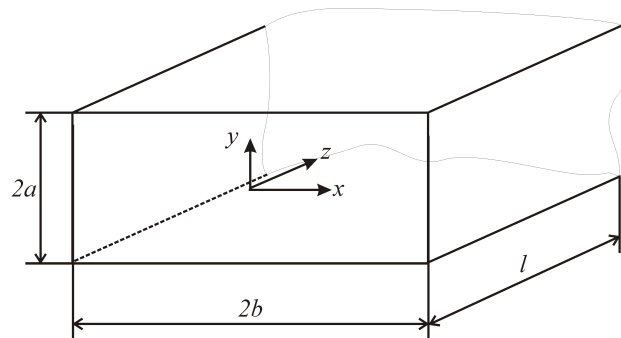


Figure 3.23 : Géométrie du canal pour laquelle la méthode est expliquée

Il faut noter que quand l'objectif du microscope se déplace d'une distance δ_{obj} , le plan focal se déplace d'une distance δ égale à :

$$\delta = \frac{n_f}{n_i} \delta_{obj}, \quad (3-17)$$

où n_f est l'indice de réfraction du fluide étudié, n_i est l'indice de réfraction du fluide d'immersion de la lentille et δ_{obj} est le déplacement de l'objectif du microscope contrôlé par le micromètre du microscope (Figure 3.24).

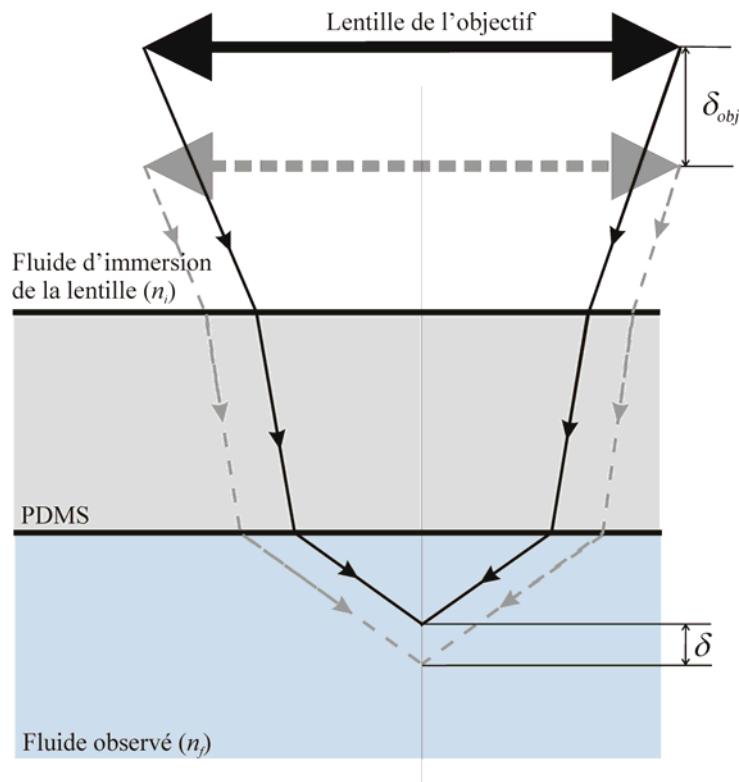


Figure 3.24 : Chemin optique et relation entre les déplacements de l'objectif et du plan focal.

Si le fluide d'immersion est de l'huile, et si l'écoulement observé est un écoulement d'eau, le déplacement de l'objectif de $1\ \mu\text{m}$ provoque un déplacement $\delta = n_{\text{eau}}/n_{\text{huile}} = 1,33/1,515 = 0,88\ \mu\text{m}$ du plan focal. Si le fluide d'immersion est de l'air, le déplacement du plan focal dans l'eau est $\delta = n_{\text{eau}}/n_{\text{air}} = 1,33/1,0 = 1,33\ \mu\text{m}$.

L'écoulement étant pleinement développé dans la direction z (Figure 3.23), l'étude du profil de vitesses peut être limitée au plan (x, y) . La précision suivant l'axe x est seulement dépendante du champ de vue (fixée par le grandissement de l'objectif et la densité de l'ensemencement qui va définir la taille des zones d'interrogations). Par conséquent, seule la précision suivant l'axe y peut être améliorée. Les données expérimentales brutes fournissent des informations sur la vitesse moyenne dans la direction z sur une couche dont la profondeur de mesure est Δy , profondeur de mesure.

Lorsque cette épaisseur n'est pas négligeable comparée à la profondeur du canal, la méthode consiste à calculer une vitesse moyenne dans des couches d'épaisseur δ en balayant la profondeur du canal avec un pas $\delta < \Delta y$. Les données expérimentales brutes sont traitées comme suit : en considérant la conservation du débit, chaque débit dans une couche d'épaisseur Δy est la somme des débits des sous-couches d'épaisseur δ , δ' ou Δy_I^A .

Ainsi, pour la i -ème couche, en soustrayant les vitesses calculées des couches précédentes de la vitesse expérimentale brute de cette couche, la vitesse dans la i -ème sous-couche d'épaisseur δ peut être déterminée.

Pas à pas, le profil de vitesses est construit suivant la profondeur du canal dans des couches d'épaisseur δ . Ce pas δ est contrôlé grâce au micromètre intégré au microscope et obtenu grâce à l'équation (3-17). Pour chaque plan, un profil de vitesses est obtenu et combiné au précédent, ce qui permet d'obtenir un profil 3-D plus précis.

3.6.2. Paramètres

Les principaux paramètres requis pour le calcul apparaissent dans la Figure 3.25. La direction A et la direction B indiquent les deux différentes directions de traitement des vitesses brutes suivant lesquelles le calcul peut être fait. $1^A, 2^A$ (respectivement $1^B, 2^B$) sont les numéros représentant les couches expérimentales dans la direction A (respectivement B).

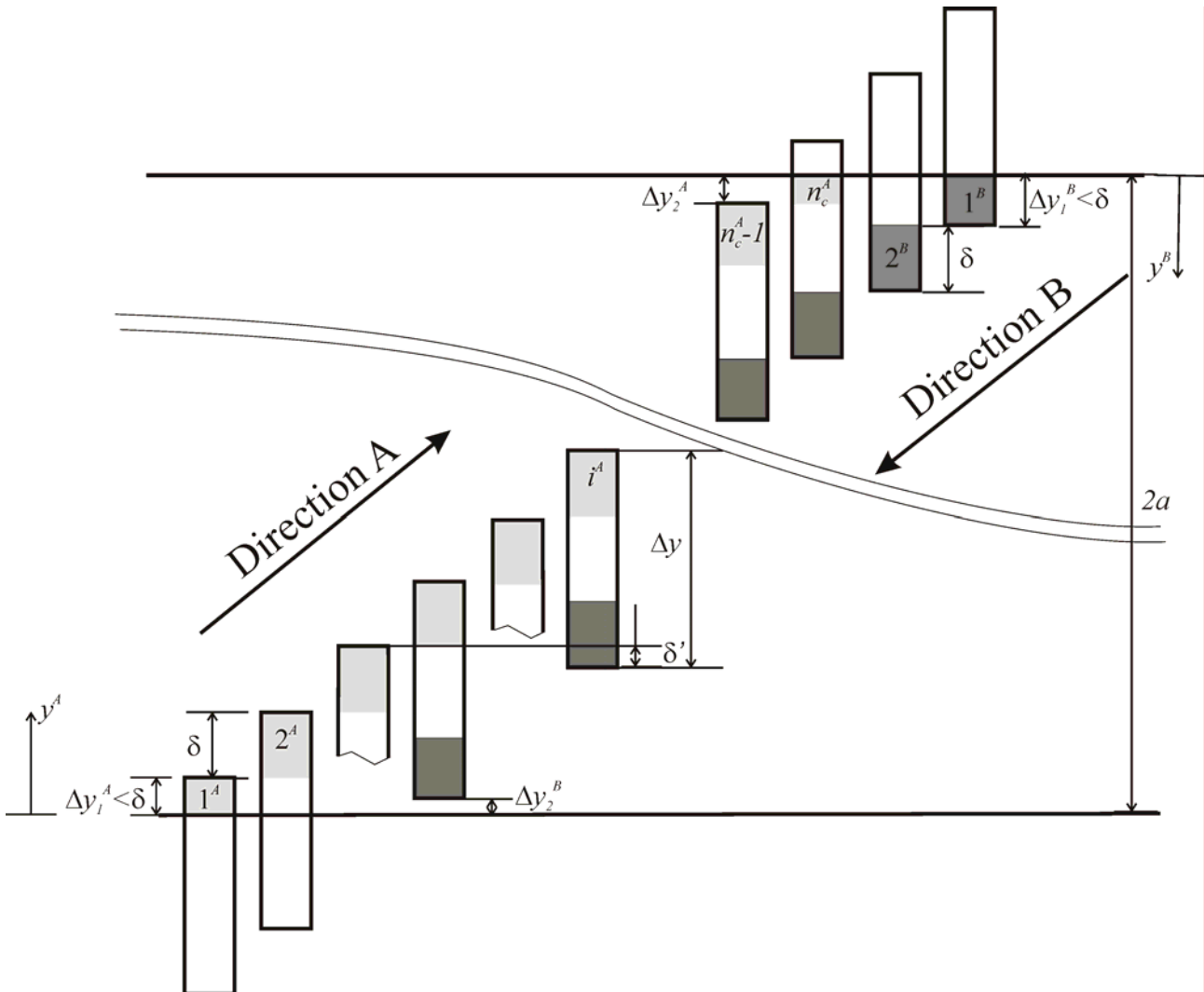


Figure 3.25: Représentation schématique de la méthode

Pour une expérience donnée, le pas du balayage δ , la profondeur $2a$ du canal et le nombre de couches n_c sont supposés connus. Les autres paramètres peuvent alors être déduits, bien qu'une évaluation précise de l'épaisseur de la première couche dans la direction A, Δy_1^A , soit expérimentalement très difficile, de même que la détermination de Δy . Une méthode permettant d'obtenir leur valeur la plus probable est détaillée plus loin. Une fois ces deux paramètres fixés, les autres, Δy_2^A et Δy_2^B représentant les épaisseurs de la dernière couche dans la direction A et B, et Δy_1^B l'épaisseur de la première couche dans la direction B peuvent être déterminés par les équations suivantes :

$$\Delta y_1^A + \Delta y_2^A + (n_c - 1)\delta = 2a \quad (3-18)$$

$$\Delta y_2^B = \Delta y_1^A - \delta' \quad (3-19)$$

$$\Delta y_1^A + \Delta y_2^A = \Delta y_1^B + \Delta y_2^B \quad (3-20)$$

où $\delta < \delta'$ vérifie l'équation $\Delta y = k\delta + \delta'$, k étant un nombre entier.

3.6.3. Relation entre vitesse mesurée et vitesse dans l'épaisseur δ

L'hypothèse principale est que la vitesse mesurée lors des essais (vitesse brute) pour la i -ème couche, \overline{V}_r^i , est la vitesse moyenne dans une tranche illuminée d'épaisseur Δy . Cette vitesse peut s'écrire comme suit :

$$\overline{V}_r^i = \frac{1}{\Delta y} \int_{\Delta y_1 - \Delta y + (i-1)\delta}^{\Delta y_1 + (i-1)\delta} V dy. \quad (3-21)$$

De la même façon, la vitesse calculée pour la i -ème sous-couche, \overline{V}_p^i , est la vitesse moyenne dans une région grisée (gris clair pour un traitement fait dans la direction A et gris foncé pour un traitement fait dans la direction B) de la i -ème couche dont l'épaisseur est δ (Figure 3.25). Cette vitesse est définie par :

$$\overline{V}_p^i = \frac{1}{\delta} \int_{\Delta y_1 + (i-2)\delta}^{\Delta y_1 + (i-1)\delta} V dy. \quad (3-22)$$

La conservation du débit permet d'obtenir une relation entre \overline{V}_r^i et \overline{V}_p^i de la forme :

$$\frac{1}{\Delta y} \int_{\Delta y_1 - \Delta y + (i-1)\delta}^{\Delta y_1 + (i-1)\delta} V dy = \frac{1}{\Delta y - \delta} \int_{\Delta y_1 - \Delta y + (i-1)\delta}^{\Delta y_1 + (i-2)\delta} V dy + \frac{1}{\delta} \int_{\Delta y_1 + (i-2)\delta}^{\Delta y_1 + (i-1)\delta} V dy, \quad (3-23)$$

et qui donne :

$$\overline{V}_r^i = \frac{1}{\Delta y - \delta} \int_{\Delta y_1 - \Delta y + (i-1)\delta}^{\Delta y_1 + (i-2)\delta} V dy + \overline{V}_p^i \quad (3-24)$$

où $\frac{1}{\Delta y - \delta} \int_{\Delta y_1 - \Delta y + (i-1)\delta}^{\Delta y_1 + (i-2)\delta} V dy$ dépend seulement de la position de la couche étudiée dans le canal.

Quatre cas sont rencontrés :

- Pour la première couche, on suppose que $\Delta y_1 < \delta$. La vitesse mesurée est la vitesse moyenne dans la sous-couche d'épaisseur Δy_1 :

$$\overline{V}_p^1 = \overline{V}_r^1. \quad (3-25)$$

- Pour des couches à cheval sur la paroi du canal (e.g. couche 2 dans la Figure 3.25) :

$$\delta \overline{V}_p^i = [(i-1)\delta + \Delta y_1] \overline{V}_r^i - [(i-2)\delta + \Delta y_1] \overline{V}_r^{i-1}. \quad (3-26)$$

- Pour des couches totalement incluses dans le canal, c'est-à-dire quand le plan focal est entièrement dans le canal :

$$\delta \overline{V}_p^i = \Delta y \overline{V}_r^i - \sum_{j=1}^{k-1} \delta \overline{V}_p^{i-j} - \delta' \overline{V}_e^i, \quad (3-27)$$

où \overline{V}_e^i est la vitesse moyenne dans la sous-couche d'épaisseur δ' . La façon d'obtenir cette vitesse est détaillée par la suite.

- Pour la n_c -ième couche, un traitement spécifique est aussi requis car l'épaisseur de la sous-couche dans laquelle la vitesse doit être calculée est seulement Δy_2 . Cette vitesse peut s'exprimer comme suit :

$$\Delta y_2 \overline{V}_p^i = ((k-1)\delta + \delta' + \Delta y_2) \overline{V}_r^i - \delta \sum_{j=1}^{k-1} \overline{V}_p^{i-j} - \delta' \overline{V}_e^i. \quad (3-28)$$

3.6.4. Validation de la méthode sur des essais virtuels

La méthode est d'abord validée sur des essais virtuels afin de séparer les problèmes expérimentaux de ceux liés au traitement des données. Deux types d'écoulements ont été testés. Le premier est le profil d'un écoulement laminaire soumis à un gradient de pression dans un canal rectangulaire. Afin d'étendre l'analyse à des écoulements plus complexes, le second écoulement étudié a un profil asymétrique.

3.6.4.1. Profil analytique symétrique

Le profil de la vitesse locale du fluide d'un écoulement laminaire soumis à un gradient de pression dans un canal rectangulaire (Figure 3.27) s'exprime sous une forme analytique vue au chapitre 1, équation (1-13), en utilisant les notations de la Figure 3.26 :

$$u(x, y) = u_{moy} \sum_{n=1, \text{impair}}^{\infty} \sum_{m=1, \text{impair}}^{\infty} u_{n,m} \sin(n\pi x) \sin\left(\frac{m\pi y}{r^*}\right), \quad (3-29)$$

où

$$u_{n,m} = \frac{\pi^2}{4mn(r^{*2} n^2 + m^2)} \frac{1}{\sum_{i=1, \text{impair}}^{\infty} \sum_{j=1, \text{impair}}^{\infty} \frac{1}{i^2 j^2 (r^{*2} i^2 + j^2)}}$$

où u_{moy} est la vitesse débitante dans la section, $r^* = b/a$ étant le rapport de forme du canal.

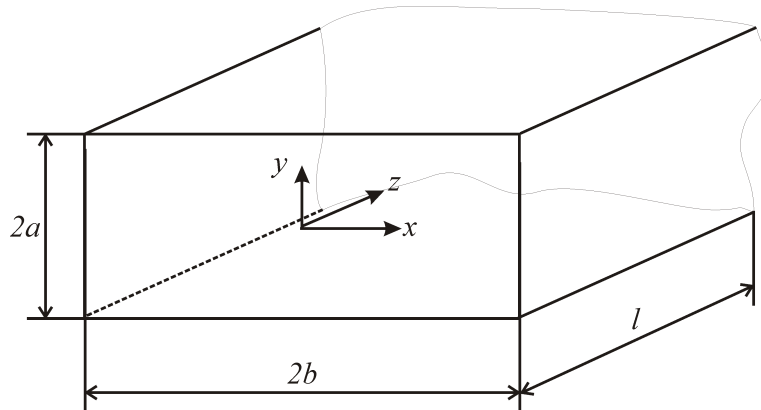


Figure 3.26 : Notations utilisées pour les canalisations de section rectangulaire

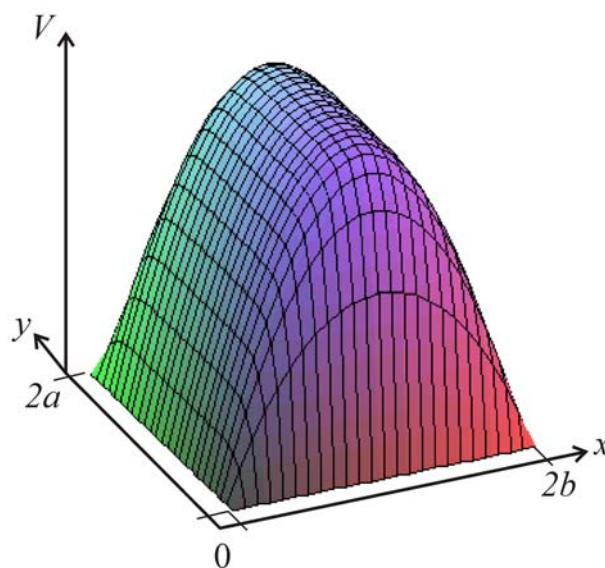


Figure 3.27 : Profil de vitesses symétrique testé

3.6.4.2. Profil asymétrique

Le profil dissymétrique $u_d(x, y)$ est construit avec l'expression suivante :

$$u_d(x, y) = \frac{u(x, y)}{4ab} (y + a)(x + b). \quad (3-30)$$

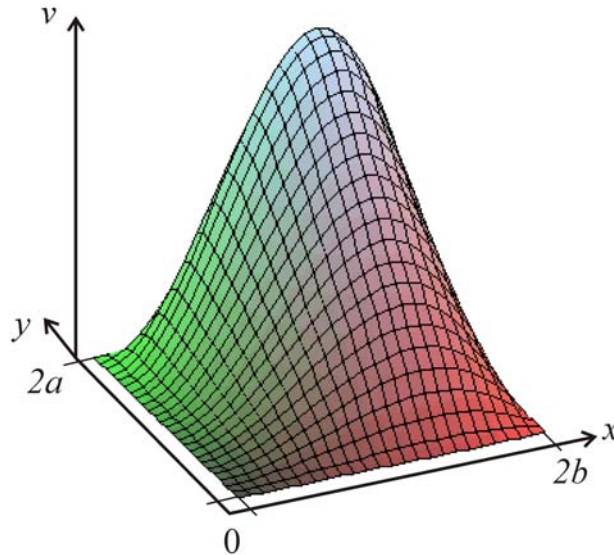


Figure 3.28 : Profil de vitesses asymétrique testé

3.6.4.3. Essai virtuel : Création de profil de vitesses « de mesures parfaites »

Grâce à l'expression analytique de la vitesse, des résultats expérimentaux virtuels ont été simulés. Chaque mesure est supposée réalisée dans le plan (x, z) . Nous supposons également que la vitesse brute (vitesse qui serait obtenue directement d'essais réels de μ -PIV) correspond à la vitesse moyenne dans une couche d'épaisseur illuminée Δy . Après traitement des données, nous obtenons donc la valeur moyenne de la vitesse dans une sous-couche d'épaisseur δ . Les valeurs des paramètres utilisés pour cette simulation sont résumées dans le Tableau 3.3, elles correspondent aux données d'expériences réelles que nous avons menées.

Δy	26 μm
Δy_1	1,5 μm
δ	6 μm
$2a$	44 μm

Tableau 3.3 : Valeurs des paramètres utilisés pour les essais virtuels

3.6.4.4. *Comparaison des profils*

Les vitesses calculées sont tracées sur la Figure 3.29 pour le cas symétrique et sur la Figure 3.30 pour le cas asymétrique et comparées aux vitesses brutes. Les différentes vitesses sont représentées suivant la profondeur du canal (suivant la direction y) pour une position donnée suivant la direction x . Ces vitesses sont :

- la vitesse théorique : c'est la vitesse obtenue analytiquement au niveau des couches grisées (Figure 3.25). Elle correspond à la vitesse au niveau du point médian de ces zones,
- la vitesse expérimentale brute : elle correspond à la vitesse moyenne dans la zone illuminée d'épaisseur Δy ; c'est cette vitesse que donnerait un traitement classique des données issues de mesures par μ -PIV.
- les vitesses corrigées : elles sont obtenues par combinaison des vitesses de la couche concernée et des couches précédentes. Les valeurs de Δy , Δy_1 et δ sont exactement les mêmes que celles utilisées pour créer les données expérimentales. Nous pouvons noter que le traitement des vitesses peut s'effectuer dans les deux directions de balayage A et B comme indiqué sur la Figure 3.25

La comparaison des profils bruts et corrigés montre l'amélioration nette qu'apporte le traitement des données expérimentales. La précision des profils de vitesses obtenus est largement améliorée et ces profils sont très proches d'un profil théorique obtenu par les équations (3-29) et (3-30) ceci pour un déplacement de l'objectif δ égal à $6 \mu\text{m}$. Les bons résultats obtenus avec le profil asymétrique prouvent que la méthode présentée peut s'étendre à des profils de vitesses d'écoulements plus complexes.

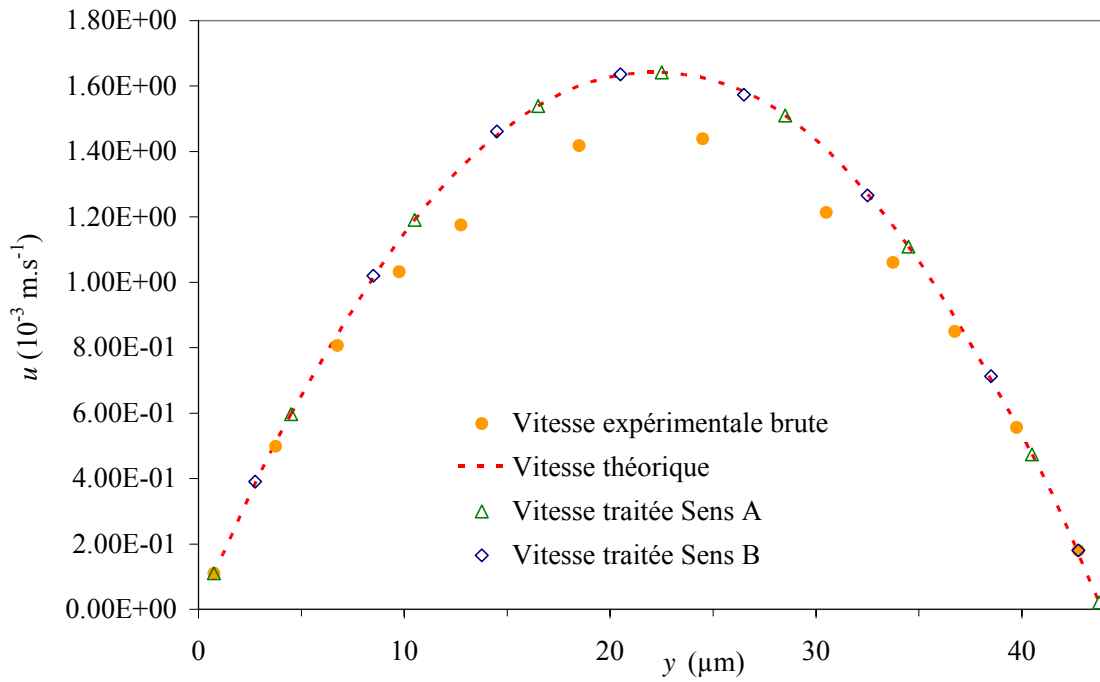


Figure 3.29 : Comparaison entre les profils analytique et expérimental à $x = -8,82 \mu\text{m}$ pour le cas symétrique

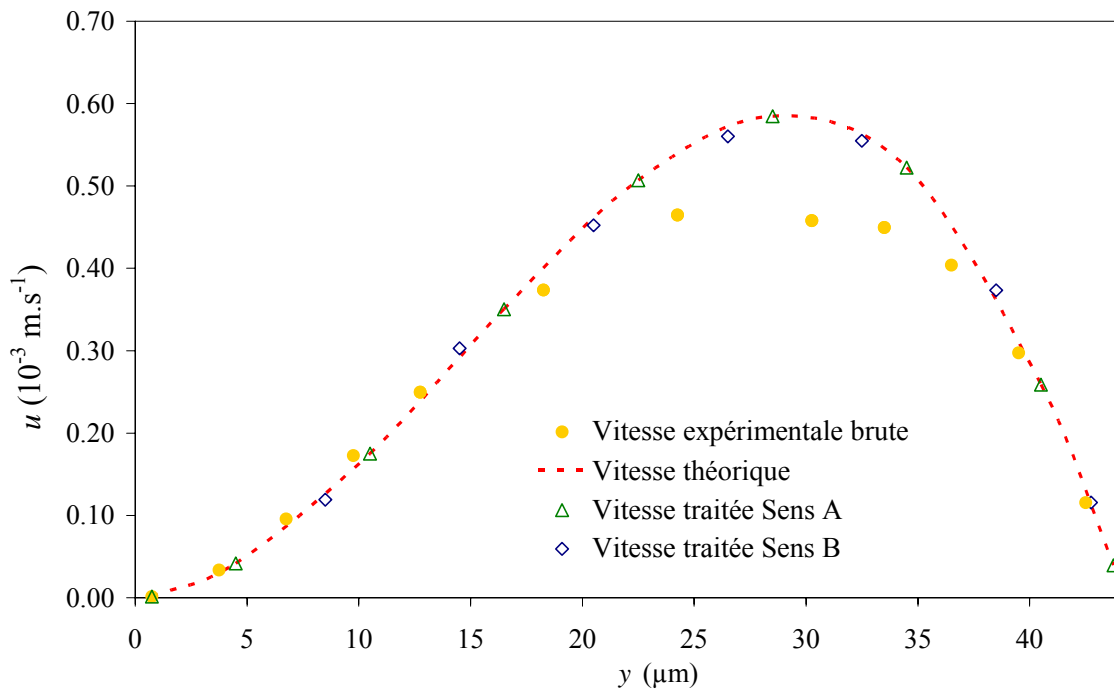


Figure 3.30 : Comparaison entre les profils analytique et expérimental à $x = -8,82 \mu\text{m}$ pour le cas asymétrique

La méthode est directement applicable pour des vitesses lissées suivant la direction y . Cependant, si le profil brut présente des points erronés ou beaucoup de bruit, les erreurs locales de la vitesse brute s'étendent à tout le profil traité car chacune des vitesses calculées dépend de plusieurs des vitesses brutes (Figure 3.31). Dans ce cas, il sera nécessaire d'appliquer un lissage au signal de vitesse avec de pouvoir traiter les données avec la méthode présentée.

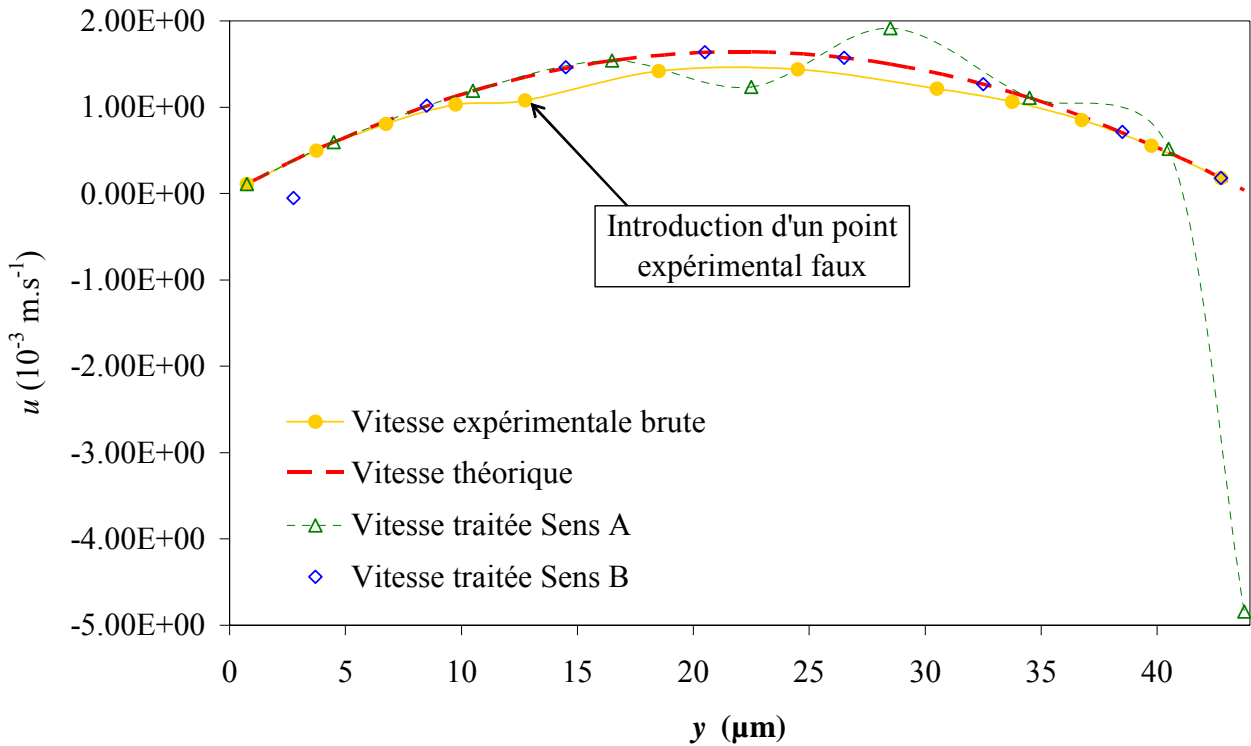


Figure 3.31 : Comparaison des profils de vitesses lorsqu'un point expérimental faux est introduit dans les données brutes

3.6.4.5. A propos de la détermination de la vitesse dans une sous-couche d'épaisseur δ'

Nous avons fait différentes considérations.

Première approche simplifiée :

Afin de conserver des expressions des vitesses simples, une première approche est d'exprimer la vitesse dans la tranche d'épaisseur δ' en fonction de la vitesse d'une des couches précédentes selon les considérations suivantes :

• Si le point médian I_i de la zone d'épaisseur δ' est plus proche du point médian I_{i-k} de la couche $i-k$ (Figure 3.32), la vitesse dans la tranche d'épaisseur δ' est égale à la vitesse calculée de la tranche $i-k$, $\overline{V_p^{i-k}}$:

$$\overline{V_e^i} = \overline{V_p^{i-k}} . \quad (3-31)$$

• Si le point médian I_i de la zone d'épaisseur δ' est plus proche du point médian I_{i-k+1} de la couche de la couche $(i-k+1)$, alors la vitesse peut être estimée par :

$$\overline{V_e^i} = \overline{V_p^{i-k+1}} \quad (3-32)$$

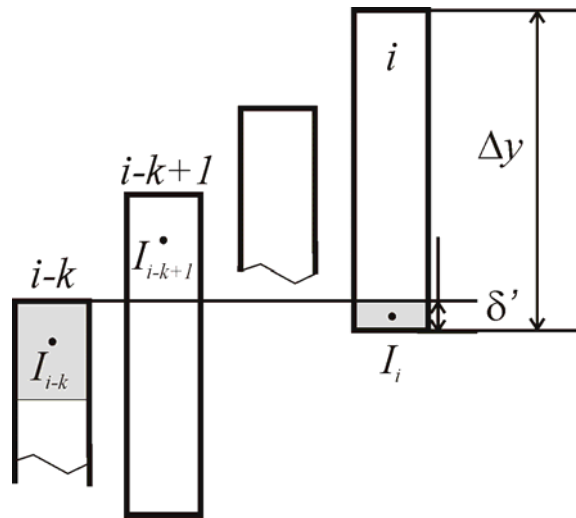


Figure 3.32 : Position des points médians

La Figure 3.33 montre que ces considérations ne sont pas satisfaisantes pour approcher la courbe théorique.

Deuxième approche améliorée :

Nous avons cherché alors à améliorer l'expression de la vitesse $\overline{V_e^i}$.

• D'abord en prenant la valeur moyenne de la vitesse entre les deux couches concernées, c'est-à-dire :

$$\overline{V_e^i} = \frac{\overline{V_p^{i-k}} + \overline{V_p^{i-k+1}}}{2} \quad (3-33)$$

• Ensuite en interpolant la fonction vitesse entre les couches $i-k$ et $i-k+1$ de façon à prendre en compte la vitesse au niveau de l'abscisse du point médian de δ' .

Cette dernière approche par extrapolation linéaire est logiquement nettement plus précise (Figure 3.33) et c'est elle qui a été retenue par la suite.

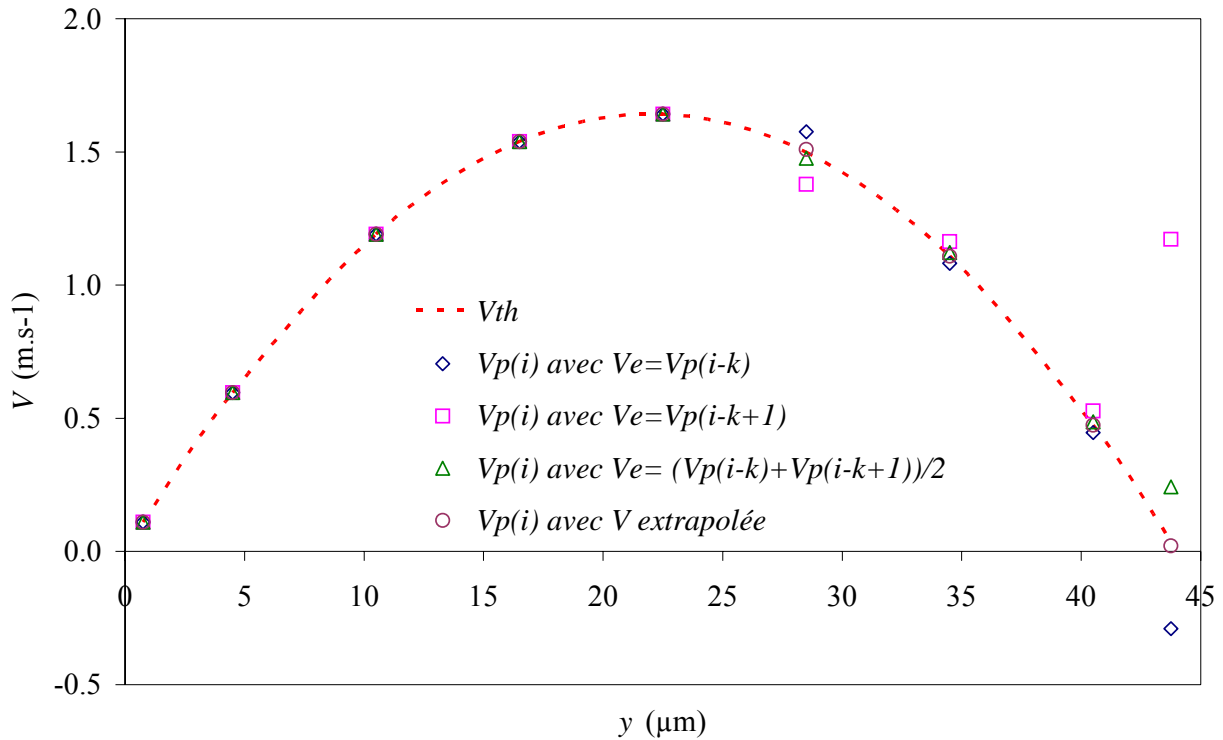


Figure 3.33 : Comparaison de profils de vitesses obtenus pour différentes évaluations de la vitesse au niveau du point médian de δ

3.6.5. Détermination des paramètres Δy_1 et Δy

Dans le paragraphe précédent, nous avons supposé que la position de la paroi caractérisée par le paramètre Δy_1^A et la valeur réelle de la profondeur de mesure Δy étaient connues. En pratique, il est très difficile expérimentalement de détecter exactement la position de la paroi, ce qui signifie que Δy_1^A n'est pas forcément exactement déterminé. De plus, la formule (3-9) donnée par Meinhart *et al.* [Meinhart *et al.*, 2000b] ne permet pas de calculer avec précision la valeur de la profondeur de mesure Δy .

Si la hauteur du canal $2a$ et le pas δ sont connus, le nombre de couches n_c peut être déduit par :

$$n_c = Ent(2a/\delta) \quad (3-34)$$

où *Ent* signifie partie entière.

La relation géométrique $\Delta y_1^A + \Delta y_2^A = H - n_c \delta$ mène à un encadrement de la valeur de Δy_1^A :

$$0 \leq \Delta y_1^A \leq H - n_c \delta \quad (3-35)$$

Par exemple, pour $2a = 44\mu\text{m}$ et $\delta = 6\mu\text{m}$, $n_c = 7$ et par conséquent $0 \leq \Delta y_1^A \leq 2\mu\text{m}$.

Le but est alors de déterminer la valeur réelle de Δy_1^A dans cet intervalle. Pour une position donnée suivant x , le calcul des vitesses $\overline{V_{pA}^i}$ dans la direction A et $\overline{V_{pB}^i}$ dans la direction B est effectué suivant la méthode décrite précédemment pour chaque valeur de Δy_1 en supposant que Δy est connu. A partir de ces vitesses, une fonction F , somme des carrés de la différence des vitesses traitées dans chaque direction est calculée :

$$F = \sum_i \left(\overline{V_{pA}^i} - \overline{V_{pB}^i} \right)^2 \quad (3-36)$$

F varie en fonction de Δy_1^A et passe par un minimum quand la valeur de Δy_1^A est celle du cas expérimental.

Par exemple, la Figure 3.34 représente la variation de F obtenue avec les essais virtuels pour lesquels $\Delta y_1^A = 1,5\mu\text{m}$. L'algorithme de calcul des vitesses est appliqué pour Δy_1^A situé entre 0 et $2\mu\text{m}$. Le minimum de F est parfaitement trouvé pour $\Delta y_1^A = 1,5\mu\text{m}$.

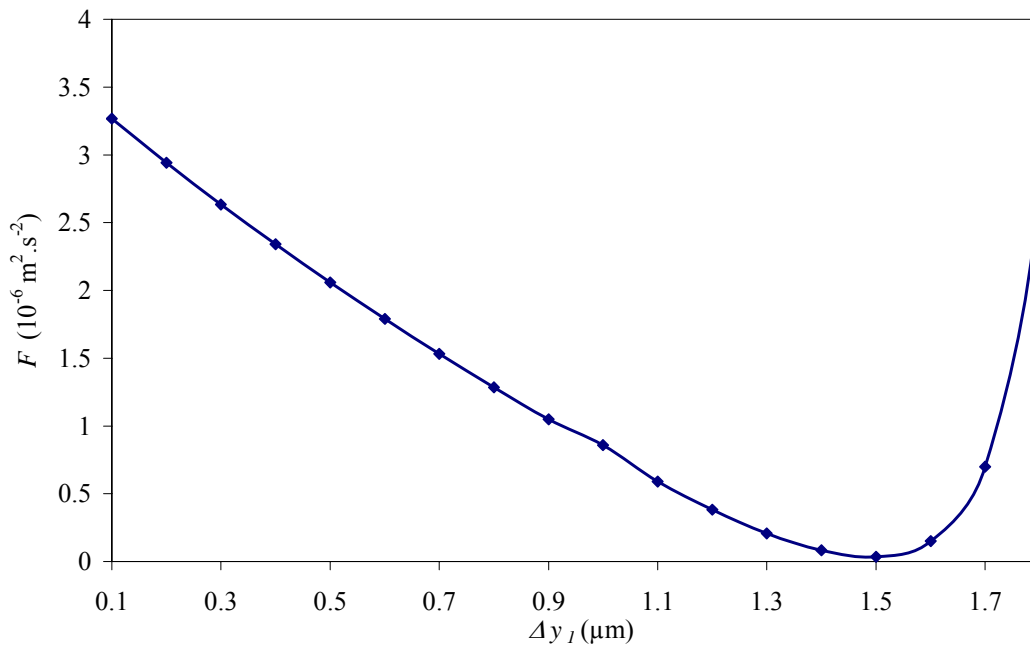


Figure 3.34: Valeur minimum de F en fonction de Δy_1^A

Une fois la valeur de Δy_1^A trouvée, une même approche est utilisée dans le but de trouver la valeur réelle de la profondeur de mesure Δy . La fonction F est calculée pour différentes valeurs de Δy et un minimum est obtenu (Figure 3.35). La valeur de Δy correspondant à ce minimum est égale à celle utilisée pour créer les essais virtuels ($26\mu\text{m}$).

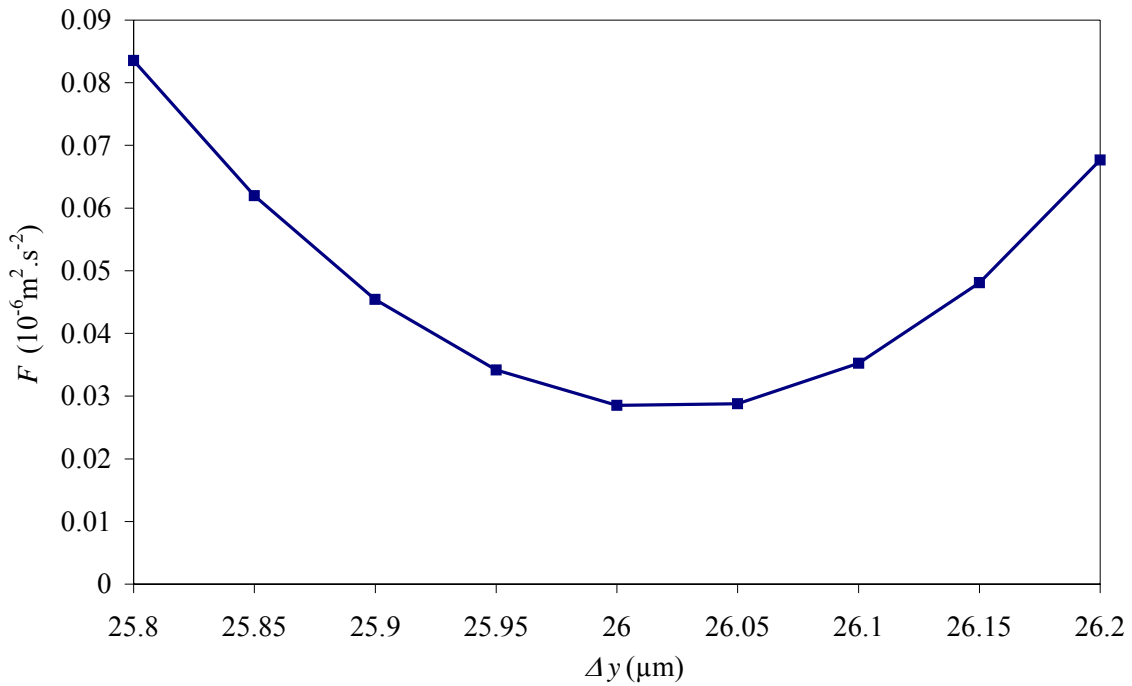


Figure 3.35 : Valeur minimum de F en fonction de Δy

Les paramètres Δy_1^A et Δy étant indépendants, pour compléter l'étude, F est directement tracée en fonction de ces deux paramètres (Figure 3.36). Les valeurs minimales de Δy_1^A et Δy sont trouvées, ce qui permet de conclure que lorsque ces deux paramètres restent imprécis expérimentalement, il est alors possible de trouver leur valeur optimale en utilisant la méthode décrite précédemment.

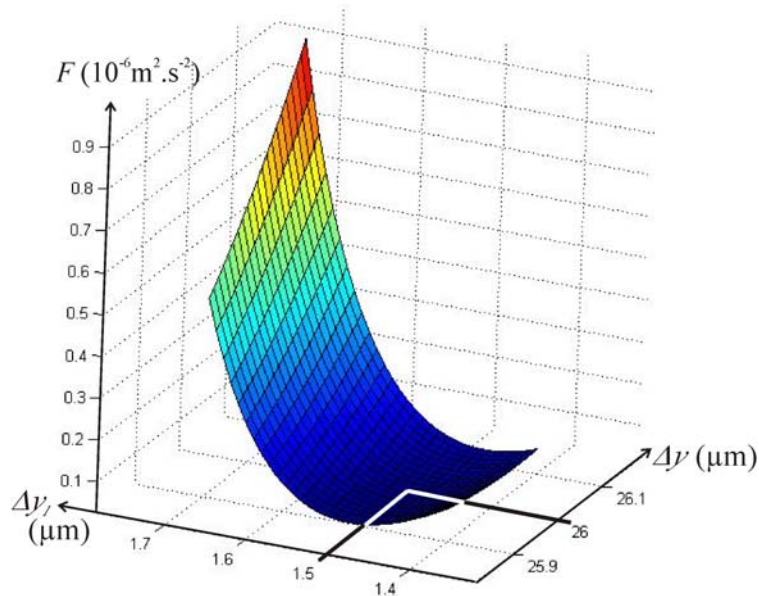


Figure 3.36 : Variation de F en fonction de Δy_1^A et Δy

3.7. Etude expérimentale d'un écoulement 2-D par μ -PIV

Nous avons réalisé des essais par μ -PIV au Stokes Research Institute, laboratoire de l'Université de Limerick en Irlande. L'objectif principal de ces essais était initialement de comparer différents systèmes de mesures de vitesse entre nos deux laboratoires. Ensuite, nous avons cherché à améliorer la technique de μ -PIV.

3.7.1. Dispositif expérimental

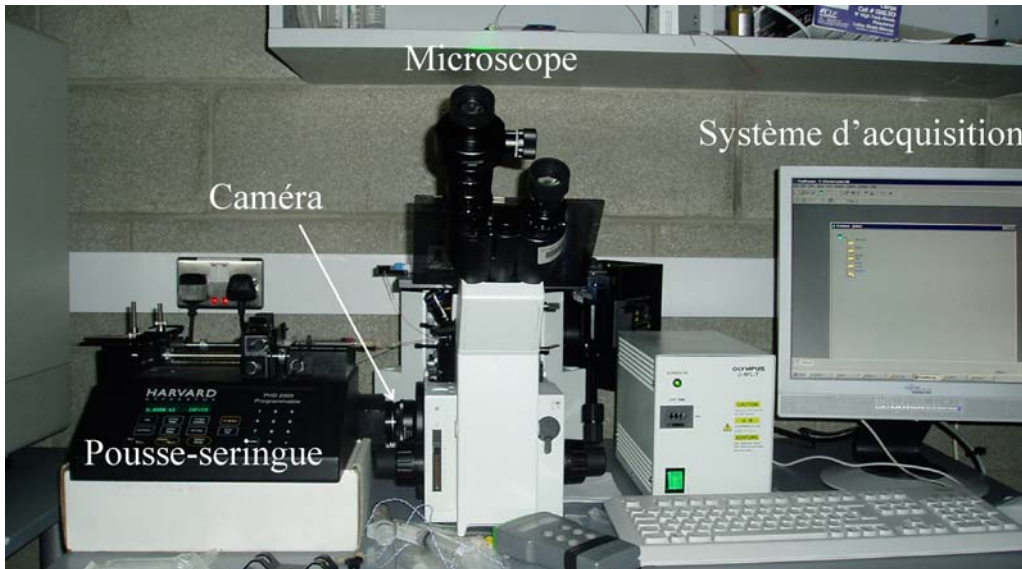


Figure 3.37 : Photo du montage expérimental

3.7.1.1. Système optique

Le système de μ -PIV suit le schéma Figure 3.3. Il est constitué d'un microscope Olympus IX50 à lumière inversée muni d'un filtre fluorescent transmettant la lumière de longueur d'onde comprise entre 510 nm et 550 nm (lumière verte). Le miroir dichromatique réfléchit la lumière dont la longueur d'onde est inférieure à 570 nm et transmet celle de longueur d'onde supérieure. Afin d'éviter toute perturbation de l'écoulement, le microscope est monté sur une table anti-vibrations.

Suivant les gammes de vitesses étudiées, une lampe à mercure fournissant une lumière continue permet d'illuminer le canal lorsque les vitesses sont faibles. Un laser Ng : YAG est utilisé lorsque les vitesses d'écoulement sont rapides. Il est relié au microscope par l'intermédiaire d'une série de lentilles et d'une fibre optique. Le temps de chaque impulsion est de 5 ns, à la fréquence de 15 Hz. La puissance maximale du laser est de 52 mJ mais la fibre optique limite l'utilisation à 0,5 mJ par impulsion. Le faisceau émis illumine un volume de fluide pendant 5 ns et la première image (image A) est enregistrée par la caméra.

Après un intervalle de temps Δt déterminé en fonction de la vitesse de l'écoulement, l'image B est ensuite prise.

Une caméra CCD 80C42 DoubleImage 700 de la marque Dantec, équipée d'un capteur de 768 pixels \times 484 pixels, est montée sur le microscope. Le système d'acquisition est Dantec FlowMap PIV 2100.

3.7.1.2. *Particules*

Nous avons utilisé différentes tailles de particules suivant la taille du canal :

- Des particules de polystyrène teintées de produit fluorescent rouge (Molecular Probes Fluosphère[®]) de diamètre 1,0 μm et 0,1 μm , excitées à une longueur d'onde de 580 nm et émettant à une longueur d'onde de 605 nm. Leur masse volumique est de 1,055 g.cm^{-3} . Ces particules sont utilisées pour des canaux de dimensions supérieures à 100 μm .
- Des particules de polystyrène teintées de produit fluorescent rouge (Duke Scientific Corporation[®]) de diamètre 0,49 μm , de masse volumique 1,05 g.cm^{-3} . Ces particules sont prévues pour des canaux de dimensions inférieures à 100 μm .

3.7.1.3. *Circuit hydraulique*

L'écoulement est généré par un pousse-seringue Harvard Apparatus PHD 2200. Les essais ont été faits avec de l'eau distillée et de l'iso-propanol. L'iso-propanol a été vite abandonné car les particules n'avaient pas la même masse volumique ($\rho_{\text{isop}} = 0,779 \text{ kg.m}^{-3}$ pour l'iso-propanol) et par conséquent ne se répartissaient pas uniformément dans l'écoulement.

Afin de vérifier la température lors des essais, un capteur de température est placé au niveau de la surface des canaux et permet de contrôler un éventuel échauffement dû à l'éclairage.

3.7.1.4. Canaux utilisés

Deux types de canaux ont été testés : des canaux de PDMS de section rectangulaire et des canaux de silice de section circulaire.

Canaux en PDMS

Ces canaux ont 5 cm de longueur, 44 μm de hauteur et différentes largeurs allant de 500 μm à 10 μm .

Le PDMS a de très bonnes propriétés optiques, ainsi la qualité de l'image obtenue est très bonne. De plus l'état de surface des microcanaux est très bon, ce qui permet d'avoir des particules réparties dans le canal et s'écoulant sans perturbation en proximité des parois (Figure 3.38).

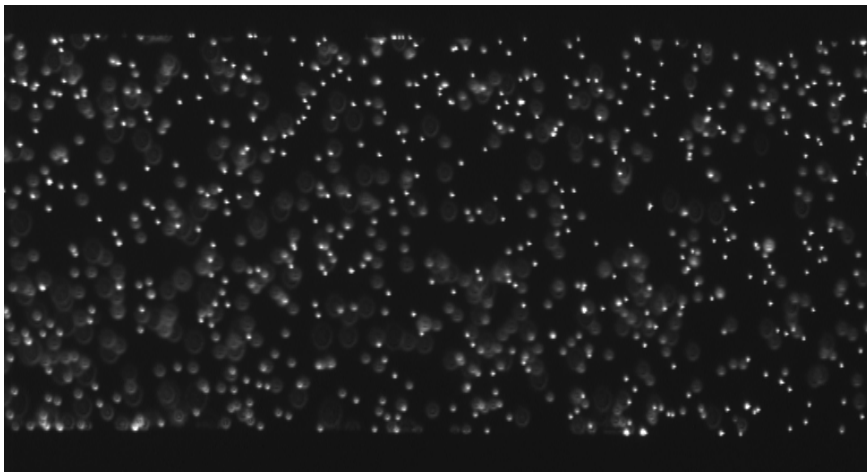


Figure 3.38 : Image prise dans un canal de PDMS de 300 μm de large

Les principales difficultés rencontrées avec ce type d'échantillon sont liées :

- à la connexion au circuit hydraulique : le PDMS étant un matériau très souple, un montage par serrage de joints toriques (autour des orifices d'entrée et de sortie) est impossible, le joint venant obstruer le passage du fluide (Figure 3.39). Nous avons finalement retenu une solution par collage d'un tube à l'entrée et la sortie du microcanal, puis une connexion au pousse-seringue par un raccord Omnifit® (Figure 3.40).

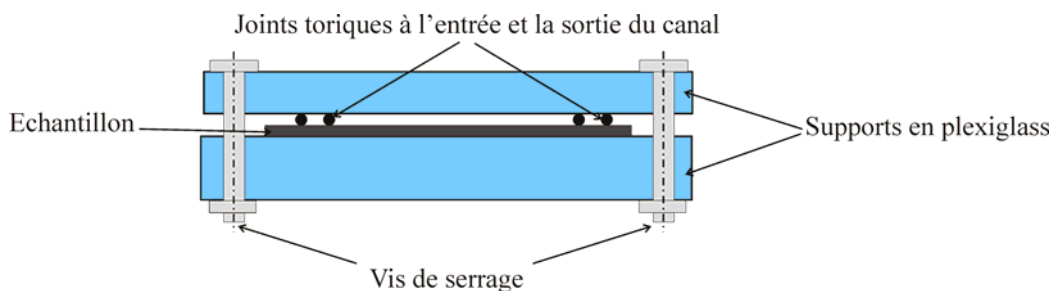


Figure 3.39 : Schéma de montage par serrage

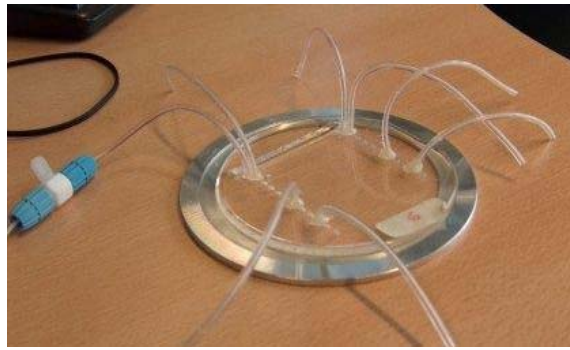


Figure 3.40: Echantillon de PDMS

- à l'adhésion des particules aux parois : le PDMS est un matériau très salissant qui retient très vite toutes les impuretés et poussières aussi bien à l'extérieur des échantillons qu'à l'intérieur du canal. Les particules collent très vite aux parois, rendant les mesures impossibles car l'image enregistrée présente beaucoup de bruit dû à ces particules immobiles. Ensuite, les canaux sont très vite complètement et irrémédiablement obstrués. Pour remédier à ce problème, nous avons rajouté au liquide ensemencé une solution de Tween20 qui est un agent évitant la coagulation des particules entre elles.

- au caractère hydrophobe du PDMS : lors du remplissage du canal, des bulles d'air se bloquent contre les parois du canal et perturbent fortement l'écoulement (Figure 3.41).

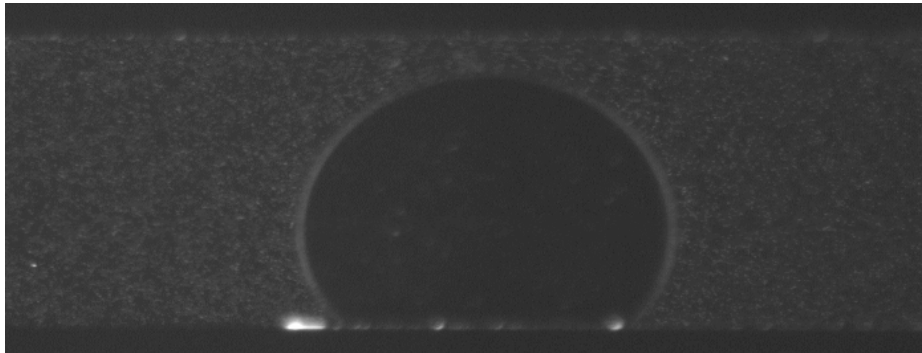


Figure 3.41 : Bulle d'air collée à la paroi

De plus, nous avons été limités dans le choix de la taille des canaux. A partir de largeurs inférieures à $80\ \mu\text{m}$, nous avons du utiliser un objectif de grandissement $M = 40$ et d'ouverture numérique $NA = 0,55$. La lumière émise par la lampe à mercure n'est alors pas assez puissante pour pouvoir visualiser les particules. L'utilisation du laser est également impossible, car d'une part nous sommes limités en puissance à cause de la fibre optique et d'autre part la concentration de la lumière par l'objectif est trop puissante et brûle nos canaux. Nous avons donc restreint l'étude des écoulements à des canaux de $300\ \mu\text{m}$, $100\ \mu\text{m}$ et $80\ \mu\text{m}$ de largeur.

Canaux de silice

Nous avons également réalisé des essais sur des canaux de silice de diamètre 100 μm . Ces canaux sont collés à des tubes de téflon permettant de les relier au pousse-seringue *via* un raccord Omnifit. La couche protectrice recouvrant les canaux étant opaque, il est nécessaire de l'enlever, une des solutions pour la retirer est alors de la brûler.

De plus, la section étant circulaire, lorsqu'on observe ces canaux, on voit une zone d'ombre due à la réfraction de la lumière sur les parois courbées du canal. Afin de pouvoir faire les essais suivant toute la section du canal, nous avons donc immergé ces canaux dans une solution ayant un indice de réfraction similaire, de sorte que les rayons lumineux traversent de part en part le tube. L'indice de réfraction de la silice est de 1,459 et nous avons utilisé de l'huile de glycérine d'indice 1,469.

3.7.2. Résultats obtenus avec un traitement conventionnel des données

30 images ont été prises pour chaque débit étudié. La vitesse est censée être mesurée au milieu du canal suivant la hauteur. Cette position est déterminée en faisant le point sur l'une des parois (supérieure ou inférieure) du canal et connaissant la profondeur du canal, le micromètre permet de se situer au centre.

Les images sont traitées sur le logiciel Insight (TSI). L'algorithme de corrélation utilisé est « Direct Correlator » avec un recouvrement de 50%, c'est-à-dire que les régions d'interrogations de chaque image se superposent sur la moitié de leur surface. Les zones d'interrogations ont une taille de 64 pixels selon la direction de l'écoulement et de 32 pixels dans la direction transversale. Pour chaque image, une série de 16 vecteurs suivant la hauteur et d'environ 20 vecteurs suivant la direction de l'écoulement sont obtenus (Figure 3.42). L'écoulement étant supposé établi, il est possible de faire une moyenne sur ces 20 profils. Le profil de vitesses obtenu pour chaque essai est alors une moyenne de $30 \times 20 = 600$ profils.

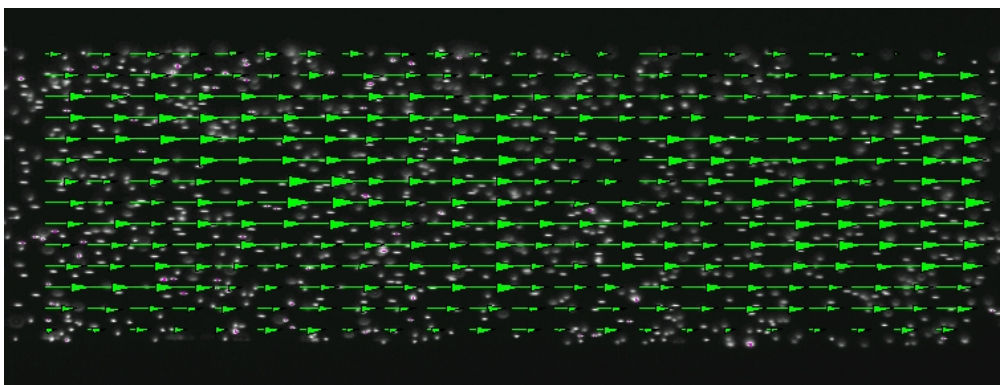


Figure 3.42 : Vecteurs vitesses obtenus sur une image

3.7.2.1. Profils de vitesses

Canaux de PDMS

La Figure 3.43 montre un profil de vitesses expérimental obtenu pour un canal de 300 μm de large et de 44 μm de profondeur et le profil analytique au centre du canal. Cette vitesse mesurée correspond à une vitesse locale du fluide, moyennée sur une épaisseur de mesure. La différence entre le profil analytique et le profil expérimental s'explique par le fait que le profil obtenu est une moyenne des vitesses des particules sur une épaisseur de mesure de 26 μm que nous avons calculé d'après la formule (3-9). Si l'on trace le profil analytique moyen sur une tranche de 26 μm d'épaisseur, alors les résultats expérimentaux semblent corrects.

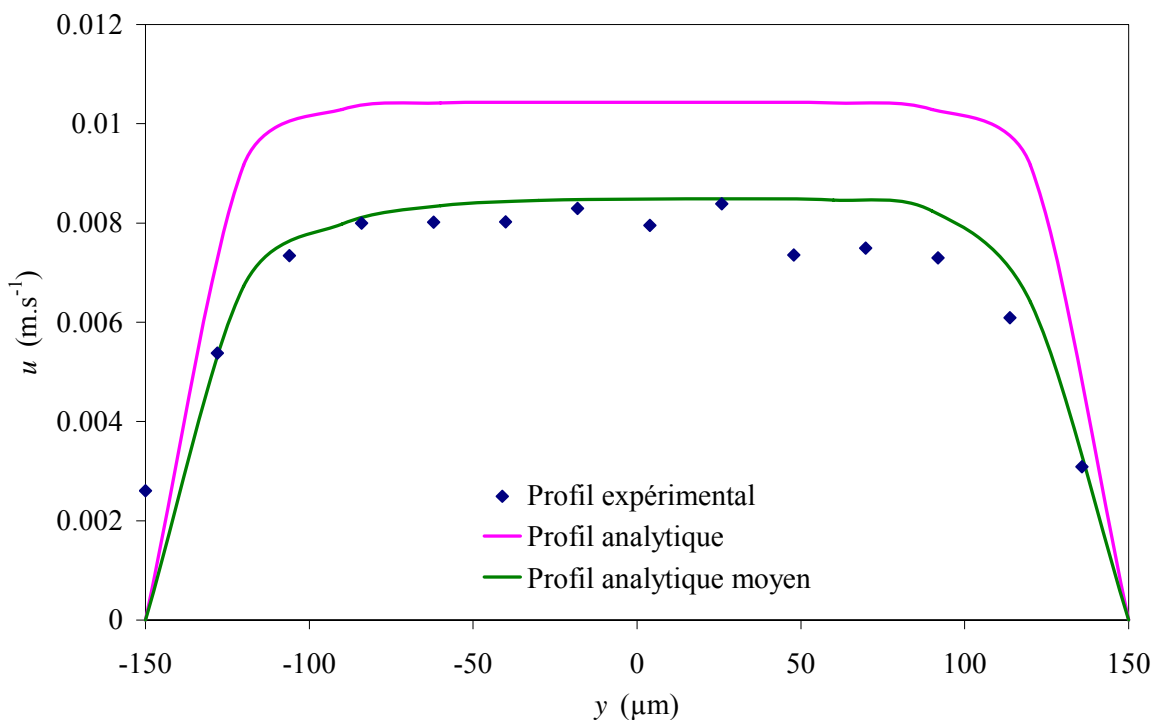


Figure 3.43 : Comparaison du profil de vitesses expérimental et du profil de vitesses au centre du canal pour un canal de 300 μm de large, 44 μm de profondeur, 5 cm de long. Le débit imposé est de 5 $\mu\text{l}\cdot\text{min}^{-1}$

Les profils obtenus pour les autres tailles de canaux présentent une même caractéristique : ils sont éloignés du profil analytique local tracé au centre du canal, mais lorsqu'une moyenne des profils analytiques sur une tranche d'épaisseur de 26 μm est faite, les résultats sont en bonne adéquation avec la théorie. Cette épaisseur de mesure représentant plus de 50% de la hauteur du canal, la précision des mesures dans le type de géométrie que nous voulions étudier ne nous a pas paru convenable.

Nous avons cherché à améliorer la précision des résultats dans les canaux, d'où l'idée de prendre des mesures à intervalles réguliers suivant la hauteur. La méthode a été détaillée dans le paragraphe 3.6 et l'analyse des mesures expérimentales traitées avec cette méthode est présentée paragraphe 3.7.3.

Canaux de silice

Les mesures ont été réalisées au centre du canal afin d'avoir un profil de vitesses suivant le diamètre du canal. La position centrale des canaux de silice est plus facile à déterminer que celle des canaux de PDMS : tant que plan focal n'est pas au niveau du diamètre du canal, la dimension transversale du canal n'est pas au maximum.

La Figure 3.45 montre le profil de vitesses obtenu dans un canal cylindrique de diamètre $150\ \mu\text{m}$ et de longueur de $10\ \text{cm}$ pour un débit imposé de $5\ \mu\text{l}\cdot\text{min}^{-1}$. La vitesse au centre du canal est éloignée du profil analytique. Ceci est toujours dû à l'épaisseur de mesure importante. Dans une géométrie axisymétrique, à cause de la courbure du canal, les particules sont présentes sur une faible épaisseur sur les bords de la fenêtre de mesure (Figure 3.44) particulièrement lorsque la profondeur de mesure n'est pas négligeable devant le diamètre.

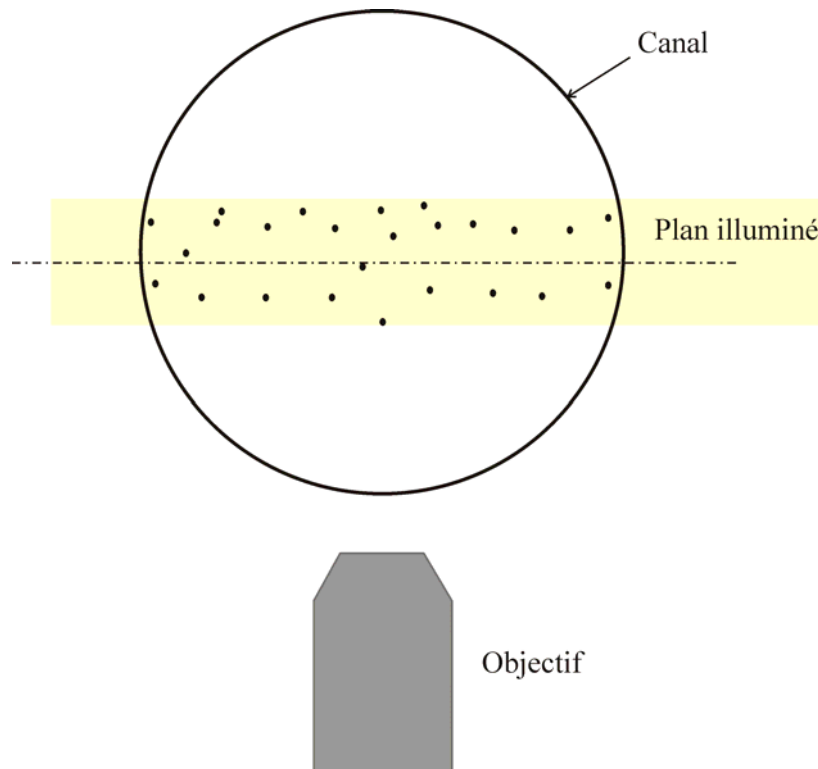


Figure 3.44 : Plan de mesure dans un canal de section circulaire

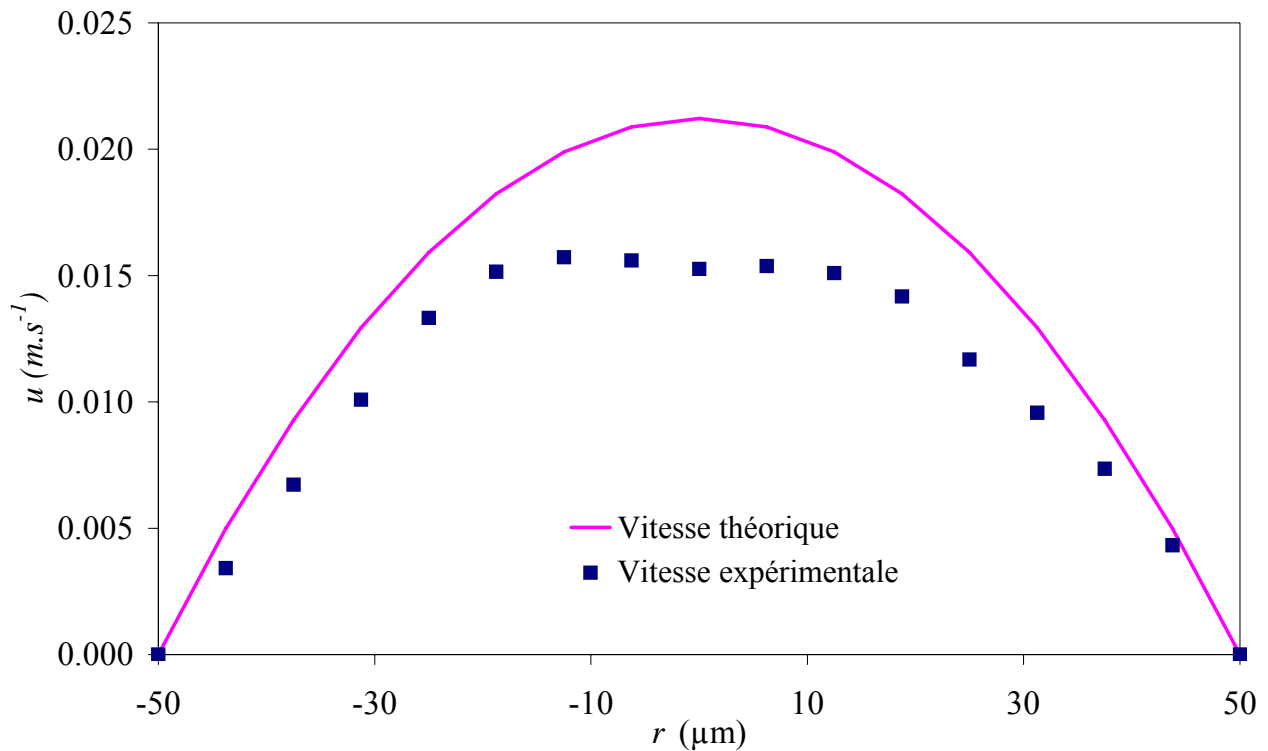


Figure 3.45 : Comparaison du profil de vitesses expérimental et du profil de vitesses théorique au centre du canal pour un canal de 100 µm de diamètre, 10 cm de long. Le débit imposé est de 5 µl.min⁻¹

3.7.2.2. Etude de la concentration en particules

La concentration jouant un rôle important dans la précision des résultats, nous avons cherché à analyser expérimentalement l'influence de la concentration en particules et du nombre d'images sur la précision des résultats. Les essais ont été réalisés dans des microcanaux de 300 µm de large pour différentes concentrations de particules, à un débit de 0,05 µl.min⁻¹.

Les différentes concentrations testées sont 0,46%, 0,79%, 1,06% et 1,32% en pourcentage de volume de particule V_f présentes dans le volume de fluide. Pour chaque concentration, un traitement est effectué pour différents nombres de paires d'images. Dans chacun des cas, l'erreur relative entre le profil expérimental et le profil analytique est calculée. Le détail de la démarche figure dans l'article de Chiavaroli *et al.* [Chiavaroli *et al.*, 2007].

Lorsqu'on trace cette erreur en fonction de la concentration en particules et du nombre d'images, il est intéressant d'observer que tant que la concentration en particules reste inférieure à 19%, la précision augmente avec le nombre d'images (Figure 3.46). Plusieurs combinaisons nombre d'images / concentration en particules sont possibles, les solutions optimales étant obtenues pour des séries de 30 à 100 images avec une concentration allant de 0,46% à 1,32%.

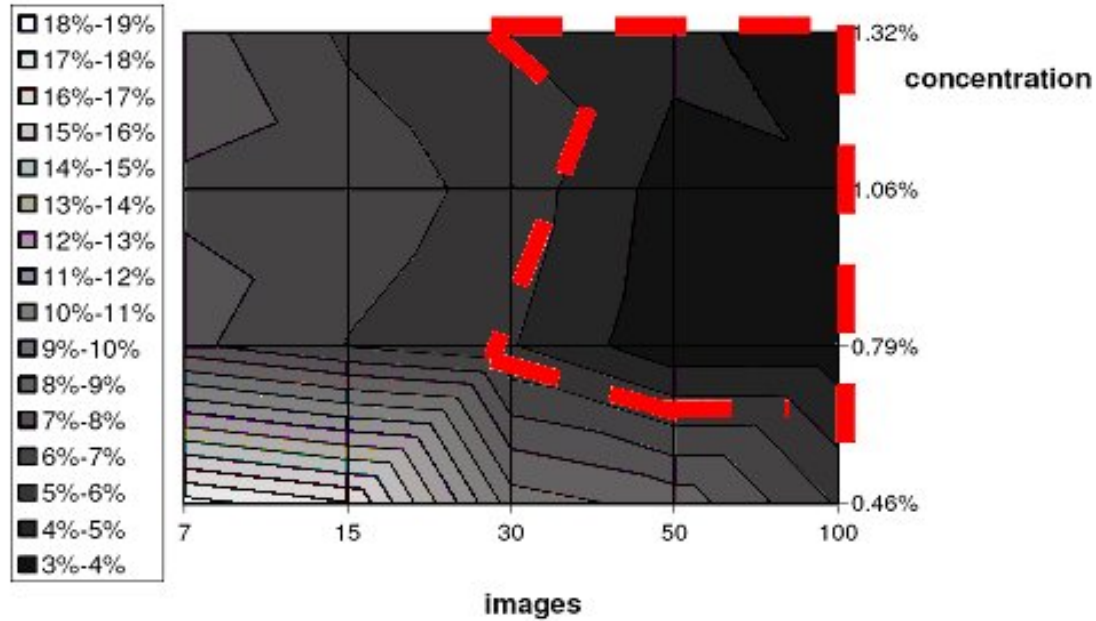


Figure 3.46 : Graphe montrant la relation entre concentration, nombre d'images et précision des résultats [Chiavaroli et al., 2007]

3.7.3. Application et limites actuelles de la méthode à des essais expérimentaux réels

Nous avons appliqué la méthode à des résultats expérimentaux menés suivant le procédé décrit au paragraphe 3.6. Ces essais ont été réalisés avant l'élaboration de la méthode. Ils permettent de voir les anomalies qu'il reste encore à corriger (position de la première couche, nombre de couches, traitement des données en proximité des parois...) et de mettre en place un protocole expérimental qui permettra de réaliser de nouveaux essais plus adaptés à cette méthode.

Un débit d'eau distillée de $1\mu\text{l}/\text{min}$ est imposé par le pousse-seringue. Le pas du microscope est de $\delta_{obj} = 6\mu\text{m}$, ce qui correspond à un déplacement du plan de mesure $\delta = 7,98\mu\text{m}$. Le nombre de tranches mesuré est $n_c = 9$. La profondeur du plan focal est dans un premier temps estimée par la formule (3-9) à $\Delta y = 26\mu\text{m}$.

Les profils de vitesses obtenus dans chaque tranche présentent beaucoup de bruit notamment sur les tranches qui sont proches des parois du canal. Nous avons donc cherché à faire un lissage des vitesses obtenues.

Ce lissage consiste à interpoler les résultats expérimentaux bruts par une fonction polynomiale de degré 3 approximant au mieux chacun des profils de vitesses de chaque tranche (Figure 3.47).

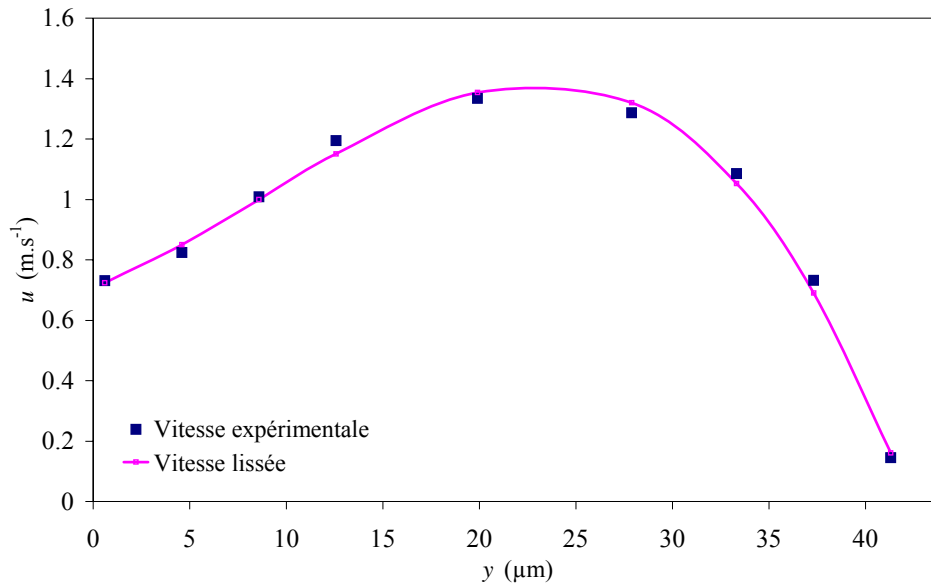


Figure 3.47 : Exemple de lissage d'un profil de vitesses $x=-8,82 \mu\text{m}$

La fonction F définie dans l'équation (3-36) en fonction de Δy_1 nous permet d'évaluer la position de la première couche à $\Delta y_1^A = 1,2 \mu\text{m}$ et une profondeur de mesure de $\Delta z = 26,45 \mu\text{m}$. En appliquant ces deux valeurs pour traiter les résultats bruts et les résultats lissés, nous observons que le lissage apporte une amélioration sur le profil de vitesses obtenu en corrigeant les points expérimentaux erronés (Figure 3.48).

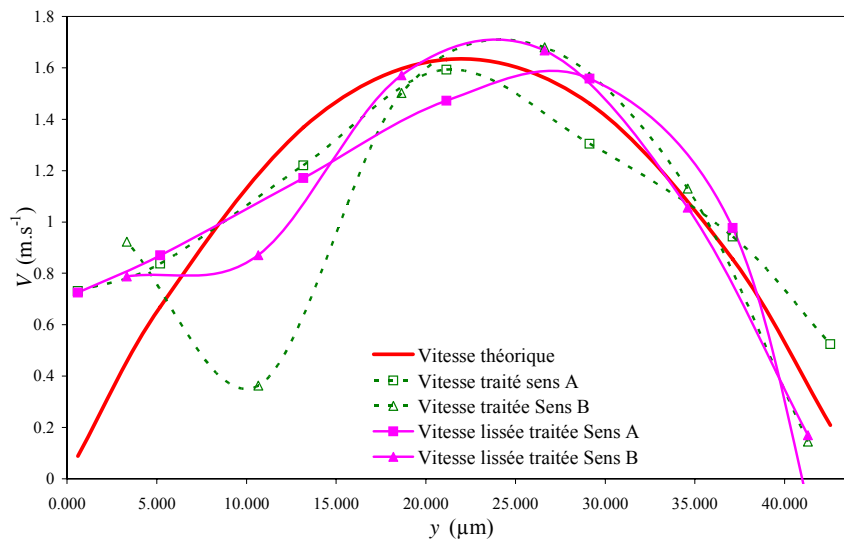


Figure 3.48 : Application de la méthode au profil expérimental brut, au profil expérimental lissé. Comparaison des profils de vitesses obtenus pour $x=-8,82$.

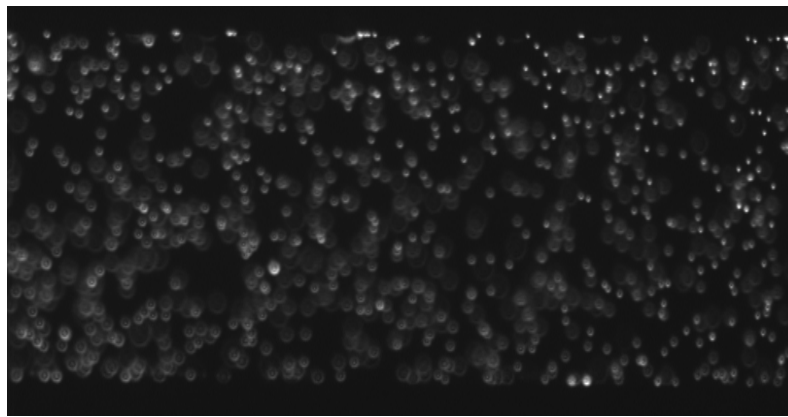
Cependant, quelques points restent encore à améliorer aussi bien au niveau des hypothèses posées pour établir la méthode qu'au niveau expérimental.

Afin de diminuer la sensibilité de la méthode aux données expérimentales erronées, certaines considérations sont à approfondir telles que :

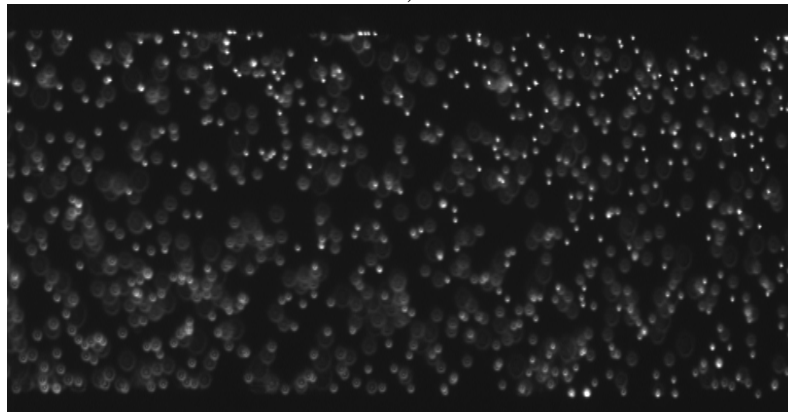
- la conservation du débit, hypothèse qui permet d'exprimer les vitesses d'une tranche à l'autre,
- l'équipartition des particules sur laquelle repose le calcul de la vitesse moyenne dans les différentes épaisseurs.

Lors d'une prochaine campagne d'essais, une attention particulière devra être portée sur :

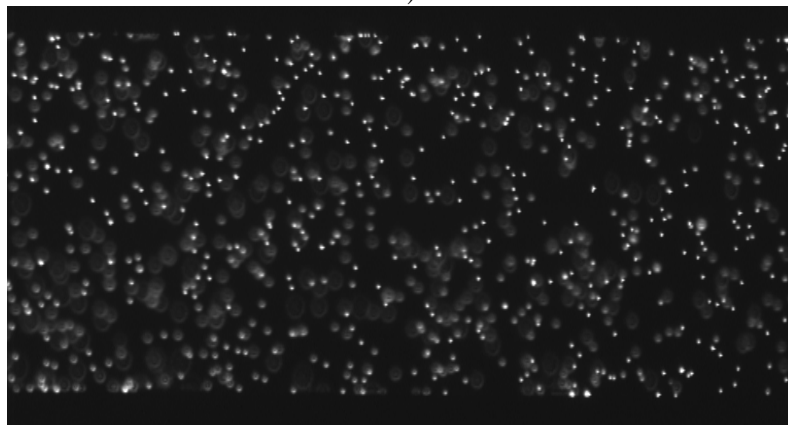
- Les valeurs expérimentales au niveau des parois qui présentent une erreur très importante. En effet, ces images acquises en proximité de paroi ont beaucoup de bruit dû aux particules situées en arrière plan. Un traitement spécial de ces couches mérite d'être fait comme une soustraction d'une image d'arrière-plan ou une mesure avec très peu de particules dans l'écoulement.
- Le nombre de couches constituant la série d'essais doit être également déterminé précisément. Lors des premiers essais, il nous a été très difficile de voir quelles étaient les prises de vues de la première et de la dernière couche (Figure 3.49).



a)



b)



c)

Figure 3.49 : Images prises lors des essais

a) couche avant la paroi (pas de particules nettes)

b) première tranche dans le canal (quelques particules sont nettes)

c) deuxième tranche (une grande partie des particules sont nettes)

3.8. Conclusions

Une méthode améliorant la précision de mesures μ -PIV a été développée. Elle a d'abord été testée sur des essais virtuels puis sur des essais réels dans des microcanaux de 44 μm de profondeur et de 300 μm de large. Les principaux avantages d'une telle méthode sont :

- une amélioration de la précision dans les données traitées : la résolution spatiale est améliorée de 26 μm à 6 μm menant à une représentation précise de la vitesse réelle,
- les positions des parois du canal peuvent être déterminées avec précision, ce qui est très difficile durant les essais,
- la profondeur de mesure Δy , un autre paramètre clé pour analyser les données expérimentales peut également être déterminée,
- des cartographies 3-D de la vitesse peuvent être obtenues à partir d'une série de mesures 2-D.

L'application de cette méthode à des résultats expérimentaux effectués au préalable, a permis de mettre en évidence certains points à améliorer et des précautions à prendre lors d'une prochaine campagne d'essais.

Dans le but d'une amélioration des techniques expérimentales, les effets de la concentration en particules et du nombre de paires d'images acquises sur la précision des résultats ont été étudiés. Une plage de valeurs de la concentration à utiliser en fonction du nombre d'images est donnée afin d'obtenir des résultats expérimentaux précis.

Chapitre 4 : Micro-écoulements générés par un gradient de pression : limites de la loi de Poiseuille

Dans ce chapitre sont présentés les principaux effets ayant une influence sur l'écoulement de liquides dans des microcanaux.

Le premier est l'effet de la double couche électrique. Une analyse bibliographique des différents modèles, hypothèses et principaux résultats est présentée pour des écoulements engendrés par un gradient de pression. Une étude de l'électroosmose dans un réseau de microcanaux est ensuite détaillée afin de montrer que la présence non négligeable de la double couche peut être exploitée pour le transport de liquides dans des microsystèmes.

Le deuxième effet étudié est lié à la dissipation visqueuse engendrée par le frottement des couches de fluides et qui tout comme la double couche électrique, est négligeable à macro-échelle mais qui peut être l'explication de certains phénomènes. Un bilan des études menées par différents auteurs est d'abord présenté. Une résolution analytique des équations de conservation permet d'estimer l'élévation de la température dans le canal et d'obtenir un débit théorique lorsque les effets de dissipation visqueuse sont pris en compte. Des résultats expérimentaux sont obtenus en utilisant le banc de mesure amélioré décrit dans le chapitre 2. Ils sont comparés à la théorie de Poiseuille et à des résultats analytiques tenant compte de la dissipation visqueuse. Une étude numérique sous FLUENT consistant en la simulation des échanges thermiques dans les canaux vient compléter l'analyse.

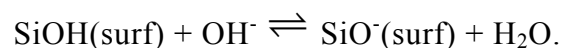
Enfin, une étude de la déformation sous pression des parois d'un canal en SU-8 est menée. La mesure expérimentale des débits en fonction de la pression donne lieu à des écarts (dus aux variations de section) de la relation linéaire entre ces deux grandeurs.

4.1. Effets électriques

Le contact d'un liquide avec une paroi donne naissance dans la plupart des cas à une double couche électrique (DCE) dont les effets sont négligeables à une échelle macroscopique mais ne le sont plus à une échelle microscopique. Cette DCE peut être exploitée pour mettre le liquide en mouvement (électroosmose) ou pour déplacer en son sein des particules solides (électrophorèse) par application d'un champ électrique. En l'absence d'un tel champ électrique et dans le cas d'un écoulement généré par gradient de pression, la DCE joue également un rôle, qui n'est plus moteur, mais dont les conséquences apparaissent multiples. La littérature sur ce sujet s'est particulièrement étoffée au cours des dernières années, avec plus d'une centaine de publications traitant des effets de la DCE sur les micro-écoulements de liquides générés par un gradient de pression. L'objectif de cette partie est de proposer une synthèse et une analyse de cette bibliographie, montrant l'état des connaissances actuelles et les verrous scientifiques qu'il reste à forcer.

4.1.1. Origine du chargement de surface

Quand un liquide polaire est mis en contact avec une paroi solide, celle-ci acquiert la plupart du temps une charge électrique. La charge de la paroi dépend notamment de l'ionisation donc du pH de la solution, et de la faculté d'adsorption à la paroi ou de dissolution dans le liquide des ions à l'interface paroi-liquide [Shaw, 1969]. Par exemple, dans le cas du silicium en contact avec de l'eau, la dissociation des molécules au niveau de la paroi va produire une surface chargée négativement, suite à la réaction :



Il en résulte une modification locale de la concentration ionique de la solution. La zone affectée par cette redistribution des charges dans le liquide est appelée la couche électrique.

4.1.2. Schématisation de la DCE

4.1.2.1. *Approche classique : Modèle de Stern*

Le modèle de Stern (Figure 4.1) vise à conceptualiser cette couche électrique. Il est utilisé dans la plupart des études et présente en fait cette couche comme une double couche électrique (DCE) comportant une fine couche compacte (dite de Stern)

composée d'ions adsorbés à la paroi et alignés suivant le plan de Stern, associée à une couche diffuse (dite de Gouy-Chapmann) dans laquelle les ions sont mobiles. Les charges de surface sont équilibrées par les charges adsorbées et par les charges de la couche diffuse, réalisant ainsi l'électroneutralité de l'ensemble en regard d'un élément de surface donné.

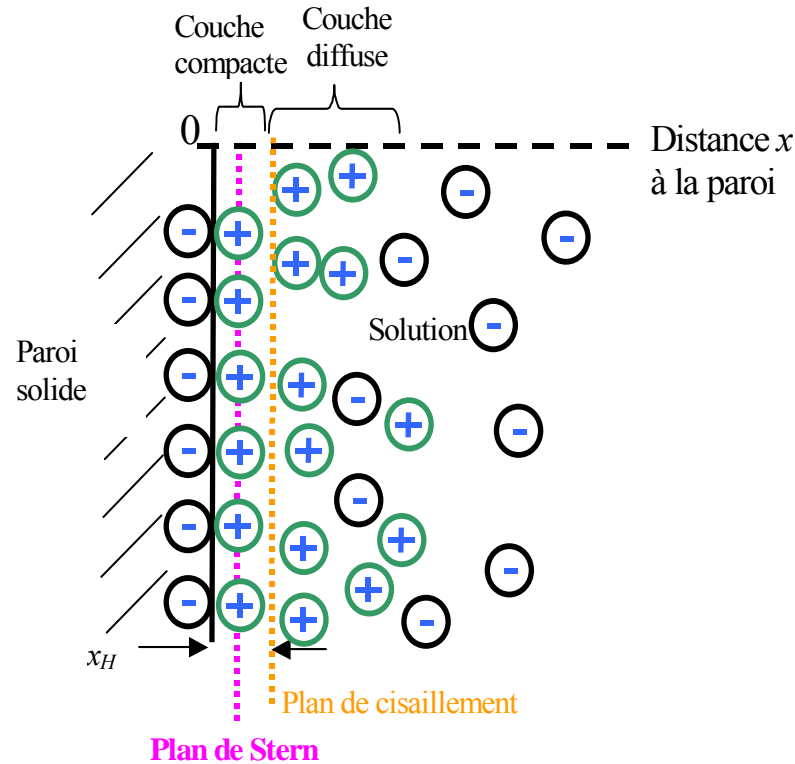


Figure 4.1 : Schématisation de la DCE d'après Stern

Le plan séparant les deux couches est appelé le plan de cisaillement. Le potentiel électrique au niveau de ce plan, caractéristique de la DCE, est le potentiel zêta ζ , encore appelé potentiel électrochimique ou électrocinétique. La répartition des ions dans la solution crée un champ électrique transversal dont l'effet s'atténue lorsqu'on s'éloigne de la paroi (Figure 4.2). ψ_0 représente le potentiel de surface. κ , appelé paramètre de Debye-Hückel, est défini dans le paragraphe 4.1.3.

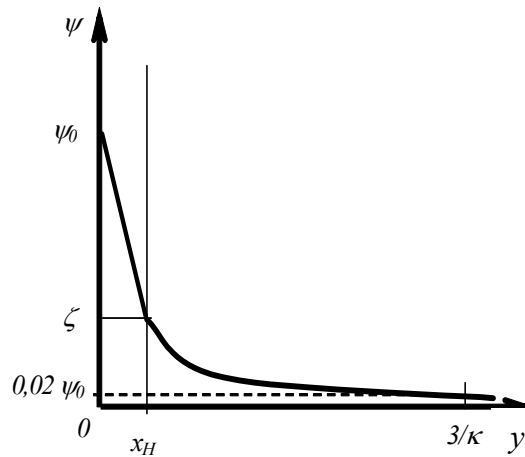


Figure 4.2 : Décroissance du potentiel dans la double couche d'après Stern

4.1.2.2. Autres modèles

Le modèle de Stern ne permet pas toujours de rendre compte de manière satisfaisante de l'influence de la nature chimique des anions et de leur interaction avec la paroi. Il présente des limitations à la proximité de la paroi [Hunter, 1981]. Si l'on envisage la DCE comme un condensateur, il ne rend pas compte de façon précise de la variation de sa capacité en fonction du potentiel (Figure 4.3).

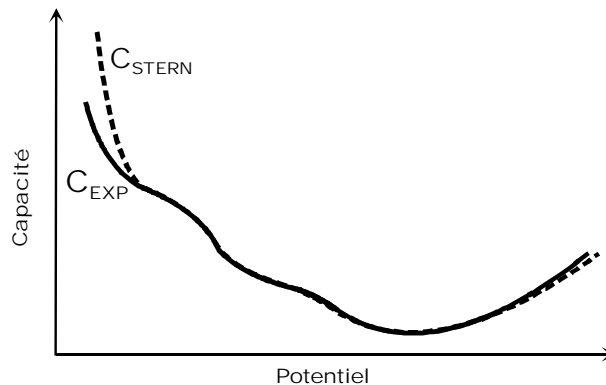


Figure 4.3 : Comparaison entre la capacité calculée à partir du modèle de Stern et la capacité mesurée par Grahame [Grahame, 1954]

Ainsi, d'autres représentations plus précises existent tenant compte de phénomènes particuliers au niveau du contact liquide / paroi. Le modèle de Grahame (Figure 4.4) prend en considération l'adsorption spécifique d'ions à la surface du solide. Ces ions sont déshydratés. Ils présentent une interaction forte avec la paroi alors que les ions hydratés ne sont retenus que par des forces électrostatiques. La couche compacte de ce modèle se décompose alors en deux parties : le plan interne d'Helmholtz (PIH) qui passe par le centre des ions adsorbés spécifiquement et le plan externe d'Helmholtz (PEH) qui passe au centre des ions non adsorbés spécifiquement.

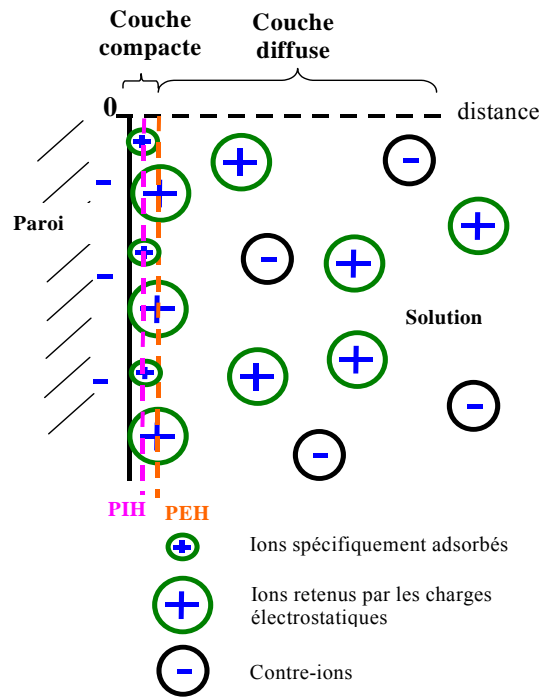


Figure 4.4 : Modèle de couche électrique d'après Grahame

Un autre modèle plus récent, proposé par Bockris *et al.* [Adamson, 1967] prend en considération l'interaction entre le solide et les dipôles en solution (Figure 4.5). Ce modèle tient compte des molécules d'eau et des ions négatifs déshydratés adsorbés par la surface ainsi que des ions positifs hydratés incapables d'atteindre la surface à cause des molécules d'eau qu'ils retiennent.

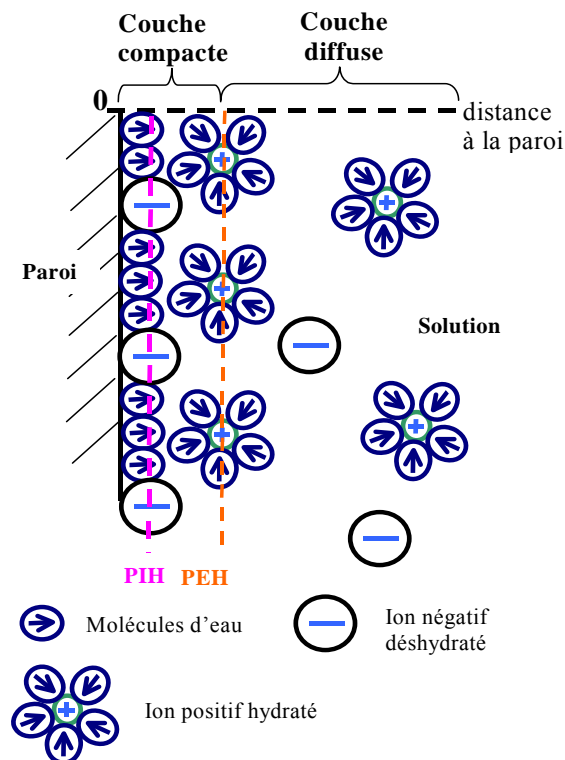


Figure 4.5 : Modèle de double couche selon Bockris, Denavathan et Müller

4.1.3. Modélisation de la DCE

4.1.3.1. Equation de Poisson

La double couche se comporte comme un condensateur : la surface chargée va influencer la répartition des ions dans la solution, un champ électrique transversal est ainsi créé. Le potentiel électrique ψ est relié à la densité de charge ρ_E dans la solution par l'équation de Poisson [Delplanque, 2004; Erickson *et al.*, 2000; Sharp *et al.*; Yang *et al.*, 1998] :

$$\nabla^2 \psi = \frac{\rho_E}{\varepsilon_r \varepsilon_0} \quad (4-1)$$

où ε_r représente la permittivité relative du milieu et ε_0 la permittivité du vide.

4.1.3.2. Distribution de Boltzmann

La distribution de Boltzmann exprime la probabilité statistique de trouver une particule dans un état d'énergie E particulier. Elle montre que la population diminue exponentiellement lorsque l'énergie augmente. Ainsi, cette probabilité est proportionnelle au facteur de Boltzmann défini par $e^{-\frac{E}{k_b T}}$ où $k_b = 1,3805 \times 10^{-23} \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$ est la constante de Boltzmann, et T la température.

Dans le cas d'ions placés dans un champ électrique, l'énergie E s'exprimera par :

$$E = ze\psi \quad (4-2)$$

où z (z^+ ou z^-) représente la valence d'ion positif ou négatif, $e = 1,6021 \times 10^{-19}$ la charge d'un électron.

La densité de charges dans la solution dépend alors de la probabilité définie par le facteur de Boltzmann $p(\psi)$ (Figure 4.6) :

$$p(\psi) = e^{-\frac{ze\psi}{k_b T}} \quad (4-3)$$

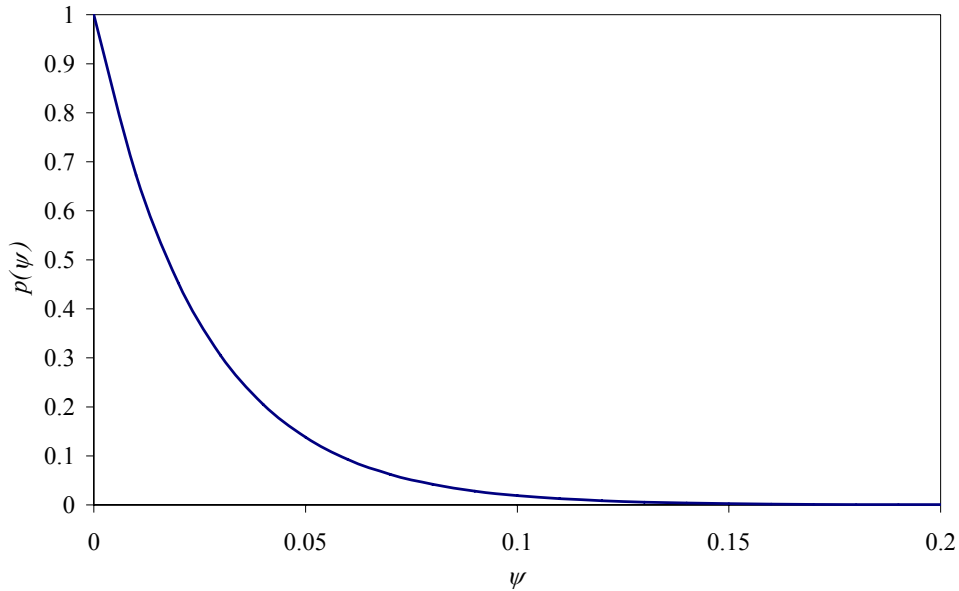


Figure 4.6 : Facteur de Boltzmann en fonction du potentiel à $T=293K$ et $z=1$

La concentration en ions positifs n^+ ou négatifs n^- est alors donnée par l'équation de distribution de Boltzmann :

$$n^- = n_0 e^{\frac{z^- e \psi}{k_b T}} \quad \text{et} \quad n^+ = n_0 e^{-\frac{z^+ e \psi}{k_b T}}, \quad (4-4)$$

où $n_0 = c_0 Na$ est la concentration initiale en ions positifs ou négatifs, c_0 la concentration molaire et $Na = 6,23 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$ la constante d'Avogadro.

Pour une solution symétrique (constituée d'ions de même valence, donc vérifiant $z^+ = z^- = z$), la densité locale de charges dans le fluide est alors :

$$\rho_E = (n^+ - n^-) z e = -2 n_0 z e \sinh\left(\frac{z e \psi}{k_b T}\right) \quad (4-5)$$

4.1.3.3. Equation de Poisson Boltzmann

La combinaison des équations (4-1) et (4-5) conduit à l'équation de Poisson Boltzmann régissant le champ électrique en un point de la DCE :

$$\nabla^2 \psi = \frac{2 z e n_0}{\epsilon_r \epsilon_0} \sinh\left(\frac{z e \psi}{k_b T}\right) \quad (4-6)$$

qui peut également s'écrire [Chun, 2002; Mala *et al.*, 1997b] :

$$\nabla^2 \bar{\psi} = \kappa^2 \sinh \bar{\psi}, \quad (4-7)$$

équation dans laquelle le potentiel $\bar{\psi}$ est sans dimension et s'exprime par :

$$\bar{\psi} = \frac{z e \psi}{k_b T}. \quad (4-8)$$

κ est appelé paramètre de Debye-Hückel [Mala *et al.*, 1997b] et se calcule par la relation suivante :

$$\kappa = \sqrt{\frac{2n_0 e^2 z^2}{\varepsilon_r \varepsilon_0 k_b T}} \quad (4-9)$$

4.1.3.4. *Épaisseur de la double couche*

L'épaisseur de la DCE $\lambda_D = \kappa^{-1}$ (appelé aussi longueur de Debye) est caractéristique de la couche fluide à la paroi dans laquelle la variation du potentiel électrique est significative. Pour une distance à la paroi égale à trois fois cette épaisseur (Figure 4.2), le potentiel a diminué de 98% par rapport à sa valeur à la surface [Hunter, 1981] :

$$\psi(x = 3/\kappa) = \psi_0 - 0,98\psi_0 \quad (4-10)$$

Cette épaisseur est indépendante des propriétés de la surface. Elle dépend seulement des propriétés du liquide (valence des ions et concentration en ions) et varie de quelques nanomètres à un micromètre environ dans le cas de l'eau pure en considérant qu'il reste une concentration en ions résiduelle (Tableau 4.1) [Li, 2001].

c_0 (mol.m ⁻³)	λ_D (nm)
10 ⁻³	0,30
10 ⁻⁴	0,96
10 ⁻⁵	3,04
10 ⁻⁶	9,6
10 ⁻⁷	30,4
10 ⁻¹⁰ (eau pure)	964,13

Tableau 4.1 : *Épaisseurs de double couche pour différentes concentrations de solutions aqueuses constituées d'ions monovalents*

4.1.3.5. *Résolution de l'équation de Poisson Boltzmann*

Différentes méthodes de résolution de l'équation (4-7) sont proposées dans la littérature et permettent d'obtenir le profil du champ électrique dû à la présence de la double couche. Ces méthodes sont comparées dans ce paragraphe.

Potentiel de surface et potentiel zêta (Figure 4.2)

La majorité des auteurs [Levine *et al.*, 1975; Mala *et al.*, 1997b] utilisent ζ à la place de ψ_0 car le potentiel de surface, qui dépend peu de la nature et de la concentration des ions dans le fluide, est très difficile à déterminer. Le potentiel zêta dépend quant à lui de la concentration ionique n_0 et sa détermination peut être réalisée de manière empirique à partir de données électrocinétiques et de l'équation d'Helmholtz-Smoluchowski [Hunter, 1981; Lykema et Overbeek, 1961; Sze *et al.*, 2003]. Les principales techniques pour le déterminer [Kirby et Hasselbrink, 2004a; Kirby et Hasselbrink, 2004b] nécessitent une mesure de la vitesse électroosmotique du fluide, une mesure du potentiel d'écoulement [Chun *et al.*, 2003; Erickson *et al.*, 2000] ou une mesure de la vitesse de particules sphériques placées dans un champ électrique longitudinal (principe de l'électrophorèse). Les différents phénomènes cités (électroosmose, potentiel d'écoulement et électrophorèse) sont décrits au chapitre 4.1.4.

Approximation de Debye-Hückel

Elle consiste en la linéarisation de l'équation de Poisson-Boltzmann, sous la forme :

$$\nabla^2 \bar{\psi} = \kappa^2 \bar{\psi}. \quad (4-11)$$

La plupart des auteurs [Burgreen et Nakache, 1964; Rice et Whitehead, 1965] considèrent qu'elle n'est valable que lorsque l'énergie électrique est inférieure à l'énergie thermique, soit pour $|ze\psi| < |k_b T|$ ou $\bar{\psi} < 1$. A température ambiante et pour des solutions monovalentes, cela ne la rend applicable que dans le cas de faibles potentiels à la surface, inférieurs à 25 mV. D'après la Figure 4.2, tant que $\bar{\psi} < 0,5$ (soit $\psi < 12\text{mV}$ pour $T=300\text{ K}$ et $z=1$), l'erreur commise est inférieure à 5% alors que pour $\bar{\psi} = 1$ (soit $\psi = 25\text{mV}$ dans les mêmes conditions) elle est de 15%.

Par exemple, dans le cas de deux plaques planes (Figure 4.7), l'équation de Poisson Boltzmann sera de la forme :

$$\frac{\partial^2 \bar{\psi}}{\partial y^2} = \kappa^2 \sinh \bar{\psi} \quad (4-12)$$

L'approximation de Debye-Hückel donne alors :

$$\frac{\partial^2 \bar{\psi}}{\partial y^2} = \kappa^2 \bar{\psi} \quad (4-13)$$

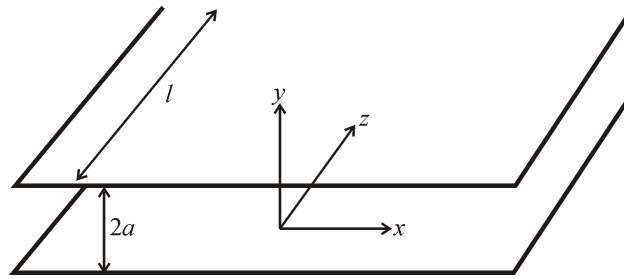


Figure 4.7: Données géométriques d'un microcanal plan de longueur l

Beaucoup d'auteurs [Chun, 2002; Erickson *et al.*, 2000; Li, 2004; Mala *et al.*, 1997a; Mala *et al.*, 1997b] résolvent cette équation en posant les conditions limites $\psi(\pm a) = \zeta$ (1) et $\psi(0) = 0$ (2). Afin de satisfaire ces deux conditions, ils proposent à tort une solution pour le potentiel de la forme :

$$\psi(y) = \frac{ze\zeta}{k_b T} \frac{|\sinh(\kappa y)|}{\sinh(\kappa a)}, \quad (4-14)$$

la valeur absolue étant fictivement ajoutée pour rendre compte de la symétrie du problème vis-à-vis du plan $x=0$. L'équation (4-14) ne correspond donc pas à la solution de l'équation (4-13), dont la solution générale est une combinaison linéaire de \sinh et de \cosh .

De plus, la condition limite (2) implique que les plaques soient suffisamment éloignées l'une de l'autre et que l'épaisseur de la double couche reste faible devant les dimensions du canal.

Une condition limite plus appropriée consiste à considérer la symétrie du potentiel entre les deux plaques, à savoir $\left. \frac{d\psi}{dy} \right|_{y=0} = 0$ (3). Le potentiel obtenu est alors de

la forme :

$$\psi(y) = \frac{ze\zeta}{k_b T} \frac{\cosh(\kappa y)}{\cosh(\kappa a)}. \quad (4-15)$$

Même si la solution (4-14) donne de bons résultats lorsque l'épaisseur de la double couche est fine, la condition limite (2) ne permet pas de prendre en compte des cas où l'épaisseur de la double couche occupe une partie importante du canal. La Figure 4.8 montre l'évolution du potentiel ψ pour les deux expressions (4-14) et (4-15) en fonction du paramètre adimensionné κy . Dans le cas où la double couche occupe plus de 30% du canal (b) et (c), le potentiel ne s'annule pas au centre du canal contrairement à ce qui est obtenu avec l'équation (4-14). L'erreur introduite par l'équation classique (4-14) est alors non négligeable.

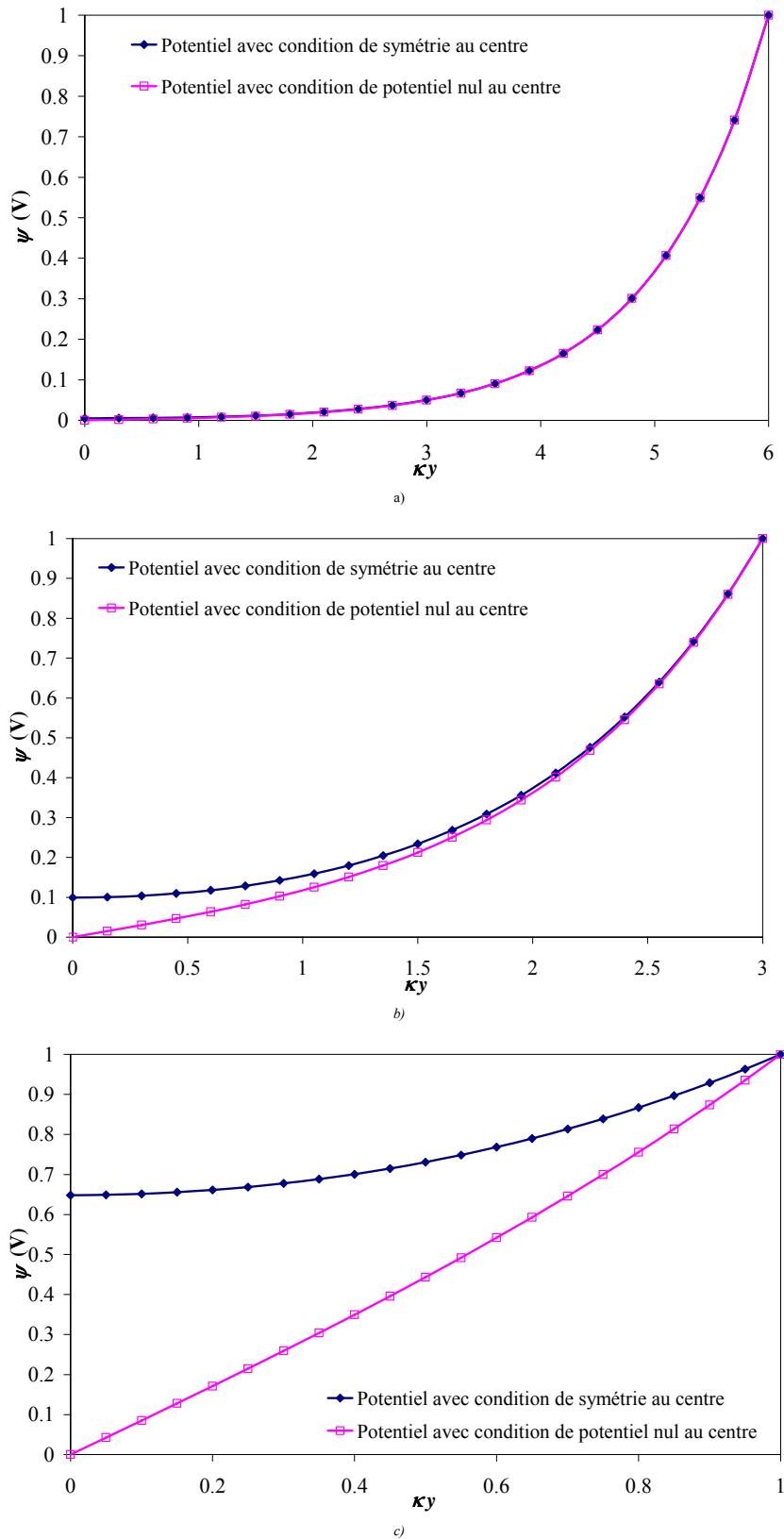


Figure 4.8: Comparaison des solutions lorsque $\frac{ze\zeta}{k_bT} = 1$

a) la DCE occupe une faible partie du canal (moins de 16 %)

b) la DCE occupe une part non-négligeable du canal (environ 30 %)

c) la DCE occupe la totalité du canal

Le graphe suivant représente l'erreur $\varepsilon_s = (\psi_{(4-15)} - \psi_{(4-14)}) / \psi_{(4-14)\max}$ commise sur le potentiel au centre du canal en fonction du pourcentage d'occupation $O_{DCE} = \lambda_D/a$ du canal par la DCE. Cette erreur est la différence relative de potentiel entre la solution (4-14) et la solution (4-15). Lorsque la double couche occupe plus 30% du canal, l'erreur commise sur le potentiel est supérieure à 10% (Figure 4.9).

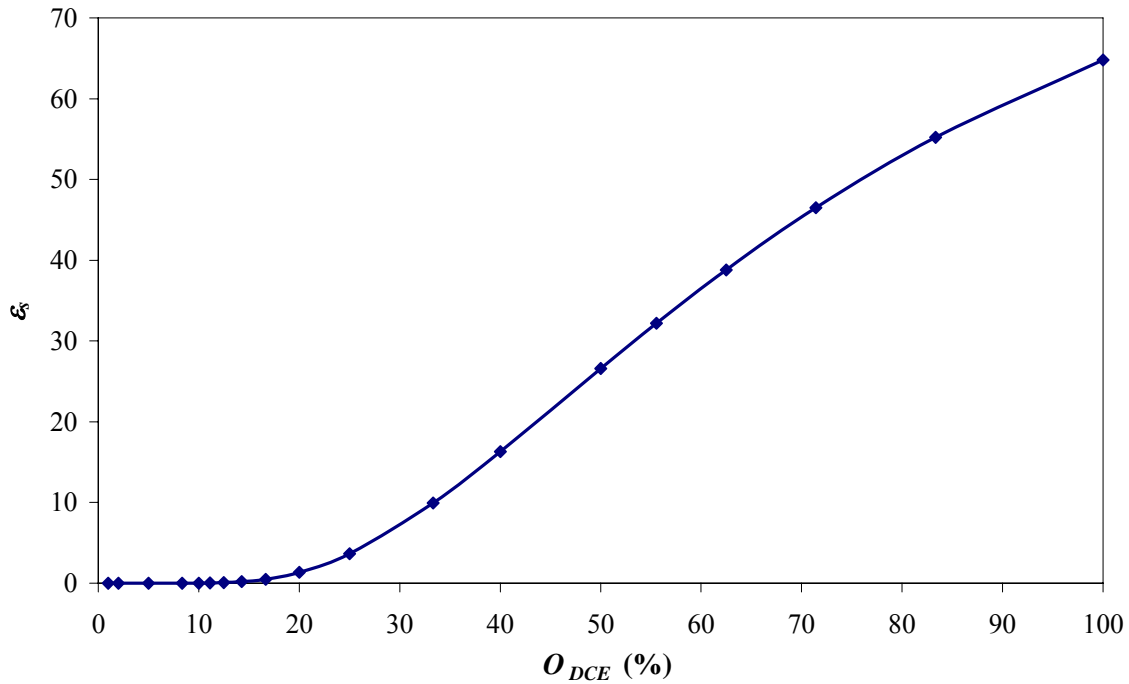


Figure 4.9 : Erreur commise sur le potentiel au centre du canal en fonction de l'occupation du canal par la DCE

Dans le cas d'un canal cylindrique de révolution de rayon a , la solution de l'équation (4-11) est [Levine *et al.*, 1975; Rice et Whitehead, 1965] :

$$\psi(r) = \zeta \frac{I_0(\kappa r)}{I_0(\kappa a)}, \quad (4-16)$$

où I_0 est la fonction de Bessel d'ordre zéro de première espèce, pour des conditions limites $\psi(a) = \zeta$ et $d\psi/dr|_{r=0} = 0$.

Décomposition de Lévine

Le modèle proposé par Lévine *et al.* [Levine *et al.*, 1975] permet de tenir compte de potentiels plus élevés. Lorsque le potentiel adimensionné à la paroi est inférieur à 1, l'équation (4-7) permettant d'obtenir l'évolution du potentiel est résolue grâce à l'approximation de Debye-Hückel (4-11). Lorsque ce potentiel est supérieur à 1, la fonction $\sinh \bar{\psi}$ de l'équation (4-7) est approchée par $e^{\bar{\psi}}/2$ (Figure 4.10).

L'équation à résoudre devient alors :

$$\nabla^2 \bar{\psi} = \kappa^2 \frac{e^{\bar{\psi}}}{2} \quad (4-17)$$

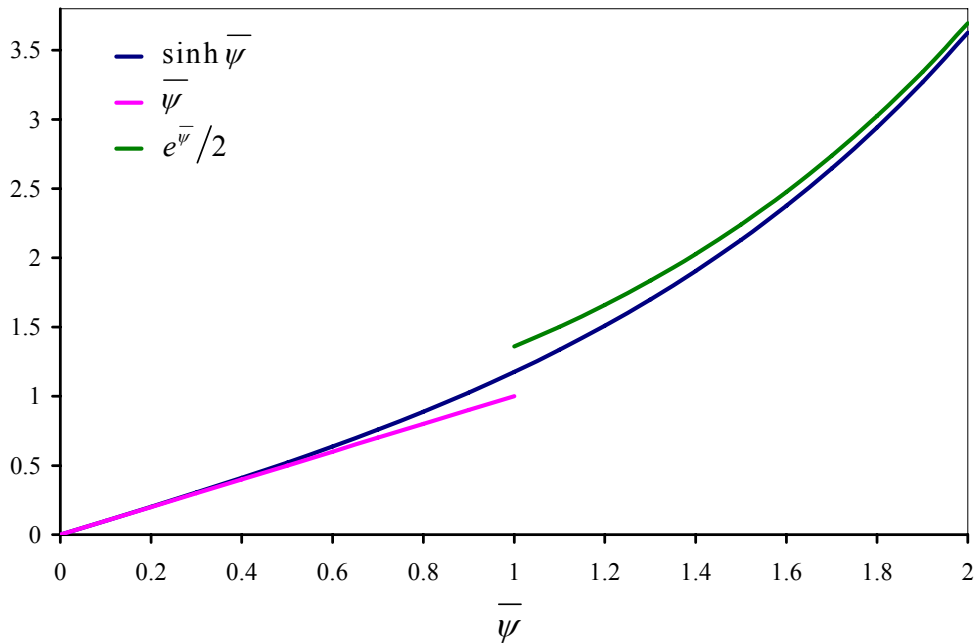


Figure 4.10 : Approximation de la fonction sinh d'après Lévine

Trois cas de résolution des équations de Poisson Boltzmann sont alors à prendre en compte :

- Domaine I : le potentiel $\bar{\psi}$ reste inférieur à 1 sur toute la largeur du canal (Figure 4.11a, Figure 4.12a et Figure 4.13a).

Dans ce cas, l'équation de Poisson Boltzmann est résolue par approximation de Debye-Hückel avec les conditions limites : $\bar{\psi}(a) = \bar{\zeta}$ et $d\bar{\psi}/dy|_{y=0} = 0$ (condition de symétrie).

- Domaine II : le potentiel $\bar{\psi}$ est supérieur à 1 dans une partie du canal (Figure 4.11b et Figure 4.12b).

Tant que le potentiel $\bar{\psi}_{L,II}$ reste inférieur à 1, l'équation (4-11) est résolue avec la condition de symétrie $d\bar{\psi}_{L,II}/dy|_{y=0} = 0$. Lorsque le potentiel devient supérieur à 1 (en se rapprochant de la paroi du canal), l'équation (4-17) est résolue avec la condition limite $\bar{\psi}_{H,II}(a) = \bar{\zeta}$. Afin d'avoir la continuité des deux solutions, deux conditions sont alors ajoutées au niveau du point d'abscisse y_0 pour lequel le potentiel est égal à 1 : $\bar{\psi}_{H,II}(y_0) = \bar{\psi}_{L,II}(y_0) = 1$ et $d\bar{\psi}_{L,II}/dy|_{y=y_0} = d\bar{\psi}_{H,II}/dy|_{y=y_0}$.

- Domaine III : le potentiel est fort dans tout le canal ($\bar{\psi} > 1$) (Figure 4.13b).

L'équation de Poisson Boltzmann est alors résolue grâce à l'équation (4-17) avec les mêmes conditions limites que celles du domaine I.

Un bilan des trois configurations possibles est présenté dans le tableau suivant :

Domaine	I (Figure 4.11a)	II (Figure 4.11b)	III (Figure 4.11c)
$\bar{\psi}$	$\bar{\psi} < 1$	$\bar{\psi} < 1$ au centre du canal $\bar{\psi} > 1$ à la paroi	$\bar{\psi} > 1$
Equation à résoudre	$\nabla^2 \bar{\psi} = \kappa^2 \bar{\psi}$	$\nabla^2 \bar{\psi}_{L,II} = \kappa^2 \bar{\psi}_{L,II}$ tant que $\bar{\psi} < 1$ $\nabla^2 \bar{\psi}_{H,II} = \kappa^2 \frac{e^{\bar{\psi}_{H,II}}}{2}$ lorsque $\bar{\psi} > 1$	$\nabla^2 \bar{\psi} = \kappa^2 \frac{e^{\bar{\psi}}}{2}$
Conditions limites	$\bar{\psi}(a) = \bar{\zeta}$ $d\bar{\psi}/dy _{y=0} = 0$	$d\bar{\psi}_{L,II}/dy _{y=0} = 0$ $\bar{\psi}_{H,II}(a) = \bar{\zeta}$ Conditions de raccord : $\bar{\psi}_{H,II}(y_0) = \bar{\psi}_{L,II}(y_0) = 1$ $d\bar{\psi}_{L,II}/dy _{y=y_0} = d\bar{\psi}_{H,II}/dy _{y=y_0}$	$\bar{\psi}(a) = \bar{\zeta}$ $d\bar{\psi}/dy _{y=0} = 0$

Tableau 4.2 : Bilan des cas de résolution donnés par Lévine

Résolution numérique

Pour éviter ces approximations et pouvoir aborder des problèmes relatifs à des géométries plus complexes (canaux rectangulaires par exemple), d'autres auteurs utilisent des méthodes numériques pour traiter de façon complète les équations hydrodynamiques et l'équation de Poisson Boltzmann. Lorsque les équations régissant l'écoulement sont les équations de Navier-Stokes, les méthodes employées sont classiquement les différences finies [Arulanandam et Li, 2000; Chun et Kwak, 2003; Chun *et al.*, 2005; Li, 2001; Ren et Li, 2001; Yang et Li, 1998] ou les volumes finis [Chen *et al.*, 2003]. On rencontre également des approches de type Boltzmann en réseau [Li et Kwok, 2003].

Afin de pouvoir comparer les différentes solutions, nous avons résolu l'équation de Poisson Boltzmann par la méthode des différences finies en linéarisant les termes de cette équation. Par exemple dans le cas de plaques planes, cela revient à poser :

$$\frac{d^2\psi}{dy^2} = \frac{\psi_{j+1}^{i+1} - 2\psi_j^{i+1} + \psi_{j-1}^{i+1}}{\Delta y^2} \quad (4-18)$$

et

$$\sinh \psi_j^{i+1} = \sinh \psi_j^i + (\psi_j^{i+1} - \psi_j^i) \cosh \psi_j^i \quad (4-19)$$

où Δy est le pas de calcul, i l'indice d'itération, $j=1, \dots, N$ l'indice du pas calculé, N étant le nombre de pas dans l'intervalle considéré.

L'équation de Poisson Boltzmann peut alors se mettre sous la forme :

$$\psi_{j+1}^{i+1} - \psi_j^{i+1} (2 + \Delta y^2 \kappa^2 \cosh \psi_j^i) + \psi_{j-1}^{i+1} = \Delta y^2 \kappa^2 (\sinh \psi_j^i - \psi_j^i \cosh \psi_j^i) \quad (4-20)$$

Par une succession d'itérations, la solution convergera à la $i^{\text{ème}}$ itération vers une solution ψ . Nous avons résolu cette équation grâce au logiciel Matlab en prenant un pas

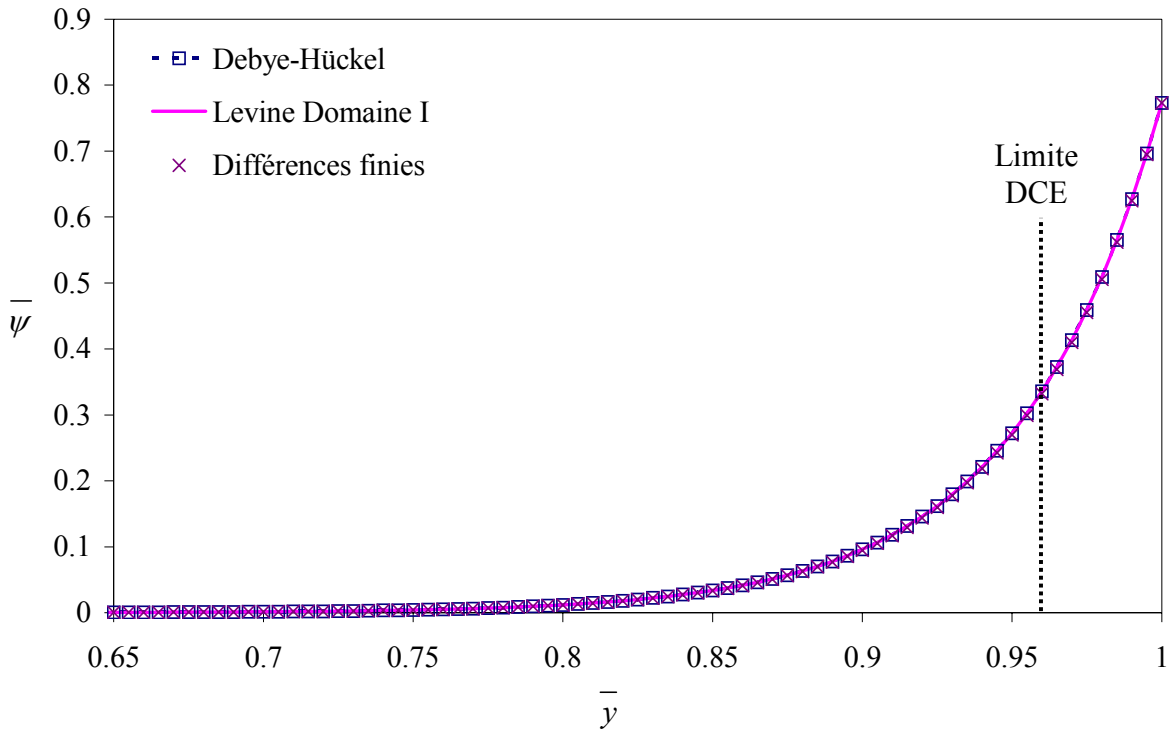
$\Delta y = 0,001$ et un critère de convergence $\varepsilon_c = \frac{|\psi_j^i - \psi_j^{i+1}|}{|\psi_j^{i+1}|}$ inférieur à 1×10^{-4} .

Comparaison des modèles

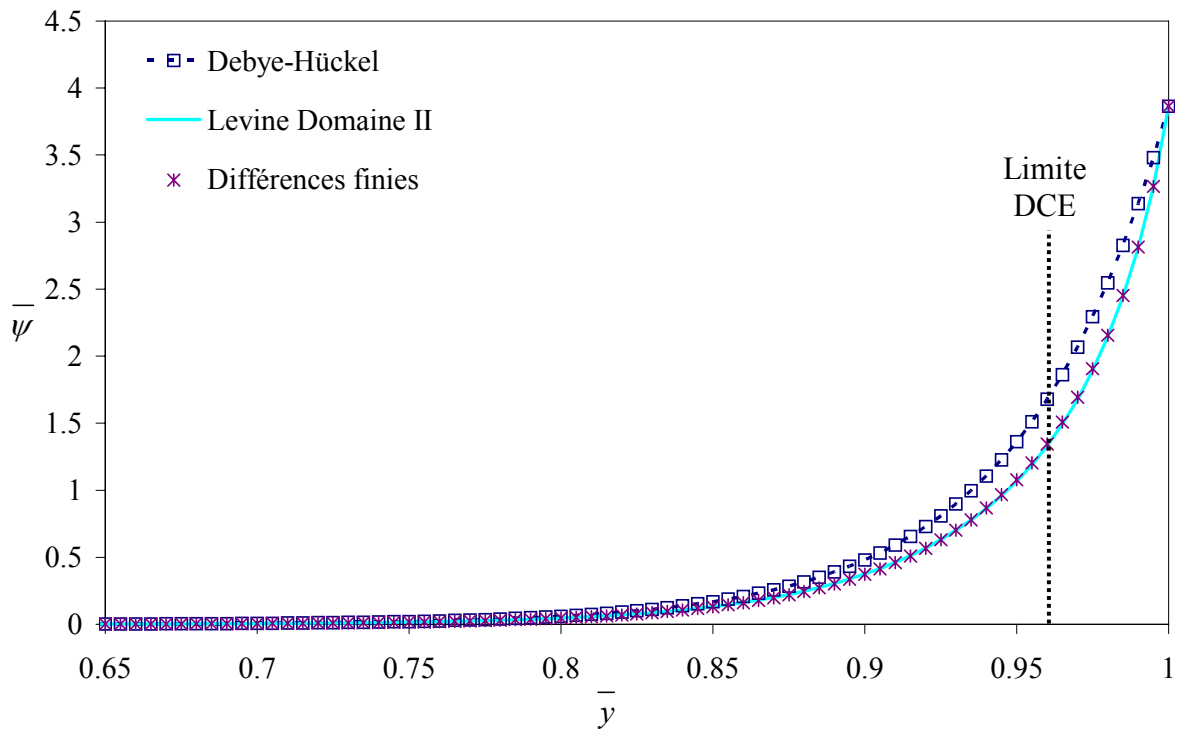
En pratique, la solution de Debye-Hückel n'est souvent qu'approchée car le potentiel à la paroi s'avère fréquemment supérieur à la valeur limite. Cependant, certains auteurs [Mala *et al.*, 1997a; Yang et Li, 1998] utilisent des résultats trouvés grâce à cette approximation et appliquent leurs solutions à des potentiels ζ supérieurs à 25 mV.

L'erreur introduite par l'approximation de Debye-Hückel peut atteindre dans certaines configurations plus de 20% (Figure 4.13). Par contre, la méthode introduite par Lévine est très performante puisqu'elle permet d'obtenir analytiquement une solution très proche de celle issue du calcul numérique.

Les graphes suivants comparent les différentes méthodes de résolution. Le potentiel adimensionné $\bar{\psi}$ est tracé en fonction de la largeur de canal adimensionnée $\bar{y} = y/a$.

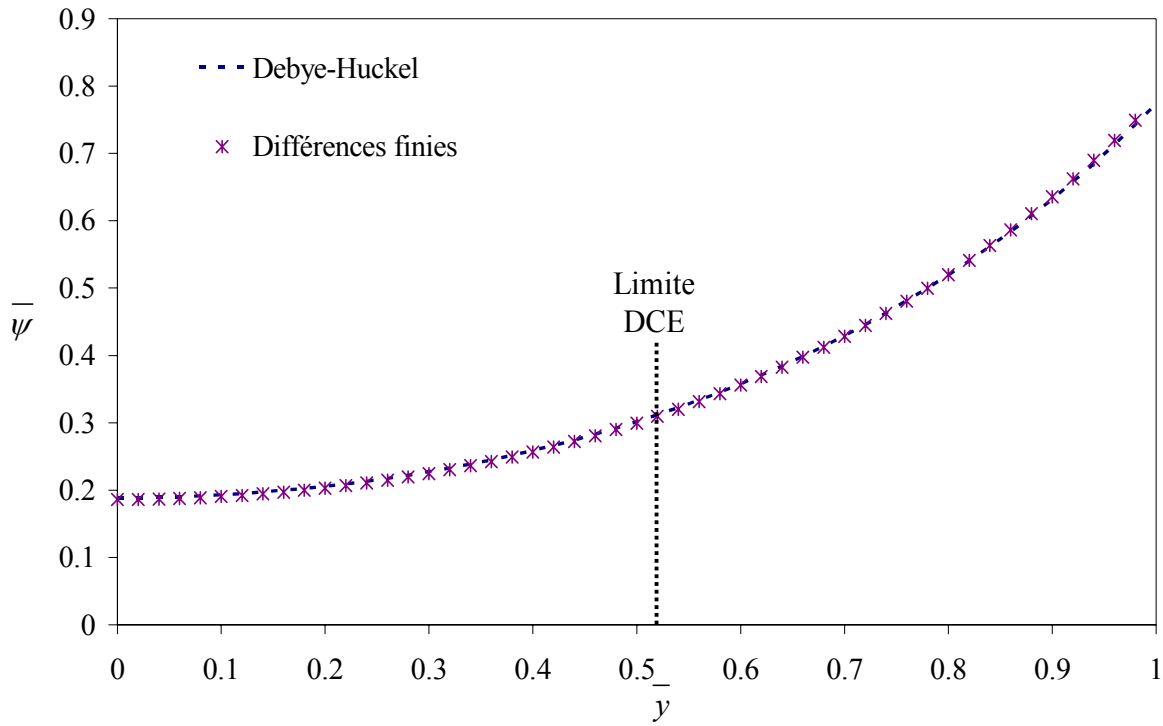


a) $\bar{\zeta} = 0,773$ ($\zeta = 20mV$ à $T = 300K$ et $z = 1$)

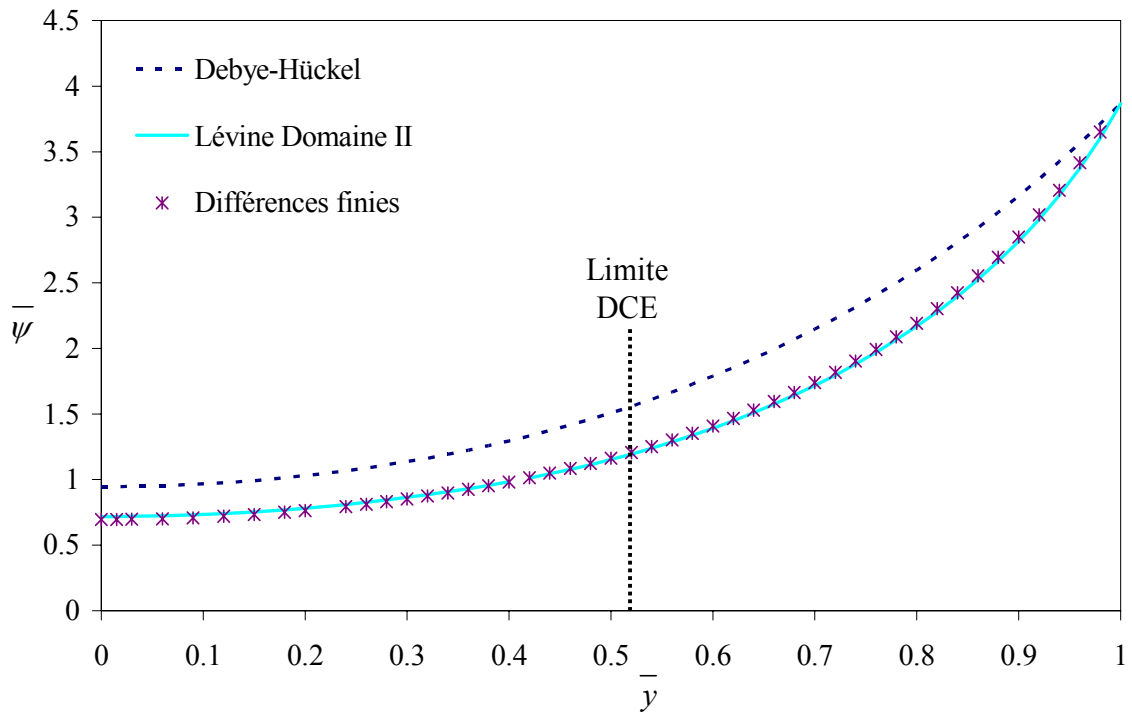


b) $\bar{\zeta} = 3,865$ ($\zeta = 100mV$ à $T = 300K$ et $z = 1$)

Figure 4.11 : Comparaison des modèles lorsque la DCE occupe une petite partie du canal

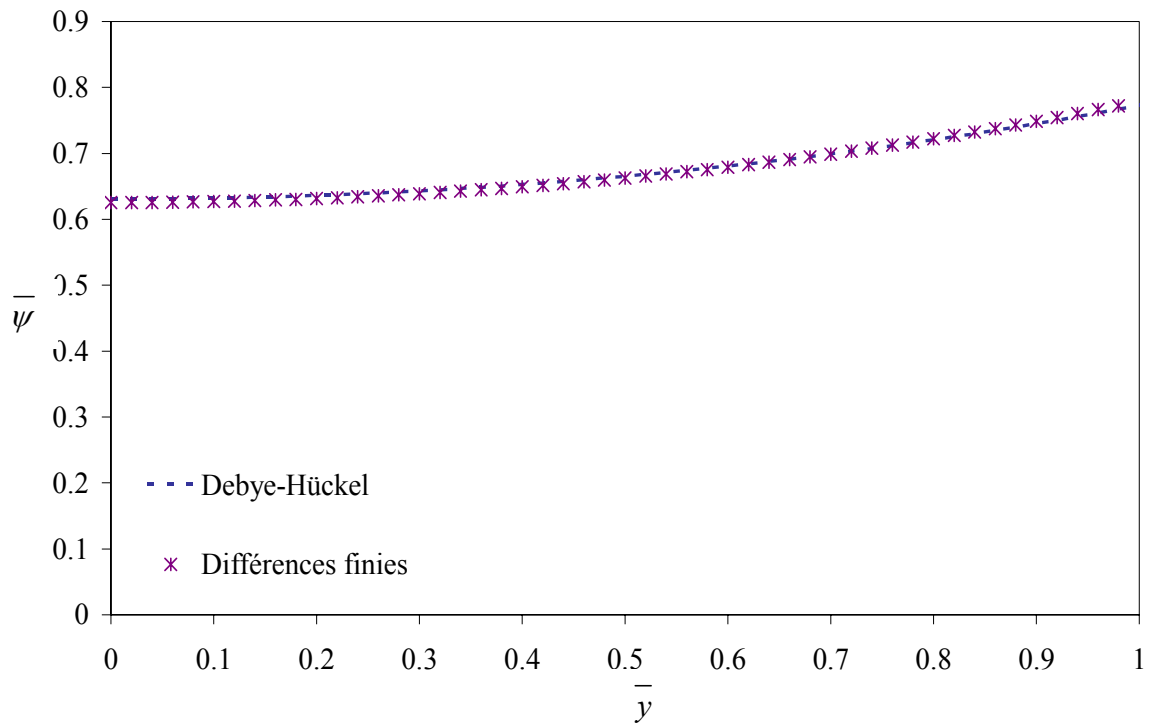


a) $\bar{\zeta} = 0,773$ ($\zeta = 20mV$ à $T = 300K$ et $z = 1$)

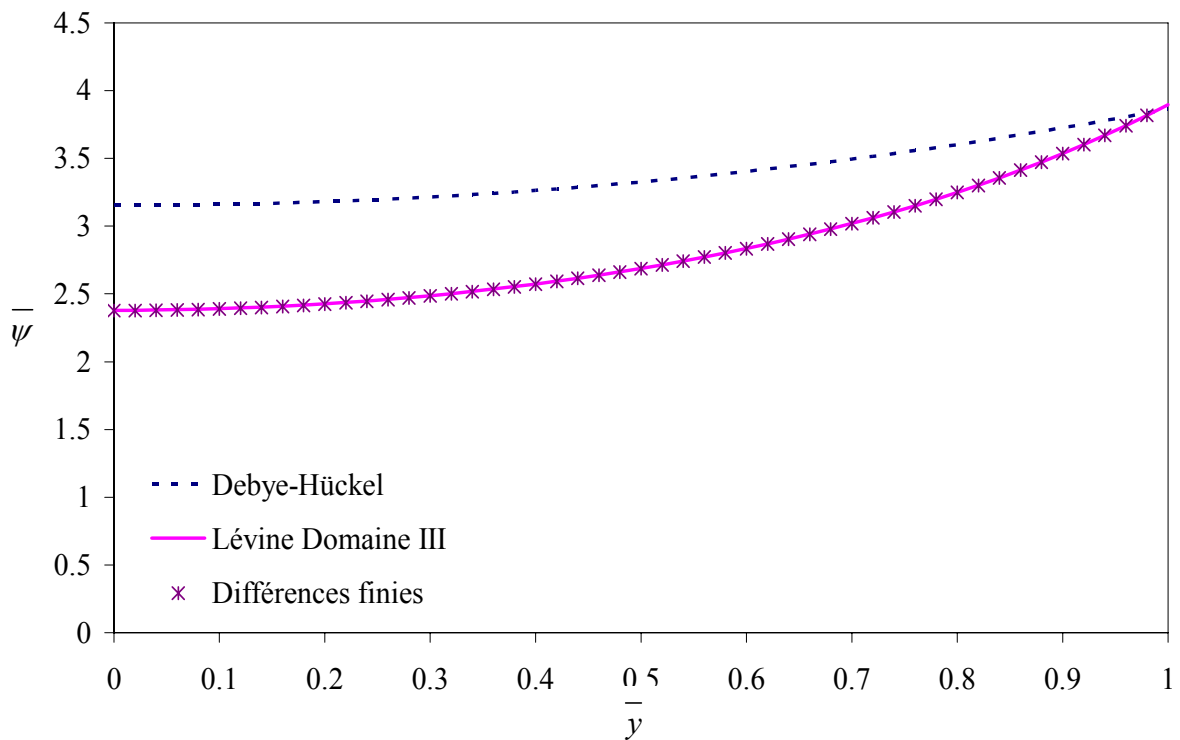


b) $\bar{\zeta} = 3,865$ ($\zeta = 100mV$ à $T = 300K$ et $z = 1$)

Figure 4.12 : Comparaison des résolutions lorsque la DCE occupe la moitié du canal



a) $\bar{\zeta} = 0,773$ ($\zeta = 20 \text{ mV}$ à $T = 300 \text{ K}$ et $z = 1$)



b) $\bar{\zeta} = 3,865$ ($\zeta = 100 \text{ mV}$ à $T = 300 \text{ K}$ et $z = 1$)

Figure 4.13 : Comparaison des modèles lorsque la DCE occupe tout le canal

4.1.3.6. *Autres modèles et amélioration*

Prise en compte de l'interaction des deux champs de DCE liés aux parois en vis-à-vis :

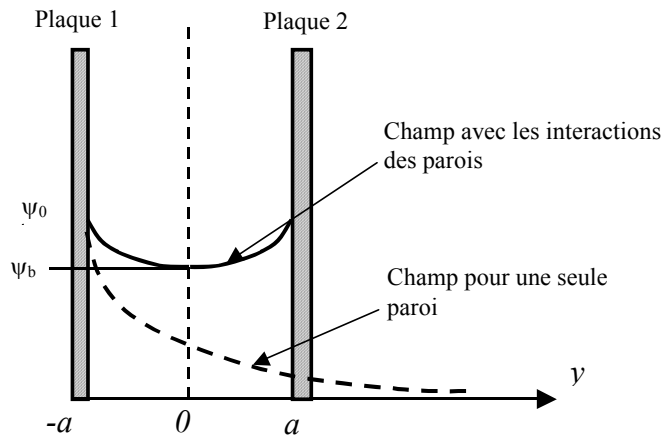


Figure 4.14: Représentation schématique de la distribution du potentiel entre deux plaques parallèles proches

Verwey et Overbeek [Osipow, 1962] résolvent l'équation de Poisson Boltzmann avec une condition limite de symétrie $d\psi/dy|_{y=0} = 0$ (Figure 4.14). Qu et Li [Qu et Li, 2000] montrent que dans ce cas, l'équation de Poisson Boltzmann peut conduire à des résultats erronés. En effet, si l'on applique des conditions de symétrie entre les deux plaques, la condition d'équilibre chimique dans le plan médian devient : $dn_i/dy|_{y=0} = 0$. D'après sa définition, l'équation de Boltzmann devient alors inapplicable dans une telle géométrie puisqu'elle est issue de l'intégration de [Hunter, 1981; Qu et Li, 2000] :

$$\frac{1}{n_i} \frac{dn_i}{dy} = -\frac{ze}{k_b T} \frac{d\psi}{dy} \quad (4-21)$$

entre le point infiniment éloigné de la paroi ($y = \infty$) au niveau duquel le potentiel est nul ($\psi = 0$) et la concentration en ion $n_i = n_i^0$, et un point de la DCE. La modification que proposent Qu et Li consiste à traiter séparément les équations d'équilibre chimique pour les cations et les anions, dont la distribution à l'intérieur du canal dépend de leur concentration au niveau du plan médian. L'expression de chacune des concentrations ioniques est ensuite utilisée dans l'équation de Poisson. Cette méthode n'est applicable que pour de faibles potentiels car elle utilise l'approximation de Debye-Hückel. Le modèle apporte quelques changements au niveau de la répartition des ions lorsque la

distance entre les plaques planes est du même ordre de grandeur que l'épaisseur de la DCE. Il n'a à notre connaissance pas encore été confronté à l'expérience.

Equations de Nernst-Planck

L'équation de Poisson Boltzmann présente également des faiblesses d'une part parce qu'elle néglige les interactions entre les ions dues aux forces de Coulomb, d'autre part parce qu'elle suppose que la concentration en ions tend vers une même valeur au milieu du canal (Figure 4.15). Pour des raisons de conservation globale des charges, il apparaît pourtant au centre du canal une charge non nulle, qui équilibre le surplus d'ions et le déficit de contre-ions à proximité de la paroi (Figure 4.16) [Ren et Li, 2004].

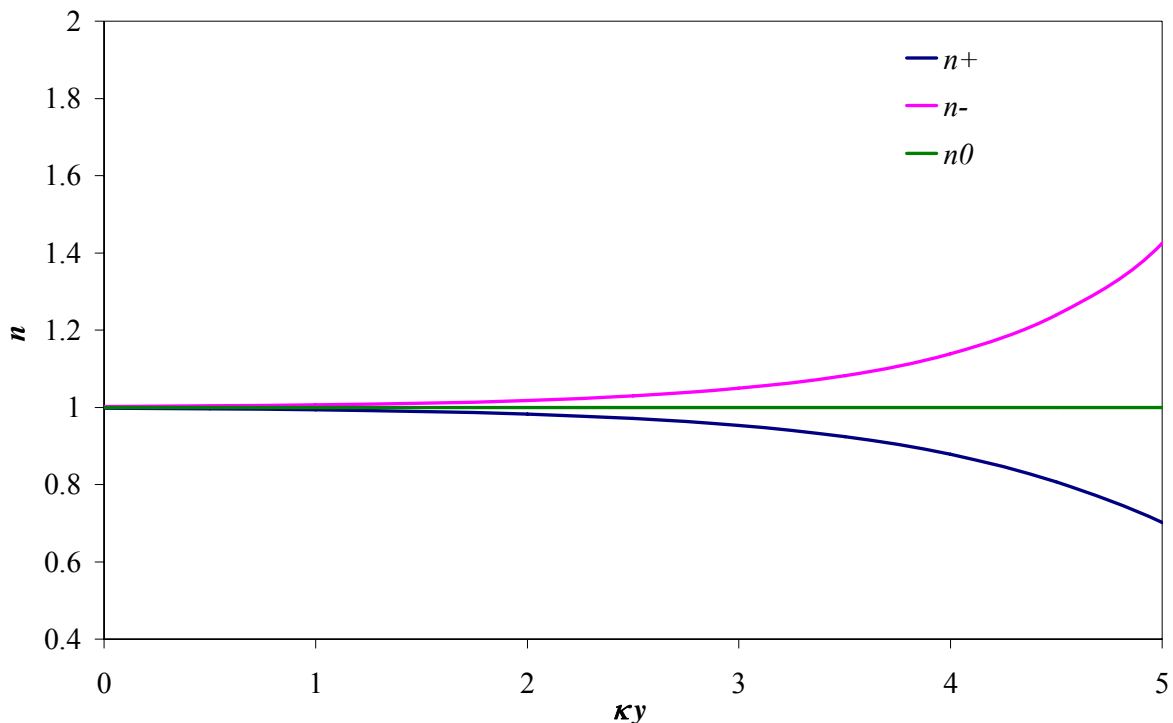


Figure 4.15: Accumulation des ions positifs et répulsion des ions négatifs au voisinage d'une paroi chargée négativement d'après l'équation (4-4)

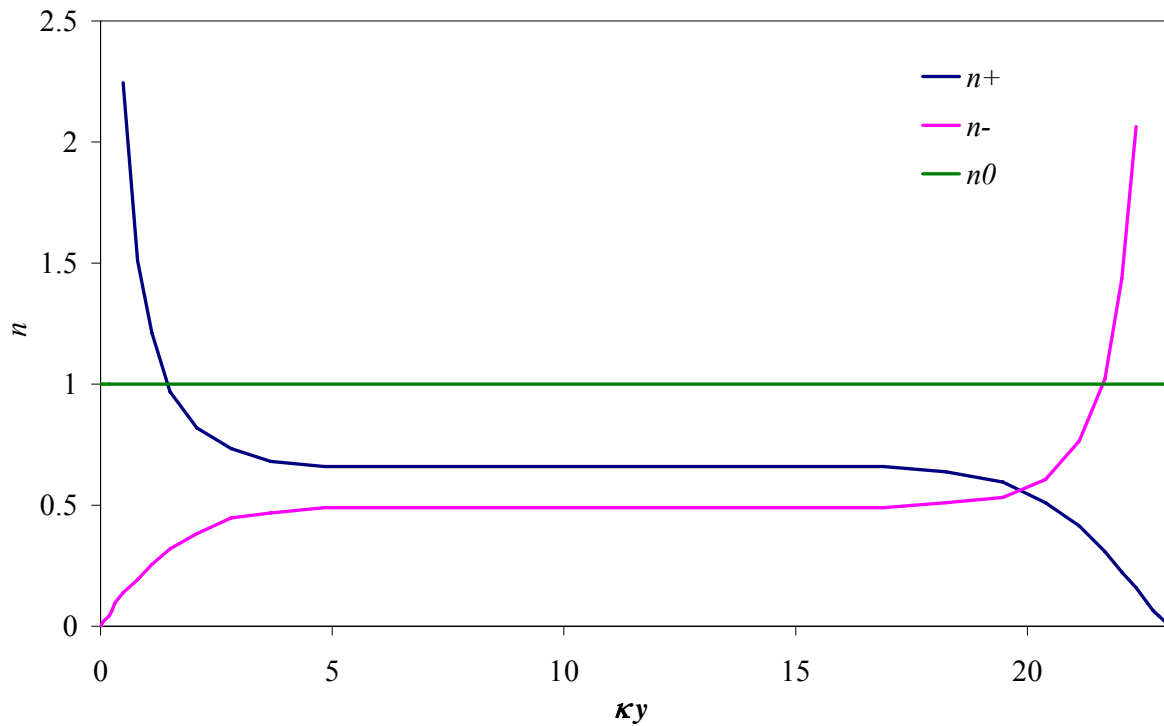


Figure 4.16 : Répartition des ions suivant Ren et Li
[Ren et Li, 2004]

Une amélioration peut être apportée par la prise en compte de la distribution des ions à l'aide des équations de diffusion-convection de Nernst-Planck [Chen *et al.*, 2003] qui, en plus des effets électriques, tiennent compte de l'effet diffusif dû au gradient de concentration. La densité de charges obtenue par les équations de Nernst-Planck à l'entrée du canal est visiblement différente de celle obtenue par les équations de Boltzmann. Une fois le régime établi, les deux distributions sont comparables (Figure 4.17).

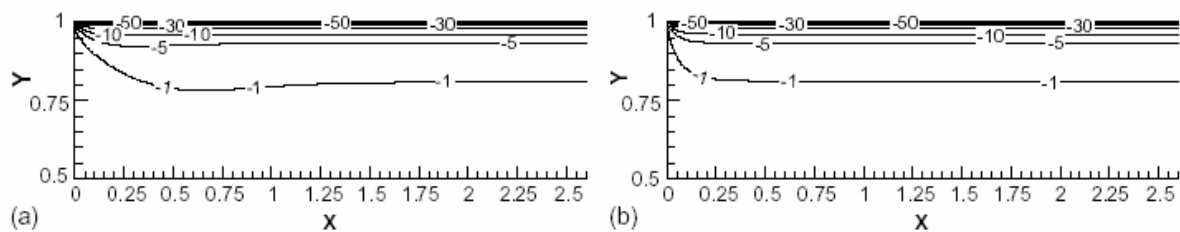


Figure 4.17 : Densité de charge locale adimensionnée ($Re=0,1$, $\zeta = 100 \text{ mV}$) : (a) Nernst-Planck (b) Boltzmann [Chen *et al.*, 2003]

4.1.4. Effets électrocinétiques

Ce paragraphe décrit les différents effets électrocinétiques dus à la présence de la double couche et dépendant de la façon dont le mouvement est induit (Tableau 4.3). Certains peuvent être exploités pour mettre le liquide en mouvement (électro-osmose) ou pour déplacer en son sein des particules solides (électrophorèse) par application d'un champ électrique. En l'absence d'un tel champ électrique et dans le cas d'un écoulement généré par gradient de pression, la DCE joue également un rôle, qui n'est plus moteur, mais dont les conséquences apparaissent multiples.

Phénomène	Cause	Effet	Immobile	Mobile
Electro-osmose	Champ électrique	Mouvement du liquide	Surface chargée	Liquide
Electrophorèse	Champ électrique	Mouvement de la particule chargée	Liquide	Particule chargée
Potentiel d'écoulement	Gradient de pression (par ex.)	Champ électrique	Surface chargée	Liquide
Potentiel de sédimentation	Champ de gravité (par ex.)	Champ électrique	Liquide	Particule chargée

Tableau 4.3 : Classification des phénomènes électrocinétiques

[Delplanque, 2004]

4.1.4.1. Electroosmose

Le liquide est en mouvement par rapport à une surface chargée fixe en réponse à l'application d'un champ électrique longitudinal. Quand on applique un potentiel aux deux extrémités d'un microcanal, les charges de la couche diffuse du liquide migrent et provoquent un déplacement du liquide. Le mouvement de l'écoulement se produit vers l'électrode du même signe de charge que celui de la surface immobile.

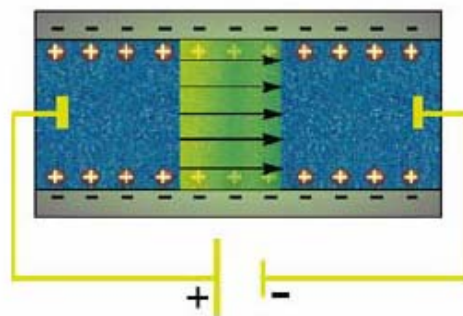


Figure 4.18 : Schéma de principe de l'électroosmose dans le cas d'une paroi chargée négativement

4.1.4.2. Électrophorèse

Des particules chargées (surfaces chargées) sont mises en mouvement à travers un liquide immobile sous l'action d'un champ électrique. Simultanément à l'électrophorèse a lieu généralement l'électroosmose : les parois du canal étant chargées sous l'effet du champ électrique, il en résulte un déplacement du fluide dans son ensemble. D'autre part, les particules contribuent également à l'entraînement du fluide par viscosité. Cette technique permet aussi de séparer des molécules chargées de molécules non-ioniques.

4.1.4.3. Potentiel d'écoulement

Lorsque l'écoulement est généré par un gradient de pression, la couche diffuse, qui n'est pas électriquement neutre, se trouve entraînée par l'écoulement du liquide et génère un courant dit « d'écoulement », lequel donne naissance à un courant dit « de conduction » dans la direction opposée (Figure 4.19).

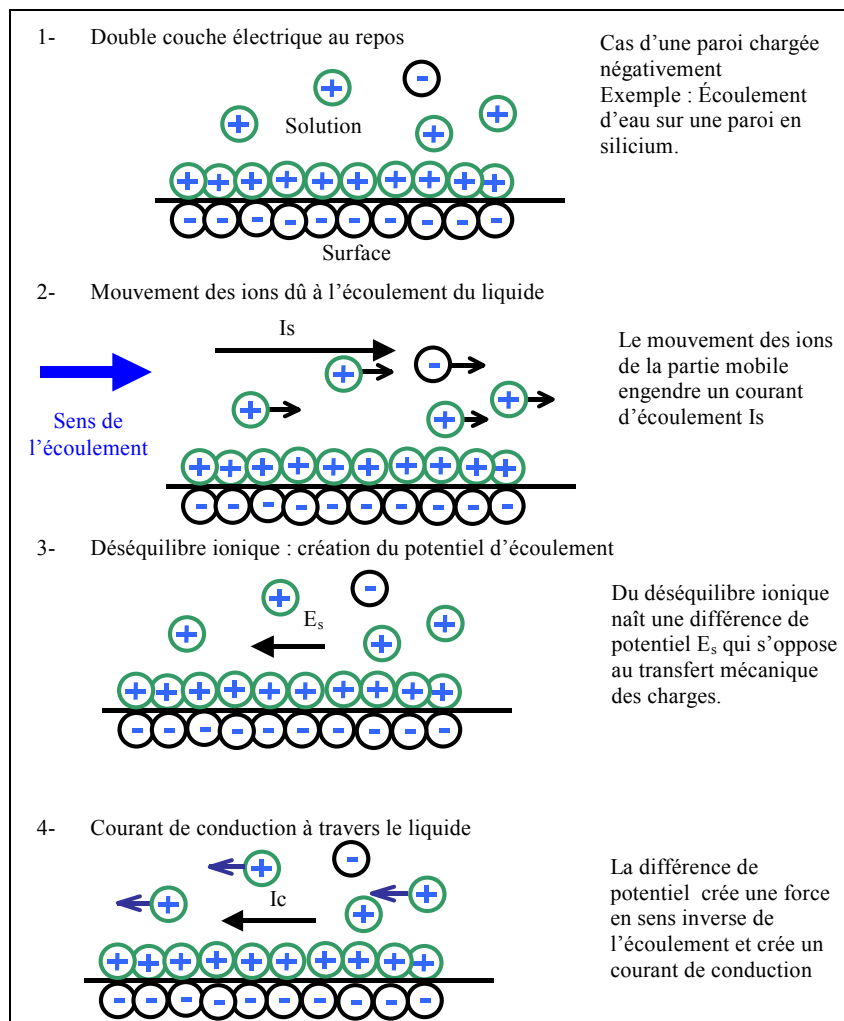


Figure 4.19 : Description schématique du processus menant à la formation d'un potentiel d'écoulement d'après Elimelech et al. [Elimelech et al., 1994]

4.1.4.4. Potentiel de sédimentation

Des particules chargées (surfaces chargées) sont en mouvement par rapport à un liquide immobile sous l'action d'un champ de pesanteur. Ce mouvement crée un champ électrique.

4.1.5. Études d'écoulements générés par un gradient de pression : influence de la DCE

4.1.5.1. Modélisation et comparaison des modèles

L'équation du mouvement s'obtient par résolution de l'équation de Navier-Stokes à laquelle s'ajoute un terme dû à la force électrique. Par exemple, dans le cas d'un écoulement entre deux plaques planes parallèles (Figure 4.7) généré par un gradient de pression longitudinal dP/dz cette équation devient [Mala *et al.*, 1997a] :

$$\mu \frac{\partial^2 u_z}{\partial y^2} - \frac{dP}{dz} + E_z \rho_E(y) = 0 \quad (4-22)$$

où $E_z \rho_E(y)$ est la force électrique, $E_s = E_z l$ étant le potentiel d'écoulement et μ la viscosité dynamique.

En appliquant les conditions limites $u_z(\bar{y} = \pm 1) = 0$, on obtient l'expression analytique de la vitesse sous la forme :

$$u_z(\bar{y}) = U_{Poiseuille}(\bar{y}) + U_{DCE}(\bar{y}) \quad (4-23)$$

avec

$$U_{Poiseuille}(\bar{y}) = \frac{G_1}{2} (1 - \bar{y}^2) \quad (4-24)$$

et

$$U_{DCE}(\bar{y}) = -\frac{2G_2 \bar{E}_s \bar{\zeta}}{k^2} \left(1 - \frac{\cosh(k\bar{y})}{\cosh(k)} \right) \quad (4-25)$$

où $G_1 = \left(\frac{-a^2}{\mu} \right) \frac{dP}{dz}$ et $G_2 = \frac{\zeta n_0 z e a^2}{l \mu}$ et $k = \kappa a$.

4.1.5.2. Améliorations

Prise en compte d'une condition de glissement :

A l'échelle microscopique, le glissement du liquide sur des parois hydrophobes ne devient plus négligeable [Tretheway et Meinhart, 2002]. Yang et Kwok étudient le couplage entre glissement et effet de la DCE sur des écoulements dans des microcanaux de section circulaire [Yang et Kwok, 2003a] ou entre des plaques planes parallèles [Yang et Kwok, 2003b]. Ils modifient pour cela la condition limite habituelle en introduisant une condition de glissement au niveau de la paroi sous la forme :

$$u_z(a,t) = b \frac{\partial u_z(a,t)}{\partial y}, \quad (4-26)$$

b étant la longueur de glissement ou coefficient de glissement défini par le schéma ci-dessous (Figure 4.20).

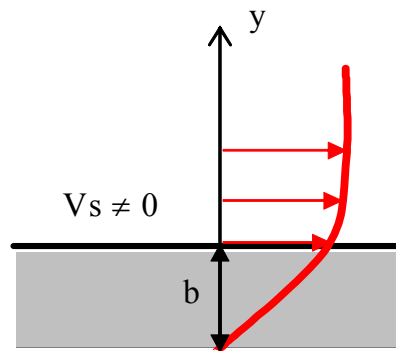


Figure 4.20 : Définition de la longueur de glissement

Quatre cas sont ainsi comparés (Figure 4.21) :

- pas de glissement et absence d'effet électrocinétique (ligne bleu pointillée),
- pas de glissement et présence d'effets électrocinétiques (ligne bleu pleine),
- glissement et absence d'effet électrocinétique (ligne rouge pointillée),
- glissement et présence d'effets électrocinétiques (ligne rouge pleine).

Dans le cas d'un écoulement entre plaques planes parallèles, les différents profils de vitesses obtenus sont les suivants :

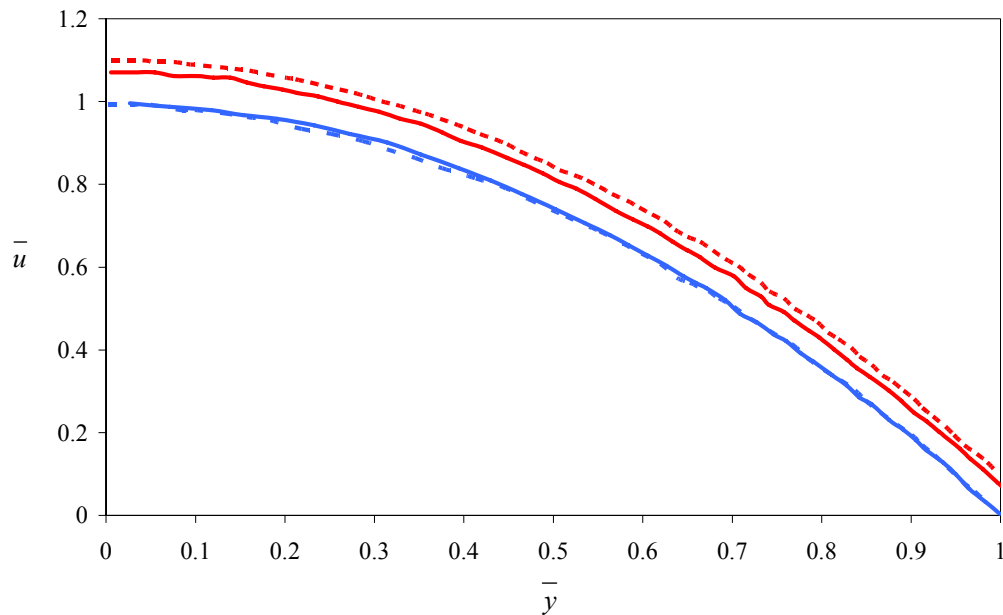


Figure 4.21 : Profils de vitesses adimensionnées d'après Yang et Kwok [Yang et Kwok, 2003b] pour $dP/dz = 10^6 \text{ Pa.m}^{-1}$, $E_z = 0,5 \cdot 10^5 \text{ .}/\text{m}^{-1}$, $b = 1 \text{ }\mu\text{m}$ et $a = 20 \text{ }\mu\text{m}$

Ces résultats mettent en évidence que dans certaines configurations, l'effet de la DCE sur le profil de vitesses, négligeable en l'absence de glissement, ne l'est plus en présence d'un glissement à la paroi.

4.1.5.3. Principaux effets de la DCE sur les écoulements

Effets hydrodynamiques

Bien qu'il s'agisse des effets les mieux identifiés, ils ne sont en général pas clairement expliqués dans la littérature. Les ions présents dans la couche mobile diffuse subissent une force qui a pour effet de les freiner et de ralentir l'écoulement dans cette couche proche de la paroi. Pour un écoulement de Poiseuille dans un canal de diamètre hydraulique d , les effets de la DCE apparaissent proportionnels à δ^4 tant que l'épaisseur δ de la DCE reste petite devant 1 [Tardu, 2002]. Ainsi, bien que la DCE soit également présente dans les macro-écoulements, elle ne joue un rôle hydrodynamique significatif que dans des conduites de très petites dimensions.

La conséquence de cet effet est que le débit résultant dans la conduite est plus faible que dans le cas d'un simple écoulement de Poiseuille [Mala *et al.*, 1997b; Tardu, 2002] (Figure 4.22). Pour un nombre de Reynolds constant (soit une vitesse débitante constante), Chen *et al.* [Chen *et al.*, 2003] trouvent qu'en présence de la DCE, la vitesse est augmentée au centre et réduite à la proximité de la paroi (Figure 4.23).

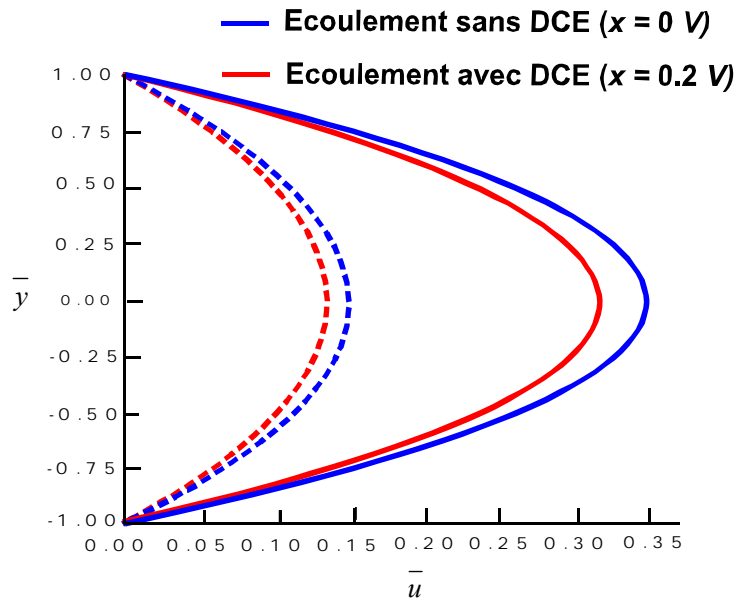


Figure 4.22 : Profils de vitesses selon Mala [Mala *et al.*, 1997b] pour différents gradients de pression ($\Delta P = 35$ kPa lignes pleines, $\Delta P = 15$ kPa lignes pointillées)

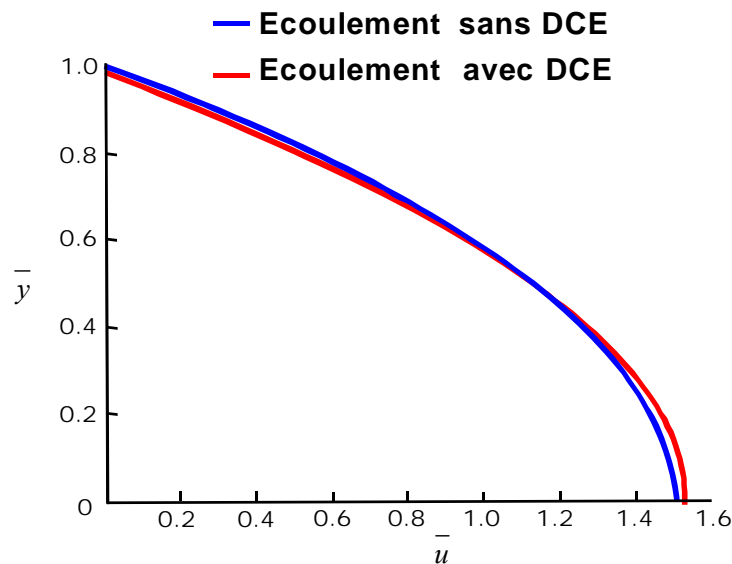


Figure 4.23: Profils de vitesses selon Chen [Chen *et al.*, 2003] à nombre de Reynolds constant $Re = 1$

Les principales différences entre les études résident dans la manière de traiter la distribution des ions ainsi que dans la méthode de résolution des équations, l'écoulement étant régi dans tous les cas par l'équation de Navier-Stokes à laquelle s'ajoute un terme lié à la force électrique. Mala *et al.* utilisent une méthode « classique » de résolution en employant l'approximation de Debye-Hückel (Figure 4.22) mais calculent les profils de vitesses pour des valeurs de potentiel supérieures à celles imposées par l'utilisation de cette approximation. Chen *et al.* [Chen *et al.*, 2003] résolvent numériquement le couplage des équations de Poisson, Nernst-Planck et Navier-Stokes par la méthode des volumes finis (Figure 4.23) et étudient les caractéristiques de l'écoulement à l'entrée et le long du canal.

Chen *et al.* constatent une augmentation du nombre de Poiseuille en fonction du potentiel zêta qui signifie que pour avoir un débit identique à celui sans DCE ($\zeta = 0$ mV, $Po = 24$), le gradient de pression à appliquer à l'écoulement doit être plus grand (Figure 4.24).

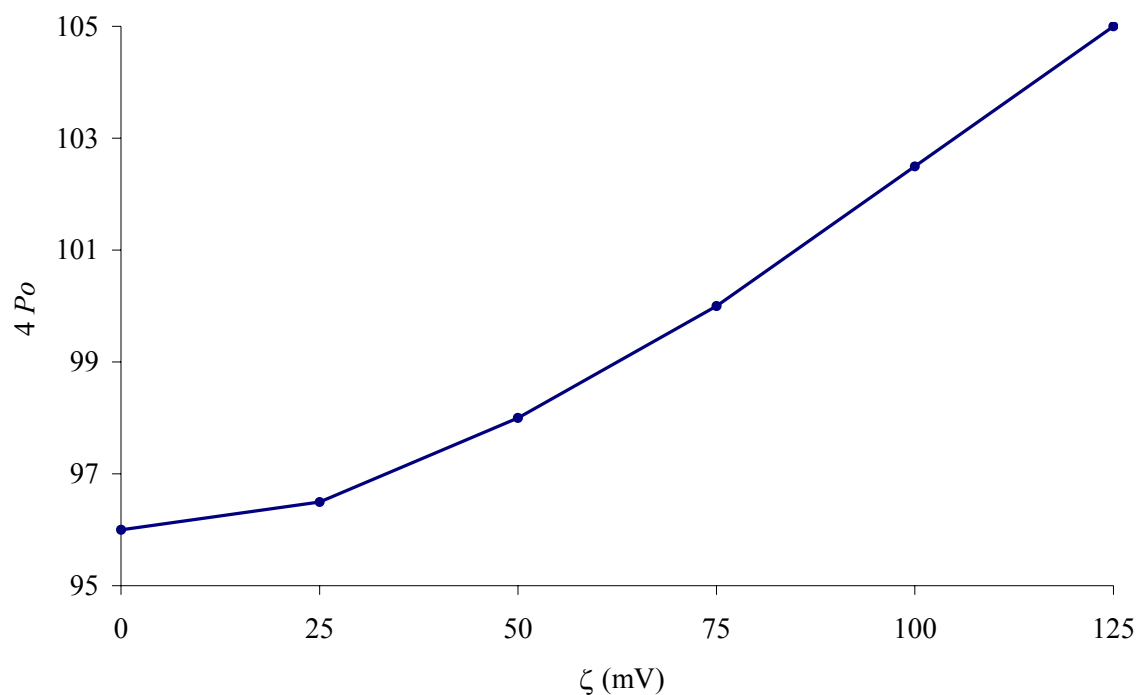


Figure 4.24 : Effet du potentiel zêta sur le nombre de Poiseuille
($Re = 0,1$)

Ren et Li [Ren et Li, 2004] proposent une modélisation de la distribution des ions plus réaliste (Figure 4.16). On considère classiquement que le courant d'écoulement dépend uniquement des charges proches de la paroi. Ren et Li [Ren et Li, 2004] considèrent deux courants d'écoulement : l'un dû au mouvement des ions proches de la paroi et l'autre dû à celui des ions au centre du canal, ce dernier pouvant être supérieur au premier car la vitesse est plus grande au centre du canal qu'au niveau des parois. Le potentiel d'écoulement engendré peut alors être supérieur à celui établi dans la méthode classique. Comme il s'oppose à l'écoulement, la vitesse au centre du canal s'en trouve fortement réduite (Figure 4.25).

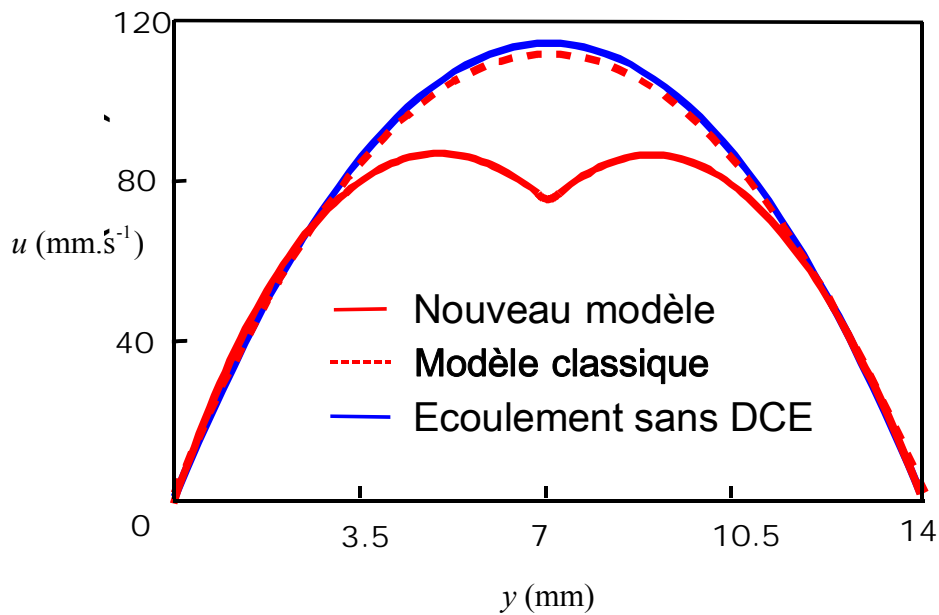


Figure 4.25 : Profils de vitesses selon Ren et Li [Ren et Li, 2004]
($dP/dz = 45 \text{ MPa/m}$ et $2a = 14,1 \mu\text{m}$)

Effets déstabilisants

Plusieurs auteurs ont constaté expérimentalement une baisse significative de la valeur du nombre de Reynolds de transition lorsqu'on diminue fortement le diamètre hydraulique des conduites. Pour Mala et Li [Mala et Li, 1999] le nombre de Reynolds à la transition se situerait entre 500 et 1500, pour Peng et Peterson [Peng et Peterson, 1996] entre 200 et 300. D'autres auteurs [Sharp et Adrian, 2003] ne voient aucun changement par rapport à un écoulement macroscopique et trouvent un nombre de Reynolds de transition compris entre 1800 et 2000.

Tardu [Tardu, 2002; Tardu, 2004; Tardu *et al.*, 2003] montre que la DCE peut introduire un effet déstabilisant dû à la présence d'un point d'inflexion dans le profil de vitesses à proximité immédiate de la paroi. Par une analyse de la stabilité linéaire [Tardu, 2004; Tardu *et al.*, 2003], il montre que sous l'effet de la DCE, le nombre de Reynolds critique est diminué d'un facteur 2 entre un écoulement en présence de DCE ($\zeta = 80$ mV et $\kappa = 41$) par rapport à un écoulement macroscopique ($\zeta = 80$ mV, soit $\kappa = \infty$) mais que cet effet décroît rapidement lorsque la taille du canal augmente (Figure 4.26).

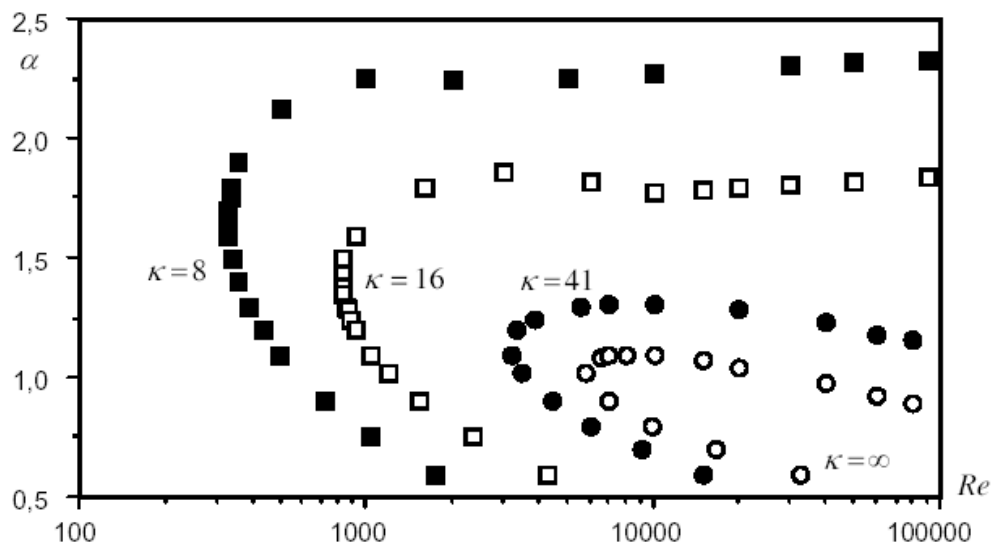


Figure 4.26 : Courbes neutres de stabilité d'un écoulement sous l'influence de la DCE, d'après Tardu [Tardu, 2004]. Les cercles vides correspondent à un écoulement de Poiseuille, les autres signes correspondent à différentes épaisseurs de DCE avec $\bar{\zeta} = 2,1254$.

Si cet effet déstabilisant était vérifié, on pourrait à terme imaginer des applications dans le domaine du contrôle actif des transferts thermiques : une modification commandée électriquement du potentiel de surface pourrait alors laminariser ou rendre turbulent l'écoulement et conditionner ainsi le transfert en paroi.

4.1.5.4. Effets électrovisqueux

Trois effets sont répertoriés dans la littérature, mais seuls deux d'entre eux (le premier et le troisième) sont de véritables effets électrovisqueux.

Une notion de viscosité apparente (appelée généralement deuxième effet électrovisqueux) est introduite par la plupart des auteurs [Chun et Kwak, 2003; Hunter, 1981; Mala *et al.*, 1997b; Ren *et al.*, 2001b; Vainshtein et Gutfinger, 2002]. Par analogie à un écoulement de Poiseuille, le débit en présence de la DCE, Q_{DCE} peut ainsi se mettre sous la forme [Mala *et al.*, 1997b; Vainshtein et Gutfinger, 2002] :

$$Q_{DCE} = \frac{2}{3} \frac{\Delta P_z a^3}{\mu_a}, \quad (4-27)$$

où μ_a est la viscosité apparente, que les auteurs comparent à la viscosité réelle du liquide en fonction des paramètres de l'écoulement (pression, potentiel d'écoulement), de la DCE (paramètre de Debye-Hückel, potentiel zêta), du liquide et des dimensions du canal [Mala *et al.*, 1997b]. Il ne s'agit pas ici d'un effet électrovisqueux à proprement parler mais plutôt d'un outil de comparaison des débits d'un écoulement de Poiseuille avec ou sans la présence de DCE.

Les véritables effets électrovisqueux [Hunter, 1981] sont rarement décrits et identifiés. Le premier effet consisterait en la distorsion de la double couche par un mouvement tangentiel des ions de la couche de Stern, conduisant à une augmentation de la viscosité de la solution. Il est quelquefois étudié pour les écoulements de suspensions colloïdales. Le troisième effet serait dû à une modification des interactions moléculaires dans la double couche (changement de la taille et de la forme des molécules [Rubio-Hernandez *et al.*, 2004]) et tiendrait compte des conséquences sur le comportement de l'écoulement.

Dans quelle mesure ces différents effets agissent-ils sur l'écoulement ?

La nature du liquide et les caractéristiques du microcanal interviennent dans les différents effets évoqués ci-dessus. Dans la majorité des articles, l'influence d'un ou de plusieurs de ces paramètres est analysée. En résumé, on peut noter les points suivants.

- Influence de la taille du canal [Chun, 2002; Li, 2001; Ren *et al.*, 2001] : la réduction de la distance entre deux plaques planes parallèles augmente les effets de la DCE ; la vitesse maximale au centre du canal est plus faible que celle d'un écoulement classique.

- Influence du potentiel de surface ou du potentiel zêta [Chun et Kwak, 2003] : plus le potentiel est fort plus la vitesse est diminuée et notamment près des parois.

- Influence de la concentration ionique du liquide [Chun, 2002; Rice et Whitehead, 1965] : une diminution de la concentration implique une augmentation de l'épaisseur de la DCE. Les courbes de Burgreen et Nakache [Burgreen et Nakache, 1964] dans des canaux rectangulaires et de Rice et Whitehead pour des canaux cylindriques [Rice et Whitehead, 1965] montrent que lorsque le rayon électrocinétique, produit de l'épaisseur de la DCE par le diamètre hydraulique, devient grand, les effets de la DCE sur la vitesse deviennent négligeables. Au contraire lorsque l'épaisseur de la DCE devient du même ordre de grandeur que la taille des canaux, l'écoulement est fortement perturbé.

- Influence de la composition chimique : par de nombreuses expériences, Ren *et al.* [Ren *et al.*, 2001] mettent en évidence non seulement que l'effet de la DCE sur l'écoulement dépend de la concentration ionique (utilisation de différentes valeurs de concentration de KCl), mais aussi que la valence et la symétrie des ions sont impliquées (comparaison de liquides tels que Al_3Cl et KCl présentant des différences sur ces points).

4.1.5.5. *Mesure du potentiel d'écoulement*

D'après l'équation (4-25), il est nécessaire de connaître le potentiel d'écoulement E_s pour résoudre le problème. Lorsque le courant de conduction est égal au courant d'écoulement, un état établi est alors atteint et le potentiel d'écoulement peut être mesuré ou calculé.

$$I_s + I_c = 0 \quad (4-28)$$

avec par définition

$$I_s = \iint_{section} \vec{j} \cdot \vec{dS} \quad (4-29)$$

où \vec{j} est le vecteur densité du courant. Ceci peut également s'écrire [Hunter, 1981; Mala *et al.*, 1997b] :

$$I_s = \iiint_{volume} U_z \rho_E dV. \quad (4-30)$$

Pour exprimer I_s en fonction du potentiel zêta, Hunter suppose que seule la valeur de la densité de charge à proximité de la paroi a une importance sur la détermination de I_s . Après intégration et adimensionnalisation, l'expression du courant d'écoulement devient [Mala et Li, 1999] :

$$\bar{I}_s = -\frac{2G_1 \bar{\zeta} \beta_1}{\kappa^2} + 4G_2 \bar{E}_s \beta_2 \left(\frac{\bar{\zeta}}{\kappa \sinh(\kappa)} \right)^2, \quad (4-31)$$

où $\beta_1 = 1 - \frac{\cosh(\kappa) - 1}{\kappa \sinh(\kappa)}$ et $\beta_2 = \frac{\sinh(\kappa) \cosh(\kappa)}{2} + \frac{1}{2}$. Le courant de conduction dans la direction opposée au courant d'écoulement est alors obtenu par :

$$I_c = \frac{E_s S \lambda_T}{l}, \quad (4-32)$$

avec $\lambda_T = \lambda_b + \lambda_s P_s / l$, λ_b étant la conductivité électrique du liquide et λ_s la conductance de la paroi. Sous forme adimensionnelle, on obtient :

$$\bar{I}_c = \frac{I_c}{\zeta \lambda_T a} = \frac{\bar{E}_s S}{l/a}. \quad (4-33)$$

Par combinaison des équations (4-28), (4-31) et (4-33), on obtient l'expression du potentiel d'écoulement :

$$\bar{E}_s = \frac{2G_1 G_3 \bar{\zeta} \beta_1}{\kappa^2 + 4\beta_2 G_2 G_3 [\bar{\zeta} / \sinh(\kappa)]^2}, \quad (4-34)$$

avec $G_3 = \frac{n_0 z e l}{\zeta \lambda_T}$.

4.1.5.6. Où en est l'expérimentation ?

Il existe en fait très peu de travaux montrant expérimentalement l'influence de la DCE et permettant de discuter correctement de la validité des modèles proposés.

Seuls Ren *et al.* [Ren *et al.*, 2001a ; Ren *et al.*, 2001b] ont effectué un important travail expérimental essayant de montrer l'influence de la nature du liquide, de sa composition chimique ainsi que celle de la taille du canal dans les phénomènes électrocinétiques. En introduisant des électrodes à l'amont et à l'aval des microcanaux reliées à un voltmètre (Figure 4.27), ils ont mesuré la différence de potentiel engendrée par l'écoulement de liquide (Figure 4.28). En parallèle, le débit et la pression sont mesurés.

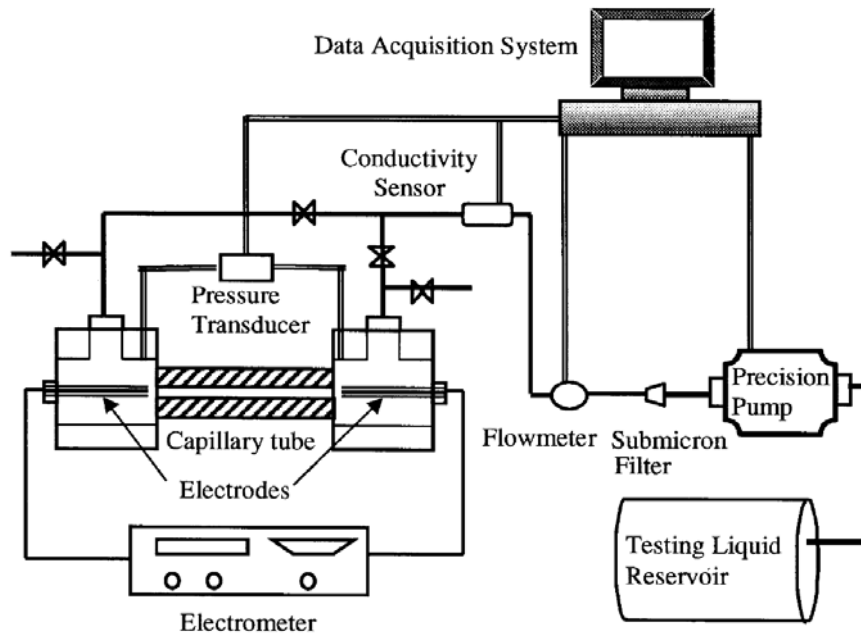


Figure 4.27 : Montage expérimental utilisé par Ren [Ren et al., 2001a]

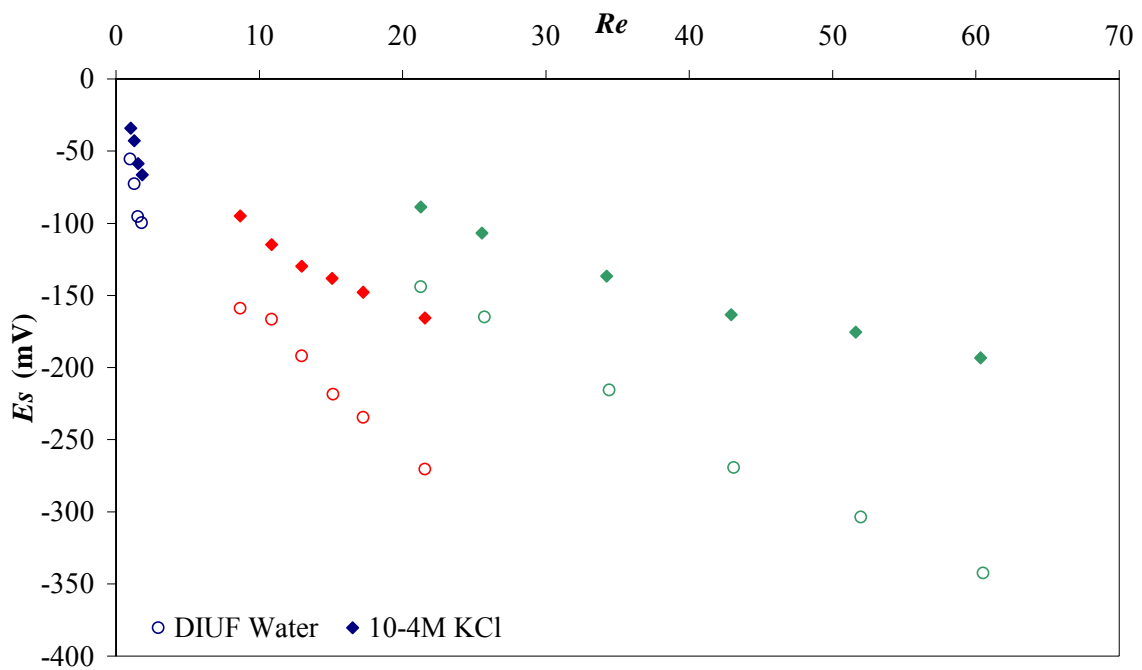


Figure 4.28 : Potentiels d'écoulement mesurés par Ren, dans des canaux de hauteur $14,1 \mu\text{m}$ (bleu), $28,2 \mu\text{m}$ (rouge) et $40,5 \mu\text{m}$ (vert)

Grâce aux mesures effectuées, les résultats expérimentaux ont pu être comparés aux modèles théoriques présentés dans le paragraphe 4.1.5. L'inclusion de termes dus aux effets électrocinétiques a alors permis de prédire qualitativement le comportement des liquides testés dans des microcanaux.

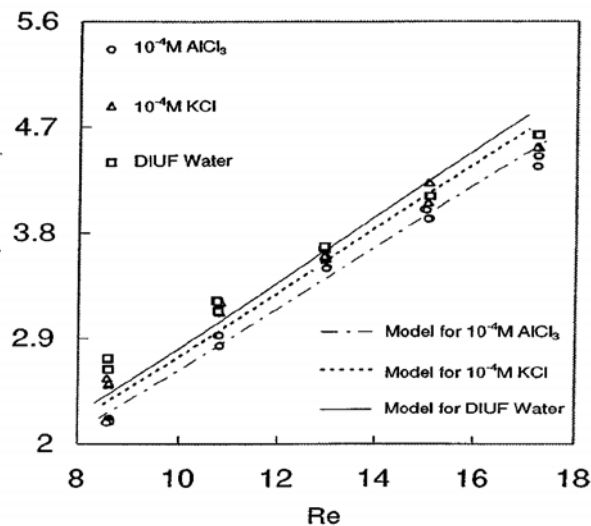


Figure 4.29 : Comparaison entre la relation expérimentale liant le gradient de pression et le nombre de Reynolds et les prédictions obtenues avec un modèle électrovisqueux pour un microcanal de 28,2 μm de haut [Ren et al., 2001b]

Judy *et al.* [Judy *et al.*, 2002] effectuent des mesures pour différents couples matériaux / liquides et expliquent que les écarts par rapport à un écoulement macroscopique peuvent trouver une interprétation dans les phénomènes électrocinétiques. Pfahler *et al.* [Pfahler *et al.*, 1991] étudient l'écoulement d'isopropanol (liquide polaire) et d'huile de silicone (liquide non polaire) dans des microcanaux de silicium et notent des comportements bien distincts entre ces liquides, certainement dus à la différence de polarité de ces derniers. Li [Li, 2001] commence à établir de tels essais pour différents liquides. Brutin [Brutin, 2003] a commencé à établir un protocole visant à voir l'influence de la taille du canal et de la concentration du liquide. Anduze [Anduze, 2000] trouve des écarts significatifs lorsque la technique d'usinage du substrat change : des écarts par rapport au modèle de Poiseuille apparaissent uniquement pour des canaux gravés par attaque chimique au KOH. Y a-t-il là des effets de DCE ?

Cependant, comme nous avons pu le constater au chapitre 1, la disparité des quelques résultats expérimentaux disponibles soulève de nombreuses interrogations.

Afin d'analyser d'une façon rigoureuse les effets de la DCE des essais nécessitent d'être mis en place. Différents couples matériaux / liquide doivent être testés afin de mettre en évidence le rôle de chacun dans l'écoulement aussi bien au niveau des caractéristiques hydrodynamiques que de la transition vers la turbulence. Pour pouvoir confronter l'expérience aux modèles théoriques, il est nécessaire de pouvoir relever simultanément et précisément la pression, la température, le potentiel d'écoulement.

4.1.5.7. *Verrous scientifiques*

Sur le plan expérimental, la difficulté majeure réside dans la mesure précise de paramètres tels que le potentiel zêta, la conductivité du liquide ou même les dimensions des microcanaux qui peuvent être sources de nombreuses erreurs.

D'un point de vue théorique, l'analyse de différents auteurs est quelques fois biaisée. En effet, la comparaison brute de leurs résultats avec un écoulement de Poiseuille classique s'avère certaines fois discutable, l'écoulement en présence de DCE n'étant en effet pas un écoulement de Poiseuille à proprement parler. La comparaison systématique des différents modèles entre eux et des quelques données expérimentales exploitables est à peine entamée.

La prise en compte d'une viscosité non uniforme reste également à étudier. Lykema et Overbeek [Lykema et Overbeek, 1961] démontrent que $d\psi/dy$ a une influence non négligeable sur la viscosité en s'appuyant sur des résultats expérimentaux antérieurs montrant une proportionnalité entre viscosité et champ électrique. Là encore, il convient de vérifier finement de quelle viscosité il s'agit.

4.1.6. Etude de l'électroosmose dans des réseaux dendritiques

Inspirés des systèmes vasculaires présents dans la nature, les réseaux dendritiques consistent en une succession hiérarchique de microcanaux. A chaque niveau, les dimensions des microcanaux diminuent d'un rapport constant entre les longueurs et les sections (Figure 4.30).

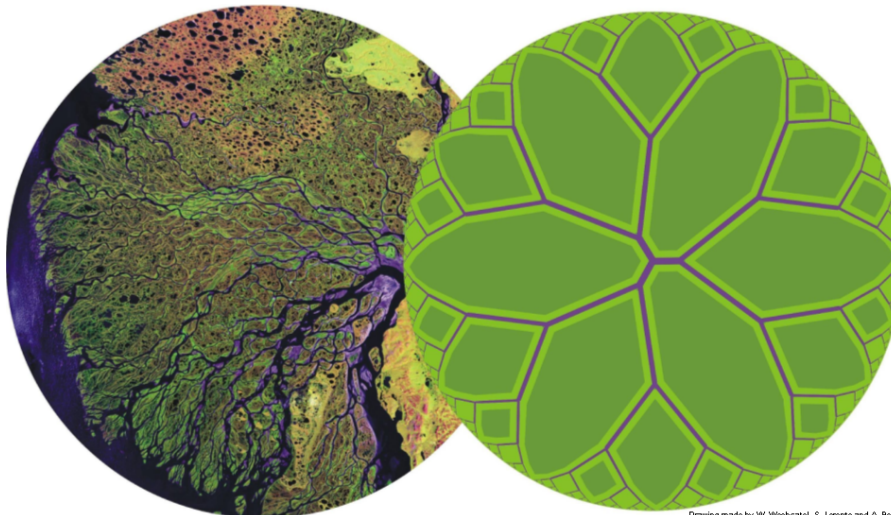


Figure 4.30 : Delta du Lena et exemple de réseau dendritique

[Bejan et Lorente, 2006]

Hess et Murray [Murray, 1926] démontrent que le rapport optimal entre deux vaisseaux sanguins de sections circulaires successives est de $C_s = S_{i-1}/S_i = 2^{2/3}$. Cette relation a ensuite été généralisée à des réseaux de microcanaux de sections diverses et étendue à des réseaux à n bifurcations [Barber et Emerson, 2006; Lorente et Bejan, 2006].

Lorente et Bejan [Lorente et Bejan, 2006] étudient de tels réseaux pour une application dans les matériaux poreux. Lorsqu'un gradient de pression est appliqué de part et d'autre d'un matériau, une comparaison entre le débit $Q_{réseau}$ obtenu dans un réseau dendritique et le débit $Q_{réf}$ d'un réseau de référence constitué de canaux parallèles est faite. Afin de conserver l'aspect extérieur de matériau le nombre de points d'entrée et de sortie et leur espacement d sont les mêmes pour les deux réseaux. Le volume de fluide V_f à l'intérieur du matériau est également le même dans les deux cas afin de garder la même porosité $\mathcal{G} = V_f/V$ du matériau dont le volume total est V . Une telle condition de volume constant peut trouver une application dans la réparation de matériaux où l'on souhaite injecter une même quantité de fluide permettant de combler les fissures.

Afin de vasculariser au maximum le matériau, le rapport l_{i-1}/l_i entre les longueurs des canaux des réseaux est pris égal à 2 (Figure 4.31). L'angle de bifurcation est de 90%, cette valeur n'est pas optimale mais il a été montré que les performances obtenues pour cet angle étaient proches de celles obtenues avec l'angle optimal, elle permet cependant de simplifier les calculs.

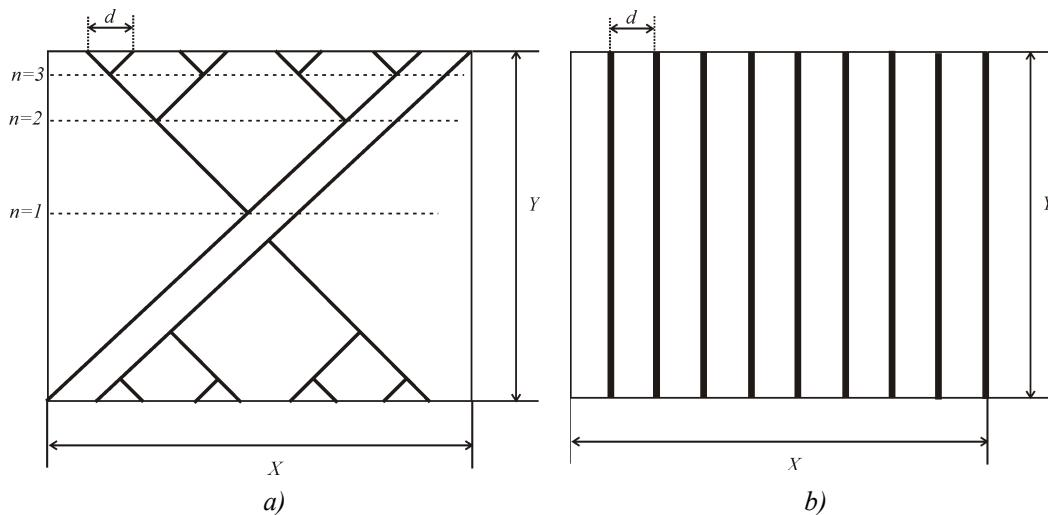


Figure 4.31 : Schéma filaire des réseaux étudiés par Lorente et

Bejan [Lorente et Bejan, 2006]

a) cas étudié

b) cas de référence

Lorente et Bejan montrent alors que le rapport $g = Q_{réseau} / Q_{ref}$ entre les deux débits est d'autant plus grand que le nombre de bifurcations n est grand (Figure 4.32).

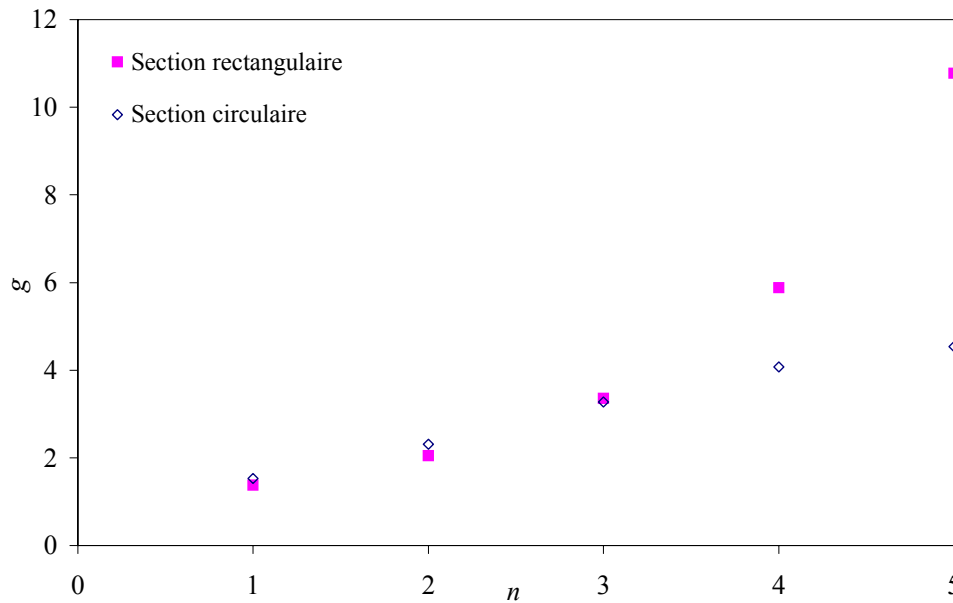


Figure 4.32 : Evolution du rapport g en fonction du nombre de bifurcations n du réseau pour un écoulement d'eau $d=5\text{ mm}$ et $V_f=230\text{ mm}^3$

4.1.6.1. Objectif de l'étude

Nous avons mené une étude similaire à la précédente mais dans le cas de liquide déplacé par application d'une tension électrique entre l'entrée et la sortie du réseau. Ainsi la comparaison entre un débit électroosmotique $Q_{e\text{ réseau}}$ d'un réseau dendritique et le débit $Q_{e\text{ ref}}$ d'un réseau de référence de microcanaux parallèles est faite en analysant l'évolution du rapport $g = Q_{e\text{ réseau}} / Q_{e\text{ ref}}$ de ces débits. Les hypothèses considérées sont les mêmes que celles posées par Lorente *et al.*, à savoir que le volume de fluide V_f , le nombre de points d'entrée et de sortie et leur espacement d sont les mêmes pour les deux réseaux.

4.1.6.2. Modélisation de l'électroosmose

En présence d'un champ électrique, l'équation de Navier-Stokes (1-2) pour un fluide incompressible se réduit à :

$$\rho \frac{\partial \vec{V}}{\partial t} + \rho(\vec{V} \cdot \overrightarrow{\text{grad}})\vec{V} = -\overrightarrow{\text{grad}}P + \rho_e \vec{E} \quad (4-35)$$

Dans le cas de plaques planes parallèles de largeur infinie lorsque le gradient de pression est nul, cette équation devient :

$$\mu \frac{d^2 u_z}{dx^2} + E_z \rho_E(y) = 0 \quad (4-36)$$

Par intégration de cette équation, et avec l'approximation de Debye-Hückel, la vitesse dans le microcanal (Figure 4.33) s'exprime alors de la façon suivante :

$$u_z(y) = \frac{\Delta E \varepsilon_r \varepsilon_0}{\mu l} \left(1 - \frac{\cosh(\kappa y)}{\cosh(\kappa a)} \right) \quad (4-37)$$

où ΔE est la différence de potentiel appliquée aux bornes du microcanal de longueur l .

Le débit électroosmotique par unité de longueur en fonction de la différence de potentiel appliquée sera donc :

$$Q'_e = \frac{\Delta E \varepsilon_r \varepsilon_0 \zeta a}{\mu l} \left(\frac{\kappa a \cosh(\kappa a) - \sinh(\kappa a)}{\kappa a \cosh(\kappa a)} \right) \quad (4-38)$$

Lorsque le terme κa est grand, c'est-à-dire quand la DCE a une épaisseur négligeable devant les dimensions du canal, ce débit se réduit alors à :

$$Q'_{e \text{ simplifié}} = \frac{\Delta E \varepsilon_r \varepsilon_0 \zeta a}{\mu l} \quad (4-39)$$

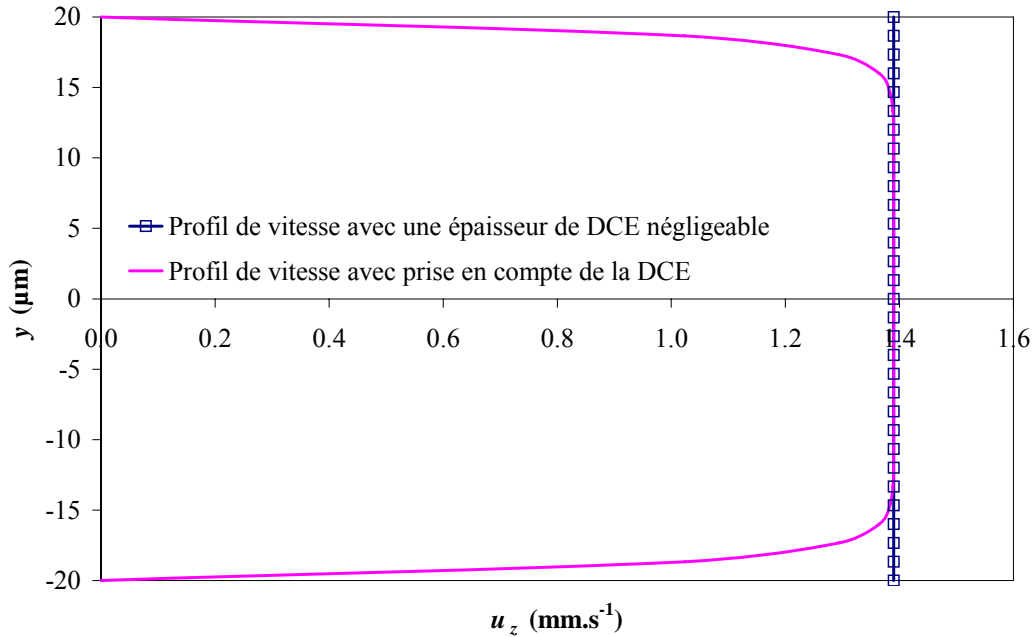


Figure 4.33 : Profils de vitesses électroosmotiques ($a = 20 \mu m$, $l = 5 cm$, $\zeta = 100 mV$ et $\Delta E = 1000 V$ et $\lambda_D = 1 \mu m$)

Dans le cas d'un tube de rayon a , l'équation de Navier-Stokes s'exprime :

$$\mu \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial u_z}{\partial r} \right) = E_z \rho_E(r), \quad (4-40)$$

donnant un débit électroosmotique :

$$Q_e = \frac{\Delta E \varepsilon_r \varepsilon_0 \zeta \pi a^2}{\mu l} \left(1 - \frac{2I_1(\kappa a)}{\kappa a I_0(\kappa a)} \right) \quad (4-41)$$

Lorsque κa est grand, ce débit se simplifie en :

$$Q_e = \frac{\Delta E \varepsilon_r \varepsilon_0 \zeta \pi a^2}{\mu l} \quad (4-42)$$

4.1.6.3. Etude du remplissage du réseau par électroosmose

La géométrie des réseaux comparés est représentée sur la figure suivante (Figure 4.34).

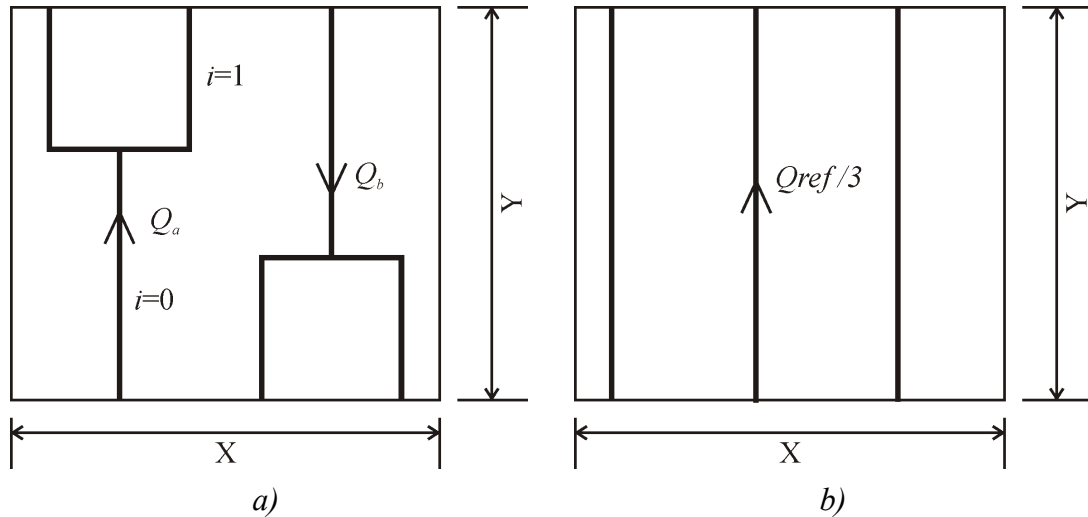


Figure 4.34 : Schéma filaire du réseau étudié

a) réseau avec une bifurcation

b) réseau de référence

Les hypothèses posées sont que le volume de fluide remplissant le réseau de canaux est le même (4-43), que les dimensions (X, Y) du matériau dans lequel est gravé le réseau restent constantes (4-44) et que le nombre de canaux débouchant de part et d'autre du matériau reste le même. La conservation du volume V_f peut se traduire par :

$$3YS_{ref} = 2(l_1S_1 + 2l_2S_2) \quad (4-43)$$

où S_i représente l'aire de la section des différents canaux considérés.

La relation sur les longueurs des canaux de chaque réseau est :

$$Y = l_1 + l_2 \quad (4-44)$$

Comparaison des débits

La résistance hydraulique R_{He} est le rapport entre la différence de potentiel ΔE et le débit électroosmotique. Lorsque l'épaisseur de la DCE est faible devant les dimensions du canal (κa grand), l'expression peut être déduite de (4-39) pour des microcanaux formés par des plaques planes et de (4-42) pour des microcanaux de section circulaire.

- Cas de réseaux de tubes de section circulaire

La résistance hydraulique R_{He} est alors proportionnelle à l/a^2 . Ainsi pour les microcanaux parallèles, cette résistance sera :

$$R_{He\ ref} = \frac{K_e}{3} \frac{l}{\pi a_{ref}^2} \quad (4-45)$$

où $K_e = \mu / \varepsilon_r \varepsilon_0 \zeta$

Pour le réseau de canaux, lorsque le nombre de bifurcations $n=1$, alors la résistance hydraulique s'écrit :

$$R_{He\ réseau} = \frac{K_e}{2\pi} \left(\frac{l_1}{a_1^2} + \frac{l_2}{2a_2^2} \right) \quad (4-46)$$

Comparer les débits $Q_{e\ réseau}$ et $Q_{e\ ref}$ pour une différence de potentiel ΔE donnée revient à comparer les résistances hydrauliques. Le rapport g entre les débits peut alors se mettre sous la forme :

$$g = \frac{R_{He\ ref}}{R_{He\ réseau}} = \frac{2}{3} \frac{\frac{Y}{a_{ref}^2}}{\left(\frac{l_1}{a_1^2} + \frac{l_2}{2a_2^2} \right)} \quad (4-47)$$

A partir de cette expression, quelles que soient les valeurs des paramètres l_1 , a_1 , l_2 , a_2 , Y et a_{ref} vérifiant les conditions de conservation de volume et des dimensions d'un réseau à l'autre, la valeur maximale de g est 1 (Figure 4.35). Ceci signifie que lorsque l'épaisseur de la DCE est négligeable devant les dimensions du canal, dans le meilleur des cas, le débit électroosmotique $Q_{e\ réseau}$ dans le réseau dendritique est égal au débit $Q_{e\ ref}$ dans un réseau de canaux parallèles. Le reste du temps, il reste inférieur.

Détermination des dimensions optimales

Nous avons alors cherché pour quelles valeurs de l_1 , a_1 , l_2 , a_2 , Y et a_{ref} , ce maximum est atteint. Afin que les débits obtenus dans chaque réseaux soient les mêmes, la relation suivante doit être vérifiée :

$$R_{He\ ref} = R_{He\ réseau} \quad (4-48)$$

En remplaçant l'expression des résistances hydrauliques, on obtient la relation :

$$\frac{2}{3} \frac{Y}{a_{ref}^2} = \left(\frac{l_1}{a_1^2} + \frac{l_2}{2a_2^2} \right) \quad (4-49)$$

En considérant les hypothèses de conservation de volume donnée par l'équation (4-43) et de conservation des dimensions donnée par l'équation (4-44), cette équation conduit à :

$$1 = \frac{3}{2} \left(\frac{A}{B} + \frac{(1-A)^2}{(\frac{3}{2} - AB)} \right) \quad (4-50)$$

où $A = L_1/Y$ et $B = a_1^2/a_{ref}^2$.

Quelle que soit la valeur de A, cette relation est vérifiée lorsque $B = 3/2$. Ainsi quand le rapport entre la section de référence et la section du canal le plus grand du réseau est égal à 1,5, les débits obtenus dans chaque cas sont égaux indépendamment de la longueur de canal choisie (Figure 4.35).

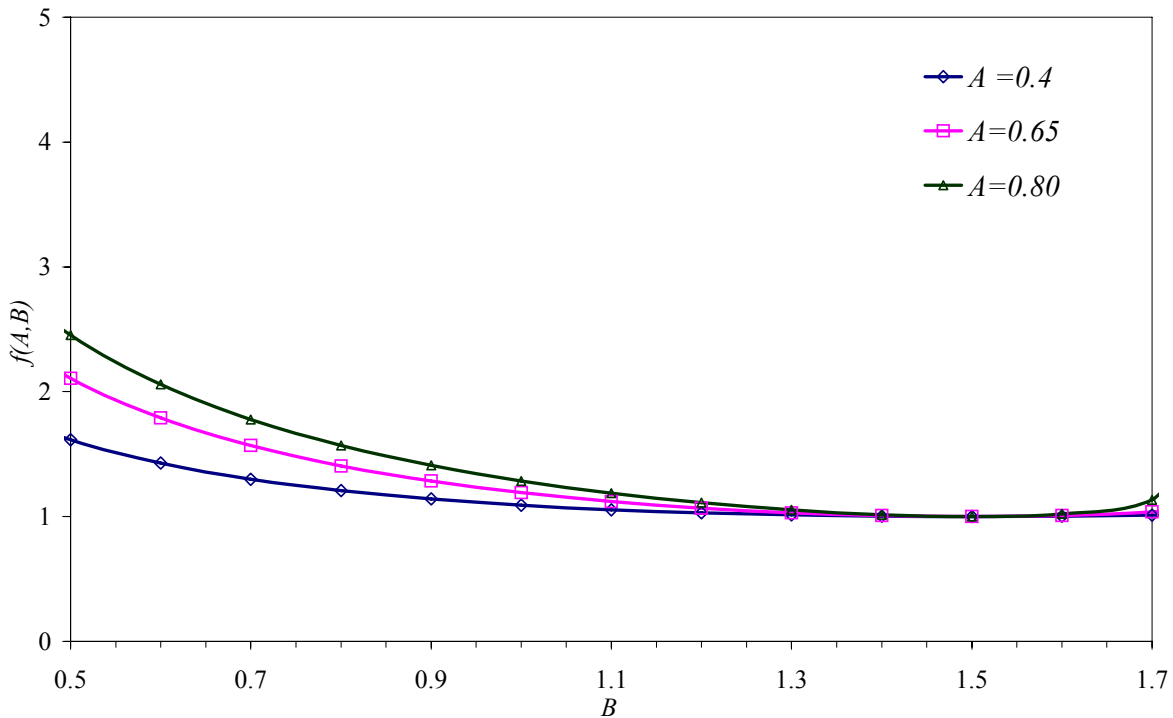


Figure 4.35: Evolution du terme de droite de l'équation (4-50)

Dans cette configuration, le rapport entre les diamètres des canaux de section circulaire successifs du réseau $C_s = a_1/a_2$ est alors égal à $\sqrt{2}$. Un raisonnement

similaire conduit à un rapport C_s égal à 2 dans le cas où les microcanaux sont des plaques planes parallèles de largeur infinie.

L'équation (4-50) montre donc que lorsque la double couche a une faible épaisseur, dans le meilleur des cas le débit obtenu dans le réseau est égal au débit dans les canaux parallèles.

Prise en compte de la DCE

Nous avons conservé la valeur optimale $B=1,5$ trouvée précédemment pour traiter le cas où l'épaisseur de la DCE est non négligeable. Lorsque l'épaisseur de DCE devient non négligeable ($\kappa a < 1$), les termes non linéaires entrent en compte dans l'expression de la double couche et ont un impact sur le calcul des débits.

Dans cette configuration, g , le rapport entre les débits, $g = Q_{e\text{ réseau}} / Q_{ref}$, devient supérieur à 1 quelle que soit la géométrie étudiée (Figure 4.36). Ce rapport est d'autant plus important que le ratio A entre la longueur du premier canal du réseau et la longueur Y du réseau de référence est grande (Figure 4.37). En effet, afin de conserver un volume de fluide constant, les dimensions du premier canal du réseau sont plus grandes que celles des canaux du réseau équivalent. D'après les équations (4-39) et (4-42), le débit électroosmotique dans ces canaux est alors plus important.

D'après la Figure 4.37, pour que le réseau dendritique soit plus performant en terme de débit que des canaux parallèles, il faudra alors que le premier canal ait au moins une longueur égale à 60% de la longueur totale Y du réseau, c'est-à-dire que les branches secondaires aient une longueur égale au plus à $0,4Y$, ce qui permet de conserver bonne occupation du matériau. Cette limite dans la valeur de A entraîne des contraintes géométriques au niveau de la réalisation du réseau qui ne permettent pas une vascularisation du matériau optimale.

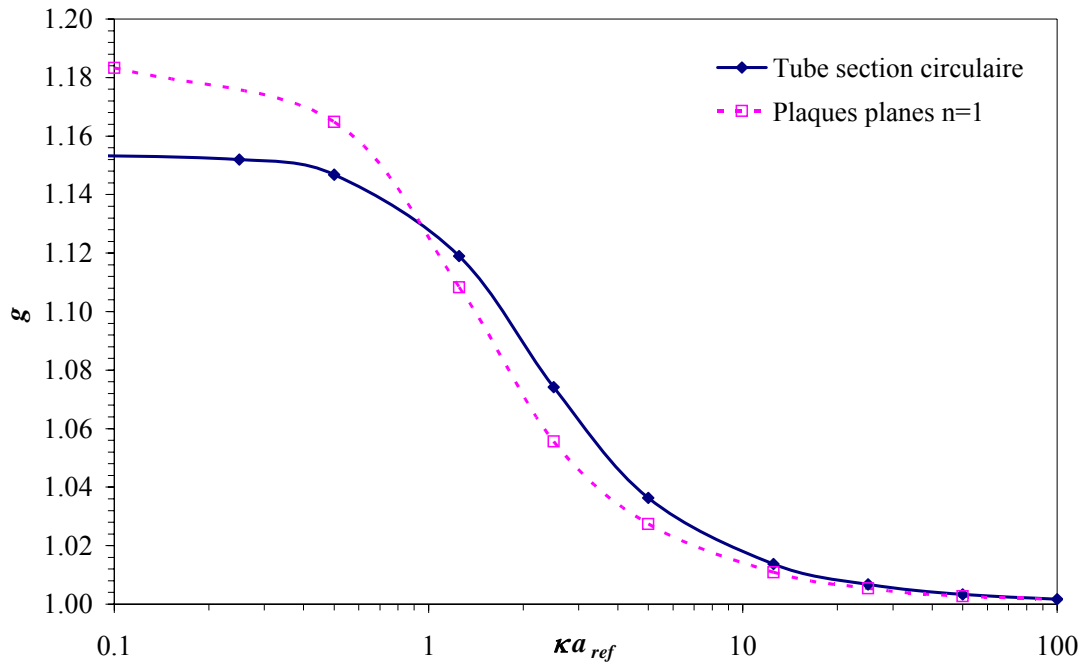


Figure 4.36 : Evaluation du paramètre g dans les différentes sections en fonction de κa pour une double couche d'épaisseur $l/\kappa=1 \mu\text{m}$, un rapport de longueur $A=0,7$ et $B=1,5$

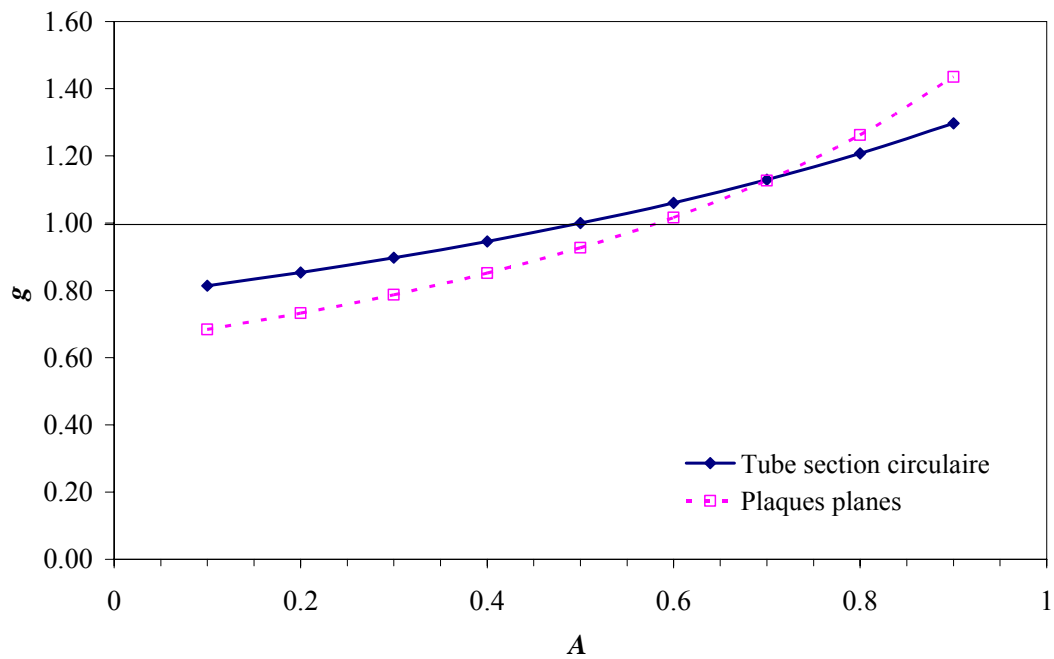


Figure 4.37 : Influence du rapport de longueur A sur g dans les différentes géométries pour $\kappa a_{ref}=1$

Augmentation du nombre de bifurcations

Précédemment, nous avons établi que lorsque la double couche électrique était non négligeable dans les microcanaux constituant un réseau dendritique à une bifurcation, alors en fonction de certains paramètres, le débit électroosmotique obtenu dans le réseau était plus important que celui de canaux placés en parallèles. Dans cette partie, nous menons une étude similaire à la précédente en augmentant le nombre de bifurcations dans des microcanaux dont la section est limitée par deux plaques planes parallèles de largeur infinie. Le rapport optimal entre les dimensions des sections C_s reste le même et est égal à 2. Le rapport entre la section du premier canal du réseau est $B=1,5$ et le rapport entre la longueur du matériau et la longueur du premier canal est $A=0,6$.

- Influence sur l'effet de la DCE (Figure 4.38) :

Alors que dans un réseau à une seule bifurcation, le rapport g est augmenté de 10% lorsque $\kappa a=1$, quand le nombre de bifurcations augmente, ce rapport est augmenté de 50% pour deux bifurcations et de 100% pour trois bifurcations. Ainsi, comme pour des écoulements de Poiseuille, le réseau dendritique se remplira d'autant plus vite que le nombre de bifurcations sera important.

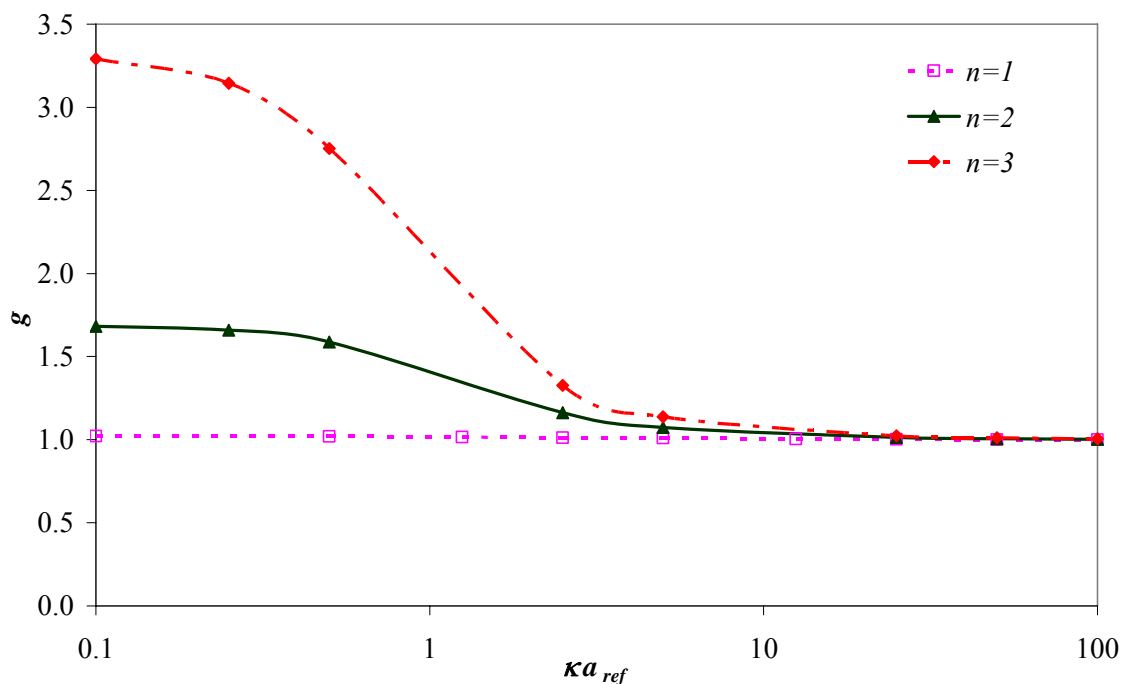


Figure 4.38 : Influence de l'épaisseur de la DCE sur le rapport des débits en fonction du nombre de bifurcations, $A=0,6$ et $B=1,5$

- Influence de la longueur de canal (Figure 4.39) :

Comme pour une bifurcation, le rapport des débits augmente d'autant plus que la longueur du premier canal est grande devant celle du matériau. Dans le cas d'une seule bifurcation, elle doit être de plus de la moitié du canal (57%), dans le cas de deux bifurcations elle doit représenter 33% de la longueur de référence, dans le cas de trois bifurcations, 21%. Plus le nombre de bifurcations augmente plus la vascularisation du système sera performante et permettra de se diriger vers des géométries telles que celles représentées dans la Figure 4.40.

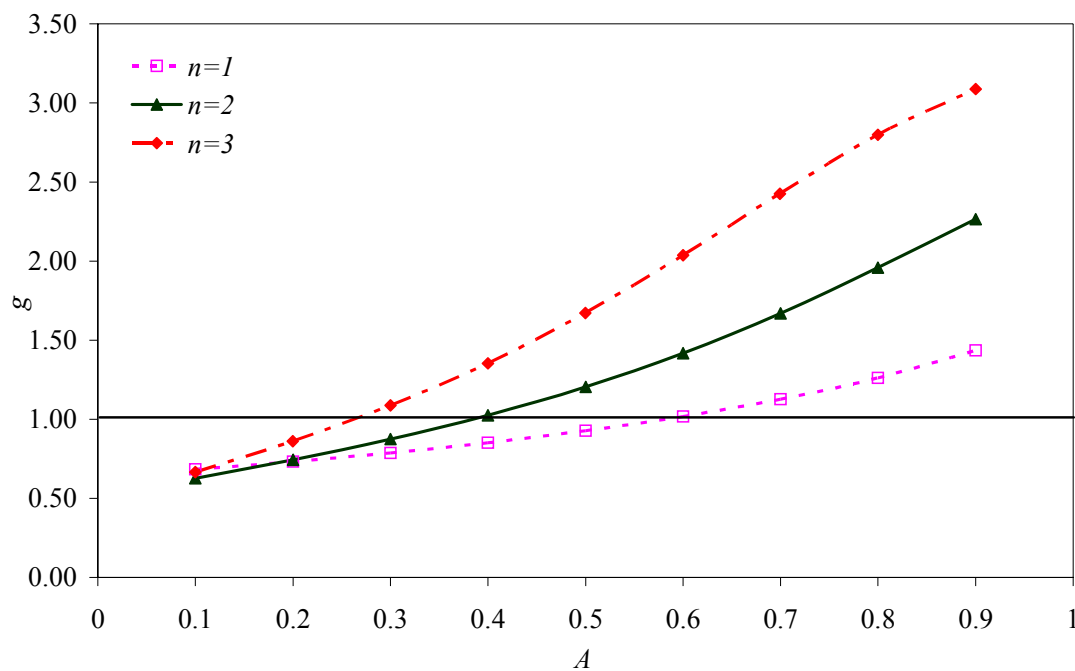


Figure 4.39 : Influence de la longueur du premier canal sur g en fonction du nombre de bifurcations pour $\kappa a_{ref} = 1$, et $B=1,5$

Conclusions et perspectives

Des écoulements générés par une différence de potentiel ont été étudiés dans des réseaux dendritiques. Il a été montré que dans le cas d'écoulements générés par électroosmose, le rapport optimal entre les diamètres successifs est de $2^{1/2}$ pour les sections circulaires et de 2 pour des plaques planes parallèles.

Les résultats montrent que lorsque l'épaisseur de la DCE devient significative par rapport aux dimensions des canaux, alors le débit engendré dans de tels réseaux est plus important que celui obtenu dans des canaux parallèles à volume constant. De plus, ce débit sera d'autant plus important que le nombre de bifurcations sera grand.

Cette étude peut être complétée par une optimisation de la géométrie des microcanaux afin d'obtenir un réseau occupant une superficie importante du matériau. En effet, l'étude menée s'applique à des géométries telles que celle présentée à la Figure 4.40, limitée dans la largeur. L'étude dans des réseaux tels que ceux schématisés Figure 4.31 reste encore faire.

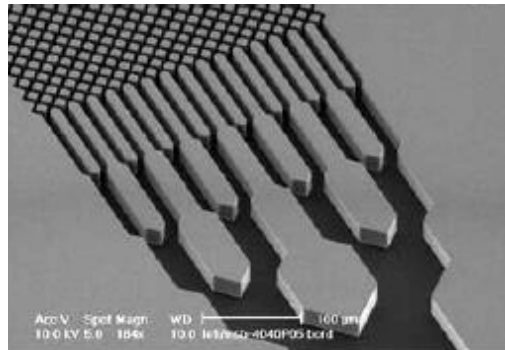


Figure 4.40 : Réseau de profondeur constante développé par le CEA-Leti (BioChipLab)

De plus, une étude du couplage entre électroosmose et écoulement de Poiseuille peut être menée afin d'augmenter l'efficacité de tels réseaux. L'écoulement de Poiseuille étant plus intéressant dans des canaux de grandes dimensions et l'électroosmose dans des canaux de petites dimensions.

4.2. Dissipation visqueuse

La dissipation visqueuse vient du frottement des couches fluides les unes par rapport aux autres. Elle provoque un échauffement du fluide ayant pour effet indirect de diminuer la viscosité du fluide. En effet, la production d'énergie thermique modifie le champ de température dans le microcanal et par conséquence peut affecter localement la viscosité et donc le comportement du liquide en écoulement. La dépendance de la viscosité vis-à-vis de la température peut se modéliser grâce au modèle d'Arrhenius se mettant sous la forme :

$$\mu(T) = Ae^{B/T} \quad (4-51)$$

où A et B dépendent du liquide. Quelques valeurs pour les liquides utilisés dans notre étude sont données dans le tableau ci-dessous :

Liquide	A (mPa.s)	B (K)
Eau	$1,74 \times 10^{-3}$	1723
Ethanol	$4,236 \times 10^{-3}$	1647
Isopropanol	$4,18 \times 10^{-4}$	2536

Dans la littérature, il existe très peu de travaux sur l'étude de la dissipation visqueuse due à l'écoulement de liquides dans des microcanaux. Dans les études expérimentales, un bon nombre de conclusions contradictoires ont été dressées. La plupart de différences viennent vraisemblablement de la difficulté d'obtenir des mesures précises. C'est pour cela que nous avons cherché à réaliser des essais mettant en évidence d'éventuelles différences entre mesures expérimentales et calculs issus de la théorie conventionnelle.

4.2.1. Principales études menées dans la littérature

Koo *et al.* [Koo et Kleinstreuer, 2004] étudient les effets de la dissipation visqueuse sur le champ de température et sur le coefficient de frottement, par une analyse dimensionnelle dans des microcanaux de sections circulaire et rectangulaire. Ils valident expérimentalement leur simulation et trouvent que la dissipation visqueuse dépend fortement du rapport de forme du microcanal, du nombre de Reynolds, du nombre d'Eckert, du nombre de Prandtl et du diamètre hydraulique de la conduite. Ils soulignent que lorsque, pour une canalisation de section rectangulaire, le rapport de forme est différent de 1 (section carrée), les effets de la dissipation visqueuse augmentent. De plus ils remarquent que négliger les effets visqueux dans les simulations peut mener à des résultats imprécis.

Xu *et al.* [Xu *et al.*, 2002] étudient la dissipation visqueuse dans un micro-écoulement de liquide et expliquent que les modèles traditionnels négligeant la dissipation visqueuse ne rendent pas compte de ce qui se passe réellement dans le microcanal. Les forts gradients de vitesse existant dans les microcanaux de faible diamètre hydraulique rendent ce phénomène non négligeable. Ils proposent un critère permettant de déterminer la limite d'un effet significatif de la dissipation visqueuse en exprimant l'élévation de température $\overline{\Delta T} = \Delta T / T_{ref}$ en fonction du nombre de Prandlt $Pr = \mu c_p / k$ et d'un nombre dit de viscosité Vi :

$$\overline{\Delta T} = \frac{93,419 Vi Pr^{-0,1}}{5,2086 + Vi Pr^{-0,1}} \quad (4-52)$$

Le terme Vi permet de comparer l'énergie de la dissipation visqueuse avec l'enthalpie du fluide et s'exprime dans un tube de section circulaire de diamètre D et de longueur l par :

$$Vi = \frac{\mu u_{moy}^2 l}{\rho u_{moy} c_p T_{ref} D^2} \quad (4-53)$$

Pour Xu *et al.*, la dissipation visqueuse a un effet significatif lorsque $\overline{\Delta T} = 1$. Cette condition mène alors à un critère :

- lorsque $Vi Pr^{-0,1} \leq 0,056$, il n'y a pas d'effet marqué de dissipation visqueuse,
- lorsque $Vi Pr^{-0,1} \geq 0,056$, alors les effets de dissipation visqueuse sont significatifs.

Morini [Morini, 2005], en adimensionnalisant les équations de conservation d'énergie et de conservation de la masse, exprime le gradient de température moyenne en fonction du nombre d'Eckert Ec , du nombre de Reynolds Re , du nombre de Poiseuille Po et de la longueur adimensionnée \bar{l} , dans le cas d'un écoulement pleinement développé avec une paroi adiabatique :

$$\frac{\partial \overline{T}_{moy}}{\partial z} = 4 \frac{Ec}{Re} [Po \bar{l}] \quad (4-54)$$

où $\bar{z} = z/l$, $Ec = u_{moy}^2 / (2c_p \Delta \theta_{ref})$, $Re = \rho u_{moy} D / \mu$, $\bar{l} = l/D$ et $\overline{T}_{moy} = T_{moy} / \Delta \theta_{ref}$ avec $\Delta \theta_{ref}$ défini comme étant la température qui fait varier la viscosité de 2 à 3% et T_{moy} étant la température moyenne.

Cette relation permet d'exprimer l'élévation de la température moyenne à la sortie du canal :

$$\overline{\Delta T_{moy}} \Big|_{\bar{z}=1} = 4 \frac{Ec}{Re} [Pol]. \quad (4-55)$$

Lorsque les dimensions du canal diminuent ou que la vitesse moyenne augmente, la température à la sortie du canal augmente aussi.

Grâce à ces équations, Morini étudie l'influence de la géométrie des canaux sur la dissipation visqueuse et établit un critère de prise en compte de la dissipation visqueuse : quand $4 \frac{Ec}{Re} [Pol] \geq 1$, c'est-à-dire lorsque l'élévation de la température moyenne adimensionnelle $\overline{\Delta T_{moy}} \Big|_{\bar{z}=1}$ à la sortie du canal sera supérieure à 1, alors la dissipation aura un effet non négligeable sur l'écoulement.

Sur le plan expérimental, l'influence d'un effet de dissipation visqueuse sur un écoulement n'est que très peu évoquée. Judy *et al.* [Judy *et al.*, 2002] confirment expérimentalement que la dissipation visqueuse peut être à l'origine d'écarts par rapport à la théorie conventionnelle en augmentant la température du fluide en écoulement.

Celata *et al.* [Celata *et al.*, 2006a ; Celata *et al.*, 2006b] mènent des expériences afin de mettre en évidence les effets de la dissipation visqueuse dans des microtubes de diamètres allant de 100 μm à 50 μm . La température à la sortie et à l'entrée des canaux est mesurée grâce à des thermocouples placés aussi près que possible des extrémités des canalisations. Le débit est mesuré par pesée de liquide et la pression est mesurée aux bornes du microcanal à la fois par des capteurs de pression et par des manomètres de précision [Celata *et al.*, 2006a]. L'évolution du coefficient de frottement f en fonction du nombre de Reynolds Re est comparée avec le modèle établi par Morini [Morini, 2005]. Une bonne adéquation des résultats est alors mise en évidence.

4.2.2. Modèles et hypothèses

4.2.2.1. Introduction du terme de dissipation visqueuse dans les équations décrivant l'écoulement

Comme il a été vu au chapitre 1, l'écoulement d'un fluide visqueux newtonien dans une conduite se décrit par les équations de conservation de la masse (1-1), de bilan de quantité de mouvement (1-2) et de conservation de l'énergie (1-3).

Le terme de dissipation visqueuse apparaît dans l'équation de conservation de l'énergie :

$$\rho \left(\frac{de}{dt} + P \text{div} \vec{v} \right) = \mu \phi + \text{div} (k \overrightarrow{\text{grad}} T) \quad (4-56)$$

où il est représenté par le paramètre $\mu \phi$ dont l'expression est :

$$\mu \phi = \mu \left\{ \left(\frac{\partial u_z}{\partial y} + \frac{\partial u_y}{\partial z} \right)^2 + 2 \left[\left(\frac{\partial u_z}{\partial z} \right)^2 + \left(\frac{\partial u_y}{\partial y} \right)^2 \right] - \frac{2}{3} \left(\frac{\partial u_z}{\partial z} + \frac{\partial u_y}{\partial y} \right)^2 \right\} \quad (4-57)$$

Il traduit la conversion de l'énergie mécanique de frottement en énergie thermique.

4.2.2.2. Hypothèse d'écoulement pleinement développé

Développement hydrodynamique

Dans un écoulement laminaire et lorsque le fluide entre à une vitesse uniforme, le contact du fluide avec la surface du canal est à l'origine d'une couche limite qui se développe le long de la conduite. L'écoulement est développé hydrodynamiquement lorsque les effets visqueux sont présents dans toute la section et donc que la couche limite occupe tout le canal (Figure 4.41). On définit la longueur d'établissement $L_{e,h}$ comme la distance entre l'entrée du canal et le point de concours des couches limites. Pour un écoulement laminaire, cette longueur peut s'exprimer en fonction du nombre de Reynolds [Incropera et De Witt, 2002] :

$$\left(\frac{L_{e,h}}{a} \right) \approx 0,05 Re \quad (4-58)$$

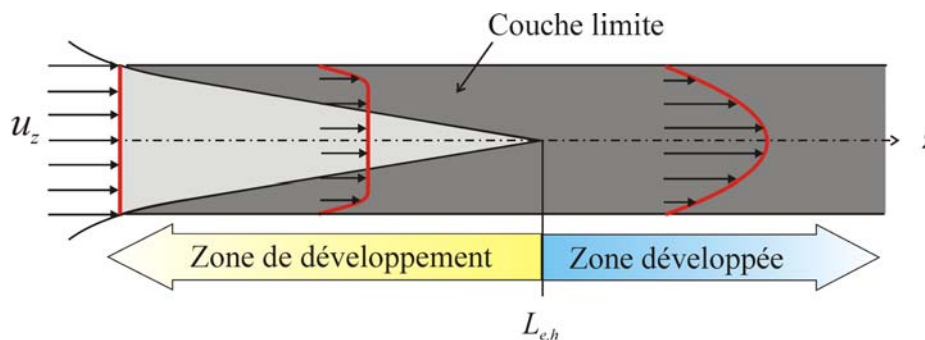


Figure 4.41 : Développement hydrodynamique

Développement thermique

Comme précédemment, lorsqu'un fluide entre dans une canalisation à température uniforme, une couche limite thermique se forme. Si la paroi présente une condition limite de température uniforme constante ou de flux constant, la condition d'écoulement développé thermiquement peut être atteinte lorsque la couche limite occupe tout le canal, le profil de température à l'intérieur de la conduite dépendant de ces conditions limites (Figure 4.42). On définit la longueur de développement thermique $L_{e,t}$ par :

$$\left(\frac{L_{e,t}}{a} \right) \approx 0,05 Re Pr \quad (4-59)$$

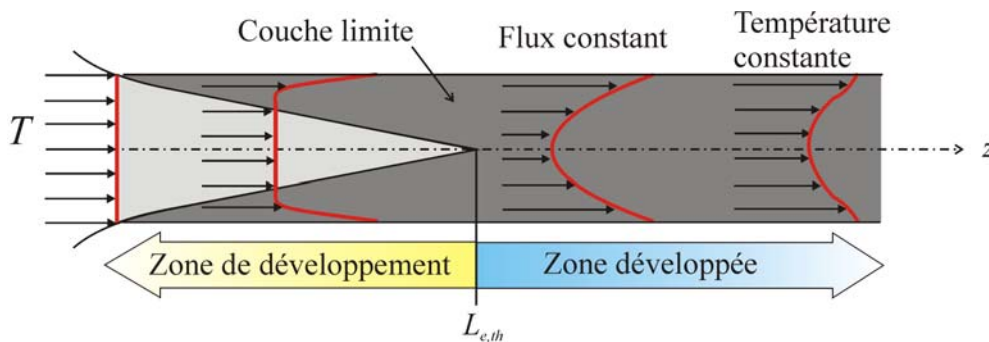


Figure 4.42 : Développement thermique

Écoulement pleinement développé :

L'écoulement est pleinement développé lorsqu'il est à la fois développé hydrodynamiquement et thermiquement.

Le profil de température évolue suivant la direction de l'écoulement z . Cependant en définissant une différence de température adimensionnée, par :

$$\overline{\Delta T} = \frac{T - T_p}{T_{moy} - T_p}, \quad (4-60)$$

il existe des conditions pour lesquelles cette température est indépendante de z .

Le profil de cette température adimensionnée n'évolue pas, on parle alors de régime pleinement développé. La condition correspondante s'écrit :

$$\frac{\partial}{\partial z} \left(\frac{T - T_p}{T_{moy} - T_p} \right) = 0 \quad (4-61)$$

où T_p est la température de la paroi et T_{moy} est la température moyenne dans la section.

Pour un fluide à propriétés (ρ et c_p) constantes elle est définie par :

$$T_{moy} = \frac{\iint_S Tu_z dS}{u_{moy} S}. \quad (4-62)$$

4.2.2.3. Hypothèses isotherme ou adiabatique

L'étude des transferts thermiques lors d'écoulement de liquides dans des microcanaux concerne deux modes de transfert particuliers : la conduction de la chaleur à travers les parois du microsystème et la convection au sein du liquide et au sein du milieu ambiant.

Transfert par conduction

Le mécanisme local de transfert par conduction est traduit par l'équation de diffusion de la chaleur (4-63) qui s'écrit en l'absence de production interne sous la forme :

$$\nabla^2 T = \frac{1}{\alpha} \frac{\partial T}{\partial t}, \quad (4-63)$$

où α représente la diffusivité thermique du matériau. En régime permanent et en l'absence de source de chaleur interne, cette équation se réduit à l'équation de Laplace :

$$\nabla^2 T = 0. \quad (4-64)$$

La température en tout point de la paroi est ensuite obtenue par intégration de cette équation et par application des conditions limites : la paroi peut être maintenue à une température constante ou elle peut échanger une quantité de chaleur avec le milieu environnant.

La densité de flux thermique φ est obtenue par intégration de la loi de Fourier :

$$\varphi = -k \text{ grad } \vec{T}. \quad (4-65)$$

où k est la conductivité thermique du milieu.

Le flux thermique ϕ , correspondant à la quantité de chaleur échangée entre la paroi et le milieu ambiant par unité de temps est ensuite déterminé par :

$$\phi = \iint_S \varphi dS \quad (4-66)$$

La résistance thermique de conduction $R_{t,cond}$ est le facteur permettant de relier le saut de température au travers de la paroi au flux thermique ϕ :

$$\Delta T = R_{t,cond} \phi \quad (4-67)$$

Transfert par convection

De même, la résistance thermique de convection $R_{t,conv}$ relie le saut de température du fluide entre la paroi et le milieu ambiant et le flux thermique ϕ dont l'expression est dans le cas de la convection :

$$\phi = hS\Delta T, \quad (4-68)$$

h étant le coefficient d'échange convectif qui peut s'exprimer sous la forme :

$$h = Nu \frac{k}{D_H} \quad (4-69)$$

où Nu est le nombre de Nusselt.

Pour un écoulement laminaire pleinement développé dans un tube de section circulaire, $Nu = 3,66$ dans le cas où la température à la paroi T_p est constante et $Nu = 4,36$ dans le cas où la densité de flux à la paroi φ_p est constante.

Transferts thermiques dans un microcanal de silice de section circulaire constante

Afin de savoir quelle hypothèse au niveau de la paroi est la plus adaptée, nous avons comparé les résistances thermiques lors d'un écoulement de liquide dans un microcanal de silice dans les deux cas extrêmes $T_p = Cte$ et $\varphi_p = 0$. Afin de simplifier le problème, nous avons négligé la couche de polyimide recouvrant les tubes de silices.

Le transfert thermique entre le milieu ambiant de température T_∞ et un liquide à l'intérieur d'un microcanal à la température moyenne T_{moy} se décompose de la manière suivante (Figure 4.43) :

- Convection entre le milieu extérieur et la paroi extérieure du microcanal avec une résistance thermique de convection $R_{t,conv}^e$:

$$R_{t,conv}^e = \frac{1}{2\pi R_e l h_e} \quad (4-70)$$

R_e étant le rayon extérieur du tube, l la longueur du canal et h_e le coefficient d'échange convectif du milieu extérieur (air).

- Conduction à travers la paroi du tube de silice :

L'équation de Laplace devient dans ce cas :

$$\frac{d^2 T}{dr^2} + \frac{1}{r} \frac{dT}{dr} = 0 \quad (4-71)$$

Les conditions limites au niveau de la paroi extérieure $T(R_e) = T_e$ et au niveau de la paroi intérieure $T(R_i) = T_i$ permettent d'obtenir l'expression de la résistance thermique de conduction $R_{t,cond}$:

$$R_{t,cond} = \frac{\ln(R_e / R_i)}{2\pi k_{sil} l} \quad (4-72)$$

En notant T_e la température au niveau de la paroi extérieure de rayon R_e , T_i la température au niveau de la paroi intérieure de rayon R_i et k_{sil} la conductivité thermique de la silice.

- Convection à travers le liquide à l'intérieur du canal avec une résistance thermique $R_{t,conv}^i$:

$$R_{t,conv}^i = \frac{1}{2\pi R_i l h_i}, \quad (4-73)$$

h_i le coefficient d'échange convectif du fluide en écoulement.

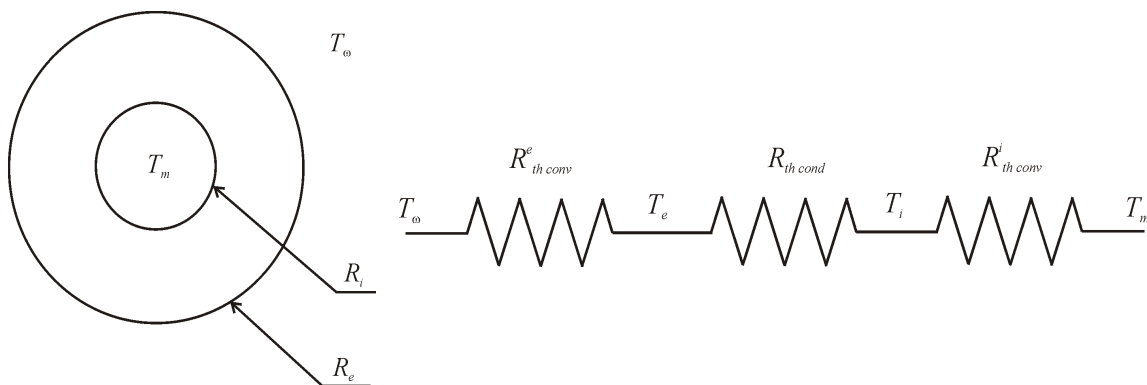


Figure 4.43 : Schéma du canal et de son équivalent en termes de résistances thermiques

La comparaison des différentes résistances permet d'identifier la nature de l'échange thermique.

- Dans le cas d'un écoulement dans un microtube de silice de diamètre intérieur de $75 \mu\text{m}$, de diamètre extérieur $375 \mu\text{m}$ à la température de 300 K , la résistance thermique de conduction par unité de longueur de la paroi est $R_{t,cond} l = 1,856 \times 10^{-1} \text{ K.W}^{-1}$ ($k_{sil} = 1,38 \text{ J.K}^{-1}.\text{m}^{-1}$). Les résistances thermiques de convection par unité de longueur pour un écoulement d'eau ($k_{eau} = 0,6062 \text{ J.K}^{-1}.\text{m}^{-1}$) et un écoulement d'iso-propanol ($k_{isop} = 0,135 \text{ J.K}^{-1}.\text{m}^{-1}$) sont recensés dans le tableau ci-dessous. Elles sont d'un ordre de grandeur comparable à celui de la résistance thermique de conduction.

Liquide		$R_{t,conv}^i$ (K.W ⁻¹)
Isotherme	Eau	$1,43 \times 10^{-1}$
	Iso-propanol	$6,44 \times 10^{-1}$
Adiabatique	Eau	$1,2 \times 10^{-1}$
	Iso-propanol	$5,41 \times 10^{-1}$

Tableau 4.4 : Résistances thermiques de convection

- Par contre, $R_{t,conv}^e \gg R_{t,conv}^i$, car le coefficient d'échange convectif du fluide en écoulement h_i est nettement supérieur à celui du gaz h_e . Par exemple la convection forcée d'eau dans un même tube de 75 μm de diamètre intérieur et de 375 μm de diamètre extérieur donne un coefficient d'échange convectif $h_i = 2,96 \times 10^4 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ dans le cas de paroi isotherme. Le coefficient d'échange convectif de l'air en convection libre est de l'ordre de $h_e = 10 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$, la résistance thermique est alors $R_{t,conv}^e = 85 \text{ K.W}^{-1}$.

La majeure partie de la résistance thermique se situe à l'extérieur du canal. L'hypothèse de paroi adiabatique semble donc la plus appropriée. Des auteurs [Judy *et al.*, 2002 ; Koo et Kleinstreuer, 2004] justifient cette hypothèse en considérant la paroi du canal comme un isolant à cause de la faible conductivité thermique de la silice. Cependant lorsque la surface d'échange est agrandie et que le matériau dans lequel les microcanaux sont gravés est un bon conducteur, (cas de canaux en silicium), l'hypothèse de paroi isotherme peut être la plus adaptée.

Suivant le liquide en écoulement, la résistance thermique de convection peut être du même ordre de grandeur que celle de conduction (eau) ou peut être nettement supérieure (iso-propanol). Ainsi les hypothèses à considérer sur la condition limite à la paroi dépendent du liquide en écoulement.

Nous avons considéré lors de notre étude deux cas extrêmes de conditions limites : le premier est lorsque la paroi est isotherme et le second lorsque qu'elle est adiabatique, hypothèse la plus courante dans la littérature [Koo et Kleinstreuer, 2004 ; Morini, 2005 ; Xu *et al.*, 2002]

Paroi isotherme

Lorsque les parois sont isothermes, la température du fluide $T(0,t)$ au niveau de cette paroi sera la même que celle de la paroi T_p .

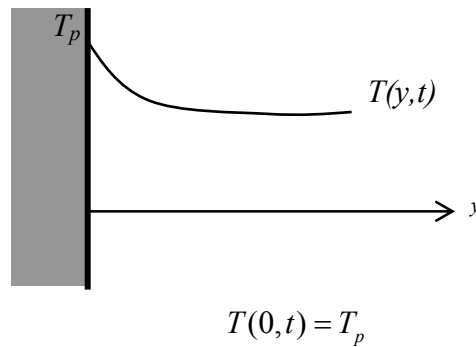


Figure 4.44 : Condition limite isotherme

Paroi adiabatique

Lorsque la paroi est adiabatique, il n'y a pas d'échange de chaleur entre la paroi et le fluide, le gradient de température y est alors nul.

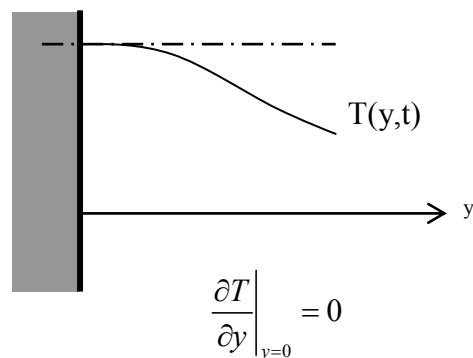


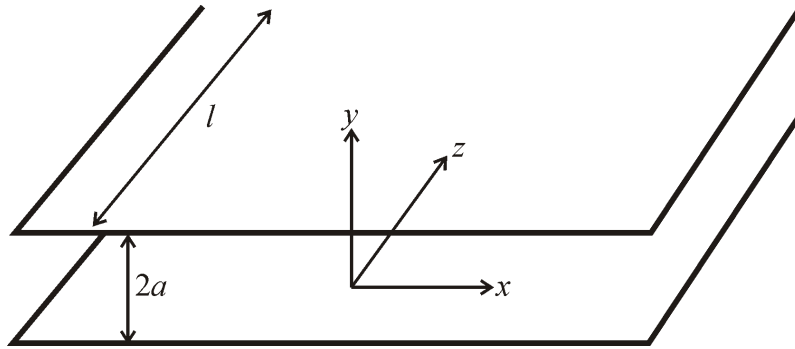
Figure 4.45: Condition limite adiabatique

4.2.2.4. Applications à l'écoulement dans des microcanaux

Nous avons réalisé une modélisation analytique de la dissipation visqueuse afin d'expliquer les résultats expérimentaux décrits dans le paragraphe 4.2.4. Pour simplifier la résolution des équations, nous avons posé quelques hypothèses simplificatrices qui sont ensuite vérifiées grâce à un modèle numérique. Ces hypothèses sont :

- l'écoulement unidirectionnel est pleinement développé dans la direction z (hydrodynamiquement et thermiquement),
- les longueurs d'établissement sont supposées négligeables devant la longueur l du canal,
- le fluide garde des propriétés constantes (ρ , c_p et μ).

Écoulement entre deux plaques planes parallèles



On considère un écoulement pleinement développé vérifiant $\vec{v} = u_z(y)\vec{z}$. Le terme de dissipation visqueuse par unité de volume se réduit alors à :

$$\mu\phi = \mu \left(\frac{\partial u_z}{\partial y} \right)^2 \quad (4-74)$$

L'équation de l'énergie devient alors :

$$\rho c_p \left(u_z \frac{\partial T}{\partial z} \right) = k \left(\frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right) + \mu \left(\frac{\partial u_z}{\partial y} \right)^2 \quad (4-75)$$

où c_p est la capacité thermique à pression constante du fluide.

Condition de paroi isotherme

Les conditions limites lorsque les deux parois ont des températures différentes sont : $T(a) = T_1$ et $T(-a) = T_2$.

Avec une telle hypothèse, le gradient de température suivant la direction de l'écoulement, $\frac{\partial T}{\partial z}$ n'est pas constant. L'équation (4-75) n'a donc pas de solution analytique et nécessite une résolution numérique.

Condition de paroi adiabatique

En présence de dissipation visqueuse, un bilan énergétique sur une tranche de fluide d'épaisseur dz donne :

$$\phi(z + dz) - \phi(z) = \iint_{z+dz} \rho c_p T u dz S - \iint_z \rho c_p T u dz S = \mu\Phi \quad (4-76)$$

avec

$$\mu\Phi = \iint_S \mu\phi dS dz \quad (4-77)$$

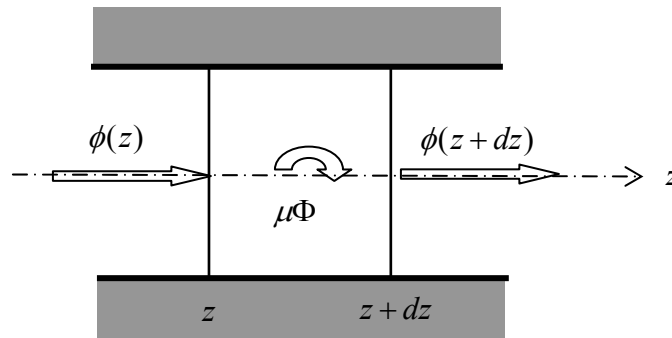


Figure 4.46: Bilan énergétique sur une tranche d'épaisseur dz

En considérant les propriétés du liquide constantes, cette équation peut s'exprimer :

$$u_{moy} S T_{moy}(z + dz) - u_{moy} S T_{moy}(z) = \frac{\mu\Phi}{\rho c_p} \quad (4-78)$$

où u_{moy} est la vitesse moyenne dans la section donnée par :

$$u_{moy} = -\frac{1}{3} \frac{a^2}{\mu} \frac{\partial P}{\partial z} \quad (4-79)$$

Par intégration de l'équation (4-74), la dissipation visqueuse s'écrit :

$$\mu\Phi = \frac{1}{\mu} \left(\frac{\partial P}{\partial z} \right)^2 \frac{a^2}{3} S dz \quad (4-80)$$

où $S = 2a dx$ est la section du canal.

L'équation (4-78) devient alors :

$$u_{moy} S T_{moy}(z + dz) - u_{moy} S T_{moy}(z) = \frac{a^2}{3\mu\rho c_p} \left(\frac{\partial P}{\partial z} \right)^2 S dz \quad (4-81)$$

ou encore :

$$\frac{\partial T_{moy}}{\partial z} = \frac{a^2}{3\rho c_p u_{moy} \mu} \left(\frac{\partial P}{\partial z} \right)^2 \quad (4-82)$$

En remplaçant l'expression de la vitesse moyenne dans cette équation, on trouve finalement :

$$\frac{\partial T_{moy}}{\partial z} = -\frac{1}{\rho c_p} \left(\frac{\partial P}{\partial z} \right) \quad (4-83)$$

A partir de la condition d'écoulement pleinement développé (4-61) et pour des propriétés du fluide constantes, la relation entre les gradients de température est vérifiée même en présence de dissipation visqueuse :

$$\frac{\partial T_{moy}}{\partial z} = \frac{\partial T_p}{\partial z} = \frac{\partial T}{\partial z} \quad (4-84)$$

La relation (4-83) se généralise alors à :

$$\frac{\partial T_{moy}}{\partial z} = \frac{\partial T_p}{\partial z} = \frac{\partial T}{\partial z} = -\frac{1}{\rho c_p} \frac{\partial P}{\partial z} \quad (4-85)$$

L'équation de l'énergie (4-75) se simplifie alors en :

$$\rho c_p \left(u_z \frac{\partial T}{\partial z} \right) = k \left(\frac{\partial^2 T}{\partial y^2} \right) + \mu \left(\frac{\partial u_z}{\partial y} \right)^2 \quad (4-86)$$

Les conditions limites adiabatiques se traduisent par :

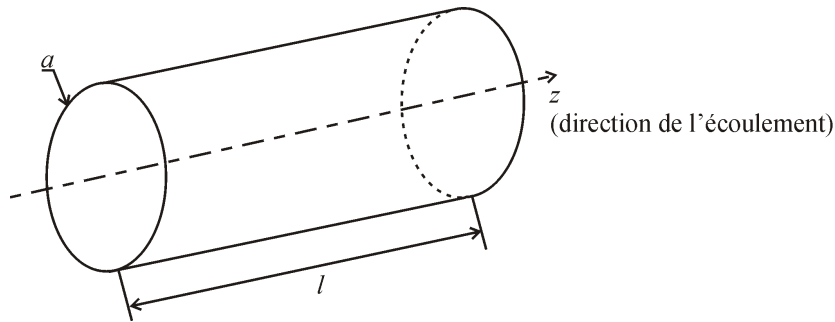
- $\frac{\partial T}{\partial y} \Big|_{y=\pm a} = 0,$

La résolution de l'équation (4-86) mène à l'expression de la température $T(y,z)$:

$$T(y,z) = \frac{y^2}{4\mu k} \left(\frac{\partial P}{\partial z} \right)^2 \left(a^2 - \frac{y^2}{2} \right) + C_2(z), \quad (4-87)$$

la constante d'intégration $C_2(z)$ dépendant de la position suivant l'axe z le long du canal.

Écoulement dans des microtubes



Le terme de dissipation visqueuse, dépendant seulement de la vitesse s'écrit

$$\mu \phi = \mu \left(\frac{\partial u_z}{\partial r} \right)^2 \quad (4-88)$$

L'équation de la chaleur devient alors :

$$\rho c_p \left(u_z \frac{\partial T}{\partial z} \right) = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(k \frac{\partial T}{\partial r} \right) + k \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} + \mu \left(\frac{\partial u_z}{\partial r} \right)^2 \quad (4-89)$$

Conditions isothermes :

Les conditions limites isothermes sont :

- $T(a) = T_1$
- $\frac{\partial T}{\partial r} \Big|_{r=0} = 0.$

Conditions adiabatiques

Par un raisonnement similaire à celui présenté pour les plaques planes, l'évolution de la température moyenne est décrite par l'équation :

$$\frac{\partial T_{moy}}{\partial z} = \frac{a^2}{8\rho c_p u_{moy} \mu} \left(\frac{\partial P}{\partial z} \right)^2 \quad (4-90)$$

La vitesse moyenne dans une conduite de section circulaire s'écrivant :

$$u_{moy} = -\frac{1}{8} \frac{a^2}{\mu} \frac{\partial P}{\partial z} \quad (4-91)$$

On obtient la même expression que dans le cas d'écoulement entre plaques parallèles :

$$\frac{\partial T_{moy}}{\partial z} = -\frac{1}{\rho c_p} \left(\frac{\partial P}{\partial z} \right) \quad (4-92)$$

L'évolution $T(r,z)$ de la température dans une section est alors décrite par l'équation :

$$T(r,z) = \frac{r^2}{16\mu k} \left(\frac{\partial P}{\partial z} \right)^2 \left(R^2 - \frac{r^2}{2} \right) + C_2(z) \quad (4-93)$$

La constante $C_2(z)$ peut s'exprimer en fonction de la température moyenne $T_{moy}(z)$. Cette relation est obtenue en remplaçant l'expression de la température $T(y,z)$ (4-93) dans l'équation exprimant la température moyenne (4-62) et en intégrant. On obtient alors l'expression de $C_2(z)$:

$$C_2(z) = -\frac{1}{64} \frac{a^4}{\mu k} \left(\frac{\partial P}{\partial z} \right)^2 - T_{moy}(z) \quad (4-94)$$

$T_{moy}(z)$ pouvant s'exprimer en fonction de la différence de pression à partir de (4-92) :

$$T_{moy}(z) = -\frac{\Delta P}{l\rho c_p} z + T_{e moy}, \quad (4-95)$$

$T_{e moy}$ étant la température moyenne à l'entrée du canal.

L'expression de la température dans le canal se met alors sous la forme :

$$T(r,z) = \frac{1}{16\mu k} \left(\frac{\partial P}{\partial z} \right)^2 \left(a^2 r^2 - \frac{r^4}{2} - \frac{a^4}{4} \right) + \frac{\Delta P}{l\rho c_p} z + T_{e moy} \quad (4-96)$$

A partir des équations (4-93), (4-94) et (4-95), la variation de température dans la section d'un tube de 10 cm de long et de 75 μm de large est tracée pour différentes positions z dans le long du canal sur la Figure 4.47. Le liquide en écoulement est de l'iso-propanol. La température à l'entrée du canal est $T_{e moy} = 300 \text{ K}$. Pour une différence de pression de 100 bars, la différence de température moyenne ΔT_{moy} entre l'entrée et la sortie du canal est de 4,93 K.

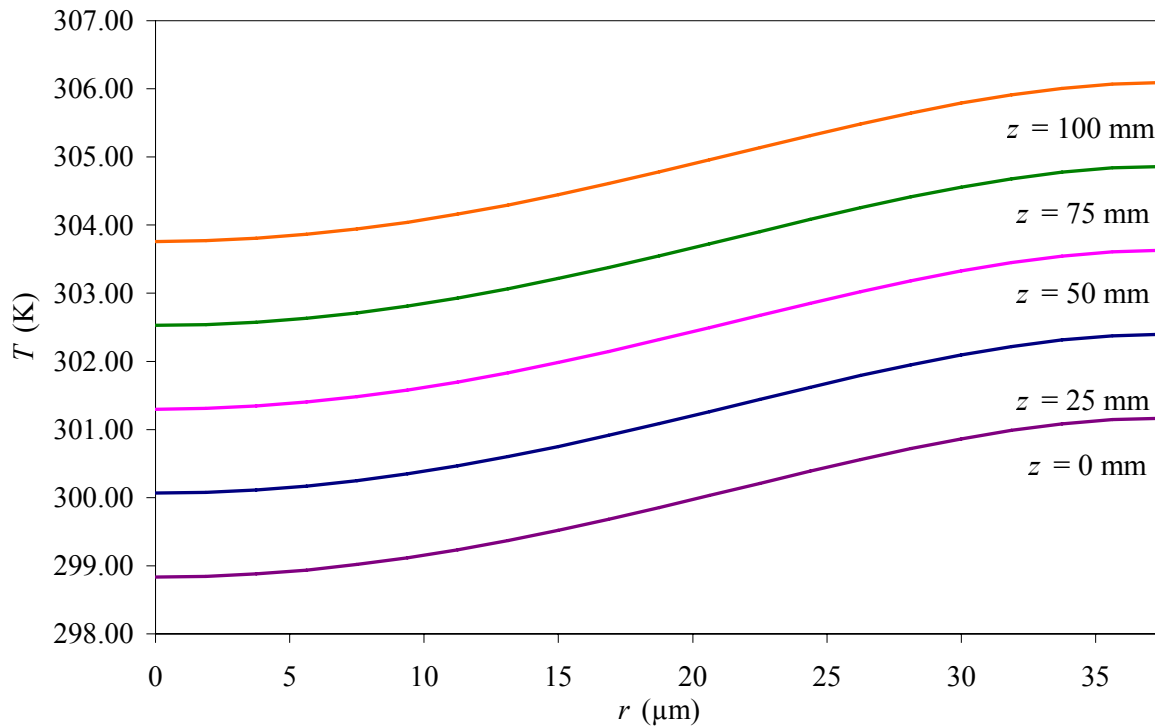


Figure 4.47: Evolution de la température dans une section de circulaire 75 µm de diamètre et de longueur de 10 cm pour une différence de pression de 100 bars

Le profil de température reste le même le long du canal et se translate seulement grâce à l'intervention du terme $C_2(z)$. La température en proximité des parois est plus élevée qu'au centre, du fait de la condition adiabatique.

En intégrant cette variation locale de température à la loi d'Arrhénius, il est possible de suivre l'évolution de la viscosité dans chaque section le long de la canalisation (Figure 4.48). Comme nous pouvions nous y attendre, la viscosité est d'autant plus faible que la température dans le canal est élevée.

Cette viscosité variable agit sur la vitesse dans le canal. Afin d'avoir une première estimation de la vitesse et du débit d'écoulement, nous avons considéré que l'écoulement avait une température moyenne médiane $T_{m, moy}$ égale à :

$$T_{m, moy} = \frac{T_{e, moy} + T_{s, moy}}{2} \quad (4-97)$$

où $T_{e, moy}$ et $T_{s, moy}$ sont les températures moyennes à l'entrée et à la sortie de canal.

Nous avons donc pu estimer une viscosité moyenne μ_{moy} constante du liquide en écoulement :

$$\mu_{moy} = \mu(T_{m,moy}) . \quad (4-98)$$

L'expression de l'équation bilan de quantité de mouvement donnée par l'équation (1-5) reste encore valable et donne une vitesse dans le canal de la forme :

$$u(r) = -\frac{1}{4\mu_{moy}}(r^2 - a^2) \frac{\partial P}{\partial z} \quad (4-99)$$

et un débit moyen

$$Q_{moy} = -\frac{\pi a^4}{8\mu_{moy}} \frac{\partial P}{\partial z} \quad (4-100)$$

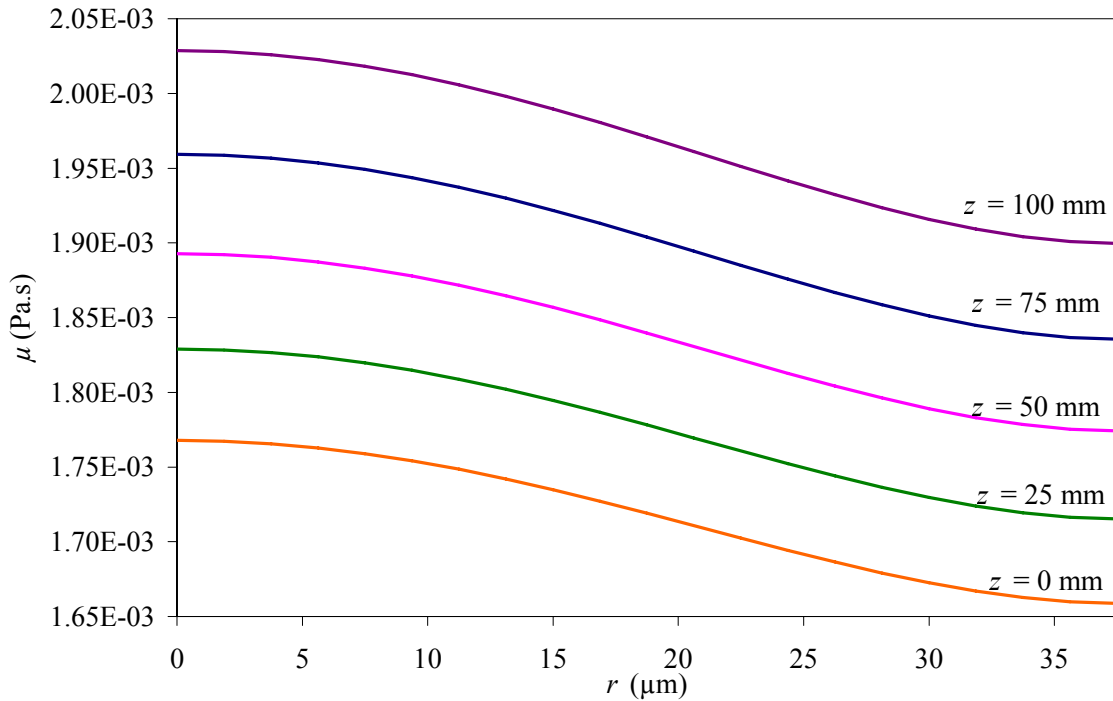


Figure 4.48 : Variation de la viscosité dans le canal

Pour avoir une meilleure description analytique, il faut considérer lors de la résolution des équations de conservation de la masse et de conservation de l'énergie que la viscosité varie suivant le rayon du canal. Le problème à résoudre se réduit alors à un système :

$$\begin{cases} \frac{\partial P}{\partial z} = \frac{\partial}{\partial y} \left(\mu(y) \frac{\partial u_z(y)}{\partial y} \right) \\ \rho c_p \left(u_z \frac{\partial T}{\partial z} \right) = k \left(\frac{\partial^2 T}{\partial y^2} \right) + \mu(y) \left(\frac{\partial u_z}{\partial y} \right)^2 \end{cases} \quad (4-101)$$

4.2.3. Modèle numérique

Nous avons réalisé un modèle numérique avec le logiciel Gambit / Fluent afin de vérifier les hypothèses simplificatrices qui nous ont permis d'obtenir une résolution analytique. De plus, le modèle numérique nous fournit des informations supplémentaires comme les longueurs d'établissement hydraulique et thermique et nous permet de traiter des conditions plus complexes en résolvant les équations couplées (4-101) ou la condition limite de paroi isotherme.

4.2.3.1. Maillage

Nous avons représenté un canal de diamètre $51,2 \mu\text{m}$ et une longueur de 10 cm que nous avons utilisé lors des essais dans lequel s'écoule de l'iso-propanol. Une demi-section du canal est représentée avec une condition d'axisymétrie.

Nous avons comparé deux types de maillage de cette section afin de voir l'influence de la taille des mailles sur le modèle :

- Le premier est constitué de 19 000 cellules et est de plus en plus raffiné en proximité de la paroi (Figure 4.49),
- Le second a 400000 cellules espacées régulièrement (Figure 4.50) (20 cellules sur la hauteur du canal \times 20 000 cellules suivant la longueur).

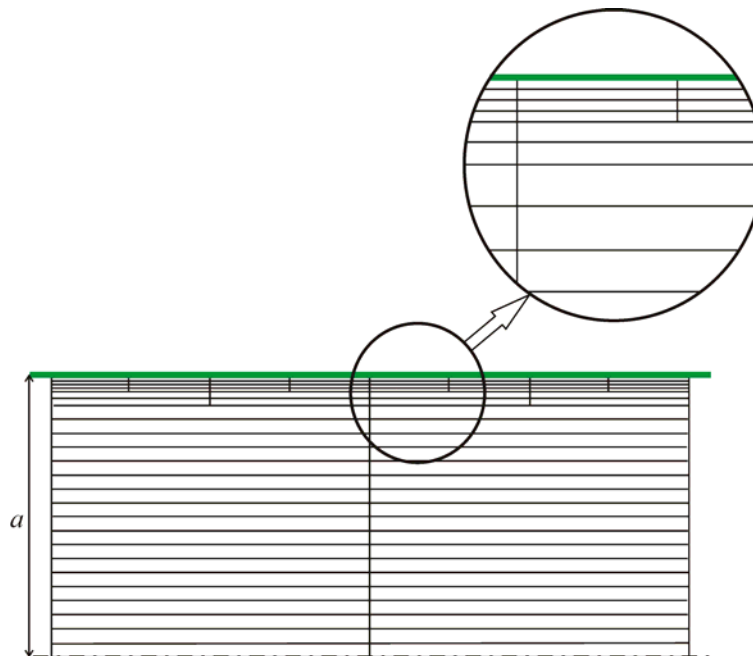


Figure 4.49 : Détail du premier maillage

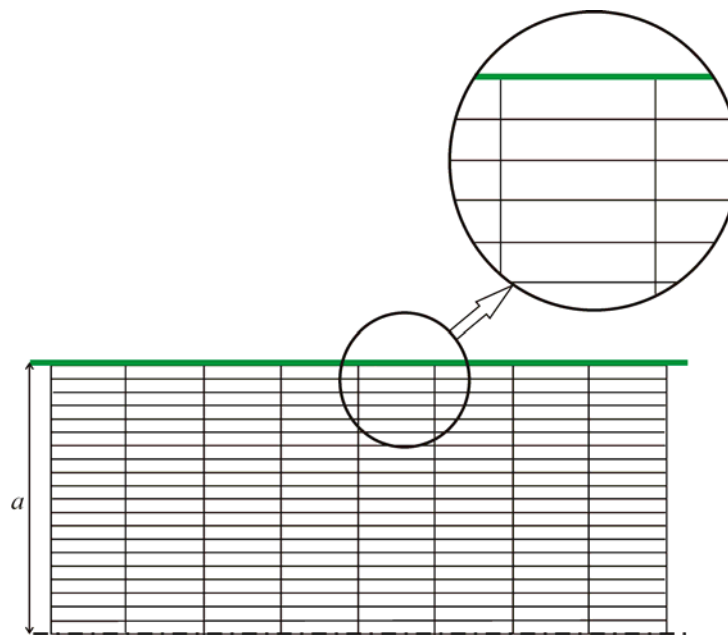


Figure 4.50 : Détail du second maillage

4.2.3.2. *Écoulement sans dissipation visqueuse*

Débits

Afin de comparer les modèles, nous avons simulé le cas d'un écoulement soumis à un gradient de pression de 78,2 bars dans le canal de section circulaire de 51,2 μm de diamètre et de 100 mm de long, sans prendre en compte la dissipation visqueuse. Les débits obtenus sont recensés dans le tableau suivant (Tableau 4.5) et comparés avec le débit analytique obtenu par application de l'équation (1-7).

Modèle	Débit ($\text{kg}\cdot\text{s}^{-1}$)
Analytique	$4,937 \times 10^{-6}$
Modèle 1	$4,996 \times 10^{-6}$
Modèle 2	$4,999 \times 10^{-6}$

Tableau 4.5 : Débits obtenus par les différents modèles

Les différences obtenues entre les débits numériques et le débit analytique viennent de la longueur d'établissement que le logiciel prend en compte et du maillage. Le temps de calcul étant nettement plus important dans le second maillage (environ 5 fois plus long), nous utilisons donc pour la suite le maillage de 19 000 cellules.

Longueur d'établissement hydrodynamique

Le calcul sous Fluent nous permet de vérifier la longueur d'établissement. Dans les mêmes conditions que celles décrites précédemment, la longueur d'établissement hydrodynamique est de 0,4 mm ($\pm 0,2$ mm) ce qui est le même résultat que celui obtenu par la formule (4-58).

Cette longueur est très courte, ce qui permet de dire qu'une bonne approximation est faite en considérant l'écoulement établi hydrodynamiquement.

4.2.3.3. *Prise en compte de la dissipation visqueuse*

Deux méthodes de résolution sont étudiées et comparées à la résolution analytique :

- Une introduisant un terme de dissipation visqueuse dans l'équation de la chaleur et en conservant une viscosité constante,
- L'autre en introduisant le terme de dissipation visqueuse et une viscosité variable en fonction de la température.

La grande longueur du canal comparée à son diamètre nous oblige à résoudre les équations couplées et utiliser le mode « Coupled » de Fluent au lieu du mode de résolution « Segregated » utilisé habituellement.

Le cas d'une paroi isotherme revient à résoudre l'équation (4.75). La viscosité est dans ce cas également considérée comme variable en fonction de la température. La température au niveau des parois est considérée comme étant la température moyenne à l'entrée du canal.

Afin de comparer les différents modèles, un cas test a été modélisé. Il correspond à un écoulement engendré par une différence de pression de 78,2 bars entre l'entrée et la sortie d'un canal de 51,2 μm de diamètre et de 101 mm de long. La température moyenne à l'entrée est $T_{e,moy} = 298,25$ K

Longueur d'établissement

Le tableau suivant regroupe les différentes longueurs d'établissement obtenues grâce aux équations (4-58) et (4-59) et aux différents modèles numériques.

Modèle	$L_{e,h}$ (mm)	$L_{e,t}$ (mm)
Equations (4-58) et (4-59)	0,8	31,6
Numérique sans dissipation visqueuse, paroi adiabatique	0,4	0
Numérique avec dissipation visqueuse, paroi adiabatique	0,8	8
Numérique avec dissipation visqueuse, paroi isotherme	25	30

Tableau 4.6 : Longueurs d'établissement hydrodynamique et thermique obtenues par les différents modèles

En présence de dissipation visqueuse, la longueur d'établissement hydrodynamique est supérieure à celle trouvée sans présence de dissipation visqueuse. En considérant la paroi isotherme, la longueur d'établissement est nettement supérieure à celle obtenue dans les autres cas. Cependant, la variation de température est beaucoup plus faible avec cette hypothèse ($\Delta T_{moy} = 0,15$ K) qu'avec une hypothèse de paroi adiabatique ($\Delta T_{moy} = 3,85$ K). En effet dans le premier cas (paroi isotherme), le flux de chaleur au niveau de la paroi est constant et la température devient également constante à partir d'une certaine longueur dans le canal. Dans le cas d'une paroi adiabatique, aucune chaleur n'est évacuée, la température ne cesse alors d'augmenter provoquant une variation non négligeable de la viscosité.

Ces résultats des modélisations permettent de voir que peu d'erreurs sont commises dans le modèle analytique en considérant que l'écoulement est pleinement développé dès l'entrée du canal.

Débits

Les débits trouvés avec chacun des modèles sont recensés dans le tableau suivant pour le cas test.

Modèle	Débits ($\text{kg}\cdot\text{s}^{-1}$)
Analytique sans dissipation	$4,937 \times 10^{-6}$
Numérique sans dissipation	$4,996 \times 10^{-6}$
Numérique avec dissipation, viscosité constante, paroi adiabatique	$4,987 \times 10^{-6}$
Numérique avec dissipation, viscosité variable, paroi adiabatique	$5,281 \times 10^{-6}$
Analytique, paroi adiabatique	$5,208 \times 10^{-6}$
Numérique avec dissipation, viscosité variable, paroi isotherme	$4,995 \times 10^{-6}$
Expérimental	$5,196 \times 10^{-6}$

Tableau 4.7 : Débits massiques obtenus par les différents modèles

D'après les valeurs numériques, pour les conditions utilisées, la dissipation visqueuse serait donc à l'origine d'une augmentation de 5% du débit.

Température moyenne

Pour les deux modèles, un relevé de la température moyenne le long de l'axe central permet de vérifier la relation (4-92) :

$$\frac{\partial T_{moy}}{\partial z} = -\frac{1}{\rho c_p} \left(\frac{\partial P}{\partial z} \right) \quad (4-102)$$

Profil de température

L'évolution du profil de température dans une section donnée montre également le faible écart entre la résolution analytique et les modèles numériques (Figure 4.51).

Les résultats numériques permettent de confirmer que les approximations faites pour l'élaboration du modèle analytique sont tout à fait convenables. Nous confronterons donc les données expérimentales à des valeurs calculées grâce à ce modèle.

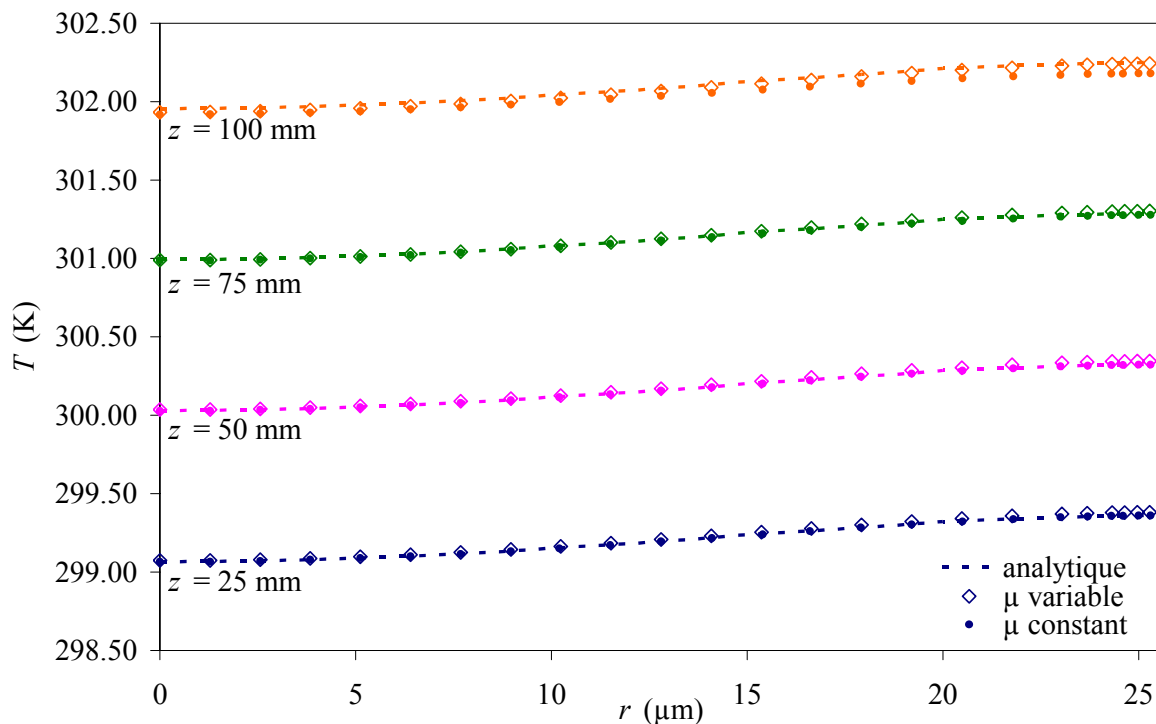


Figure 4.51 : Profils de température obtenus avec les différentes méthodes de résolution pour différentes positions le long de l'axe \$z\$ pour \$D = 51,2 \mu\text{m}\$,

\$l = 100 \text{ mm}\$, \$\Delta P = 78,23 \text{ bars}\$ et \$T_{e, moy} = 298,25 \text{ K}\$

4.2.4. Expériences menées

4.2.4.1. Description des essais

Le banc d'essais utilisé a été décrit au chapitre 2. Les expériences ont consisté à imposer un débit constant grâce au pousse-seringue relié à l'entrée du microcanal. La sortie est reliée au banc d'essais (au système de mesure par déplacement du ménisque) permettant de conserver une double mesure du débit. La pression amont est mesurée grâce à un capteur de pression situé dans le plot où est connectée l'entrée du canal. La pression en aval du microcanal et la température sont mesurées simultanément au niveau du plot situé en sortie du canal.

Des essais ont été réalisés avec de l'eau distillée et de l'iso-propanol s'écoulant dans des microtubes de diamètre allant de 75 μm à 10 μm . La gamme de pression utilisée va de quelques bars à environ 90 bars, la gamme de débit de $3 \times 10^{-12} \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ à $3 \times 10^{-8} \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ suivant la taille des canaux utilisés. Afin de garantir une meilleure précision dans la mesure de la pression, le capteur HKM 375-35 A est utilisé pour la mesure de pressions de 3 à 35 bars et HKM 375-140SG pour les pressions supérieures à 35 bars.

Les diamètres des canaux sont vérifiés par une analyse d'images prises par une caméra CCD sur laquelle est monté un zoom et un objectif de grandissement 10. Les longueurs sont mesurées grâce à un pied à coulisse. La précision de ces mesures est de 0,1 μm pour les diamètres et de 0,1 mm pour les longueurs.

Comme il a été expliqué au chapitre 2, l'incertitude relative sur la mesure du débit avec le banc est de 3%. Les incertitudes relatives sur la mesure de la pression varient suivant le capteur de pression utilisé et la pression étudiée, dans le pire des cas, elles sont estimées à 4%.

4.2.4.2. Résultats

Les résultats obtenus pour un canal de 75 μm de diamètre, 100 mm de long, avec de l'eau distillée sont tracés sur la Figure 4.52.

On ne distingue pas de différence notable entre le débit Q_{exp} obtenu expérimentalement pour de l'eau et de l'iso-propanol et le débit théorique Q_{th} correspondant. Le diamètre réel du canal a été mesuré à 73,8 μm et sa longueur à 101 mm.

Le graphe représenté en Figure 4.53 montre qu'à ce diamètre et aux pressions atteintes, la dissipation visqueuse aurait dû avoir une incidence sur le débit mesuré. Ce que nous ne remarquons pas avec les résultats expérimentaux.

Des essais ont également été réalisés avec de l'iso-propanol dans un tube de 50 μm de diamètre, mesuré à 51,2 μm et de 100 mm de long. Les résultats sont présentés Figure 4.54. Un écart plus net apparaît entre le débit théorique Q_{th} et le débit expérimental Q_{exp} . Le tracé du débit obtenu en considérant la dissipation visqueuse est plus proche des points expérimentaux.

Une même tendance semble apparaître dans un tube de 10 μm de diamètre (Figure 4.55) et de longueur 30 mm.

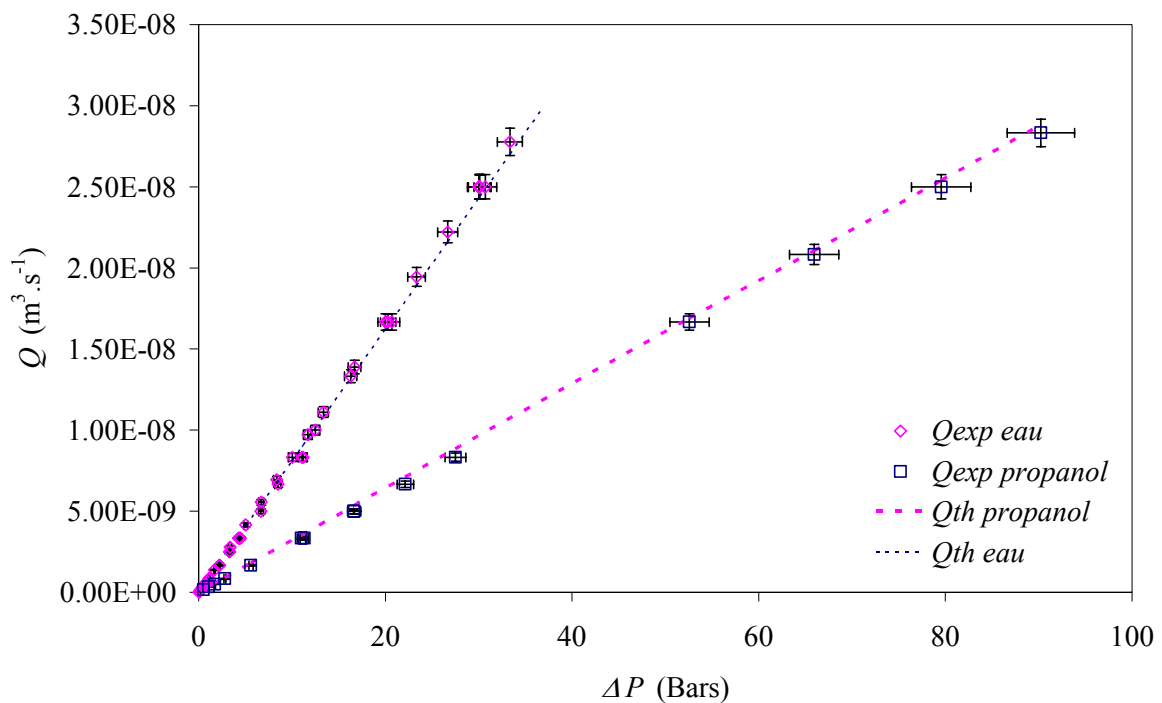


Figure 4.52: Courbes débit pression obtenues pour des canaux de 73,8 μm de diamètre et de 101 mm de long

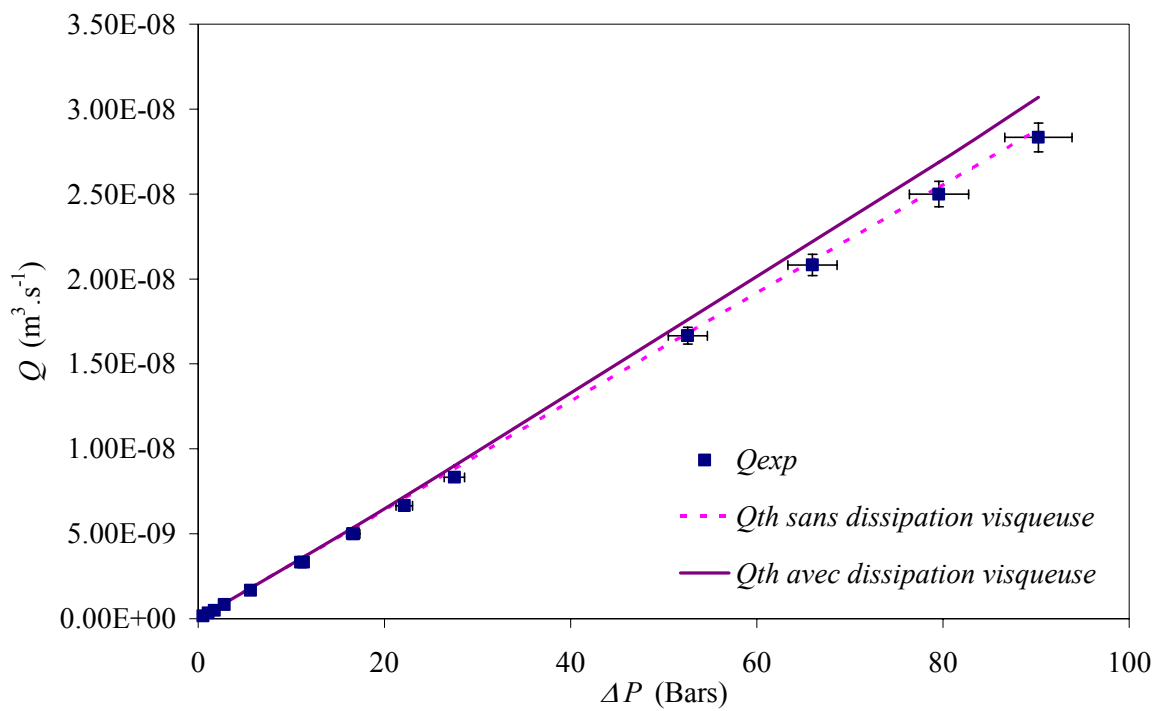


Figure 4.53 : Comparaison des débits avec et sans présence de dissipation visqueuse avec les débits expérimentaux pour le canal de diamètre $73,8 \mu\text{m}$ et de longueur 101 mm

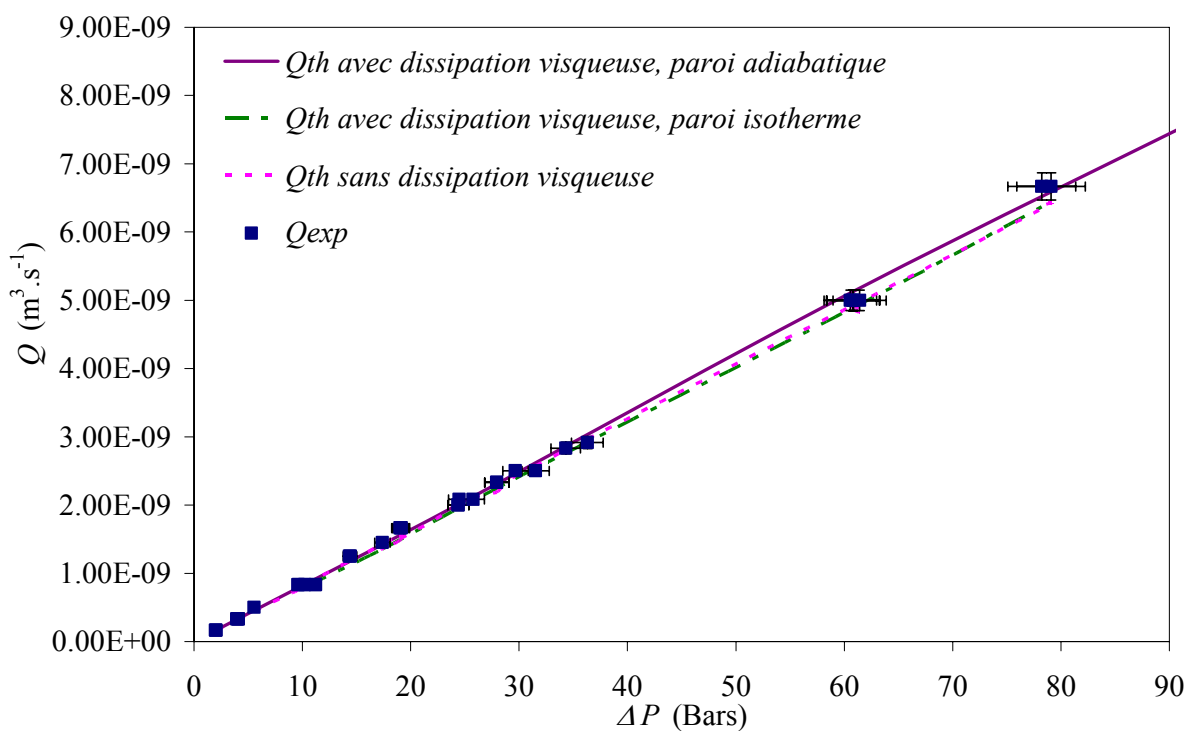


Figure 4.54 : Comparaison des débits théoriques avec et sans dissipation visqueuse et les résultats expérimentaux dans un tube de $51,2 \mu\text{m}$ de diamètre et 100 mm de long

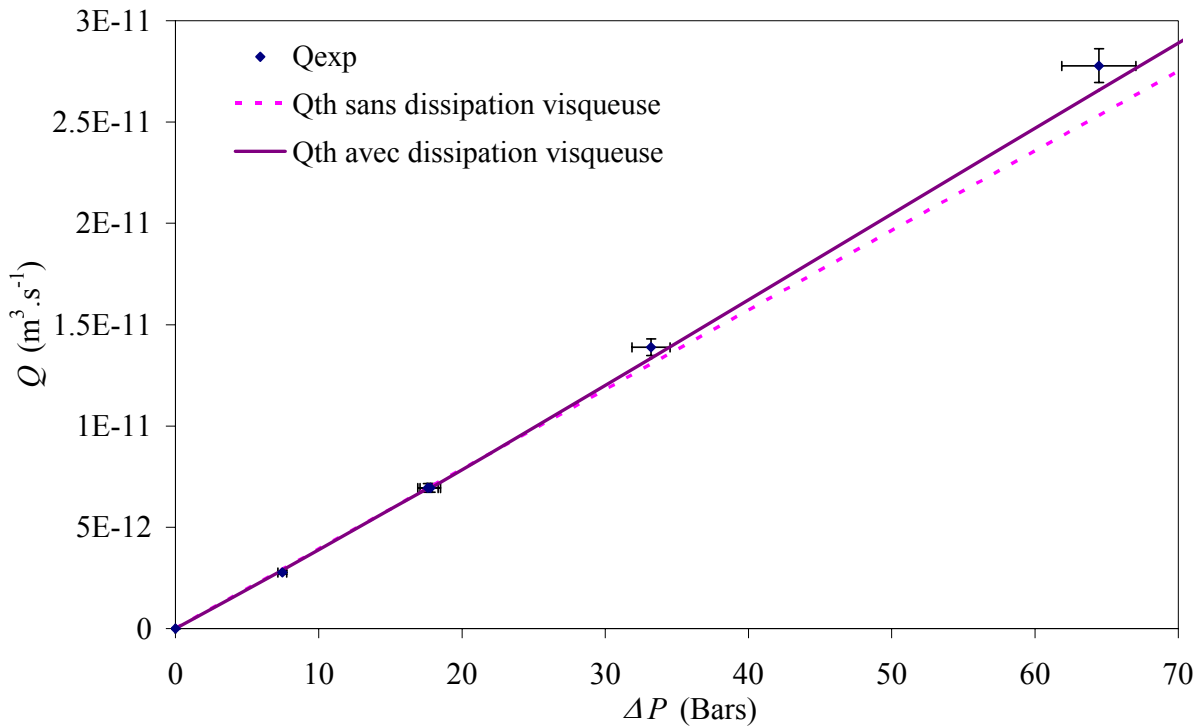


Figure 4.55 : Comparaison des débits théoriques avec et sans dissipation visqueuse et les résultats expérimentaux dans un tube de $10 \mu m$ de diamètre et $30 mm$ de long

4.2.5. Conclusion

Des essais ont été réalisés dans des microtubes de $75 \mu m$, $50 \mu m$ et $10 \mu m$ de diamètre. Un écart entre le débit expérimental et un débit théorique obtenu par la théorie de Poiseuille est notable. En effet, la relation entre ces deux paramètres, linéaire à des basses pressions devient non linéaire lorsque la différence de pression aux bornes du microcanal devient plus importante (à partir d'environ 30 bars).

Une modélisation analytique permet d'exprimer l'évolution de la température due au frottement visqueux et de calculer le débit lorsque les effets de la dissipation visqueuse ne sont pas négligeables. Les hypothèses simplificatrices utilisées pour ce modèle sont vérifiées par des modèles numériques plus complexes. La bonne adéquation des résultats numériques et des résultats analytiques valide l'utilisation du modèle analytique afin d'expliquer les résultats expérimentaux. Le débit analytique tenant compte de la dissipation visqueuse est ensuite comparé aux résultats expérimentaux obtenus et semble prédire de façon convenable ces résultats expérimentaux.

4.3. Déformation de la résine SU-8

Cette étude concerne la caractérisation de microcanaux en SU-8 obtenus par une nouvelle méthode de fabrication de réseaux microfluidiques en trois dimensions. Elle nous a permis d'aborder un phénomène sans lien direct avec la miniaturisation mais présent de plus en plus souvent dans l'étude d'écoulement dans des microcanaux : la déformation des parois sous l'effet de la pression de fluide. Depuis l'apparition des polymères (PDMS, SU-8) comme matériaux de fabrication de microsystèmes, de plus en plus d'études sur la déformation des microsystèmes sont publiées [Holden *et al.*, 2003]. En effet, les polymères ont la particularité d'avoir un module d'Young faible comparé à celui du silicium ou de la silice. Ainsi, une pression de fluide de quelques bars peut facilement les déformer. Grâce à ce phénomène, des nouvelles technologies de microsystèmes tels que des valves ont pu être créées, ne nécessitant plus l'intervention de parties mécaniques rigides mobiles. Par contre, lors de l'élaboration de réseaux microfluidiques, il est important de pouvoir prévoir la déformation du matériau afin d'éviter toute obstruction de canaux ou une mauvaise évaluation du débit.

Abgrall [Abgrall, 2006] a développé durant sa thèse de doctorat une méthode de construction de réseaux microfluidiques complexes en trois dimensions. La particularité de cette technique est d'être peu coûteuse et d'utiliser des procédés classiques. Elle permet d'obtenir des structures telles que celles décrites par la Figure 4.56.

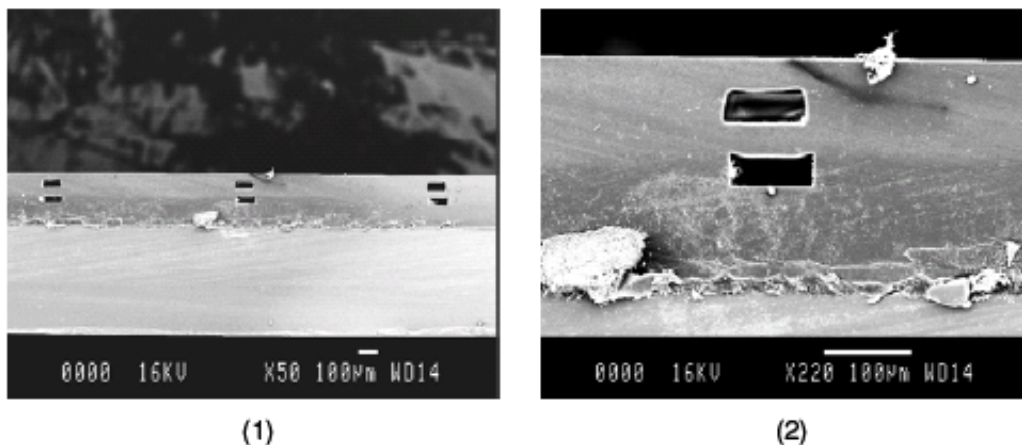


Figure 4.56: Structure de canaux en 3-D [Abgrall *et al.*, 2006]

Le problème émanant d'une telle géométrie est que la pression dans le canal inférieur peut amener celui-ci à se déformer et à venir obstruer le canal situé au-dessus comme indiqué sur la Figure 4.57. Si cette déformation est contrôlée, il est possible d'obtenir un système tel que le présente l'équipe de Quake [Unger *et al.*, 2000].

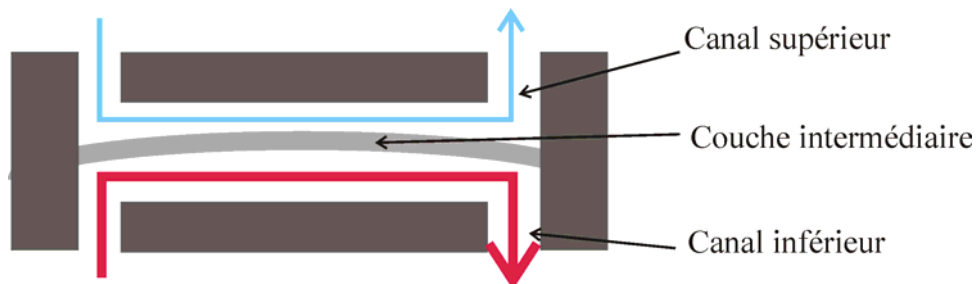


Figure 4.57 : Influence de la déformation du canal inférieur sur le débit du canal supérieur

Une simulation de la déformation de la structure par éléments finis, couplée à un modèle de l'écoulement du liquide dans des microcanaux en SU-8 d'épaisseurs différentes nous a permis de caractériser la dimension minimale à respecter pour la couche intermédiaire entre les différents canaux. La démarche et les principaux résultats sont détaillés par la suite.

4.3.1. Modélisation par Eléments Finis

Afin de réaliser une étude par éléments finis de la déformation du canal, il faut d'abord caractériser le matériau en déterminant son module d'Young.

4.3.1.1. Etude mécanique : Caractérisation du matériau

Les modules d'Young E trouvés dans la littérature diffèrent suivant le type de SU-8 et les techniques de mesures employées.

E (GPa)	Principe de mesure	Auteurs
4,254	Mesure du fléchissement d'une micro-poutre provoquée par le stylet d'un profilomètre	[Tay <i>et al.</i> , 2001]
2,7 1,9	Mesure du fléchissement d'une micro-poutre provoquée par le stylet d'un profilomètre Chargement statique d'une poutre et mesure du déplacement	[Hopcroft <i>et al.</i> , 2005]
3,8 – 5,4	Mesure d'ondes acoustiques provoquées par l'échauffement d'un rayon laser	[Yu <i>et al.</i> , 2004]
4,02	Déformation en traction	[Lorenz <i>et al.</i> , 1998]

Tableau 4.8 : Valeurs et principes de mesures du module d'Young du SU-8

Devant la disparité des résultats, nous avons cherché à caractériser le matériau utilisé pour les microcanaux à tester. Des éprouvettes de traction de dimensions normalisées ont été fabriquées par le LAAS Figure 4.58.

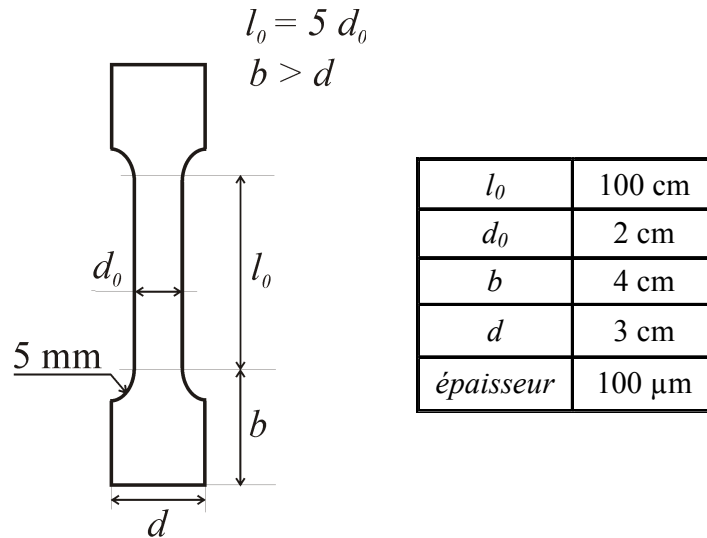


Figure 4.58 : Eprouvette normalisée de traction et dimensions utilisées

Le module d'Young a été caractérisé par un analyseur mécanique dynamique au laboratoire FEMTO de Besançon. Cette technique permet la caractérisation de matériaux viscoélastiques tels que les polymères et permet la détermination du module d'Young en fonction de la température T et de la fréquence de sollicitation f [Krawczak, 2000].

Le principe d'une telle technique est d'appliquer un déplacement sinusoïdal D_f sur un échantillon du matériau et de mesurer la force résultante F_f transmise par celui-ci [Metravib, 2006] (Figure 4.59).

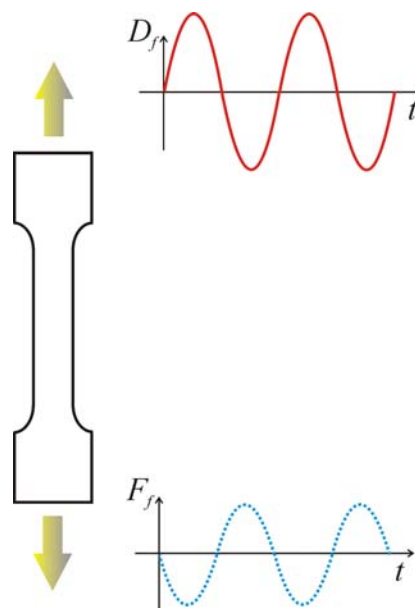


Figure 4.59: Principe d'un analyseur mécanique dynamique

La raideur K de l'éprouvette peut être ainsi déterminée :

$$K(T, f) = \frac{F_f}{D_f} \quad (4-103)$$

Si la force et le déplacement sont en déphasage, le matériau est considéré comme viscoélastique. On définit alors l'angle de déphasage δ comme l'angle de perte du matériau.

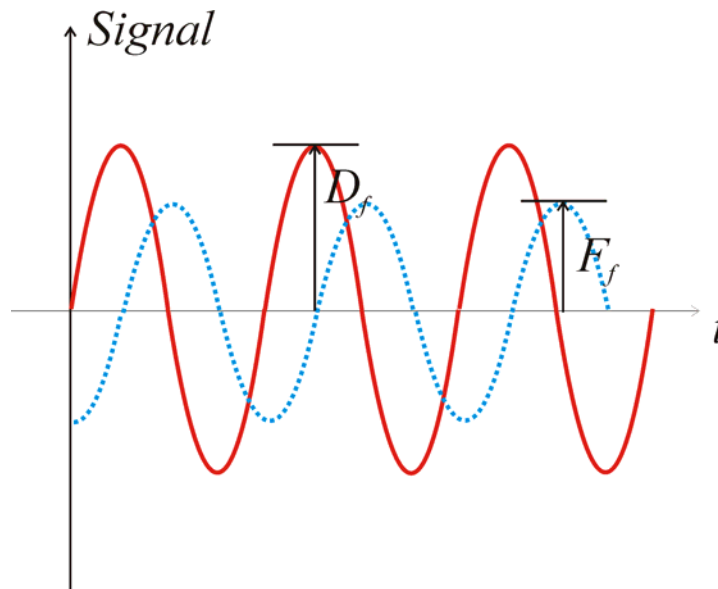


Figure 4.60 : Signaux de déplacement et de force en fonction du temps lors d'un essai par analyseur mécanique dynamique

La mesure de la rigidité $K(T, f)$ et du déphasage δ entre le signal d'entrée et de sortie permet, connaissant les dimensions de l'échantillon, de remonter aux grandeurs viscoélastiques.

Afin de caractériser notre matériau, les grandeurs à déterminer lors de tels essais sont :

- Le module élastique ou de conservation E' qui représente la rigidité et la composante élastique du matériau. Par exemple, dans le cas d'une sollicitation en traction / compression, il est calculé selon :

$$E'(T, f) = K(T, f)F_f F_g \cos \delta \quad (4-104)$$

où F_g est un facteur qui dépend de la géométrie de l'éprouvette.

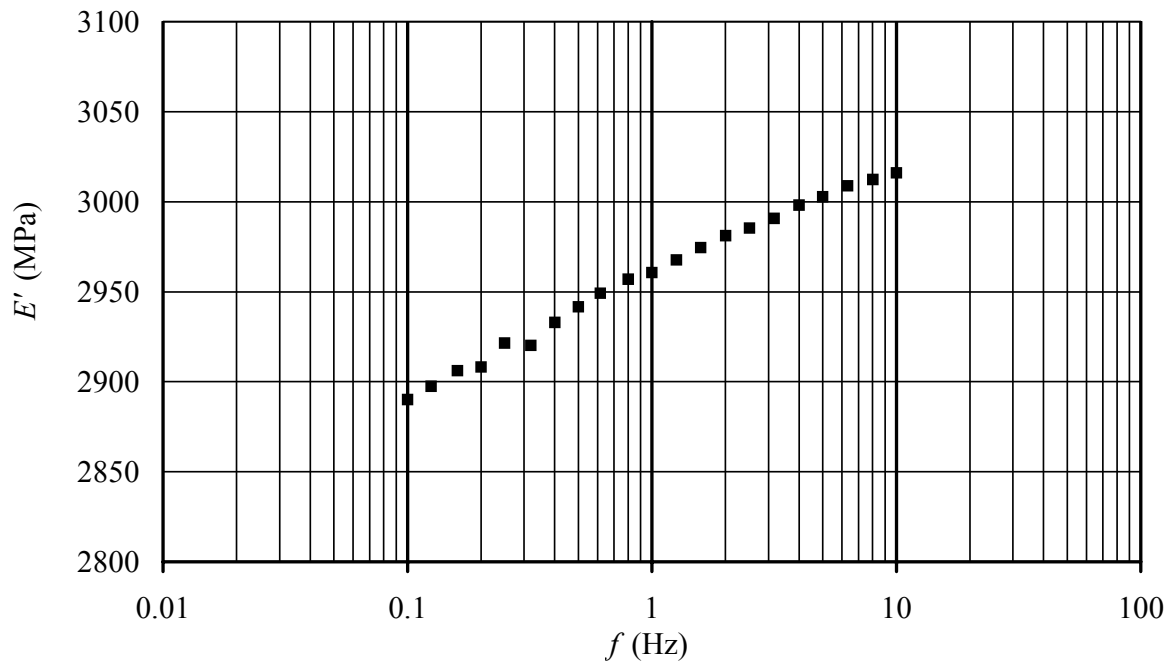


Figure 4.61 : Evolution du module élastique en fonction de la fréquence

- Le module visqueux ou de perte E'' qui représente la composante visqueuse du matériau.

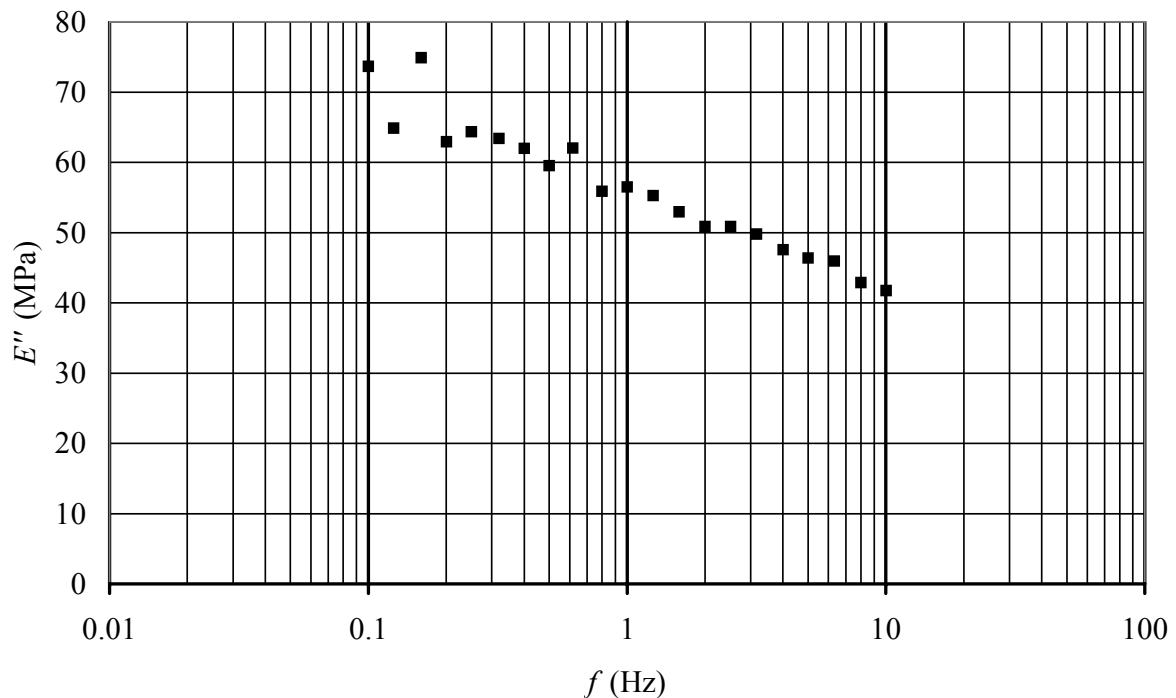


Figure 4.62 : Evolution du module visqueux en fonction de la fréquence

Le module viscoélastique du matériau E^* est un nombre complexe car un amortissement dû à la viscosité du matériau est présent. La partie réelle est le module de conservation E' et il est en phase avec le déplacement imposé, la partie imaginaire est le module de perte E'' et il est déphasé avec le déplacement.

$$E^* = E' + i E'' \quad (4-105)$$

où $i^2 = -1$.

Le module est alors obtenu par :

$$E = |E^*| = \sqrt{E'^2 + E''^2} \quad (4-106)$$

et augmente toujours si la fréquence augmente, signifiant que le matériau se raidit.

Avec les résultats obtenus lors des essais, le module d'Young de la SU-8 varie entre 2,9 GPa et 3 GPa. La valeur de 3 GPa est donc retenue pour le modèle éléments finis.

4.3.1.2. Modélisation par éléments finis

Nous avons étudié un canal tel que celui représenté sur la Figure 4.67.

L'hypothèse simplificatrice utilisée pour la modélisation est que seule la paroi supérieure se déforme et que les parois latérales sont parfaitement rigides. Le modèle par éléments finis utilisé consiste en une plaque de longueur et largeur égales à celle du microcanal (49 mm de long sur 300 μm de large). La plaque est encadrée de chaque côté et chaque élément est soumis à une pression uniforme (Figure 4.63 et Figure 4.64).

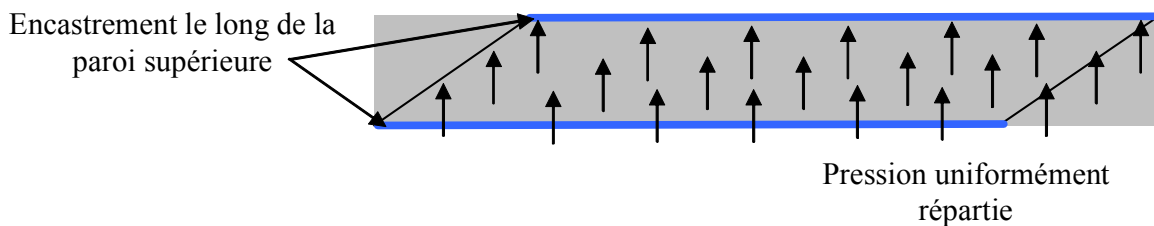


Figure 4.63 : Principe de la modélisation par éléments finis

Le maillage consiste en 10 éléments suivant la largeur et 400 suivant la longueur. Les caractéristiques du matériau sont un module d'Young $E = 3$ GPa et un coefficient de Poisson de $\nu=0,22$ [Yu *et al.*, 2004].

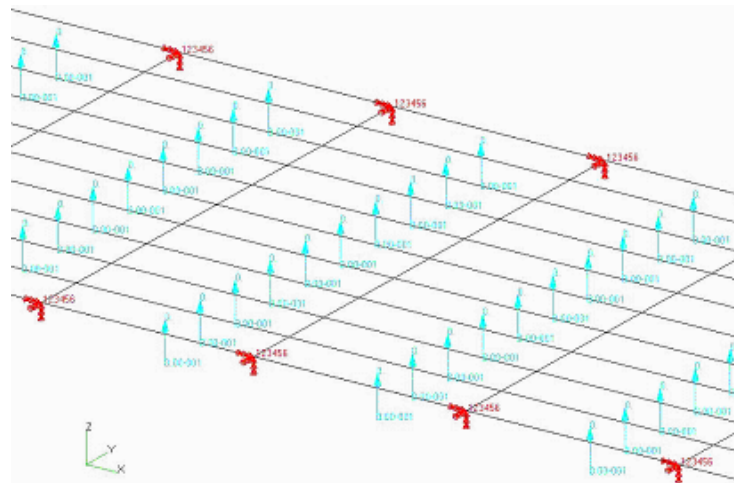


Figure 4.64 : Portion du modèle éléments finis avec la condition limite d'encastrement sur les bords et de pression répartie sur les éléments constituant la plaque

4.3.1.3. Validation du modèle

Vérification des conditions aux limites

Afin de valider les conditions aux limites du premier modèle, un second modèle (Figure 4.65 et Figure 4.66) constitué de trois plaques a également été réalisé. Deux plaques latérales encastrees suivant la longueur et d'épaisseur 1 cm représentent les parois latérales du microcanal et une plaque d'épaisseur e_{ps} allant de 10 μm à 120 μm représente la paroi supérieure du microcanal. La paroi inférieure est supposée comme infiniment rigide car elle s'appuie sur une plaquette de silicium. Les conditions aux limites sont donc sur la base des conditions d'encastremets.

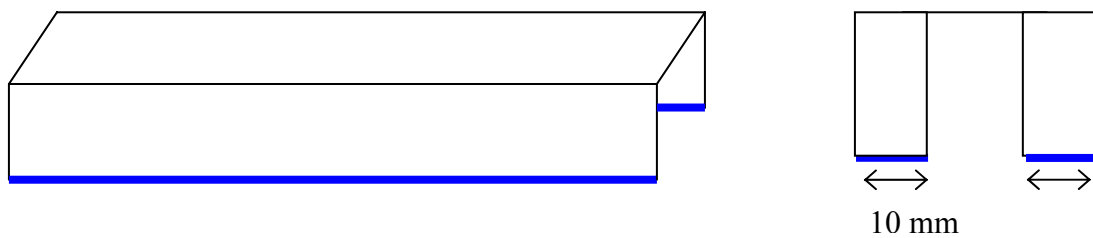


Figure 4.65 : Schéma du modèle représentant trois des parois du canal

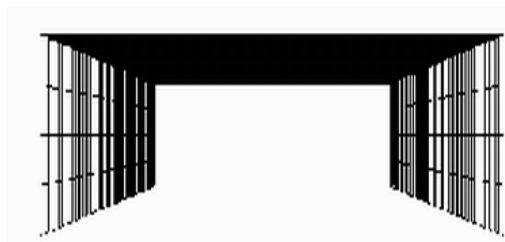


Figure 4.66 : Modèle éléments finis du canal représentant trois des parois du canal

Ce modèle et le modèle simplifié précédent (Figure 4.63) donnent exactement les mêmes résultats, ce qui nous permet d'utiliser le modèle simple qui a moins d'éléments et nécessite donc un temps de calcul moins important.

Influence d'une déformée initiale dans le modèle

Comme on peut le voir sur la Figure 4.67, la section de canal est rarement un rectangle parfait. L'influence d'une déformée initiale w_0 de 0,5 μm et 1 μm est testée numériquement.

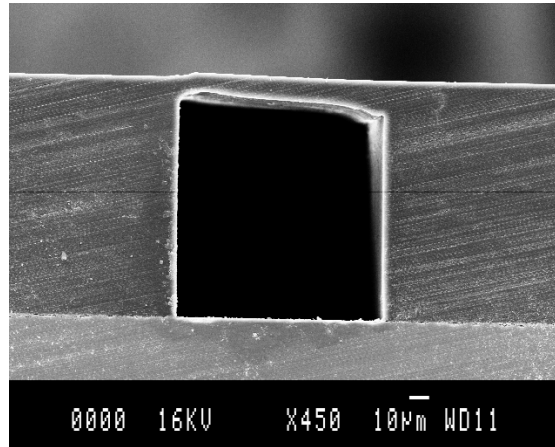


Figure 4.67 : Vue en coupe d'un canal de SU-8

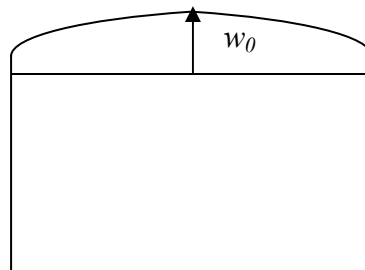


Figure 4.68 : Représentation de la déformée initiale w_0 introduite dans le modèle éléments finis

Aucun écart significatif sur la valeur de la déformée n'apparaît. Le modèle de plaque plane, plus simple à réaliser et moins long en temps de calcul est donc retenu.

4.3.1.4. Résultats obtenus par le modèle éléments finis

La Figure 4.69 représente le résultat obtenu par la simulation par éléments finis décrite précédemment pour une couche d'épaisseur de $e_{ps} = 10 \mu\text{m}$. La déformée w est tracée en fonction de l'abscisse x sur la largeur du canal. Une déformée $w = 8 \mu\text{m}$ est atteinte par application d'une pression moyenne de 2 bars.

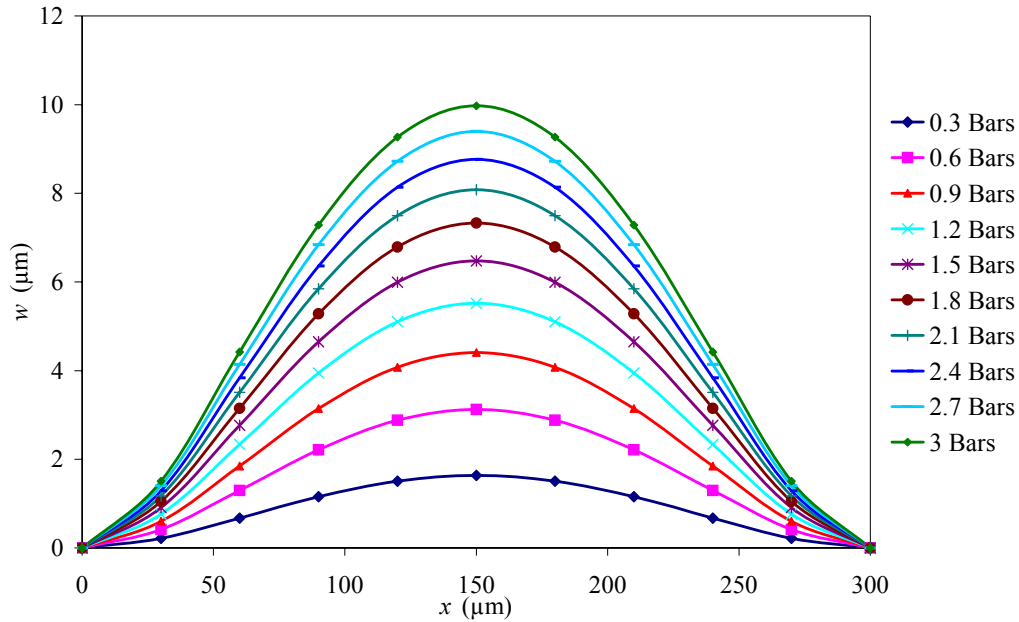


Figure 4.69 : Déformée obtenue pour différentes pressions appliquées sur la paroi

Le calcul de la déformation de la paroi a été fait pour différentes épaisseurs de matériau. Cette déformation n'aura une valeur significative (supérieure à $0,5 \mu\text{m}$) que lorsque l'épaisseur e_{ps} de la paroi du microcanal sera inférieure à $35 \mu\text{m}$ (Figure 4.70).

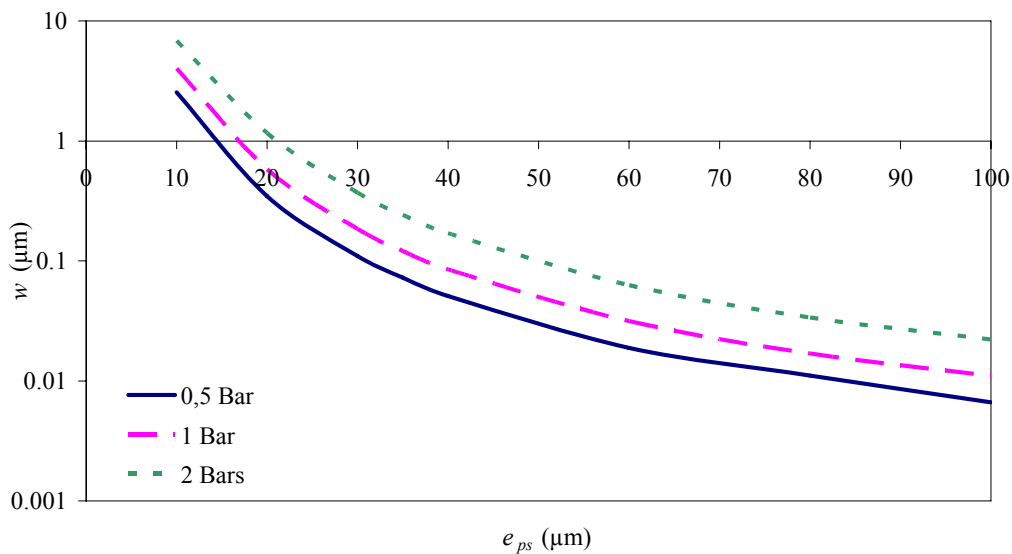


Figure 4.70: Evolution de la déformée en fonction de l'épaisseur de la paroi supérieure pour différentes pressions appliquées

4.3.2. Etude de l'écoulement de fluides et corrélation avec le modèle par éléments finis

Des mesures de débit ont été réalisées sur le banc d'essais en fonction de la différence de pression appliquée entre l'entrée et la sortie du canal, pour différentes épaisseurs de la partie supérieure du canal (10 μm , 35 μm et 120 μm), les mesures étant répétées sur deux microcanaux pour l'épaisseur de 35 μm . Les canaux testés ont les caractéristiques suivantes : 49 mm de longueur, 300 μm de large et 92 μm de profondeur, la profondeur et la largeur étant définies par photolithographie. La hauteur est mesurée grâce à un profilomètre en différents points (12) du canal, la déviation standard de cette mesure est de 4,4 μm . Une largeur de 300 μm a été choisie car elle permet de mieux observer les déformations du canal. Le liquide de test utilisé est de l'iso-propanol.

Des joints toriques viennent assurer l'étanchéité en entrée en sortie du canal. Ce type de montage nécessite un serrage (Figure 4.71). Afin de limiter des problèmes liés à l'étranglement local du microcanal par le joint, nous avons ajusté le serrage à la limite de la fuite.

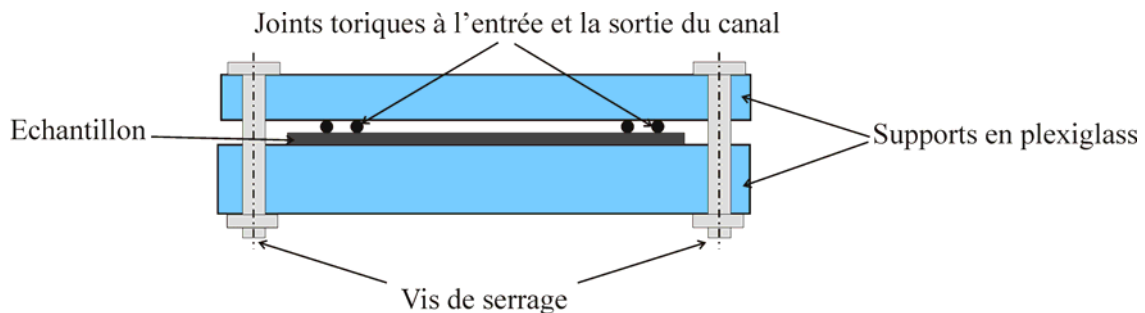


Figure 4.71 : Schéma de montage de l'échantillon de SU-8

4.3.2.1. Mesure débit / pression

Le débit dans le microcanal est décrit par l'équation (1-7) donnée dans le chapitre 1 :

$$Q = \frac{SD_h^2 \Delta P}{2\mu Pol} \quad (4-107)$$

Si la section du microcanal reste constante, le nombre de Poiseuille fonction de la géométrie du canal doit également rester constant et par conséquent, le rapport $Q/\Delta P$ doit être indépendant de la pression moyenne. Une évolution de ce rapport traduit une variation de la section du canal.

La Figure 4.72 montre l'évolution de ce rapport en fonction de la pression moyenne P_{moy} entre la pression à l'entrée P_e et la pression de sortie P_s du microcanal :

$$P_{moy} = (P_{sortie} - P_{entrée})/2 . \quad (4-108)$$

Les essais ont été réalisés pour des épaisseurs e_{ps} de la partie supérieure de 10 μm , 35 μm et 120 μm . Pour l'épaisseur de 120 μm aucune déformation n'est apparue : le rapport débit / pression reste constant malgré l'augmentation de la pression moyenne. Pour ne pas surcharger les graphiques, les résultats obtenus pour cette épaisseur n'apparaîtront pas.

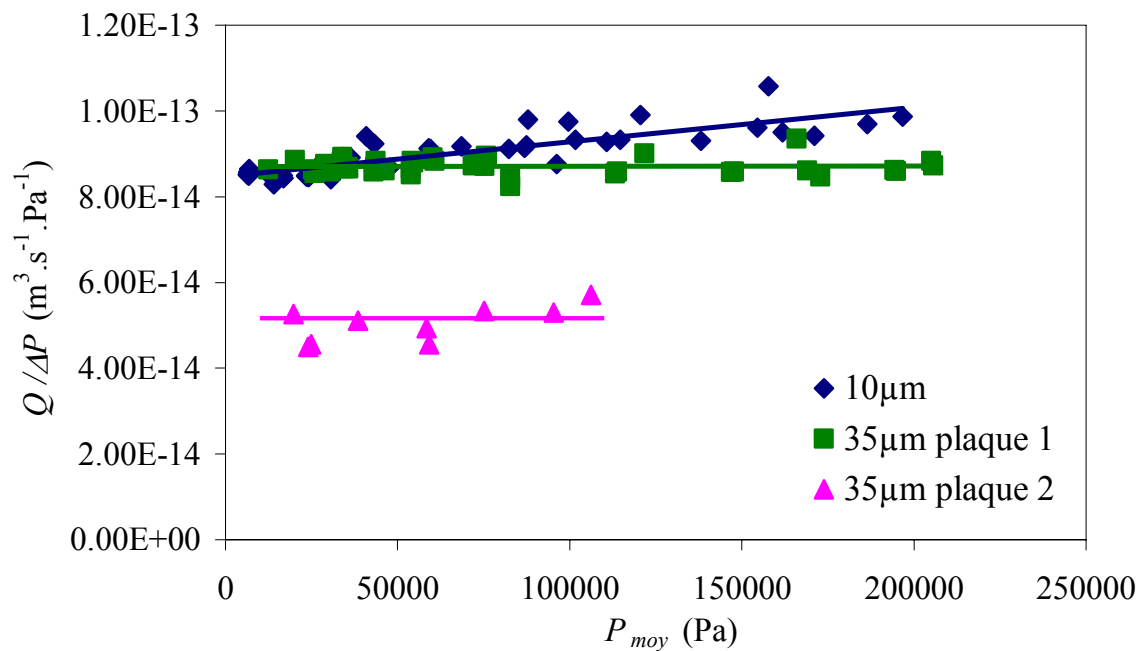


Figure 4.72 : Evolution du rapport débit / différence de pression, $Q/\Delta P$, en fonction de la pression moyenne dans le canal pour les épaisseurs de 10 μm et de 35 μm

Malgré la dispersion des résultats, on constate que le rapport débit/pression reste constant pour une épaisseur de 35 μm . L'écart type est inférieur à 1,5% et la valeur moyenne vaut du débit valant $8,74 \times 10^{-14} \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$ pour le premier échantillon et $5,03 \times 10^{-14} \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1}$ pour le second. En considérant que la largeur du canal ne varie pas, ces valeurs de débits correspondent à des hauteurs de canal de 82 μm et 86 μm . Cet écart entre ces valeurs et la profondeur de 92 μm mesurée s'explique par le fait que le canal est de hauteur irrégulière. Certaines pertes de charges locales sont donc dues à des imperfections locales. Malgré cela, nous avons considéré le canal comme idéal, c'est-à-dire que sa section reste constante le long de la canalisation.

Pour une épaisseur de 10 μm , on note une augmentation du débit de 8% lorsque la pression moyenne passe de 0,1 MPa à 0,2 MPa, indiquant une augmentation de la section du canal. En considérant que seule la paroi supérieure se déforme, le modèle éléments finis donne une flèche maximale au milieu du canal de 7 μm . Ce résultat indique que la paroi supérieure doit être au moins de 35 μm d'épaisseur afin d'éviter un fléchissement trop important et une obstruction du canal de l'étage supérieur dans des géométries telle que celle présentée Figure 4.57.

4.3.2.2. *Adimensionalisation des résultats*

Afin de s'affranchir des variations des paramètres et des incertitudes, le paramètre A est introduit. Il peut se calculer directement à partir des données expérimentales :

$$A_{\text{exp}} = \frac{2\Delta P}{\mu Q l} \quad (4-109)$$

ou à partir des données géométriques du canal :

$$A_{th} = Po_{th} \frac{(b+a)^2}{16a^3b^3} \quad (4-110)$$

Le nombre de Poiseuille Po_{th} est calculé à partir de l'équation (1-17).

Lorsque la hauteur du canal varie d'une hauteur da , la variation du paramètre A est donnée par :

$$A_{th} = Po_{th}(da) \frac{(b+a+da)^2}{16b^3(a+da)^3}, \quad (4-111)$$

où $Po_{th}(da)$ est calculé à partir du terme $r^* = \frac{a+da}{b}$.

Cette variation de da est calculée à partir de la modélisation éléments finis, elle correspond à une augmentation de la hauteur du canal, en considérant que ce dernier reste toujours de section rectangulaire. La déformée obtenue par éléments finis étant de forme « parabolique », da est défini comme étant la hauteur qui permettrait d'avoir la même augmentation de l'aire de la section du canal.

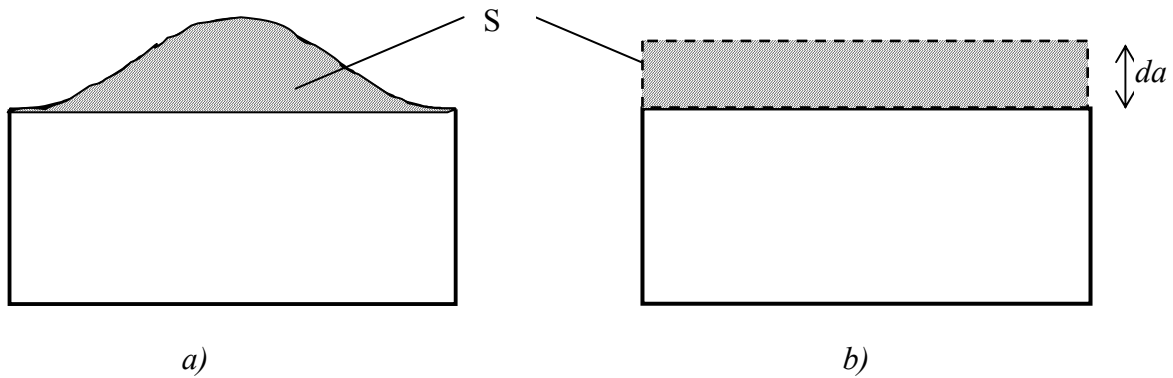


Figure 4.73 : Définition du paramètre da

a) déformée obtenue par éléments finis

b) déformation analytiquement simulée

Chacun des termes A_{exp} et A_{th} obtenus soit par expérience soit par modélisation est divisé par $A(0)$ valeur obtenue lorsque le canal ne se déforme pas.

$$A(0) = Po_{th} \frac{(a+b)^2}{16a^3b^3} \quad (4-112)$$

On pourra donc comparer :

$$\overline{A_{\text{exp}}} = \frac{A_{\text{exp}}}{A(0)} = \frac{2\Delta P}{\mu Q l} \frac{16a^3b^3}{(a+b)^2} Po_{th}(0) \quad (4-113)$$

et

$$\overline{A_{\text{th}}} = \frac{A_{\text{th}}}{A(0)} = \frac{Po_{th}(da)}{Po_{th}(0)} \frac{(b+a+da)^2}{b^3(a+da)^3} \frac{a^3b^3}{(a+b)^2} \quad (4-114)$$

La Figure 4.74 résume les valeurs $\overline{A_{\text{exp}}}$ obtenues lors des essais et compare ces résultats avec les valeurs $\overline{A_{\text{th}}}$ obtenues théoriquement. On note alors une bonne corrélation entre théorie et expériences, confirmant les déformations pour une couche reportée de 10 μm .

Il sera donc important, dans la suite de l'étude de travailler avec des épaisseurs de couches intermédiaires au moins égales ou supérieures à 30-40 μm afin de conserver des caractéristiques constantes en fonction de la pression appliquée.

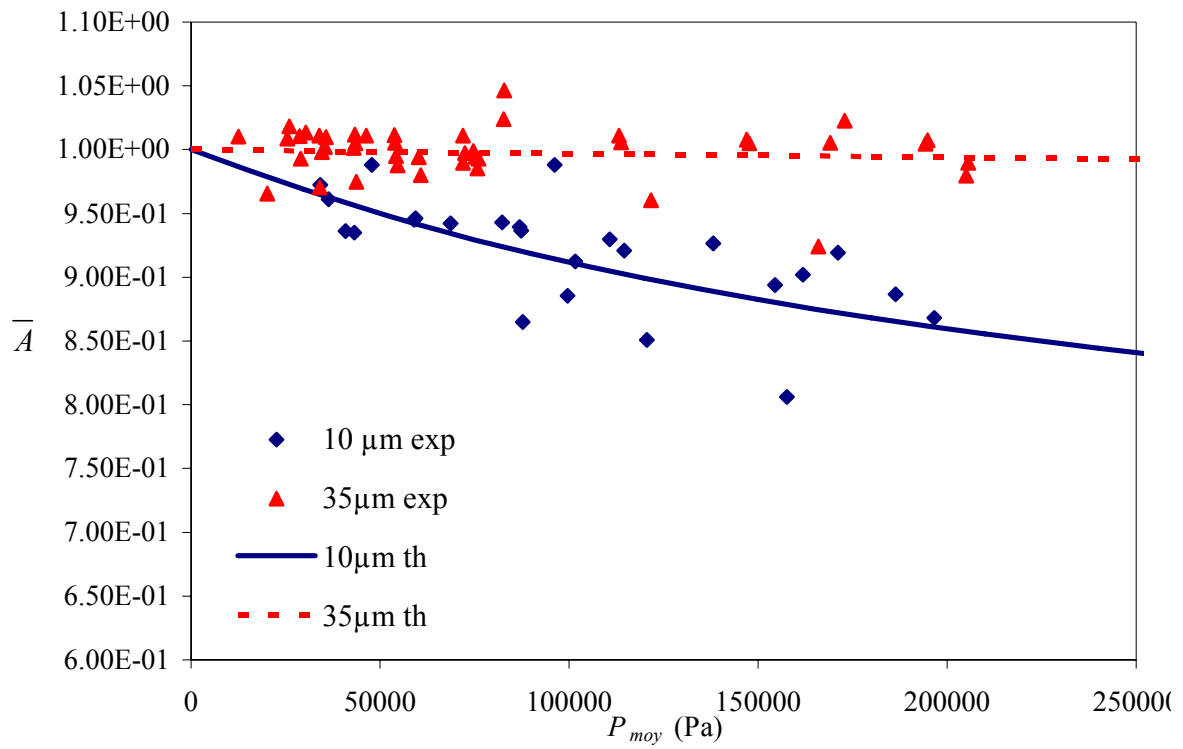


Figure 4.74: Comparaison des coefficients \bar{A} obtenus expérimentalement et théoriquement

Conclusion générale

L'objectif de notre travail était l'étude des écoulements de liquides dans les microcanaux afin d'évaluer si des micro-effets liés par exemple à la DCE ou à la dissipation visqueuse pouvaient être à l'origine d'écarts avec la théorie de Poiseuille. Les résultats expérimentaux présentés dans la littérature n'étant pas unanimes devant le comportement du liquide dans des microconduites, nous avons cherché à étudier expérimentalement des écoulements au moyen de différentes techniques de mesures.

En collaboration avec le Stokes Research Institute de Limerick (Irlande), nous avons mené des expériences de mesure locale de vitesse par μ -PIV. Cette technique, non-intrusive, fournit le profil de vitesses dans une section du canal. Les résultats peu précis obtenus dans un premier temps avec les échantillons en notre possession nous ont amené à mettre au point une méthode d'analyse des données permettant d'améliorer la précision des résultats, surtout quand les microsystèmes étudiés ont une profondeur faible devant la profondeur de champ de l'objectif. Cette méthode consistant expérimentalement à scanner la hauteur du canal, en prenant des mesures à différents niveaux, permet d'améliorer la résolution des mesures et d'obtenir une cartographie 3-D des écoulements. Cette méthode a été dans un premier temps validée sur des essais virtuels puis appliquée à des résultats expérimentaux.

Afin d'effectuer des mesures globales de vitesses, nous avons amélioré un banc déjà existant au laboratoire. Ce dernier permettait de faire des mesures dans des microcanaux pour une gamme de pressions allant de quelques centièmes de bars à 3,5 bars. Or, que ce soit en présence de DCE ou de dissipation visqueuse, les micro-effets sont proportionnels à la différence de pression entre l'entrée et la sortie du microcanal. Une adaptation permettant d'imposer une pression maximale de 140 bars à l'entrée du canal a été réalisée. Elle permet de conserver une double mesure du débit et donc de garantir une précision de 3% sur les débits mesurés.

Grâce à ce banc d'essais, des expériences sur des microcanaux de silice de diamètres allant de 75 μm à 10 μm et pour des pressions allant de quelques bars à plus de 80 bars ont été faites. Dans le canal de plus grosse section, aucun écart n'a été décelé avec la théorie classique. Par contre, dans des canalisations de diamètres 50 μm et 10 μm , une différence apparaît. En modélisant analytiquement et numériquement la dissipation visqueuse, nous avons pu comparer les débits expérimentaux au débit

théorique avec et sans présence de dissipation visqueuse. Cette analyse montre que la dissipation visqueuse peut être à l'origine d'une relation non linéaire entre débit et pression.

Suite à une analyse critique de la littérature sur les effets multiples de la DCE dans les microécoulements de liquides, nous avons proposé une étude du comportement de réseaux de microcanaux soumis à des écoulements électrosmotiques. Des critères géométriques ont été dégagés afin d'optimiser ce type de réseau qui peut alors fournir un débit supérieur à une série de microcanaux parallèles dès lors que la configuration des bifurcations respecte ces critères.

Pour finir, nous nous sommes intéressés aux effets de la déformation de microcanaux réalisés en matériaux souples tels que le SU-8, lorsque la pression augmente. L'analyse expérimentale et numérique montrent que la paroi supérieure du canal doit avoir une épaisseur minimale pour que les caractéristiques débit / pression demeurent insensibles au niveau de pression de l'écoulement.

Il est également à noter que nous avons mené durant cette thèse plusieurs études appliquées relatives à la caractérisation expérimentale de systèmes microfluidiques à vocation médicale. Ces études étant protégées par un accord de confidentialité n'ont pas été présentées dans ce mémoire. Elles nous ont permis d'exploiter le banc d'essais décrit dans le chapitre 2 aussi bien pour des études finalisées que fondamentales.

Perspectives

Afin de parfaire la méthode que nous avons élaborée en vue d'améliorer la précision de résultats expérimentaux obtenus par μ -PIV, un protocole d'essais adapté à cette méthode est à réaliser. La μ -PIV étant une technique récente dans l'étude de microécoulements, il reste encore de nombreux champs d'investigation concernant le protocole expérimental comme par exemple l'influence sur les mesures de l'échauffement de la zone illuminée par le faisceau laser. A notre connaissance, il existe très peu d'études par μ -PIV d'écoulements dans des canaux de diamètres hydrauliques inférieurs à 20 μm . La mise en œuvre de la μ -PIV à cette échelle reste également à développer, la principale difficulté étant l'utilisation de particules très petites (de

diamètre inférieur à $0,1\mu\text{m}$). Dans l'optique d'améliorer encore la précision des mesures de μ -PIV, il peut être envisagé de coupler à notre méthode la technique d'ensemencement sélectif [Domagalski *et al.*, 2006 ; Mielnik and Saetran, 2006b].

Dans la continuité de l'étude des micro-effets, des mesures similaires à celles effectuées pour la dissipation visqueuse pourraient être menées afin de voir l'effet de la double couche électrique sur ces écoulements. La difficulté de ces essais réside dans la mesure délicate du potentiel d'écoulement dans le canal et donc dans l'insertion d'électrodes aux bornes du canal.

Une analyse numérique détaillée des effets de la dissipation visqueuse pourrait compléter l'étude présentée dans ce mémoire. Des mesures locales de pression à l'aide de canaux micro-instrumentés doit permettre de mettre en évidence l'évolution non linéaire de la pression le long du microcanal. Cette étude peut constituer un point de départ intéressant à l'analyse des transferts thermiques dans les microcanaux en présence de dissipation visqueuse. Une telle étude expérimentale peut être complétée par la mesure simultanée de la température à l'entrée et la sortie du microcanal afin de détecter une augmentation de la température.

Annexe : Caractéristiques du PDMS

Caractéristique	Valeur	Unité
Viscosité	3.900	Pa.s
Dureté	50	Shore A
Densité	1.03	
Temps d'utilisation à RT	>2	h
Conductivité thermique	0.18	W.m ⁻¹ .K
Coefficient linéaire de dilatation thermique	310	µm.m ⁻¹ .C
Durée de vie à partir de la date de fabrication à température ambiante	24	Mois
Classification d'inflammabilité	94 V-1	
Index UL, Electrique/ Mécanique,	130/130	°C
Rigidité électrique	21.2	kV/mm
Constante diélectrique à 100 Hz	2.65	
Résistivité volumique	1.2 x 10 ¹⁴	ohm-cm
Facteur de dissipation à 100 Hz	0.0005	
Facteur de dissipation à 100 kHz	<0.001	

Tableau 1 : Principales caractéristiques du PDMS (données Dow Corning Silicone) <http://www.dowcorning.com/>

Durée de réticulation

Il faut mélanger le PDMS liquide avec un agent réticulant. Les réactions de réticulation s'activent durant un certain temps qui dépend de la température.

Température	Temps de réticulation
Température ambiante	~48 heures
100 °C	45 minutes
125 °C	20 minutes
150°C	10 minutes

Tableau 2 : Durée de réticulation du PDMS en fonction de la température

Références

- Abgrall, P. (2006). "Microtechnologies polymères pour les laboratoires sur puces". Université de Toulouse III - UFR Physique Chimie Automatique Laboratoire d'Analyses et d'Architectures des Systèmes (LAAS - CNRS). Thèse de doctorat. 175 p.
- Abgrall, P., Lattes, C., Conédéra, V., Dollat, X., Colin, S. et Gué, A.-M. (2006). "A novel fabrication method of flexible and monolithic 3D microfluidic structures using lamination of SU-8 films." Journal of micromechanics and microengineering **16**(1): 113.
- Adamson, A. (1967). "Physical chemistry of surfaces". New-York, London, Sydney. John Wiley and Sons.
- Adrian, R. J. (1991). "Particle-imaging techniques for experimental fluid mechanics." Annual review of fluid mechanics **23**(1): 261-304.
- Agilent Technologies (2006). "Lab-on-a-chip". <http://www.chem.agilent.com/>.
- Anduze, M. (2000). "Etude expérimentale et numérique de microécoulements liquides dans les microsystèmes fluidiques". INSA Département de Génie Mécanique. Thèse de doctorat.
- Armani, D. and Liu, C. (1998). "Re-configurable fluid circuits by PDMS elastomer micromachining". 12th International Conference on MEMS, MEMS 99, Orland.
- Arulanandam, S. et Li, D. (2000). "Liquid transport in rectangular microchannels by electroosmotic pumping." Colloids and surfaces A: physicochemical and engineering aspects **161**: 89-102.
- Barber, R. et Emerson, D. R. (2006). "Optimal design of microfluidic networks using biologically inspired principles". Microfluidics 2006, Toulouse.
- Bavière, R., Ayela, F., Person, S. L. et Favre-Marinet, M. (2005). "Experimental characterization of water flow through smooth rectangular microchannels." Physics of fluids **17**(9): 098105.
- Bejan, A. et Lorente, S. (2006). "Constructal theory of generation of configuration in nature and engineering." Journal of applied physics **100**(4): 041301.
- Becker, H. and Gärtner, C. (2000). "Polymer microfabrication method for microfluidic analytical application." Electrophoresis **21**: 12-26.
- Billy, F., David, L. et Pineau, G. (2004). "Single pixel resolution correlation applied to unsteady flow measurements." Measurement science and technology **15**(6): 1039.
- Bodas, D. and Khan-Malek, C. (2006). "Formation of more stable hydrophilic surfaces of PDMS by plasma and chemical treatments." Microelectronic engineering **83**: 1277-1279.

- Bodas, D. and Khan Malek, C. (2006). "Hydrophilization and hydrophobic recovery of PDMS by oxygen plasma and chemical treatment—An SEM investigation." Sensors and actuators B: chemical **in Press**.
- Bown, M. R., MacInnes, J. M. et Allen, R. W. K. (2005). "Micro-PIV simulation and measurement in complex microchannel geometries." Measurement science and technology **16**: 619–626.
- Bown, M. R., MacInnes, J. M., Allen, R. W. K. et Zimmerman, W. B. J. (2006). "Three-dimensional, three-component velocity measurements using stereoscopic micro-PIV and PTV." Measurement science and technology **17**(8): 2175.
- Brutin, D. (2003). "Ecoulements liquides en microtubes et ébullition convective en minicanaux: étude expérimentale et modélisation". Université de Provence Mécanique Energétique. Thèse de doctorat.
- Brutin, D. et Tadrist, L. (2003). "Experimental friction factor of a liquid flow in microtubes." Physics of fluids **15**(3): 653.
- Bubendorfer, A., Liu, X. and Ellis, A. V. (2007). "Microfabrication of PDMS microchannels using SU-8/PMMA moldings and their sealing to polystyrene substrates." Smart materials and structures **16**: 367–371.
- Burgreen, D. et Nakache, F. R. (1964). "Electrokinetic flow in ultrafine capillary slits." Journal of physics chemistry **68**: 1084-1091.
- Celata, G. P., Cumo, M., Marconi, V., McPhail, S. J. et Zummo, G. (2006a). "Microtube liquid single-phase heat transfer in laminar flow." International journal of heat and mass transfer **49**(19-20): 3538.
- Celata, G. P., Morini, G. L., Marconi, V., McPhail, S. J. et Zummo, G. (2006b). "Using viscous heating to determine the friction factor in microchannels - An experimental validation." Experimental thermal and fluid science **30**(8): 725.
- Chen, X. Y., Toh, K. C., Chai, J. C. et Yang, C. (2003). "Developing pressure-driven flow in microchannels under the electrokinetic effect." International journal of engineering science **42**: 609-622.
- Chiavaroli, S., Newport, D., Morini, G. L., Lattes, C., Baldas, L. et Colin, S. (2007). Influence of concentration and number of image pairs in μ -PIV experiments. 5th Joint ASME/JSME Fluids engineering conference, San Diego, California, USA.
- Chun, M. S. (2002). "Electrokinetic flow velocity in charged slit-like microfluidic channels with linearized Poisson-Boltzmann." Korean journal of chemical engineering. **19**(5): 1-6.
- Chun, M. S. et Kwak, H. W. (2003). "Electrokinetic flow and electroviscous effect in a charged slit-like microfluidic channel with nonlinear Poisson-Boltzmann field." Korea-Australia rheology journal **15**(2): 83-90.

- Chun, M. S., Lee, S. Y. et Yang, S. M. (2003). "Estimation of zeta potential by electrokinetic analysis of ionic fluid flows through a divergent microchannel." Journal of colloid and interface science **266**(1): 120-126.
- Chun, M. S., Lee, T. S. et Choi, N. W. (2005). "Microfluidic analysis of electrokinetic streaming potential induced by microflows of monovalent electrolyte solution." Journal of micromechanics and microengineering **15**(4): 710-719.
- Colin, S. (2004). Microfluidique. Traité EGEM, Série Microsystèmes. Lavoisier. 393 p.
- Damean, N. et Regtien, P. P. L. (2001). "Poiseuille number for fully developed laminar flow through hexagonal ducts etched in <1 0 0> silicon." Sensors and actuators A: physical **2887**: 1-6.
- Danel, J. S. and Camon, H. (1994). "Le micro-usinage du silicium." L'onde électrique **74**(2): 21 - 27.
- Debiotech SA (2004). Implatable pump. www.debiotech.com/debiotech.html. Lausanne, Suisse.
- Delplanque, J.-P. (2004). "Chapitre 3: Micro-écoulements liquides". Microfluidique. S. Colin, Hermès: 89-114.
- Devasenathipathy, S. et Santiago, J. G. (2003). "Electrokinetic Flow Diagnostics. Micro- and Nano-Scale Diagnostic Techniques". S. V. K.S. Breuer. New York: 121-166.
- Devasenathipathy, S., Santiago, J. G. et Takehara, K. (2002). "Particle tracking techniques for electrokinetic microchannel flows." Analytical chemistry **74**(15): 3704-3713.
- Domagalski, P., Mielnik, M. M., Lunde, I. et Saetran, L. R. (2006). "Characteristic of hydrodynamically focused streams for use in microscale particle image velocimetry" Fourth International Conference on Nanochannels, Microchannels and Minichannels, Limerick.
- Duffy, D. C., McDonald, J. C., Schueller, O. J. A. and Whitesides, G. M. (1998). "Rapid prototyping of microfluidic systems in poly(dimethylsiloxane)." Analytical chemistry **70**: 4974-4984.
- Elimelech, M., Chen, W. H. C. et Waypa, J. J. (1994). "Measuring the zeta (electrokinetic) potential of reverse osmosis membranes by a streaming potential analyser." Desalination **95**: 269-286.
- Erickson, D. and Li, D. (2004). "Integrated microfluidic devices." Analytica chimica acta **507**: 11-26.
- Erickson, D., Li, D. et Qu, W. (2000). "An Improved method of determining the zeta potential and surface conductance." Journal of colloid and interface science **232**(1): 186-197.

- Grahame, D. A. (1954). "Differential capacity of mercury in aqueous sodium fluoride solutions. I. Effect of concentration at 25°." Journal of american chemical society **76**: 4819-4823.
- Hao, P.-F., He, F. et Zhu, K.-Q. (2005). "Flow characteristics in a trapezoidal silicon microchannel." Journal of micromechanics and microengineering **15**: 1362-1368.
- Holden, M., A., Kumar, S., Beskok, A. et Cremer, P., S. (2003). "Microfluidic diffusion diluter: bulging of PDMS microchannels under pressure-driven flow*." Journal of micromechanics and microengineering **13**(3): 412.
- Hopcroft, M. A., Kramer, T., Kim, G., Takashima, K., Higo, Y., Moore, D. et Brugger, J. (2005). "Micromechanical testing of SU-8 cantilevers." Fatigue and fracture of engineering materials and structures **28**(8): 735-742.
- Hrnjak, P. et Tu, X. (2007). "Single phase pressure drop in microchannels." International journal of heat and fluid flow **28**: 2-14.
- Hunter, R. J. (1981). "Zeta potential in colloid science: principles and applications". New York.
- Incropera, F. P. et De Witt, D. P. (2002). Fundamentals of heat and mass transfert.
- Inoué, S. et Spring, K. (1997). "Video Microscopy: The Fundamentals". New-York, Oxford. Plenum Press. 741.
- Judy, J., Maynes, D. et Webb, B. W. (2002). "Characterization of frictional pressure drop for liquid flows through microchannels." International journal of heat and mass transfer **45**(17): 3477-3489.
- Kim, M. J., Beskok, A. et Kihm, K. D. (2002). "Electro-osmosis driven micro-channel flows: A comparative study of microscopic particle image velocimetry measurements and numerical simulations." Experiments in fluids **33**: 170-180.
- Kinoshita, H., Oshima, M., Hong, J.-W., Fujii, T., Saga, T. et Kobayashi, T. (2002). "PIV measurement of pressure- and electrokinetically- driven flow in microchannels". Optical technology and image processing for fluids and solids diagnostics SPIE, Beijing.
- Kirby, B. J. et Hasselbrink, E. F. J. (2004a). "Zeta potential of microfluidic substrates: 1. Theory, experimental techniques, and effects on separations." Electrophoresis **25**(2): 187-202.
- Kirby, B. J. et Hasselbrink, E. F. J. (2004b). "Zeta potential of microfluidic substrates: 2. Data for polymers." Electrophoresis **25**(2): 203-213.
- Klang, H., Goranovic, G., Kutter, J. P., Gjelstrup, H., Michelsen, J. et Westergaard, C. H. (2002). "PIV measurements in a microfluidic 3D-sheating structure with three-dimensional flow behaviour." Journal of micromechanics and microengineering **12**: 862-869.

- Kohl, M. J., Abdel-Khalik, S. I., Jeter, S. M. et Sadowski, D. L. (2005a). "An experimental investigation of microchannel flow with internal pressure measurements." International journal of heat and mass transfer **48**: 1518–1533.
- Kohl, M. J., Abdel-Khalik, S. I., Jeter, S. M. et Sadowski, D. L. (2005b). "A microfluidic experimental platform with internal pressure measurements." Sensors and actuators A **118**: 212-221.
- Koo, J. et Kleinstreuer, C. (2004). "Viscous dissipation effects in microtubes and microchannels." International journal of heat and mass transfer **47**: 3159-3169.
- Krawczak, P. (2000). "Essais mécaniques des plastiques - Essais rhéologiques et thermiques". Techniques de l'ingénieur. **AM3512**: <http://www.techniques-ingenieur.fr>.
- LadHyX (2005). "Formation de gouttes d'eau dans de l'huile dans un microcanal". http://www.ladhyx.polytechnique.fr/activites/micro_fr.html.
Laboratoire d'hydrodynamique de l'Ecole Polytechnique. France.
- Lauga, E. (2004). "Apparent slip due to the motion of suspended particles in flows of electrolytes solutions." Physics (submitted).
- Levine, S., Marriott, J. R., Neale, G. et Epstein, N. (1975). "Theory of electrokinetic flow in fine cylindrical capillaries at high zeta potential." Journal of colloid science **52**: 136-149.
- Li, B. et Kwok, D. Y. (2003). "A lattice Boltzmann model for electrokinetic microchannel flow of electrolyte solution in the presence of external forces with the Poisson–Boltzmann equation." International journal of heat and mass transfer **46(22)**: 4235-4244.
- Li, D. (2001). "Electroviscous effects on pressure-driven liquid flow in microchannels." Colloids and surfaces A: physicochemical and engineering aspects **195(1 - 3)**: 35-57.
- Li, D. (2004). "Electrokinetics in microfluidics". Elsevier. Interface Science and Technology. New York. Academic Press.
- Li, H., Ewoldt, R. et Olsen, M. G. (2005). "Turbulent and transitional velocity measurements in a rectangular microchannel using microscopic particle image velocimetry." Experimental Thermal and Fluid Science **29(4)**: 435–446.
- Li, Z.-X., Du, D.-X. et Guo, Z. Y. (2003). "Experimental study on flow characteristics of liquids in circular microtubes." Microscale thermophysical engineering **7(3)**: 253-265.
- Lorente, S. et Bejan, A. (2006). "Heterogeneous porous media as multiscale structures for maximum flow access." Journal of applied physics **100(11)**: 114909.
- Lorenz, H., Laudon, M. et Renaud, P. (1998). "Mechanical characterization of a new high-aspect-ratio near UV-photoresist." Microelectronic engineering **41-42**: 371-374.
- Lykema, J. et Overbeek, T. G. (1961). "On the interpretation of electrokinetic potentials." Journal of Colloid Science **16**: 501-512.

- Mala, G. M. et Li, D. (1999). "Flow characteristics of water in microtubes." International journal of heat and fluid flow **20**: 142-148.
- Mala, G. M., Li, D. et Dale, J. D. (1997a). "Heat and transfer and fluid flow in microchannels." International journal of heat and mass transfer **40**(13): 3079-3088.
- Mala, G. M., Li, D. Q. et Werner, C. (1997b). "Flow characteristics of water through a microchannel between two parallel plates with electrokinetic effects." International journal of heat and fluid flow **18**(5): 489-496.
- Manz, A., Graber, N. and Widmer, H. M. (1990). "Miniaturized total chemical analysis systems: A novel concept for chemical sensing." Sensors and actuators B: Chemical **1**(1-6): 244-248.
- Mata, A., Fleischman, A. J. and Roy, S. (2005). "Characterization of Polydimethylsiloxane (PDMS) Properties for Biomedical Micro/Nanosystems." Biomed Microdevices **7**(4): 281-93.
- Meinhart, C. D., Prasad, A. K. et Adrian, R. J. (1993). "A parallel digital processor system for particle image velocimetry." Measurement science and technology **4**(5): 619.
- Meinhart, C. D. et Wereley, S. T. (2003). "Micron-resolution particle image velocimetry". Microscale Diagnostic Techniques. K.Breuer. Springer Verlag. **Chapter 2**: 1-67.
- Meinhart, C. D., Wereley, S. T. et B., G. M. H. (2000a). "Volume illumination for two-dimensional particle image velocimetry." Measuring science and technology **11**: 809-814.
- Meinhart, C. D., Wereley, S. T. et Santiago, J. G. (1999). "PIV measurements of a microchannel flow." Experiments in fluids **27**: 414-419.
- Meinhart, C. D., Wereley, S. T. et Santiago, J. G. (2000b). "A PIV Algorithm for Estimating Time-Averaged Velocity Fields." Journal of fluids engineering **122**(2): 285-289.
- Metravib (2006). <http://www.01db-metravib.com>.
- Mielnik, M., M. et Saetran, L. R. (2006a). "Selective seeding for micro-PIV." Experiments in fluids **41**(2): 155.
- Mielnik, M. M. et Saetran, L. R. (2006b). "Improvement of micro-piv resolution by selective seeding". Fourth International Conference on Nanochannels, Microchannels and Minichannels, Limerick.
- Morini, G. L. (2005). "Viscous heating in liquid flows in micro-channels." International journal of heat and mass transfer **48**(17): 3637.
- Morini, G. L. (2004). "Laminar liquid flow through silicon microchannels." Journal of fluids engineering **126**: 485-489.

- Morini, G.-L. (2000). "Analytical determination of the temperature distribution and Nusselt numbers in rectangular ducts with constant axial heat flux." Internation journal of heat and mass transfers **43**(5): 741-755.
- Murray, C. (1926). "The physiological principle of minimum work I. The vascular system and the cost of blood volume." Proceeding of the National academy of Sciences of the United States of America **12**: 207-214.
- Oddy, M. H., Santiago, J. G. et Mikkelsen, J. C. (2001). "Electrokinetic instability micromixing." Analytical chemistry **73**: 5822-5832.
- Ody, C., Langre, E. D. and Baroud, C. (2006). "Transport of wetting liquid plugs in bifurcating microfluidic channels." Journal of colloid and interface science Article in Press.
- Osipow, L. (1962). "Surface chemistry: theory and industrial applications". American chemical society monograph series. New York, Reinhold; London, Chapman.
- Ou, J. et Rothstein, J. P. (2005). "Direct velocity measurements of the flow past drag-reducing ultrahydrophobic surfaces." Physics of fluids **17**(10): 103606.
- Peng, X. F. et Peterson, G. P. (1996). "Convective heat transfert and flow friction for water flow in microchannel structures." International journal of heat and mass transfert **39**(12): 2599-2608.
- Pfahler, J., Harley, J., Ban, H. et Zemel, J. N. (1991). "Gas and liquid flow in small microchannels." ASME Micromechanical Sensors, Actuators, and Systems **32**: 49-60.
- Phares, D. J. et Smedley, G. T. (2004). "A study of laminar flow of polar liquids through circular microtubes." Physics of fluids **16**(5): 1267.
- Qu, W. et Li, D. (2000). "A model for overlapped EDL fields." Journal of colloid and interface science **224**: 397-407.
- Ren, C. L. et Li, D. (2004). "Electroviscous effects on pressure driven-flow of dilute electrolyte solutions in small microchannels." Journal of colloid and interface science **274**: 319-330.
- Ren, L. et Li, D. (2001). "Electroosmotic flow in heterogeneous microchannels." Journal of colloid and interface science **243**: 255-261.
- Ren, L., Li, D. et Qu, W. (2001a). "Electro-viscous effects on liquid flow in microchannels." Journal of colloid and interface science **233**(1): 12-22.
- Ren, L., Qu, W. et Li, D. (2001b). "Interfacial electrokinetic effects on liquid flow in microchannels." International journal of heat and mass transfer **44**(16): 3125-3134.
- Rice, C. L. et Whitehead, R. (1965). "Electrokinetic flow narrow cylindrical capillaries." Journal of physics chemistry **69**: 4017-4023.

- Rubio-Hernandez, F. J., Carrique, F. et Ruiz-Reina, E. (2004). "The primary electroviscous effect in colloidal suspensions." Advanced in colloid and interface science **107**: 51-60.
- Sadasivam, R., Manglik, R. M. et Jog, M. A. (1999). "Fully developed forced convection through trapezoidal and hexagonal ducts." International journal of heat and mass transfer **42**(23): 4321.
- Santiago, J. G., Wereley, S. T., Meinhart, C. D., Beebe, D. J. et Adrian, R. J. (1998). "A particle image velocimetry system for microfluidics." Experiments in fluids **25**: 316-319.
- Sensirion (2003). CMOSens Technology. www.sensirion.com. Suisse. **US patent 6 813 944**.
- Shah, R. K. et London, A. L. (1978). Laminar flow forced convection in ducts. New York. Academic press.
- Sharp, K. V. et Adrian, R. J. (2003). "Transition from laminar to turbulent flow in liquid filled microtubes". Theoretical and Applied Mechanics Reports, University of Illinois at Urbana-Champaign: 1030.
- Sharp, K. V. et Adrian, R. J. (2004). "Transition from laminar to turbulent flow in liquid filled microtubes." Experiments in fluids **36**: 741-747.
- Sharp, K. V., Adrian, R. J., Santiago, J. G. et Molho, J. I. "Liquid flows in microchannels". The MEMS Handbook. Gad-el-Hak, CRC press.
- Shaw, D. J. (1969). "Electrophoresis". London and New York. Academic Press.
- Sinton, D. (2004). "Microscale flow visualisation." Microfluid-nanofluid **1**: 2-21.
- Sinton, D., Erickson, D. et Li, D. (2003a). "Microbubble lensing-induced photobleaching (I-BLIP) with application to microflow visualization." Experiments in fluids **35**: 178-187.
- Sinton, D., Ren, L., Xuan, X. et Li, D. (2003b). "Effects of liquid conductivity differences on multi-component sample injection, pumping and stacking in microfluidic chip." Lab on a chip **3**: 173-179.
- Song, H., Bringer, M. R., Tice, J. D., Gerdt, C. J. and Ismagilov, R. F. (2003). "Experimental test of scaling of mixing by chaotic advection in droplets moving through microfluidic channels." Applied Physics Letters **83**(22): 4664 - 4666.
- Spiga, M. et Morini, G. L. (1994). "A symmetric solution for velocity profile in laminar flow through rectangular ducts." International communications in heat and mass transfert **21**(4): 469-475.
- ST-Microelectronics and CEA Laboratoire sur puce pour la détection de *Streptococcus pneumoniae*. http://www-dsv.cea.fr/content/cea/d_dep/d_drdc/d_biopuces/stloc.htm.
- Sze, A., Erickson, D., Ren, L. et Li, D. (2003). "Zeta-potential measurement using the Smoluchowski equation and the slope of the current-time relationship in electroosmotic flow." Journal of colloid and interface science **261**: 402-410.

- Tardu, S. (2002). "Effets des forces électrostatiques en microfluidique: double couche électrique à l'interface." SHF, editor, 1er congrès français de microfluidique.
- Tardu, S. (2004). "Spatio-temporal evolution of a spot under the EDL effect." 2d International Conference on Microchannels and Minichannels (ICMM2004). S. G. Kandlikar. Rochester, ASME: 849-853.
- Tardu, S., Colin, S. et Camon, H. (2003). "Effets interfaciaux sur la stabilité linéaire des écoulements dans les microcanaux". 16ème Congrès Français de Mécanique, Nice.
- Tay, F. E. H., van Kan, J. A., Watt, F. et Choong, W. O. (2001). "A novel micro-machining method for the fabrication of thick-film SU8 embedded micro-channels." Journal of micromechanics and microengineering **11**: 27 - 32.
- Thuillier, G. (2006). "Etude de matériaux et fonctions microfluidiques pour l'analyse biologique et médicale." Université de Franche-Comté UFR des Sciences et techniques. Thèse de Doctorat. 143 p.
- Tretheway, D. C. et Meinhart, C. D. (2002). "Apparent fluid slip at hydrophobic microchannel walls." Physics of fluids **14**(3): 9-12.
- Unger, M. A., Chou, H.-P., Thorsen, T., Scherer, A. I. and Quake, S. R. (2000). "Monolithic microfabricated valves and pumps by multilayer soft lithography." Science **288**(5463): 113 -116.
- Vainshtein, P. et Gutfinger, C. (2002). "On electroviscous effects in microchannels." Journal of micromechanics and microengineering **12**(3): 252-256.
- van Noort, D. and Zhang, B.-T. (2004). "PDMS valves in DNA computers". SPIE - The International Society for Optical Engineering.
- Weilin, Q. G., Mala, G. M. et Li, D. Q. (2000). "Pressure-driven water flow in trapezoidal silicon microchannels." International journal of heat and mass transfert **43**(3): 353-364.
- Wereley, S. T., Gui, L. et Meinhart, C. D. (2002). "Advanced algorithms for microscale particle image velocimetry." American institute of aeronautics and astronautics journal **40**(6): 1047-1055.
- Wereley, S. T. et Meinhart, C. D. (2001). "Second order accurate particle image velocimetry." Experiments in fluids **31**: 258-268.
- Westerweel, J., Poelma, C. et Lindken, R. (2002). "Two-point ensemble correlation method for microPIV applications." 11th International symposium on applications of laser techniques to fluid mechanics, Lisbon, Portugal.
- Xu, B., Ooi, K. T., Mavriplis, C. et Zaghoul, M. E. (2002). "Viscous dissipation effects for liquid flow in microchannels". International conference on modeling and simulation of microsystems.

- Yang, C. et Li, D. (1998). "Analysis of electrokinetic effects on the liquid flow in rectangular microchannels." Colloids and surfaces A: physicochemical and engineering aspects **143**(2 - 3): 339-353.
- Yang, C., Li, D. et Masliyah, J. H. (1998). "Modeling forced liquid convection in rectangular microchannels with electrokinetic effects." International journal of heat and mass transfer **41**(24): 4229-4249.
- Yang, J. et Kwok, D. Y. (2003a). "Analytical treatment of flow in infinitely extended circular microchannels and the effect of slippage to increase flow efficiency." Journal of micromechanics and microengineering **13**: 115-123.
- Yang, J. et Kwok, D. Y. (2003b). "Effect of liquid slip in electrokinetic parallel-plate microchannel flow." Journal of colloid and interface science **260**(1): 225-233.
- Yu, H., Balogun, O., Li, B., Murray, T. W. et Zhang, X. (2004). "Building embedded microchannels using a single layered SU-8, and determining Young's modulus using a laser acoustic technique." Journal of micromechanics and microengineering **14**(11): 1576.

Liste des travaux publiés

Conférences nationales

Lattes, C., Colin, S., Geoffroy, S., Baldas, L. (2004). "Effets de la double couche électrique sur un écoulement de Poiseuille." In Proceeding on CDROM of Microfluidique 2004, Décembre 2004, Toulouse, France , pp. 17.

Barrot Lattes, C., Newport, D., Chiavarolli, S., Morini, G. L., Baldas, L., Colin, S. (2006). "3-D reconstruction of velocity profiles in rectangular microchannels." In Proceeding on CDROM of Microfluidics 2006, Décembre 2006, Toulouse, France , pp. 11

Congrès internationaux

Chiavarolli, S., Newport, D., Morini, G. L., Barrot Lattes, C., Baldas, L., Colin, S. (2007). "Influence of concentration and number of image pairs in μ -PIV experiments." Proceedings of FEDSM2007. 5th Joint ASME/JSME Fluids Engineering Conference. July 30-August 2, 2007, San Diego, California, USA. pp. 6.

Publications internationales

Lattes, C., Colin, S., Geoffroy, S., Baldas, L. (2006). "Effets de la double couche électrique sur un écoulement de Poiseuille." La Houille blanche 1 : 47-52.

Abgrall, P., Lattes, C., Conédéra, V., Dollat, X., Colin, S. et Gué, A.-M. (2006). "A novel fabrication method of flexible and monolithic 3D microfluidic structures using lamination of SU-8 films." Journal of Micromechanics and Microengineering **16**(1): 113-121

Barrot Lattes, C., Newport, D., Chiavarolli, S., Morini, G. L., Baldas, L., Colin, S. "Improving micro-PIV data in 3-D geometries. " (2007) Experiments in Fluids. Soumis en 01/2007.

RESUME On s'est intéressé aux particularités des écoulements de liquides dans les microcanaux. En particulier, trois micro-effets susceptibles de modifier les relations classiques débit-pression d'un écoulement de Poiseuille sont identifiés.

Le premier est lié à la présence de double couche électrique (DCE) en paroi. La réduction résultante de débit est quantifiée, sur la base d'une analyse critique de la littérature. Une validation expérimentale nécessitant des mesures locales de vitesses, nous nous sommes intéressés aux limites des techniques de μ PIV pour la reconstitution de champs de vitesses 3-D. Une méthode est proposée pour améliorer la résolution dans la 3^{ème} direction. Elle a été testée sur des essais virtuels ainsi que sur des premiers essais réels qu'il reste à compléter. Par ailleurs, la DCE peut également être utilisée de manière efficace pour générer un écoulement, et on propose une manière d'optimiser un réseau de microcanaux destiné à irriguer par électro-osmose un matériau micro-vascularisé.

Le second effet est dû à la dissipation visqueuse qui peut modifier les propriétés du fluide, principalement sa viscosité très sensible à la température. Un banc d'essais pour la mesure de micro-débits a été adapté à des pressions élevées, et l'effet d'augmentation de température est clairement mis en évidence. Les mesures sont confrontées avec succès à des modèles analytiques et des simulations numériques.

Le troisième effet, lié à la déformation des parois, est sensible lorsque celles-ci sont fines et réalisées en matériau polymère. L'étude expérimentale et la simulation numérique permettent de quantifier cette déformation et ses effets, en fonction de l'épaisseur des parois.

TITLE Development of experimental methods for liquid flow analysis in microchannels

ABSTRACT Specific characteristics of liquid flows in microchannels are investigated. Particularly, three micro-effects which can modify the classical flow-rate versus pressure Poiseuille relationship are identified.

The first one is related to the presence of an Electrical Double Layer (EDL) near the channel wall. Based on a critical analysis of the literature, the resulting flow-rate decrease is quantified. An experimental validation requiring local velocities measurements, we have investigated μ PIV possibilities and limits in order to obtain a 3-D velocity profile. A method is proposed to improve the resolution in the direction perpendicular to the visualization plane. It has been tested on virtual data and on first real experimental data which need to be completed. In addition, the EDL can also be efficiently used to generate a μ flow. We propose an optimisation of a microchannels network intended to fill a micro-vascularized material by electro-osmosis.

The second effect is due to viscous dissipation which can modify the fluid properties, mainly the viscosity which is very sensitive to the temperature. An experimental setup for micro-flow rates measurements has been adapted to high pressure levels the effect of temperature rise is clearly highlighted. The experimental data are compared with success to analytical models and numerical simulations.

The third effect is tied to the deformation of the walls and is sensitive when they are made in polymer materials. The experimental study and the numerical simulation permit to quantify this deformation and its effects, as a function of the wall thickness.

MOTS-CLES Microfluidique, Microcanaux, Micro-écoulement de liquides, Micro-PIV, Ecoulements électrocinétique, Dissipation visqueuse