



HAL
open science

Microrhéomètre sur silicium pour chimie haut débit

Naser Belmiloud

► **To cite this version:**

Naser Belmiloud. Microrhéomètre sur silicium pour chimie haut débit. Micro et nanotechnologies/Microélectronique. Université Sciences et Technologies - Bordeaux I, 2008. Français. NNT: . tel-00399501

HAL Id: tel-00399501

<https://theses.hal.science/tel-00399501>

Submitted on 26 Jun 2009

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

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

N° d'ordre : 3640

THÈSE

présentée à

L'UNIVERSITÉ BORDEAUX I

ÉCOLE DOCTORALE DE SCIENCES PHYSIQUES ET DE L'INGÉNIEUR

par **Naser BELMILOUD**

POUR OBTENIR LE GRADE DE

DOCTEUR

SPÉCIALITÉ : ÉLECTRONIQUE

MICRORHEOMETRE SUR SILICIUM POUR CHIMIE HAUT DEBIT

Soutenue le : 23 octobre 2008

Après avis des rapporteurs :

M. Stéphane COLIN	Professeur à l'INSA Toulouse	Rapporteur
M. Bruno LE PIOUFLE	Professeur à l'ENS de Cachan	Rapporteur

Devant la commission d'examen composée de :

Mme Annie COLIN	Professeur à l'Université Bordeaux 1	Examineur
M. Stéphane COLIN	Professeur à l'INSA Toulouse	Rapporteur
Mme Isabelle DUFOUR	Professeur à L'INSA Toulouse	Directeur de thèse
M. Hamid KELLAY	Professeur à l'Université Bordeaux 1	Président
M. Bruno LE PIOUFLE	Professeur à l'ENS de Cachan	Rapporteur
M. Liviu NICU	Chargé de Recherche LAAS/CNRS Toulouse	Codirecteur de thèse

Remerciements

Ces travaux de thèse ont été réalisés au sein du laboratoire de microélectronique IMS (*Intégration du Matériau au Système*) en collaboration avec les laboratoires LAAS (*Laboratoire d'Architecture et d'Analyse des Systèmes*) de Toulouse et LOF-Rhodia (*Laboratory of the Future*) de Pessac.

Je tiens tout d'abord à remercier particulièrement mes directeurs de thèse, Isabelle DUFOUR, Professeur à l'Université de Bordeaux, et Liviu NICU, Chargé de recherche au LAAS, d'avoir accepté de diriger ces travaux avec beaucoup de disponibilité et d'efficacité mais aussi pour les conseils et encouragements qu'ils ont su me prodiguer pendant toute la durée de cette thèse.

J'exprime mes sincères remerciements aux Professeurs Hamid KELLAY du CPMOH (*Centre de Physique Moléculaire Optique et Hertzienne*) et Annie COLIN du LOF pour leur participation au jury de thèse.

Je remercie également Messieurs les Professeurs Bruno LE PIOUFLE de l'ENS (*Ecole Normale Supérieure*) de Cachan et Stéphane COLIN de l'INSA (*Institut National des Sciences Appliquées*) de Toulouse d'avoir accepté d'être les rapporteurs de ces travaux de thèse.

J'associe à ces remerciements toute l'équipe *Matériaux Microassemblés pour Microsystems* ainsi que l'ensemble des doctorants du laboratoire IMS.

Cette thèse n'aurait pas été possible sans le financement accordé par la Région Aquitaine à laquelle je tiens à exprimer ma gratitude.

<u>NOMENCLATURE DES PRINCIPALES ABREVIATIONS UTILISEES</u>	3
<u>TABLE DES FIGURES</u>	7
<u>INTRODUCTION GENERALE</u>	13
<u>PRESENTATION DES TRAVAUX</u>	17
1.1. DESCRIPTION DES ENJEUX	17
1.1.1. PROBLEMATIQUE	17
1.1.2. CONTEXTE ET ENJEUX	17
1.2. MESURES RHEOLOGIQUES	18
1.2.1. CISAILLEMENT ET VISCOSITE	18
1.2.2. RHEOMETRIE CLASSIQUE	22
1.2.3. MICRORHEOLOGIE	25
1.3. MESURES RHEOLOGIQUES UTILISANT DES MICROPOUTRES	28
1.3.1. VISCOSIMETRES ET DENSIMETRES UTILISANT UNE MICROPOUTRE OSCILLANTE	28
1.3.2. MICRORHEOMETRE DEVELOPPE AU COURS DE CETTE THESE	30
1.3.3. OBJECTIFS	33
1.4. CONCLUSION	34
<u>2. DYNAMIQUE D'UNE MICROPOUTRE EN MILIEU LIQUIDE</u>	37
2.1. GEOMETRIE ET SITUATION DU PROBLEME	37
2.1.1. DESCRIPTION DES MICROPOUTRES	37
2.1.1. EQUATIONS DE BASE	38
2.2. DETERMINATION DE LA FORCE HYDRODYNAMIQUE	39
2.2.1. DISTRIBUTION DES FORCES DANS UN FLUIDE	39
2.2.2. EQUATION DE NAVIER STOKES	40
2.2.3. FORME ADIMENSIONNELLE DE L'EQUATION DE NAVIER-STOKES	42
2.2.4. APPLICATIONS AUX MICROPOUTRES	43
2.2.5. HYDRODYNAMIQUE AUTOUR D'UNE POUTRE CYLINDRIQUE	45
2.2.6. HYDRODYNAMIQUE AUTOUR D'UNE MICROPOUTRE DE SECTION RECTANGULAIRE	51
2.3. DETERMINATION DU SPECTRE DE VIBRATION	52
2.3.1. RESOLUTION DE L'EQUATION DU MOUVEMENT	52
2.3.2. ETUDE DE L'INFLUENCE DU FLUIDE	54
2.4. CONCLUSIONS	58
<u>3. MESURE DE VISCOSITE DYNAMIQUE ET DE MASSE VOLUMIQUE MOYENNES</u>	61
3.1. DECOMPOSITION EN MODES PROPRES DU MOUVEMENT DE LA POUTRE EN MILIEU LIQUIDE	61
3.1.1. RECHERCHE DES MODES PROPRES	61
3.1.2. EQUATIONS DIFFERENTIELLES	63
3.1.3. ANALOGIE MECANIQUE VS ELECTRICITE	65
3.2. MESURES SIMULTANEEES DE MASSE VOLUMIQUE ET DE VISCOSITE	66
3.2.1. FONCTION DE TRANSFERT MECANIQUE	66
3.2.2. FIT NUMERIQUE	69
3.2.3. EXPRESSIONS DE MASSE VOLUMIQUE ET DE VISCOSITE	72
3.3. MESURES EXPERIMENTALES DU SPECTRE DE VIBRATION D'UNE MICROPOUTRE EN MILIEU LIQUIDE	75

3.3.1. PROTOCOLE EXPERIMENTAL ET MATERIEL DE MESURE	75
3.3.2. CONFRONTATION « MESURES/EXPERIENCES »	76
3.3.3. VALIDATION DES HYPOTHESES	78
3.3.4. DISCUSSION DES MESURES EXPERIMENTALES	81
3.4. CONCLUSIONS	84
4. MESURE DU COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE	87
<hr/>	
4.1. MODELE THEORIQUE ETABLI	87
4.1.1. FONCTION DE TRANSFERT MECANIQUE	87
4.1.2. FORCE HYDRODYNAMIQUE	91
4.1.3. VISCOSITE DYNAMIQUE ET MASSE VOLUMIQUE	95
4.2. MESURES RHEOLOGIQUES EN FONCTION DE LA FREQUENCE	97
4.2.1. MESURE DE LA FONCTION DE TRANSFERT	97
4.2.2. ESTIMATION DE LA FORCE HYDRODYNAMIQUE	98
4.2.3. RHEOGRAMMES $\rho(F)$ ET $\eta(F)$	99
4.3. CONCLUSIONS	102
5. RHEOLOGIE DE FLUIDES COMPLEXES	103
<hr/>	
5.1. VISCOELASTICITE	103
5.1.1. PRESENTATION	103
5.1.2. MODELE DE MAXWELL	105
5.1.3. VISCOSITE COMPLEXE	107
5.1.4. STRUCTURE ET ORIGINE DE LA VISCOELASTICITE	109
5.2. DYNAMIQUE D'UNE POUTRE IMMERGEE DANS UN FLUIDE VISCOELASTIQUE	111
5.2.1. FONCTION HYDRODYNAMIQUE	111
5.2.2. ETUDE DE LA FONCTION HYDRODYNAMIQUE	112
5.2.3. ETUDE DES SPECTRES DE VIBRATION	113
5.3. METHODE DE DETERMINATION DES PROPRIETES VISCOELASTIQUES	116
5.3.1. FONCTION DE TRANSFERT MECANIQUE	116
5.3.2. FORCE HYDRODYNAMIQUE	118
5.3.3. EXTRACTION DU CISAILLEMENT ET DE LA VISCOSITE COMPLEXE	119
5.4. MESURES RHEOLOGIQUES	121
5.4.1. COMPORTEMENT NON NEWTONIEN	121
5.4.2. FONCTION DE TRANSFERT MECANIQUE ET FORCE HYDRODYNAMIQUE	123
5.4.3. RHEOGRAMMES	125
5.5. CONCLUSION	127
CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES	129
<hr/>	
MICROSTRUCTURES A ACTIONNEMENT ET DETECTION INTEGRES	130
OPTIMISATION DE LA GEOMETRIE DES MICROSTRUCTURES	130
APPLICATION AUX SYSTEMES DE DETECTION (BIO)CHIMIQUE EN MILIEU LIQUIDE	131
ANNEXE 2.1 : CALCUL DE LA FORCE EXERCEE PAR UN FLUIDE SUR UNE POUTRE DE SECTION CIRCULAIRE	133
<hr/>	
ANNEXE 5.1. DYNAMIQUE DES MICELLES GEANTES	145

Nomenclature des principales abréviations utilisées

a_1, a_2, b_1, b_2 = paramètres de *Maali&al*

b = largeur de la poutre [m]

C_n = coefficient d'amortissement au mode n

E = module de Young [$kg.m^{-1}.s^{-2}$]

F_{exc} = force excitatrice par unité de longueur [$kg.s^{-2}$]

F_{fluid} = force hydrodynamique exercée par le fluide par unité de longueur [$kg.s^{-2}$]

$F_{\perp}, F_{//}$ = composante normale et tangentielle à la surface d'un solide immergé de la force hydrodynamique par unité de longueur [$kg.s^{-2}$]

f = fréquence de vibration de la poutre [s^{-1}]

$f_{0,vide}$ = fréquence de résonance de la poutre dans le vide [s^{-1}]

$f_{0,n}$ = fréquence propre du système {poutre+couche de fluide déplacée} au mode n [s^{-1}]

Fr = nombre de Froude

G^* = rigidité de cisaillement complexe [$kg.m^{-1}.s^{-2}$]

G_{dB} = gain de la fonction de transfert en dB

G', G'' = partie réelle et imaginaire de la rigidité de cisaillement complexe [$kg.m^{-1}.s^{-2}$]

G_0 = valeur du plateau caoutchoutique d'un fluide viscoélastique [$kg.m^{-1}.s^{-2}$]

g_1, g_2 = composante dissipative [$kg.m^{-1}.s^{-1}$] et inertielle [kg] de la force hydrodynamique par unité de longueur

\vec{g} = champ d'accélération de gravité [$m.s^{-2}$]

H = fonction de transfert mécanique de la poutre [$kg^{-1}.s^2$]

H_0 = valeur statique de la fonction de transfert mécanique [$kg^{-1}.s^2$]

h = épaisseur de la poutre [m]

I = moment quadratique [m^4]

k_0 = raideur de la poutre [$kg.m^2.s^{-2}$]

K_i = fonction de Bessel de deuxième espèce d'ordre i

K_n = raideur de la poutre en flexion au mode n [$kg.m^2.s^{-2}$]

L = longueur de la poutre [m]

m = masse de la poutre [kg]

m_L = masse de la poutre par unité de longueur [$kg.m^{-1}$]

M_L = masse déplacée lors de l'immersion de la poutre par unité de longueur [$kg.m^{-1}$]

M_n = masse du système {poutre+couche de fluide déplacée} [kg]
 P = pression au sein du fluide [kg.m⁻¹.s⁻²]
 q_n = déformée modale du mode n [m]
 R = rayon du cylindre [m]
 Re = nombre de Reynolds
 S = surface de la poutre [m²]
 Str = nombre de Strouhal
 T = tenseur des contraintes [kg.m⁻¹.s⁻²]
 \vec{v} = champ de vitesse du fluide [m.s⁻¹]
 w = amplitude des vibrations [m]
 W_0 = déflexion statique [m]
 α, β = constantes vérifiant les conditions aux limites de Dirichlet
 γ = déformation
 Γ = fonction hydrodynamique complexe propre à la poutre
 Γ', Γ'' = parties réelles et imaginaires de la fonction hydrodynamique
 δ = épaisseur de la couche de fluide déplacée à chaque fréquence de vibration [m]
 $\delta(x-L)$ = fonction de Dirac nulle pour $x \neq L$
 η = viscosité dynamique [kg.m⁻¹.s⁻¹]
 η', η'' = partie réelle et imaginaire de la viscosité dynamique complexe [kg.m⁻¹.s⁻¹]
 η^* = viscosité dynamique complexe [kg.m⁻¹.s⁻¹]
 θ_n = coordonnées modales du mode n
 λ = temps caractéristique du fluide complexe [s]
 λ_n = nombre caractéristique du mode n
 ρ = masse volumique du fluide [kg.m⁻³]
 μ = viscosité cinématique [m².s⁻¹]
 ξ_n = coefficient d'amortissement au mode n
 τ = contrainte [kg.m⁻¹.s⁻²]
 ϕ = phase de la fonction de transfert
 ψ = fonction de courant [m².s⁻¹]
 Ω_{corr} = fonction de correction de Sader
 ω = pulsation des vibrations [s⁻¹]
 $\vec{\Omega}$ = vecteur tourbillon [s⁻¹]

$\vec{\nabla}$ = opérateur vectoriel différentiel « nabla »

$\bar{\Delta}$ = opérateur vectoriel différentiel « laplacien »

$\frac{D}{Dt}$ = opérateur dérivée particulière

$\left| \frac{\partial \phi}{\partial f} \right|_{\max}$ = valeur de la dérivée au point d'inflexion du diagramme de phase [s^{-1}]

Table des figures

<u>Figure 1.1</u> : Schéma d'une cellule de Couette et de déformation d'un fluide soumis à une contrainte tangentielle.....	18
<u>Figure 1.2</u> : Schéma d'un écoulement de Couette d'un fluide soumis à une contrainte tangentielle.....	19
<u>Figure 1.3</u> : (a) matériau soumis à une contrainte normale entraînant une contraction latérale et un allongement. (b) matériau soumis à une contrainte tangentielle entraînant une déformation « angulaire ».....	21
<u>Figure 1.4</u> : Géométries des deux principaux types de rhéomètres rotatifs : (a) le rhéomètre à cellule de Couette, dans lequel l'échantillon est placé dans l'entrefer de deux cylindres, et (b) le rhéomètre à cône/plan, dans lequel l'échantillon est cisailé entre un cône mobile et un plateau fixe.....	24
<u>Figure 1.5</u> : Type de micropoutre utilisée. La puce comporte deux poutres identiques deux à deux. Ici, les poutres ont les mêmes largeurs et épaisseurs respectivement égales à $600\mu\text{m}$ et $18\mu\text{m}$. Les longueurs sont de $500\mu\text{m}$ et 4mm	30
<u>Figure 1.6</u> : Micropoutre actionnée par une force ponctuelle à son extrémité, exemple d'une force de Laplace.....	31
<u>Figure 1.7</u> : Schéma d'un banc optique de mesure des vibrations d'une micropoutre.....	32
<u>Figure 2.1</u> : Géométrie d'une micropoutre rectangulaire, l'origine du repère est située à l'encastrement et au barycentre de la section transverse $b \times h$	37
<u>Figure 2.2</u> : Flexion d'une micropoutre rectangulaire soumise à une force ponctuelle en bout de poutre, l'origine du repère est située à l'encastrement et au barycentre de la section transverse.....	38
<u>Figure 2.3</u> : Schéma illustrant la localisation des contraintes et des forces à la surface d'un solide immergé dans un fluide.....	40
<u>Figure 2.4</u> : Schéma illustrant les caractéristiques géométriques d'une poutre cylindrique en oscillation dans un fluide de viscosité dynamique η et de masse volumique ρ	44
<u>Figure 2.5</u> : Géométrie du problème - Vue de coupe d'un cylindre de rayon R et de longueur L en vibration dans une direction perpendiculaire à son axe de révolution dans un fluide de masse volumique ρ et de viscosité dynamique η	45

<u>Figure 2.6</u> : Simulation montrant l'évolution de la phase de $w(L, \omega)$ en fonction de la viscosité pour une poutre en silicium de géométrie $50\mu\text{m} \times 400\mu\text{m} \times 3000\mu\text{m}$ immergée dans des fluides de viscosité égale à $\eta=1\text{cP}$ de différentes masse volumique : 500kg.m^{-3} , 1000kg.m^{-3} , 5000kg.m^{-3} et 10000kg.m^{-3}	55
<u>Figure 2.7</u> : Simulation montrant l'évolution de l'amplitude de vibrations en bout de poutre en fonction de la fréquence pour une poutre en silicium de géométrie $50\mu\text{m} \times 400\mu\text{m} \times 3000\mu\text{m}$ immergée dans des fluides de viscosité égale à $\eta=1\text{cP}$ de différentes masse volumique : 500kg.m^{-3} , 1000kg.m^{-3} , 5000kg.m^{-3} et $10\ 000\text{kg.m}^{-3}$	55
<u>Figure 2.8</u> : Simulation montrant l'évolution de la phase en fonction de la viscosité pour une poutre en silicium de géométrie $50\mu\text{m} \times 400\mu\text{m} \times 3000\mu\text{m}$ immergée dans des fluides de masse volumique égale à $\rho=1000\text{kg.m}^{-3}$ de différentes viscosités : 1cP , 10cP , 100cP , 1000cP , 5000cP et 10000cP	56
<u>Figure 2.9</u> : Simulation montrant l'évolution de l'amplitude normalisée en fonction de la viscosité pour une poutre en silicium de géométrie $50\mu\text{m} \times 400\mu\text{m} \times 3000\mu\text{m}$ immergée dans huiles silicones de masse volumique $\rho=1000\text{kg.m}^{-3}$ et de différentes viscosités : 1cP , 10cP , 100cP , 1000cP , 5000cP et 10000cP	57
<u>Figure 3.1</u> : Schéma illustrant l'analogie mécanique vs électrique entre la dynamique de la poutre en milieu liquide visqueux et un filtre passe-bas du second ordre R, L, C.....	66
<u>Figure 3.2</u> : Simulation réalisée d'après la résolution analytique présentée au chapitre 2 montrant l'évolution de l'amplitude au cours des 8 premiers modes de résonances pour une poutre en silicium de géométrie $70\mu\text{m} \times 400\mu\text{m} \times 3000\mu\text{m}$ immergée dans 4 fluides de masse volumique $\rho=1000\text{kg.m}^{-3}$ et de différentes viscosités : 10cP , 100cP , 1000cP , 10000cP	68
<u>Figure 3.3</u> : Simulation réalisée d'après la résolution analytique présentée au chapitre 2 montrant l'évolution de la phase au cours des 8 premiers modes de résonances pour une poutre en silicium de géométrie $70\mu\text{m} \times 400\mu\text{m} \times 3000\mu\text{m}$ immergée dans 4 fluides de masse volumique $\rho=1000\text{kg.m}^{-3}$ et de différentes viscosités : 10cP , 100cP , 1000cP , 10000cP	69
<u>Figure 3.4</u> : Comparaison des solutions analytiques (noire) au modèle du gain de la fonction de transfert simplifié (tiret rouge) pour une poutre en silicium de géométrie $60\mu\text{m} \times 160\mu\text{m} \times 3000\mu\text{m}$ immergée dans 5 fluides de masse volumique $\rho=1000\text{kg.m}^{-3}$ et de différentes viscosités : 10cP , 20cP , 300cP , 500cP et 1000cP	72

<u>Figure 3.5</u> : Mesures expérimentales du gain et de la phase d'une poutre de géométrie $18\mu\text{m} \times 600\mu\text{m} \times 4000\mu\text{m}$ immergée dans des huiles silicones de masse volumique $\rho=1000\text{kg.m}^{-3}$ et de viscosité dynamique : 10cP, 20cP, 100cP, 288cP, 485cP et 1000cP.....	77
<u>Figure 3.6</u> : Simulation correspondant aux mesures présentées dans la Figure 3.5.....	77
<u>Figure 3.7</u> : Confrontation des mesures expérimentales (Figure3.6) du produit $f \times \left \frac{\partial \phi}{\partial f} \right _{\text{max}}$ aux simulations présentées dans la Figure 3.8 en fonction de la viscosité dynamique.....	78
<u>Figure 3.8</u> : Fit par une fonction de transfert simulant la somme de 3 filtres passe-bas du second ordre des mesures expérimentales du gain du spectre de vibration d'une poutre de géométrie $18\mu\text{m} \times 600\mu\text{m} \times 4000\mu\text{m}$ immergée dans une huile silicone de masse volumique $\rho=1000\text{kg.m}^{-3}$ et de viscosité dynamique 19,8cP.....	79
<u>Figure 3.9</u> : Fit par une fonction de transfert d'un filtre passe-bas du second ordre des mesures expérimentales du gain du spectre de vibration d'une poutre de géométrie $18\mu\text{m} \times 600\mu\text{m} \times 4000\mu\text{m}$ immergée dans une huile silicone de masse volumique $\rho=1000\text{kg.m}^{-3}$ et de viscosité dynamique 19,8cP.....	82
<u>Figure 4.1</u> : Simulation du module (a) et de la phase (b) de la fonction de transfert pour une poutre en silicium de géométrie $60\mu\text{m} \times 160\mu\text{m} \times 3000\mu\text{m}$ immergée dans 4 fluides de même masse volumique $\rho=1000\text{kg.m}^{-3}$ et de viscosités différentes: 1cP, 10cP, 100cP, 1000cP.....	88
<u>Figure 4.2</u> : Extraction des composantes g_2 (a) et g_1 (b) (en noir) du spectre de vibration présenté dans la Figure4.1 et confrontation au modèle de Maali&al (tirets rouges --).....	93
<u>Figure 4.3</u> : Nombre de Reynolds calculé en fonction de la fréquence correspondant aux simulations présentées en Figure 4.1.....	94
<u>Figure 4.4</u> : Extraction à partir du spectre de vibration présenté dans la Figure 4.1, du comportement rhéologique du fluide, i-e la viscosité dynamique (a) et la masse volumique (b) en fonction de la fréquence.....	96
<u>Figure 4.5</u> : Mesure du module (a) et de la phase (b) de la fonction de transfert pour une poutre en silicium de géométrie $70\mu\text{m} \times 200\mu\text{m} \times 3000\mu\text{m}$ immergée dans une huile silicone de masse volumique $\rho=1000\text{kg.m}^{-3}$ et de viscosité $\eta=0,0965\text{Pa.s}$	98

<u>Figure 4.6</u> : Extraction des composantes g_1 (a) et g_2 (b) (en noir) du spectre de vibration présenté dans la Figure 4.5 et confrontation au modèle de Maali&al (ligne bleue)	99
<u>Figure 4.7</u> : Extraction à partir du spectre de vibration mesuré présenté dans la Figure 4.5, du comportement rhéologique du fluide, i-e la viscosité dynamique (a) et la masse volumique (b) en fonction de la fréquence	100
<u>Figure 4.8</u> : Estimation de la viscosité dynamique et de la masse volumique en fonction de la fréquence pour une poutre de silicium de géométrie $39\mu\text{m} \times 600\mu\text{m} \times 4000\mu\text{m}$ immergée dans des huiles silicone de masse volumique $\rho=980\text{kg.m}^{-3}$ et de viscosité : 5cP, 10cP et 20cP	101
<u>Figure 4.9</u> : Estimation de la viscosité dynamique et de la masse volumique en fonction de la fréquence pour une poutre de silicium de géométrie $18\mu\text{m} \times 600\mu\text{m} \times 4000\mu\text{m}$ immergée dans des huiles silicone de masse volumique $\rho=1000\text{kg.m}^{-3}$ et de viscosité : 10cP, 20cP, 100cP et 1000cP	101
<u>Figure 5.1</u> : Modèle de Kelvin pour solides viscoélastiques (à gauche) et modèle de Maxwell pour fluides viscoélastiques (à droite) de module de cisaillement G_0 et de viscosité dynamique η , soumis à une contrainte de cisaillement τ	104
<u>Figure 5.2</u> : Fluide viscoélastique de module de cisaillement G_0 et de viscosité dynamique η , soumis à une contrainte de cisaillement τ entraînant une déformation γ	105
<u>Figure 5.3</u> : Partie réelle et partie imaginaire du cisaillement complexe G d'un fluide viscoélastique selon le modèle de Maxwell pour un temps caractéristique $\lambda=1\text{s}$. En rouge est tracée la fréquence caractéristique correspondant à $1/2\pi\lambda$	108
<u>Figure 5.4</u> : Partie réelle et partie imaginaire de la viscosité complexe η d'un fluide viscoélastique selon le modèle de Maxwell pour un temps caractéristique $\lambda =1\text{s}$. En rouge est tracée la fréquence caractéristique correspondant à $1/2\pi\lambda$	109
<u>Figure 5.5</u> : Les 3 phases des fluides complexes : (a)Nématique : alignement parallèle les uns aux autres. (b)Cholestérique : arrangement en hélices et empilement continu de plans où règne un ordre de type nématique. (c)Smectique : molécules alignées parallèlement les unes aux autres mais regroupées en couches parallèles régulièrement espacées	110
<u>Figure 5.6</u> : Simulation du gain (a) et phase (b) de la fonction de transfert pour une poutre en silicium de géométrie $60\mu\text{m} \times 160\mu\text{m} \times 3000\mu\text{m}$ immergée dans 4 fluides viscoélastiques selon le modèle de Maxwell de même masse volumique $\rho=1000\text{kg.m}^{-3}$ et temps	

<i>caractéristique $\lambda = 1s$ et plusieurs valeurs de plateaux caoutchoutiques $G_0 = 10Pa, 100Pa, 1000Pa$ et 10^4Pa . En rouge est tracée la fréquence de résonance dans le vide.....</i>	114
<i><u>Figure 5.7</u> : Simulation du gain (a) et phase (b) de la fonction de transfert pour une poutre en silicium de géométrie $60\mu m \times 160\mu m \times 3000\mu m$ immergée dans 4 fluides de même masse volumique $\rho=1000kg.m^{-3}$ pour une valeur de plateau caoutchoutique $G_0 = 1000Pa$ et différents temps caractéristiques $\lambda = 10^{-2}s, 10^{-1}s, 1s$ et $10s$. En rouge est tracée la fréquence de résonance dans le vide.....</i>	115
<i><u>Figure 5.8</u> : Aux basses fréquences, simulation du gain (a) et phase (b) de la fonction de transfert pour une poutre en silicium de géométrie $60\mu m \times 160\mu m \times 3000\mu m$ immergée dans 4 fluides viscoélastiques selon le modèle de Maxwell de même masse volumique $\rho=1000kg.m^{-3}$ et temps caractéristique $\lambda = 1s$ et plusieurs valeurs de plateaux caoutchoutiques $G_0 = 10Pa, 100Pa, 1000Pa$ et 10^4Pa. En rouge est tracée la fréquence caractéristique correspondant à $1/2\pi\lambda$.....</i>	116
<i><u>Figure 5.9</u> : Aux basses fréquences, simulation du gain (a) et phase (b) de la fonction de transfert pour une poutre en silicium de géométrie $60\mu m \times 160\mu m \times 3000\mu m$ immergée dans 4 fluides de même masse volumique $\rho=1000kg.m^{-3}$ pour une valeur de plateau caoutchoutique $G_0 = 1000Pa$ et différents temps caractéristiques $\lambda = 10^{-2}s, 10^{-1}s, 1s$ et $10s$. En rouge sont tracées les fréquences caractéristiques correspondant à $1/2\pi\lambda$.....</i>	116
<i><u>Figure 5.10</u> : Simulation du gain (a) et de la phase (b) de la fonction de transfert pour une poutre en silicium de géométrie $70\mu m \times 200\mu m \times 3000\mu m$ immergée dans 4 fluides viscoélastiques de même masse volumique $\rho=1000kg.m^{-3}$ et temps caractéristique $\lambda=1s$ mais de plateaux caoutchoutiques différents : $100Pa, 1000Pa$ et $10000Pa$. En rouge est tracée la fréquence caractéristique correspondant à $1/2\pi\lambda$.....</i>	117
<i><u>Figure 5.11</u> : Extraction des composantes g_1 (a) et g_2 (b) (en noir) du spectre de vibration présenté dans la Figure 5.10 et confrontation à notre modèle (tirets rouges --)</i>	119
<i><u>Figure 5.12</u> : Extraction des parties réelles G' et imaginaires G'' de module de cisaillement complexe des fluides viscoélastiques présentés en Figure 5.10 et confrontation à notre modèle (tirets rouges --).....</i>	120
<i><u>Figure 5.13</u> : Extraction des parties réelles η' et imaginaires η'' de la viscosité complexe des fluides viscoélastiques présentés en Figure 5.10.....</i>	121

<u>Figure 5.14</u> : Mesure du module (a) et de la phase (b) de la fonction de transfert pour une poutre en silicium de géométrie $70\mu\text{m} \times 200\mu\text{m} \times 4000\mu\text{m}$ immergée dans trois fluides différents : air, EHDT et dodécane($\text{C}_{12}\text{H}_{26}$)	122
<u>Figure 5.15</u> : Mesure du gain (a) et de la phase (b) de la fonction de transfert pour une poutre en silicium de géométrie $70\mu\text{m} \times 200\mu\text{m} \times 4000\mu\text{m}$ immergée dans un mélange EHDT-dodécane à différents titres massiques d'EHDT obtenue par dilution de la solution mère à 10% de titre massique.....	123
<u>Figure 5.16</u> : Mesure du gain (a) et de la phase (b) de la fonction de transfert pour une poutre en silicium de géométrie $23\mu\text{m} \times 600\mu\text{m} \times 4000\mu\text{m}$ immergée dans un mélange EHDT-dodécane à 10% de titre massique d'EHDT.....	124
<u>Figure 5.17</u> : Extraction des composantes g_1 et g_2 du spectre de vibration présenté dans la Figure 5.16.....	125
<u>Figure 5.18</u> : Extraction des parties réelles et imaginaire de la rigidité de cisaillement du spectre de vibration présenté dans la Figure 5.16.....	126
<u>Figure 5.19</u> : Extraction de la viscosité à partir du spectre de vibration présenté dans la Figure 5.16.....	126
<u>Figure 5.20</u> : Mesure de G'' et de η' pour une poutre en silicium de géométrie $20\mu\text{m} \times 600\mu\text{m} \times 4000\mu\text{m}$ immergée dans huile silicone de viscosité dynamique 100cP et de masse volumique 1000kg.m^{-3}	127
<u>Figure5A.1</u> : Equilibre de scission-recombinaison, les macromolécules formée par l'assemblage de molécules amphiphile sont cylindriques, forme minimisant l'énergie de la structure.....	145
<u>Figure5A.2</u> : Modèle de reptation simple d'une macromolécule cylindrique.....	146
<u>Figure5A.3</u> : Relaxation avec scissions et recombinaisons.....	147
<u>Figure5A.3</u> : Reptation des micelles branchées.....	149
<u>Figure5A.4</u> : Équivalence micelles branchées /micelles linéaires.....	149

Introduction générale

Dans les dix dernières années, la manipulation de volumes de fluide extrêmement petits “ micro fluide ” de l’ordre du millionième ou du milliardième de litre a connu une grande avancée. Cette miniaturisation couplée à des techniques de détection a permis d’augmenter de façon très importante les débits d’essais dans les domaines de la biologie et de la pharmacie et ainsi de réaliser des projets de très larges amplitudes tel le décryptage du génome humain ou le ciblage de certaines molécules pharmaceutiques. Le besoin en capteurs intégrés, capables de mesurer *in-situ* les propriétés d’un fluide, devient un enjeu important dans les sciences du vivant, dans l’industrie de la chimie fine, ainsi que dans le domaine environnemental. Notre projet concerne plus particulièrement la **construction d’un rhéomètre sur une puce silicium en vue d’applications microfluidiques pour la chimie haut-débit**. Ce micro-rhéomètre, comme tous les rhéomètres, sera un dispositif capable de mesurer les propriétés rhéologiques d’un fluide, c'est-à-dire de donner une réponse quantitative à la question suivante : Comment coule le fluide ? Il permettra notamment la mesure des propriétés viscoélastiques linéaires des fluides complexes sur une large gamme de fréquence (de 1 Hz à 100 kHz).

Cette problématique a un double aspect : *industriel* et *académique*.

- C’est une question appliquée très importante car ces fluides (shampooing, mousse au chocolat, solutions de polymère ou de tensioactifs) interviennent dans de nombreux domaines industriels (agroalimentaire, peinture, papier, cosmétique, pharmacie). La compréhension et le contrôle de leurs propriétés rhéologiques sont des enjeux clés pour ces domaines d’application. En effet, ils gouvernent la production, le transport et l’utilisation des fluides. Par exemple, il est impossible dans le domaine de la médecine d’injecter dans le sang des substances très visqueuses. Le contrôle des propriétés rhéologiques se fait en modifiant les formulations c'est-à-dire en ajustant les concentrations des différents constituants (concentration en polymère, en sel, en tensioactifs) ou en ajoutant des additifs.
- C’est une question académique, car les méthodes de mesures actuelles se limitent à des gammes de fréquences basses (de 1 Hz à 100 Hz). Les propriétés de ces fluides

dépendent de la fréquence et leur caractérisation pour des gammes plus larges de fréquence peut permettre de mettre en évidence certains phénomènes physiques. Par exemple si l'on sollicite un réseau enchevêtré de polymère avec des temps caractéristiques plus longs que le temps de désenchevêtrement des chaînes de polymère, le système pourra se désenchevêtrer et il sera visqueux comme un liquide simple. A l'inverse si on le sollicite sur des temps plus courts, le système demeurera un réseau et la solution sera élastique, se comportant comme un solide. Ces phénomènes ont été largement étudiés dans la littérature. Notre approche va permettre d'élargir le champ d'étude en fréquence et notamment de regarder des phénomènes caractéristiques entre 100 Hz et 100 kHz sur une même expérience.

Afin de répondre à cette problématique de mesure des propriétés rhéologiques de petites quantités de fluide pour des gammes de fréquence étendues, la dynamique en milieu liquide des *microstructures résonantes en silicium* a été analysée. A cette échelle micrométrique, les vibrations de micropoutre dépendent non seulement des propriétés de la microstructure (géométrie, matériaux) mais aussi des propriétés du fluide environnant (densité, viscosité, etc.). En effet, de façon schématique, la présence du fluide se traduit par deux phénomènes : un phénomène d'inertie ('effet de masse') et un phénomène dissipatif ('effet de pertes'). Ainsi l'analyse de la réponse fréquentielle des microstructures mobiles permet de remonter aux propriétés des fluides en fonction de la fréquence. La mesure par banc optique Laser permet de retrouver les caractéristiques vibrationnelles de la micropoutre en milieu liquide : la phase et l'amplitude des déflexions. Ensuite ces mesures sont injectées dans un modèle simplifié de la dynamique de la poutre élaboré au cours de ma thèse. Les mesures de viscosité et de masse volumique sont ainsi calculées en fonction de la fréquence sans être limité aux phénomènes de résonances.

Ce mémoire se divise en cinq chapitres :

- Chapitre 1 : Après avoir évoqué les enjeux de la microrhéologie, les différentes techniques expérimentales et les grandeurs physiques liées à cette thématique seront énumérées.
- Chapitre 2 : La dynamique de la poutre immergée dans un fluide newtonien sera analysée afin d'étudier l'influence de la masse volumique et de la viscosité dynamique sur les spectres de vibration.
- Chapitre 3 : Une mise à jour et une extension d'un modèle existant de viscosimétrie utilisant des micropoutres seront proposées. Les expressions analytiques de la viscosité dynamique et de la masse volumique en fonction des paramètres expérimentaux connus seront explicitées puis confrontées aux expériences.
- Chapitre 4 : Des hypothèses simplificatrices discutées dans le chapitre 3 permettront d'extraire les valeurs de la masse volumique et de la viscosité dynamique en fonction de la fréquence à partir du spectre de vibration d'une micropoutre. Les premières mesures de comportement rhéologique utilisant des micropoutres y seront présentées.
- Chapitre 5 : La méthode développée au chapitre 4 sera adaptée dans le contexte des fluides complexes en y introduisant la viscosité complexe et en y exposant une nouvelle fonction hydrodynamique adaptée. Connaissant la masse volumique, nous montrerons qu'il est possible d'extraire les paramètres viscoélastiques.

Présentation des travaux

1.1. Description des enjeux

1.1.1. Problématique

Les travaux commencés en Octobre 2005 ont pour but général d'améliorer les connaissances des propriétés rhéologiques des fluides complexes utilisés dans les micro et nanosystèmes. En effet, à ces dimensions afin de répondre à la question simple '*comment coule le fluide ?*', il est nécessaire de connaître les propriétés mécaniques des fluides à l'échelle micrométrique voire submicrométrique. Nous proposons de réaliser des dispositifs expérimentaux capables d'apporter des réponses à cette question fondamentale. Tous les dispositifs utilisés sont basés sur la mesure de vibration de micropoutres (appelées aussi microleviers) en silicium dans des fluides complexes au repos. Des modélisations analytiques des phénomènes physiques (couplage fluide/structure) mis en jeu à ces échelles seront développées afin de pouvoir analyser et comprendre les mesures effectuées dans différentes configurations. D'un point de vue applicatif, en plus de la bonne connaissance des écoulements dans les systèmes microfluidiques, ces travaux ont pour but de développer des microrhéomètres capables de mesurer *in situ* les propriétés viscoélastiques des fluides complexes. La compréhension et le contrôle des propriétés rhéologiques de ces fluides sont des enjeux-clés pour de nombreux domaines d'applications (agroalimentaire, peinture, cosmétiques, pharmacie, biophysique etc.). Il est donc important d'apporter à la fois à ces domaines industriels et de recherche fondamentale, des systèmes de mesures performants, qui permettront de réduire premièrement le temps de mise sur le marché de nouveaux produits puis de mieux comprendre les propriétés mécaniques des matériaux à l'échelle moléculaire.

1.1.2. Contexte et enjeux

Les fluides complexes sont des systèmes qui mettent en jeu de larges distributions de temps caractéristiques et d'échelles de tailles. Ces systèmes comprennent les mousses, les émulsions, les gels et les polymères. Ils sont incontournables dans la vie quotidienne tout

comme dans le domaine des applications. Ils interviennent notamment dans les domaines de l'agroalimentaire, de l'industrie des bitumes, des matériaux, de la cosmétique et de la lubrification. Du fait de l'existence de différentes échelles de tailles caractéristiques (*macro* : la taille de l'échantillon, *méso* : la taille de la structure et *micro* : la taille moléculaire), la compréhension et la modélisation des propriétés mécaniques de ces systèmes sont des tâches ardues. En effet, lorsqu'un fluide complexe est soumis à un écoulement, il existe un couplage entre la structure du fluide et l'écoulement du fait de l'existence d'une échelle de taille mésoscopique. Une chaîne de polymère s'allonge et s'aligne dans l'écoulement, ce qui entraîne une diminution de la viscosité de cisaillement en fonction du taux de cisaillement.

Ici, nous proposons de répondre à des questions ouvertes sur la mise au point des outils expérimentaux capables de sonder localement les propriétés mécaniques de ces fluides en fonction de la fréquence de la sollicitation mécanique appliquée au fluide.

1.2. Mesures rhéologiques

1.2.1. Cisaillement et viscosité

La rhéologie a pour objet l'étude de la déformation des corps, y compris leur écoulement, sous l'influence de contraintes qui leur sont appliquées. L'écoulement ne constitue qu'un cas particulier de déformation. Le matériau se déforme lorsque, soumis à un système de forces, sa forme se trouve modifiée.

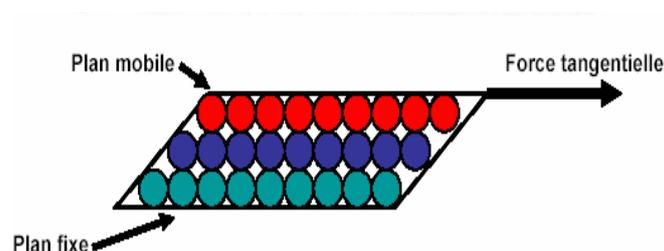


Figure 1.1 : Schéma d'une cellule de Couette et de déformation d'un fluide soumis à une contrainte tangentielle.

On considère idéalement un liquide au repos comme un ensemble de couches moléculaires parallèles (Cf. *Figure 1.1*). Soumise à une contrainte tangentielle, une des couches du liquide se déplace par rapport à celle qui lui est sous-jacente ; en raison du frottement permanent sur les molécules de la seconde couche, le mouvement est transmis partiellement à cette dernière en même temps que la vitesse de déplacement de la première couche diminue. Cet effet de retard, provoqué par la friction interne des molécules de la couche sous-jacente sur celle de la couche supérieure, est appelé la viscosité. La viscosité est la résistance à l'écoulement d'un système soumis à une contrainte tangentielle. Dans la *Figure 1.2*, nous considérons un matériau comme un ensemble de couches moléculaires parallèles emprisonnées entre 2 plans parallèles de surface S séparés d'une distance dx . Un des plans est fixe, et le second plan est déplacé d'une distance dy à une vitesse constante de norme V_0 .

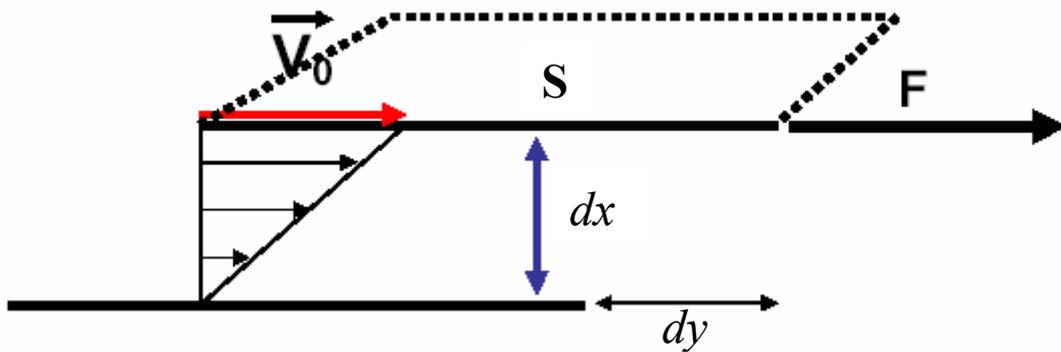


Figure 1.2 : Schéma d'un écoulement de Couette d'un fluide soumis à une contrainte tangentielle.

Sous l'effet de la force tangentielle, la première couche moléculaire se déplace à la même vitesse. Les couches inférieures vont se mouvoir dans la même direction mais avec des vitesses de plus en plus petites. Il se crée un gradient de vitesse entre les deux plans. La déformation γ créée est définie par le rapport :

$$\gamma = \frac{dy}{dx} \quad (1.1)$$

La norme du gradient de vitesse constante dans tout l'échantillon est définie comme le taux ou vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$ suivant la relation :

$$\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt} \quad (1.2)$$

La force tangentielle par unité de surface est définie comme la contrainte induite τ (ou stress) suivant la relation :

$$\tau = \frac{F}{S} \quad (1.3)$$

Pour un liquide newtonien, le taux de cisaillement est directement proportionnel à la contrainte :

$$\tau = \eta \dot{\gamma} \quad (1.4)$$

où η est la viscosité dynamique. La viscosité dynamique donne une information importante sur la structure du fluide et les interactions moléculaires. L'unité la plus fréquemment utilisée est le Poise, P , ou le centiPoise noté cP . Notons que $1cP=10^{-3}Pa.s$. Elle permet de quantifier la résistance à l'écoulement d'un fluide. On définit également la viscosité cinématique μ comme le rapport de la viscosité dynamique η par la masse volumique ρ du fluide :

$$\mu = \frac{\eta}{\rho} \quad (1.5)$$

La viscosité cinématique donne une information sur la capacité à percoler, c'est-à-dire pour des fluides sous-pressions, leur capacité plus ou moins aisée à traverser un milieu poreux. Elle est fréquemment exprimée en Stokes, St , ou en centiStokes noté cSt . Notons que $1St=10^{-4}m^2.s^{-1}$. La réponse d'un fluide à une contrainte tangentielle renseigne sur les propriétés dissipatives d'un fluide. Tandis qu'appliquer une contrainte normale à un fluide renseigne sur la compressibilité d'un fluide. L'application d'une contrainte normale donne une information sur le module d'élasticité longitudinal autrement dit le module de Young, noté E . Ce module est proportionnel au module de rigidité de cisaillement, noté G :

$$E = 2(1+\nu)G \quad (1.6)$$

où ν est le coefficient de Poisson. Le module de Young lie la contrainte normale σ à la déformation ε issue de l'application de cette même contrainte par :

$$\sigma = E\varepsilon \quad (1.7)$$

Par analogie, le module de rigidité de cisaillement G lie la contrainte de cisaillement τ à la déformation γ issue de l'application de cette même contrainte :

$$\tau = G\gamma \quad (1.8)$$

La *Figure 1.3* illustre un matériau soumis à deux types de contraintes, normale et tangentielle, entraînant deux types de déformation : élastique et de cisaillement.

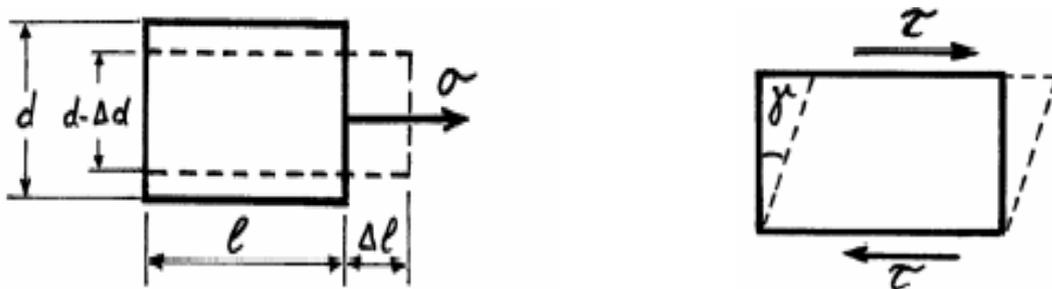


Figure 1.3 : (a) matériau soumis à une contrainte normale entraînant une contraction latérale et un allongement. (b) matériau soumis à une contrainte tangentielle entraînant une déformation « angulaire ».

Dans le *Tableau 1.1*, les unités des différentes grandeurs rhéologiques présentées sont exprimées dans le système d'unités *CGS* (centimètre, gramme et seconde) et dans le système international d'unités *SI*.

grandeurs physiques	CGS	SI
$\dot{\gamma}$	s^{-1}	s^{-1}
E, G, σ, τ	$g \cdot cm^{-1} \cdot s^{-2}$	$Pa = kg \cdot m^{-1} \cdot s^{-2}$
η	$P = g \cdot m^{-1} \cdot s^{-1}$	$Pa \cdot s = kg \cdot m^{-1} \cdot s^{-1}$
μ	$St = cm^2 \cdot s^{-1}$	$m^2 \cdot s^{-1}$
F	$1 \text{ dyn} = g \cdot cm \cdot s^{-2}$	$N = kg \cdot m \cdot s^{-2}$

Tableau 1.1 : Unités des différentes grandeurs utilisées en rhéologie dans les systèmes *CGS* ou *SI*.

Finalement, la viscosité tire son origine des conformations spatiales et des interactions électrostatiques de type Van der Waals entre les molécules constituant le fluide. En changeant de conformation spatiale, les polymères s'alignent dans l'écoulement, les enchevêtrements disparaissent, la solution devient plus fluide. Les forces de Van der Waals permettent de transférer une partie de l'énergie cinétique de cette couche aux molécules en dessous qui sont

entraînées mais à une vitesse moindre : plus ces forces d'interactions sont fortes, plus le fluide est visqueux et plus la vitesse décroît vite quand on s'éloigne de la couche du dessus. Ainsi, comparons l'eau (H_2O) et l'hexane (C_6H_{14}), qui ont des volumes moléculaires similaires : on sait que l'eau présente des interactions moléculaires fortes (liaisons hydrogènes) alors que pour l'hexane elles sont très faibles. On observe effectivement que la viscosité de l'hexane est beaucoup plus faible que celle de l'eau : $\eta_{C_6H_{12}} = 0,3cP$ et $\eta_{H_2O} = 1cP$ à $T=20^\circ C$ et $P=1bar$.

Un fluide est dit newtonien si sa viscosité est indépendante de la contrainte appliquée. On dit que le fluide est parfait ou linéaire. Cependant, le comportement d'un fluide peut être différent si nous changeons la façon de le cisailer (si la contrainte appliquée varie, il peut se déformer différemment, sa viscosité peut donc varier). Les relations entre contrainte de cisaillement, vitesse de cisaillement et viscosité sont donc autant de fonctions d'état du fluide, qui définissent son comportement rhéologique. Leurs représentations graphiques sont appelées rhéogrammes, par exemple, l'évolution de la viscosité ou du module de cisaillement en fonction de la fréquence de la sollicitation mécanique appliquée au fluide. Elles sont déterminées grâce à des rhéomètres.

1.2.2. Rhéométrie classique

Pour sonder l'écoulement d'un fluide complexe, la technique la plus employée est la rhéométrie¹. Les rhéomètres (cellule de couette, cellule cône/plan) permettent de mesurer les modules viscoélastiques, les courbes d'écoulement et les forces normales. Cette technique est une technique globale car la réponse est une réponse moyennée sur l'ensemble de l'échantillon. L'échantillon à analyser est logé dans une géométrie qui est reliée à un arbre sur lequel un couple mécanique est appliqué (ou mesuré). A partir de la connaissance du déplacement de l'arbre (i.e. déplacement ou vitesse de rotation), en supposant l'écoulement homogène, stationnaire et en l'absence de vitesse de glissement, il est possible de mesurer à travers un modèle la courbe de rhéologie d'un fluide complexe tout comme ses modules élastiques. Les mesures dans le domaine linéaire renseignent sur la valeur des modules élastiques qui sont des paramètres importants pour l'application des gels mais aussi sur la structure du fluide complexe au repos. Sur un rhéomètre classique, ces mesures sont réalisées sur une gamme de fréquence limitée. Notons qu'un rhéomètre peut aussi mesurer les modules viscoélastiques du fluide complexe sous contraintes sinusoïdales en fonction de la fréquence.

Ainsi, il est possible de remonter à la structure du fluide sous écoulement et d'affiner la mesure de la courbe rhéologique ou de mieux caractériser la pertinence d'un modèle rhéologique. Les limitations de la rhéométrie sont claires :

- La gamme de fréquence sur laquelle le fluide est sondé est limitée.
- Les méthodes de caractérisation sont globales (moyennées sur tout l'échantillon). Ainsi, les mesures sont entachées d'artefacts expérimentaux (glissement, écoulement inhomogène).
- La structure du fluide complexe n'est pas sondée dans ces expériences.
- Le volume de fluide nécessaire est supérieur au *mL* (de *1mL* à *10mL* selon la géométrie et le type de rhéomètre).

De façon générale, les techniques utilisables sont limitées par la consistance du matériau étudié (dans les échelles de temps et de température étudiées). Ces matériaux, qualifiés de « liquides viscoélastiques », doivent être maintenus dans une géométrie confinée, limitant ainsi l'influence de la gravité. Dans tous les cas, le problème se résume à une mesure de force (ou de couple) et de déplacement (linéaire ou angulaire) permettant de remonter à la contrainte et à la déformation. Pour ce faire, la base des relations est l'équation du mouvement (bilan de forces) et l'équation de continuité (bilan de masses). Pour les liquides, leur incompressibilité et une géométrie adaptée permettent de négliger d'une part les variations de densité et d'autre part les effets gravitaires dans le but de simplifier le traitement. D'autre part, si on peut négliger les termes d'inertie (hypothèse caduque aux temps courts en transitoire et parfois non valide en régime dynamique) et si les déformations sont faibles, ces relations ne dépendent que des facteurs géométriques de l'appareillage. Les sollicitations les plus fréquentes sont de cisaillement. Elles sont basées sur les oscillations forcées d'éléments du fluide entre $10^{-3} \text{ rad.s}^{-1}$ et 10^3 rad.s^{-1} . Ces oscillations peuvent être obtenues par rotation ou translation d'une partie de la cellule de mesure ou d'un corps de mesure. Dans les rhéomètres rotatifs, la sollicitation est générée par une rotation sinusoïdale d'une partie de la cellule de mesure.

Il existe deux principaux types de rhéomètres rotatifs, qui sont les rhéomètres cylindriques (ou à cellule de Couette) et les rhéomètres cône/plan (ou plan/plan), comme illustré à la *Figure 1.4*. Les rhéomètres à cellule de Couette sont les plus répandus. Ils permettent de mesurer une large gamme de viscosités (de 1 cP à 10^{10} cP), mais souffrent cependant d'inconvénients majeurs pour les applications de la chimie fine :

- le volume d'échantillon nécessaire à la mesure est important ;

- les échantillons de viscosité supérieure à 10^{10} cP ne peuvent être étudiés;
- la précision est moindre par rapport à un rhéomètre de type cône/plan.

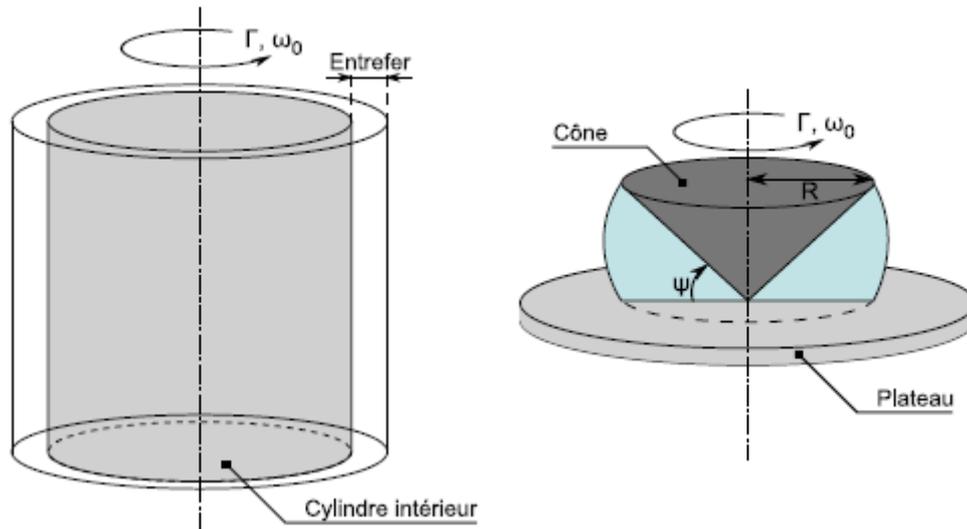


Figure 1.4 : Géométries des deux principaux types de rhéomètres rotatifs : (a) le rhéomètre à cellule de Couette, dans lequel l'échantillon est placé dans l'entrefer de deux cylindres, et (b) le rhéomètre à cône/plan, dans lequel l'échantillon est cisailé entre un cône mobile et un plateau fixe.

La précision du rhéomètre cylindrique est directement liée à la taille de l'entrefer. Il pourrait en théorie égaler la précision d'un rhéomètre cône/plan si l'entrefer était suffisamment petit, mais cette condition est difficile à satisfaire en raison de contraintes de fabrication inhérentes à la création d'un entrefer constant et de faible dimension.

Nous allons examiner le fonctionnement du rhéomètre à géométrie cône/plan ou à plateaux parallèles coaxiaux. Nous avons utilisé ce type de rhéomètre pour la détermination du comportement rhéologique des huiles silicone et des solutions utilisées durant ces travaux de thèse. L'échantillon à tester est confiné entre un plateau fixe (stator) et un cône mobile (rotor) de rayon R , dont l'axe est perpendiculaire au plan du plateau. L'angle ψ formé entre le cône et le plateau est faible, inférieur à 5° et pouvant descendre jusqu'à $0,3^\circ$. Le cône est mis en rotation par un couple Γ à une vitesse ω_0 , appliquant alors un mouvement de cisaillement sur l'échantillon, qui se décompose alors en couches successives dont la vitesse de rotation varie de ω_0 pour la couche en contact avec le cône à 0 pour la couche en contact avec le plateau immobile. Le mouvement relatif des couches fait apparaître en tout point de l'échantillon une vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$ et une contrainte de cisaillement τ . En changeant le stator conique par un disque, on obtient un rhéomètre rotatif à plateaux coaxiaux parallèles.

Soient Ω le déplacement angulaire, Γ_{0max} le couple maximal, γ_{0max} la déformation maximale dans l'entrefer et $|G|$ le module de cisaillement du fluide testé.

Dans le dispositif à **plateaux parallèles coaxiaux** (rayon R , entrefer e) :

$$\gamma_{0max} = \frac{\Omega R}{e} \quad (1.9)$$

$$\Gamma_{0max} = \frac{\pi R^3}{2} |G| \gamma_{0max} \quad (1.10)$$

Dans le dispositif **cône-plan** (rayon R , angle ψ du cône faible) :

$$\gamma_{0max} = \frac{\Omega}{\psi} \quad (1.11)$$

$$\Gamma_{0max} = \frac{2\pi R^3}{3} |G| \gamma_{0max} \quad (1.12)$$

Le couple ou le déplacement maximal est mesuré et un dispositif électronique permet la mesure du déphasage entre la sollicitation et la réponse. Un logiciel informatique d'acquisition et de traitements des données incorporant des modèles rhéologiques courants facilite l'interprétation des mesures.

1.2.3. Microrhéologie

Des microrhéomètres qui mesurent le comportement rhéologique ont été réalisés dans les dix dernières années. Certains sont des rhéomètres plans miniatures. Deux plaques espacées d'une cinquantaine de microns se déplacent l'une par rapport à l'autre. Une plaque est reliée à un capteur de contrainte, l'autre se déplace sous l'action d'un dispositif piézoélectrique. Ces dispositifs donnent de bons résultats²⁻⁴, mais leur mise en œuvre est très complexe car il faut assurer que les deux plaques se déplacent de façon parallèle. *Guillot&al*⁵ remplace la plaque en mouvement par un fluide non miscible en écoulement laminaire. Ce dispositif est basé sur l'étude des écoulements parallèles pour deux fluides non miscibles confinés dans le même canal. Le taux de cisaillement est contrôlé par le taux de confinement du fluide échantillon, lui-même contrôlé par la taille du canal, la viscosité et le débit du fluide non miscible. La mesure de ce confinement se fait par microscopie classique ou confocale. D'autres font intervenir des comparateurs microfluidiques. Ils reposent sur des mesures de pertes de charge ou de résistances hydrodynamiques en fonction du débit⁶. Certains appareils sont capables

d'obtenir les propriétés rhéologiques en fonction de la fréquence. Par analogie à la loi d'Ohm en électricité, dans un canal microfluidique, le débit Q et la pression ΔP sont reliés par la résistance hydrodynamique R_{hydro} , appelée aussi perte de charge, selon l'expression suivante :

$$\Delta P = R_{hydro} Q \quad (1.13)$$

La résistance hydrodynamique dépend de la géométrie du canal et de la viscosité. Par conséquent, sous contrôle du débit et pour une géométrie connue de canal, une mesure de pression permet de retrouver la viscosité. Des montages type « pont de Wheatstone » microfluidique⁷ font aussi fonction de viscosimètres.

Il est aussi important de citer le dispositif de *Palierne&al*⁸ où les propriétés des fluides complexes sont sondées en compression. La gamme de fréquence accessible par ce piézorhéomètre est comprise entre $0,1 \text{ Hz}$ et 10 kHz . Toutefois ce dispositif ne donne pas accès au comportement rhéologique.

Des expériences de microrhéologie introduites par *Weitz&al*⁹ basées sur l'étude du déplacement de traceur brownien dans des fluides complexes ont connu un essor important car elles permettent d'avoir accès aux modules élastiques dans des gammes de fréquence élevées. On mesure la diffusion D de ces microparticules supposées sphériques de rayon R généralement suivies par microscopie de fluorescence. La diffusion D est liée à la viscosité dynamique η du milieu par la relation de Stokes –Einstein :

$$D = \frac{k_B T}{6\pi\eta R} \quad (1.14)$$

où k_B est la constante de Boltzmann et T la température du milieu. La taille des particules est submicrométrique. Il est possible de remonter aux propriétés viscoélastiques du fluide en introduisant la notion de viscosité complexe¹⁰. En soumettant ces particules colloïdales à un champ magnétique alternatif¹¹, il est possible de remonter à la réponse du fluide en fonction de la fréquence par des mesures optiques adaptées aux systèmes étudiés. Notons toutefois que la détermination nécessite différents dispositifs expérimentaux successifs.

L'application de déformations au moyen de pinces optiques permet de mesurer les coefficients de réponse rhéologique des composants cellulaires^{12,13}. Le principe consiste à utiliser les forts gradients de champ électrique au voisinage du point de convergence d'un faisceau laser pour piéger un petit objet diélectrique, en général une bille micrométrique en silice ou en latex. Le déplacement du faisceau lumineux modifie l'équilibre des forces exercées sur la bille. Cette dernière est instantanément déplacée avec le faisceau laser. La pince optique permet ainsi de maintenir et de déplacer en trois dimensions, sans aucun lien matériel, un objet de taille micrométrique voire nanométrique. Son mouvement peut alors être suivi par vidéo-microscopie. La force produite par de tels faisceaux laser varie de 0,5 à 50pN. Les lasers utilisés pour produire une pince optique sont des lasers continus de faible puissance (0,1 à 1W) et de longueur d'onde comprise entre 950 et 1060nm (InfraRouge), selon les risques de détériorations thermiques ou photochimiques des échantillons analysés. Les pinces optiques permettent de faire de la rhéologie active et passive. Ces nouvelles techniques sont utilisées dans le cadre de la spectroscopie de force comme moyen de mesure des propriétés mécaniques de molécules uniques¹⁴.

Pour finir, des microrhéomètres mesurant les propriétés viscoélastiques de fluides complexes existent aussi. Des dispositifs à base de poutre AFM ont été largement développés. La plupart sont basés sur l'analyse unique de la fréquence de résonance et ne permettent pas de mesurer la relaxation en fréquence¹⁵⁻²¹. Certains sont basés sur l'amortissement des vibrations lors d'un contact intermittent entre la surface de l'échantillon fluide et la pointe de la poutre AFM²².

Notre dispositif va permettre de sonder l'ensemble de ces propriétés et de les étudier sur une grande gamme de fréquence.

1.3. Mesures rhéologiques utilisant des micropoutres

1.3.1. Viscosimètres et densimètres utilisant une micropoutre oscillante

Les leviers AFM utilisés ont des géométries rectangulaires où les longueurs vont de 100 μm à 400 μm , les largeurs de 20 à 40 μm et l'épaisseur aux alentours des 2 μm . La microstructure vibre sous l'effet d'une force exercée soit par une couche piézoélectrique soit par une céramique piézoélectrique externe. Le fluide est prélevé et versé dans une cellule étanche au fond de laquelle se trouve la micropoutre. Des modèles théoriques et des simulations par éléments finis décrivent en détail la dynamique de la poutre en milieu liquide et l'hydrodynamique du fluide l'environnant²³. *Sader*²⁴ a contribué de façon importante à l'essor de l'utilisation en milieu liquide en trouvant la fonction hydrodynamique adaptée aux géométries rectangulaires des poutres AFM. En procédant au développement asymptotique, *Maali&al*²⁵ en ont proposé une version simplifiée. Des modèles théoriques discutent des importants critères influençant la dynamique de la poutre comme le confinement d'une couche de fluide entre la micropoutre et le substrat²⁶, ou le glissement du fluide²⁷. De même, de nombreux papiers portant sur l'influence de la géométrie des poutres²⁸, l'influence de la température²⁹ ou de l'utilisation des micropoutres non calibrées^{30,31} ont été récemment publiés.

En 2000, *Bergaud&al*¹⁶ ont pu estimer la viscosité dynamique d'une solution de masse volumique connue. L'augmentation de la viscosité diminue la fréquence de résonance de la micropoutre. Partant de ce constat, le décalage de la fréquence de résonance dans le fluide par rapport à celle du vide permet de retrouver la viscosité dynamique du liquide étudié. En 2002, *Boskovic&al*¹⁷ ont établi un protocole de mesure simultanée de viscosité dynamique et de masse volumique. En assimilant la dynamique de la poutre en milieu liquide à un oscillateur harmonique amorti, l'amplitude des vibrations est :

$$A(\omega) = \frac{A_0 \omega_R^2}{\sqrt{(\omega^2 - \omega_R^2)^2 + \frac{\omega^2 \omega_R^2}{Q^2}}} \quad (1.15)$$

où A_0 est l'amplitude statique, i-e à $\omega=0$, Q le facteur de qualité, ω la pulsation des vibrations et ω_R la pulsation de résonance. L'augmentation de la viscosité et de la masse volumique décale vers les basses fréquences le pic de résonance et élargit sa largeur à mi-hauteur tels que :

$$\omega_R = \frac{\omega_{vide}}{\sqrt{1 + \frac{\pi\rho b^2}{4m_L\Gamma_r(\omega_R)}}} \quad (1.16)$$

$$Q = \frac{\frac{4m_L}{\pi\rho b^2} + \Gamma_r(\omega_R)}{\Gamma_i(\omega_R)} \quad (1.17)$$

où m_L la masse de la micropoutre par unité de longueur, ρ la masse volumique du fluide, ω_{vide} la pulsation de résonance dans le vide, Γ_r et Γ_i sont les parties réelles et imaginaires de la fonction hydrodynamique de *Sader*²⁴. En mesurant l'amplitude des vibrations de la poutre en fonction de la fréquence d'actionnement, il est possible de mesurer simultanément la fréquence de résonance et le facteur de qualité. Partant de ce constat, la connaissance des deux paramètres (qui dépendent de deux inconnues la viscosité dynamique η et la masse volumique ρ) permet de remonter aux grandeurs rhéologiques recherchées. A partir de l'acquisition du spectre de vibration autour de la fréquence de résonance d'une micropoutre immergée, on peut alors estimer simultanément la viscosité dynamique et la masse volumique d'un fluide newtonien. Les micropoutres assurent alors simultanément la double fonction de viscosimètre et de densimètre. La précision des mesures dépend essentiellement de la bonne connaissance de la géométrie de la poutre c'est pourquoi on procède à une calibration des poutres dans un fluide newtonien dont les propriétés rhéologiques sont connues. D'importantes ressources mathématiques sont requises du fait de la boucle présente dans (1.16), de la forme complexe et ardue des fonctions Γ_r et Γ_i . **Aucune expression analytique de η ou ρ ne peut être donnée en appliquant ce modèle. Cette démarche n'est applicable que dans le cas des fluides newtoniens.** On ne peut estimer qu'une viscosité moyenne et une masse volumique moyenne. Le pic de résonance nécessaire aux mesures restreint la gamme de viscosité à quelques *cP*. Ce modèle est valable pour un facteur de qualité élevé : $Q \gg 1$. Il est important de noter que *Shih&al*³² sont les précurseurs de ce type de mesures avec des leviers millimétriques mais ils utilisent le modèle de la sphère équivalente. Cette méthode s'appuie sur l'équivalence de la dynamique de la poutre en milieu liquide à un oscillateur harmonique amorti³³. On cherche alors la détermination du rayon de la sphère équivalente en procédant

par une mesure de calibration dans un fluide étalon. Ils ont pu atteindre les centaines de cP sans trop de précision au détriment d'une masse volumique impossible à exploiter pour des solutions très visqueuses. Ce modèle de sphère équivalente est de nos jours quasiment abandonné du fait de la connaissance de la fonction hydrodynamique d'une micropoutre de section rectangulaire. Des mesures sous contrôle de débit ont été réalisées et ont montré un léger accroissement du facteur de qualité et de la fréquence de résonance. Un microviscosimètre et microdensimètre basé sur ce modèle a été mis au point récemment incluant toute la chaîne d'acquisition. Le dispositif « clés en main » est plutôt performant et d'un prix très compétitif³⁴.

1.3.2. Microrhéomètre développé au cours de cette thèse

A l'échelle micrométrique, les vibrations de micropoutres dépendent non seulement des propriétés de la microstructure (géométrie, matériaux) mais aussi des propriétés du fluide environnant (densité, viscosité, etc.). Le fluide s'oppose toujours au mouvement de la micropoutre immergée quelque soient sa géométrie et sa fréquence de vibration. En effet, de façon schématique, la présence du fluide se traduit par deux phénomènes : un phénomène d'inertie ('effet de masse ajoutée') et un phénomène dissipatif ('effet de pertes'). Ainsi l'analyse de la réponse fréquentielle du mouvement des microstructures peut théoriquement permettre de remonter aux propriétés des fluides en fonction de la fréquence. Pour couvrir une gamme de fréquence étendue, le choix se porte vers l'utilisation d'une seule microstructure (Cf. *Figure 1.5*) fonctionnant en dehors de sa fréquence de résonance. L'originalité de cette solution permet de couvrir des gammes de viscosité et d'élasticité beaucoup plus étendues qu'avec les capteurs utilisant les phénomènes de résonances de microstructures (Cf. §1.3.1). Le choix de l'actionnement des vibrations et du banc de mesure doit respecter un cahier des charges bien précis.

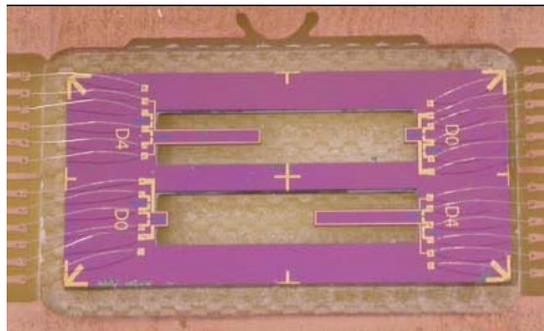


Figure 1.5 : Type de micropoutre utilisée. La puce comporte deux poutres identiques deux à deux. Ici, les poutres ont les mêmes largeurs et épaisseurs respectivement égales à $600\mu\text{m}$ et $18\mu\text{m}$. Les longueurs sont de $500\mu\text{m}$ et 4mm .

Les propriétés rhéologiques d'un fluide sont sensibles aux variations de températures. Les actionnements thermomécaniques assurant les vibrations par effet bilame sont donc à proscrire. Afin d'aboutir à un système intégré compatible avec les applications visées (encombrement très réduit), la vibration des poutres se fait par excitation électromagnétique (Cf. Figure 1.6). L'actionnement électromagnétique consiste à faire circuler un courant électrique dans une piste conductrice placée en bout de poutre. La présence d'un champ magnétique va ainsi entraîner l'apparition d'une force de Laplace localisée en bout de poutre. Le champ électromagnétique est assuré par un demi-tore magnétique. La distance aimant-poutre étant faible et les dimensions des poutres micrométriques, le champ électromagnétique est considéré constant et uniforme localement. Le champ est de $0,1T$. Le courant est de 10mA . La force exercée dépend de la largeur de la poutre. D'après les géométries utilisées, cette dernière est de l'ordre de $10^{-7}N$.

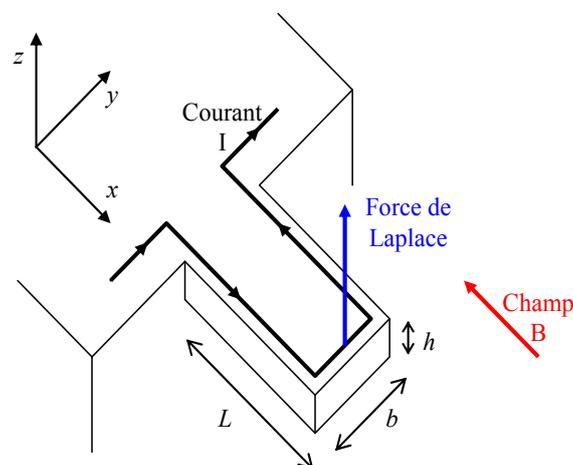


Figure 1.6 : Micropoutre actionnée par une force ponctuelle à son extrémité, exemple d'une force de Laplace.

On utilise un banc optique (Figure 1.7) pour mesurer les vibrations de la poutre. On focalise un faisceau laser sur la poutre et on mesure la déflexion du laser à l'aide d'une photodiode. En effet, le courant généré dépend de la position du faisceau laser sur la photodiode, donc de la déflexion du levier. Le courant généré étant proportionnel à la quantité de photons absorbés,

donc à l'intensité et à la taille du spot, le laser utilisé est stabilisé en température et en puissance pour limiter les fluctuations du signal. Le système optique permet de contrôler le chemin optique, l'intensité lumineuse et la taille du spot laser sur la poutre pour les raisons suivantes :

- *La sécurité* : le confinement du faisceau laser dans un plan et le contrôle de son intensité diminuent les risques d'expositions accidentelles au faisceau laser.
- *Eviter la diffraction du faisceau* : si le laser présente un spot dont le diamètre est plus grand que la poutre, on obtient une figure de diffraction. La détection est toujours possible grâce à l'intensité prépondérante de la tache centrale mais elle est bruitée par les taches secondaires. Cependant la diffraction est un très bon moyen pour localiser le faisceau laser sur la poutre sans binoculaire.
- *Contrôler la précision des mesures et minimiser l'échauffement du système* : La rugosité du silicium est faible et l'angle d'incidence du laser élevé. Ainsi on peut considérer que toute l'énergie du faisceau est réfléchiée vers la photodiode.

On utilise un analyseur gain/phase pour mesurer le rapport entre le courant électrique injectée dans la piste et la variation de courant aux bornes de la photodiode. Autrement dit, on mesure le rapport entre l'amplitude de vibration et la force d'actionnement, i-e la fonction de transfert du système mécanique. Actuellement, bien que les prototypes disponibles dans notre laboratoire disposent de piezorésistances au niveau de l'encastrement des structures, la mesure des vibrations n'est faite qu'optiquement. En effet, la présence de phénomènes capacitifs parasites empêche la mesure du spectre complet à l'aide des piézorésistances (seules les fréquences de résonance sont mesurables).

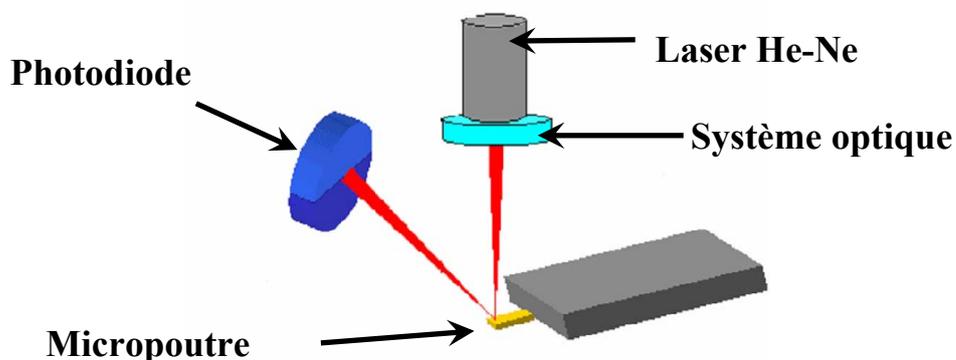


Figure 1.7 : Schéma d'un banc optique de mesure des vibrations d'une micropoutre.

1.3.3. Objectifs

Ces travaux de recherche ont pour objectif final la mise au point d'un microrhéomètre sur puce qui permettra, sur de *très petits volumes*, la mesure *in situ* des propriétés viscoélastiques des fluides complexes sur une *large gamme de fréquence*. Comme il a été précisé dans le paragraphe précédent, par rapport aux rhéomètres classiques, plusieurs avancées sont visées, qui suivant le cas, ont un *impact important du point de vue applicatif et/ou académique* :

- Le fait d'arriver à faire des mesures sur une *large gamme de fréquence* est intéressant notamment du point de vue académique car les rhéomètres classiques se limitent à des mesures dans des gammes de fréquence basse (de 1Hz à 100Hz). Or les propriétés des fluides complexes dépendent de la fréquence et leur caractérisation pour des gammes plus larges de fréquence peut permettre de mettre en évidence certains phénomènes physiques. Par exemple, si l'on sollicite un réseau enchevêtré de polymère avec des temps caractéristiques plus longs que le temps de désenchevêtrement des chaînes de polymère, le système pourra se désenchevêtrer et il sera visqueux comme un liquide simple. A l'inverse si on le sollicite sur des temps plus courts, le système demeurera un réseau et la solution sera élastique, se comportant comme un solide. Notre approche va permettre d'élargir le champ d'étude en fréquence et notamment de regarder des phénomènes caractéristiques entre 100 Hz et 100 kHz sur une même expérience.
- Le fait de pouvoir mesurer le *comportement rhéologique d'un fluide complexe*, c'est-à-dire son comportement mécanique en fonction de la fréquence de la sollicitation.
- Le fait d'arriver à faire des mesures rhéologiques sur de *très petits volumes* et cela *in situ* présente, comme il a déjà été signalé précédemment, un très fort intérêt du point de vue applicatif car les fluides complexes interviennent dans de nombreux domaines industriels et biotechnologiques. La compréhension et le contrôle de leurs propriétés rhéologiques sont des enjeux clés car ils gouvernent la production, le transport et l'utilisation des fluides. Le fait de pouvoir déterminer ces propriétés rapidement et sans prélèvement de volume important est donc une avancée importante quant à la mise sur le marché de nouveaux produits. Les mesures *in situ* aident à la compréhension des mécanismes biologiques intra cellulaire.

1.4. Conclusion

Plusieurs méthodes de mesure de la viscosité des gaz et des liquides ont été décrites. Une attention particulière a été portée aux dispositifs qui permettent de mesurer simultanément la viscosité et la masse volumique, avec une bonne précision. Les viscosimètres utilisant le décalage de la fréquence de résonance et la baisse du facteur de qualité sont actuellement commercialisés. Ces dispositifs permettent de mesurer la viscosité, mais ne peuvent pas déterminer le comportement rhéologique des matériaux. Ils ne peuvent pas être utilisés quand les matériaux considérés n'ont pas un comportement newtonien. Pour les fluides de viscosités dynamiques élevées, l'amortissement est tellement important que le phénomène de résonance disparaît. Dans ces conditions, les modèles classiques de viscosimétrie utilisant des micropoutres ne peuvent plus exploiter les mesures du spectre de vibration. Pourtant le fluide continue de s'opposer au mouvement de la poutre. Il est donc nécessaire, dans un premier temps, d'analyser la dynamique de la poutre en milieu liquide puis de se consacrer à la mesure des propriétés mécaniques d'un fluide newtonien. Ainsi nous aurons les outils nécessaires à une approche universelle en appliquant les résultats obtenus tant théorique qu'expérimentaux, au cas plus général des fluides complexes. Nous traiterons alors le cas de la viscoélasticité.

Bibliographies Chapitre1 :

¹R.G.Larson, "The Structure and Rheology of Complex Fluids", Oxford University Press, Oxford, (1999).

²S.Granick, H.-W.Hu, G.A.Carson, "Nanorheology of Confined Polymer Melts.2.Nonlinear Shear Response at Strongly Adsorbing Surfaces", Langmuir, 10, 3867, (1994).

³ I. Soga, A. Dhinojwala, S.Granick, "Optorheological studies of sheared confined fluids with mesoscopic thickness", Langmuir, 14, 1156, (1998).

⁴C.Clasen, G.H.McKinley, "Gap-dependent microrheometry of complex liquids", Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 124, (2004).

⁵P.Guillot, P.Panizza, J-B.Salmon, M.Joanicot, A.Colin, C-H.Bruneau, T.Colin, "Viscometer on microfluidic chip", Langmuir, 22, p6438-6445, (2006).

⁶K. Kang, L.J.Lee, K.W. Koelling, "High shear microfluidics and its application in rheological measurement", Experiment in Fluids, 38, 222, (2005).

⁷Seong Gi Baek, "Micro slit viscometer with monolithically integrated pressure sensors", US Patent 7.2990.4441 B2, (2007).

- ⁸Hebraud, Lequeux, Paliere, “Role of Permeation in the Linear Viscoelastic Response of Concentrated Emulsions”, *Langmuir*, 16, p8269-8299, (2000).
- ⁹T.G. Mason, D.A. Weitz, “Optical Measurements of Frequency-Dependent Linear Viscoelastic Moduli of Complex Fluids”, *Physical Review Letters*, 74, p1250-1253, (1995).
- ¹⁰A.J. Levine, T.C. Lubersky, “Response function of a sphere in a viscoelastic fluid medium”, *Physical Review E*, 63, 041510, (2001).
- ¹¹C. Wilhelm, J. Browaeys, A. Ponton, J-C. Bacri, “Rotational magnetic particles microrheology : the Maxwellian case”, *Physical Review E*, 67, 011504, (2003).
- ¹²A. Ashkin, “Optical trapping and manipulation of neutral particles using lasers.” *Proceedings of the National Academy of Sciences of the USA*, vol.94, p4853-4860, (1997).
- ¹³A.I. Bishop, T.A. Nieminen, N.R. Heckenberg, H. Rubinsztein-Dunlop, “Optical Microrheology Using Rotating Laser-Trapped Particles”, *Physical Review Letters*, vol.92, (2004).
- ¹⁴A.D. Mehta, M. Rief, J.A. Spudich, D.A. Smith, R.M. Simmons, “Single-Molecule Biomechanics with Optical Methods”, *Sciences*, Vol. 283. no. 5408, p1689-1695, (1999).
- ¹⁵P.I. Oden, G.Y. Chen, R.A. Steele, R.J. Warmack, T. Thundat, “Viscous drag measurements utilizing microfabricated cantilevers”, *Applied Physics Letters*, 68, p3814-3816, (1996).
- ¹⁶C. Bergaud, L. Nicu, “Viscosity measurements based on experimental investigations of composite cantilever beam eigenfrequencies in viscous media”, *Review of Scientific Instruments*, 71, p2487-2491, (2000).
- ¹⁷S. Boskovic, J.W.M. Chon, P. Mulvaney, J.E. Sader, “Rheological measurements using microcantilevers”, *Journal of Rheology*, 46, p891-899, (2002).
- ¹⁸N. Ahmed, D.F. Nino, V.T. Moy, “Measurement of solution viscosity by atomic force microscopy”, *Review of Scientific Instruments*, 72, p2731-2734, (2001).
- ¹⁹C. Vancura, J. Lichtenberg, A. Hierlemann, F. Josse, “Characterization of magnetically actuated resonant cantilevers in viscous fluids”, *Applied Physics Letters*, 87, n°16, (2005).
- ²⁰P.I. Oden, G.Y. Chen, R.A. Steele, R.J. Warmack, T. Thundat, “Viscous drag measurements utilizing microfabricated cantilevers”, *Applied Physics Letters*, 68, p3814-3816, (1996).
- ²¹A. Agoston, F. Keplinger, B. Jakoby, “Evaluation of a vibrating micromachined cantilever sensor for measuring the viscosity of complex organic liquids”, *Sensors and Actuators A*, 123-124, p82-86, (2005).
- ²²F. Dubourg, “Nanomécanique et dynamique des polymères par microscopie de force en contact intermittent”, *Université Bordeaux1*, thèse soutenue le 13/12/2002.
- ²³S. Basak, A. Raman, S. V. Garimella, “Hydrodynamic loading of microcantilevers vibrating in viscous fluids” *Journal of Applied Physics*, 99, 114906. (2006)

- ²⁴J. E.Sader, “Frequency Response of Cantilever Beams Immersed in Viscous Fluids with Applications to the Atomic Force Microscope”, *Journal of Applied Physics*, , 84, p64-76,
- ²⁵A. Maali, C. Hurth, R. Boisgard, C. Jai, T. Cohen-Bouhacina and J.P. Aimé, “Hydrodynamic of oscillating atomic force microscopy cantilevers in viscous fluid”, *Journal of Applied Physics*, 97, n°7 (2005).
- ²⁶C. P.Green, J. E.Sader, “Frequency response of cantilever beams immersed in viscous fluids near a solid surface with applications to the atomic force microscope”, *Journal of Applied Physics*, 98, 114913, (2005).
- ²⁷A.Maali, T.Cohen-Bouhacina and H.Kellay, “Measurement of the slip length of water flow on graphite surface”, *Applied Physics Letters*, 92, (2008).
- ²⁸F.Lochon, I.Dufour, D.Rebière, “A microcantilever chemical sensors optimization by taking into account losses”, *Sensors and Actuators B : Chemical*, vol 118, p292-296, (2006).
- ²⁹S.Kim, K.D.Kihm “Experimental verification of the temperature effects on Sader's model for multilayered cantilevers immersed in an aqueous medium”, *Applied Physics Letters*, 89, 061918, (2006).
- ³⁰N.McLoughlin, S.L.Lee, G.Hahner, “Simultaneous determination of density and viscosity of liquids based on resonance curves of uncalibrated microcantilevers”, *Applied Physics Letters*, 89, 184106, (2006).
- ³¹M.Papi, G.Arcovito, M.De Spirito, M.Vassalli, B.Tiribilli, “Fluid viscosity determination by means of uncalibrated atomic force microscopy cantilevers”, *Applied Physics Letters*, 88, 194102, (2006).
- ³²W.Y.Shih, X.Li, H.Gu, W-H.Shih, I.A.Aksay, “Simultaneous liquid viscosity and density determination with piezoelectric unimorph cantilevers”, *Journal of Applied Physics*, 89, (2001)
- ³³W.Han, S.M.Lindsay, T.Jing, “A magnetically driven oscillating probe microscope for operation in liquids”, *Applied Physics Letters*, 69, (1996).
- ³⁴M.Hennemeyer, S.Burghart, R.W.Stark, “Cantilever micro-rheometer for the characterization of sugar solutions”, *Sensors*, 8, p10-22, (2008)

2. Dynamique d'une micropoutre en milieu liquide

Ce chapitre est consacré à la modélisation analytique de la dynamique d'une poutre encastrée-libre immergée dans un milieu liquide visqueux. Ceci permet d'analyser l'influence du fluide sur le comportement dynamique de la poutre. L'objectif est d'extraire du spectre vibrationnel de la poutre les propriétés mécaniques de ce fluide. La première partie décrira les hypothèses utilisées et les différentes grandeurs physiques intervenant dans la dynamique de la poutre. Dans la deuxième partie, nous étudierons l'interaction fluide/poutre et déterminerons les caractéristiques de la force exercée par le fluide sur la poutre. Pour finir, nous déterminerons les caractéristiques du spectre de vibration en fonction de la fréquence et analyserons l'influence du fluide sur la dynamique de la poutre afin d'étudier la faisabilité des objectifs.

2.1. Géométrie et situation du problème

2.1.1. Description des micropoutres

On étudie la réponse d'une poutre soumise à une sollicitation donnée. On notera L la longueur, b la largeur et h l'épaisseur. Le matériau constituant la poutre présente des propriétés mécaniques isotropes. Ces poutres sont fabriquées en silicium de masse volumique $\rho_{Si}=2330\text{kg.m}^{-3}$ et de module de Young $E=158\text{GPa}$. La Figure 2.1 présente la géométrie des poutres utilisées.

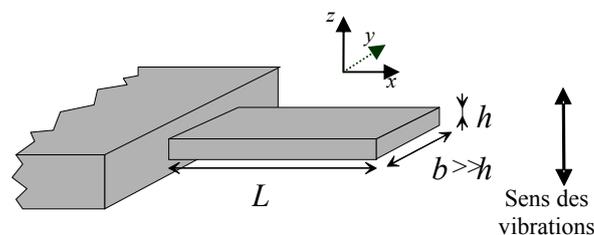


Figure 2.1 : Géométrie d'une micropoutre rectangulaire, l'origine du repère est située à l'encastrement et au barycentre de la section transverse $b \times h$.

La géométrie de la poutre est $L \gg b \gg h$ si bien que l'on peut la considérer comme une poutre infiniment mince de longueur infinie. La modélisation d'une micropoutre peut être faite grâce à un modèle à une dimension dans lequel les seules contraintes considérées sont celles ayant lieu le long de la poutre. De plus nous négligerons les modes de torsions et nous nous concentrerons uniquement sur les modes de flexions. Les vibrations se font selon l'axe z et sont assurées par une force ponctuelle $\vec{F}e^{j\omega t}$ localisée en bout de poutre comme cela est illustré dans la *Figure 2.2*. On notera $w(x,t)$ l'amplitude des vibrations.

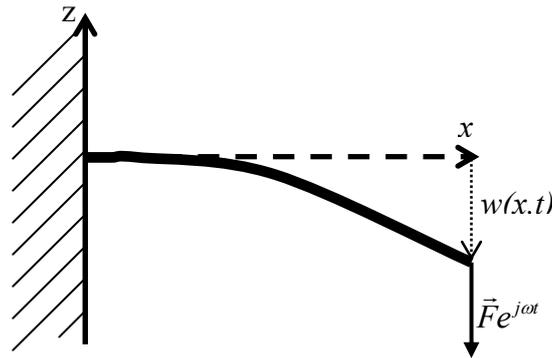


Figure 2.2 : Flexion d'une micropoutre rectangulaire soumise à une force ponctuelle en bout de poutre, l'origine du repère est située à l'encastrement et au barycentre de la section transverse.

Les hypothèses faites pour cette étude sont les suivantes :

- *Déformation de la poutre à l'effort tranchant négligeable,*
- *Section transverse constante sur toute la longueur,*
- *La poutre est un solide isotropiquement élastique,*
- *Frictions internes négligeables,*
- *Amplitude des vibrations petite devant n'importe quelle dimension de la poutre.*

2.1.1. Equations de base

Pour caractériser les vibrations de la poutre en chaque point de coordonnées x le long de celle-ci, il est préférable de travailler avec des forces F par unité de longueur et une masse $m_L = \frac{m}{L}$ par unité de longueur, m étant la masse totale de la poutre. La base du raisonnement repose sur la résolution de l'équation différentielle aux dérivées partielles d'ordre 4 obtenue en appliquant le principe fondamental de la dynamique au mouvement de la poutre :

$$EI \frac{\partial^4 w(x,t)}{\partial x^4} + m_L \frac{\partial^2 w(x,t)}{\partial t^2} = F_{exc}(x,t) + F_{fluid}(x,t) \quad (2.1)$$

où E le module de Young, I le moment quadratique de la section d'abscisse x par rapport à l'axe z , $w(x,t)$ l'amplitude de vibration en x au temps t , F_{exc} la force linéique excitatrice assurant les vibrations et F_{fluid} la force linéique exercée par le fluide sur la poutre.

La recherche de la force hydrodynamique exercée par le fluide sur la poutre est indispensable à la résolution de cette équation. Cette force linéique de *Stokes* (1851) est définie par^{1,2} :

$$F_{fluid} = -g_1(x,t) \frac{\partial w(x,t)}{\partial t} - g_2(x,t) \frac{\partial^2 w(x,t)}{\partial t^2} \quad (2.2)$$

Elle est définie comme la résultante des contraintes normales et tangentielles (pression hydrodynamique et contraintes visqueuses) exercées sur toutes les surfaces immergées de la poutre. Le premier terme proportionnel à la vitesse et s'opposant à celle-ci témoigne de la dissipation de l'énergie cinétique de la poutre par frottement visqueux. Le second terme inertiel illustre l'alourdissement de la poutre par la couche de fluide qu'elle déplace.

On voit dès lors que l'étude de cette force et du comportement du fluide entraîné par le mouvement de la poutre est fondamentale à la résolution du problème.

2.2. Détermination de la force hydrodynamique

2.2.1. Distribution des forces dans un fluide

Soit un élément de surface dS tracé sur une surface S et entourant un point M de S . Le système des forces de surface agissant sur dS est réductible à une force unique $d\vec{F}$ appliquée en M . On peut décomposer cette force en une composante normale à dS , dF_{\perp} et une composante tangentielle à dS , $dF_{//}$:

$$d\vec{F} = d\vec{F}_{\perp} + d\vec{F}_{//} \quad (2.3)$$

Lorsque dS tend vers zéro, le vecteur $\frac{d\vec{F}}{dS}$ tend vers un vecteur $\vec{\tau}$ qu'on appelle contrainte en M sur l'élément dS (Cf. Figure 2.3). La notion de contrainte résulte de la considération des

forces intérieures c'est-à-dire des forces surfaciques (parfois appelées *efforts*) qui naissent dans le fluide lorsqu'on le déforme.

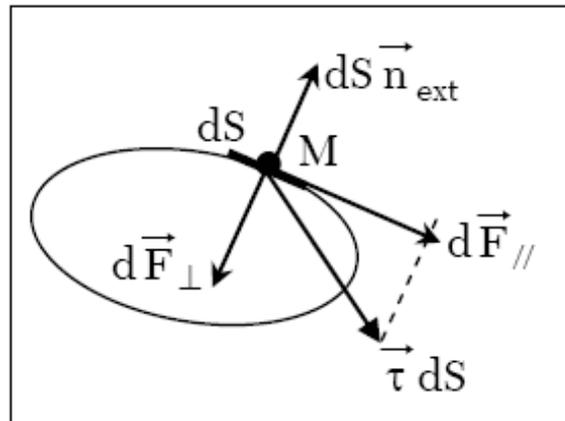


Figure 2.3 : Schéma illustrant la localisation des contraintes et des forces à la surface d'un solide immergé dans un fluide.

Les particules de fluides sont soumises à la fois à des forces de champ (actions à distance sur la matière) et à des forces de contact, dues aux autres particules de fluides. Pour analyser le comportement d'une particule de fluide mésoscopique de volume dV , il est plus commode d'utiliser la distribution volumique de force. La distribution volumique de la force subie par une particule de fluide est donc :

$$\vec{f} = -\vec{\nabla}P + \eta\vec{\Delta}(\vec{v}) \quad (2.4)$$

Après avoir établi un bilan des forces sur une particule de fluide dans l'approximation des milieux continus, nous pouvons désormais écrire les équations de mouvement qui décrivent l'écoulement d'un fluide.

2.2.2. Equation de Navier Stokes

Le référentiel est fixe et supposé galiléen. Considérons une particule fluide de vitesse \vec{v} dans le référentiel d'étude, de volume dV , de masse ρdV centrée en un point M . On suppose le fluide newtonien et incompressible. La conservation de la masse au cours du temps permet d'écrire la relation d'incompressibilité pour un fluide :

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \vec{\nabla} \cdot \rho \vec{v} = 0 \Leftrightarrow \vec{\nabla} \cdot \vec{v} = 0 \quad (2.5)$$

On prend en compte les effets de pesanteur, les forces de viscosité et les forces de pression. En appliquant le principe fondamental de la dynamique à la mésoparticule fluide, on établit l'équation locale de la dynamique des fluides visqueux, appelée équation de Navier-Stokes :

$$\rho \frac{D\vec{v}}{Dt} = -\vec{\nabla} P + \rho \vec{g} + \eta \vec{\Delta}(\vec{v}) \quad (2.6)$$

où $\frac{D\vec{v}}{Dt} = \frac{\partial \vec{v}}{\partial t} + (\vec{v} \cdot \vec{\nabla}) \cdot \vec{v}$ est la dérivée particulaire.

Pour un point matériel en déplacement, la dérivée particulaire représente l'accélération mesurée par un observateur entraîné par l'écoulement. On peut écrire alors :

$$\rho \left(\frac{\partial \vec{v}}{\partial t} + (\vec{v} \cdot \vec{\nabla}) \cdot \vec{v} \right) = -\vec{\nabla} P + \rho \vec{g} + \eta \vec{\Delta}(\vec{v}) \quad (2.7)$$

Le terme d'inertie de convection $\rho (\vec{v} \cdot \vec{\nabla}) \vec{v}$ est dû au transport de quantité de mouvement par l'écoulement et peut se réécrire :

$$\rho (\vec{v} \cdot \vec{\nabla}) \vec{v} = \rho \vec{\nabla} \frac{v^2}{2} + 2\rho \vec{\Omega} \wedge \vec{v} \quad \text{où} \quad \vec{\Omega} = \frac{1}{2} \vec{\nabla} \wedge \vec{v} \quad (2.8)$$

Ainsi l'équation développée de Navier-Stokes s'écrit de la façon suivante :

$$\rho \left(\frac{\partial \vec{v}}{\partial t} + \vec{\nabla} \frac{v^2}{2} + 2\vec{\Omega} \wedge \vec{v} \right) = -\vec{\nabla} P + \rho \vec{g} + \eta \vec{\Delta}(\vec{v}) \quad (2.9)$$

Interprétation des termes :

- $\rho \frac{\partial \vec{v}}{\partial t}$: terme d'inertie instationnaire dû à la variation temporelle du champ de vitesse
- $\rho \vec{\nabla} \frac{v^2}{2}$: terme de variation de l'énergie cinétique dans l'espace

- $\vec{\Omega} = \frac{1}{2} \vec{\nabla} \wedge \vec{v}$ est le « vecteur tourbillon » qui témoigne de la vorticit  des lignes du champ de vitesse et mesure la tendance du champ de vitesse   tourner.
- $-\vec{\nabla}P$: terme d  au champ de pression
- $\rho\vec{g}$: terme d  au champ de pesanteur
- $\eta\vec{\Delta}(\vec{v})$: terme d    la viscosit  dynamique

Les principales difficult s sont la non-lin arit  de l' quation aux d riv es partielles qui r git le mouvement du fluide et le nombre de grandeurs physiques en jeu. Pour faciliter sa r solution, nous comparerons entre elles les grandeurs qui r gissent le ph nom ne afin de d terminer celles qui sont n gligeables. Pour cela, nous allons  tudier l' quation de Navier-Stokes adimensionn e.

2.2.3. Forme adimensionnelle de l' quation de Navier-Stokes

Nous allons  crire l' quation de Navier-Stokes   l'aide de coordonn es spatiales et temporelles sans dimension pour obtenir des facteurs d' chelle. Soient D , U , T les grandeurs caract ristiques de taille, de vitesse, et de temps de l' coulement soumis   un champ de pesanteur uniforme $\vec{g} = -g\vec{e}_z$. Pour transposer   l' chelle r elle des r sultats obtenus sur des mod les r duits, ces facteurs doivent respecter le th or me de Vaschy-Buckingham plus connue sous le nom de « th or me Π » ; l' quation de Navier-Stokes n' tant pas lin aire une simple r gle de trois ne peut  tre appliqu e.

On construit un nouveau jeu de variables r duites :

$$x^* = \frac{x}{D} \quad (2.10)$$

$$v^* = \frac{v}{U} \quad (2.11)$$

$$t^* = \frac{t}{T} \quad (2.12)$$

$$P^* = \frac{P}{\rho U^2} \quad (2.13)$$

On obtient l'équation de Navier-Stokes exprimée à l'aide d'opérateurs exprimés en fonction des variables réduites :

$$Str \frac{\partial \vec{v}^*}{\partial t^*} + (\vec{v}^* \cdot \vec{\nabla}^*) \vec{v}^* = -\vec{\nabla}^* P^* - \frac{1}{Fr} \vec{e}_z + \frac{1}{Re} \vec{\Delta}^* (\vec{v}^*) \quad (2.14)$$

Cette équation fait intervenir 3 nombres sans dimension :

- Le nombre de *Strouhal*, $Str = \frac{D}{UT}$: il compare l'effet d'instationnarité aux effets inertiels et décrit donc les mécanismes de circulation oscillante.
- Le nombre de *Froude*, $Fr = \frac{U^2}{gL}$: il compare les effets inertiels aux effets gravitaires.
- Le nombre de *Reynolds*, $Re = \frac{\rho UD}{\eta}$: il compare les effets inertiels aux effets visqueux.

Nous avons défini trois nombres hydrodynamiques sans dimension. Ces outils d'évaluation de l'importance de grandeurs physiques mises en jeu doivent être calculés afin de réaliser des hypothèses adéquates en vue de possibles simplifications.

2.2.4. Applications aux micropoutres

Avec les géométries de poutres utilisées et dans l'hypothèse des faibles oscillations, on obtient :

$$D=b \quad (2.15)$$

$$U=\omega \cdot W_{max} \quad (2.16)$$

$$T=1/\omega \quad (2.17)$$

où b est la largeur de la poutre, ω la pulsation des vibrations et W_{max} l'amplitude maximale des vibrations.

Dans l'hypothèse des faibles oscillations $b \gg W_{max}$, le nombre de Strouhal obtenu est très grand $Str = \frac{b}{W_{max}} \gg 1$, les effets d'instationnarité sont donc prépondérants devant les effets

inertiels. Le nombre de Froude est faible $Fr = \frac{\omega^2 W_{max}^2}{gb} \ll 1$, tout comme les effets inertiels,

les effets de gravité sont donc négligeables devant le terme $\rho \frac{\partial \vec{v}}{\partial t}$.

Le nombre de Reynolds est défini par : $Re = \frac{\rho b \omega W_{max}}{\eta}$. Il caractérise la nature de l'écoulement

et indique l'importance des effets visqueux sur la dynamique de la poutre. Dans un écoulement où les forces visqueuses ne sont pas négligeables, on peut surévaluer celles-ci en utilisant le nombre de Reynolds suivant beaucoup plus simple d'utilisation :

$$Re = \frac{\rho \omega b^2}{\eta} \quad (2.18)$$

Pour une micropoutre immergée dans un fluide newtonien, l'équation de Navier-Stokes s'écrit alors :

$$\frac{\partial \vec{v}}{\partial t} = -\frac{1}{\rho} \vec{\nabla} P + \frac{\eta}{\rho} \bar{\Delta}(\vec{v}) \quad (2.19)$$

La résolution de cette équation a été réalisée pour une poutre cylindrique de diamètre b et de longueur L (Cf. *Figure 2.4*) par Stokes en 1853¹.

Remarque : cette résolution a été faite par décomposition en séries mais sans les fonctions de Bessel introduites plus tardivement. En 1869 apparaissent les fonctions de Bessel à argument complexe de première espèce par H.Hankel. En 1899 H.M. MacDonalds découvre celles de seconde espèce. Les premières tables ne sont apparues qu'au début des années 30³.

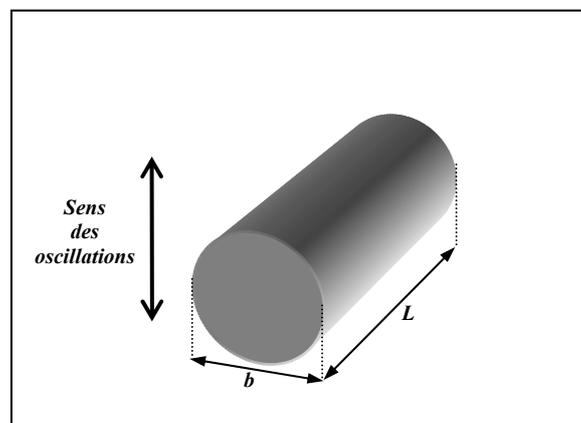


Figure 2.4 : Schéma illustrant les caractéristiques géométriques d'une poutre cylindrique en oscillation dans un fluide de viscosité dynamique η et de masse volumique ρ .

Nous allons suivre ce raisonnement et étudier l'interaction entre le fluide et la micropoutre immergée.

2.2.5. Hydrodynamique autour d'une poutre cylindrique

Dans cette partie, nous allons présenter les expressions des principales grandeurs hydrodynamiques ainsi que les étapes importantes et les considérations physiques nécessaires à l'étude du comportement du fluide autour de la micropoutre. Pour plus de détails, l'*Annexe 2.1* présente toutes les étapes de calculs. La *Figure 2.5* expose la géométrie du problème d'un cylindre de longueur L et de rayon $R=b/2$ en oscillation forcée dans un fluide à la pulsation ω . Le comportement rhéologique du fluide est supposé newtonien et incompressible dans ce chapitre.

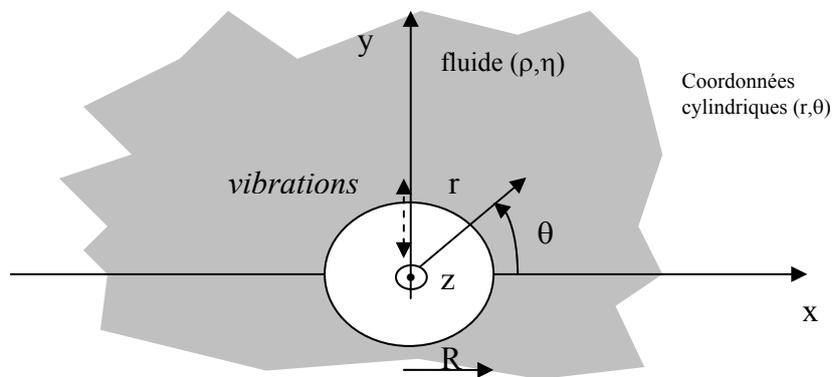


Figure 2.5 : Géométrie du problème - Vue de coupe d'un cylindre de rayon R et de longueur L en vibration dans une direction perpendiculaire à son axe de révolution dans un fluide de masse volumique ρ et de viscosité dynamique η .

Tout d'abord, le fluide est considéré incompressible en écoulement :

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{v} = 0 \quad (2.20)$$

Il existe donc un potentiel vecteur \vec{A} qui vérifie :

$$\vec{v} = \vec{\nabla} \wedge \vec{A} \quad (2.21)$$

Le potentiel vecteur des vitesses \vec{A} associé à la condition d'incompressibilité est l'analogie du potentiel vecteur introduit en électromagnétisme associé à la relation de Maxwell $\vec{\nabla} \cdot \vec{B} = 0$. Compte tenu de l'axisymétrie du système, les variables sont indépendantes de z . La vitesse n'a pas de composante selon \vec{e}_z :

$$\vec{v}(v_r; v_\theta; 0) \Leftrightarrow \vec{v} = v_r(r, \theta) \vec{e}_r + v_\theta(r, \theta) \vec{e}_\theta \quad (2.22)$$

Le champ de vitesse est tangent en chaque point aux lignes de champ définies par les équipotentielles de la fonction de courant $\Psi(r, \theta)$. Le potentiel vectoriel et la fonction de courant associée vérifiant l'incompressibilité du fluide sont liés par :

$$\vec{A} = (0, 0, \Psi(r, \theta)) \Leftrightarrow \vec{A} = \Psi(r, \theta) \vec{e}_z \quad (2.23)$$

En effectuant la transformée de Fourier et en calculant le rotationnel de l'équation (2.19), on élimine le gradient du champ de pression. Nous avons l'égalité suivante^{4,5} :

$$\frac{j\omega\rho}{\eta} \vec{\nabla} \wedge \vec{v} - \vec{\nabla} \wedge \vec{\Delta}(\vec{v}) = 0 \quad (2.24)$$

Grace à (2.21) et (2.23), l'équation 2.24 peut s'écrire :

$$\left(\Delta - \frac{j\omega\rho}{\eta} \right) \Delta \Psi = 0 \quad (2.25)$$

La solution de cette équation est de la forme $\Psi = \Psi_1 + \Psi_2$ telle que :

$$\Delta \Psi_1 = 0 \quad (2.26)$$

$$\Delta \Psi_2 - \frac{j\omega\rho}{\eta} \Psi_2 = 0 \quad (2.27)$$

Dans les équations, on retrouve l'analogie avec l'électromagnétisme. La première est l'équation de Laplace et la seconde de Helmholtz régissant les problèmes de diffusion de charge et de propagation d'une onde électromagnétique. Ainsi d'après l'équation (2.27) on peut définir une longueur de perturbation hydrodynamique δ égale à :

$$\delta = \sqrt{\frac{2\eta}{\rho\omega}} \quad (2.28)$$

Elle caractérise l'épaisseur de la couche de fluide déplacée lors de chaque mouvement de vibration. Nous résolvons (2.26) et (2.27) par séparation de variables et utilisons les conditions aux limites de Dirichlet, i-e Ψ nulle à l'infini :

$$\Psi = F(r)\cos\theta \quad (2.29)$$

$$\lim_{r \rightarrow \infty} \Psi = 0 \quad (2.30)$$

Les solutions des équations établies précédemment sont :

$$\psi(r, \theta) = \left[\frac{\alpha}{r} + \beta K_1 \left(j\sqrt{-j} \frac{r}{\delta} \right) \right] \cos\theta \quad (2.31)$$

où K_1 est la fonction de Bessel de deuxième espèce d'ordre 1. Les composantes radiales et angulaires de la vitesse doivent respecter les conditions d'incompressibilité. Il vient alors :

$$v_r(r, \theta) = -\frac{1}{r} \left[\frac{\alpha}{r} + \beta K_1 \left(j\sqrt{-j} \frac{r}{\delta} \right) \right] \sin\theta \quad (2.32)$$

$$v_\theta(r, \theta) = \left\{ \frac{\alpha}{r^2} + \beta \left[\frac{j\sqrt{-j}}{\delta} K_0 \left(j\sqrt{-j} \frac{r}{\delta} \right) + \frac{1}{r} K_1 \left(j\sqrt{-j} \frac{r}{\delta} \right) \right] \right\} \cos\theta \quad (2.33)$$

où K_0 est la fonction de Bessel de deuxième espèce d'ordre 0. Les constantes α et β respectent les conditions de non glissement aux parois et de vitesse nulle à l'infini citée en (2.30) :

$$\alpha = -\frac{U_0 e^{j\omega t} R^2 \left(-2jK_1 \left(j\sqrt{-j} \frac{R}{\delta} \right) + \sqrt{-j} \frac{R}{\delta} K_0 \left(j\sqrt{-j} \frac{R}{\delta} \right) \right)}{\sqrt{-j} \frac{R}{\delta} K_0 \left(j\sqrt{-j} \frac{R}{\delta} \right)} \quad (2.34)$$

$$\beta = -\frac{2jU_0 R e^{j\omega t}}{\sqrt{-j} \frac{R}{\delta} K_0 \left(j\sqrt{-j} \frac{R}{\delta} \right)} \quad (2.35)$$

où U_0 est le module de la vitesse de la poutre suivant y . On en déduit le champ de pression en revenant à l'équation (2.19) :

$$\vec{\nabla}P = \eta \vec{\Delta}(\vec{v}) - j\omega\rho\vec{v} \quad (2.36)$$

A l'infini, nous considérerons la pression égale à la pression atmosphérique P_0 . Après intégrations successives, la pression est définie par :

$$P = -\frac{j\rho\omega}{r}\alpha \sin\theta + P_0 \quad (2.37)$$

La force hydrodynamique résulte de la somme des contraintes normales due à la pression et aux frictions, et des contraintes tangentielles dues aux frictions du champ de vitesse sur la surface de la poutre, intégrées sur toutes les surfaces immergées, i-e la surface à $r = R$. La contrainte élémentaire sur un élément de cette surface s'écrit :

$$d\vec{T} = -P\vec{e}_r + \tau_{rr}\vec{e}_r + \tau_{r\theta}\vec{e}_\theta + \tau_{rz}\vec{e}_z \quad (2.38)$$

D'après l'expression du champ de vitesse (2.20) et (2.22), le tenseur des contraintes a pour expression⁶:

$$d\vec{T} = \left(-P + 2\eta \frac{\partial v_r}{\partial r} \right) \vec{e}_r + \eta \left[\frac{\partial v_\theta}{\partial r} - \frac{v_\theta}{r} + \frac{1}{r} \frac{\partial v_r}{\partial \theta} \right] \vec{e}_\theta \quad (2.39)$$

Pour le cas d'un levier cylindrique effectuant des oscillations dans une direction perpendiculaire à son axe de symétrie, le sens des vibrations s'effectue dans le repère

cartésien selon \vec{e}_y . En intégrant sur la surface S définie à $r=R$ et $\theta \in [0; 2\pi]$, les composantes de la force hydrodynamique linéique totale qui s'exerce sur la poutre par le fluide sont :

$$\vec{F}_\perp = \pi \left(\begin{array}{c} \alpha \eta \left(\frac{j}{\delta^2} + \frac{4}{R^2} \right) \\ + \frac{2\eta}{R} \beta \left(j\sqrt{-j} \frac{R}{\delta} K_0 \left(j\sqrt{-j} \frac{R}{\delta} \right) + 2K_1 \left(j\sqrt{-j} \frac{R}{\delta} \right) \right) \end{array} \right) \vec{e}_y \quad (2.40)$$

$$\vec{F}_\parallel = -\eta \frac{\pi}{R^2} \left(\begin{array}{c} 4\alpha + \beta \left(K_1 \left(j\sqrt{-j} \frac{R}{\delta} \right) \left(4R + j \frac{R^3}{\delta^2} \right) \right) \\ + 2j\sqrt{-j} \frac{R^2}{\delta} K_0 \left(j\sqrt{-j} \frac{R}{\delta} \right) \end{array} \right) \vec{e}_y \quad (2.41)$$

Pour la poutre cylindrique, la force hydrodynamique par unité de longueur résulte de la somme de (2.41) et (2.40) :

$$\vec{F}_{cyl} = -j\omega\rho\pi R^2 U_0 e^{j\omega t} \left(1 - \frac{4jK_1 \left(j\sqrt{-j} \frac{R}{\delta} \right)}{\sqrt{-j} \frac{R}{\delta} K_0 \left(j\sqrt{-j} \frac{R}{\delta} \right)} \right) \vec{e}_y \quad (2.42)$$

On définit alors une fonction hydrodynamique sans dimension Γ_{cyl} propre à l'interaction entre la poutre cylindrique et le fluide supposé newtonien :

$$\Gamma_{cyl} = \Gamma'_{cyl} - j\Gamma''_{cyl} = 1 - \frac{4jK_1 \left(j\sqrt{-j} \frac{R}{\delta} \right)}{\sqrt{-j} \frac{R}{\delta} K_0 \left(j\sqrt{-j} \frac{R}{\delta} \right)} \quad (2.43)$$

Γ'_{cyl} et Γ''_{cyl} sont deux fonctions strictement positives. Soit M_L la masse (par unité de longueur) de fluide déplacée par le cylindre immergée. Cette même expression peut s'écrire en fonction de Γ'_{cyl} et Γ''_{cyl} :

$$F_{cyl} = -j\omega M_L U_0 e^{j\omega t} \left(\Gamma'_{cyl} - j\Gamma''_{cyl} \right) \quad (2.44)$$

Sachant que $U_0 e^{j\omega t} = j\omega w(x,t)$, il vient alors une nouvelle expression de la force hydrodynamique telle que :

$$F_{cyl} = -M_L \omega \Gamma''_{cyl}(Re) \frac{\partial w(x,t)}{\partial t} - M_L \Gamma'_{cyl}(Re) \frac{\partial^2 w(x,t)}{\partial t^2} \quad (2.45)$$

Le nombre de Reynolds Re propre à ce problème est alors :

$$Re = \frac{R^2}{\delta^2} \quad (2.46)$$

Par identification à l'équation (2.2), les expressions de g_1 et g_2 sont alors :

$$g_1 = M_L \omega \Gamma''(Re) \quad (2.47)$$

$$g_2 = M_L \Gamma'(Re) \quad (2.48)$$

L'étude asymptotique de la fonction hydrodynamique nous montre les caractéristiques suivantes^{7,8} :

$$\Gamma_{cyl} = 1 \text{ Pour } Re \rightarrow \infty \quad (2.49)$$

$$\Gamma_{cyl} = \frac{-64j}{Re(-\pi j + 2 \ln Re)} \text{ Pour } Re \rightarrow 0 \quad (2.50)$$

Pour un fluide non visqueux, $\eta=0$ i-e $Re \rightarrow \infty$, on retrouve une force égale au produit de l'accélération du mouvement de vibration par la masse de fluide déplacé nécessaire à l'immersion de la poutre, autrement dit la poussée d'Archimède. Les fonctions Γ'_{cyl} et Γ''_{cyl} sont des fonctions décroissantes sur \Re^{**} selon la variable Re et tendent vers l'infini pour des petites valeurs de Re . En effectuant le développement asymptotique pour de grandes valeurs de Re , on obtient :

$$\Gamma'_{cyl} = 1 + 4\sqrt{\frac{2}{Re}} \quad (2.51)$$

$$\Gamma_{cyl}'' = 4\sqrt{\frac{2}{Re}} + \frac{8}{Re} \quad (2.52)$$

La fonction hydrodynamique dépend de la géométrie du système et des propriétés rhéologiques du fluide. Cette fonction caractérise l'interaction entre la poutre cylindrique et le fluide dans lequel elle est immergée.

2.2.6. Hydrodynamique autour d'une micropoutre de section rectangulaire

Sader&al ont proposé une adaptation des résultats du cas cylindrique pour une poutre de section rectangulaire⁸. Appliquant une fonction de correction Ω_{corr} à la fonction hydrodynamique d'une poutre cylindrique, on peut approximer la fonction hydrodynamique d'une poutre rectangulaire. Cette fonction de correction doit dépendre de Re et assurer aux deux fonctions hydrodynamiques le même comportement asymptotique en fonction des valeurs de Re . Cette fonction Ω_{corr} , quotient de 2 polynômes d'ordre 6 en $\log Re$, dont l'erreur maximale est de 15% sur une gamme de $Re \in [10^{-5}; 10^5]$, a été calculée par *Sader* en 1998 :

$$\Gamma_{rect} = \Omega_{corr} \cdot \Gamma_{cyl} \quad (2.53)$$

où Γ_{rect} et Γ_{cyl} sont respectivement les fonctions hydrodynamiques d'une poutre rectangulaire et d'une poutre cylindrique. La fonction hydrodynamique par sa forme (fonction de Bessel et fonction de correction) est difficile à manier et il est difficile d'isoler la partie imaginaire et la partie réelle. En reprenant le développement asymptotique sur une gamme de Reynolds plus réduite $Re \in [1; 10^3]$, *Maali&al*⁹ proposent de réécrire la fonction hydrodynamique sous la forme⁸ :

$$\Gamma'_{Maali} = a_1 + a_2 \sqrt{\frac{2}{Re}} \quad (2.54)$$

$$\Gamma''_{Maali} = b_1 \sqrt{\frac{2}{Re}} + b_2 \frac{2}{Re} \quad (2.55)$$

En fittant les parties réelles et imaginaires de la fonction hydrodynamique trouvées par *Sader&al*, les paramètres a_1 , a_2 , b_1 , et b_2 trouvés par *Maali&al* sont :

$$a_1=1,0553, a_2=3,7997, b_1= 3,8018, \text{ et } b_2=2,7364 \quad (2.56)$$

Les caractéristiques de la force exercée par le fluide sur la poutre, F_{Fluid} sont désormais connues. Les propriétés rhéologiques du fluide, la fréquence des vibrations et la géométrie de la poutre contrôlent la force hydrodynamique. Connaissant désormais le comportement du fluide autour de la poutre, nous pouvons alors résoudre de façon analytique la dynamique de la poutre.

2.3. Détermination du spectre de vibration

2.3.1. Résolution de l'équation du mouvement

D'après (2.1) et (2.2) nous obtenons l'équation différentielle régissant le mouvement de la poutre immergée soumise à une force d'excitation F_{exc} :

$$EI \frac{\partial^4 w(x,t)}{\partial x^4} + (m_L + g_2(x,t)) \frac{\partial^2 w(x,t)}{\partial t^2} + g_1(x,t) \frac{\partial w(x,t)}{\partial t} = F_{exc}(x,t) \quad (2.57)$$

Nous travaillerons non plus dans l'espace temporel mais dans l'espace dual fréquentiel afin d'obtenir le spectre de vibration de la poutre en milieu liquide. En appliquant la transformée de Fourier à l'équation (2.57), nous obtenons :

$$\frac{\partial^4 w(x,\omega)}{\partial x^4} - A^4(\omega) w(x,\omega) = \frac{F_{exc}(x,\omega)}{EI} \quad (2.58)$$

$1/A$ a la dimension d'une longueur et représente une dimension caractéristique de la dynamique de la poutre. A est de la forme :

$$A(\omega) = \left(\frac{m_L \omega^2 \left(1 + \frac{M_L \Gamma(\omega)}{m_L} \right)}{EI} \right)^{1/4} \quad (2.59)$$

Dans le cas où la force excitatrice est une force ponctuelle localisée en bout de poutre, on peut écrire :

$$F_{exc}(x, \omega) = F_0(\omega) \delta(x - L) \quad (2.60)$$

La solution de l'équation (2.58) doit répondre aux conditions suivantes :

- $w(0, \omega) = 0$: amplitude nulle des vibrations à l'encastrement
- $\left. \frac{\partial w(x, \omega)}{\partial x} \right|_{x=0} = 0$: courbure nulle à l'encastrement
- $\left. \frac{\partial^2 w(x, \omega)}{\partial x^2} \right|_{x=L} = 0$: moment fléchissant nul en bout de poutre
- $\left. \frac{\partial^3 w(x, \omega)}{\partial x^3} \right|_{x=L} = \frac{F}{EI}$

La résolution de l'équation différentielle (2.58) permet de trouver une solution analytique pour l'amplitude de vibration en chaque point x de la poutre en fonction de la fréquence de vibration:

$$w(x, \omega) = \frac{F_{exc} [shA(x-L) \cos Ax (shAL + \sin AL) - \sin Ax (chAL + \cos AL) + \cos AL shAx - \sin AL chAx]}{2EIA^3 (1 + \cos ALchAL)} \quad (2.61)$$

où ch et sh sont respectivement les fonctions trigonométriques : cosinus hyperbolique et sinus hyperbolique. L'étude asymptotique de la fonction ci-dessus en fonction de la fréquence nous montre les caractéristiques suivantes :

$$\lim_{\omega \rightarrow 0} w(x, \omega) = \frac{F_{exc}}{6EI} (3Lx^2 - x^3) \quad (2.62)$$

$$\lim_{\omega \rightarrow \infty} w(x, \omega) = 0 \quad (2.63)$$

A fréquence nulle, nous retrouvons l'expression de la déflexion statique en un point x le long de la poutre soumise à une force d'amplitude constante F . La valeur statique de la déflexion est indépendante des propriétés du fluide. En bout de poutre, $W_0 = F/k_0$ est la déflexion statique de la poutre et $k_0 = 3EI/L^3$ la raideur de la poutre.

L'amplitude des vibrations en bout de poutre est alors égale à :

$$w(L, \omega) = \frac{3F}{k_0 A^3 L^3} \frac{(shAL \cos AL - chAL \sin AL)}{(1 + chAL \cos AL)} \quad (2.64)$$

2.3.2. Etude de l'influence du fluide

Précédemment, nous avons déterminé les caractéristiques fréquentielles du spectre de vibration. Maintenant, nous allons étudier le spectre de vibration en fonction des propriétés mécaniques du fluide : masse volumique ρ et viscosité dynamique η . L'expression analytique présentée en (2.64) concerne la globalité du spectre et contient tous les modes de vibration d'une poutre en flexion. Les *Figure 2.6* et *Figure 2.7* sont les résultats de la simulation de l'amplitude et de la phase du mouvement de vibration d'une poutre en silicium de géométrie $50\mu m \times 400\mu m \times 3000\mu m$ soumise à une force d'amplitude $F=5.10^{-7}N$ en fonction de la fréquence et immergée dans des fluides de différentes masses volumiques. La masse volumique varie de $500kg.m^{-3}$ (proche du méthane liquide) à $10\,000kg.m^{-3}$ (proche du mercure).

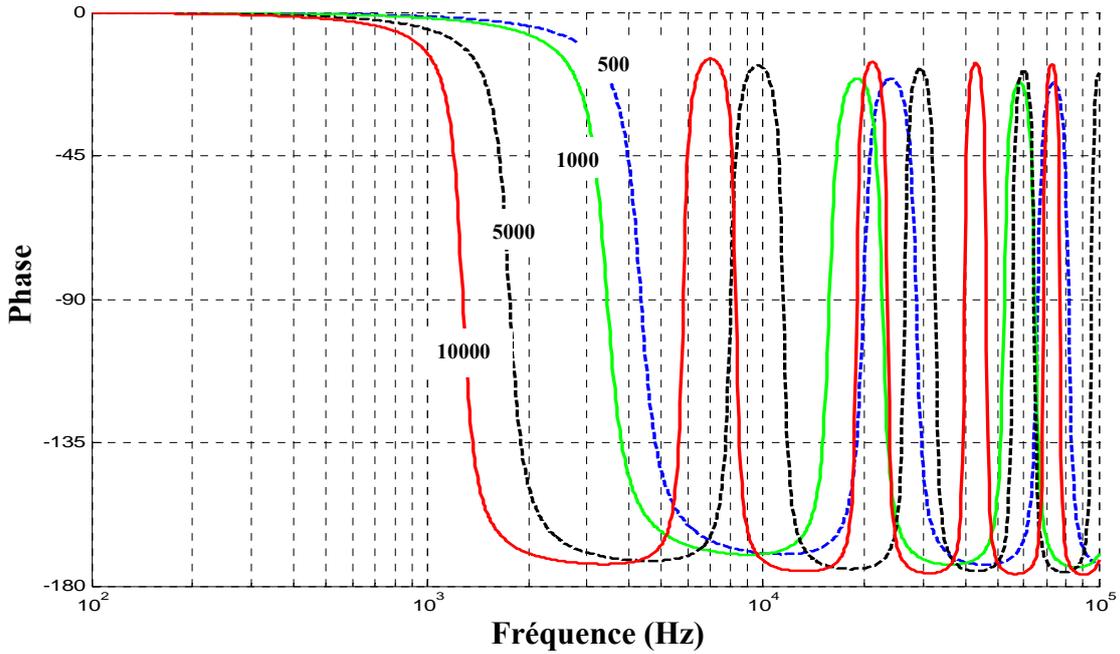


Figure 2.6 : Simulation montrant l'évolution de la phase de $w(L, \omega)$ en fonction de la viscosité pour une poutre en silicium de géométrie $50\mu\text{m} \times 400\mu\text{m} \times 3000\mu\text{m}$ immergée dans des fluides de viscosité égale à $\eta=1\text{cP}$ de différentes masse volumique : $500\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$, $1000\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$, $5000\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ et $10000\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$.

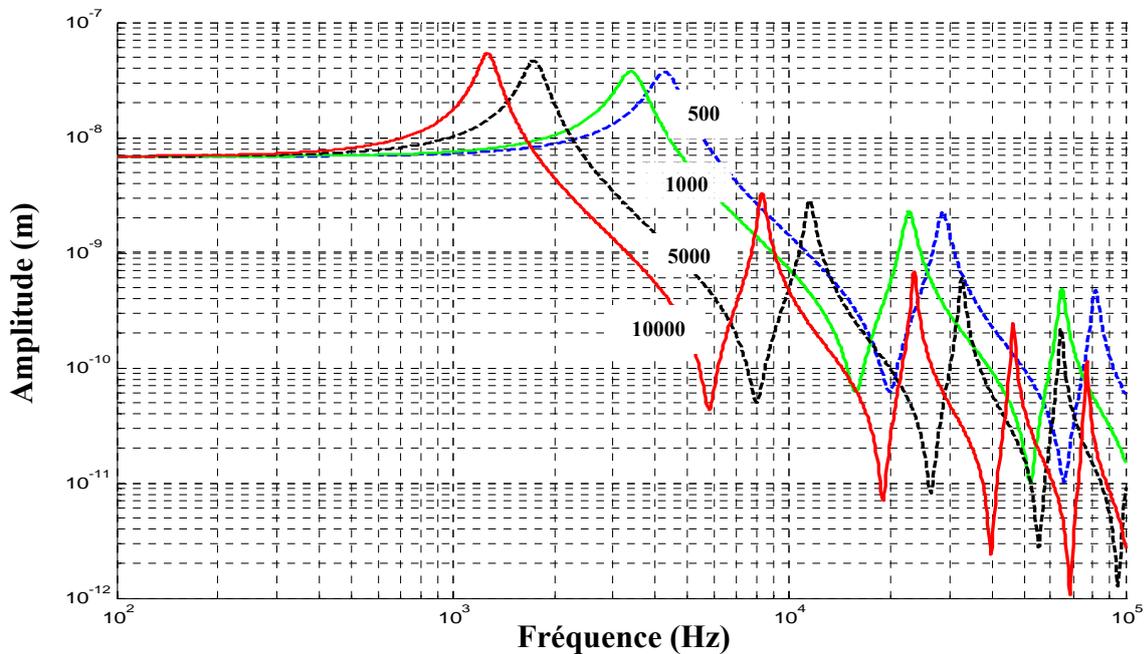


Figure 2.7 : Simulation montrant l'évolution de l'amplitude de vibrations en bout de poutre en fonction de la fréquence pour une poutre en silicium de géométrie

$50\mu\text{m} \times 400\mu\text{m} \times 3000\mu\text{m}$ immergée dans des fluides de viscosité égale à $\eta=1\text{cP}$ de différentes masse volumique : 500kg.m^{-3} , 1000kg.m^{-3} , 5000kg.m^{-3} et $10\,000\text{kg.m}^{-3}$.

Lors d'une augmentation de la masse volumique, on constate un décalage de la fréquence de résonance vers les basses fréquences¹⁰. La largeur du pic de résonance varie faiblement. Le facteur de qualité est peu sensible à la variation de la masse volumique du fluide¹¹.

Dans les *Figure 2.8* et *Figure 2.9*, on regarde l'influence de la viscosité sur la dynamique de la même poutre.

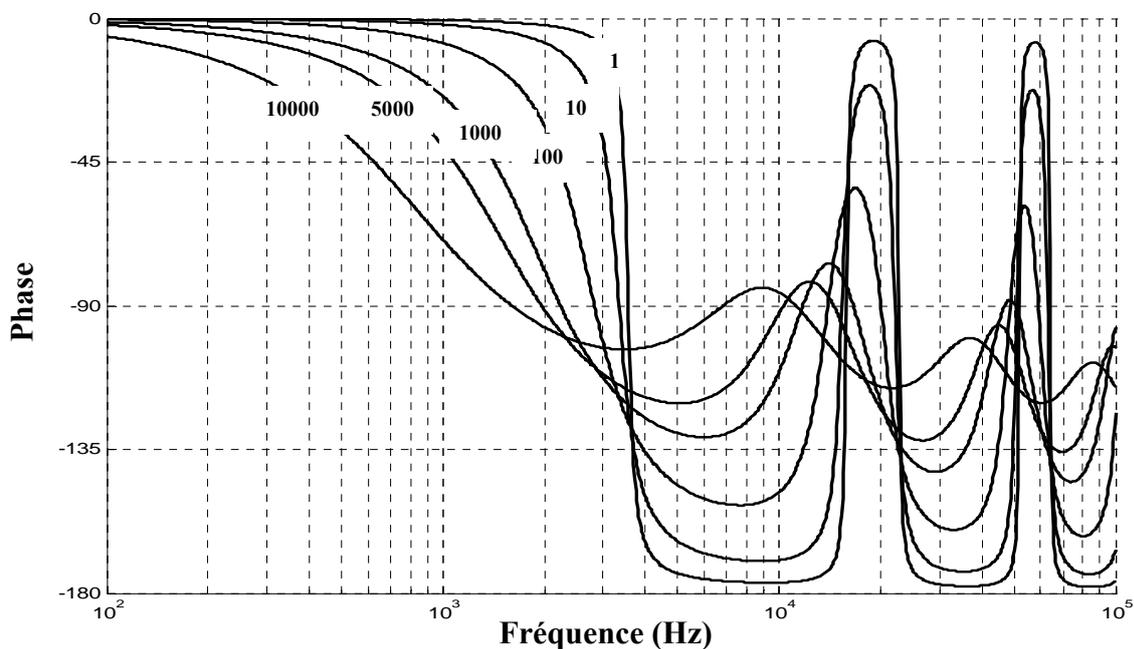


Figure 2.8 : Simulation montrant l'évolution de la phase en fonction de la viscosité pour une poutre en silicium de géométrie $50\mu\text{m} \times 400\mu\text{m} \times 3000\mu\text{m}$ immergée dans des fluides de masse volumique égale à $\rho=1000\text{kg.m}^{-3}$ de différentes viscosités : 1cP , 10cP , 100cP , 1000cP , 5000cP et 10000cP .

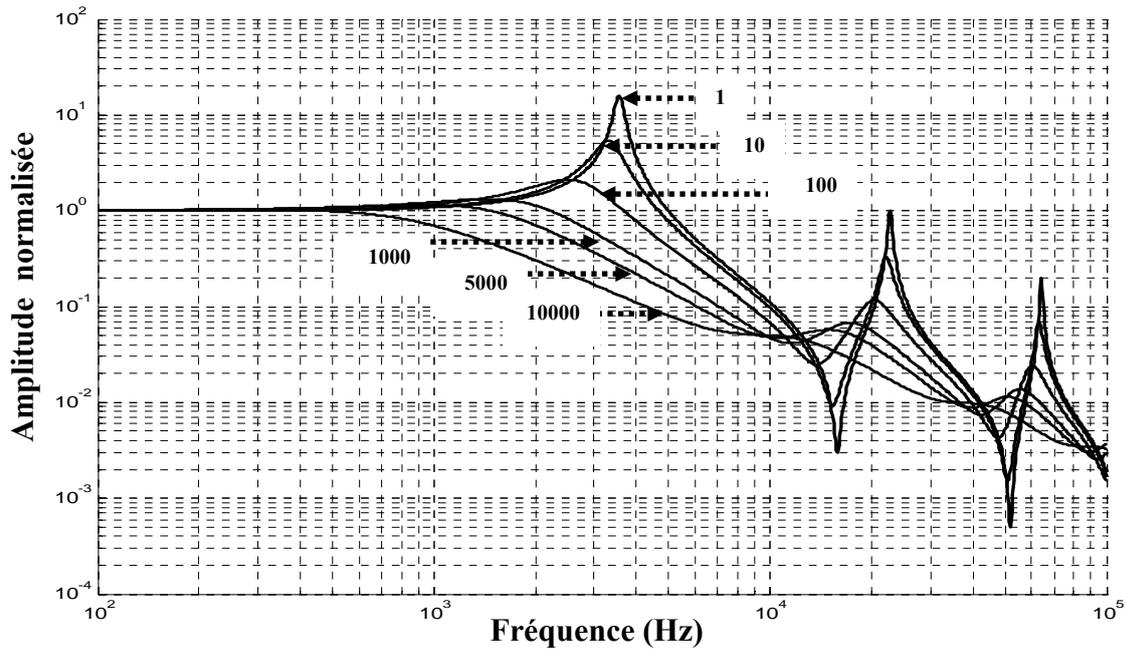


Figure 2.9 : Simulation montrant l'évolution de l'amplitude normalisée en fonction de la viscosité pour une poutre en silicium de géométrie $50\mu\text{m} \times 400\mu\text{m} \times 3000\mu\text{m}$ immergée dans huiles silicones de masse volumique $\rho=1000\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ et de différentes viscosités : 1cP, 10cP, 100cP, 1000cP, 5000cP et 10000cP.

Lorsque la viscosité d'un fluide augmente, on constate un décalage de la fréquence de résonance vers des fréquences plus basses et un élargissement du pic de résonance¹⁰. Le facteur de qualité s'effondre rapidement avec la viscosité si bien qu'au-delà d'une viscosité critique, le phénomène de résonance disparaît.

Finalement, la valeur des amplitudes de vibrations à une fréquence donnée est dictée par la viscosité et la masse volumique du fluide environnant. Malgré la disparition de la résonance, chaque spectre est unique de part sa forme. Il apparaît donc possible de remonter aux propriétés mécaniques du fluide en utilisant les spectres de vibration de la poutre immergée dans l'échantillon fluide à étudier.

2.4. Conclusions

Dans ce chapitre, nous avons vu les principales caractéristiques de l'hydrodynamique du fluide autour de la poutre. Nous avons pu extraire les lignes de courant, les champs de vitesse et de pression régnant à l'intérieur du fluide. Les composantes de la force exercée par le fluide sur la poutre ont pu être identifiées. Finalement, l'interaction entre la micropoutre et le fluide environnant se résume à la connaissance de la fonction hydrodynamique. Cette dernière, capitale dans la compréhension de cette interaction, dépend à la fois de la géométrie de la micropoutre mais aussi des propriétés rhéologiques du fluide. Elle est propre au système mécanique constitué par le mouvement d'une micropoutre rectangulaire en mouvement dans un fluide newtonien. Dans le cas d'une géométrie de poutre différente et de fluides complexes, sa connaissance est fondamentale. Ensuite, nous avons étudié l'influence des spectres de vibration en fonction des propriétés mécaniques du fluide. Phase et amplitude de vibration y sont affectées même hors résonance. Les propriétés mécaniques du fluide décalent le spectre vers les basses fréquences. Cependant, la viscosité modifie fortement la forme du spectre bien plus que la masse volumique. Pour des fréquences non nulles, l'amortissement des vibrations (*terme du à g_1*) et l'effet inertiel (*terme du à g_2*) sont propres au fluide étudié. A partir du spectre de vibration d'une micropoutre dans un échantillon fluide, il semble donc possible de déterminer la masse volumique et la viscosité dynamique à partir de la connaissance du spectre.

Bibliographies Chapitre2 :

¹G.G.Stokes, "On the effect of internal friction of fluids on the motion of pendulums", Trans.Cambridge Philos. Soc., 9, n°8, (1851)

²R.E.Williams, R.G.Hussey, "Oscillating cylinders and the Stokes paradox", The Physics of Fluid, 15, n°12, (1972)

³G.N.Watson, "A Treatise on the Theory of Bessel Functions", 2nd édition, Cambridge, England: Cambridge University Press, (1966).

⁴R.P.Kanwal, Z. Angew, "Vibrations of an elliptic cylinder and of a flat plate in a viscous fluid", Math. Mech., 35, 17, (1955).

⁵L.Rosenhead, Laminar Boundary Layers (Clarendon, Oxford, 1963).

⁶Sébastien Candel, Mécaniques des fluides : Cours, p114 (Dunod-Sciences Sup, 2001)

⁷E.O.Tuck, "Calculation of unsteady flows due to small motions of cylinders in a viscous fluid", Journal of Engineering Mathematics, 3, n°29, (1969)

⁸J.E.Sader," Frequency response of cantilever beams immersed in viscous fluids with applications to the atomic force microscope", Journal of Applied Physics, 84, p64-76, (1998).

⁹A.Maali, C.Hurth, R.Boisgard, C.Jai, T.Cohen-Bouhacina, J.P.Aimé, "Hydrodynamic of oscillating atomic force microscopy cantilevers in viscous fluid", Journal of Applied Physics, 97, n°7, (2005).

¹⁰C. Bergaud, L. Nicu," Viscosity measurements based on experimental investigations of composite cantilever beam eigenfrequencies in viscous media", Review of Scientific Instruments, 71, p2487-2491, (2000).

¹¹C.Riesch, F.Keplinger, IEEE Sensors Conference, South Korea, "Characterizing Resonating Cantilevers for Liquid Property Sensing", Daegu, p1070-1073, (2006).

3. Mesure de viscosité dynamique et de masse volumique moyennes

(Extension du modèle de Boskovic&al)

Cette partie se consacre à la mesure de viscosité et de masse volumique du fluide dans lequel la poutre est immergée. Tout système mécanique en vibration est caractérisé par sa fréquence propre et son coefficient d'amortissement. Grâce à une décomposition en modes propres, nous allons introduire la notion de fonction de transfert mécanique puis rappeler l'expression et la signification des principales grandeurs physiques mises en jeu. En accord avec des hypothèses et des considérations expérimentales, cette partie propose une modélisation analytique simplifiée du comportement dynamique d'une micropoutre en milieu liquide grâce à une analogie « *Electricité/Mécanique* ». Pour finir, nous proposerons un protocole de 'mesure' reposant sur le fit numérique des spectres par la fonction de transfert d'un filtre passe-bas du deuxième ordre ; méthode semblable à celle proposée par Boskovic&al¹. Le point fort de cette méthode vient du fait que la viscosité et la masse volumique seront ensuite exprimées de façon analytique en fonction des paramètres expérimentaux connus. Le modèle et la validité des hypothèses seront confrontés aux mesures expérimentales en fin de chapitre.

3.1. Décomposition en modes propres du mouvement de la poutre en milieu liquide

3.1.1. Recherche des modes propres

D'après (Eq 2.56), l'équation différentielle régissant le mouvement de la poutre immergée soumise à une force d'excitation F_{exc} est :

$$EI \frac{\partial^4 w(x,t)}{\partial x^4} + (m_L + g_2(x,t)) \frac{\partial^2 w(x,t)}{\partial t^2} + g_1(x,t) \frac{\partial w(x,t)}{\partial t} = F_{exc}(x,t) \quad (3.1)$$

En analysant cette équation, on observe :

- $EI \frac{\partial^4 w(x,t)}{\partial x^4}$: un terme élastique
- $(m_L + g_2) \frac{\partial^2 w(x,t)}{\partial t^2}$: un terme inertiel correspondant aux mouvements de la masse de la poutre **et** de la couche de fluide l'enrobant.
- $g_1 \frac{\partial w(x,t)}{\partial t}$: un terme visqueux témoignant de la dissipation de l'énergie cinétique.
- $F_{exc}(x,t)$: terme assurant le régime forcé des oscillations.

Nous pouvons décomposer le mouvement de la poutre en modes propres dans sa base propre. Cette décomposition en modes propres permettra de mieux comparer l'impact et l'influence des modes de vibrations supérieurs sur le spectre de vibration. La déflexion de la poutre s'écrit alors comme la somme de n mouvements de vibration propre. En tout point d'une poutre, un mouvement quelconque de la poutre peut s'exprimer comme une combinaison linéaires des déformées modales $q_n(x)$:

$$w(x,t) = \sum_{n=1}^{+\infty} q_n(x) \theta_n(t) \quad (3.2)$$

Les coefficients de la combinaison linéaire $\theta_n(t)$ sont les coordonnées modales.

Les fonctions dans la base propre sont orthonormées :

$$\int_0^L q_i(x) q_j(x) dx = \delta_{ij} \quad (3.3)$$

où δ_{ij} est le symbole de Kronecker $\delta_{ij} = \begin{cases} 1 & \text{si } i = j \\ 0 & \text{si } i \neq j \end{cases}$

Par définition les modes propres sont les solutions harmoniques de l'équation dynamique en l'absence de force extérieure d'excitation et de fluide. Pour obtenir les modes propres, il nous faut donc résoudre l'équation suivante :

$$EI \frac{\partial^4 w(x,t)}{\partial x^4} + m_L \frac{\partial^2 w(x,t)}{\partial t^2} = 0 \quad (3.4)$$

La solution est de la forme :

$$w_n(x, t) = q_n(x) \cos \omega t \quad (3.5)$$

Les conditions aux limites sont :

$$w(0|\omega) = 0 \quad \left. \frac{\partial w(x|\omega)}{\partial x} \right|_{x=0} = 0 \quad \left. \frac{\partial^2 w(x|\omega)}{\partial \omega^2} \right|_{x=L} = 0 \quad \left. \frac{\partial^3 w(x|\omega)}{\partial x^3} \right|_{x=L} = \frac{F}{EI} \quad (3.6)$$

Il vient alors au n -ième mode :

$$\frac{d^4 q_n(x)}{dx^4} - \lambda_n^4 q_n(x) = 0 \quad (3.7)$$

$$\text{où } \lambda_n^4 = \frac{m_L \omega_n^2}{EI}$$

ω_n représente la pulsation de résonance dans le vide de la micropoutre au n -ième mode. Elle dépend : des propriétés mécaniques du matériau constituant la poutre, de sa masse et de sa géométrie. λ_n est une caractéristique du mode de vibration.

3.1.2. Equations différentielles

En injectant (3.2) dans (3.1), on peut réécrire l'équation différentielle régissant le mouvement sous la forme (Cf. Annexe 2.1):

$$\sum_{n=1}^{\infty} m_L \omega_n^2 q_n(x) \theta_n(t) + g_1(x, t) q_n(x) \frac{d\theta_n(t)}{dt} + (m_L + g_2) q_n(x) \frac{d^2 \theta_n(t)}{dt^2} = F_{exc} \delta(x-L) \quad (3.8)$$

L'orthogonalité des modes permet d'écrire :

$$m_L \omega_n^2 \theta_n(t) + g_1(x, t) \frac{d\theta_n(t)}{dt} + (m_L + g_2(x, t)) \frac{d^2 \theta_n(t)}{dt^2} = F_{exc} q_n(L) \quad (3.9)$$

$$\text{Or } w(x, t) = \sum_{n=1}^{+\infty} q_n(x) \theta_n(t) = \sum_{n=1}^{+\infty} w_n(x, t) \text{ avec } w_n = q_n(t) \theta_n(t)$$

Il vient la nouvelle égalité :

$$m_L \omega_n^2 w_n(x,t) + g_1(x,t) \frac{dw_n(x,t)}{dt} + (m_L + g_2(x,t)) \frac{d^2 w_n(x,t)}{dt^2} = F_{exc} q_n(L) q_n(x) \quad (3.10)$$

Pour chaque mode n et chaque point d'abscisse x le long de la poutre, cette équation peut se réécrire sous la forme :

$$K_n w_n(x,t) + C_n \frac{\partial w_n(x,t)}{\partial t} + M_n \frac{\partial^2 w_n(x,t)}{\partial t^2} = F_{exc}(x,t) \quad (3.11)$$

Avec les grandeurs suivantes exprimées par unité de longueur :

- K_n la raideur de la poutre en flexion en milieu liquide au n -ième mode de vibration :

$$K_n = \frac{m_L \omega_n^2}{q_n(L) q_n(x)} \quad (3.12)$$

- C_n l'amortissement lié à l'environnement fluide autour de la poutre au n -ième mode de vibration :

$$C_n = \frac{g_1(x,t)}{q_n(L) q_n(x)} \quad (3.13)$$

- M_n la masse propre : elle correspond à la masse de la poutre en silicium additionnée à celle de la couche de fluide qui l'enrobe à l'instant t et au n -ième mode de vibration.

$$M_n = \frac{m_L + g_2(x,t)}{q_n(L) q_n(x)} \quad (3.14)$$

On reconnaît alors l'équation des oscillations amorties d'un solide de masse M_n , de raideur K_n et de coefficient d'amortissement C_n . D'après les spectres de vibrations, on constate une analogie avec un filtre passe-bas du second ordre.

3.1.3. Analogie Mécanique vs Electricité

Il est possible de passer d'un circuit électrique à un système mécanique en assimilant^{2,3} :

- Une masse avec une inductance
- Un frottement visqueux avec une résistance linéaire
- La raideur d'un ressort avec l'inverse d'une capacité

De même, il convient d'assimiler :

- Une force avec une différence de potentiel
- Un déplacement avec une charge
- Une vitesse de déplacement avec une intensité.

Grandeur mécanique	M masse	η viscosité	k élasticité	x coordonnée	V vitesse	F force
Equivalent électrique	L inductance	R résistance	1/C Inverse de la capacité	q charge	I intensité	U tension

Tableau 3.1 : Tableau récapitulatif des équivalences entre les différentes grandeurs mécaniques et électriques

D'un point de vue qualitatif, la dynamique de la poutre en milieu liquide peut être schématisée par un circuit R, L, C (*cf. Figure 3.1*). La poutre en mouvement entraîne une couche de fluide autour d'elle. Cette couche de fluide alourdit la poutre en y ajoutant une masse supplémentaire. Des forces de frottements fluides apparaissent à sa surface liées à la viscosité et au mouvement du fluide entraîné. En effet, la viscosité du fluide peut être perçue comme la résistance offerte par le fluide à chaque vibration de la poutre.

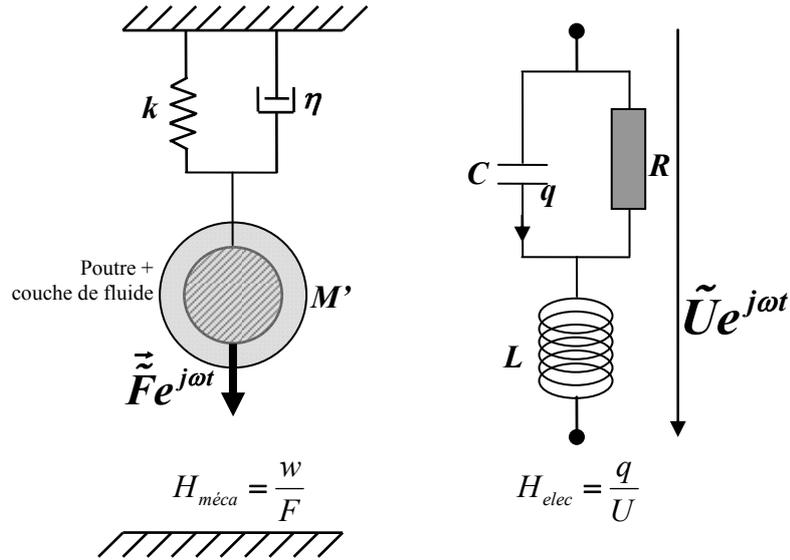


Figure 3.1 : Schéma illustrant l'analogie mécanique vs électrique entre la dynamique de la poutre en milieu liquide visqueux et un filtre passe-bas du second ordre R, L, C.

3.2. Mesures simultanées de masse volumique et de viscosité

3.2.1. Fonction de transfert mécanique

La fonction de transfert mécanique est le rapport de l'amplitude des vibrations sur la force d'excitation. Elle est définie de la manière suivante :

$$w(L, \omega) = H(L, \omega)F(L, \omega) \Leftrightarrow H(L, \omega) = \frac{w(L, \omega)}{F(L, \omega)} \quad (3.15)$$

où $w(L, \omega)$ est l'amplitude de vibration en bout de poutre, $H(L, \omega)$ la fonction de transfert mécanique et $F(L, \omega)$ la force d'excitation en bout de poutre.

Ainsi en effectuant la transformée de Fourier de l'équation (3.9), on obtient :

$$\left[-\omega^2 (m_L + g_2(\omega)) + j\omega g_1(\omega) + m_L \omega_n^2 \right] \theta_n(\omega) = F_{exc} q_n(L) \quad (3.16)$$

En multipliant par $q_n(L)$, on trouve :

$$\frac{q_n(L)\theta_n(\omega)}{F_{exc}} = \frac{q_n^2(L)}{m_L\omega_n^2 + j\omega g_1(\omega) - \omega^2(m_L + g_2(\omega))} \quad (3.17)$$

En sommant sur les n modes, on obtient :

$$\sum_{n=1}^{+\infty} \frac{w_n(L, \omega)}{F_{exc}} = \sum_{n=1}^{+\infty} \frac{q_n^2(L)}{m_L\omega_n^2 + j\omega g_1(\omega) - \omega^2(m_L + g_2(\omega))} \quad (3.18)$$

La fonction de transfert mécanique décrivant les vibrations de la poutre en milieu liquide est alors définie par :

$$H(L, \omega) = \sum_{n=1}^{+\infty} \frac{\frac{q_n^2(L)}{m_L\omega_n^2}}{1 - \frac{m_L + g_2(\omega)}{m_L} \left(\frac{\omega}{\omega_n}\right)^2 + j \frac{g_1(\omega)}{m_L} \left(\frac{\omega}{\omega_n}\right)} \quad (3.19)$$

On émettra comme hypothèse que les composantes de la force hydrodynamique dépendent essentiellement des propriétés rhéologiques du fluide. Leur dépendance fréquentielle est négligée. On considérera alors :

« g_1 et g_2 indépendant du temps sur la gamme de fréquence d'un mode de vibration. »

L'épaisseur de la couche de fluide est supposée constante et ne dépend finalement que du mode de vibration considéré. Ainsi, deux paramètres caractéristiques du mode de vibrations apparaissent : $f_{0,n}$ la fréquence propre de vibration de la poutre en milieu liquide et ξ_n le coefficient d'amortissement du n -ième mode de vibration. La forme canonique complexe dans le domaine fréquentiel de la fonction de transfert mécanique a alors pour expression :

$$H(L, f) = \sum_{n=1}^{+\infty} \frac{H_{0,n}}{1 - \left(\frac{f}{f_{0,n}}\right)^2 + 2\xi_n \frac{f}{f_{0,n}} j} \quad (3.20)$$

avec $H_{0,n}$ le poids du mode n dans la fonction de transfert. Finalement, en ne regardant que le n -ième mode, on retombe sur l'analogie électronique schématisé sur la *Figure 3.1*. La dynamique

de la poutre se décompose en une somme de filtres passe-bas du second ordre. En augmentant la viscosité du fluide, on augmente le taux d'amortissement des vibrations jusqu'à une viscosité critique, au-delà de laquelle la résonance est possible et au-delà de laquelle les phénomènes de résonance ne peuvent avoir lieu à cause d'un amortissement visqueux trop important. Dans la *Figure 3.2*, on constate que cette viscosité critique est de 1000cP. Celle-ci dépend de la géométrie de la poutre, ici ($h=70\mu\text{m}$, $b=400\mu\text{m}$, $L=3000\mu\text{m}$). Cependant, les courbes se distinguent les unes des autres de part les valeurs qu'elles prennent à une fréquence donnée. Les caractéristiques vibrationnelles demeurent tout de même affectée par le fluide. On remarque une succession de pics de résonances et une atténuation de l'amplitude des vibrations lorsque la fréquence augmente. Les forces visqueuses sont assimilables à des forces de frottement fluide. Plus la fréquence des vibrations est élevée (i-e plus la vitesse du mouvement est rapide), plus ces forces sont importantes. Pour la phase (*Figure 3.3*) le changement est aussi visible. On observe un changement de pente au niveau du point d'inflexion⁴. Plus la viscosité est élevée, plus la valeur absolue de la pente diminue. La valeur minimale de la phase augmente avec la viscosité : la phase ne descend plus à zéro. Pour la phase et le gain, il y a répétition du phénomène à chaque mode vibration.

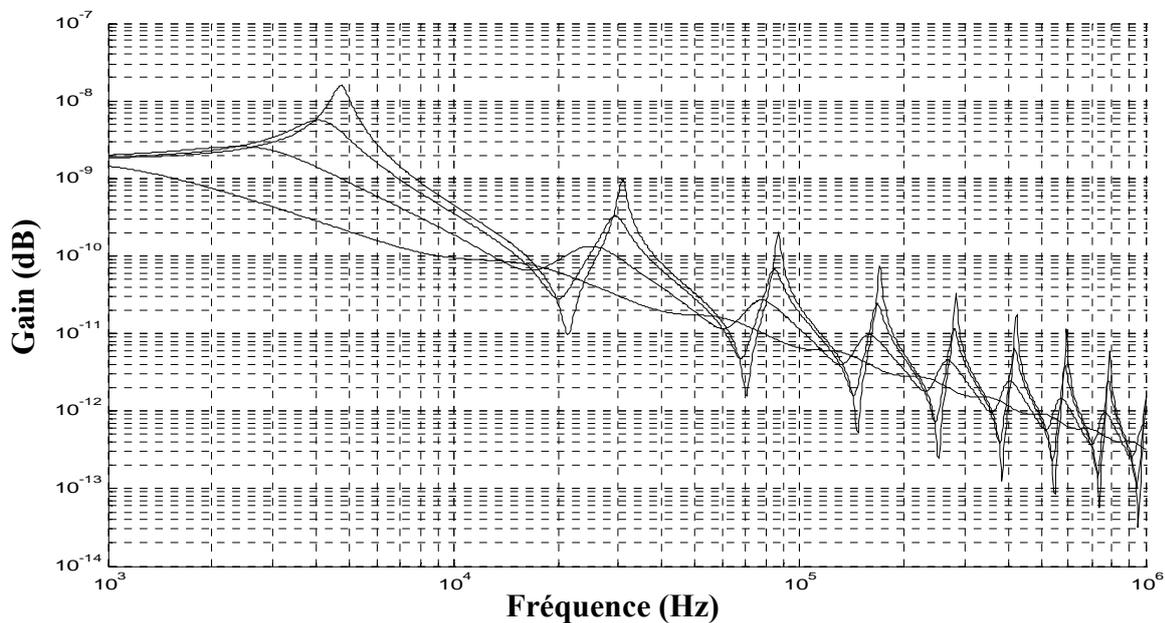


Figure 3.2 : Simulation réalisée d'après la résolution analytique présentée au chapitre 2 montrant l'évolution de l'amplitude au cours des 8 premiers modes de résonances pour une poutre en silicium de géométrie $70\mu\text{m} \times 400\mu\text{m} \times 3000\mu\text{m}$ immergée dans 4 fluides de masse volumique $\rho=1000\text{kg.m}^{-3}$ et de différentes viscosités : 10cP, 100cP, 1000cP, 10000cP.

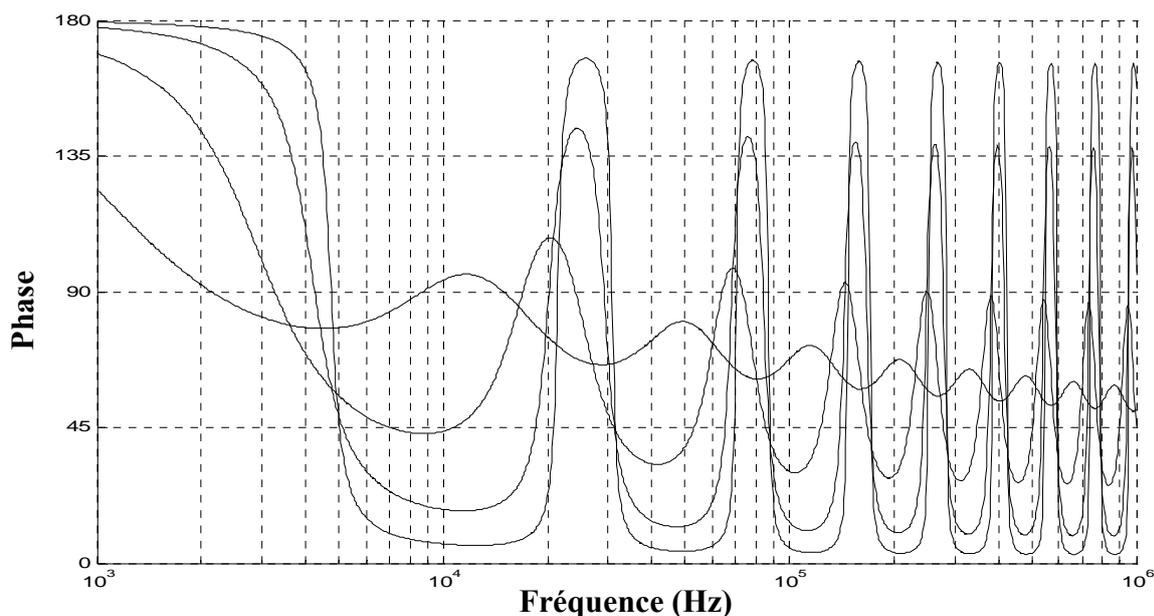


Figure 3.3 : Simulation réalisée d'après la résolution analytique présentée au chapitre 2 montrant l'évolution de la phase au cours des 8 premiers modes de résonances pour une poutre en silicium de géométrie $70\mu\text{m} \times 400\mu\text{m} \times 3000\mu\text{m}$ immergée dans 4 fluides de masse volumique $\rho=1000\text{kg.m}^{-3}$ et de différentes viscosités : 10cP, 100cP, 1000cP, 10000cP.

Le gain du mode fondamental est beaucoup plus important que les autres, si bien que, dans un domaine de fréquence en dessous de $f_{0,1}$ (que l'on notera par la suite f_0) le gain de la fonction de transfert total dépend essentiellement du premier mode. On émet alors l'hypothèse que le premier mode de vibration est prépondérant devant les autres, les modes supérieurs sont négligeables.

3.2.2. Fit numérique

On travaille à basses fréquences, c'est-à-dire pour des fréquences en dessous de la fréquence propre $f < f_0$. L'hypothèse suivante reste valide :

« Le premier mode de vibration est prépondérant devant les autres, les modes supérieurs sont négligeables ».

De plus, comme énoncé précédemment, on considérera que :

« Dans un domaine de fréquence proche du mode fondamental, g_1 et g_2 sont constants et prennent respectivement les valeurs $g_1(f_0)$ et $g_2(f_0)$. »

Ainsi la fonction de transfert mécanique se simplifie de la façon suivante :

$$H(L, f) \approx \frac{H_0}{1 - \left(\frac{f}{f_0}\right)^2 + 2\xi \frac{f}{f_0} j} \quad (3.21)$$

avec H_0 la valeur statique de la fonction de transfert, f_0 la fréquence propre de vibration de la poutre en milieu liquide, ξ le coefficient d'amortissement.

Par identification à (3.19), on obtient alors :

- la fréquence propre f_0 : elle est définie pour un système du deuxième ordre comme la pulsation des oscillations de la réponse impulsionnelle, dans leur partie transitoire. En fait, elle correspond à la fréquence de résonance dans le vide de la poutre et de la couche du fluide l'enroband. Son expression est :

$$f_0 = \frac{f_{0, \text{vide}}}{\sqrt{1 + \frac{g_2(f_0)}{m_L}}} \quad (3.22)$$

où $f_{0, \text{vide}}$ est la fréquence de résonance de vibration de la poutre seule dans le vide.

- le coefficient d'amortissement ξ : il permet d'estimer la diminution des oscillations transitoires du système et caractérise donc l'interaction mécanique entre le fluide et la poutre. Son expression est :

$$\xi = \frac{g_1(f_0)}{4\pi f_{0, \text{vide}} m_L \sqrt{1 + \frac{g_2(f_0)}{m_L}}} \quad (3.23)$$

Finalement pour caractériser un spectre de vibration d'une poutre en milieu liquide, il nous suffit alors de connaître deux grandeurs physiques : le coefficient d'amortissement et la fréquence propre. On rappelle l'expression des grandeurs physiques utilisées :

- Le gain G (en dB) :

$$G_{dB}(L, f) = 20 \log(|H(L, f)|) \quad (3.24)$$

- La phase ϕ :

$$\phi(L, f) = \text{Arg}(H(L, f)) \quad (3.25)$$

Sur la *Figure 3.4*, on confronte l'hypothèse de simplification à la solution analytique donnée dans le chapitre précédent en (2.64). On compare la solution exacte à la solution simplifiée (3.21) donnée ci-dessus sur un intervalle de fréquence autour du premier mode de résonance. Pour cela nous utilisons un fit du type « moindres carrés » : le programme utilisé somme les distances entre la fonction de fit et chaque point de mesure. Le minimum de cette somme correspond à la meilleure valeur de la fonction de régression. On extrait alors les valeurs des trois paramètres H_0 , f_0 , et ξ les plus adéquats. Ici, pour la géométrie de poutre donnée ($h=60\mu\text{m}$, $b=160\mu\text{m}$, $L=3000\mu\text{m}$), malgré l'absence de résonance pour les valeurs de viscosité de 300cP et 500cP, la fonction de transfert simplifiée donne une bonne approximation des courbes de gain issues des simulations. Cependant plus l'amortissement est important, plus l'écart entre le fit numérique et la solution exacte augmente. Cet écart devient trop important à forte viscosité (ici 1000cP). L'approximation faite ne marche plus à très forte viscosité. Il faut restreindre la gamme de fréquence du fit vers de plus basses fréquences afin de respecter nos hypothèses simplificatrices. En effet, les modes supérieurs ne sont plus négligeables. Leur intervention se fait de façon plus marquée comme on peut le voir dans la phase ou dans l'amplitude de vibration. Effectivement, dans la *Figure 3.3*, on remarque qu'à forte viscosité, la phase n'a pas le temps de descendre à zéro car le deuxième mode intervient plus rapidement. Cela se traduit immédiatement dans le spectre d'amplitude par un écart important entre fit et simulations qui augmente avec la fréquence. Finalement, ces considérations vont limiter la gamme de viscosité qu'il sera possible de mesurer à partir du fit. Cependant, la viscosité maximale possible de mesurer est supérieure à la viscosité critique au-delà de laquelle, il n'y a pas de résonance possible. Grâce au fit numérique des mesures de gain sur une gamme de fréquence proche du premier mode de résonance, on peut extraire deux caractéristiques du spectre de vibration de la poutre en milieu liquide : la fréquence propre f_0 et le taux d'amortissement ξ (*même en l'absence de résonance*).

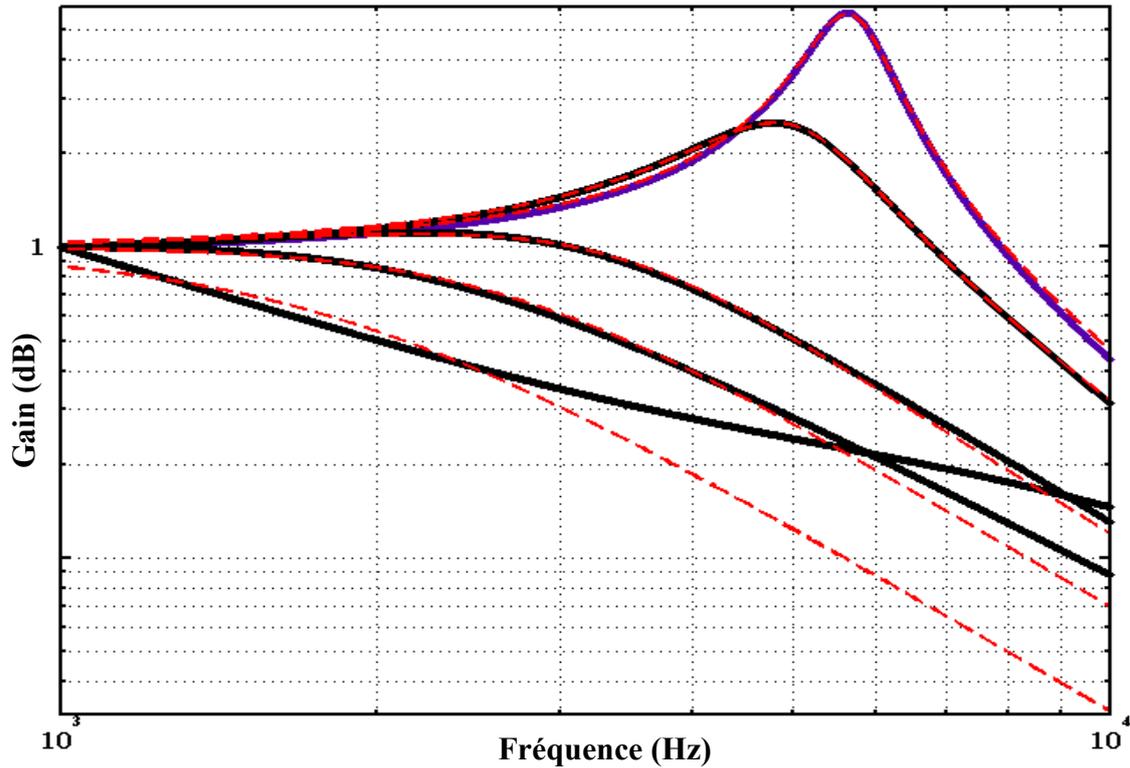


Figure 3.4 : Comparaison des solutions analytiques (noire) au modèle du gain de la fonction de transfert simplifié (tiret rouge) pour une poutre en silicium de géométrie $60\mu\text{m} \times 160\mu\text{m} \times 3000\mu\text{m}$ immergée dans 5 fluides de masse volumique $\rho=1000\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ et de différentes viscosités : 10cP, 20cP, 300cP, 500cP et 1000cP.

3.2.3. Expressions de masse volumique et de viscosité

A partir du fit du spectre par une fonction de transfert de filtre passe-bas du 2nd ordre, nous mesurons deux paramètres : la fréquence propre f_0 et le taux d'amortissement ξ . Nous avons deux inconnues : la viscosité dynamique η et la masse volumique ρ . Il apparaît donc possible de les déterminer à partir de l'acquisition du spectre. Il nous faut résoudre un système de 2 équations à deux inconnues (ρ et η) tel que :

$$\left\{ \begin{array}{l} f_0 = \frac{f_{0,vide}}{\sqrt{1 + \frac{g_2(f_0)}{m_L}}} \\ \xi = \frac{g_1(f_0)}{4\pi f_{0,vide} m_L \sqrt{1 + \frac{g_2(f_0)}{m_L}}} \end{array} \right. \quad (3.26)$$

où $f_{0,vide}$ est la fréquence de résonance dans le vide et m_L la masse de la poutre par unité de longueur. Suivant, l'expression donnée par *Maali&al*⁵, les composantes de la force hydrodynamique g_1 et g_2 dépendent de ρ et η :

$$g_2 = \frac{\pi\rho b^2}{4} \left(a_1 + a_2 \sqrt{\frac{2\eta}{\rho\omega b^2}} \right) \quad (3.27)$$

$$g_1 = \omega \frac{\pi\rho b^2}{4} \left(b_1 \sqrt{\frac{2\eta}{\rho\omega b^2}} + b_2 \frac{2\eta}{\rho\omega b^2} \right) \quad (3.28)$$

où b est la largeur de la poutre, ω la pulsation des vibrations, ρ la masse volumique du fluide et η la viscosité dynamique.

On obtient donc une masse volumique et viscosité dynamique dont les expressions respectives sont :

$$\rho = \frac{2h\rho_{Si}}{\pi b f_0^2 a_1 (a_2 b_1 - a_1 b_2)} \left(\frac{(a_2 b_1 - 2a_1 b_2)(f_{vide}^2 - f_0^2) - 2\xi a_2^2 f_{vide}^2}{+ a_2 \sqrt{b_1^2 (f_{vide}^2 - f_0^2)^2 + 4\xi f_{vide}^2 [a_2^2 \xi f_{vide}^2 - (a_2 b_1 - 2a_1 b_2)(f_{vide}^2 - f_0^2)]}} \right) \quad (3.29)$$

$$\eta = \frac{2a_1 b h \rho_{Si}}{f_0 (b_1 a_2 - a_1 b_2)} \left[\frac{b_1 (f_{vide}^2 - f_0^2) + 2\xi a_2 f_{vide}^2}{-\sqrt{b_1^2 (f_{vide}^2 - f_0^2)^2 + 4\xi f_{vide}^2 [a_2^2 \xi f_{vide}^2 - (a_2 b_1 - 2a_1 b_2)(f_{vide}^2 - f_0^2)]}} \right]^2 \left(\frac{(a_2 b_1 - 2a_1 b_2)(f_{vide}^2 - f_0^2) - 2a_2^2 \xi f_{vide}^2}{+ a_2 \sqrt{b_1^2 (f_{vide}^2 - f_0^2)^2 + 4\xi f_{vide}^2 [a_2^2 \xi f_{vide}^2 - (a_2 b_1 - 2a_1 b_2)(f_{vide}^2 - f_0^2)]}} \right) \quad (3.30)$$

En fittant les courbes du spectre de vibration d'une poutre en milieu liquide, nous obtenons les mesures du taux d'amortissement et de la fréquence propre. Ces valeurs sont répertoriées dans le *Tableau 3.2*. Plus la viscosité est élevée, plus l'amortissement est important. La fréquence propre se décale vers les basses fréquences. L'écart visible entre simulation et fonction de transfert simplifiée s'agrandit comme on peut le voir sur la *Figure 3.4*. En utilisant les expressions (3.29) et (3.30), les valeurs estimées de la masse volumique et viscosité ont été calculées puis reportées dans le *Tableau 3.2*. Il semble plus facile de mesurer la viscosité que la masse volumique. L'information sur la masse volumique est très vite entachée d'erreur tandis que les mesures de viscosité restent encore cohérentes. Le nombre de Reynolds calculé est très faible. Par conséquent, les effets visqueux sont largement prédominants. Au fur et à mesure de l'augmentation de la viscosité, nous perdons l'information sur la masse volumique. A des viscosités élevées, malgré des g_1 et g_2 non constants et des ordres supérieurs de vibration non négligeables à forte viscosité, nous avons une meilleure estimation de la viscosité par rapport à celle de la masse volumique. Contrairement à la méthode de *Boskovic&al*, nous ne sommes plus contraints à l'existence d'un pic de résonance. Nous avons donc élargi la gamme de fréquence sur laquelle les mesures sont possibles. Malheureusement le fit ne marche plus au delà d'une viscosité limite alors que la phase et l'amplitude des vibrations demeurent toujours affectées par les propriétés rhéologiques du fluide. Une autre approche semble possible et sera étudiée au chapitre suivant.

$f_{0,fluide}$ (Hz) extrait du fit	$\xi \times 10^{-2}$ extrait du fit	$\eta_{théorique}$ (cP)	$\rho_{théorique}$ (kg.m ⁻³)	η (cP) Calculée par fit	Ecart relatif	ρ (kg.m ⁻³) Calculée par fit	Ecart relatif
5668	8.93	5	1000	5.8	16%	990	1%
5467	12.37	10	1000	11.5	15%	996	1%
5003	20.37	30	1000	33.9	13%	1028	3%
4717	25.51	50	1000	55.8	12%	1060	6%
4257	34.40	100	1000	109	9%	1128	13%
3388	54.15	300	1000	311	4%	1342	+34%
2941	64.97	500	1000	487	-3%	1569	+57%
2644	71.44	700	1000	632	-10%	1823	+83%
2941	76.73	1000	1000	793	-21%	2218	+221%

Tableau 3.2 : Résultats pour simulations d'une poutre de 3000 μ m x160 μ m x60 μ m immergée dans des fluides de différentes viscosités et de masse volumique $\rho=1000\text{kg.m}^{-3}$

3.3. Mesures expérimentales du spectre de vibration d'une micropoutre en milieu liquide

3.3.1. Protocole expérimental et matériel de mesure

Toutes les mesures ont été faites dans une salle thermorégulée où la température est maintenue à 18°C. La pression est maintenue à 1,013 bar. Chaque échantillon de fluide possède le même volume : $V_{échantillon}=500\mu\text{L}$. Après chaque manipulation, les poutres sont nettoyées selon le protocole suivant :

- Bain dans une huile silicone de viscosité plus faible : pour les fortes viscosités, cela permet de les fluidifier.
- Nettoyage à l'acétone, puis à l'éthanol.

- Bain chaud d'eau savonneuse : les surfactants agissent plus vite à température élevée et la viscosité diminue avec la température.
- 2^{ème} nettoyage à l'acétone puis à l'éthanol.
- Séchage par soufflé d'air sec.

Ce protocole de mesure permet de limiter la présence de films de lubrification restés autour de la poutre lors de précédentes expériences avec des viscosités élevées. Les effets de variation de pression et de température sont aussi minimisés. De plus, d'après les formules (3.29) et (3.30), la précision des mesures de viscosité et de masse volumique passe nécessairement par une bonne connaissance de la géométrie de la poutre ($b, m_L, f_{0,vide}$). Nous devons rajouter une étape d'étalonnage des micropoutres à notre protocole expérimental. Nous prenons donc un fluide de faible viscosité et mesurons sa fréquence de résonance afin d'obtenir la géométrie exacte de la poutre. Vu que la fréquence dans le vide intervient aussi, nous prendrons l'air comme fluide de référence avec les propriétés rhéologiques suivantes : $\rho_{air}=1.29 \text{ kg.m}^{-3}$ et $\eta_{air}=1.8 \times 10^{-2} \text{ cP}$. D'après le process de fabrication des poutres, seules les mesures d'épaisseur des micropoutres sont à confirmer. Grâce aux mesures dans l'air, on en déduit l'épaisseur de la poutre au micromètre près. Une deuxième mesure dans un autre fluide peu visqueux comme une huile PDMS (Polydimethylsiloxane), $\rho_{PDMS}=963 \text{ kg.m}^{-3}$ et $\eta_{PDMS}=4.8 \text{ cP}$ permet de confirmer la mesure.

3.3.2. Confrontation « Mesures/Expériences »

Selon le principe présenté au § 1.3.2, nous comparons l'expérience (Figure 3.5) aux simulations (Figure 3.6) détaillées dans le chapitre 2 (cf. §2.3). Entre chaque manipulation de fluide, le protocole de nettoyage implique le démontage de la micropoutre hors du banc optique. L'alignement optique est donc différent à chaque mesure c'est pourquoi les spectres sont normalisés. Ceci est sans incidence, puisque nous avons vu au chapitre précédent que le gain statique est indépendant du fluide. On voit qu'il y a une bonne concordance entre théorie et expérience. Comme prévu par les simulations, malgré l'absence de résonance, les fluides très visqueux affectent toujours la dynamique de la poutre. La viscosité critique est ici de 100 cP . En se focalisant sur le premier mode de résonance, on confirme l'analogie entre la dynamique de la poutre en milieu liquide et un filtre passe-bas du 2^{ème} ordre.

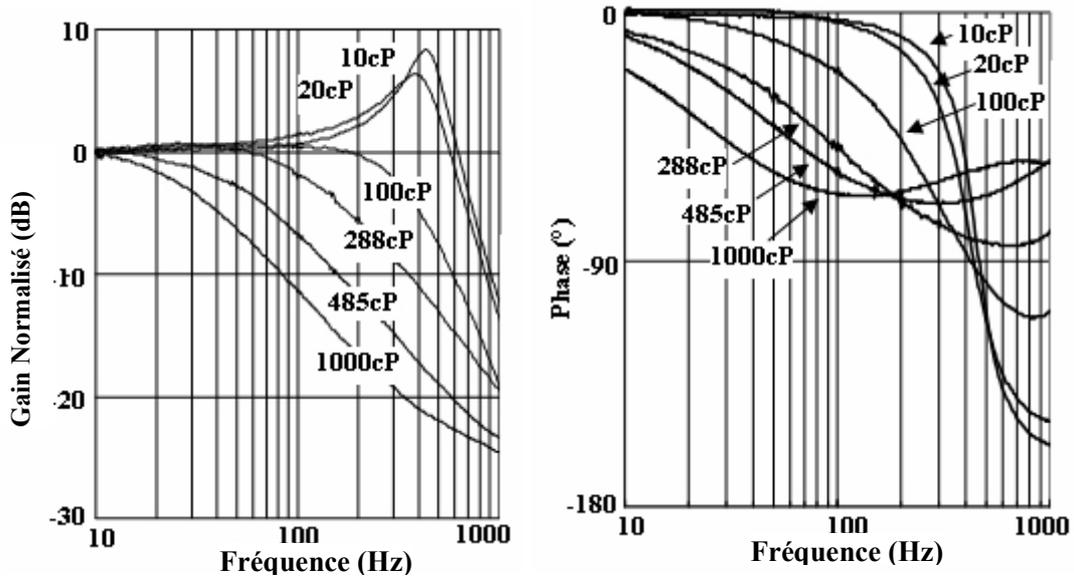


Figure 3.5 : Mesures expérimentales du gain et de la phase d'une poutre de géométrie $18\mu\text{m} \times 600\mu\text{m} \times 4000\mu\text{m}$ immergée dans des huiles silicones de masse volumique $\rho=1000\text{kg.m}^{-3}$ et de viscosité dynamique : 10cP, 20cP, 100cP, 288cP, 485cP et 1000cP.

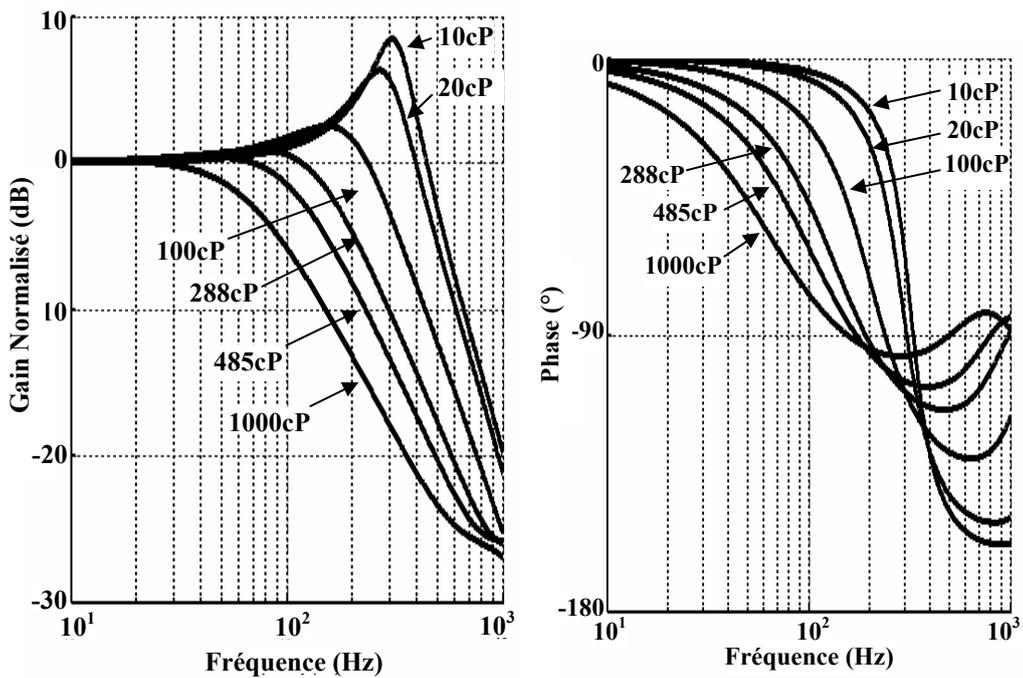


Figure 3.6: Simulation correspondant aux mesures présentées dans la Figure 3.5.

Soient $(f, \left| \frac{\partial \phi}{\partial f} \right|_{\max})$ la fréquence et la pente de la phase au niveau du point d'inflexion de l'évolution de la phase en fonction de la fréquence. Sur la Figure 3.7, nous avons étudié l'évolution du produit de ces grandeurs : $f \left| \frac{\partial \phi}{\partial f} \right|_{\max}$. Ce produit proportionnel au facteur de

qualité de la micropoutre décroît rapidement avec la viscosité⁶. Simulations et expériences présentent la même tendance. Cependant, on distingue expérimentalement deux domaines. En deçà de la viscosité critique, nous avons des valeurs espacées et distinctes. Au-delà de la viscosité critique de 100cP, il est très difficile de les mesurer, il y a un « tassement » des valeurs. En effet, le point d’inflexion apparaît en basses fréquences où les mesures sont délicates à causes des parasites électroniques et du temps d’acquisition. De plus, les valeurs faibles des paramètres f et $\left| \frac{\partial \phi}{\partial f} \right|_{\max}$ rendent délicates leur estimation et augmentent l’incertitude. Il est important de remarquer que sur les valeurs calculées à partir des simulations, chaque viscosité possède une valeur unique et distincte les unes des autres. On retrouve ce constat sur les spectres de vibration où les valeurs de l’amplitude et de la phase sont elles aussi distinctes à une fréquence donnée. Ainsi on démontre la possibilité d’utiliser les caractéristiques vibrationnelles de microstructures pour caractériser les propriétés mécaniques d’un fluide^{7,8}.

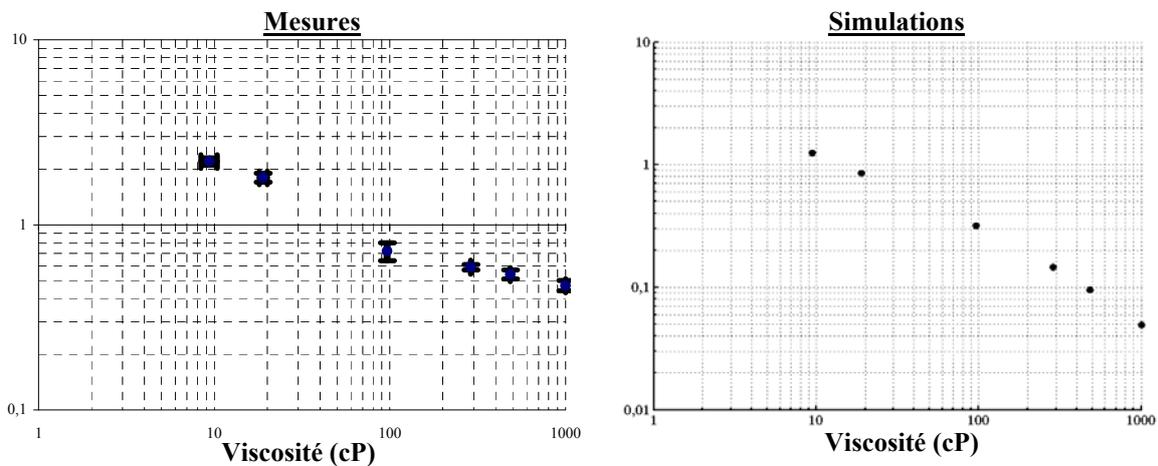


Figure 3.7: Confrontation des mesures expérimentales (Figure 3.6) du produit $f \times \left| \frac{\partial \phi}{\partial f} \right|_{\max}$ aux simulations présentées dans la Figure 3.8 en fonction de la viscosité dynamique.

3.3.3. Validation des hypothèses

Après extraction des résultats, nous allons tout d’abord vérifier nos hypothèses. Dans la Figure 3.8, le spectre de vibration présente 2 pics de résonance et un troisième semble apparaître hors de la gamme de fréquence mesurée. Nous avons donc fitté le spectre de

vibration par la fonction de transfert simulant la somme de trois filtres passe-bas du second ordre. La fonction utilisée est :

$$G_{dB}^{Fit}(L, f) = 20 \log \left(\sum_{n=1}^3 \frac{H_{0,n}}{1 - \left(\frac{f}{f_{0,n}} \right)^2 + 2\xi_n \frac{f}{f_{0,n}} j} \right) \quad (3.31)$$

Comme on peut le voir sur la *Figure 3.8*, l'écart entre le fit utilisé (3.31) et les mesures expérimentales est très faible. De plus, les valeurs données pour les neuf paramètres montrent que le poids du mode fondamental est de loin prédominant devant les autres (*Cf. Tableau 3.3*). En effet, le mode fondamental est 20 fois plus important que le 2^{ème} mode et plus de 145 fois plus important que le 3^{ème} mode.

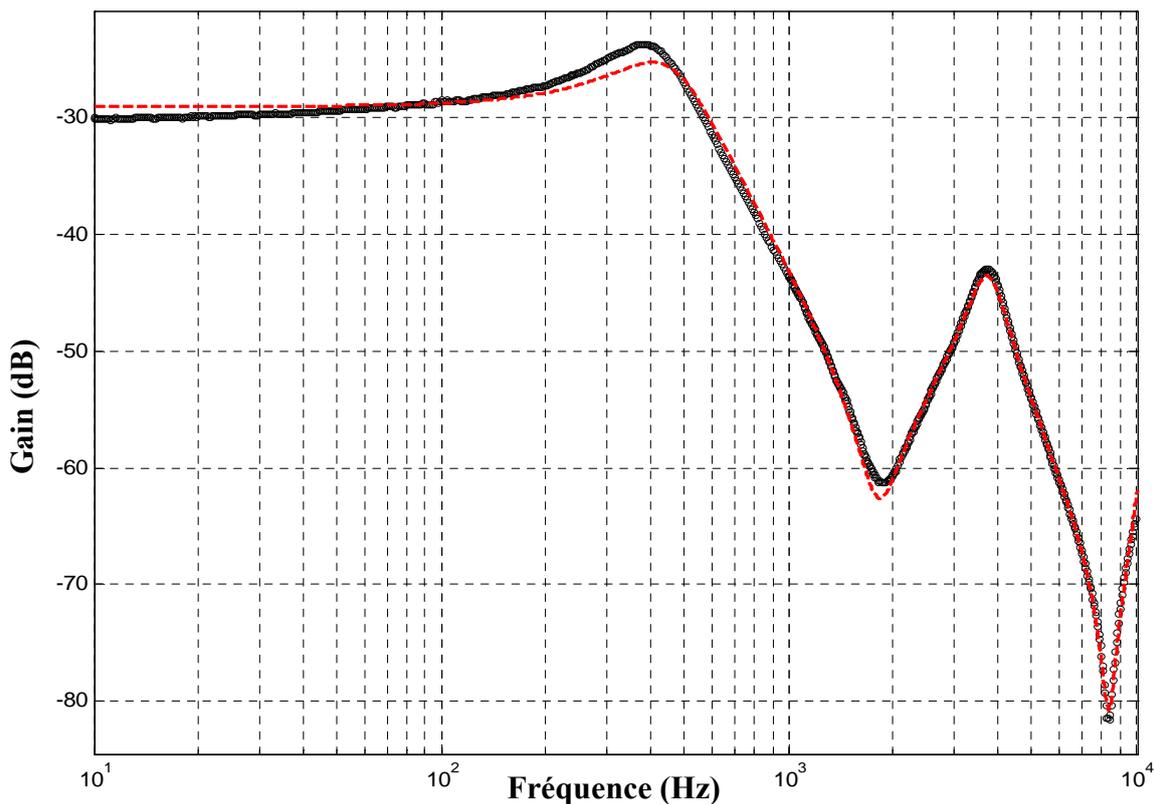


Figure 3.8: Fit par une fonction de transfert simulant la somme de 3 filtres passe-bas du second ordre des mesures expérimentales du gain du spectre de vibration d'une poutre de géométrie $18\mu\text{m} \times 600\mu\text{m} \times 4000\mu\text{m}$ immergée dans une huile silicone de masse volumique $\rho=1000\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ et de viscosité dynamique $19,8\text{cP}$.

Le rapport des fréquences de résonance entre le n -ième mode et le suivant $(n+1)$ -ème mode est définie par⁹ :

$$\frac{f_{0,n}}{f_{0,n+1}} = \left(\frac{\lambda_n}{\lambda_{n+1}} \right)^2 \quad (3.32)$$

où $f_{0,n}$ et $f_{0,n+1}$ les fréquences de résonance respectives des n -ième et $(n+1)$ -ième modes, λ_n et λ_{n+1} les coefficients caractéristiques de ces modes. Cette relation est vraie dans l'hypothèse d'un g_2 indépendant de la fréquence. g_2 prend la même valeur pour chaque mode.

Mode n	1	2	3	4
λ_n	1,875	4,694	7,855	10,996

Tableau 3.3 : Valeurs approchées des λ_n pour les 4 premiers modes de résonance

D'après les valeurs des paramètres λ présentés dans le *Tableau 3.3*, les résultats théoriques sont :

$$\frac{f_{0,1}}{f_{0,2}} = 0,159 \qquad \frac{f_{0,2}}{f_{0,3}} = 0,357$$

Par rapport aux valeurs ci-dessus, on trouve expérimentalement des valeurs proches :

$$\left. \frac{f_{0,1}}{f_{0,2}} \right|_{\text{exp}} = (0,124 \pm 0,002) \qquad \left. \frac{f_{0,2}}{f_{0,3}} \right|_{\text{exp}} = (0,332 \pm 0,005)$$

Mode n	1	2	3
$H_{0,n} \times 10^{-4} \text{ (m.N}^{-1}\text{)}$	$336,2 \pm 2,9$	$16,3 \pm 0,2$	$2,3 \pm 0,2$
$f_{0,n} \text{ (Hz)}$	467 ± 3	3768 ± 15	11340 ± 110
$\xi_{0,n} \times 10^{-2}$	$33,96 \pm 0,79$	$12,39 \pm 0,36$	$1,83 \pm 0,35$

Tableau 3.4: Tableau récapitulatif des valeurs données par le fit numérique correspondant aux mesures présentée en Figure 3.5.

L'écart faible entre la théorie et les mesures appuie non seulement la cohérence des hypothèses mais aussi la confiance attribuée aux valeurs des paramètres données par le fit numérique proposé. Cet écart peut être dû à la dépendance fréquentielle de g_2 et aussi attribué à un encastrement non parfait.

3.3.4. Discussion des mesures expérimentales

Cependant, notamment à forte viscosité, l'estimation ne devient plus précise et le nombre de paramètres trop important. Nous pouvons le réduire à deux. Pour cela, nous nous concentrerons dans une gamme de fréquence proche du premier mode propre de vibration. Hors résonance, on regarde le spectre de phase et on se place sur une gamme de fréquence en amont du point d'inflexion. Nous normalisons les spectres en soustrayant la moyenne des dix premières valeurs à toutes les mesures. Nous utiliserons alors la fonction de fit suivante :

$$G_{dB}^{Fit}(f) = 20 \log \left(\frac{1}{1 - \left(\frac{f}{f_0}\right)^2 + 2\xi_0 \frac{f}{f_0} j} \right) \quad (3.33)$$

Sur la *Figure 3.9* le fit numérique reste cohérent avec la mesure. La réduction du nombre de paramètres appuie notre hypothèse d'un mode fondamental prédominant. En appliquant les formules (3.29) et (3.30), on trouve des valeurs de viscosité et de masse volumique proches des données du fournisseur. Ces valeurs figurent dans le tableau récapitulatif *Tableau 3.5*. Les incertitudes ont été calculées par rapport aux intervalles de confiance fournis lors du fit.

Viscosité (cP)	f_0 (Hz)	$\xi \times 10^{-2}$	$\rho_{mesurée}$ (kg.m ⁻³)	$\eta_{mesurée}$ (cP)
19,8cP	422 ± 2	23,45 ± 0,62	1027 ± 20	21,5 ± 0,9

Tableau 3.5 : Tableau récapitulatif des valeurs données par le fit numérique correspondant à la mesure présentée en Figure 3.10

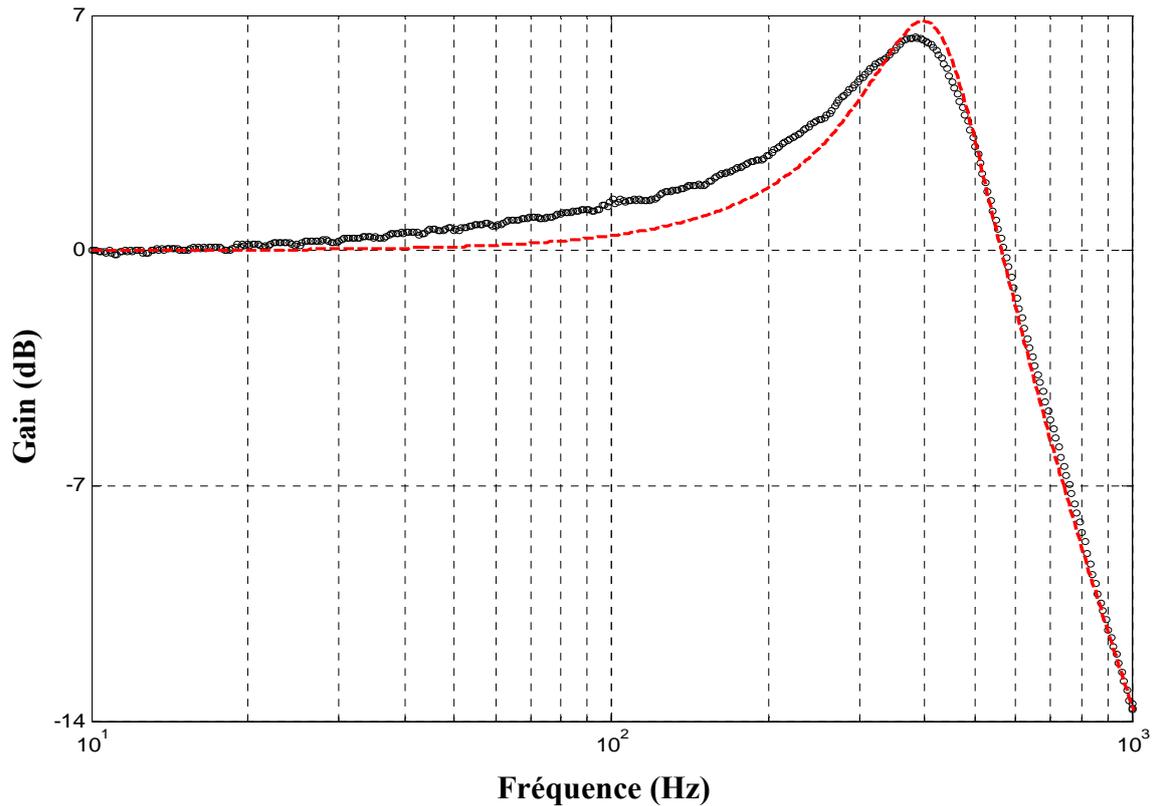


Figure 3.9 : Fit par une fonction de transfert d'un filtre passe-bas du second ordre des mesures expérimentales du gain du spectre de vibration d'une poutre de géométrie $18\mu\text{m} \times 600\mu\text{m} \times 4000\mu\text{m}$ immergée dans une huile silicone de masse volumique $\rho=1000\text{kg.m}^{-3}$ et de viscosité dynamique $19,8\text{cP}$.

Ces résultats sont reproductibles avec différentes huiles et différentes poutres (Cf. Tableau 3.6 et Tableau 3.7). Il est nécessaire de bien calibrer la géométrie de la poutre car la précision des mesures en dépend. A haute viscosité, on perd l'information sur la masse volumique comme prévu de façon théorique ($Re \ll 1$). Lorsque la résonance disparaît, les estimations sont moins précises et on surestime la valeur de la viscosité. Ceci est dû aux faits que les autres modes supérieurs n'interviennent plus de façon négligeable et que les expressions de g_1 et g_2 ne peuvent plus être considérées comme indépendantes de la fréquence.

Viscosité (cP)	f_0 (Hz)	$\xi \times 10^{-2}$	$\rho_{mesurée}$ (kg.m ⁻³)	$\eta_{mesurée}$ (cP)
5	1208 ± 2	10,13 ± 0,12	960 ± 10	8,1 ± 0,2
10	1159 ± 2	12,86 ± 0,12	986 ± 12	13,9 ± 0,4
20	1094 ± 2	16,34 ± 0,28	1029 ± 20	24,5 ± 0,8
100	915 ± 2	39,11 ± 0,58	845 ± 40	196 ± 7
300	751 ± 2	86,6 ± 0,62	523 ± 38	1000 ± 20

Tableau 3.6 : Tableau récapitulatif des valeurs données par fit numérique pour une poutre de géométrie 39µm x 600µm x 4000µm immergée dans des huiles silicones de masse volumique $\rho=1000\text{kg.m}^{-3}$.

Viscosité (cP)	f_0 (Hz)	$\xi \times 10^{-2}$	$\rho_{mesurée}$ (kg.m ⁻³)	$\eta_{mesurée}$ (cP)
10	451 ± 2	18,81 ± 0,23	997 ± 6	12,4 ± 0,2
20	422 ± 3	23,45 ± 0,62	1027 ± 20	21,5 ± 0,8
100	335 ± 3	68,79 ± 0,92	603 ± 20	272 ± 10

Tableau 3.7 : Tableau récapitulatif des valeurs données par fit numérique pour une poutre de géométrie 18µm x 600µm x 4000µm immergée dans des huiles silicones de masse volumique $\rho=1000\text{kg.m}^{-3}$.

3.4. Conclusions

La décomposition en mode propres a assuré une meilleure compréhension de la dynamique de la poutre en milieu liquide. Deux hypothèses simplificatrices ont été justifiées et validées pour des systèmes mécaniques amortis hors résonance : *un premier mode de résonance dominant et une force hydrodynamique indépendante de la fréquence*. Le problème a été simplifié grâce à l'utilisation d'une expression adaptée de la fonction hydrodynamique. Les expressions analytiques de la viscosité dynamique et de la masse volumique ont alors pu être déterminées facilitant et rendant les mesures plus rapides. Contrairement aux modèles de *Bergaud&al*⁷ et *Boskovic&al*¹, on ne se focalise plus sur le facteur de qualité ou la fréquence de résonance mais sur l'estimation de la fréquence propre et de l'amortissement des vibrations de la poutre dans l'échantillon de fluide à étudier. Cela nous permet d'étendre le modèle hors résonance donc d'étendre notre gamme de viscosité. Cette méthode de viscosimétrie et de densimétrie présente l'avantage d'être rapide et simple. Mais nous demeurons bloqués sur une gamme de viscosité restreinte alors que le fluide affecte toujours la dynamique de la micropoutre immergée. Ce modèle se restreint aux fluides newtoniens. Seule une partie du spectre est utilisée : soit la phase ou le gain. Ici, nous avons choisi de mesurer le gain. Pourtant, nous avons vu dans le *chapitre 2* que les caractéristiques vibrationnelles restent affectées par les propriétés rhéologiques du fluide quelques soient la fréquence et le fluide. De plus, pour chaque fréquence, nous mesurons deux paramètres mécaniques : la phase et le gain. Il semble donc possible de mesurer à la fois la masse volumique et la viscosité dynamique en fonction de la fréquence. Cette approche permettra d'obtenir une information supplémentaire : le comportement rhéologique du fluide.

Bibliographies Chapitre 3:

¹S. Boskovic, J.W.M. Chon, P. Mulvaney, J.E. Sader, "Rheological measurements using microcantilevers", *Journal of Rheology*, 46, p891-899, (2002).

²Harrie A C Tilmans, "Equivalent circuit representation of electromechanical transducers: II. Distributed-parameter systems", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 7, vol4, p285-309, (1997).

³Harrie A C Tilmans, "Equivalent circuit representation of electromechanical transducers: I. Lumped-parameter systems", *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 6, vol1, p157-176, (1996).

⁴A. Agoston, F. Keplinger, B. Jakoby, "Evaluation of a vibrating micromachined cantilever sensor for measuring the viscosity of complex organic liquids", *Sensors and Actuators A*, 123-124, p82-86, (2005).

⁵A. Maali, C. Hurth, R. Boisgard, C. Jai, T. Cohen-Bouhacina and J.P. Aimé, "*Hydrodynamic of oscillating atomic force microscopy cantilevers in viscous fluid*", *Journal of Applied Physics*, 97, n°7 (2005).

⁶N. Belmiloud, "Microviscosimètre large gamme sur puce silicium", JNRDM, Lille, (2007)

⁷C. Bergaud, L. Nicu, "Viscosity measurements based on experimental investigations of composite cantilever beam eigenfrequencies in viscous media", *Review of Scientific Instruments*, 71, p2487-2491, (2000).

⁸N. Ahmed, D.F. Nino, V.T. Moy, "Measurement of solution viscosity by atomic force microscopy", *Review of Scientific Instruments*, 72, p2731-2734, (2001).

⁹F. Lochon, "Thèse intitulée «Développement de microcapteurs chimiques à base de micropoutres dédiés au contrôle de la qualité de l'air: détection temps réel de Composés Organiques Volatils (COV)», Université Bordeaux 1, soutenue le 04/07/2007.

4. Mesure du comportement rhéologique

Comme vu dans les chapitres précédents, la dynamique de la poutre reste influencée par les propriétés rhéologiques du fluide hors résonance. Il est donc toujours possible de les quantifier sans être limité à ce critère. Ensuite, nous avons remarqué que les mesures de la phase et du gain sont propres au fluide à une fréquence donnée. On peut donc espérer remonter pour chaque fréquence aux propriétés du fluide. De plus, nous mesurons deux paramètres : le gain et la phase de la fonction de transfert mécanique. Nous avons deux inconnues : la viscosité dynamique η et la masse volumique ρ . Il apparaît donc possible de les déterminer à partir de la mesure simultanée des parties réelles et imaginaires de la fonction de transfert mécanique. Il nous faut résoudre un système de 2 équations à deux inconnues (ρ et η) tel que :

$$\begin{cases} G_{dB} = F_1(\rho, \eta) \\ \phi = F_2(\rho, \eta) \end{cases}$$

où F_1 et F_2 sont deux fonctions réelles. Ainsi il est possible de remonter à l'estimation de la masse volumique et de la viscosité du fluide en fonction de la fréquence. Après avoir donné l'expression de la fonction de transfert mécanique, nous remonterons aux composantes de la force hydrodynamique et nous discuterons ensuite des premières mesures de comportement rhéologique en confrontant le modèle de fluide newtonien incompressible aux mesures de viscosité dynamique et de masse volumique en fonction de la fréquence.

4.1. Modèle théorique établi

4.1.1. Fonction de transfert mécanique

4.1.1.1. Rappels

Dans l'espace de Fourier, la force exercée par le fluide F_{fluid} sur la poutre a pour expression (Cf. Chapitre 2) :

$$F_{fluid} = -2\pi f j g_1(f) + 4\pi^2 f^2 g_2(f) \quad (4.1)$$

où f est la fréquence de vibration de la poutre. g_1 et g_2 sont respectivement les composantes visqueuses et inertielles de la force hydrodynamique. Leurs expressions ont été définies précédemment (Cf. §2.2.5).

La fonction de transfert mécanique $H(f, \eta, \rho)$ d'une poutre immergée dans un fluide de viscosité ρ et de viscosité dynamique η a été définie au chapitre précédent :

$$H(f, \eta, \rho) = \frac{W(f, \eta, \rho)}{F_{exc}(f)} \quad (4.2)$$

où $W(f, \eta, \rho)$ est la déflexion de la poutre au point d'abscisse $x=L$, l'encastrement étant pris comme origine, $F_{exc}(f)$ la force extérieure génératrice des vibrations exercée en bout de poutre et f la fréquence de vibration.

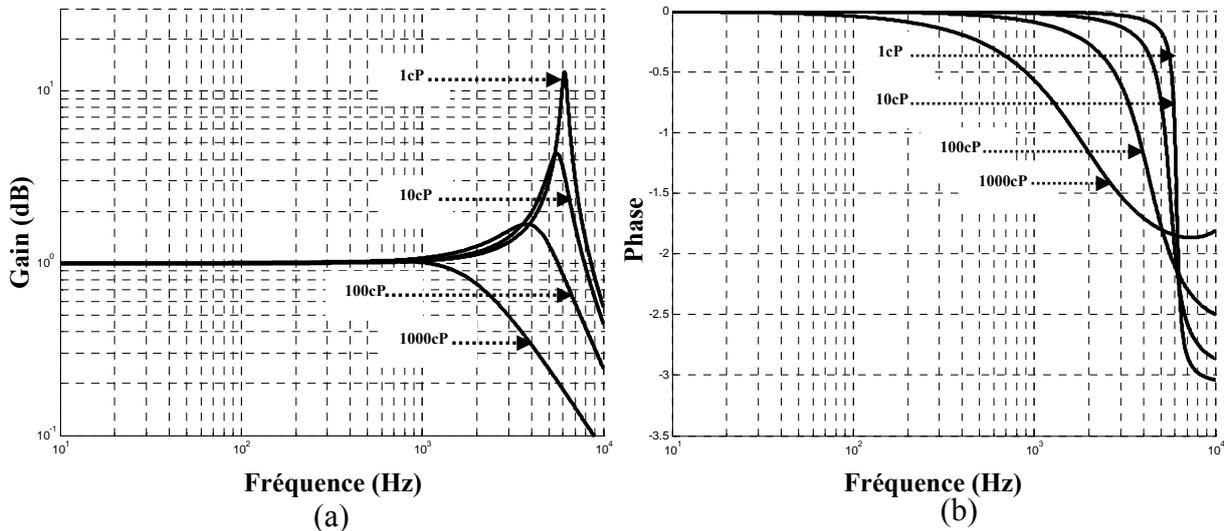


Figure 4.1 : Simulation du module (a) et de la phase (b) de la fonction de transfert pour une poutre en silicium de géométrie $60\mu\text{m} \times 160\mu\text{m} \times 3000\mu\text{m}$ immergée dans 4 fluides de même masse volumique $\rho=1000\text{kg.m}^{-3}$ et de viscosités différentes: 1cP, 10cP, 100cP, 1000cP.

Nous prenons le modèle préétabli au *chapitre 2* concernant l'analyse de la dynamique d'une poutre de section rectangulaire en milieu liquide (Cf. §2.3.1). Le modèle de fluide utilisé est un fluide incompressible newtonien : sa masse volumique et sa viscosité dynamique sont donc constantes dans le temps. Sur la *Figure 4.1* sont représentées des simulations de phase et de module de la fonction de transfert d'une poutre immergée dans divers fluides de viscosités différentes mais de même masse volumique. Elles correspondent aux types de mesures que

nous effectuons même si nous mesurons indirectement le module de la fonction de transfert en passant par le gain en décibel ; les deux grandeurs étant liées par la relation :

$$G_{dB}(f) = 20 \log(|H(f)|) \quad (4.3)$$

où $G_{dB}(f)$ est le gain en décibel et $|H(f)|$ le module de la fonction de transfert.

La valeur du module $|H(f)|$ a été normalisée à 1 par la valeur statique de la fonction de transfert H_0 définie par :

$$H_0 = \frac{-L^3}{3EI} = -\frac{1}{k_0} \quad (4.4)$$

où L est la longueur de la poutre, E le module de Young du silicium, et I le moment d'inertie quadratique.

« Dans l'hypothèse d'un premier mode prédominant » (Cf. § 3.2), la fonction de transfert étudiée est la suivante¹ :

$$\frac{H(f)}{H_0} \approx \frac{1}{1 - \left(\frac{f}{f_0}\right)^2 + 2\xi \frac{f}{f_0} j} \quad (4.5)$$

où ξ le coefficient d'amortissement, et f_0 la fréquence propre des vibrations du système *{poutre et couche du fluide l'enrobant}*.

Cette fonction de transfert normalisée peut aussi s'écrire sous forme polaire :

$$\frac{H(f)}{H_0} = \left| \frac{H(f)}{H_0} \right| (\cos \phi + j \sin \phi) \quad (4.6)$$

où $\left| \frac{H(f)}{H_0} \right|$ est le module de la fonction de transfert normalisée et ϕ sa phase.

Finalement d'après nos mesures de gain et de phase, on peut remonter à la totalité de la fonction de transfert de la dynamique de la poutre en milieu liquide.

4.1.1.2. Fonction de transfert

D'après la décomposition en modes propres et *dans l'hypothèse d'un premier mode prédominant* comme vu au chapitre précédent, on peut écrire H sous la forme canonique complexe suivante :

$$H(f) = \frac{H_0}{1 - \left(1 + \frac{g_2(f)}{m_L}\right) \left(\frac{f}{f_{0,vide}}\right)^2 + \frac{fg_1(f)}{2\pi f_{0,vide}^2 m_L} j} \quad (4.7)$$

où $f_{0,vide}$ est la fréquence de résonance dans le vide, f la fréquence de vibration, m_L la masse de la poutre par unité de longueur, H_0 la valeur statique de la fonction de transfert, g_1 et g_2 respectivement les composantes visqueuses et inertielles de la force hydrodynamique.

En mettant sous forme algébrique ($a+jb$) et en normalisant H par H_0 , on extrait les parties réelles et imaginaires telles que :

$$\Re\left(\frac{H(f)}{H_0}\right) = \frac{\left(1 - \left(1 + \frac{g_2(f)}{m_L}\right) \left(\frac{f}{f_{0,vide}}\right)^2\right)}{\sqrt{\left(1 - \left(1 + \frac{g_2(f)}{m_L}\right) \left(\frac{f}{f_{0,vide}}\right)^2\right)^2 + \left(\frac{fg_1(f)}{2\pi f_{0,vide}^2 m_L}\right)^2}} = \left|\frac{H(f)}{H_0}\right| \cos \phi \quad (4.8)$$

$$\Im\left(\frac{H(f)}{H_0}\right) = \frac{-\left(\frac{fg_1(f)}{2\pi f_{0,vide}^2 m_L}\right)}{\sqrt{\left(1 - \left(1 + \frac{g_2(f)}{m_L}\right) \left(\frac{f}{f_{0,vide}}\right)^2\right)^2 + \left(\frac{fg_1(f)}{2\pi f_{0,vide}^2 m_L}\right)^2}} = \left|\frac{H(f)}{H_0}\right| \sin \phi \quad (4.9)$$

Il apparait donc possible de remonter aux deux composantes g_1 et g_2 de la force hydrodynamique. On confrontera leur comportement en fonction de la fréquence de vibration au modèle théorique préétabli par *Maali&al*² afin de juger de la validité des hypothèses et de la précision des expressions.

4.1.2. Force hydrodynamique

D'après les relations précédentes (4.8) et (4.9), les composantes g_1 et g_2 de la force hydrodynamique sont données par les relations suivantes :

$$g_1 = -2\pi m_L \left| \frac{H_0}{H} \right| \frac{f_{0,vide}^2}{f} \sin \phi \quad (4.10)$$

$$g_2 = m_L \left(\left(1 - \left| \frac{H_0}{H} \right| \cos \phi \right) \left(\frac{f_{0,vide}}{f} \right)^2 - 1 \right) \quad (4.11)$$

où m_L est la masse de la poutre par unité de longueur, $f_{0,vide}$ la fréquence de résonance dans le vide, $\left| \frac{H(f)}{H_0} \right|$ le module de la fonction de transfert normalisée et ϕ sa phase.

Sur la *Figure 4.2*, nous avons tracé sur les mêmes graphiques les composantes extraites du spectre selon les expressions (4.10) et (4.11) et les composantes théoriques (---) selon la fonction de *Maali&al*. Les composantes théoriques² de la force hydrodynamique g_1 et g_2 sont :

$$g_2 = \frac{\pi \rho b^2}{4} \left(a_1 + a_2 \sqrt{\frac{2\eta}{\rho \omega b^2}} \right) \quad (4.12)$$

$$g_1 = \frac{\pi \rho b^2 f}{2} \left(b_1 \sqrt{\frac{2\eta}{\rho \omega b^2}} + b_2 \frac{2\eta}{\rho \omega b^2} \right) \quad (4.13)$$

Premièrement, g_1 témoigne de la dissipation de l'énergie par frottement fluide. Pour un fluide de viscosité fixée, g_1 s'oppose au mouvement de l'objet immergé d'autant plus fort que la vitesse et la surface de contact sont importantes. Il est donc évident que g_1 est une fonction croissante selon 3 variables : la viscosité, la fréquence de vibration et la surface de contact. D'après les simulations présentées dans la *Figure 4.2.b* pour une poutre de géométrie donnée ($L=3000\mu m, b=160\mu m, h=60\mu m$), on constate que la composante g_1 extraite du spectre croît avec la viscosité et la fréquence des vibrations. Deuxièmement, g_2 témoigne de l'inertie de la masse de fluide déplacée lors de chaque vibration de la micropoutre. La couche de fluide déplacée par la poutre a été défini précédemment par :

$$\delta = \sqrt{\frac{\eta}{\rho\omega}} \quad (4.14)$$

Il est donc évident que g_2 est une fonction croissante selon 4 variables : la viscosité, la masse volumique du fluide, l'amplitude des vibrations et la surface de la poutre. Sur la *Figure 4.2a* à masse volumique constante, nous observons une composante inertielle g_2 qui croît avec la viscosité mais décroît lorsque la fréquence des vibrations augmente. Ces résultats sont en très bonne concordance avec la théorie. Les composantes extraites sont semblables au modèle théorique de part leur sens de variation et leur valeur. Pour la poutre représentée en *Figure 4.2*, on remarque cependant que vers $10kHz$, le modèle s'écarte de la théorie. Deux raisons sont possibles. Premièrement, la contribution des modes supérieurs de vibration ne peut plus être négligée et par conséquent notre hypothèse de simplification n'est plus valable.

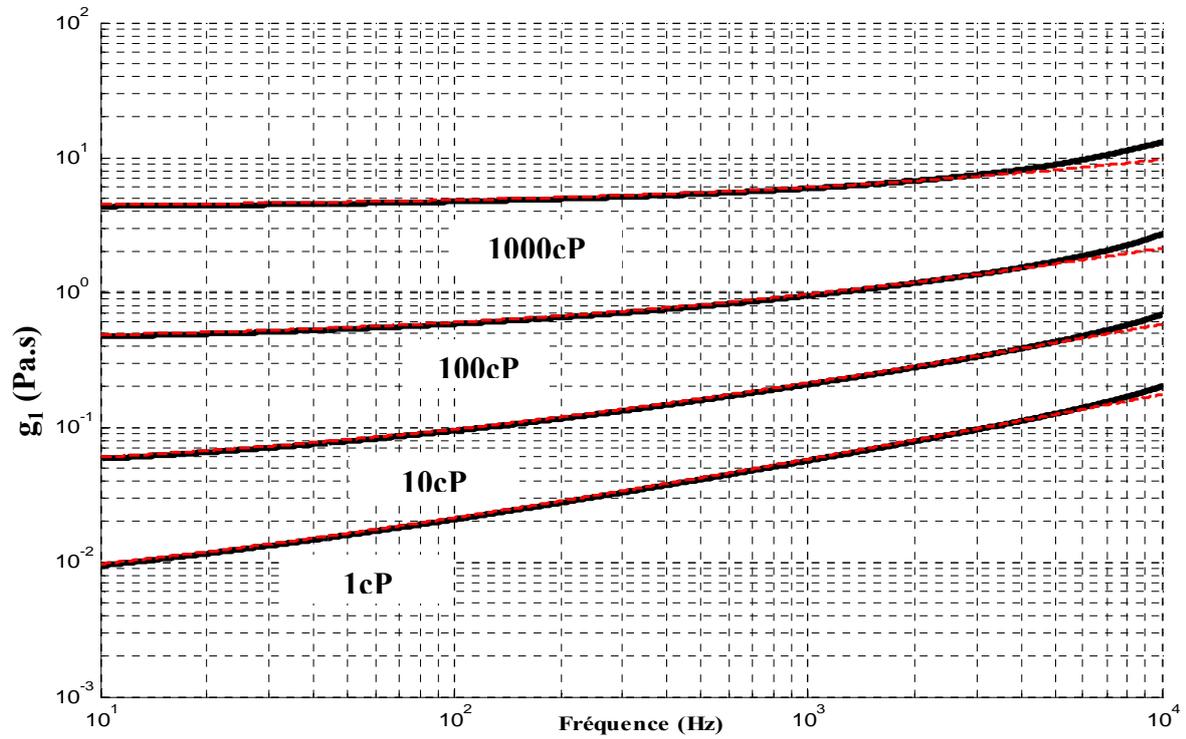
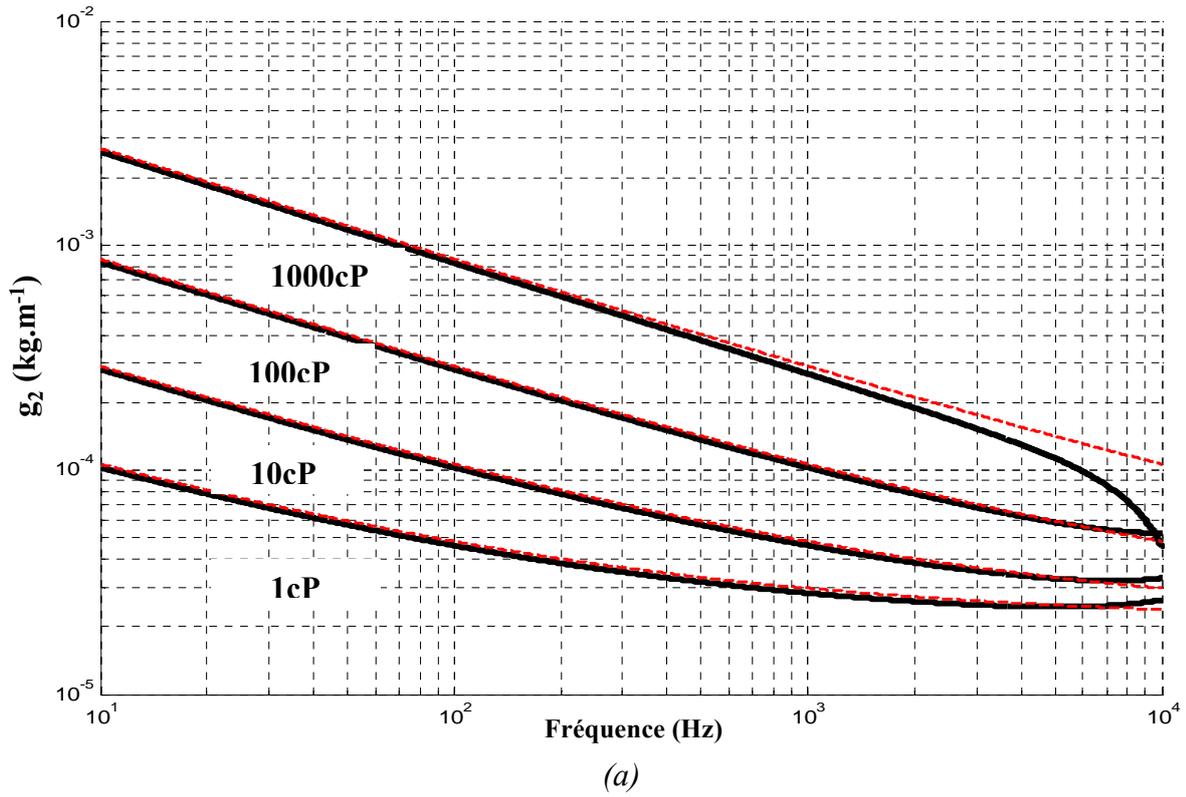


Figure 4.2 : Extraction des composantes g_2 (a) et g_1 (b) (en noir) du spectre de vibration présenté dans la Figure 4.1 et confrontation au modèle de Maali&al (tirets rouges --)

La *Figure 4.3* illustre l'évolution du nombre de Reynolds en fonction de la fréquence. Pour une viscosité de 1000cP, le nombre de Reynolds n'excède pas la valeur 0,5. On constate que les effets inertiels deviennent négligeables devant les forces visqueuses lors d'une augmentation de la viscosité et d'une diminution de la fréquence : on risque fort de moins bien estimer g_2 que g_1 . De plus, la valeur très faible de Re prévoit à forte viscosité un écart important entre modèle et théorie. L'influence des modes supérieurs est d'autant plus rapide que la viscosité est élevée et fausse nos estimations comme on peut le voir sur les composantes de la force hydrodynamique à 1000cP (*Figure 4.2*). Nous sommes donc capables de remonter aux composantes de la force hydrodynamique à partir des mesures des vibrations d'une poutre en milieu liquide. Ces deux composantes dépendent de la viscosité dynamique et de la masse volumique, il apparaît donc possible de calculer pour chaque fréquence ces deux paramètres rhéologiques.

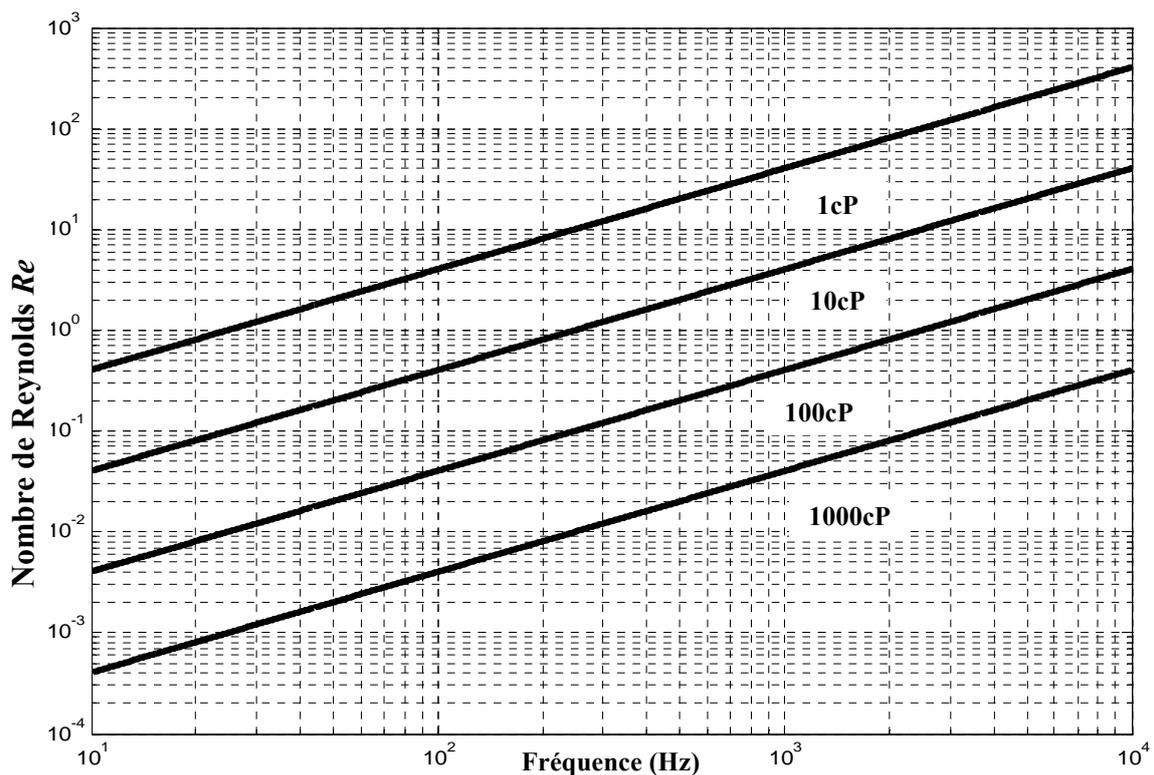


Figure 4.3 : Nombre de Reynolds calculé en fonction de la fréquence correspondant aux simulations présentées en *Figure 4.1*

4.1.3. Viscosité dynamique et masse volumique

Après résolution des équations (4.12) et (4.13), les expressions de la masse volumique et de la viscosité dynamique sont en fonction de g_1 et de g_2 :

$$\rho = \frac{2\pi f g_2 (2a_1 b_2 - a_2 b_1) + a_2 \left(g_1 a_2 - \sqrt{(2\pi f g_2 b_1 - a_2 g_1)^2 + 8\pi f g_2 g_1 a_1 b_2} \right)}{\pi^2 b^2 f a_1 (a_1 b_2 - a_2 b_1)} \quad (4.16)$$

$$\eta = \frac{a_1 \left(2\pi f g_2 b_1 + g_1 a_2 - \sqrt{(2\pi f g_2 b_1 - a_2 g_1)^2 + 8\pi f g_2 g_1 a_1 b_2} \right)^2}{\pi (a_1 b_2 - a_2 b_1) \left(2\pi f g_2 (2a_1 b_2 - a_2 b_1) + a_2 \left(g_1 a_2 - \sqrt{(2\pi f g_2 b_1 - a_2 g_1)^2 + 8\pi f g_2 g_1 a_1 b_2} \right) \right)} \quad (4.17)$$

où f est la fréquence, a_1 , a_2 , b_1 et b_2 les paramètres de *Maali&al*, g_1 et g_2 les composantes de la force hydrodynamique extraites du spectre de vibration, b la largeur de la poutre.

La *Figure 4.4* présente l'extraction de la viscosité et de la masse volumique en fonction de la fréquence de vibration de la poutre à partir du spectre de vibration d'une poutre. En premier lieu, on observe une viscosité constante indépendante de la fréquence. On retrouve que le comportement du fluide est newtonien sur une gamme de fréquence de 10Hz à 10kHz conformément au modèle rhéologique de fluide intégré dans la simulation. Cependant, pour les géométries des poutres considérées, près des 10kHz, on observe une augmentation de la viscosité qui ne reflète pas les données mises dans les simulations : une viscosité constante indépendante de la fréquence de vibration. En négligeant les modes supérieurs, on surestime la composante visqueuse g_1 (*Cf. Figure 4.2*) et donc indirectement la viscosité dynamique. En second lieu, l'extraction de la masse volumique est moins satisfaisante. On constate une masse volumique proche mais inférieure à la valeur de 1000kg.m^{-3} rentré dans le modèle. Cette différence est à relier à la sous évaluation de la composante inertielle g_2 (*Cf. Figure 4.2*). Le fait de négliger les modes supérieurs a une influence plus marquée sur l'estimation de g_2 que sur celle de g_1 . On retrouve cet effet sur l'erreur d'estimation de la masse volumique par rapport à celle de la viscosité.

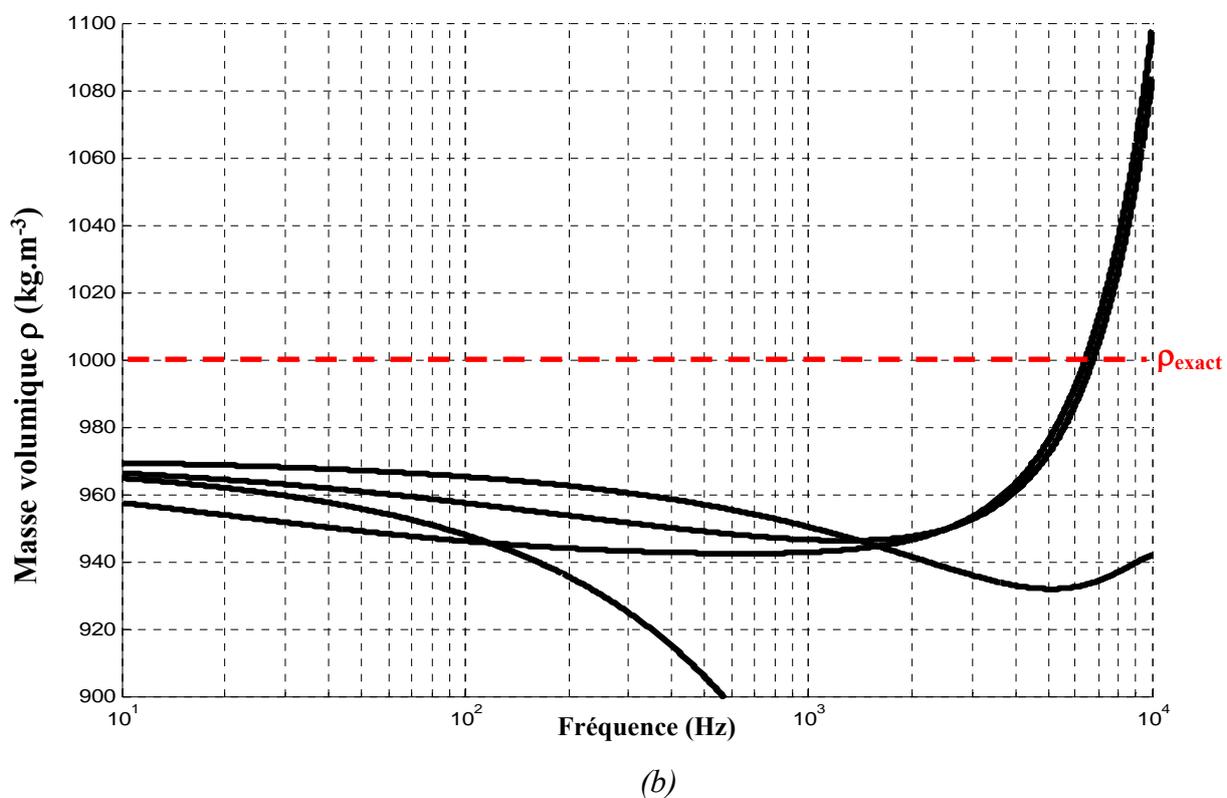
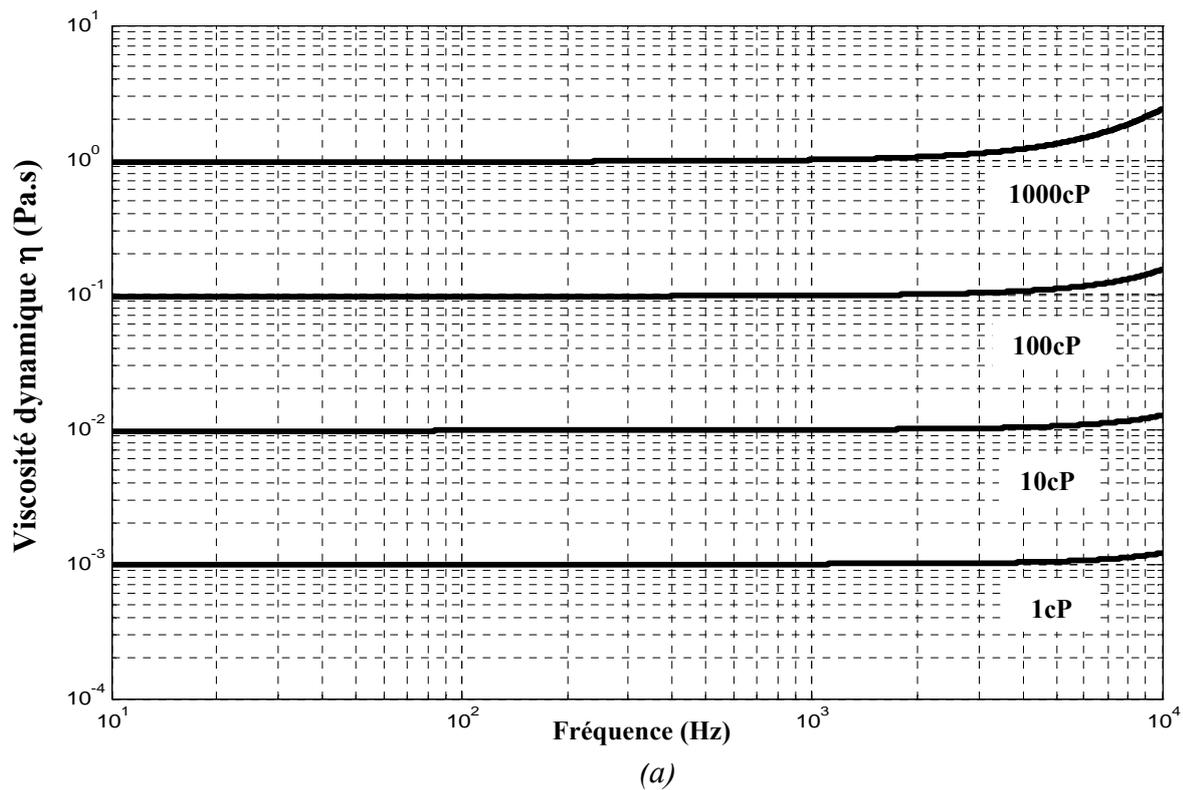


Figure 4.4 : Extraction à partir du spectre de vibration présenté dans la Figure 4.1, du comportement rhéologique du fluide, i-e la viscosité dynamique (a) et la masse volumique (b) en fonction de la fréquence.

Pour finir, il est important de noter la différence de qualité et de précision entre viscosité et masse volumique. Cette différence est à relier aux valeurs du nombre de Reynolds pour chaque fluide. Il apparaît difficile d'extraire du spectre une force inertielle qui devient négligeable devant les forces visqueuses au fur et à mesure que l'on augmente la viscosité. Cependant, les mesures de viscosité restent précises. Le modèle théorique atteste la faisabilité du projet : les micropoutres peuvent être utilisées comme microrhéomètres pour mesurer le comportement rhéologique d'un fluide sur une large gamme de fréquence. Maintenant il est important de confronter ce modèle aux mesures afin de tester sa faisabilité et son efficacité.

4.2. Mesures rhéologiques en fonction de la fréquence

4.2.1. Mesure de la fonction de transfert

Le protocole expérimental a été défini au chapitre précédent (*Cf. Chapitre 3.3.1*). Sur la *Figure 4.5*, nous mesurons à l'aide d'un banc optique le spectre de vibration d'une micropoutre plongée dans une huile silicone de masse volumique $\rho=1000\text{kg.m}^{-3}$ et de viscosité dynamique $\eta=0,0965\text{Pa.s}$. La gamme de fréquence choisie est large afin de mieux évaluer la valeur statique (*basses fréquences*). Ensuite, nous normalisons chaque spectre par la moyenne des 20 premiers points de mesures à basses fréquences. Vu que nous travaillons avec un gain en *dB*, nous retranchons cette valeur moyenne à chaque point du spectre afin d'obtenir un module unitaire à basse fréquence. De plus, les manipulations se font dans une salle thermo-régulée à 18°C. Le même volume d'échantillon est versé. On limite les variations de pression. L'influence de la pression et de la température sur la dynamique de la poutre et sur les propriétés rhéologiques du fluide est ainsi minime. Pour finir, nous calibrons la géométrie de la poutre grâce à son pic de résonance dans l'air. Nous en déduisons l'épaisseur moyenne de la poutre au micromètre près.

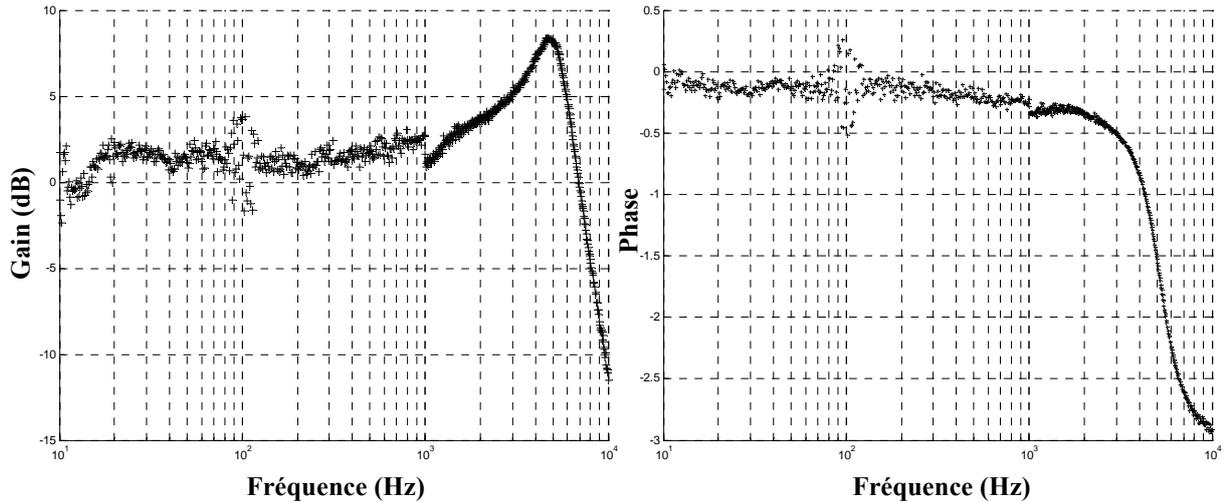


Figure 4.5 : Mesure du module (a) et de la phase (b) de la fonction de transfert pour une poutre en silicium de géométrie $70\mu\text{m} \times 200\mu\text{m} \times 3000\mu\text{m}$ immergée dans une huile silicone de masse volumique $\rho=1000\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ et de viscosité $\eta=0,0965\text{Pa}\cdot\text{s}$.

4.2.2. Estimation de la force hydrodynamique

En utilisant les formules (4.10) et (4.11), il est possible d'extraire les deux composantes de la force hydrodynamique. Sur la Figure 4.6, cette extraction est comparée au modèle théorique de Maali&al. En dessous des 2000Hz, le signal est bruité par le bruit basse-fréquence et par une anomalie dans l'allure du spectre visible sur la Figure 4.5. Effectivement on observe une discontinuité et une légère surtension dans la zone comprise entre 1000Hz et 2000Hz. Au-delà de 6000Hz, nous nous situons après la première fréquence de résonance. Les autres modes de vibrations interviennent rapidement et ne sont plus négligeables. On applique aux mesures le même raisonnement présenté précédemment avec les simulations. On a une légère surestimation de g_1 et une plus forte surestimation de g_2 . La composante inertielle est croissante après 5000Hz ce qui ne correspond pas réellement aux propriétés rhéologiques de l'huile utilisée. Cependant sur l'intervalle de fréquence entre 3000Hz et 5000Hz, théorie et mesure sont en bonne corrélation à la fois pour g_1 et g_2 . Regardons ce que donne l'extraction de ces composantes sur l'estimation de la viscosité et de la masse volumique en fonction de la fréquence.

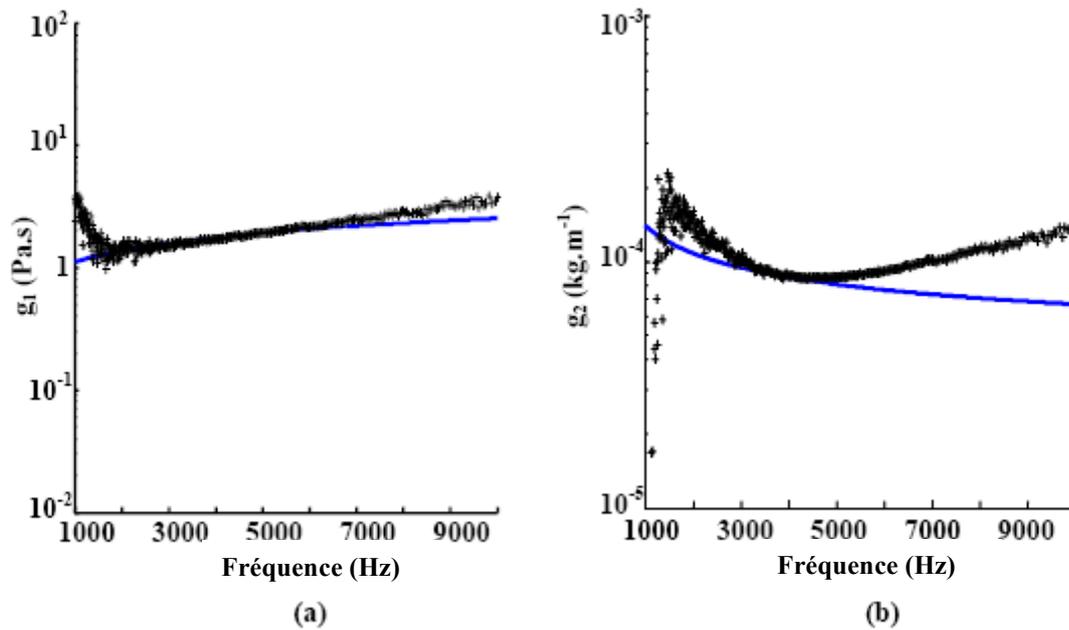


Figure 4.6 : Extraction des composantes g_1 (a) et g_2 (b) (**en noir**) du spectre de vibration présenté dans la Figure 4.5 et confrontation au modèle de Maali&al (**ligne bleue**)

4.2.3. Rhéogrammes $\rho(f)$ et $\eta(f)$

En utilisant les formules (4.16) et (4.17), nous sommes désormais capables d'estimer la masse volumique et la viscosité dynamique en fonction de la fréquence.

En regardant les résultats présentés dans la Figure 4.7, on retrouve le fait que nos huiles silicones ont le comportement rhéologique d'un fluide newtonien incompressible sur une gamme de fréquence allant de 3000Hz à 5000Hz. Ceci est en bon accord avec d'autres mesures expérimentales de viscosités dans cette gamme de fréquence⁴. Les valeurs moyennes de viscosité et de masse volumique mesurées sont respectivement de $\eta_{exp}=0,096Pa.s$ et $\rho_{exp}=1100kg.m^{-3}$. Celles-ci sont très proches des données du fournisseur : $\eta=0,0965Pa.s$ et $\rho=1000kg.m^{-3}$.

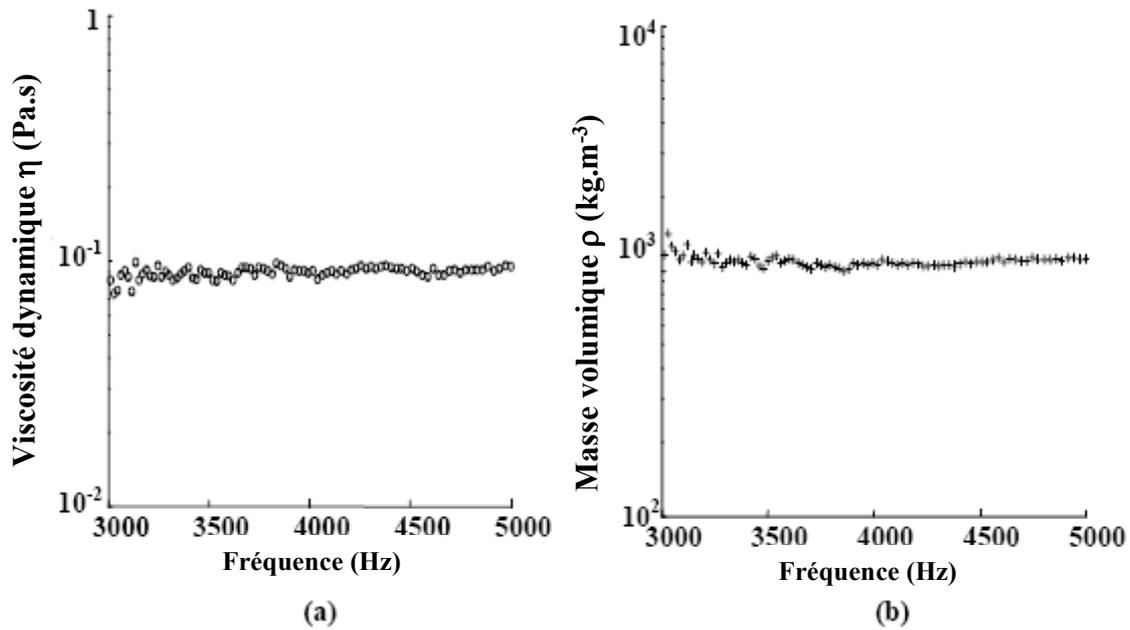


Figure 4.7 : Extraction à partir du spectre de vibration mesuré présenté dans la Figure 4.5, du comportement rhéologique du fluide, i-e la viscosité dynamique (a) et la masse volumique (b) en fonction de la fréquence.

Ce protocole de mesure est très reproductible comme peuvent l'attester les *Figure 4.8* et *Figure 4.9*. En effet, en utilisant des géométries différentes, on obtient des résultats similaires. Les écarts entre les valeurs expérimentales et celles données par le fournisseur sont dues au fait que la géométrie de la poutre n'est pas très bien connue, en particulier l'épaisseur. Les mesures de viscosités sont beaucoup plus précises que les mesures de masses volumiques comme le prédisent les simulations présentées précédemment. Malgré la mauvaise estimation de la masse volumique, cette méthode permet une bonne estimation de la viscosité. Les méthodes utilisant la mesure de résonance et du facteur de qualité retrouvent également le fait que la masse volumique est moins bien estimée que la viscosité dynamique^{5,6} (Cf. *Chapitre 3.2*).

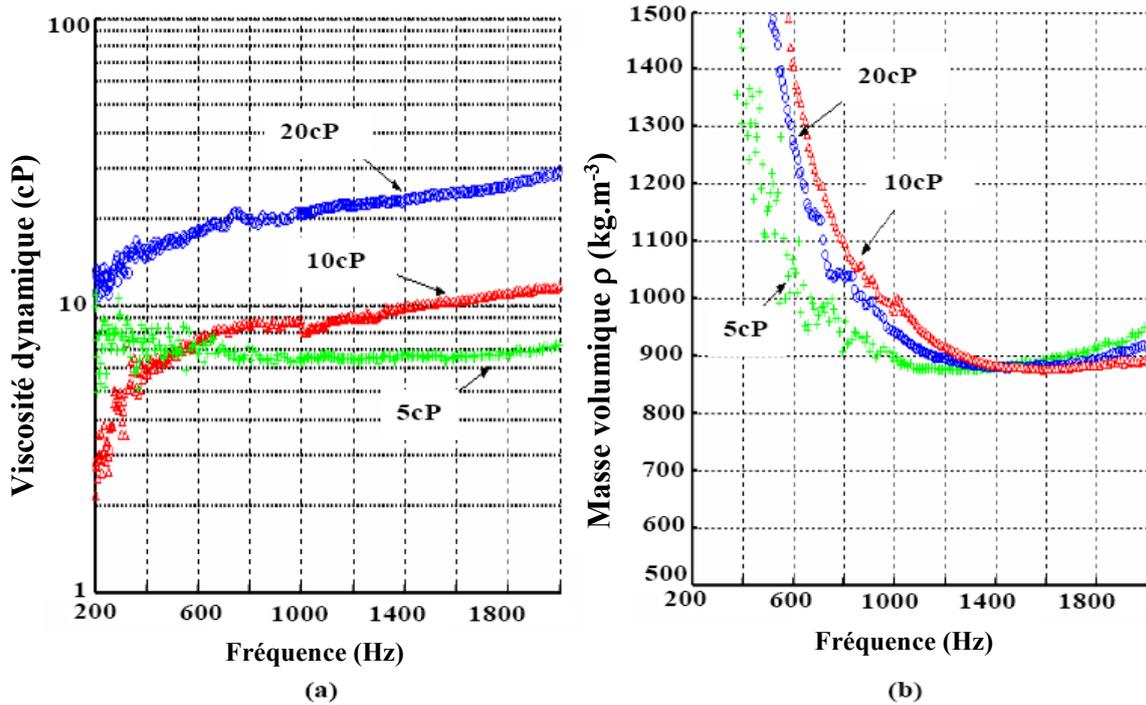


Figure 4.8 : Estimation de la viscosité dynamique et de la masse volumique en fonction de la fréquence pour une poutre de silicium de géométrie $39\mu\text{m} \times 600\mu\text{m} \times 4000\mu\text{m}$ immergée dans des huiles silicone de masse volumique $\rho=980\text{kg.m}^{-3}$ et de viscosité : 5cP, 10cP et 20cP.

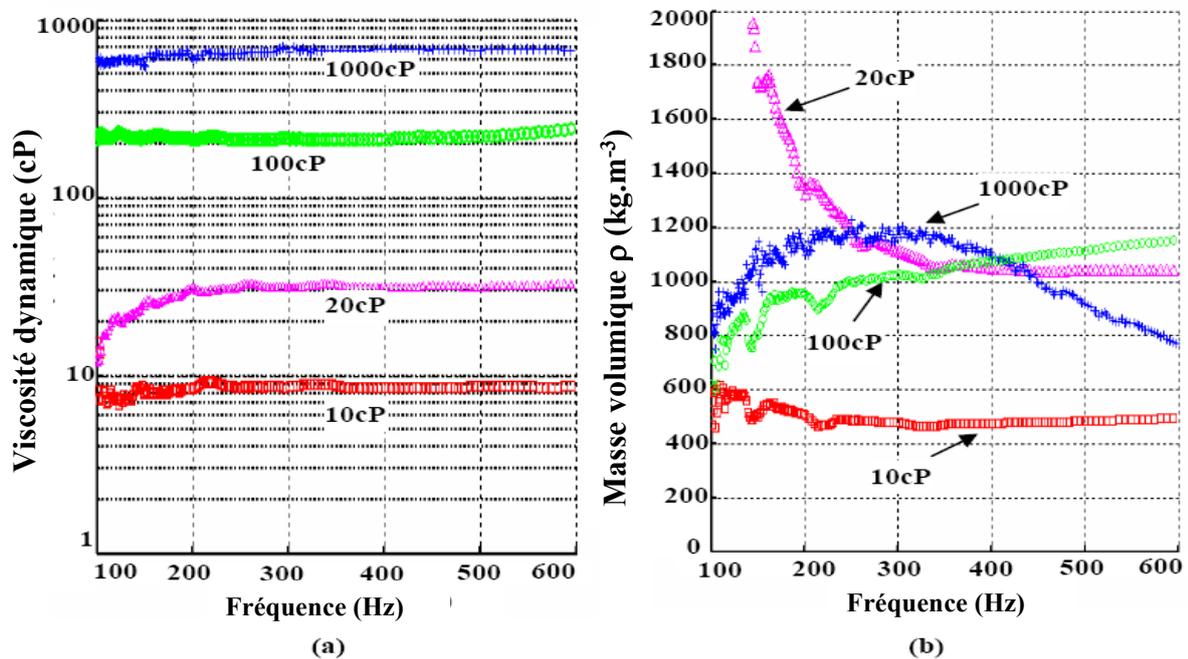


Figure 4.9 : Estimation de la viscosité dynamique et de la masse volumique en fonction de la fréquence pour une poutre de silicium de géométrie $18\mu\text{m} \times 600\mu\text{m} \times 4000\mu\text{m}$ immergée dans des huiles silicone de masse volumique $\rho=1000\text{kg.m}^{-3}$ et de viscosité : 10cP, 20cP, 100cP et 1000cP.

4.3. Conclusions

Finalement, ce chapitre a permis de montrer que l'on peut mesurer la viscosité dynamique et la masse volumique à chaque fréquence de vibration de la poutre immergée. La précision des mesures est liée à la bonne connaissance de tous les paramètres mis en jeu et plus particulièrement celle de la géométrie de la poutre. De plus, la validité de ce modèle repose non seulement sur la cohérence entre valeurs mesurées et valeurs données par le fournisseur mais aussi sur le comportement rhéologique mesuré conforme au modèle du fluide newtonien. Notre approche permet aussi de recouvrer la force hydrodynamique en fonction de la fréquence de vibrations d'une micropoutre à partir de son spectre. Mais qu'en est-il pour les fluides complexes ? Nous étudierons dans le chapitre suivant le cas des fluides viscoélastiques. La méthode décrite dans ce chapitre semble pouvoir s'adapter. Cependant comme vu dans le *Chapitre 2*, la recherche d'une nouvelle fonction hydrodynamique décrivant la dynamique de la poutre dans un fluide complexe est nécessaire à la résolution du problème.

Bibliographie Chapitre 4 :

¹N.Belmiloud, I.Dufour, A.Colin, L.Nicu, "Rheological behaviour probed by microcantilever", Applied Physics Letters, 92, art n° 041907, (2008).

²A. Maali, C. Hurth, R. Boisgard, C. Jai, T. Cohen-Bouhacina and J.P. Aimé, "Hydrodynamic of oscillating atomic force microscopy cantilevers in viscous fluid", Journal of Applied Physics, 97, n°7 (2005).

³J.E. Sader, "Frequency response of cantilever beams immersed in viscous fluids with applications to the atomic force microscope", Journal of Applied Physics, 84, p64-76, (1998).

⁴J.Lamb, P.Lindon, Journal of the acoustical society of America, "Audio-Frequency Measurements of the Viscoelastic Properties of Polydimethylsiloxane Liquids", 41, n°4, p1032-1042, (1966).

⁵C.Riesch, F.Keplinger, "Characterizing Resonating Cantilevers for Liquid Property Sensing", IEEE Sensors Conference, South Korea, Daegu, p1070-1073 (2006).

⁶W.Y.Shih, X.Li, H.Gu, W-H.Shih, I.A.Aksay, "Simultaneous liquid viscosity and density determination with piezoelectric unimorph cantilevers", Journal of Applied Physics, 89, (2001).

⁷S. Boskovic, J.W.M. Chon, P. Mulvaney, J.E. Sader, "Rheological measurements using microcantilevers", Journal of Rheology, 46, p891-899, (2002).

5. Rhéologie de fluides complexes

Connaissant la phase et le gain de la fonction de transfert mécanique, il est possible de déterminer deux propriétés rhéologiques inconnues du fluide. Pour les fluides newtoniens, il s'agit de la viscosité dynamique et de la masse volumique ; pour les fluides complexes, nous proposons connaissant la masse volumique de déterminer les parties réelles et imaginaires du module de cisaillement complexe G^* . Dans une première partie, la notion de viscosité complexe sera introduite. Le comportement rhéologique et les caractéristiques des fluides viscoélastiques seront analysés. Ensuite, nous donnerons l'expression de la force hydrodynamique exercée par un fluide complexe sur la micropoutre. Nous proposerons alors un modèle permettant d'analyser la réponse dynamique de la micropoutre immergée dans un fluide viscoélastique afin de déterminer le module complexe de cisaillement à chaque fréquence de vibration. En partant du fait qu'un fluide newtonien est un cas particulier des fluides viscoélastiques, nous confronterons la méthode proposée pour estimer le module de cisaillement complexe aux mesures expérimentales d'huiles silicones à comportement newtonien et d'EHDt à comportement viscoélastique.

5.1. Viscoélasticité

5.1.1. Présentation

Les matériaux viscoélastiques ont dans certaines conditions des caractéristiques analogues à celles de corps élastiques (non fluides) et dans d'autres conditions des caractéristiques de fluides simplement visqueux. Plus précisément, lorsqu'une sollicitation leur est imposée pendant une durée très courte, leur réponse est essentiellement élastique, c'est-à-dire que la déformation résultante est proportionnelle à la contrainte appliquée. Par contre, lorsqu'une sollicitation leur est imposée pendant une durée assez longue, leur réponse est essentiellement visqueuse, c'est-à-dire qu'ils s'écoulent plutôt qu'ils ne se déforment. Ainsi, ce type de fluide possède à la fois des propriétés de viscosité mais aussi d'élasticité. On peut représenter un tel fluide par l'association plus ou moins complexe de deux éléments :

- un solide de *Hooke* : la contrainte correspondant à une déformation est indépendante du temps alors que pour une substance viscoélastique, la contrainte ne se dissipe que graduellement.
- un fluide de *Newton* (purement visqueux et incompressible) : l'écoulement est irréversible alors qu'un corps viscoélastique récupère une partie de sa déformation.

Deux modèles illustrent la viscoélasticité (*Figure 5.1*) :

- modèle de *Kelvin-Voigt* dit « Solide de *Voigt* » : association en parallèle d'un amortisseur et d'un ressort. A temps de cisaillement long, le système se comporte comme un solide de *Hooke*.
- modèle de *Maxwell* dit « Fluide de *Maxwell* » : association en série d'un amortisseur et d'un ressort. A temps de cisaillement long le système se comporte comme un fluide de *Newton*.

Nous utiliserons dans notre étude le modèle de *Maxwell* proche du comportement des fluides étudiés.

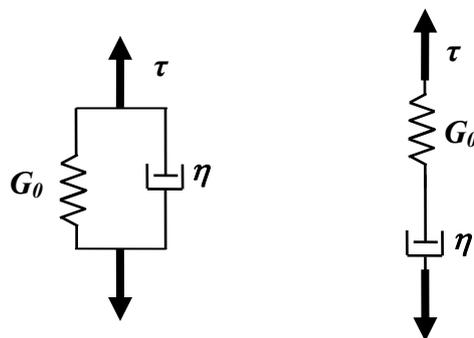


Figure 5.1 : Modèle de Kelvin pour solides viscoélastiques (à gauche) et modèle de Maxwell pour fluides viscoélastiques (à droite) de module de cisaillement G_0 et de viscosité dynamique η , soumis à une contrainte de cisaillement τ .

5.1.2. Modèle de Maxwell

Quand on soumet un fluide viscoélastique à une contrainte de cisaillement, le modèle de Maxwell illustre ce phénomène par l'élongation du système équivalent comme illustré dans la Figure 5.2. Les déformations du ressort et de l'amortisseur, notées respectivement γ_r et γ_a s'ajoutent. La déformation totale est $\gamma = \gamma_a + \gamma_r$.

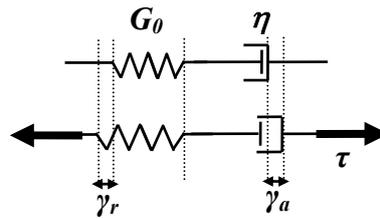


Figure 5.2 : Fluide viscoélastique de module de cisaillement G_0 et de viscosité dynamique η , soumis à une contrainte de cisaillement τ entraînant une déformation γ .

La loi de Hooke permet d'écrire le lien entre la contrainte et la déformation du ressort :

$$\tau = G_0 \gamma_r \quad (5.1)$$

Pour un fluide newtonien, ce lien s'écrit :

$$\tau = \eta \dot{\gamma}_a \quad (5.2)$$

La vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$ correspond à la dérivée par rapport au temps de la déformation totale :

$$\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_a + \dot{\gamma}_r \quad (5.3)$$

Le taux de cisaillement est alors :

$$\dot{\gamma} = \frac{\dot{\tau}}{G_0} + \frac{\tau}{\eta} \quad (5.4)$$

Il apparaît alors une équation différentielle d'ordre 1, régissant les contraintes de cisaillement :

$$\tau + \lambda \dot{\tau} = \eta \dot{\gamma} \quad (5.5)$$

On observe ainsi un paramètre dont la dimension est égale à celle d'un temps. λ correspond à un temps caractéristique appelé temps de relaxation :

$$\lambda = \frac{\eta}{G_0} \quad (5.6)$$

Remarques : • si $G_0 \rightarrow \infty, \lambda \rightarrow 0, \tau = \eta \dot{\gamma}$, le comportement est celui d'un fluide newtonien.

• si $\eta \rightarrow 0, \lambda \rightarrow 0$, on retrouve le solide de *Hooke*

En pratique, on définit la rigidité complexe de cisaillement par :

$$G^* = \frac{\tau(\omega)}{\gamma(\omega)} = \frac{\tau_0}{\gamma_0} e^{j\varphi} \quad (5.7)$$

Les parties réelles G' et imaginaires G'' du module de cisaillement sont :

$$G'(\omega) + jG''(\omega) = \frac{1}{\gamma_0} (\tau'(\omega) + j\tau''(\omega)) \quad (5.8)$$

La partie réelle G' est le rapport entre la contrainte en phase avec la déformation. Elle rend compte du caractère élastique et est appelée rigidité d'accumulation ; l'énergie stockée est d'ailleurs récupérable. La partie imaginaire G'' est le rapport entre la contrainte en quadrature de phase avec la déformation. Elle correspond au caractère visqueux et est appelée rigidité de dissipation, l'énergie correspondante est perdue par frottement. L'angle $\varphi = \arctan\left(\frac{G''}{G'}\right)$ est appelé angle de perte ou angle de retard. Vérifions le lien entre puissance dissipée/stockée et ces paramètres rhéologiques. La puissance fournie pour un système par unité de volume pour entretenir son mouvement est :

$$P = \tau \dot{\gamma} . \quad (5.9)$$

Il vient en introduisant les termes G' et G'' :

$$P = -\omega \gamma_0^2 (G' \sin \omega t \cos \omega t - G'' \sin^2 \omega t) \quad (5.10)$$

En intégrant P sur $[0, t]$, on obtient l'énergie consommée par unité de volume, par le système entre l'instant initial et l'instant t :

$$E = \int_0^t P dt = \frac{\gamma_0^2 G''}{4} (2\omega t - \sin 2\omega t) - \frac{\gamma_0^2 G'}{4} (1 - \cos 2\omega t) \quad (5.11)$$

Le premier terme proportionnel à G'' , qui croît au cours du temps, correspond à la dissipation de la puissance due à la viscosité du fluide tandis que le second proportionnel à G' , purement périodique correspond à la mise en charge/décharge des éléments élastiques.

Lorsque $t = T = \frac{2\pi}{\omega}$, G' s'annule et G'' augmente proportionnellement avec le nombre de période T .

5.1.3. Viscosité complexe

En passant en notation complexe, l'équation (5.5) s'écrit :

$$\tau_0 e^{j\varphi} (1 + \lambda \omega j) = j \omega \eta \gamma_0 \quad (5.12)$$

De cette relation, on obtient l'expression complexe de G et par conséquent G' et G'' :

$$G' = \frac{G_0 \lambda^2 \omega^2}{1 + \lambda^2 \omega^2} \quad (5.13)$$

$$G'' = \frac{G_0 \omega \lambda}{1 + \omega^2 \lambda^2} \quad (5.14)$$

et l'angle de retard $\varphi = \arctan \frac{1}{\lambda \omega}$

Par ailleurs on définit J' la complaisance d'accumulation et J'' la complaisance de dissipation, respectivement partie réelle et imaginaire de la complaisance complexe J^* , inverse de la rigidité complexe G^* :

$$J' = \frac{G'}{G'^2 + G''^2} \quad (5.15)$$

$$J'' = -\frac{G''}{G'^2 + G''^2} \quad (5.16)$$

En fait, G^* et J^* relient la contrainte à la déformation et vice versa. De même, on définit la viscosité complexe η^* :

$$\eta^* = \frac{G^*}{j\omega} = \eta' - j\eta'' \quad (5.17)$$

Les composantes η' et η'' doivent être positives. Leurs expressions sont :

$$\eta' = \frac{G''}{\omega} \quad (5.18)$$

$$\eta'' = \frac{G'}{\omega} \quad (5.19)$$

η' représente le rapport de la composante de la contrainte en phase avec la vitesse de déformation $\dot{\gamma}$. C'est donc par définition la viscosité pure. η'' est dite viscosité élastique.

Les valeurs mesurées par les rhéomètres sont les parties réelles G' et G'' de la rigidité complexe G^* . Dans les *Figure 5.3* (resp. *Figure 5.4*), nous pouvons voir l'influence des deux paramètres viscoélastiques λ et G_0 sur l'évolution des parties réelles G' (resp. η'') et partie

imaginaire G'' (resp. η') du cisaillement complexe (resp. viscosité complexe) en fonction de la fréquence de la sollicitation mécanique. On peut voir que le temps caractéristique marque la frontière entre le domaine visqueux et élastique. La valeur du plateau caoutchoutique correspond à la valeur du module de cisaillement d'un fluide purement élastique. Après la fréquence caractéristique, on change de domaine mécanique. Nous sommes dans un milieu viscoélastique qui tend à devenir purement élastique. A basses fréquences, nous avons un fluide de viscosité η . A hautes fréquences, la viscosité est quasiment nulle. A la fréquence caractéristique, la viscosité diminue de moitié et $\eta' = \eta''$. Les observations visuelles appuient la théorie. L'agitation manuelle des flacons confirme ce comportement. A vives agitations, l'échantillon bouge d'un seul bloc et rebondit sur les parois du flacon. Au repos, sous l'effet de la pesanteur, la boule viscoélastique s'étale lentement comme un fluide très visqueux et reprend la forme du récipient qui le contient.

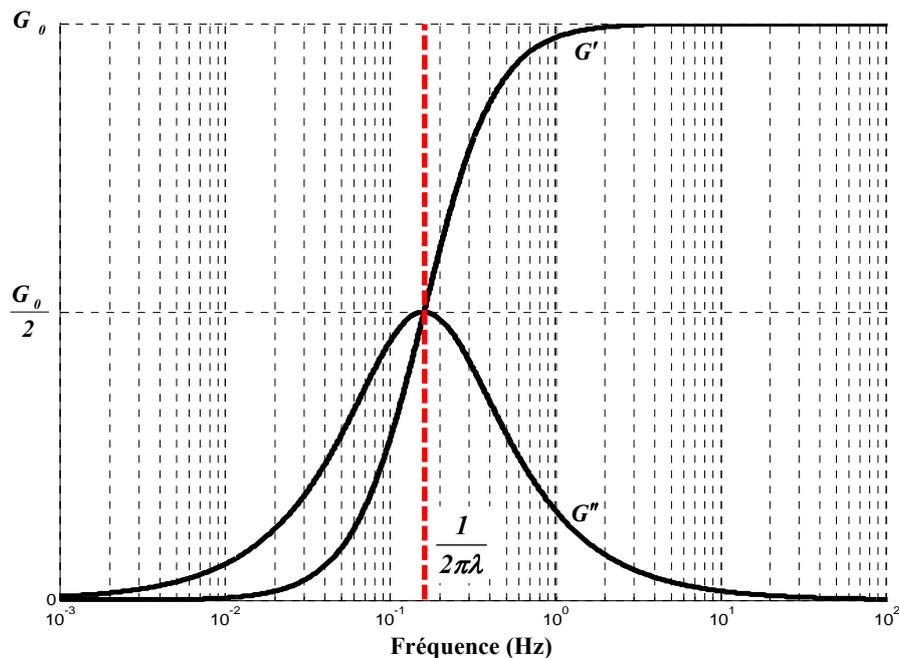


Figure 5.3 : Partie réelle et partie imaginaire du cisaillement complexe G d'un fluide viscoélastique selon le modèle de Maxwell pour un temps caractéristique $\lambda=1s$. En rouge est tracée la fréquence caractéristique correspondant à $1/2\pi\lambda$.

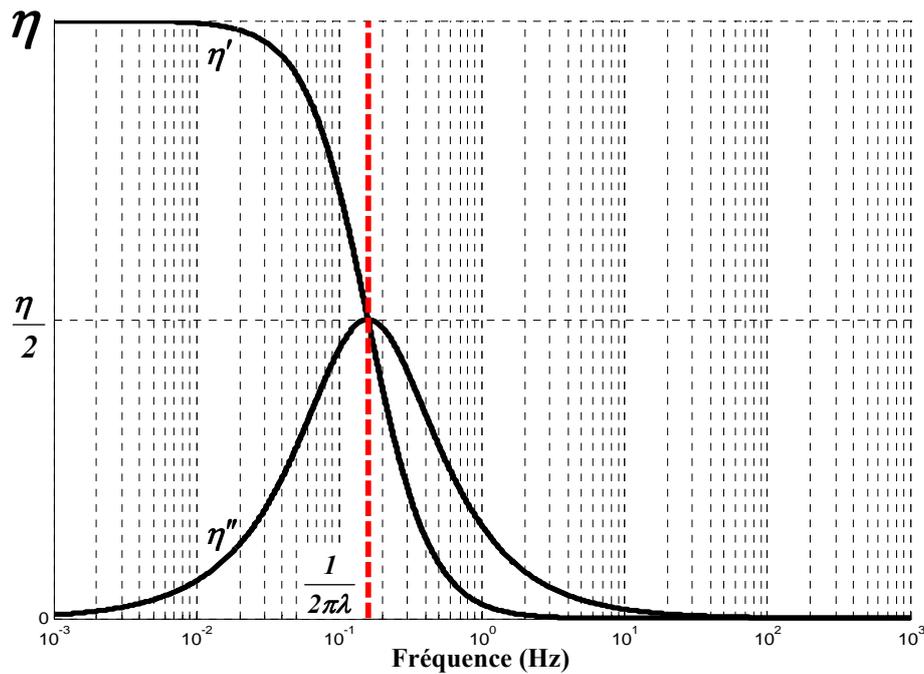


Figure 5.4 : Partie réelle et partie imaginaire de la viscosité complexe η d'un fluide viscoélastique selon le modèle de Maxwell pour un temps caractéristique $\lambda = 1s$. En rouge est tracée la fréquence caractéristique correspondant à $1/2\pi\lambda$.

5.1.4. Structure et origine de la viscoélasticité

Il nous faut considérer les propriétés chimiques du fluide étudié. Les échantillons étudiés sont des mélanges de tensioactifs dilués dans un solvant. Aux concentrations utilisées, les mélanges de tensioactifs s'organisent en micelles géantes. Les micelles géantes sont un mélange d'eau et de tensioactifs dans lequel les molécules amphiphiles s'organisent en système auto-assemblés cylindriques. C'est un ensemble polydisperse dans lequel la longueur moyenne L des cylindres est fixée par la compétition entre entropie et énergie nécessaires à former le bout des micelles. On les nomme polymères vivants, à cause de la ressemblance morphologique et de comportement avec des polymères et à la possibilité de se couper et recombiner sous l'action de l'agitation thermique. La viscoélasticité des solutions de tensioactifs s'interprète comme la combinaison du mécanisme de reptation¹ propre à la dynamique du polymère et de mécanisme de coupure-recombinaison propre aux solutions de tensio-actifs (Cf. Annexe 5.1). L'organisation microscopique est fonction de la température et de leur concentration. A température fixée, plus la concentration augmente plus l'enchevêtrement est important. Au-delà d'une concentration critique, on observe une orientation spontanée des

chaînes micellaires, on observe un réseau enchevêtré isotrope : c'est la phase nématique (figure 5.5).

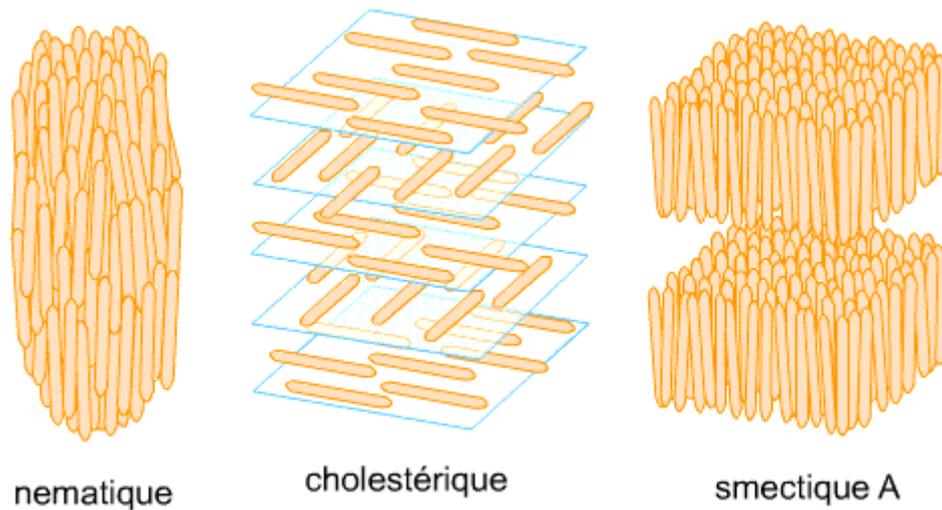


Figure 5.5 : Les 3 phases des fluides complexes : (a)Nématique : alignement parallèle les uns aux autres. (b)Cholestérique : arrangement en hélices et empilement continu de plans où règne un ordre de type nématique. (c)Smectique : molécules alignées parallèlement les unes aux autres mais regroupées en couches parallèles régulièrement espacées.

De plus pour un tel fluide on a induction par cisaillement de la transition isotrope vers nématique. Par conséquent on comprend mieux l'intérêt des mesures rhéologiques pour les fluides viscoélastiques. Les lois de la thermodynamique régissent la structure de ce fluide qui contrôle à son tour l'écoulement et donc les propriétés mécaniques de ce fluide. On parle alors de couplage structure-écoulement. La rhéologie permet de connaître et de comprendre la structure et l'organisation des macromolécules de polymères ou de tensio-actif. Cependant, comme nous venons de le voir, un fluide complexe possède une échelle mésoscopique intermédiaire entre la taille des molécules et la taille de l'échantillon. Par conséquent, ils ne peuvent pas être décrits par la théorie de l'hydrodynamique, basée sur l'hypothèse de milieu continu. Cependant la structure qui sonde les propriétés rhéologiques, est beaucoup plus grande que la taille du réseau rhéologique formé par les micelles géantes. Elle permet donc des mesures globales des manifestations macroscopiques des molécules. Dans le cas contraire, on ne mesure plus les propriétés de la solution, mais des propriétés mécaniques locales comme celles de macromolécule unique ou du solvant.

5.2. Dynamique d'une poutre immergée dans un fluide viscoélastique

5.2.1. Fonction hydrodynamique

On a vu dans les chapitres précédents que la connaissance de la fonction hydrodynamique est une étape clé dans la connaissance des caractéristiques vibrationnelles de la poutre en milieu liquide. Cette fonction complexe dépend à la fois de la géométrie de la micropoutre et des propriétés rhéologiques du fluide. La fonction hydrodynamique utilisée jusqu'à présent est faite dans l'hypothèse d'un fluide newtonien. Elle n'est donc plus valide dans le cas des fluides viscoélastiques. Pour un fluide viscoélastique, comme nous venons de le voir, il est intéressant de travailler dans le corps complexe et d'utiliser la viscosité complexe η^* liées à la rigidité complexe G^* . Cela est possible car :

« Toutes les dimensions de la poutre sont beaucoup plus grandes que la taille caractéristique des macromolécules constituant le fluide² »

Ainsi on reste dans l'approximation des milieux continus. Dans le cas des fluides newtoniens, nous avons utilisé la fonction hydrodynamique simplifiée Γ que nous noterons Γ_{newton} dans ce chapitre. Dans ce modèle, les parties réelles et imaginaires, respectivement $\Gamma_{r(newton)}$ et $\Gamma_{i(newton)}$, sont définies en fonction de $\frac{\delta}{b}$ qui est le rapport de l'épaisseur du film de fluide déplacé entourant la poutre, sur la largeur de celle-ci³ :

$$\Gamma_{r(newton)} = a_1 + a_2 \left(\frac{\delta}{b} \right) \quad (5.20)$$

$$\Gamma_{i(newton)} = b_1 \left(\frac{\delta}{b} \right) + b_2 \left(\frac{\delta}{b} \right)^2 \quad (5.21)$$

avec $\delta = \sqrt{\frac{2\eta}{\rho \omega}}$

En remplaçant la viscosité dynamique η par la viscosité complexe η^* et d'après (5.17), on obtient :

$$\Gamma_{complexe} = a_1 + \frac{a_2}{b\omega} \sqrt{\frac{-2jG^*}{\rho_f}} + j \left[\frac{b_1}{b\omega} \sqrt{\frac{-2jG^*}{\rho_f}} - \frac{2b_2 jG^*}{\rho_f \omega^2 b^2} \right] \quad (5.22)$$

En remplaçant G^* par $G' + jG''$, il est alors possible d'obtenir les expressions analytiques des parties réelles et imaginaires de la fonction hydrodynamique Γ_{complexe} ⁴ :

$$\Gamma_{r(\text{complexe})} = a_1 + b_2 \frac{2G'}{\rho\omega^2 b^2} + \frac{1}{b\omega\sqrt{2\rho}} \left[(a_2 + b_1) \sqrt{\sqrt{G'^2 + G''^2} + G'} + (a_2 - b_1) \sqrt{\sqrt{G'^2 + G''^2} - G'} \right] \quad (5.23)$$

$$\Gamma_{i(\text{complexe})} = \frac{2b_2 G''}{\rho\omega^2 b^2} + \frac{1}{b\omega\sqrt{2\rho}} \left[(b_1 - a_2) \sqrt{\sqrt{G'^2 + G''^2} + G'} + (a_2 + b_1) \sqrt{\sqrt{G'^2 + G''^2} - G'} \right] \quad (5.24)$$

5.2.2. Etude de la fonction hydrodynamique

Il est important d'étudier le comportement asymptotique de cette fonction afin de vérifier la cohérence physique. Cette fonction doit se simplifier dans les cas particuliers des fluides newtoniens ou de matériau purement élastique.

Si viscosité seule (newtonien) : G est imaginaire pur $G = jG''$ avec $G'' > 0$ et $G' = 0$

Les expressions (5.23) et (5.24) se simplifient de la façon suivante :

$$\Gamma_{r(\text{newton})} = a_1 + \frac{a_2}{b\omega} \sqrt{\frac{2G''}{\rho}} \quad (5.25)$$

$$\Gamma_{i(\text{newton})} = \frac{b_1}{b\omega} \sqrt{\frac{2G''}{\rho}} + \frac{2b_2 G''}{\rho\omega^2 b^2} \quad (5.26)$$

On retrouve la fonction hydrodynamique de *Maali&al* des fluides newtoniens étudiée dans les chapitres précédents. D'après *Sader&al*, lorsque $R_e \rightarrow \infty$ (par exemple lorsque $G'' \rightarrow 0$), pour une poutre cylindrique et rectangulaire : $\Gamma_{r(\text{newton})} = 1$ et $\Gamma_{i(\text{newton})} = 0$. Par conséquent, on trouve un paramètre $a_1 = 1$ ce qui est très proche de la valeur du paramètre de *Maali&al* égal à 1,0553. Afin de simplifier la fonction, nous garderons pour la suite la valeur $a_1 = 1$.

Si solide seulement élastique (viscosité nulle) : G est réel $G = G'$ donc $G'' = 0$. Alors :

$$\Gamma_{r(\text{élastique})} = a_1 + b_2 \frac{2G'}{\rho\omega^2 b^2} + \frac{1}{b\omega\sqrt{2\rho}} \left[(a_2 + b_1) \sqrt{2G'} \right] \quad (5.27)$$

$$\Gamma_{i(\text{élastique})} = \frac{(b_1 - a_2)\sqrt{G'}}{b\omega\sqrt{\rho}} \quad (5.28)$$

Or dans ce cas comme il n'y a pas de viscosité, il n'y a pas de pertes, donc $\Gamma_i = 0$. On en déduit donc $b_1 = a_2$. Les deux paramètres b_1 et a_2 déterminés par *Maali&al* ont d'ailleurs des valeurs très proches et sont respectivement égaux à 3,8018 et 3,7997. Pour la suite, on prendra la valeur moyenne des deux paramètres : $b_1 = a_2 = 3,8008$.

Par conséquent nous obtenons une nouvelle fonction hydrodynamique simplifiée et universelle qui décrit l'hydrodynamique autour de la poutre quelque soit la nature du fluide dans lequel elle est immergée. Avec $a_1 = 1$ et $b_1 = a_2$, la fonction hydrodynamique Γ_{complexe} pour une poutre rectangulaire immergée dans un fluide complexe est :

$$\Gamma_{(\text{complexe})} = \Gamma_{r(\text{complexe})} - j\Gamma_{i(\text{complexe})} \quad (5.29)$$

Avec :

$$\Gamma_{r(\text{complexe})} = 1 + b_2 \frac{2G'}{\rho_f \omega^2 b^2} + b_1 \frac{2\sqrt{\sqrt{G'^2 + G''^2} + G'}}{b\omega\sqrt{2\rho_f}} \quad (5.30)$$

$$\Gamma_{i(\text{complexe})} = b_2 \frac{2G''}{\rho_f \omega^2 b^2} + b_1 \frac{2\sqrt{\sqrt{G'^2 + G''^2} - G'}}{b\omega\sqrt{2\rho_f}} \quad (5.31)$$

5.2.3. Etude des spectres de vibration

L'amplitude des vibrations d'une poutre en fonction de la fréquence et des propriétés rhéologiques du fluide a pour expression :

$$w(L, \omega) = \frac{F}{EIA^3} \frac{(shAL \cos AL - chAL \sin AL)}{(1 + chAL \cos AL)} \quad (5.32)$$

où F est la force ponctuelle en bout de poutre, E le module de Young, I le moment d'inertie, L la longueur de la poutre, ch et sh sont respectivement les fonctions trigonométriques: cosinus hyperbolique et sinus hyperbolique. A est de la forme :

$$A(\omega) = \left(\frac{m_L \omega^2 \left(1 + \frac{\pi \rho b^2 \Gamma_{\text{complexe}}(\omega)}{4m_L} \right)}{EI} \right)^{1/4} \quad (5.33)$$

où m_L est la masse de la poutre par unité de longueur, ρ la masse volumique, b la largeur de la poutre, Γ_{complexe} la nouvelle fonction hydrodynamique.

Nous allons étudier le spectre de vibration en fonction des propriétés viscoélastiques du fluide : la valeur du plateau caoutchoutique G_0 et du temps caractéristique λ .

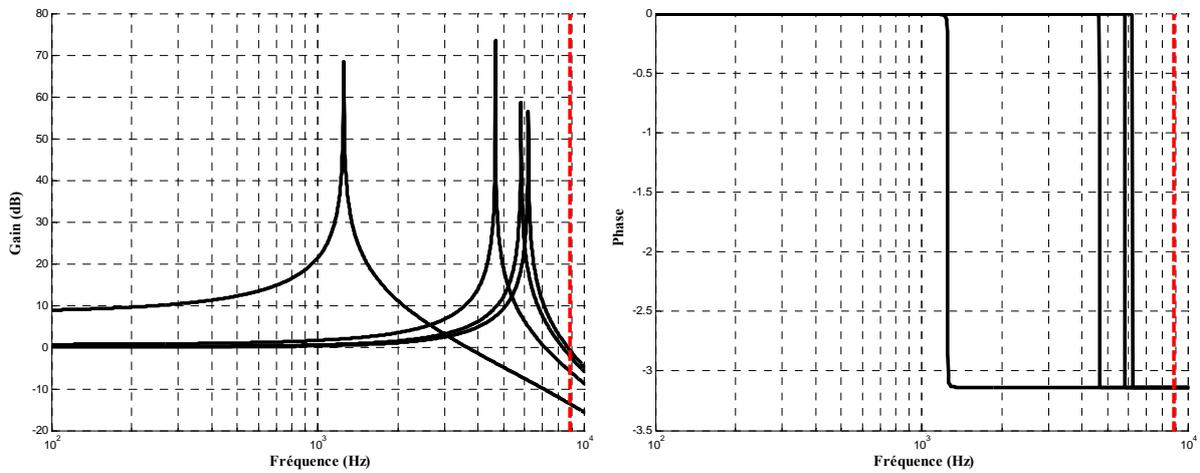


Figure 5.6 : Simulation du gain (a) et phase (b) de la fonction de transfert pour une poutre en silicium de géométrie $60\mu\text{m} \times 160\mu\text{m} \times 3000\mu\text{m}$ immergée dans 4 fluides viscoélastiques selon le modèle de Maxwell de même masse volumique $\rho=1000\text{kg.m}^{-3}$ et temps caractéristique $\lambda=1\text{s}$ et plusieurs valeurs de plateaux caoutchoutiques $G_0 = 10\text{Pa}$, 100Pa , 1000Pa et 10^4Pa . En rouge est tracée la fréquence de résonance dans le vide.

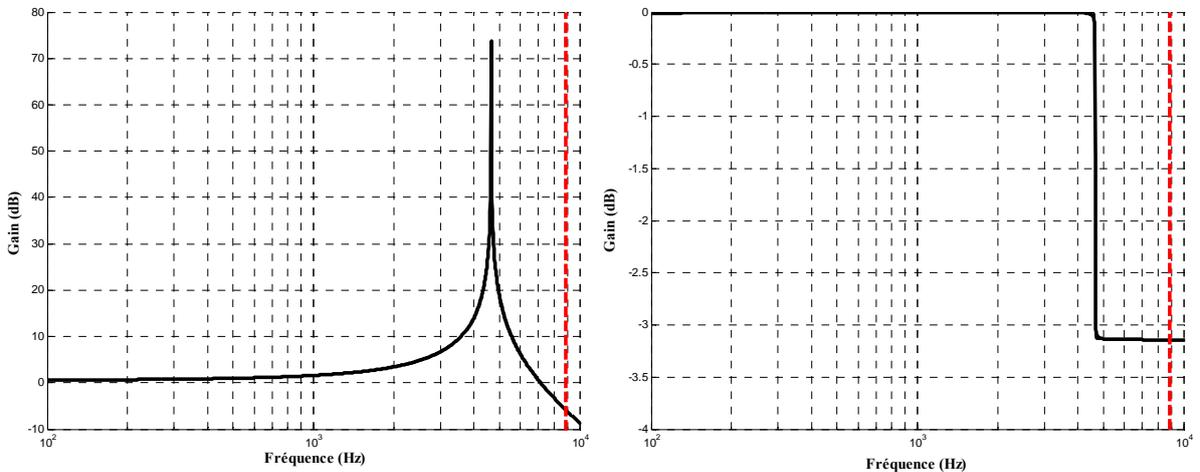


Figure 5.7 : Simulation du gain (a) et phase (b) de la fonction de transfert pour une poutre en silicium de géométrie $60\mu\text{m} \times 160\mu\text{m} \times 3000\mu\text{m}$ immergée dans 4 fluides de même masse volumique $\rho=1000\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ pour une valeur de plateau caoutchoutique $G_0 = 1000\text{Pa}$ et différents temps caractéristiques $\lambda = 10^{-2}\text{s}, 10^{-1}\text{s}, 1\text{s}$ et 10s . En rouge est tracée la fréquence de résonance dans le vide.

En comparant les *Figure 5.6* et *Figure 5.7*, nous constatons que le décalage de la fréquence de résonance est lié à la valeur du plateau caoutchoutique. Les fréquences de résonance sont très bien marquées. Le facteur de qualité est élevé malgré les valeurs importantes du plateau caoutchoutique. Cela s'explique par la gamme de fréquence visualisée et le comportement maxwellien des fluides étudiés. Nous sommes à des fréquences largement au-dessus des fréquences caractéristiques des systèmes simulés. Le fluide est alors à dominante largement élastique ce qui explique la prononciation élevée des pics de résonance et l'importance des pentes au niveau du point d'inflexion de la phase au niveau de la fréquence de résonance. Les facteurs de qualité et la fréquence de résonance sont élevés.

Il est également important de regarder ce qui se passe autour de la fréquence caractéristique du fluide viscoélastique. Dans les *Figure 5.8* et *Figure 5.9*, on remarque des changements dans la monotonie de la phase. Celle-ci n'est plus strictement décroissante. Le minimum local est étroitement lié au temps caractéristique. De plus, on remarque que les courbes de gain tendent toutes vers un plateau dont la valeur semble être liée à celle du plateau caoutchoutique, puis remonte rapidement. La durée du plateau quant à elle semble être liée au temps caractéristique. Même si ces changements sont en basses fréquences et de faibles amplitudes, on voit finalement que les caractéristiques vibrationnelles de la poutre sont influencées par les propriétés viscoélastiques du fluide.

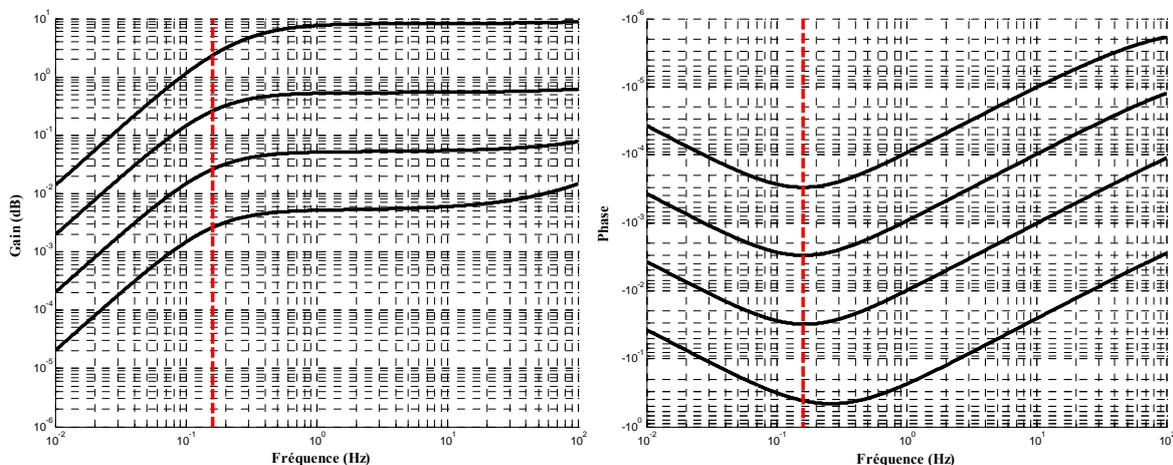


Figure 5.8 : Aux basses fréquences, simulation du gain (a) et phase (b) de la fonction de transfert pour une poutre en silicium de géométrie $60\mu\text{m} \times 160\mu\text{m} \times 3000\mu\text{m}$ immergée dans 4 fluides viscoélastiques selon le modèle de Maxwell de même masse volumique $\rho=1000\text{kg.m}^{-3}$ et temps caractéristique $\lambda = 1\text{s}$ et plusieurs valeurs de plateaux caoutchoutiques $G_0 = 10\text{Pa}$, 100Pa , 1000Pa et 10^4Pa . En rouge est tracée la fréquence caractéristique correspondant à $1/2\pi\lambda$.

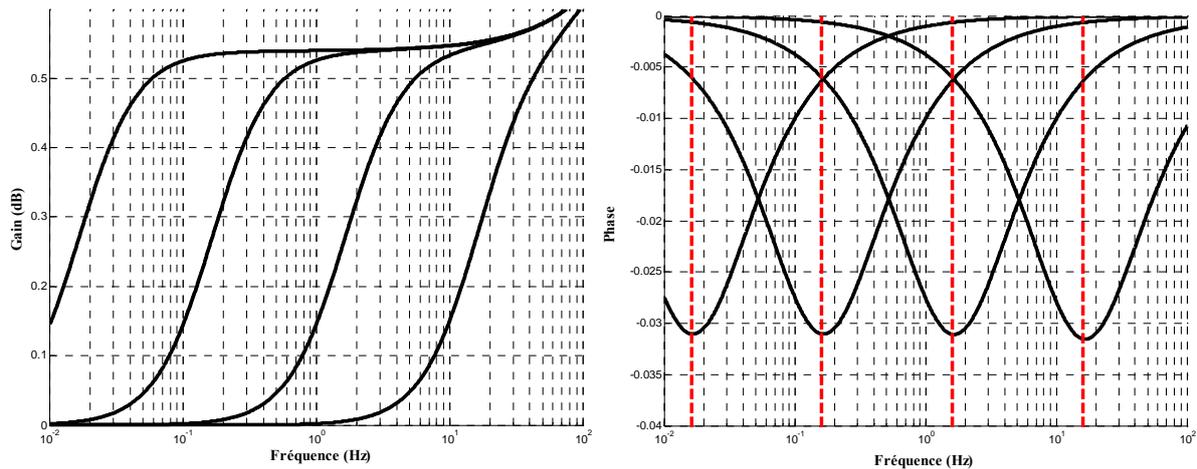


Figure 5.9 : Aux basses fréquences, simulation du gain (a) et phase (b) de la fonction de transfert pour une poutre en silicium de géométrie $60\mu\text{m} \times 160\mu\text{m} \times 3000\mu\text{m}$ immergée dans 4 fluides de même masse volumique $\rho=1000\text{kg.m}^{-3}$ pour une valeur de plateau caoutchoutique $G_0 = 1000\text{Pa}$ et différents temps caractéristiques $\lambda = 10^{-2}\text{s}$, 10^{-1}s , 1s et 10s . En rouge sont tracées les fréquences caractéristiques correspondant à $1/2\pi\lambda$.

5.3. Méthode de détermination des propriétés viscoélastiques

5.3.1. Fonction de transfert mécanique

Dans la Figure 5.10, nous présentons la phase et le gain de la fonction de transfert mécanique d'une poutre en vibration dans plusieurs fluides viscoélastiques de même masse volumique $\rho=1000\text{kg.m}^{-3}$ et même temps caractéristique $\lambda=1\text{s}$. Seules les valeurs des plateaux caoutchoutiques sont différentes : 10Pa , 100Pa et 1000Pa . Le phénomène de résonance a lieu. Nous restons dans l'hypothèse d'un premier mode prédominant. Comme vu au chapitre précédent, la fonction de transfert mécanique du système reste définie par :

$$H(f) = \frac{H_0}{1 - \left(1 + \frac{g_2(f)}{m_L}\right) \left(\frac{f}{f_{0,vide}}\right)^2 + \frac{fg_1(f)}{2\pi f_{0,vide}^2 m_L} j} \quad (5.34)$$

où $f_{0,vide}$ est la fréquence de résonance dans le vide, f la fréquence de vibration, m_L la masse de la poutre par unité de longueur, H_0 la valeur statique de la fonction de transfert, g_1 et g_2 respectivement les composantes visqueuses et inertielles de la force hydrodynamique.

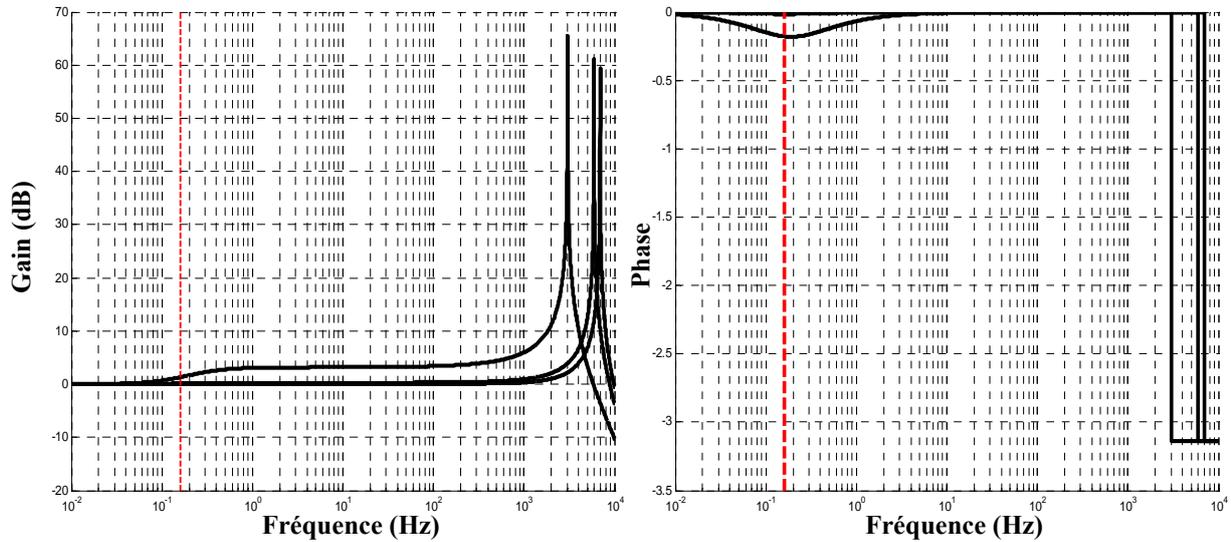


Figure 5.10 : Simulation du gain (a) et de la phase (b) de la fonction de transfert pour une poutre en silicium de géométrie $70\mu\text{m} \times 200\mu\text{m} \times 3000\mu\text{m}$ immergée dans 4 fluides viscoélastiques de même masse volumique $\rho=1000\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ et temps caractéristique $\lambda=1\text{s}$ mais de plateaux caoutchoutiques différents : 100Pa, 1000Pa et 10000Pa. En rouge est tracée la fréquence caractéristique correspondant à $1/2\pi\lambda$.

En appliquant une méthode analogue à celle présentée précédemment (*cf. Chapitre 4*), nous allons extraire les composantes de la force hydrodynamique. Puis, nous les analyserons afin d'obtenir les caractéristiques de la dynamique de la poutre en mouvement dans un fluide complexe.

5.3.2. Force hydrodynamique

D'après (5.30) et (5.31), les composantes g_1 et g_2 de la force hydrodynamique exercée par un fluide complexe sur la micropoutre ont pour expressions :

$$g_1 = b_2 \frac{\pi G''}{2\omega} + b_1 \frac{\pi b \sqrt{\rho_f}}{2\sqrt{2}} \sqrt{\sqrt{G'^2 + G''^2} - G'} \quad (5.35)$$

$$g_2 = \frac{\pi \rho_f b^2}{4} + b_2 \frac{\pi G'}{2\omega^2} + b_1 \frac{\pi b \sqrt{\rho_f}}{2\omega\sqrt{2}} \sqrt{\sqrt{G'^2 + G''^2} + G'} \quad (5.36)$$

Par simplification d'écriture, on pose :

$$D = \frac{\pi b_2}{2\omega} \quad B = \frac{\pi b b_1 \sqrt{\rho_f}}{2\sqrt{2}} \quad C = \frac{\pi \rho_f b^2}{4} \omega \quad (5.37)$$

Ainsi, g_1 et g_2 s'écrivent telles que :

$$g_1 = DG'' + B\sqrt{\sqrt{G'^2 + G''^2} - G'} \quad (5.38)$$

$$g_2\omega = C + DG' + B\sqrt{\sqrt{G'^2 + G''^2} + G'} \quad (5.39)$$

A partir de (5.34), nous pouvons extraire les deux composantes de la force hydrodynamique. Celles-ci sont définies par les expressions :

$$g_1 = -2\pi m_L \left| \frac{H_0}{H} \right| \frac{f_{0,vide}^2}{f} \sin \phi \quad (5.40)$$

$$g_2 = m_L \left(\left(1 - \left| \frac{H_0}{H} \right| \cos \phi \right) \left(\frac{f_{0,vide}}{f} \right)^2 - 1 \right) \quad (5.41)$$

où m_L la masse de la poutre par unité de longueur, $f_{0,vide}$ la fréquence de résonance dans le vide, $\left| \frac{H(f)}{H_0} \right|$ le module de la fonction de transfert normalisée et ϕ sa phase.

g_1 témoigne de la dissipation de l'énergie par frottement fluide. Pour un fluide viscoélastique, g_1 s'oppose toujours au mouvement de l'objet immergé mais décroît avec la fréquence. Pour un fluide purement visqueux, nous avons vu que la composante visqueuse est une fonction croissante de la fréquence. Ici, plus on monte en fréquence, plus on diminue les pertes par frottement fluide. La composante élastique du fluide est à l'origine de ce phénomène. g_2 témoigne de l'effet de la masse de fluide déplacée par la structure.

D'après des simulations présentées dans la *Figure 5.11* pour une poutre de géométrie donnée ($L=3000\mu\text{m}$, $b=200\mu\text{m}$, $h=70\mu\text{m}$), on constate que les composantes g_1 et g_2 extraites (à l'aide de (5.40) et (5.41) du spectre simulé avec (5.32) possèdent un sens de variation et une allure semblable à la théorie. Ces résultats sont en très bonne concordance avec la théorie. On remarque cependant que vers 10kHz , le modèle décroche de la théorie. La contribution des modes supérieurs de vibration ne peut plus être négligée et par conséquent notre hypothèse fondamentale de simplification n'est plus valable.

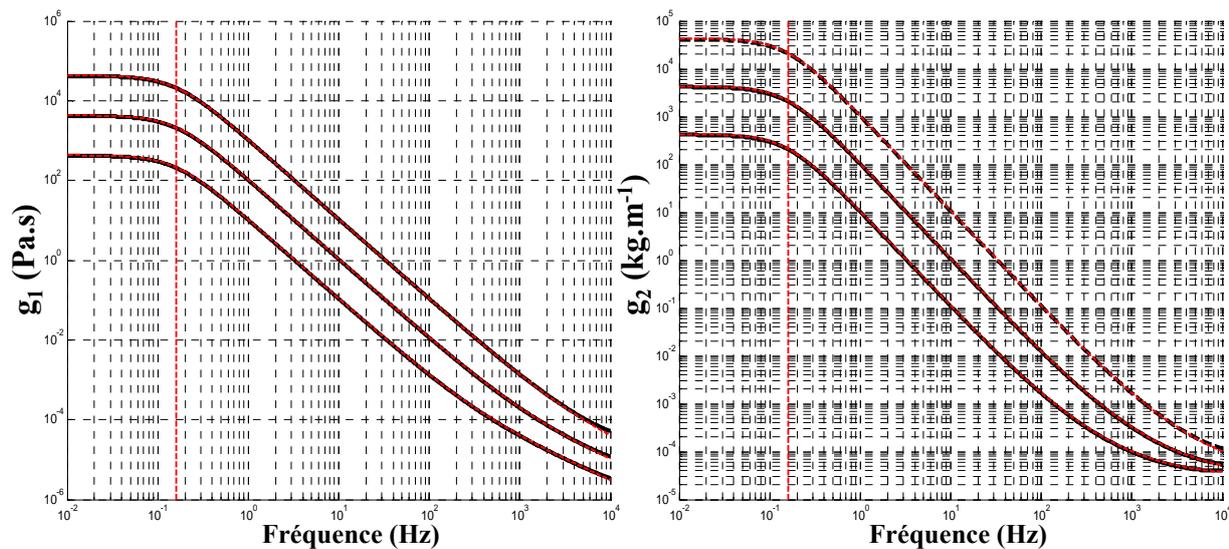


Figure 5.11 : Extraction des composantes g_1 (a) et g_2 (b) (en noir) du spectre de vibration présenté dans la Figure 5.10 et confrontation à notre modèle (tirets rouges --).

5.3.3. Extraction du cisaillement et de la viscosité complexe

Nous avons deux inconnues G' et G'' . Il est possible de les déterminer à partir de la mesure simultanée de phase et de gain de la fonction de transfert mécanique totale. Il nous faut résoudre un système de deux équations à deux inconnues (G' et G'') tel que :

$$\begin{cases} g_1 = DG'' + B\sqrt{\sqrt{G'^2 + G''^2} - G'} \\ g_2\omega = C + DG' + B\sqrt{\sqrt{G'^2 + G''^2} + G'} \end{cases} \quad (5.42)$$

On pose :

$$Z = \sqrt{\sqrt{G'^2 + G''^2} - G'} \quad (5.43)$$

Après résolution du système, il vient :

$$G' = \frac{[D(g_2\omega - C) + B^2]Z - Bg_1}{D^2Z} \quad (5.44)$$

$$G'' = \frac{g_1 - BZ}{D} \quad (5.45)$$

Avec

$$Z = \sqrt{\frac{-(B^2 + 2D(g_2\omega - C)) + \sqrt{(B^2 + 2D(g_2\omega - C))^2 + 4D^2g_1^2}}{2D^2}} \quad (5.46)$$

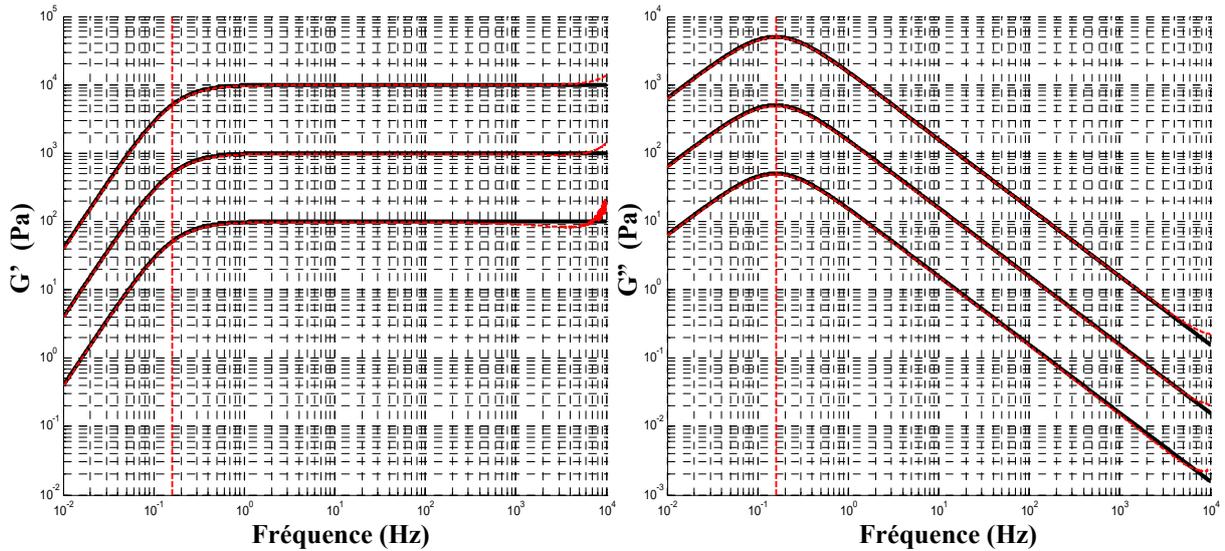


Figure 5.12 : Extraction des parties réelles G' et imaginaires G'' de module de cisailment complexe des fluides viscoélastiques présentés en Figure 5.10 et confrontation à notre modèle (tirets rouges --).

La Figure 5.12 présente l'extraction des parties réelles et imaginaires du cisailment complexe en fonction de la fréquence de vibration de la poutre à partir de son spectre. On retrouve que le comportement du fluide est maxwellien sur une gamme de fréquence de 10^{-2} Hz à 10kHz conformément au modèle rhéologique de fluide intégré dans la simulation. Nous remarquons une très bonne cohérence entre les deux valeurs. Il en est de même pour la viscosité complexe (Cf. Figure 5.13).

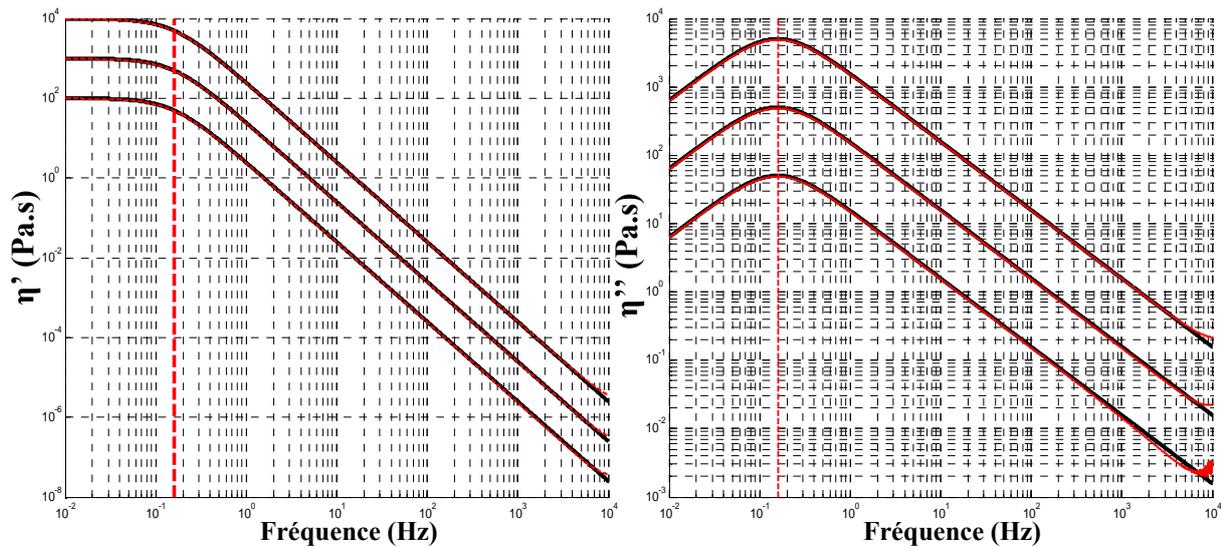


Figure 5.13 : Extraction des parties réelles η' et imaginaires η'' de la viscosité complexe des fluides viscoélastiques présentés en Figure 5.10.

5.4. Mesures rhéologiques

5.4.1. Comportement non newtonien

La solution utilisée est un mélange binaire de polymère d'EHDТ (*1-Butyl-1-methyl-3-[3-(3-butyl-3-methylureido)-4-methylphenyl] urea*) dilué à 10% en masse dans du dodécane, $C_{12}H_{26}$. Lortie&al⁵ ont étudié le comportement rhéologique de ce type de solution. Le comportement de cette solution est maxwellien sur une gamme de 10^{-2} Hz à 10Hz. C'est un fluide viscoélastique dont les propriétés rhéologiques mesurés à l'aide d'un rhéomètre cône-plan sont les suivantes : $G_0=47Pa$ et $\lambda=1s$. La masse volumique de ce gel d'EHDТ est de $750kg.m^{-3}$. Sur la *Figure 5.14*, nous avons mesuré les spectres de vibration d'une poutre immergée dans 3 fluides différents : dodécane pur, gel d'EHDТ et air. Le dodécane est un fluide newtonien dont la viscosité dynamique est de $1,5cP$ ⁶. On remarque que l'ajout d'EHDТ dans du dodécane modifie clairement les propriétés mécaniques du solvant. La fréquence de résonance est beaucoup plus élevée et l'amortissement a diminué. Il a été compensé par un apport d'« élasticité » à la solution.

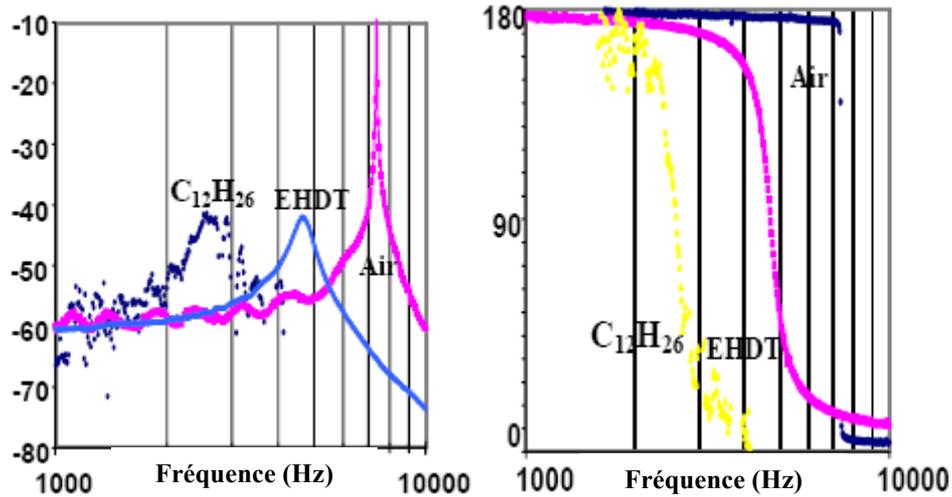


Figure 5.14 : Mesure du module (a) et de la phase (b) de la fonction de transfert pour une poutre en silicium de géométrie $70\mu\text{m} \times 200\mu\text{m} \times 4000\mu\text{m}$ immergée dans trois fluides différents : air, EHDT et dodécane ($\text{C}_{12}\text{H}_{26}$).

Ce comportement viscoélastique s'explique par des analyses moléculaires qui diffèrent selon la structure de l'échantillon. Les molécules de dodécane ont des chaînes carbonées de petite longueur et de faible rayon d'action. Elles correspondent tout à fait au modèle de fluide newtonien. Dans le cas d'un gel-EHDT, l'origine de ce comportement est lié aux chaînes macromoléculaires adjacentes qui forment des boucles d'enchevêtrement topologique les unes avec les autres. Aux fréquences de vibration du spectre, de 1000Hz à 10kHz, la période de sollicitation est trop courte si bien que la solution a tendance à se comporter comme un réseau réticulé. Les boucles d'enchevêtrement jouent rôle de liaisons chimiques assurant une certaine cohésion du matériau. Visuellement, cela se traduit par un changement d'aspect. On passe d'un dodécane huileux à un mélange EHDT-Dodécane gélatineux.

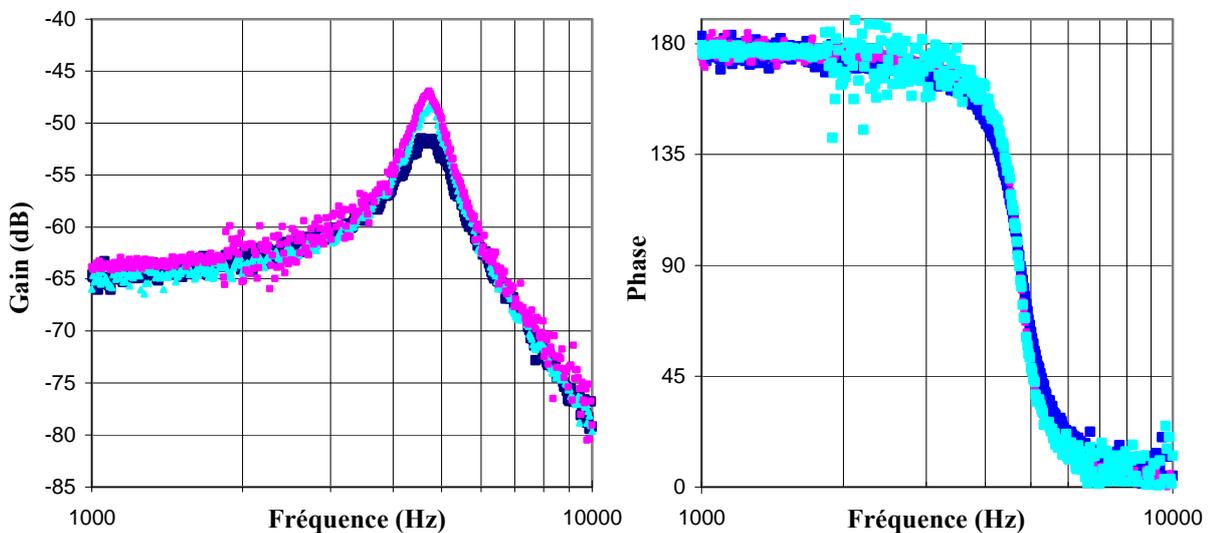


Figure 5.15 : Mesure du gain (a) et de la phase (b) de la fonction de transfert pour une poutre en silicium de géométrie $70\mu\text{m} \times 200\mu\text{m} \times 4000\mu\text{m}$ immergée dans un mélange EHDT-dodécane à différents titres massiques d'EHDT obtenue par dilution de la solution mère à 10% de titre massique.

Dans la *Figure 5.15*, nous procédons à la mesure des spectres de vibrations dans des solutions diluées d'EHDT dont les propriétés rhéologiques figurent dans le *Tableau 5.1*. Aux fréquences de vibrations élevées, de 1kHz à 10kHz, nous sommes bien au-delà de la fréquence caractéristique du fluide. Les mélanges ont des masses volumiques similaires. Les modules de cisaillement sont sensiblement différents. La dilution diminue la rigidité du système. L'amplitude des vibrations s'en trouvent augmentée. Cependant les fréquences de résonance diminuent. La dilution fait tendre notre système vers celui du dodécane pur.

Module de cisaillement G_0	47Pa	20 Pa	10 Pa
Temps caractéristique λ	0.25s	1.1s	2s
Masse volumique ρ	750 kg.m^{-3}	740 kg.m^{-3}	730 kg.m^{-3}

Tableau 5.1 : Caractéristiques mesurées par un rhéomètre cône plan à 25°C pour les différents mélanges d'EHDT dilués.

5.4.2. Fonction de transfert mécanique et force hydrodynamique

Pour d'autres géométries de poutre, on observe les mêmes spectres de vibrations (Cf. *Figure 5.16*). Le phénomène de résonance apparaît de nouveau. Nous restons toujours dans l'hypothèse d'un premier mode prédominant.

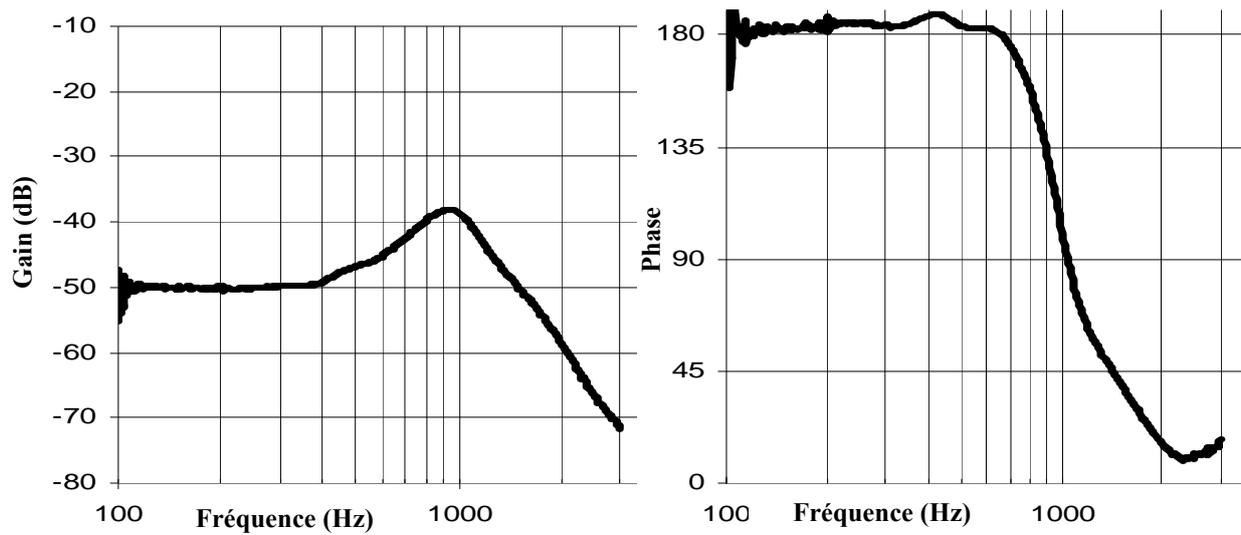


Figure 5.16 : Mesure du gain (a) et de la phase (b) de la fonction de transfert pour une poutre en silicium de géométrie $23\mu\text{m} \times 600\mu\text{m} \times 4000\mu\text{m}$ immergée dans un mélange EHDT-dodécane à 10% de titre massique d'EHDT.

D'après les formules (5.40) et (5.41), nous sommes capables d'extraire les composantes de la force hydrodynamique exercée par le gel d'EHDT sur la poutre. La figure 5.17 nous montre l'évolution de ces composantes en fonction de la fréquence. Contrairement aux fluides newtoniens, la composante liée à la dissipation de l'énergie cinétique g_I diminue avec la fréquence. Ainsi les pertes mécaniques liées au frottement fluide sont beaucoup moins importantes à hautes fréquences. On confirme le comportement non newtonien observé lors de la comparaison du spectre du dodécane pur et du mélange EHDT-Dodécane.

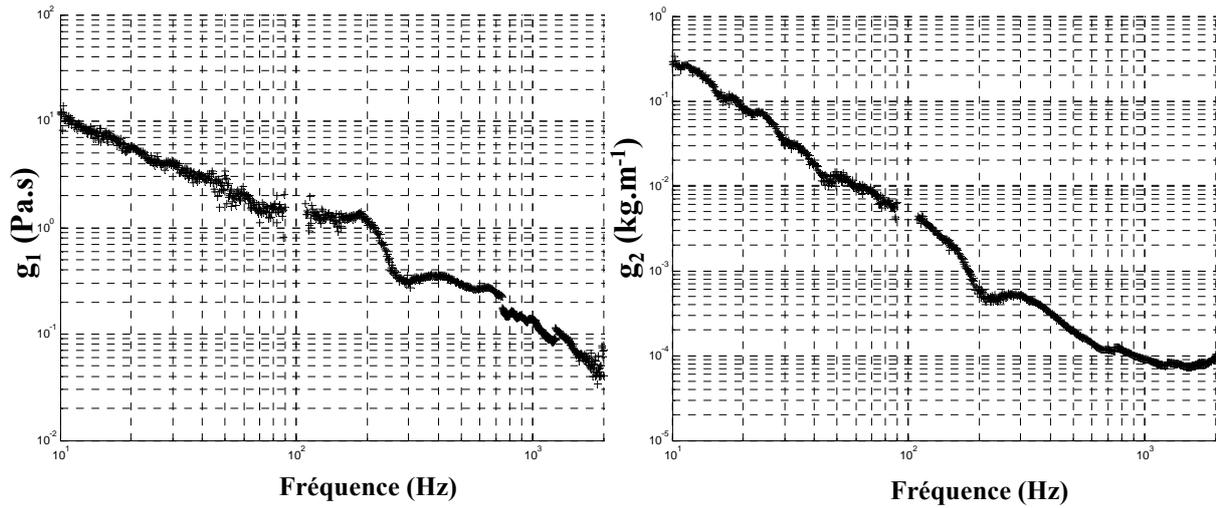


Figure 5.17 : Extraction des composantes g_1 et g_2 du spectre de vibration présenté dans la Figure 5.16

5.4.3. Rhéogrammes

Les formules (5.44) et (5.45) nous permettent d'estimer les parties réelles et imaginaires de la rigidité de cisaillement. Le comportement maxwellien du fluide n'est pas confirmé. En effet, la partie imaginaire G'' n'est pas nulle. La valeur de G' est d'environ 220Pa. Cependant, l'extraction de la viscosité de la solution, nous montre une viscosité qui décroît avec la fréquence ce qui est en bon accord avec nos prédictions expérimentales. De plus, nous travaillons sur une gamme de fréquences où le comportement rhéologique du fluide ne suit plus forcément le modèle maxwellien.

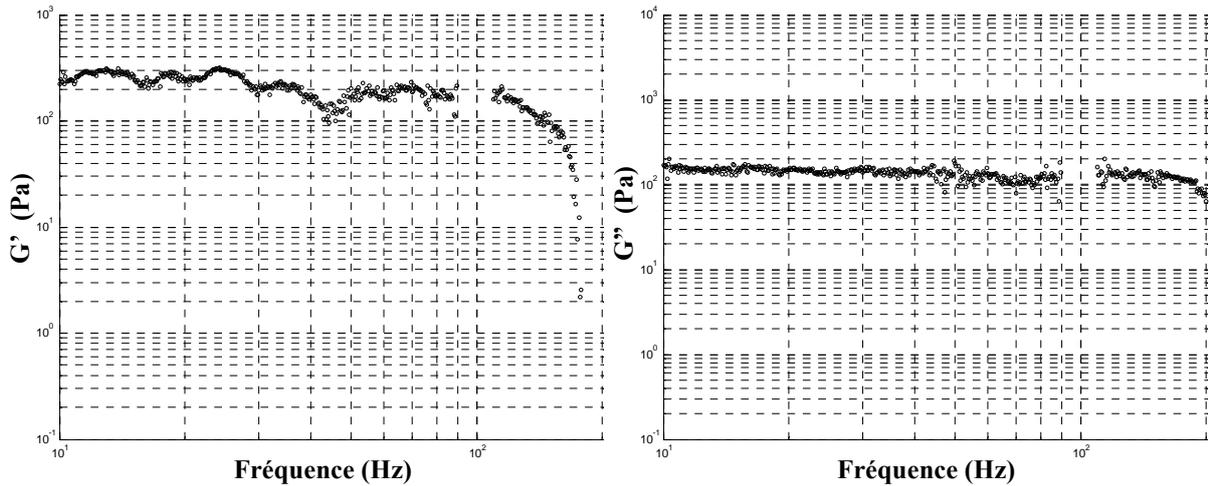


Figure 5.18 : Extraction des parties réelles et imaginaire de la rigidité de cisaillement du spectre de vibration présenté dans la Figure 5.16

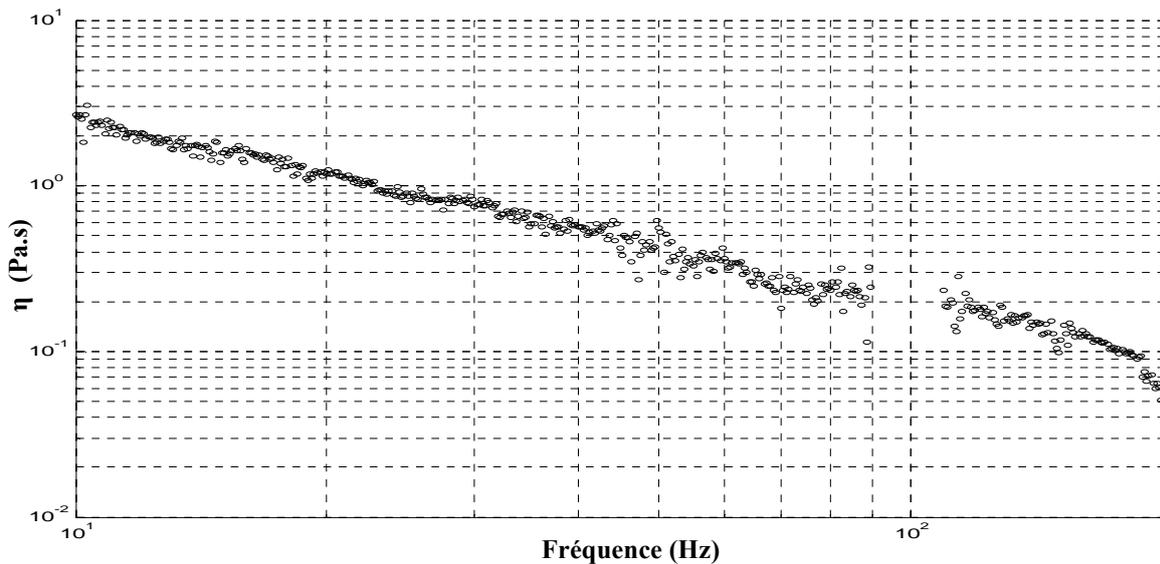


Figure 5.19 : Extraction de la viscosité à partir du spectre de vibration présenté dans la Figure 5.16

Pour confirmer la méthode d'extraction des paramètres viscoélastiques, une autre mesure dans un fluide purement visqueux a été réalisée. Nous avons utilisé une huile silicone. La méthode présentée a été appliquée et les résultats sont présentés dans la *Figure 5.20*. La viscosité dynamique moyenne estimée par notre méthode est proche de 120cP. La valeur donnée par le fournisseur est de 96.5cP. On observe une viscosité dynamique qui dépend très peu de la fréquence des sollicitations mécaniques.

La qualité des mesures dépend aussi de la bonne connaissance des poutres utilisées. Notre modèle est valide. Cependant, le comportement maxwellien du mélange EHDT-Dodécane dans la gamme de fréquences choisie semble désormais discutable.

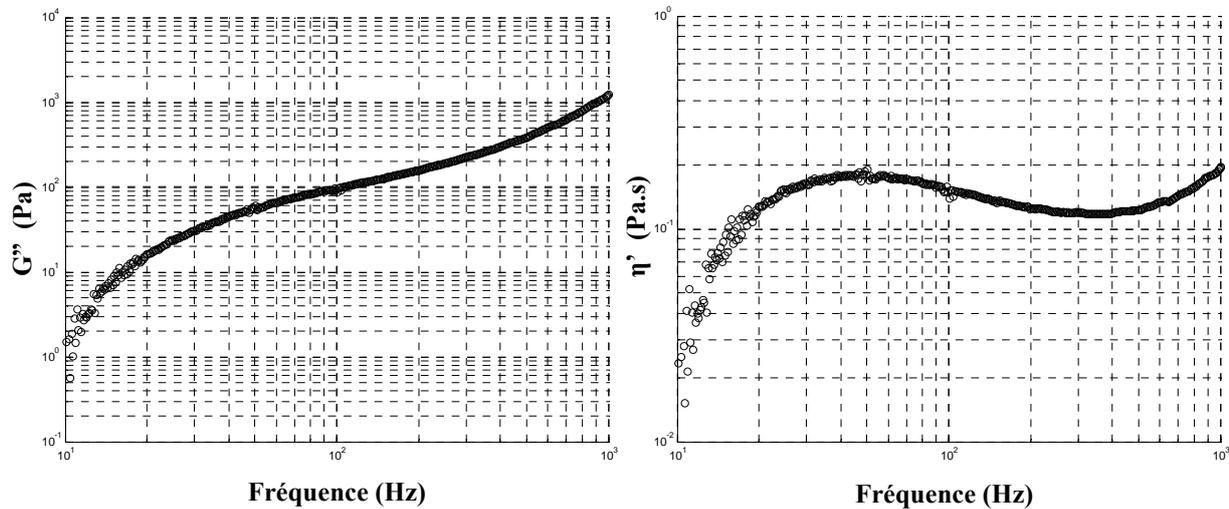


Figure 5.20 : Mesure de G'' et de η' pour une poutre en silicium de géométrie $20\mu\text{m} \times 600\mu\text{m} \times 4000\mu\text{m}$ immergée dans huile silicone de viscosité dynamique 100cP et de masse volumique $1000\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$.

Finalement, le modèle établi est confirmé par les simulations et conforter par les mesures dans des fluides newtoniens. Nous avons vu aussi qu'il est possible d'extraire le comportement rhéologique de tout type de fluide. L'interprétation des résultats est à mettre en œuvre par un modèle de comportement rhéologique théorique adaptée.

5.5. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons pu observer l'influence du comportement rhéologique du fluide sur la dynamique de la poutre. Nous avons étudié le cas de la viscoélasticité en se conformant au modèle de Maxwell. Un modèle théorique a été établi et explique la dynamique de la poutre immergée dans un fluide complexe à l'aide d'une nouvelle fonction hydrodynamique universelle. Nous avons pu expliquer l'apparition du phénomène de résonance malgré l'aspect de «gel compact» des échantillons étudiés. L'origine vient du comportement rhéologique à dominante élastique de ces solutions aux fréquences élevées des vibrations par rapport à la fréquence caractéristique du fluide. Par conséquent, nous restons toujours dans l'hypothèse

d'un premier mode dominant. Nous avons montré que l'estimation de G' et G'' est possible en suivant une démarche semblable à celle exposée dans le chapitre 4. Les expressions analytiques des parties réelles et imaginaires du module de cisaillement du fluide complexe en fonction de la fréquence ont été données. Nos mesures confirment un comportement non newtonien de l'EHD. La vérification de la méthode proposée basée sur l'expression de la fonction hydrodynamique que nous avons développée a été réalisée sur les mesures de viscosité de fluides newtoniens.

Bibliographies Chapitre 5 :

- ¹ P.G.De Gennes, "Reptation of a polymer chain in the presence of fixed obstacles", The Journal of Chemical Physics, Vol 55, n°2, (1971).
- ² J.F. Berret, G. Porte, J.P. Decruppe, "Inhomogenous shear flows of wormlike micelles: A master dynamic phase diagram", Physical Review E, **55**, pp.1668-1676 (1997).
- ³ A.Maali, C.Hurth, R.Boisgard, C.Jai, T.Cohen-Bouhacina, J.P.Aimé, "Hydrodynamic of oscillating atomic force microscopy cantilevers in viscous fluid", Journal of Applied Physics, 97, n°7, (2005).
- ⁴ N.Belmiloud, I.Dufour, L.Nicu, A.Colin, "Vibrating microcantilever used as viscosimeter and rheometer", IEEE sensors, Daegu, South Korea, 22-25 October 2006, pp753-756
- ⁵ F.Lortie, S.Boileau, F.Bouteiller, C.Chassenieux, B.Demé, G.Ducouret, M.Jalabert, F.Laupretre, P.Terech, "Structural on rheological study of a bis urea based reversible polymer in an apolar solvent", Langmuir, 18, p7218-7222, (2002).
- ⁶ D.R.Caudwell, J.P.M.Trusler, V.Vesovic, W.A.Wakeham, "The viscosity and density of n-dodecane and n-octadecane at pressure up to 200MPa and temperatures up to 473K", International Journal of Thermophysics, vol.25, 5, p1339-1352, (2004).

Conclusion générale et perspectives

Nous avons montré la capacité de microstructures vibrantes à sonder les propriétés mécaniques du fluide dans lequel elle est immergée en vue d'applications microfluidiques pour le suivi cinétique de chimie haut débit. La dynamique de la poutre en milieu liquide a été détaillée. Cela a permis de visualiser l'influence du fluide sur les caractéristiques du spectre de vibration d'une micropoutre immergée en milieu liquide. Quelles soient la fréquence et la géométrie de la poutre, le fluide s'oppose toujours au mouvement. Une étude détaillée du modèle préexistant de viscosimétrie a permis de simplifier la démarche liée au protocole de mesure et d'étendre la gamme de viscosité sondée hors résonance. Le domaine de validité des hypothèses simplificatrices a pu être identifié. Dans l'hypothèse d'un premier mode prédominant devant les modes supérieurs. Nous avons assimilé la dynamique de la poutre à un oscillateur harmonique amorti en régime forcé. Cette analogie nous permet désormais de mesurer la viscosité dynamique et la masse volumique à chaque fréquence de vibration de la poutre immergée. La précision des mesures dépend de la bonne connaissance des dimensions de la micropoutre. Ensuite, une modélisation performante de l'interaction fluide/microstructure dans le cas des fluides complexes a été exposée. La différence par rapport à la modélisation faite dans le cas des fluides newtoniens, réside dans le fait que, dans ce cas, la viscosité n'est plus assimilable à un nombre réel mais à un nombre complexe. Cette modélisation analytique a ensuite été utilisée, comme dans le cas newtonien, pour obtenir une méthode d'extraction des propriétés viscoélastiques du fluide en fonction de la fréquence. L'originalité de la méthode déjà développée dans le cas newtonien vient du fait que la viscoélasticité est estimée pour chaque fréquence de mesure. Le modèle théorique et le protocole de mesure ont été établis et laissent place à de nombreuses perspectives axées autour de 3 thématiques : la miniaturisation de la chaîne totale d'acquisition par détection et actionnement intégrés à la microstructure, le design des microstructures et l'utilisation comme capteur en milieu biologique.

Microstructures à actionnement et détection intégrés

L'objectif est de réaliser des microstructures avec système d'actionnement et de détection du mouvement intégré permettant d'obtenir des mesures électriques précises du spectre de vibration mécanique des microstructures. Les systèmes d'actionnement et de détection intégrés avaient été prévus sur les prototypes qui ont servi durant cette thèse, mais un couplage capacitif trop important entre les signaux a empêché la mesure précise de l'ensemble du spectre (seules les mesures autour de la fréquence de résonance correspondaient à la vibration mécanique des structures). De ce fait, afin d'appliquer la méthode d'extraction des propriétés rhéologiques en fonction de la fréquence, un système de mesure optique a été employé pour valider la méthode. En perspective de ce travail, nous pouvons envisager trois solutions :

- 1) utilisation d'une couche piézoélectrique pour faire l'actionnement et la détection.
- 2) prise en compte du couplage possible entre l'actionnement électromagnétique et la détection par piézorésistances afin de concevoir un design minimisant au maximum ce couplage (piste de blindage, et éloignement géométrique des pistes et plots de contact).
- 3) si ces deux solutions ne permettent pas d'aboutir à un système de mesure satisfaisant, un système électronique de compensation du couplage capacitif pourra être envisagé.

Optimisation de la géométrie des microstructures

L'optimisation de la géométrie des microstructures pourrait être faite en combinant les résultats obtenus : modélisation analytique de la vibration d'une microstructure dans un fluide complexe et limite technologique de fabrication d'un microsystème à mesure intégrée du spectre de vibration. L'optimisation viserait à améliorer la sensibilité de la mesure en fonction de la gamme souhaitée de fréquence et des ordres de grandeur des propriétés des fluides à caractériser. Ceci permettrait d'améliorer les performances (précision, sensibilité) par rapport aux premiers prototypes qui auront été utilisés durant cette thèse.

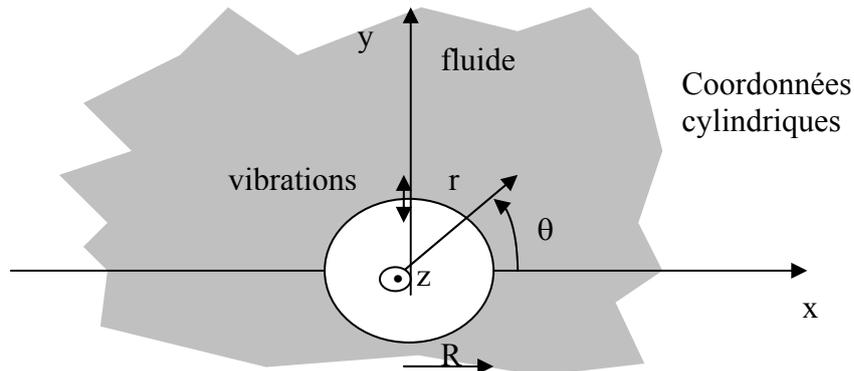
Application aux systèmes de détection (bio)chimique en milieu liquide

Les motivations concernant cette perspective viennent de la capacité des microstructures en régime dynamique (membrane, micropoutre) pour faire de la détection d'espèces en milieu liquide. En effet, le bon fonctionnement de tels microsystemes de détection (bio)chimiques nécessite de s'affranchir au maximum de toute variation parasite due à la modification des propriétés viscoélastiques du fluide (par exemple la viscosité). La détermination analytique de la fonction hydrodynamique d'une micropoutre ou micromembrane dans un fluide complexe permet d'envisager trois pistes d'amélioration des microsystemes de détection à base de MEMS :

1. ***Dimensionnement des microstructures*** de façon à réduire au maximum l'influence des propriétés rhéologiques du fluide sur la réponse dynamique de la microstructure (effet contraire à celui recherché dans le cas d'une utilisation en microrhéomètre)
2. ***Prise en compte de l'effet des variations possibles de viscosité*** afin d'extraire du signal de mesure l'effet de la sorption par la couche sensible des composés recherchés
3. ***Mesures des propriétés viscoélastiques des fluides*** afin de déterminer la concentration de l'espèce recherchée. En effet, en présence d'un mélange de composés a priori connus, l'utilisation de MEMS sans couche sensible peut servir à la détermination de la composition du mélange par l'intermédiaire de mesure des propriétés viscoélastiques du liquide.

ANNEXE 2.1 : Calcul de la force exercée par un fluide sur une poutre de section circulaire

1- Géométrie du problème

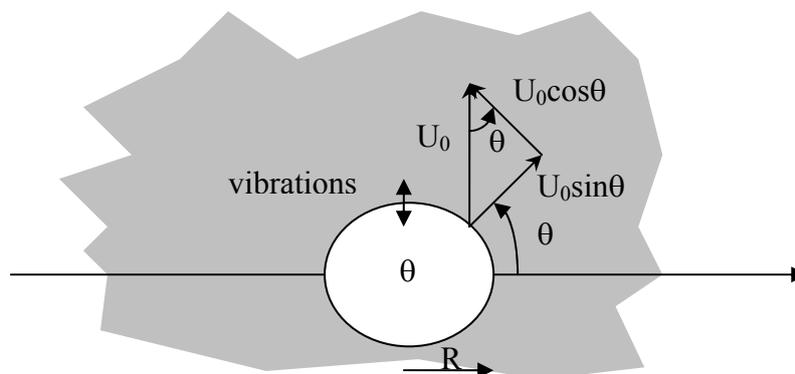


Compte tenu des symétries du problème, toutes les variables sont indépendantes de z et dépendent seulement de r et θ .

Compte tenu des symétries la vitesse du fluide n'a pas de composante suivant \vec{e}_z :

$$\vec{v} = v_r(r, \theta)\vec{e}_r + v_\theta(r, \theta)\vec{e}_\theta$$

La vitesse de chaque point périphérique de la poutre est vertical sur la figure 1 et 2 et de module $|v(r = R)| = U_0 e^{j\omega t}$.



$$\text{Donc : } v_r(r = R) = U_0 e^{j\omega t} \sin \theta \text{ et } v_\theta(r = R) = U_0 e^{j\omega t} \cos \theta$$

2- Rappel des propriétés des opérateurs et des expressions en coordonnées cylindriques

$$\text{grad } f = \frac{\partial f}{\partial r} \vec{e}_r + \frac{1}{r} \frac{\partial f}{\partial \theta} \vec{e}_\theta + \frac{\partial f}{\partial z} \vec{e}_z$$

$$\text{div } \vec{A} = \frac{1}{r} \frac{\partial (rA_r)}{\partial r} + \frac{1}{r} \frac{\partial A_\theta}{\partial \theta} + \frac{\partial A_z}{\partial z}$$

$$\text{rot } \vec{A} = \left(\frac{1}{r} \frac{\partial A_z}{\partial \theta} - \frac{\partial A_\theta}{\partial z} \right) \vec{e}_r + \left(\frac{\partial A_r}{\partial z} - \frac{\partial A_z}{\partial r} \right) \vec{e}_\theta + \frac{1}{r} \left(\frac{\partial (rA_\theta)}{\partial r} - \frac{\partial A_r}{\partial \theta} \right) \vec{e}_z$$

$$\Delta f = \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial f}{\partial r} \right) + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 f}{\partial \theta^2} + \frac{\partial^2 f}{\partial z^2} = \frac{\partial^2 f}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial f}{\partial r} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 f}{\partial \theta^2} + \frac{\partial^2 f}{\partial z^2}$$

$$\Delta \vec{A} = \begin{cases} \frac{\partial^2 A_r}{\partial r^2} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 A_r}{\partial \theta^2} + \frac{\partial^2 A_r}{\partial z^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial A_r}{\partial r} - \frac{2}{r^2} \frac{\partial A_\theta}{\partial \theta} - \frac{A_r}{r^2} \\ \frac{\partial^2 A_\theta}{\partial r^2} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 A_\theta}{\partial \theta^2} + \frac{\partial^2 A_\theta}{\partial z^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial A_\theta}{\partial r} + \frac{2}{r^2} \frac{\partial A_r}{\partial \theta} - \frac{A_\theta}{r^2} \\ \frac{\partial^2 A_z}{\partial r^2} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 A_z}{\partial \theta^2} + \frac{\partial^2 A_z}{\partial z^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial A_z}{\partial r} \end{cases}$$

$$\text{rot}(\text{grad}) = \vec{0}$$

$$\text{div}(\text{rot}) = 0$$

$$\text{rot}(\text{rot}) = \text{grad}(\text{div}) - \Delta \quad (\text{pour vecteur})$$

$$\Delta = \text{div}(\text{grad}) \quad (\text{pour scalaire})$$

$$\text{grad}(fg) = f \text{grad}(g) + g \text{grad}(f)$$

$$\text{div}(f\vec{A}) = f \text{div}\vec{A} + \text{grad}f \cdot \vec{A}$$

$$\text{rot}(f\vec{A}) = f \text{rot}\vec{A} + \text{grad}f \wedge \vec{A}$$

3- Mise en équation

3-1 Définition du potentiel vecteur :

Le fluide est incompressible :

$$\text{div}(\vec{v}) = 0$$

Donc il existe un potentiel vecteur \vec{A} qui vérifie : $\text{rot } \vec{A} = \vec{v}$. Donc :

$$v_r = \frac{1}{r} \frac{\partial A_z}{\partial \theta}$$

$$v_\theta = -\frac{\partial A_z}{\partial r}$$

$$0 = \frac{\partial(rA_\theta)}{\partial r} - \frac{\partial A_r}{\partial \theta}$$

Donc $\vec{A} = A_z(r, \theta) \vec{e}_z = \psi(r, \theta) \vec{e}_z$ avec $v_r = \frac{1}{r} \frac{\partial \psi}{\partial \theta}$ et $v_\theta = -\frac{\partial \psi}{\partial r}$

3-2 Equation de Navier-Stokes avec la vitesse :

L'équation de Navier-Stokes est :

$$\frac{\partial \vec{v}}{\partial t} = -\frac{1}{\rho} \text{grad} P + \frac{\eta}{\rho} \Delta \vec{v}$$

Donc en prenant le rotationnel de l'équation de Navier-Stokes et en utilisant les propriétés des opérateurs :

$$\begin{aligned} \text{rôt} \left(\frac{\partial \vec{v}}{\partial t} \right) &= -\text{rôt} \left(\frac{1}{\rho} \text{grad} P \right) + \text{rôt} \left(\frac{\eta}{\rho} \Delta \vec{v} \right) \\ &= -\frac{1}{\rho} \text{rôt}(\text{grad} P) - \text{grad} \left(\frac{1}{\rho} \right) \wedge \text{grad} P + \frac{\eta}{\rho} \text{rôt}(\Delta \vec{v}) + \text{grad} \left(\frac{\eta}{\rho} \right) \wedge \Delta \vec{v} \\ &= \frac{\eta}{\rho} \text{rôt}(\Delta \vec{v}) \end{aligned}$$

Or en notation complexe :

$$\begin{aligned} \text{rôt} \left(\frac{\partial \vec{v}}{\partial t} \right) &= \text{rôt}(j\omega \vec{v}) \\ &= j\omega \text{rôt}(\vec{v}) + \text{grad}(j\omega) \wedge \vec{v} \\ &= j\omega \text{rôt}(\vec{v}) \end{aligned}$$

Donc l'équation de Navier-Stokes s'écrit :

$$j\omega \text{rôt}(\vec{v}) = \frac{\eta}{\rho} \text{rôt}(\Delta \vec{v})$$

3-3 Equation de Navier-Stokes avec le potentiel vecteur :

$\text{rôt} \vec{A} = \vec{v}$ donc l'équation de Navier Stokes s'écrit : $j\omega \text{rôt}(\text{rôt} \vec{A}) = \frac{\eta}{\rho} \text{rôt}(\Delta(\text{rôt} \vec{A}))$

Concernant le premier terme de l'équation de Navier Stokes :

$$\text{rôt}(\text{rôt}A) = \text{grad}(\text{div}\vec{A}) - \Delta\vec{A} = -\Delta\vec{A} \text{ car } \text{div}\vec{A} = 0 \text{ (} \vec{A} \text{ a seulement une composante suivant } \vec{e}_z$$

et elle est indépendante de z).

Concernant le second terme de l'équation de Navier Stokes :

$$\Delta(\text{rôt}\vec{A}) = \text{grad}(\text{div}(\text{rôt}\vec{A})) - \text{rôt}(\text{rôt}(\text{rôt}\vec{A})) = -\text{rôt}(\text{rôt}(\text{rôt}\vec{A}))$$

$$\begin{aligned} \text{Donc } \text{rôt}(\Delta(\text{rôt}\vec{A})) &= -\text{rôt}(\text{rôt}(\text{rôt}(\text{rôt}\vec{A}))) \\ &= -\text{rôt}(\text{rôt}(\text{grad}(\text{div}\vec{A}) - \Delta\vec{A})) \\ &= \text{rôt}(\text{rôt}(\Delta\vec{A})) \\ &= \text{grad}(\text{div}\Delta\vec{A}) - \Delta\Delta\vec{A} \end{aligned}$$

$$\text{Or } \Delta\vec{A} = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ \frac{\partial^2 \psi}{\partial r^2} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 \psi}{\partial \theta^2} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial \psi}{\partial r} \end{pmatrix}$$

Donc $\text{div}(\Delta\vec{A}) = 0$ ($\Delta\vec{A}$) a seulement une composante suivant \vec{e}_z et elle est indépendante de z).

$$\text{Donc } \text{rôt}(\Delta(\text{rôt}\vec{A})) = -\Delta\Delta\vec{A}$$

Finalement l'équation de Navier-Stokes s'écrit :

$$\boxed{j\omega \Delta\vec{A} = \frac{\eta}{\rho} \Delta\Delta\vec{A}}$$

Compte tenu du fait que $\vec{A} = \psi(r, \theta) \vec{e}_z$:

$$\Delta\vec{A} = \left(\frac{\partial^2 \psi}{\partial r^2} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 \psi}{\partial \theta^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial \psi}{\partial r} \right) \vec{e}_z = \zeta \vec{e}_z$$

Et

$$\Delta\Delta\vec{A} = \left(\frac{\partial^2 \zeta}{\partial r^2} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 \zeta}{\partial \theta^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial \zeta}{\partial r} \right) \vec{e}_z$$

$$= \left(\frac{\partial^2 \left(\frac{\partial^2 \psi}{\partial r^2} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 \psi}{\partial \theta^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial \psi}{\partial r} \right)}{\partial r^2} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 \left(\frac{\partial^2 \psi}{\partial r^2} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 \psi}{\partial \theta^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial \psi}{\partial r} \right)}{\partial \theta^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial \left(\frac{\partial^2 \psi}{\partial r^2} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 \psi}{\partial \theta^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial \psi}{\partial r} \right)}{\partial r} \right) \vec{e}_z$$

L'équation de Navier-Stokes peut donc s'écrire :

$$\frac{j\omega\rho}{\eta} \left(\frac{\partial^2 \psi}{\partial r^2} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 \psi}{\partial \theta^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial \psi}{\partial r} \right)$$

$$= \frac{\partial^2 \left(\frac{\partial^2 \psi}{\partial r^2} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 \psi}{\partial \theta^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial \psi}{\partial r} \right)}{\partial r^2} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 \left(\frac{\partial^2 \psi}{\partial r^2} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 \psi}{\partial \theta^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial \psi}{\partial r} \right)}{\partial \theta^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial \left(\frac{\partial^2 \psi}{\partial r^2} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 \psi}{\partial \theta^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial \psi}{\partial r} \right)}{\partial r}$$

C'est-à-dire :

$$\boxed{\frac{j\omega\rho}{\eta} \Delta\psi = \Delta(\Delta\psi)}$$

3-4 Conditions aux limites :

Dans le cas de la figure 1 :

- Fluide infini donc :

$$v_r = v_\theta = 0 \text{ pour } r \rightarrow \infty$$

Pour ψ , ces conditions s'écrivent :

$$\frac{1}{r} \frac{\partial \psi}{\partial \theta} = 0 \text{ et } \frac{\partial \psi}{\partial r} = 0 \text{ pour } r \rightarrow \infty$$

3-5 Résolution pour la fonction courant et la vitesse :

En écrivant la solution sous la forme $\psi = \psi_1 + \psi_2$, avec $\boxed{\Delta\psi_1 = 0}$, il vient :

$$\Delta\psi = \Delta\psi_1 + \Delta\psi_2 = \Delta\psi_2 \text{ et } \Delta\Delta\psi = \Delta\Delta\psi_2.$$

$$\text{Donc } \boxed{\frac{j\omega\rho}{\eta} \psi_2 = \Delta\psi_2}$$

a) Résolution pour ψ_1

La solution de $\Delta\psi_1 = 0$ s'écrit dans le cas général:

$$\psi_1(r, \theta) = \left(A_1 r + \frac{A_2}{r} \right) \cos(\theta + \varphi_1)$$

b) Résolution pour ψ_2

La solution de $\frac{j\omega\rho}{\eta} \Delta\psi_2 = \Delta(\Delta\psi_2)$ s'écrit dans le cas général:

$$\psi_2(r, \theta) = \left[B_1 J_1 \left(\sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} r \right) + B_2 K_1 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} r \right) \right] \cos(\theta + \varphi_2)$$

Donc :

$$\psi(r, \theta) = \left[A_1 r + \frac{A_2}{r} \right] \cos(\theta + \varphi_1) + \left[B_1 J_1 \left(\sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} r \right) + B_2 K_1 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} r \right) \right] \cos(\theta + \varphi_2)$$

Donc :

$$v_r(r, \theta) = \frac{1}{r} \frac{\partial \psi}{\partial \theta} = - \left[A_1 + \frac{A_2}{r^2} \right] \sin(\theta + \varphi_1) - \frac{1}{r} \left[B_1 J_1 \left(\sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} r \right) + B_2 K_1 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} r \right) \right] \sin(\theta + \varphi_2)$$

$$v_\theta(r, \theta) = - \frac{\partial \psi}{\partial r} = - \left[A_1 - \frac{A_2}{r^2} \right] \cos(\theta + \varphi_1)$$

$$- B_1 \left[\sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} J_0 \left(\sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} r \right) - \frac{1}{r} J_1 \left(\sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} r \right) \right] \cos(\theta + \varphi_2)$$

$$+ B_2 \left[j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} K_0 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} r \right) + \frac{1}{r} K_1 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} r \right) \right] \cos(\theta + \varphi_2)$$

Simplification à cause des conditions pour r infini

$v_r = 0$ et $v_\theta = 0$ pour $r \rightarrow \infty$

Donc:

$$A_1 = 0.$$

Détermination des constantes à cause des conditions $r=R$:

La condition de non glissement fait que le fluide doit avoir la même vitesse que la poutre au contact de la poutre. Comme le précise Rosenhead (section VII.12 page 391) il est possible d'appliquer cette condition à la position moyenne du cylindre c'est-à-dire pour $r = R$:

$$v_r(r = R) = \frac{1}{r} \frac{\partial \Psi}{\partial \theta} = U_0 e^{j\omega t} \sin \theta \text{ et } v_\theta(r = R) = -\frac{\partial \Psi}{\partial r} = U_0 e^{j\omega t} \cos \theta$$

Donc $\varphi_1 = \varphi_2 = 0$. Les fonctions peuvent alors s'écrire :

$$\Psi(r, \theta) = \left[\frac{A_2}{r} + B_2 K_1 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} r \right) \right] \cos \theta$$

$$v_r(r, \theta) = -\frac{1}{r} \left[\frac{A_2}{r} + B_2 K_1 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} r \right) \right] \sin \theta$$

$$v_\theta(r, \theta) = \left\{ \frac{A_2}{r^2} + B_2 \left[j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} K_0 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} r \right) + \frac{1}{r} K_1 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} r \right) \right] \right\} \cos \theta$$

Les conditions aux limites $v_r(r = R) = U_0 e^{j\omega t} \sin \theta$ et $v_\theta(r = R) = U_0 e^{j\omega t} \cos \theta$ s'écrivent alors :

$$U_0 e^{j\omega t} = -\frac{A_2}{R^2} - \frac{B_2}{R} K_1 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} R \right)$$

$$U_0 e^{j\omega t} = \frac{A_2}{R^2} + B_2 \left[j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} K_0 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} R \right) + \frac{1}{R} K_1 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} R \right) \right]$$

Ainsi les expressions des deux constantes A_2 et B_2 peuvent être déterminées :

$$A_2 = -\frac{U_0 e^{j\omega t} R \left(-2j K_1 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} R \right) + R \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} K_0 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} R \right) \right)}{\sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} K_0 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} R \right)}$$

Et

$$B_2 = -\frac{2jU_0 e^{j\omega t}}{\sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta} K_0 \left(j\sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} R \right)}}$$

3-6 Détermination de la pression

D'après l'équation de Navier-Stokes :

$$\text{grad}P = \eta\Delta\vec{v} - j\omega\rho\vec{v}$$

Donc :

$$\frac{\partial P}{\partial r} = \eta \left(\frac{\partial^2 v_r}{\partial r^2} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 v_r}{\partial \theta^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial v_r}{\partial r} - \frac{2}{r^2} \frac{\partial v_\theta}{\partial \theta} - \frac{v_r}{r^2} \right) - j\omega\rho v_r$$

Et

$$\frac{1}{r} \frac{\partial P}{\partial \theta} = \eta \left(\frac{\partial^2 v_\theta}{\partial r^2} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 v_\theta}{\partial \theta^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial v_\theta}{\partial r} + \frac{2}{r^2} \frac{\partial v_r}{\partial \theta} - \frac{v_\theta}{r^2} \right) - j\omega\rho v_\theta$$

Compte tenu des expressions de v_r et v_θ , ces équations s'écrivent :

$$\frac{\partial P}{\partial r} = \frac{j\omega\rho}{r^2} A_2 \sin \theta$$

Et

$$\frac{1}{r} \frac{\partial P}{\partial \theta} = -\frac{j\rho\omega}{r^2} A_2 \cos \theta$$

Donc en intégrant la seconde équation, il vient :

$$P = -\frac{j\rho\omega}{r} A_2 \sin \theta + g(r)$$

Donc $\frac{\partial P}{\partial r} = \frac{j\rho\omega}{r^2} A_2 \sin \theta + \frac{dg}{dr}$, donc $\frac{dg}{dr} = 0$, donc $g = \text{constante}$. Cette constante est la pression à l'infini c'est-à-dire P_0 .

Il vient :

$$P = -\frac{j\rho\omega}{r} A_2 \sin \theta + P_0$$

3-7 Tenseurs pour forces normales et tangentielles

On considère la surface $r = R$.

La contrainte élémentaire sur un élément de cette surface s'écrit donc :

$$d\vec{T} = -P\vec{e}_r + \tau_{rr}\vec{e}_r + \tau_{r\theta}\vec{e}_\theta + \tau_{rz}\vec{e}_z$$

Avec (mécanique des fluides, Sébastien Candel, page 114) :

$$\tau_{rr} = 2\eta \frac{\partial v_r}{\partial r} - \frac{2}{3}\eta \operatorname{div}\vec{v} = 2\eta \frac{\partial v_r}{\partial r}$$

$$\tau_{r\theta} = \eta \left[r \frac{\partial (v_\theta/r)}{\partial r} + \frac{1}{r} \frac{\partial v_r}{\partial \theta} \right] = \eta \left[\frac{\partial v_\theta}{\partial r} - \frac{v_\theta}{r} + \frac{1}{r} \frac{\partial v_r}{\partial \theta} \right]$$

$$\tau_{rz} = \eta \left[\frac{\partial v_z}{\partial r} + \frac{\partial v_r}{\partial z} \right] = 0$$

Donc :

$$d\vec{T} = \left(-P + 2\eta \frac{\partial v_r}{\partial r} \right) \vec{e}_r + \eta \left[\frac{\partial v_\theta}{\partial r} - \frac{v_\theta}{r} + \frac{1}{r} \frac{\partial v_r}{\partial \theta} \right] \vec{e}_\theta$$

3-8 Détermination de la force due à la force locale normale

$$\begin{aligned} \vec{F}_{\text{linéique_loc_nor}} &= \int_{\text{cercle}} \left(-P(R, \theta) + 2\eta \frac{dv_r}{dr} \right) R d\theta \vec{e}_r \\ &= R \int_0^{2\pi} \left(-P(R, \theta) + 2\eta \frac{dv_r}{dr} \right) (\cos \theta \vec{e}_x + \sin \theta \vec{e}_y) d\theta \end{aligned}$$

Or :

$$\frac{dv_r}{dr} = \frac{\sin \theta}{r^3} \left(jB_2 r^2 \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} K_0 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} r \right) + 2B_2 r K_1 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} r \right) + 2A_2 \right)$$

Donc :

$$\begin{aligned}
\vec{F}_{linéique_loc_nor} &= -R \int_0^{2\pi} \left(\begin{array}{c} -\frac{j\rho\omega}{R} A_2 \sin \theta + P_0 \\ jB_2 R^2 \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} K_0 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} R \right) \\ -2\eta \frac{\sin \theta}{R^3} + 2B_2 R K_1 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} R \right) \\ + 2A_2 \end{array} \right) (\cos \theta \vec{e}_x + \sin \theta \vec{e}_y) d\theta \\
&= -R \int_0^{2\pi} \left(\begin{array}{c} -\frac{A_2}{R} \left(j\rho\omega + \frac{4\eta}{R^2} \right) \\ -\frac{2\eta}{R^2} B_2 \left(jR \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} K_0 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} R \right) + 2K_1 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} R \right) \right) \end{array} \right) \sin^2 \theta \vec{e}_y d\theta \\
&= \pi \left(\begin{array}{c} A_2 \left(j\rho\omega + \frac{4\eta}{R^2} \right) \\ + \frac{2\eta}{R} B_2 \left(jR \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} K_0 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} R \right) + 2K_1 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} R \right) \right) \end{array} \right) \vec{e}_y
\end{aligned}$$

3-9 Détermination de la force due à la force locale tangentielle

$$\begin{aligned}
\vec{F}_{linéique_loc_tang} &= \eta \int_{\text{cercle}} \left(\frac{1}{r} \frac{dv_r}{d\theta} + \frac{dv_\theta}{dr} - \frac{v_\theta}{r} \right)_{r=R} R d\theta \vec{e}_\theta \\
&= \eta R \int_0^{2\pi} \left(\frac{1}{r} \frac{dv_r}{d\theta} + \frac{dv_\theta}{dr} - \frac{v_\theta}{r} \right)_{r=R} (-\sin \theta \vec{e}_x + \cos \theta \vec{e}_y) d\theta
\end{aligned}$$

Or :

$$\frac{1}{r} \frac{dv_r}{d\theta} + \frac{dv_\theta}{dr} - \frac{v_\theta}{r} = \frac{-\cos \theta}{\eta r^3} \left(\begin{array}{c} 4\eta r K_1 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} r \right) \\ + j\omega\rho r^3 K_1 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} r \right) \\ + 2j r^2 \eta \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} K_0 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} r \right) \end{array} \right)$$

Donc:

$$\begin{aligned}\vec{F}_{linéique_loc_tang} &= -R \int_0^{2\pi} \frac{\cos \theta}{R^3} 4\eta A_2 + B_2 \left(\begin{array}{l} 4\eta R K_1 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} R \right) \\ + j\omega\rho R^3 K_1 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} R \right) \\ + 2jR^2 \eta \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} K_0 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} R \right) \end{array} \right) \left(-\sin \theta \vec{e}_x + \cos \theta \vec{e}_y \right) d\theta \\ &= -\frac{\pi}{R^2} 4\eta A_2 + B_2 \left(\begin{array}{l} K_1 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} R \right) (4\eta R + j\omega\rho R^3) \\ + 2jR^2 \eta \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} K_0 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} R \right) \end{array} \right) \vec{e}_y\end{aligned}$$

3-10 Détermination de la force totale

Donc la force totale est :

$$\vec{F}_{linéique} = \left[j\pi\rho\omega A_2 - j\pi\rho\omega B_2 R K_1 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} R \right) \right] \vec{e}_y$$

Compte tenu des expressions de A_2 et B_2 , la force totale linéique a pour expression

$$\vec{F}_{linéique} = -j\rho\omega\pi R^2 U_0 e^{j\omega t} \left(1 - \frac{4jK_1 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} R \right)}{R \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} K_0 \left(j \sqrt{\frac{-j\omega\rho}{\eta}} R \right)} \right) \vec{e}_y$$

4- Comparaison avec résultat de Sader

$$R_e = \frac{\rho\omega b^2}{4\eta} = \frac{\rho\omega R^2}{\eta}, \quad b = 2R$$

Donc:

$$\vec{F}_{linéique} = -j \frac{\pi\rho\omega b^2}{4} U_0 e^{j\omega t} \left(1 - \frac{4jK_1 \left(j \sqrt{-jR_e} \right)}{\sqrt{-jR_e} K_0 \left(j \sqrt{-jR_e} \right)} \right) \vec{e}_y$$

Or $U_0 e^{j\omega t} = j\omega W$

$$\vec{F}_{linéique} = \frac{\pi\rho\omega^2 b^2}{4} W \left(1 - \frac{4jK_1 \left(j \sqrt{-jR_e} \right)}{\sqrt{-jR_e} K_0 \left(j \sqrt{-jR_e} \right)} \right) \vec{e}_y$$

Or l'expression donnée par Sader est :

$$\vec{F}_{Sader} = \frac{\pi\rho\omega^2 b^2}{4} W \left(1 + \frac{4iK_1(-i\sqrt{iR_e})}{\sqrt{iR_e}K_0(-i\sqrt{iR_e})} \right) \vec{e}_y$$

Or avec les notations de Sader $i = -j$

Donc:

$$\vec{F}_{Sader} = \frac{\pi\rho\omega^2 b^2}{4} W \left(1 - \frac{4jK_1(j\sqrt{-jR_e})}{\sqrt{-jR_e}K_0(j\sqrt{-jR_e})} \right) \vec{e}_y$$

Il y a bien égalité des deux expressions.

Annexe 5.1. Dynamique des micelles géantes

Les molécules amphiphiles s'associent pour former une grande variété de structures que l'on peut moduler en ajustant des paramètres moléculaires et thermodynamiques. La plupart de ces structures peuvent être décrites à partir de concepts généraux de la physique des polymères et des membranes. Les solutions de micelles géantes sont caractérisées par une viscosité sous faible contrainte très élevée et une viscoélasticité très marquée. Le comportement de ces systèmes dépend fortement du temps de vie micellaire λ_{vie} spécifique du mécanisme de scission-recombinaison schématisé ci-dessous :

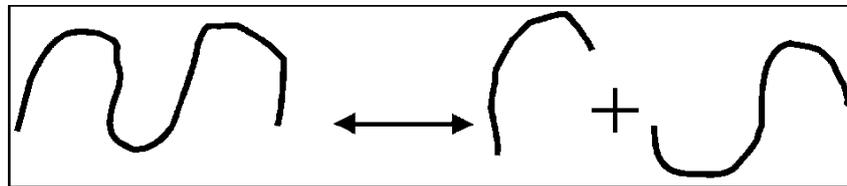


Figure 5A.1: Equilibre de scission-recombinaison, les macromolécules formées par l'assemblage de molécules amphiphiles sont cylindriques, forme minimisant l'énergie de la structure.

Le temps de vie micellaire est défini comme le temps moyen entre deux coupures (ou recombinaisons) consécutives et varie typiquement entre 1 ms et des dizaines de secondes selon le système. Pour les systèmes micellaires à dynamique très lente où le temps de vie micellaire est très grand, les micelles ont une dynamique similaire à celle de polymères classiques en solutions. Cette dynamique de fils longs et enchevêtrés peut être décrite par le modèle de reptation introduit par *P.G. De Gennes*¹. Dans cette approche, lors d'une expérience de fluage, les chaînes s'orientent tout d'abord le long d'une direction induite par l'écoulement. Cette anisotropie d'orientation cause une perte d'entropie et crée donc une contrainte. Ensuite, les chaînes retrouvent par un mécanisme de reptation une orientation isotrope. La contrainte relaxe alors progressivement. Ainsi, on observe deux comportements mécaniques opposés. Aux temps courts, la réponse est élastique, alors qu'aux temps longs la contrainte relaxe.

En écoulement stationnaire, cela se traduit par une réponse de type visqueux. Si σ est la contrainte, γ la déformation, le fluide viscoélastique à un seul temps de relaxation est régi par l'équation d'évolution en fonction du temps t :

$$\frac{\partial \sigma}{\partial t} + \frac{\sigma}{\lambda_R} = G_0 \frac{\partial \gamma}{\partial t} \quad (5A.1)$$

où λ_R est le temps de relaxation de la contrainte, et G_0 le module élastique aux temps courts, appelé communément module au plateau.

Décrivons maintenant précisément le mécanisme de reptation. Chaque chaîne est enchevêtrée avec ses voisines. On peut considérer en première approximation que celles-ci sont fixes et forment un tube d'enchevêtrements autour de la chaîne considérée. Cette chaîne ne peut alors se déplacer que comme un serpent dans un buisson de broussaille, par reptation. Plus précisément, la chaîne a ses deux extrémités symétriques qui sous l'action de la diffusion se déplace le long de son propre contour, tantôt dans un sens, tantôt dans l'autre. Ce mouvement aléatoire très lent finira par faire « oublier » à la chaîne son orientation initiale. L'orientation de la chaîne sera alors isotrope et la contrainte aura disparu. C'est ce mécanisme qui est responsable de la viscoélasticité des solutions de polymères semi-diluées (comme le miel par exemple).



Figure 5A.2 : Modèle de reptation simple d'une macromolécule cylindrique.

Ce mécanisme de reptation, bien connu dans le cas des polymères, s'applique lorsque la cinétique micellaire est suffisamment lente, c'est-à-dire lorsque l'intégrité de la micelle considérée est conservée pendant ce mécanisme. Il nous permet de définir λ_{rep} , le temps de désengagement d'une micelle de son tube en l'absence de cinétique micellaire. En revanche, si la cinétique micellaire est rapide, c'est-à-dire si le temps de vie λ_{vie} est petit devant ce temps λ_{rep} , le processus de relaxation sera différent. De nouvelles extrémités vont se créer le long de la micelle avant que cette dernière n'ait pu se désengager totalement de son tube

initial. Une nouvelle extrémité va diffuser sur une certaine distance avant de se recombinaison avec une extrémité voisine et sur cette distance la conformation initiale de la micelle sera oubliée. Ce mécanisme très efficace accélère considérablement la relaxation de contrainte. Le schéma relaxationnel précis, proposé par *M.Cates*², est le suivant : soit ℓ la distance sur laquelle diffuse la micelle entre 2 coupures consécutives, c'est-à-dire durant le temps de vie micellaire λ_{vie} . On a :

$$\ell^2 = D\lambda_{vie} \quad (5A.2)$$

où D est le coefficient de diffusion de la micelle dans son tube. Soit L la longueur moyenne des micelles. En l'absence de coupures et de recombinaisons, le temps de reptation classique λ_{rep} est donné par :

$$L^2 = D\lambda_{rep} \quad (5A.3)$$

On obtient donc la relation :

$$(\ell/L)^2 = \lambda_{vie}/\lambda_{rep} \quad (5A.4)$$

Déterminons maintenant le temps caractéristique λ_R nécessaire à effacer l'orientation initiale de la micelle. Il faut que tous les tronçons de la micelle aient vu une coupure à une distance inférieure à ℓ , pour qu'elles puissent ensuite perdre leur orientation par reptation. Le temps de relaxation est donc le temps au bout duquel un tronçon quelconque de longueur ℓ verra une coupure apparaître.

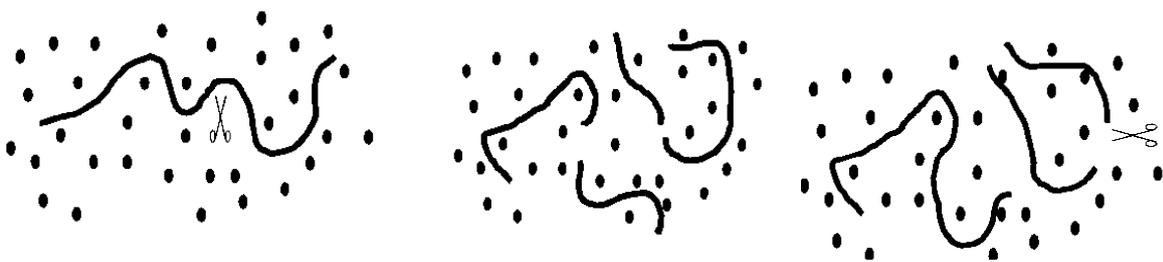


Figure 5A.3 : Relaxation avec scissions et recombinaisons

Ce temps de vie d'un tronçon de longueur ℓ est inversement proportionnel à sa longueur et est donc égal à $\lambda_{vie}L/\ell$.

Il est comme nous venons de le dire égal au temps de relaxation λ_R . Il vient alors d'après la relation (1.) :

$$\lambda_R = \sqrt{\lambda_{rep} \cdot \lambda_{vie}} \quad (5A.5)$$

Le temps de relaxation de la contrainte est la moyenne harmonique du temps de vie moyen des micelles et du temps de reptation d'une micelle insécable de longueur L . Par ailleurs, dans le cas de micelles avec un temps de vie très long, le mécanisme de reptation seul donne une relaxation complexe. Non seulement la distribution des longueurs de chaînes est exponentielle et le temps de reptation dépend de la longueur de la chaîne, mais encore les extrémités de chaque chaîne relaxent beaucoup plus vite que leur tronçon central. Dans le cas où les micelles ont un temps de vie court, le mécanisme décrit ci-dessus distribue la relaxation. Chaque tronçon va appartenir pendant la relaxation successivement à des micelles de longueur variées en étant situé de plus à des endroits divers de chacune des micelles. Le fluide est donc un fluide viscoélastique à un seul temps de relaxation.

Finalement, la relaxation de micelles géantes à temps de vie court est plus rapide que celle des micelles à temps de vie long. Les micelles branchées, dont l'existence a été prouvée par microscopie électronique, apparaissent lorsque l'énergie pour couper une micelle devient excessivement élevée. La formation de cylindres immensément longs étant très défavorable pour des raisons entropiques, le système préfère créer des jonctions intermicellaires. Le comportement dynamique de ces systèmes³ est tout à fait surprenant et très différent de celui des polymères classiques. Dans ce dernier cas, la présence de branchements ralentit considérablement la relaxation de contrainte car les branches doivent se rétracter au niveau du point de jonction. Prenons l'exemple d'une étoile à trois branches. Elle peut faire coulisser ses branches deux par deux, comme représenté ci-dessous.

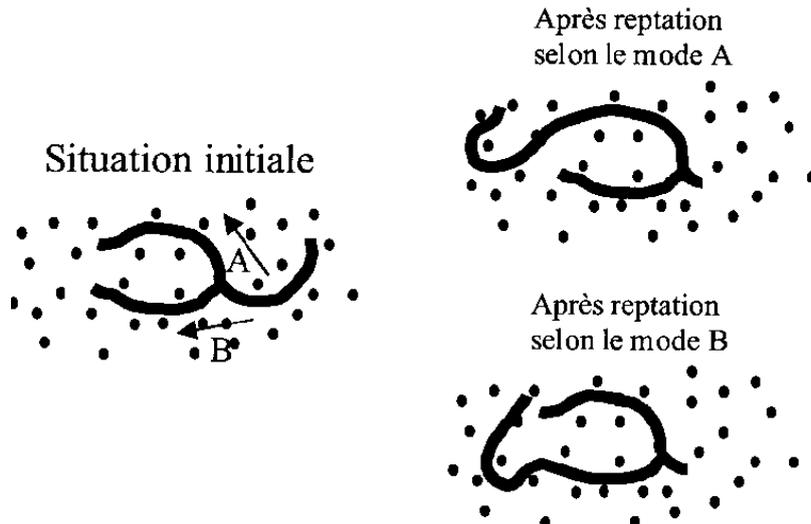


Figure 5A.3 : Reptation des micelles branchées

On peut alors par le même type d'argument que ceux exposés ci-dessus montrer qu'une micelle extrêmement branchée, mais subissant toujours des mécanismes de scission/recombinaison, possède un comportement équivalent à un ensemble de micelles dont la longueur serait égale à deux fois la distance entre deux connexions voisines de la micelle branchée. Ajouter des connexions dans une solution micellaire revient donc – du point de vue de la dynamique – à ajouter des extrémités.

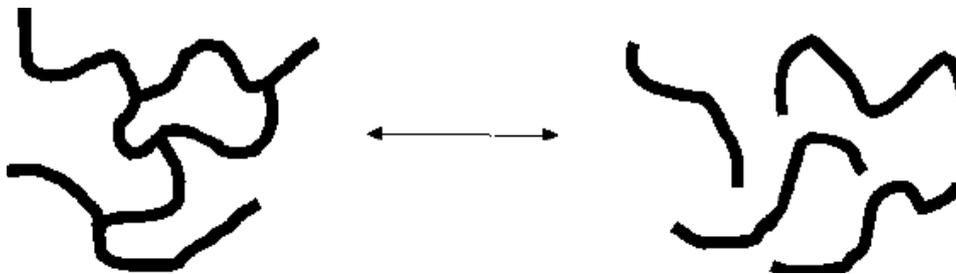


Figure 5A.4 : Équivalence micelles branchées /micelles linéaires

Bibliographies Annexe 5.1 :

¹ P.G.De Gennes, "Reptation of a polymer chain in the presence of fixed obstacles", The Journal of Chemical Physics, Vol 55, n°2, p572-579, (1971).

² M.E.Cates, "Reptation of Living Polymers: Dynamics of Entangled Polymers in the Presence of Reversible Chain-Scission Reactions", Macromolecules, 20, p2289-2296, (1987).

³ F.Lequeux, "Reptation of connected worm", Europhysics Letters, 19, p675-681, (1992).

Résumé

Cette thèse concerne la construction d'un micro-rhéomètre. Il assure la mesure des propriétés viscoélastiques linéaires des fluides complexes sur une large gamme de fréquence (de 1 Hz à 100 kHz). Afin de répondre à la problématique de mesure des propriétés rhéologiques de petites quantités de fluide pour des gammes de fréquence étendues, la dynamique en milieu liquide des microstructures résonantes en silicium a été analysée. A cette échelle micrométrique, les vibrations de micropoutres dépendent non seulement des propriétés de la microstructure (géométrie, matériaux) mais aussi des propriétés du fluide environnant (densité, viscoélasticité). En effet, de façon schématique, la présence du fluide se traduit par deux phénomènes : un phénomène d'inertie ('effet de masse') et un phénomène dissipatif ('effet de pertes visqueuses'). Ainsi l'analyse de la réponse fréquentielle des microstructures mobiles permet de remonter aux propriétés des fluides en fonction de la fréquence.

Mots clés

Rhéologie, micropoutres, viscosité, viscoélasticité, densité, force hydrodynamique

Abstract

This thesis relates to the design of a microrheometer. The aim is to measure the viscoelastic properties of complex fluids over a broad frequency band (from 1 Hz to 100 kHz). To overcome the problems inherent in the measurement of viscoelastic properties of small quantities of fluid over an extended frequency range, the use of vibrating silicon microstructures (MEMS) has been used. At this micrometric scale, the vibrations of microcantilevers depend not only on the properties of the microstructure (geometry, materials) but also on the properties of the surrounding fluid (density, viscosity, etc). In concept, the presence of the fluid results in two phenomena: an inertial phenomenon ('mass effect') and a dissipative phenomenon ('loss effect'). Thus, the analysis of the frequency response of the flexible microstructures enable us to determine the properties of the surrounding fluid as functions of frequency.

Keywords

Rheology, microcantilevers, viscosity, viscoelasticity, density, hydrodynamic force