



HAL
open science

Systèmes microfluidiques sur support souple et étirable

Florian Pineda

► **To cite this version:**

Florian Pineda. Systèmes microfluidiques sur support souple et étirable. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Grenoble Alpes, 2015. Français. NNT : 2015GREAY093 . tel-01687395

HAL Id: tel-01687395

<https://theses.hal.science/tel-01687395v1>

Submitted on 18 Jan 2018

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.

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ GRENOBLE ALPES

Spécialité : **Physique pour les sciences du vivant**

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

Florian PINEDA

Thèse dirigée par **Yves FOUILLET** et

Co-encadrée par **Laurent MALAQUIN** et **Frédéric BOTTAUSCI**

préparée au sein du **Laboratoire BioChips et bioPackaging – CEA-Leti/DTBS**

dans **l'École Doctorale de Physique**

Microfluidique sur support souple et étirable

Thèse soutenue publiquement le **16/11/2015**,
devant le jury composé de :

M, Laurent, DAVOUST

Professeur, Grenoble INP, Président du Jury

M, Philippe, COMBETTE

Professeur, Université de Montpellier 2, Rapporteur

M, Christophe, VIEU

Professeur, INSA Toulouse, Rapporteur

M, Teodor, VERES

Professeur, Université McGill de Montréal, Examineur

M, Yves, FOUILLET

Directeur de recherche, CEA Grenoble, Directeur de thèse

M, Laurent, MALAQUIN

Chargé de recherche, LAAS-CNRS Toulouse, Co-encadrant

M, Frédéric, BOTTAUSCI

Chargé de recherche, CEA Grenoble, Co-encadrant



La réussite c'est la fierté dans les yeux des gens que l'on aime.

*A mes parents,
A tous ceux qui me sont chers.*

Remerciements

Je tiens à remercier tout d'abord mon directeur de thèse, Yves Fouillet, pour son attention et sa disponibilité tout au long de cette thèse. Ses conseils et remarques me serviront longtemps dans mon travail et en dehors. Ces remerciements vont également à mes co-encadrants, Laurent Malaquin et Frédéric Bottausci, dont les conseils et le soutien m'auront beaucoup aidé dans ce travail.

J'exprime mes remerciements à l'ensemble des membres du jury : Laurent Davoust, Philippe Combette, Chridtophe Vieu et Théodor Veres.

Je remercie l'ensemble des membres du LBCP, LBAM et du LCMI pour l'ambiance chaleureuse qui a entouré ces trois années de travail, toutes les personnes ayant contribué de près ou de loin à sa réalisation (François, Manu et Guillaume en tête) ainsi que les membres de l'Institut Curie et du LAAS pour leur accueil à chacune de mes visites.

Mention spéciale aux autres thésards et post doctorants du service, Julien, Marjorie, Pierre-Henry, Céline, Giacomo, Hadrien, Maxime, Vivian, Antoine et les David sans qui les pauses repas et cafés auraient été beaucoup moins drôles !

Il me faut aussi remercier tous ceux qui n'ont pas contribué à ce travail mais dont le soutien a été le plus important. Donc un grand merci à mes colloqs successifs pour m'avoir supporté : Billie, Yosh, Meihdi, Maël et Juliette. Merci à tous mes amis pour les apéros, Shannon, soirées et discussions diverses et variées (désolé par avance pour les oublis...) : Mat, Ben, Romain, Adel, Paul, Thomas, Meihdi, Billy, Lucile, Angélique, Katia, Camille, Noémie, Margaux, Mathilde, Rémi, Arnaud, Billie, Yosh, Boris, Laurie, Julien, Maël, Lisa, Geoffrey, Fred et les autres... Merci à la Faluche pour toutes ces rencontres ! Merci à la filière Ingé et sa mailing pour les débats et les vidéos stupides ! Merci aux membres de la List'in the Sky with Diamonds pour leur soutien inattendu ! Merci à tous d'avoir été là ! Et un ENORME merci à Maéva qui m'a supporté et m'a apporté son soutien tout au long de la thèse et surtout lors de la rédaction. Merci de voir le meilleur en moi !

Sans vous tous je n'y serais jamais arrivé donc MERCI !!

Enfin j'adresse toute mon affection ma grand-mère, à ma tante et surtout à mes parents pour leur soutien matériel et moral inconditionnel durant toutes ces années, leur amour et leur ouverture d'esprit. Merci pour tout ce que vous avez fait pour moi et ce que vous faites encore ! Je suis fier d'être votre fils et je vous aime !

Résumé

Microfluidique sur support souple et étirable

Les matériaux élastomères hyperélastiques offrent aux domaines des capteurs, des antennes radio fréquences et des soft robots de nouvelles opportunités en termes de déformabilité. Le but de ce travail est d'étudier un matériau élastomère hyperélastique appelé Ecoflex et de l'intégrer à des systèmes microfluidiques en exploitant ses caractéristiques mécaniques particulières.

Dans un premier temps, les propriétés mécaniques de ce matériau ont été caractérisées par des expériences de soufflages membranaires. Par la suite des outils de modélisation mécanique basés sur le modèle phénoménologique de Mooney-Rivlin ont été étudiés et validés. Deux exemples d'applications ont été développés.

Une première famille de système concerne des capteurs de grandes déformations. Ces capteurs électro fluidiques combinent les propriétés hyperélastiques de l'Ecoflex et les propriétés électriques du galinstan qui est un métal liquide à température ambiante : une résistance électrique est formée par un canal moulé dans l'Ecoflex et rempli du liquide conducteur. Une déformation du capteur induit une modification de la géométrie du canal et donc une variation de résistance. Les caractérisations réalisées sur ces capteurs ont montré leur capacité à mesurer des étirements très importants avec un comportement réversible et sans rupture de contact électrique. Des taux d'élongation de 300 %, entraînant une variation de résistance de 700% ont ainsi été obtenus. Les résultats suivant la géométrie des capteurs sont discutés en utilisant des outils de modélisations.

La deuxième famille de système concerne les laboratoires sur puce avec la fabrication de réservoirs déformables pouvant être intégrés à des composants fluidiques. Inspirés des tests de soufflage membranaire, ces réservoirs peuvent embarquer des volumes allant de quelques dizaines de microlitres à quelques millilitres de réactifs tout en ayant un encombrement minimum. L'élasticité des membranes permet de pressuriser naturellement le réservoir et une méthode simple de détection de la forme du réservoir permet de connaître à tout moment le volume interne de celui-ci. Couplés à un système de vannes pneumatiques, ces réservoirs permettent d'injecter précisément un volume de fluide dans un réseau microfluidique. Différents exemples de composants ont été développés, allant du réservoir simple pour les caractérisations, à des cartes intégrant plusieurs réservoirs en vue d'effectuer des protocoles complexes, tel une dilution programmable ou un test ELISA.

Abstract

Flexible and stretchable microfluidics

Mechanical properties of hyperelastic elastomers provide new opportunities to captors, radio frequencies antennas and soft robots. This work is focused on the study of a hyperelastic material called Ecoflex and on its integration in microfluidic systems using its exceptional mechanical properties.

First, material's mechanical properties were investigated during membrane blowing experiments. Simulations based on the phenomenological model of Mooney-Rivlin were developed and validated. These results were useful to the development of two applications.

First application of hyperelastic system is an elongation sensor. Electro fluidic sensors combine Ecoflex's hyperelastic properties and Galinstan's electrical properties. Galinstan is a metallic alloy which is liquid at room temperature. A microchannel molded in the elastomer and filled with the liquid metal form an electrical resistance. Sensor's deformation induces a geometrical change into the channel and therefore a variation of the electrical resistance. Characterization tests performed on these sensors showed capabilities to measure large elongations and reversibly without loss of electrical contact. An elongation of the sensor's length by a factor 4 involves an increase of the electrical resistance by a factor 8 providing a good sensibility of the system. Results according to the sensor's geometry are discussed using simulation tools, analytical study and experimental data.

Second application is the development of hyperelastic reservoirs integrated into microfluidic cards. Inspired from membrane blowing tests, they are able to store volumes from few microliters to milliliters of reagents without taking too much place on the microfluidic cards' surface. Membranes' elasticity naturally pressurizes the reservoir when it is filled and a simple optical edge detection method gives the internal volume in real time. Combined with pneumatic valves these reservoirs inject precise volumes into a microfluidic network. Different microfluidic systems were developed, a simple reservoir with two valves for the characterizations and cards with multiple reservoirs to realize complex protocols like on demand dilution or automated ELISA test.

Table des matières

Résumé	i
Abstract	iii
Introduction générale	1
Chapitre I - Matériel et Méthodes	5
I.1 - Introduction	6
I.2 - Caractérisation d'un matériau hyperélastique : l'Ecoflex 00-50	6
I.2.a - PDMS et Ecoflex	6
I.2.b - Fabrication de la membrane en Ecoflex	10
I.2.c - Banc de caractérisation	10
Chambre de mise en pression et maintien de la membrane	10
Caméra	11
I.2.d - Conclusion	11
I.3 - Capteurs d'élongation hyperélastiques	12
I.3.a - Qu'est-ce que le galinstan ?.....	12
I.3.b - Fabrication et assemblage de capteurs électrofluidiques	13
Design et usinage des moules.....	13
Mise en forme et assemblage de l'Ecoflex	14
I.3.c - Banc de caractérisation	15
Système de maintien du capteur	15
Etirement des capteurs et mesure électrique.....	15
I.3.d - Conclusion	16
I.4 - Carte microfluidique et réservoirs hyperélastiques	16
I.4.a - Le COC.....	16
I.4.b - Assemblage des cartes microfluidiques	17
Design, usinage et assemblage des cartes en COC.....	17
Intégration d'une membrane en Ecoflex	17
I.4.c - Banc de caractérisation	17
Le support de carte : système Flowpad	18
Générateur de pression	18
Electrovannes.....	18
Caméra μ Eye	19
I.4.d - Conclusion	19
Chapitre II - Caractérisation et modélisation du comportement mécanique d'un matériau hyperélastique	21
II.1 - Introduction	22
II.2 - Modèle mécanique hyper-élastique	23
II.2.a - Grandes déformations et expression de la contrainte	23
II.2.b - Modèle de Mooney-Rivlin	24
II.2.b.1 - Incompressibilité du matériau	24
II.2.b.2 - Modèle de Mooney-Rivlin à deux paramètres	25
II.2.c - Application au cas d'une déformation équi-biaxiale	25
II.2.c.1 - Cas général	25

Table des matières

II.2.c.2 - Relation Pression/Déformation dans le cas du soufflage d'une membrane	26
Un peu de géométrie	27
Expression de la pression	28
II.2.d - Modélisation analytique du soufflage d'une membrane d'Ecoflex 00-50	29
II.3 - Modélisation numérique sous COMSOL.....	31
II.3.a - Evolution de la déformation en fonction de la pression	32
II.3.b - Influence de l'épaisseur de la membrane	33
II.3.c - Influence du rayon de la membrane	34
II.3.d - Conclusion	35
II.4 - Expériences de soufflage et résultats	36
II.4.a - Vérification de la forme de la déformation	36
II.4.b - Résultats expérimentaux	38
II.4.c - Vieillessement	39
II.4.d - Fatigue du matériau	40
II.4.e - Plasticité et Hystérésis	41
II.4.f - Conclusion	43
II.5 - Comparaison des modèles avec les résultats expérimentaux	43
II.5.a - Comparaison avec les résultats de la simulation COMSOL	43
II.5.b - Comparaison avec les résultats du calcul analytique	46
II.5.c - Recherche des paramètres C_1 et C_2 du modèle de Mooney-Rivlin à partir des résultats expérimentaux	47
II.6 - Conclusion	49
Chapitre III - Capteurs électrofluidiques en matériau hyperélastique	51
III.1 - Introduction : Rappel du principe	52
III.2 - Modèle COMSOL d'un capteur d'élongation hyperélastique	55
III.2.a - Géométrie du système modélisé	55
III.2.b - Modélisation de la réponse électrique à la sollicitation mécanique	57
III.2.b.1 - Modélisation mécanique	57
III.2.b.2 - Modélisation électrique	58
III.2.c - Résultats	59
III.2.d - Discussion	59
III.3 - Modèle analytique	60
III.3.a - Résistance électrique et géométrie d'un canal conducteur	60
III.3.b - Conducteur droit soumis à un étirement uniaxial	60
III.3.b.1 - Canal parallèle à la direction d'étirement	61
III.3.b.2 - Canal perpendiculaire à la direction d'étirement	62
III.3.c - Cas d'un canal en serpentin	63
III.3.d - Résultats	64
III.3.e - Discussion	66
III.3.f - Un point sur le Coefficient de Poisson	67
III.4 - Caractérisation expérimentale des capteurs	68
III.4.a - Protocoles expérimentaux	69
III.4.b - Automatisation du protocole	69
III.4.b.1 - Pilotage du moteur Newport	69
III.4.b.2 - Enregistrement automatique de la résistance électrique	70

III.4.c - Variation de la résistance électrique lors de l'élongation du capteur	71
III.4.d - Hystérésis	73
III.4.e - Tests de fatigue (cycles d'élongation répétés)	74
III.4.f - Vieillessement des capteurs	76
III.5 - Discussion	77
III.5.a - Comparaison des résultats expérimentaux et des modèles	77
III.5.b - Performances des capteurs	79
III.6 - Conclusion et applications potentielles	80
Chapitre IV - Réservoirs microfluidiques hyperélastiques	83
Glossaire des abréviations utilisées dans ce chapitre	84
IV.1 - Introduction	85
Systèmes entièrement externalisés (stockage et actionnement)	86
Systèmes partiellement intégrés (stockage interne et actionnement externe)	86
Systèmes entièrement internalisés	89
Le stockage	90
L'actionnement	90
La calibration	91
IV.2 - Architecture de la carte microfluidique	92
IV.3 - Choix de la méthode de mesure du volume interne du réservoir	94
IV.4 - Développement du système de contrôle des réservoirs étirables	95
IV.4.a - Pilotage du Fluigent MFCS	96
IV.4.b - Pilotage des vannes	97
IV.4.c - Pilotage de la caméra μ Eye et traitement des images	99
Calcul du volume interne du réservoir	99
IV.4.d - Automatisation de la phase de remplissage du réservoir	101
IV.4.e - Automatisation de la phase de vidange du réservoir (actionnement du fluide)	102
IV.5 - Caractérisations du système	103
IV.5.a - Notion de volume mort V_0 et de volume minimal détectable V_{min}	103
IV.5.b - Remplissage par volume imposé	104
IV.5.c - Remplissage par pression	105
IV.5.d - Actionnement d'un volume calibré en mode « à la demande »	108
IV.5.e - Débit	111
IV.6 - Conclusion	113
Chapitre V - Mises en application des réservoirs hyperélastiques	115
V.1 - Dilution programmable	116
V.1.a - Architecture de la carte microfluidique et principe	116
V.1.b - Programme Labview	118
V.1.c - Expérimentation et résultats	119
V.2 - Intégration et automatisation d'un protocole de détection d'allergie	124
V.2.a - Contexte et protocole	124
V.2.b - Architecture de la carte microfluidique	125
V.2.c - Programme Labview	126

Table des matières

V.2.d - Expérimentation et résultats	126
V.2.e - Discussion	129
V.3 - Conclusion	130
Conclusions et perspectives	133
Bibliographie	136
Annexes	145

Introduction générale

La microfluidique est la discipline scientifique qui étudie les écoulements de fluides à l'échelle des petits volumes (quelques microlitres et inférieurs) dans des géométries confinées de dimensions typiquement inférieures à la centaine de micromètres. Elle s'est fortement développée depuis 30 ans. Ce domaine de recherche a de nombreuses applications parmi lesquelles le développement de puces réalisant des analyses de fluides complexes, de sang ou de gaz. Cette technologie apporte de nombreux avantages : faibles quantités de réactifs nécessaires, reproductibilité, automatisation, bonne capacité de détection et de séparation, réduction des coûts de fabrication et du temps d'analyse sont des exemples. Ces critères sont particulièrement avantageux dans des applications d'analyse et de diagnostic et ils ont été à l'origine du développement des laboratoires sur puce.

Dans la plupart des cas, le développement d'un système microfluidique nécessite de trouver une bonne adéquation entre le matériau qui servira à définir les microcanaux et la méthode de fabrication qui sera utilisée pour le mettre en forme. Les propriétés physico-chimiques du matériau devront être choisies pour être compatible avec les solvants, les analytes utilisés ainsi que les conditions opératoires telles que la température, la pression ou encore la nécessité d'un matériau transparent.

Au début de la microfluidique les matériaux utilisés étaient principalement issus de la microélectronique comme le silicium et le verre par exemple. Le coût de mise en œuvre de ces matériaux est cependant un inconvénient important. Ils sont utilisés aujourd'hui pour des applications spécialisées nécessitant une bonne stabilité chimique ou thermique, des dimensions précises (nanofluidique par exemple [1]) ou l'intégration d'électrodes (électromouillage [2] ou diélectrophorèse [3]). L'émergence de matériaux polymères (polydiméthylsiloxane par exemple, également appelé PDMS) et de thermoplastiques comme le poly(méthacrylate de méthyle) (PMMA) ou le cyclic olefin copolymer (COC) offre de nouvelles possibilités de développements. Ces matériaux sont peu coûteux, facile à mettre en forme par moulage ou par usinage, offrent une large palette de

propriétés physico-chimiques (résistance aux solvants organiques, acides, bases...) et possèdent des propriétés compatibles avec une analyse en optique (transparence, faible autofluorescence...). Les applications pour les systèmes d'analyses étant en général à usage unique [4] afin d'éviter toute contamination entre deux échantillons, le faible coût et la facilité de mise en forme de ces matériaux sont alors des avantages majeurs.

Dans le milieu académique le PDMS reste majoritairement employé car il permet de réaliser très rapidement des prototypes de puces microfluidiques et de changer facilement de design. Ses propriétés de déformation élastique réversible ont changé la manière de développer des puces microfluidiques. Elles ont permis l'intégration de vannes [5] qui offrent un meilleur contrôle spatial et temporel des écoulements et permettent de réaliser des analyses plus complexes.

Les récentes évolutions de la microfluidique ont mis en avant l'intérêt des matériaux souples et étirables présentant des capacités de déformation élastique supérieures au PDMS avec des élongations supérieures à 200 % de la taille initiale du système. L'utilisation de ces matériaux qualifiés d'hyperélastiques permet en effet d'intégrer des fonctions nouvelles aux dispositifs microfluidiques et d'offrir de nouvelles applications. L'emploi des matériaux élastiques ayant fortement influencé la microfluidique, il est naturel de s'intéresser aux opportunités offertes par ces matériaux.

L'application emblématique de ceux-ci est le développement par l'équipe de G. Whitesides de soft-robots démontrant leurs capacités de déformation et de robustesse (Figure 1) [6].

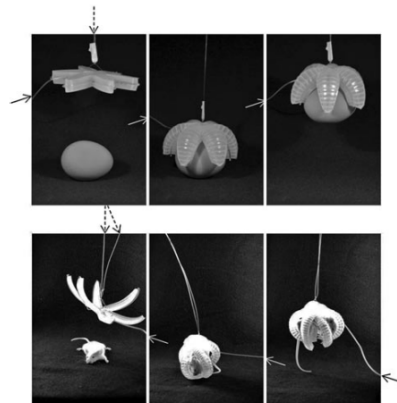


Figure 1: Photographie d'un soft robot permettant d'attraper des objets fragiles. Extrait de [6].

Cette application est détaillée plus largement dans le Chapitre I -. Un autre exemple d'application emblématique est donné par la société Tactus. Partant du constat que pour certaines personnes (les malvoyants notamment) l'interface proposée par les écrans tactiles n'est pas la plus adap-

Introduction générale

tée, la société propose un système microfluidique intégré au-dessus d'un écran tactile et permettant sa mise en relief afin que l'utilisateur puisse sentir

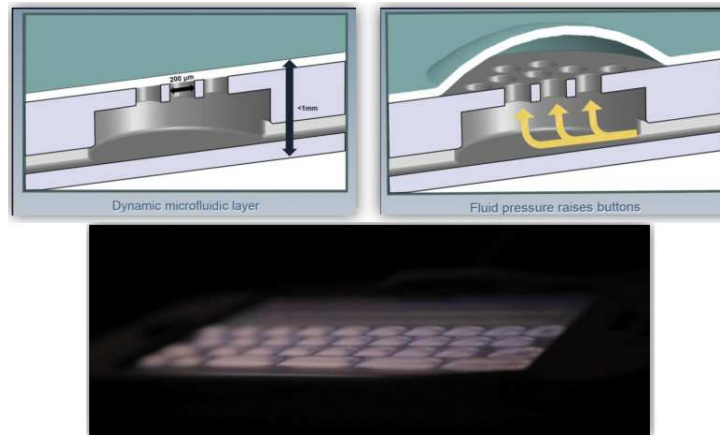


Figure 2 : En haut ; principe de fonctionnement du système Tactus. La pression déforme un film élastique placé sur l'écran du smartphone, un relief apparaît. En bas ; photographie du système lorsqu'il est gonflé pour mettre en relief un clavier de saisie. Extrait de [7].

des touches du bout des doigts (Figure 2) [7].

Cette solution permet de localiser les touches d'un clavier virtuel sur un écran tactile et l'élasticité du matériau employé rend le système réversible. Dans un objectif différent Mosadegh et coll. ont utilisé un polymère appelé Ecoflex pour déplacer un objet grâce à la déformation d'une membrane hyperélastique sous la pression [8]. Ces différents exemples montrent l'énorme potentiel de ces matériaux dans le domaine de la microfluidique.

Ce mémoire a pour ambition de présenter les travaux menés au sein du Laboratoire BioChip et bioPackaging et du Laboratoire de Biologie et d'Architectures Microfluidiques du CEA-Leti et en collaboration avec l'Institut Curie et le LAAS CNRS.

L'idée originale du projet, inspirée par les avancées de la microélectronique souple (Figure 3) [9], est de combiner ces nouveaux matériaux polymères hyperélastiques aux techniques de prototypage de la microfluidique avec pour objectif de développer des systèmes innovants. Dans ce but plusieurs bancs de caractérisation ont été spécialement développés durant

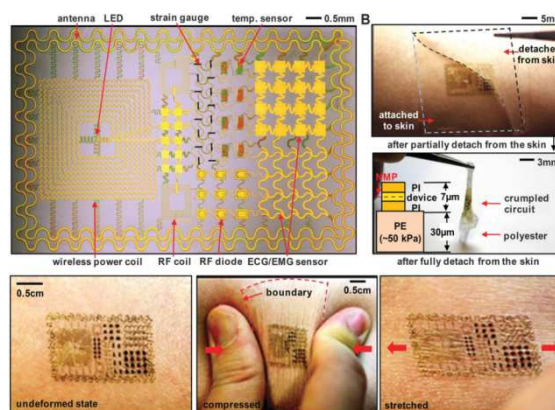


Figure 3: Photographie d'un tatouage microélectronique souple épousant les déformations de la peau.

cette thèse et sont présentés dans le Chapitre I -. L'un de ces bancs a notamment servi à la caractérisation d'un matériau hyperélastique, l'Ecoflex 00-50. Caractérisation qui a permis d'évaluer deux méthodes de modélisation détaillées dans le Chapitre II -.

Ces matériaux aux capacités de déformation importantes sont tout indiqués pour développer des capteurs portés sur la personne car ils peuvent se conformer aux mouvements de la peau. De plus la combinaison de ces nouveaux matériaux polymères avec des alliages métalliques liquides à température ambiante est particulièrement avantageuse dans ce contexte pour réaliser des capteurs électrofluidiques. Par exemple l'emploi de ces alliages dans des canaux en PDMS a conduit au développement d'antennes souples par So et coll. [10]. Ce type d'application s'est complexifié [11] et diversifié depuis pour permettre le développement d'un capteur d'élongation sans fil [12] ou d'un capteur porté sur la personne [13]. Suivant cette philosophie nous avons développé une famille de capteurs d'élongation électrofluidiques pouvant supporter de très importantes déformations sans dommages ou arrêt de la mesure. Leur modélisation et leur caractérisation sont présentées dans le Chapitre III -.

Une deuxième application développée dans ce travail concerne les laboratoires sur puce. Les capacités de déformation des matériaux hyperélastiques peuvent en effet offrir de nouvelles solutions de contrôle de fluides, supérieures à celles proposées par les matériaux élastiques classiques. Le composant microfluidique caractérisé dans le Chapitre IV - apporte ainsi une solution pour l'actionnement de fluides dans un laboratoire sur puce. Deux applications issues de ce développement sont présentées dans le Chapitre V - et illustrent le potentiel de ce composant.

Chapitre I - Matériel et Méthodes

I.1 - Introduction

Au cours de ce travail différents systèmes ont été développés avec des matériaux novateurs dans le domaine de la microfluidique. Ces systèmes ont été assemblés et testés sur des bancs de test spécifiquement développés pour ce travail de thèse. Dans ce chapitre nous nous proposons de décrire plus en détails les matériaux utilisés, les méthodes d'assemblage ainsi que les bancs instrumentaux de tests.

I.2 - Caractérisation d'un matériau hyperélastique : l'Ecoflex 00-50

I.2.a - PDMS et Ecoflex

Le PDMS et l'Ecoflex (Smooth-On Inc.) sont deux polymères utilisés pour le prototypage de composants microfluidiques. Le PDMS est largement utilisé dans de nombreux laboratoires de recherche pour sa facilité de mise en œuvre, ses propriétés mécaniques, sa qualité optique (transparent, faible autofluorescence), la possibilité de réaliser des motifs submicrométriques complexes à l'aide d'une technique simple de moulage, la possibilité d'activer chimiquement sa surface pour induire son adhérence sur lui-même ou des surfaces telles que la silice et son faible coût [14].

L'Ecoflex, dont la chimie se rapproche de celle du PDMS, a des qualités communes avec ce dernier (mise en œuvre, possibilité de réalisation et de collage et faible coût) mais possède des capacités d'étirement et de flexibilité plus importantes. Par exemple l'élongation de rupture est de 980 % pour l'Ecoflex 00-50 alors qu'elle est de 160 % pour le PDMS [15][16]. Il existe plusieurs références d'Ecoflex dont les propriétés mécaniques diffèrent légèrement. Dans ce travail nous nous sommes intéressés à l'Ecoflex 00-50. Il est appelé Ecoflex dans l'ensemble de ce mémoire. C'est un polymère bi-composant. Les deux composants sont mélangés à masses égales puis le mélange est déposé sur un moule présentant les motifs souhaités. Le moule est alors placé sous une cloche à vide pour un dégazage. La réticulation dure environ 4h à température ambiante [15]. Une fois réticulé l'Ecoflex est démoulé puis préparé pour l'assemblage de microsystèmes avant leur test. Il est possible de coller deux surfaces lisses en Ecoflex l'une sur l'autre grâce à un traitement surfacique par plasma oxy-

gène identique à celui utilisé pour le PDMS [17] (100W durant 1min, ATX Products Inc.). Ce traitement surfacique permet également de coller l'Ecoflex sur du verre ou même du COC (Cyclo Olefin Copolymer).

A l'origine l'Ecoflex est utilisé pour la fabrication de masque pour le cinéma (Figure I-1) mais depuis quelques années ce matériau est entré dans les laboratoires de recherches et est utilisé pour développer des systèmes innovants.



Figure I-1 : Photographie de prothèses en silicone réalisée pour le cinéma. (Photographies extraites du site internet de Smooth-On Inc http://www.smooth-on.com/Platinum-Cure-Sili/c1115_1130/index.html)

L'équipe de G. Whitesides a ainsi mis au point des « soft robots » pneumatiques en Ecoflex. Ces robots sont fabriqués à l'aide des techniques de prototypage de la microfluidique : des canaux pneumatiques sont moulés dans l'Ecoflex et refermés avec un matériau plus rigide (PDMS ou Ecoflex renfermant une feuille de tissu en polyester) [6]. Lorsque les canaux sont pressurisés le robot se déforme et cette déformation est influencée par la différence de capacité d'étirement des matériaux, l'Ecoflex étant le plus souple et étirable c'est lui qui va se déformer le plus (Figure I-2). En jouant sur l'architecture des canaux et sur la rigidité des matériaux il est possible d'orienter la déformation selon les fonctions du robot.

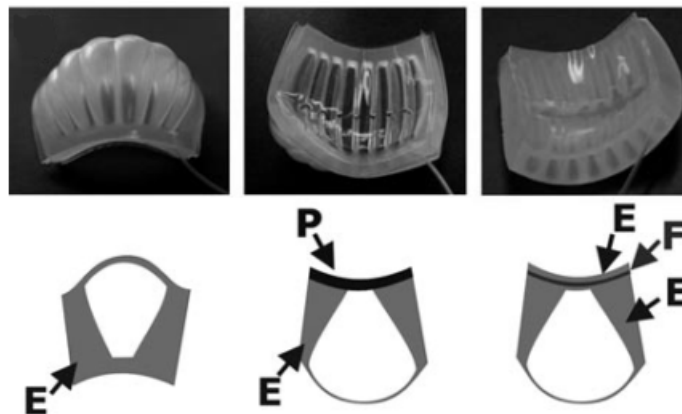


Figure I-2 : Différents empilements technologiques formant un réseau pneumatique. A gauche le réseau est entièrement en Ecoflex (E), c'est alors la face la plus fine qui se déforme. Au centre le réseau possède une face en PDMS (P), c'est alors la face la plus étirable qui se déforme, celle en Ecoflex. A droite une feuille de polyester (F) est insérée dans une face en Ecoflex, elle la rigidifie et c'est donc l'autre face qui se déforme le plus. Extrait de [6].

A partir de ce principe différents soft robots ont été développés : une pince capable d’attraper des objets fragiles [6]; un quadripode capable de se déplacer sous des obstacles [18] et de se camoufler [19]; un piston pneumatique de 8,3 g capable de soulever une masse importante (1 kg) [20] ou encore un tentacule dont la déformation lui permet de se conformer à des objets complexes [21]. Ces robots ont la particularité de pouvoir saisir des objets fragiles car la contrainte qu’ils exercent sur eux est faible et que l’Ecoflex s’adapte à la forme de ceux-ci. Ils apportent aux robots traditionnels ainsi un nouveau moyen de saisie d’objets [22]. Ils ont également résistants aux dommages tels que des écrasements [23] ou des piqûres [24]. Une application plus surprenante concernant la rééducation des mains a été mise au point à partir de ces robots [25].

Tout récemment l’Ecoflex a été utilisé pour la première fois à notre connaissance dans un laboratoire sur puce. Konda et coll. ont développé une puce reconfigurable avec un scellement réversible par compression en combinant PDMS et Ecoflex [26]. Dans cette application l’Ecoflex est utilisé pour ses propriétés mécaniques qui lui permettent de supporter de fortes compressions et de grandes déformations (Figure I-3).

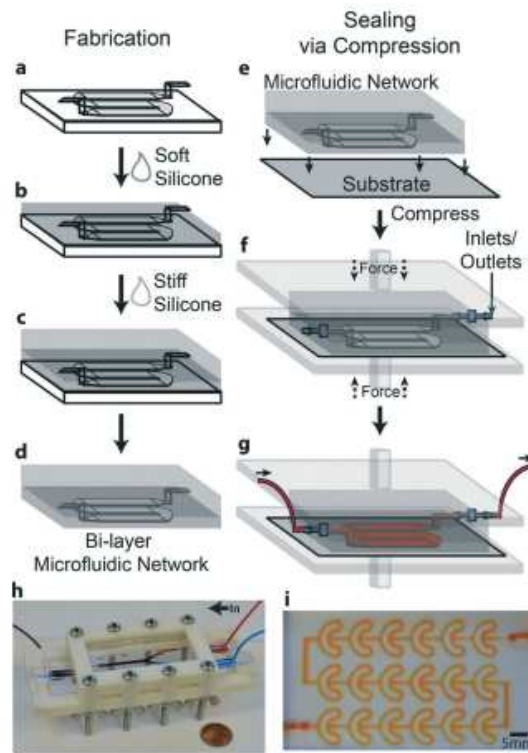


Figure I-3 : Processus de fabrication d’une puce hybride PDMS/Ecoflex et principe du scellement par compression.

- a-b. Le moule avec le design souhaité est recouvert d’Ecoflex pour réticulation.
- c. L’Ecoflex réticulé est recouvert de PDMS.
- d-e. Une fois totalement réticulé le système est démoulé et placé sur un substrat plat.
- f. La puce est scellée par compression et les connexions fluidiques sont mises en place.
- g. La puce est remplie de fluide.
- h. Photographie du système de scellement par compression.
- i. Photographie d’un canal microfluidique scellé et rempli de fluide. Aucune fuite n’apparaît.

Toujours dans l'esprit de développer des systèmes fortement déformables, certaines équipes ont travaillé sur des systèmes électrofluidiques utilisant avantageusement les propriétés mécaniques de l'Ecoflex. Ainsi Kubo et coll. ont mis au point une antenne radiofréquence déformable en utilisant du PDMS, de l'Ecoflex et un métal liquide à température ambiante appelé EGaIn [16] (Figure I-4). Cette antenne peut être étirée et voir sa fréquence de résonance changer. Elle est capable de supporter des elongations supérieures à plus de deux fois sa taille initiale. Huang et coll. ont eux aussi développé une antenne déformable en utilisant de l'Ecoflex et un autre métal liquide à température ambiante, le galinstan. Leur objectif est de réaliser une antenne portable qui permet de détecter le mouvement du corps humain à l'aide d'un dispositif portable sans fil et autonome [27].

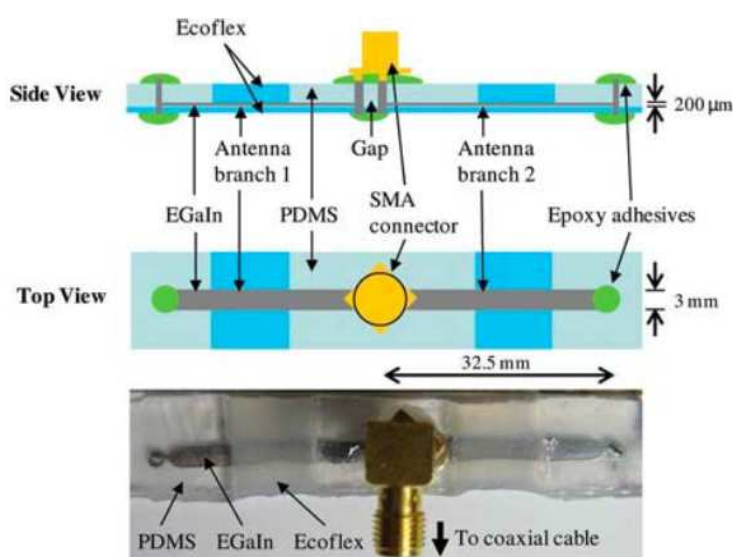


Figure I-4 : Schémas et photographie d'une antenne bipolaire hybride en Ecoflex, PDMS et EGaIn. Cette antenne peut supporter de très forts étirements sans subir de dommages importants. Extrait de [16].

Les principales propriétés de l'Ecoflex utiles aux développements de systèmes innovants sont résumées dans le tableau suivant (voir Annexes 1 et 2) :

Propriétés de l'Ecoflex 00-50	
Module de Young	220 kPa
Dureté Shore	00-50 (limite entre ultra mou et mou)
Elongation de rupture	980 %
Force diélectrique	> 350 V/mm
Température d'utilisation	-19°C à 232°C

Il existe différentes méthodes de caractérisation mécanique des matériaux. La compression, l'élongation uniaxiale [28], l'élongation

biaxiale [29] ou encore le soufflage [30]. C'est cette dernière méthode qui est utilisée dans ce travail pour étudier le comportement de l'Ecoflex lorsqu'il est soumis à une contrainte. Nous suivons la déformation d'une membrane soumise à une pression. Pour cela un banc de test a été développé et usiné au sein du laboratoire. Ce banc de test est composé d'un mécanisme de maintien de la membrane placée au-dessus d'une enceinte, d'un système de mise en pression et une caméra pour enregistrer des images de la membrane déformée.

I.2.b - Fabrication de la membrane en Ecoflex

Les membranes testées sur ce banc ont été fabriquées à partir des deux composants de l'Ecoflex. Ceux-ci sont mélangés à masse égale avant d'être versés sur un support plan qui peut être un wafer en silicium ou une boîte de Petri en fonction de l'épaisseur de membrane souhaitée. Pour obtenir une membrane d'épaisseur 300 μm le wafer est placé sur une tournette et le mélange d'Ecoflex est étalé par rotation (de 0 à 3000 rpm en 10 sec). Pour une membrane plus épaisse (entre 1 et 2 mm) le mélange est versé dans une boîte de pétri et l'épaisseur est mesurée après réticulation. L'ensemble est ensuite placé dans une cloche à vide afin d'éliminer les bulles de gaz présentes dans le mélange. Il est laissé ainsi à réticuler pendant 4h à température ambiante. Une fois solidifié l'élastomère est découpé en forme de disque, décollé de son support et placé sur le banc de test pour être caractérisé.

I.2.c - Banc de caractérisation

Chambre de mise en pression et maintien de la membrane

Pour déformer la membrane il nous faut imposer une pression sous celle-ci. Cette pression doit être établie dans une enceinte hermétiquement fermée par la membrane. Cette enceinte de forme cylindrique de 20 mm de diamètre et de 26 mm de hauteur a été usinée dans une pièce d'aluminium. Elle possède une ouverture sur le côté qui permet de connecter un générateur de pression. Le sommet est ouvert et accueille la membrane. Celle-ci est maintenue en place lors du test par une bague positionnée au-dessus d'elle et est vissée au support. Cette bague permet également de garantir l'étanchéité de l'enceinte et prévient les éventuelles fuites qui peuvent

fausser les tests. La Figure I-5 présente cette enceinte et la bague de maintien.



Figure I-5 : Photo de l'enceinte de test de soufflage. La membrane est placée au-dessus du joint (a) puis l'anneau de maintien (b) est vissé au support. La connexion (c) est reliée au générateur de pression.

La pression permettant de déformer la membrane est générée à l'aide d'un MFCS de la marque Fluigent qui permet d'imposer une pression comprise entre 0 et 1bar. Ce générateur de pression est directement relié à l'enceinte de mise en pression.

Caméra

Une caméra est placée sur le côté du banc de test afin de pouvoir observer le profil de la membrane déformée et d'enregistrer des images (Figure I-6). Celles-ci sont ensuite analysées pour mesurer la déformation et étudier le comportement du matériau lorsqu'il est soumis à une contrainte.

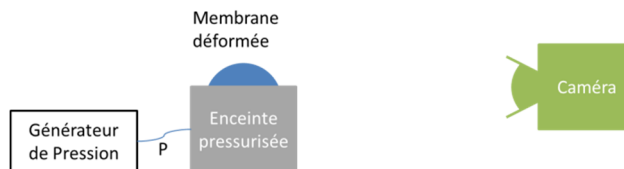


Figure I-6 : Schéma du banc de test de soufflage des membranes en Ecoflex. La caméra filme le profil de la membrane déformée.

I.2.d - Conclusion

Ce banc de test est utilisé pour caractériser la déformation de l'Ecoflex ainsi que pour valider les résultats issus de différentes méthodes de modélisation. Tous les résultats de ces caractérisations sont présentés dans le Chapitre II -.

I.3 - Capteurs d'élongation hyperélastiques

Les capteurs d'élongations développés dans ce travail reposent sur un canal microfluidique moulé dans un matériau hyperélastique et rempli par un liquide conducteur qui forme une résistance électrique. Lorsque le système est étiré le canal microfluidique se déforme et sa résistance électrique varie. C'est cette résistance qui, une fois mesurée, permettra de remonter à la déformation du système.

Dans cette étude le matériau hyperélastique constituant le corps du capteur est l'Ecoflex 00-50 et le liquide conducteur remplissant le canal est du galinstan. Le processus de moulage des canaux dans l'Ecoflex, l'assemblage des capteurs et leur packaging sont décrits dans les paragraphes suivants.

I.3.a - Qu'est-ce que le galinstan ?

Le galinstan est un alliage formé de 68,5% de gallium, de 21,5% d'indium et de 10% d'étain. Il a la particularité d'être liquide à température ambiante avec une température de fusion de -19°C (voir Annexe 3). Cette caractéristique est intéressante pour les systèmes électrofluidiques déformables car du fait de son état liquide, le Galinstan permet de connecter électriquement des composants soumis à d'importantes contraintes ou déformations, alors que des systèmes classiques de connexion (« nappes » souples ou fils de connexion métalliques) atteindraient leur point de rupture. Ses avantages sont une bonne conductivité électrique (3.16×10^6 S/m soit environ seulement 20 fois moins que le cuivre) et une faible toxicité. Son inconvénient majeur est le fait que sa surface s'oxyde très rapidement au contact de l'air formant une couche solide [31] tout comme l'EGaIn un autre alliage à base de gallium et d'indium [32]. Le cœur du matériau lui reste liquide. Des travaux de recherches ont permis de définir des conditions d'utilisation qui préviennent l'oxydation du galinstan. Ainsi travailler sous atmosphère inerte [33] ou en présence d'une solution aqueuse [34]. D'autres travaux ont même mené au développement d'un système microfluidique réduisant le galinstan oxydé à l'aide d'acide chlorhydrique [35]. Ce phénomène d'oxydation constitue un inconvénient par rapport au mercure. Cependant le mercure est à proscrire en raison de sa toxicité.

Outre son utilisation dans le domaine des antennes radioélectriques et des capteurs électrofluidiques (qui sont abordés plus précisément dans Chapitre II -) cet alliage liquide a permis le développement d'une microseringue capable d'injecter des femtolitres de liquide (Knoblauch et coll. [36]) ou d'un mécanisme de conversion énergie mécanique/énergie électrique intégré dans un système microfluidique (Krupenkin et coll. [37]).

Dans nos travaux c'est la capacité du galinstan à accompagner la déformation d'un canal sans perte de contact électrique qui nous a intéressée.

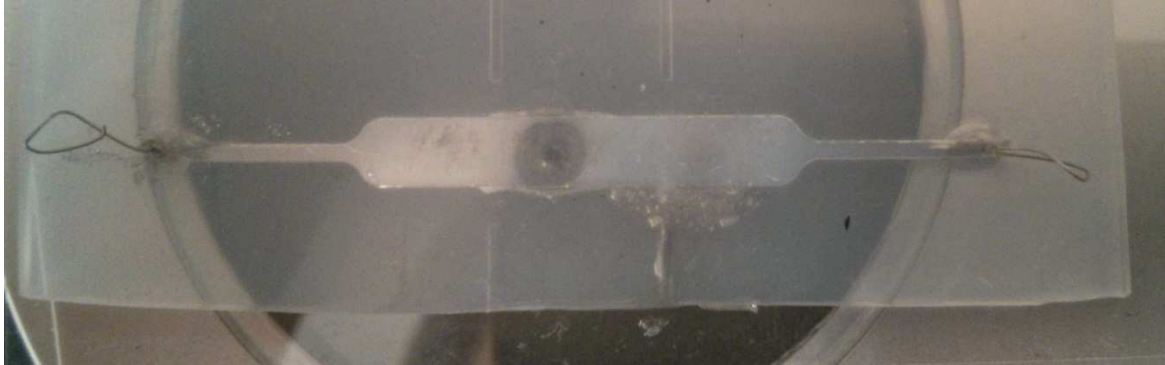


Figure I-7 : Photo d'un canal en Ecoflex rempli de galinstan.

I.3.b - Fabrication et assemblage de capteurs électrofluidiques

Design et usinage des moules

Le moule servant à mettre en forme le canal microfluidique est dessiné à l'aide du logiciel Draftsight. La forme générale des micro-canaux est un serpentín (Figure I-8) avec différentes dimensions (largeur de 100 ou 200 μm). A partir du dessin informatique le moule est usiné dans un bloc de laiton à l'aide d'une fraiseuse (Minitex Machinery utilisée à l'Institut Curie). Les canaux sont en relief positif et leur hauteur est de 100 μm . La surface du moule est lissée pour que la rugosité soit le plus faible possible car nous souhaitons que le polymère moulé dessus soit le plus lisse possible et se décolle facilement.

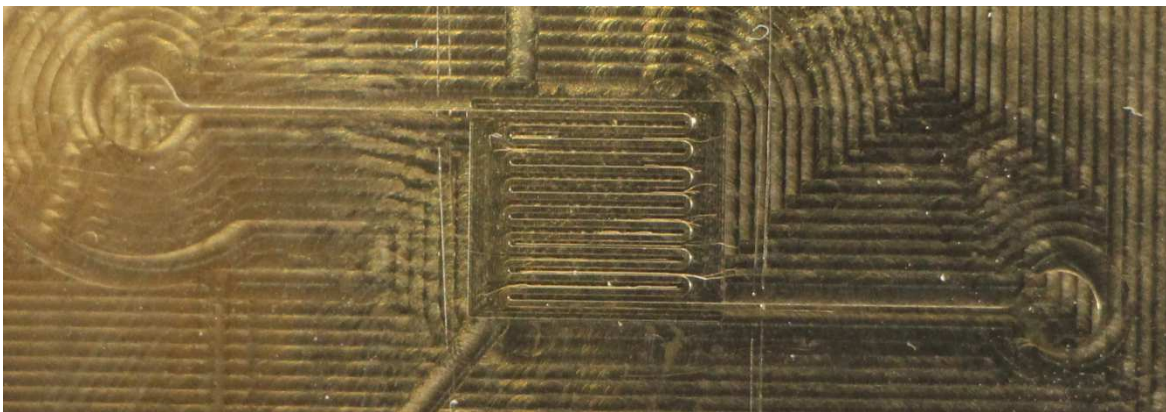


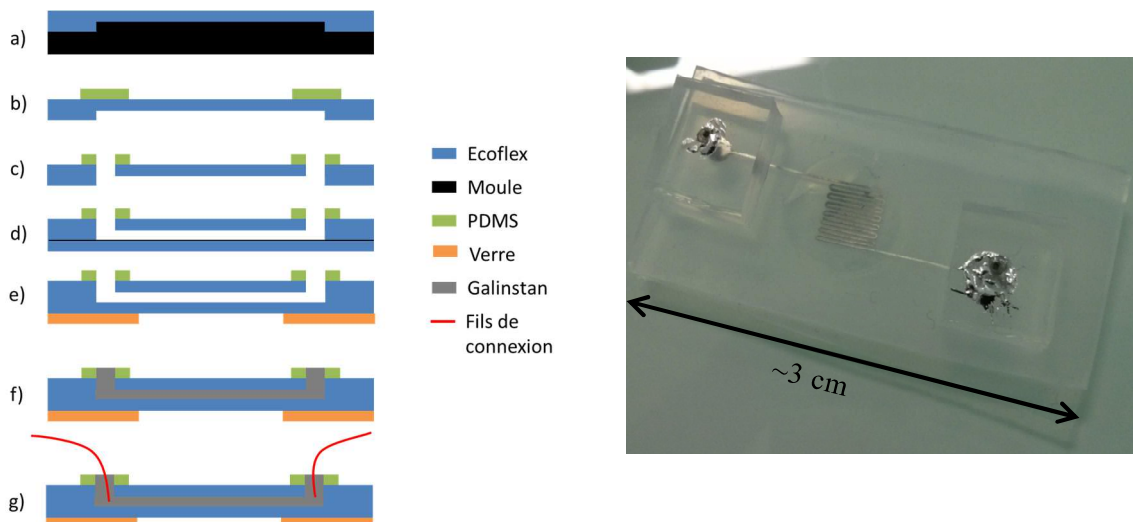
Figure I-8 : Photo du moule en laiton zoomée sur la partie qui imprimera le canal microfluidique dans le matériau hyper-élastique. Le canal mesure 200 μm de large.

Mise en forme et assemblage de l'Ecoflex

La fabrication des capteurs se divise en plusieurs étapes : la réticulation, l'assemblage et le remplissage.

Tout d'abord la réticulation des différentes pièces du capteur. Les deux composants de l'Ecoflex sont mélangés et sont déposés sur le moule. Une partie du mélange est également déposée au fond d'une boîte de pétri afin d'obtenir une membrane plane en Ecoflex. La boîte et le moule sont alors placés dans une cloche à vide pendant 4h pour le dégazage et la réticulation. Après ce temps de réticulation les pièces sont démoulées et découpées pour être assemblées.

Les différentes pièces d'Ecoflex composant le capteur d'élongation sont assemblées grâce à un collage par plasma à oxygène (100W durant 1 min). Dans un premier temps des blocs de PDMS sont collés au niveau de l'entrée et de la sortie du canal microfluidique. Ces blocs servent par la suite à maintenir mécaniquement les connectiques fluidiques et électriques. Les entrées et sorties du canal microfluidique sont percées (1mm de diamètre) au travers de ces blocs de PDMS et de l'Ecoflex. Pour sceller le canal microfluidique la membrane plane en Ecoflex est collée au morceau d'Ecoflex moulé. Deux lames de verre de microscope (76x26x1mm) sont également collées par plasma aux extrémités du canal microfluidique. Elles serviront à la préhension du capteur lors des tests d'étirement. Pour finir la préparation du capteur le canal microfluidique est rempli de galinstan à l'aide d'une seringue. La connexion électrique entre le capteur et les appareils de mesure externes est assurée par deux fils directement plongés dans le galinstan. Les différentes étapes de cet assemblage sont schématisées dans la Figure I-9 avec une photographie d'un capteur assemblé et rempli de galinstan.



I.3.c - Banc de caractérisation

Les capteurs électrofluidiques développés ici doivent permettre de détecter une élongation. Ils sont donc testés sur un banc d'étirement uniaxial et de caractérisation électrique. Ce banc de test a été développé pour imposer une élongation très précise tout en mesurant la résistance électrique du capteur. Ce banc est composé d'un système de pinces qui garantit le maintien en place du capteur au cours du test, d'un rail motorisé qui va étirer le capteur et d'un multimètre mesurant la résistance électrique.

Système de maintien du capteur

Pour étirer le capteur il faut assurer une bonne prise sur celui-ci donc un système de pinces a été mis au point pour tenir les lamelles de verres collées aux extrémités du capteur. Ces pinces ont été dessinées puis usinées sur mesure afin d'être fixées sur des micro-positionneurs Newport (Figure I-10). Elles sont composées de deux parties. La première partie est fixée sur le micro-positionneur à l'aide de vis. Elle possède un emplacement pour accueillir la lamelle de microscope et une butée contre laquelle la lamelle vient se positionner lors de l'étirement. Une fois la lamelle en place la deuxième partie de la pince est vissée sur la première et plaque la lamelle pour l'empêcher de bouger ou de sortir de la butée.

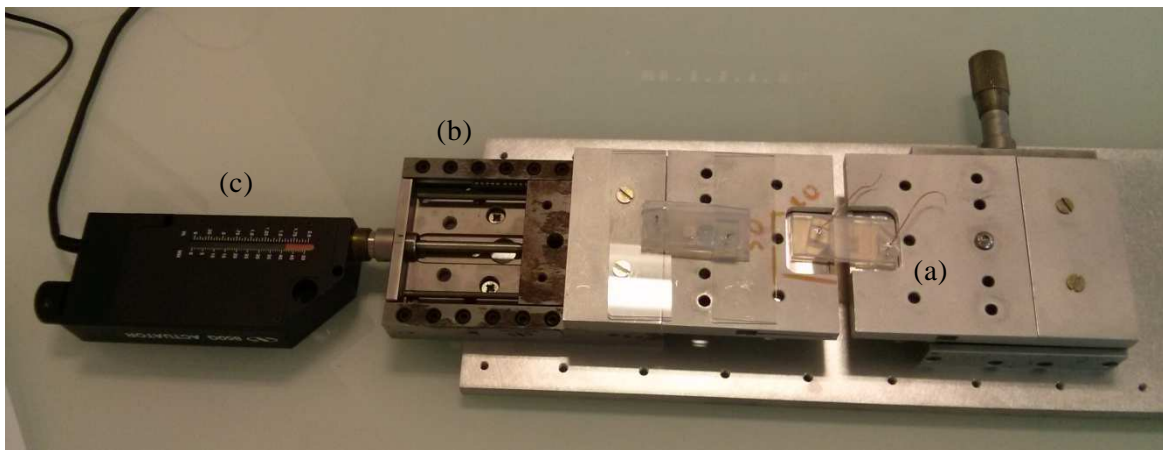


Figure I-10 : Photo du banc d'élongation. Les supports (a) maintiennent les lames et le capteur. Ils sont vissés sur les contrôleurs de position (b) dont un est motorisé (c). Ce banc permet d'étirer les capteurs.

Etirement des capteurs et mesure électrique

Le système de maintien est vissé sur deux contrôleurs de position (Newport de 50mm de course). L'un d'eux est manuel et permet d'aligner les pinces de maintien l'une en face de l'autre. Le deuxième est motorisé et

permet d'éloigner les pinces de maintien l'une de l'autre. C'est grâce à ce contrôleur de position qu'il est possible d'étirer les capteurs hyper-élastiques lors des tests. Le moteur est piloté par un contrôleur Newport ESP300 qui permet de définir la vitesse et le sens de déplacement la platine. La position du système est mesurée en continu avec une précision de $0,5 \mu\text{m}$. Grâce à cela il est possible d'étirer très précisément les capteurs électrofluidiques afin d'étudier leur réponse électrique vis à vis d'une déformation imposée.

Lors de l'élongation le canal microfluidique est déformé et la résistance de ce dernier change. Elle est mesurée en continu à l'aide d'un multimètre Keithley 2000. Il est possible d'automatiser la mesure et l'enregistrement des données ainsi que l'étirement des capteurs électrofluidiques à l'aide du logiciel de programmation Labview.

I.3.d - Conclusion

Ce banc de test a permis de caractériser les capteurs d'élongation hyper-élastiques. Leur réponse électrique à la contrainte a été étudiée dans le Chapitre III -. L'hystérésis de cette réponse, sa reproductibilité au cours des cycles d'étirement répétés et le vieillissement du capteur ont également été caractérisés.

I.4 - Carte microfluidique et réservoirs hyperélastiques

L'intégration de matériaux hyperélastiques dans une carte microfluidique apporte de nouvelle possibilité en termes de fonctions, d'empilement technologique et de packaging. Le système développé au cours de ce travail intègre une membrane hyperélastique dans une carte en COC.

I.4.a - Le COC

Le COC (cyclic olefin copolymer) est un polymère amorphe utilisé dans de nombreux domaines tels que l'optique ou les dispositifs médicaux. Celui-ci possède de bonnes propriétés optiques (faible autofluorescence et bonne transparence dans le domaine visible) [38][39] et physico-chimiques (large gamme de température de transition vitreuse disponible,

bonne résistance aux acides et aux bases) [40][41] (voir Annexe 4). Il est compatible avec de nombreuses méthodes de mise en forme [42] et est agréé par la FDA (Food and Drug Administration), ce qui est un avantage certain pour la mise au point d'applications biomédicales. Dans cette étude il est utilisé pour développer des composants microfluidiques d'analyse sur puce. Ses avantages dans ce domaine d'application sont une haute résistance aux solvants, sa transparence optique et sa facilité de mise en forme [43].

I.4.b - Assemblage des cartes microfluidiques

Design, usinage et assemblage des cartes en COC

Les différentes cartes développées et testées dans ce travail ont été dessinées à l'aide du logiciel Solidworks. Ces dessins 3D ont permis d'usiner des plaques de COC au format carte de crédit (86 mm de longueur et 56 mm de largeur) à l'aide d'une fraiseuse (Charly4U). Suivant l'architecture finale des cartes microfluidiques certaines cartes en COC ont été assemblées entre elles. Pour cela les cartes ont été alignées, mises en contact puis mises en compression à l'aide d'une presse. Celle-ci a été placée dans un four à 127°C durant 80 min afin que les cartes en contact se collent l'une à l'autre. Cette adhésion est liée à l'action combinée de la pression et de la température qui favorisent l'enchevêtrement des chaînes de polymère à l'interface et la fusion des deux matériaux. Le refroidissement des cartes achève leur scellement.

Intégration d'une membrane en Ecoflex

Une membrane hyperélastique est fabriquée en suivant le même processus que celui décrit dans la partie I.2.b - de ce chapitre. Une fois réticulée la membrane est assemblée aux cartes en COC par plasma oxygène comme pour l'assemblage Ecoflex-Ecoflex décrit dans la partie I.3.b - .

I.4.c - Banc de caractérisation

Le banc de test permettant de caractériser les cartes microfluidiques doit fournir l'alimentation en fluide et en pression nécessaire au fonctionnement de celles-ci. Il doit également permettre d'observer la carte au cours de son utilisation et de quantifier certaines grandeurs telles que le débit d'un fluide, la déformation de la membrane hyperélastique ou une pression. Ce banc de test est composé d'un support pour la carte microfluidique.

dique, de tous les éléments permettant le fonctionnement de la carte et d'une caméra pour la visualisation.

Le support de carte : système Flowpad

Le système Flowpad est un support pour carte plastique du type carte de crédit développé par le CEA. Il est utilisé comme support standard dans la majorité des développements du laboratoire. Il apporte facilement toute la connectique fluïdique et pneumatique nécessaire au fonctionnement d'une carte microfluidique. Il se compose d'une partie fixe qui maintient la carte en place et d'une partie amovible qui comporte les connexions fluïdiques et pneumatiques. Cette partie serre la carte sur son support à l'aide de vis et garantit l'étanchéité des connexions. Une photo de ce support est présentée en Figure I-11.

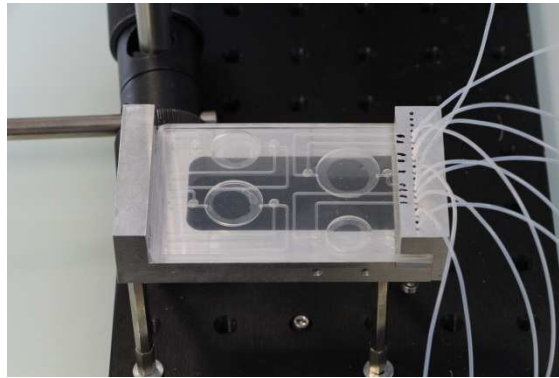


Figure I-11 : Photo du support de carte microfluidique Flowpad avec une carte connectée dessus. Les connectiques fluïdiques et pneumatiques sont positionnées à droite de la carte.

Générateur de pression

Un générateur de pression MFCS de Fluigent est utilisé pour fournir la pression nécessaire au fonctionnement de la carte microfluidique. Il peut également servir à mettre un fluide en mouvement. Ce générateur est capable de délivrer une pression comprise entre 0 et 1 bar avec une précision de 2.5%.

Electrovannes

La pression générée par le MFCS de Fluigent sert notamment à piloter des vannes pneumatiques. Afin de pouvoir ouvrir ou fermer ces vannes une électrovanne à étranglement (NResearch Inc.) est positionnée entre le MFCS et la carte microfluidique. Cette électrovanne bistable permet de choisir entre la pression générée (ce qui correspond à la fermeture de la vanne pneumatique) et la pression atmosphérique (la vanne pneuma-

tique est ouverte). Ces électrovannes sont pilotées via une carte d'acquisition NI USB6009 (National Instruments).



Figure I-12 : Photo des électrovannes et de la carte d'acquisition NI USB6009.

Caméra μ Eye

La visualisation du fonctionnement de la carte est réalisée à l'aide d'une caméra USB μ Eye pilotable à partir d'un ordinateur. Cette caméra fournit des images en direct qui peuvent être analysées afin de réaliser des mesures optiques.



Figure I-13 : Photographie du banc de test avec la caméra positionnée pour filmer le profil de la carte microfluidique.

I.4.d - Conclusion

Ce banc de caractérisation peut être piloté directement depuis un ordinateur. Pour cela différents programmes Labview ont été développés et ont permis de caractériser les cartes microfluidiques développées dans ce travail. Ces programmes, les protocoles de caractérisation et les résultats sont présentés dans le Chapitre IV -.

Chapitre II - Caractérisation et modélisation du comportement mécanique d'un matériau hyperélastique

II.1 - Introduction

Les matériaux appelés communément élastomères sont des polymères ayant des propriétés mécaniques très intéressantes. En effet ces matériaux peuvent subir de larges déformations sans devenir plastiques et ainsi recouvrer leur forme originelle ; c'est pour cela que l'on qualifie ces matériaux d'hyperélastiques. Dans le cas du matériau utilisé dans ce travail, l'élongation avant rupture est de l'ordre de 980 % et la plasticité est atteinte pour des élongations uniaxiales supérieures à 500 %. Ces propriétés les rendent également très amortissant. Ils sont de plus faciles à mettre en forme par moulage et la grande variété de compositions chimiques accessibles leur permet de répondre à un grand nombre d'applications. C'est grâce à ces avantages que les élastomères se sont imposés dans de nombreux secteurs tels que l'automobile ou l'aéronautique ou qu'ils émergent depuis peu dans des domaines tels que les dispositifs médicaux, la robotique, le packaging [44] ou les antennes radio [45].

Il est cependant complexe d'anticiper le comportement de ces matériaux hyperélastiques lorsqu'ils sont soumis à une contrainte. Ceux-ci n'ont pas la même réponse que les matériaux élastiques courants. Le PDMS qui est un élastomère très utilisé en microfluidique [46] pour son faible coût et sa facilité de mise en forme a déjà été étudié pour son caractère hyperélastique [47][28][48]. Différents modèles de comportement ont été proposés afin d'anticiper la réponse mécanique de ces matériaux (Mooney en 1940 [49], Rivlin en 1948 [50], Treloar en 1944 [51]). Ces modèles sont tous développés dans le cadre des grandes déformations. Certains de ces modèles prédisent le comportement mécanique d'un élastomère dans un régime quasi-statique (Treloar par exemple [51]). D'autres sont des modèles phénoménologiques qui postulent l'existence d'un potentiel hyper-élastique W . Ce potentiel est de forme variable suivant les différents auteurs (Mooney [49], Alexander [52] ou Ogden [53] ou encore Lambert-Diani et Rey [54]). Nous nous intéresserons essentiellement ici au modèle de Mooney-Rivlin à deux paramètres [50] qui est un cas particulier du modèle généralisé de Rivlin [55]. Ce modèle a déjà été utilisé afin d'étudier des matériaux élastomères [56][57]. Il est de plus employé dans de nombreux logiciels de calculs par éléments finis (COMSOL et ANSYS notamment) et est bien adapté pour étudier le comportement d'un élastomère en extension équi-biaxiale [58], extension que nous allons étudier en nous intéressant à la déformation subie par le centre d'une membrane lors d'une expérience de soufflage. Cette méthode de caractérisation appelé test de soufflage a déjà été utilisée dans différentes études [59][30].

Dans ce chapitre, différentes notions de mécanique du solide et d'hyper élasticité seront exposées afin de développer une solution analytique. Une simulation numérique développée à l'aide du logiciel COMSOL sera également étudiée. Enfin les résultats de cette simulation numérique seront comparés aux résultats expérimentaux et la solution analytique sera appliquée en comparaison de ces résultats.

II.2 - Modèle mécanique hyper-élastique

II.2.a - Grandes déformations et expression de la contrainte

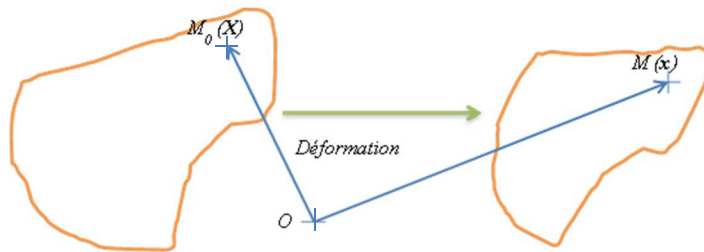


Figure II-1 : Déformation d'un solide.

Initialement le solide déformable étudié est au repos (sans contrainte). Lorsque celui-ci est soumis à des forces externes il se déforme jusqu'à un état dit déformé. Soit M_0 un point matériel du solide déformable. Celui-ci est représenté par un vecteur position X . Une fois le solide déformé ce point est devenu le point M dont le vecteur position est x (Figure II-1).

Au voisinage du point M la déformation est représentée par le tenseur gradient d'ordre deux F de la transformation.

$$F = \frac{\partial x}{\partial X} \quad \text{II.1}$$

Le déterminant J de ce tenseur définit la variation volumique du solide.

$$J = \det(F) \quad \text{II.2}$$

A partir de F on définit le tenseur de Cauchy-Green gauche B comme suit :

$$B = FF^T \quad \text{II.3}$$

Ce tenseur B est très important pour développer le modèle mécanique car ses invariants I_i (avec $i=1, 2, 3$) permettent de définir la densité d'énergie élastique interne par unité de volume du matériau notée W .

$$W = W(I_1, I_2, I_3) \quad \text{II.4}$$

Ces invariants s'expriment ainsi :

$$\begin{aligned} I_1 &= \lambda_1^2 + \lambda_2^2 + \lambda_3^2 \\ I_2 &= \lambda_1^2 \lambda_2^2 + \lambda_1^2 \lambda_3^2 + \lambda_2^2 \lambda_3^2 \\ I_3 &= \det(B) = J^2 = \lambda_1^2 \lambda_2^2 \lambda_3^2 \end{aligned} \quad \text{II.5}$$

Avec λ_1 , λ_2 et λ_3 les taux d'élongations dans les directions principales de l'espace.

Le taux d'élongation λ d'un objet est défini par le rapport entre sa taille après déformation et sa taille d'origine.

$$\lambda = \frac{l}{l_0} \quad \text{II.6}$$

A l'aide des équations classiques de la thermodynamique il est possible de définir les composantes principales du tenseur de contrainte.

$$\sigma_i = \lambda_i \frac{\partial W}{\partial \lambda_i} \quad \text{II.7}$$

Cette expression va être utilisée pour établir la relation contrainte/déformation dans le cadre du modèle de Mooney-Rivlin.

II.2.b - Modèle de Mooney-Rivlin

Dans le modèle de Rivlin généralisé [55] la densité d'énergie W est exprimée en fonction des invariants I_i comme suit :

$$W = \sum_i \sum_j C_{ij} (I_1 - 3)^i (I_2 - 3)^j + D(\sqrt{I_3} - 1)^2 \quad \text{II.8}$$

Où les paramètres i et j sont des entiers. Les constantes C_{ij} et D sont des constantes propres au matériau hyperélastique étudié. Elles sont déterminées à partir d'une comparaison entre le modèle et les mesures contrainte/déformation réalisées lors des expériences.

II.2.b.1 - Incompressibilité du matériau

Dans notre cas le matériau (Ecoflex 00-50) est considéré comme incompressible. C'est-à-dire que le volume global du solide reste le même

durant la déformation. Le déterminant du tenseur de déformation F est alors invariant et vaut $J=1$. Ceci simplifie l'expression de W . On notera également que l'invariant I_3 est constant et vaut aussi 1.

II.2.b.2 - Modèle de Mooney-Rivlin à deux paramètres

Il est possible d'étudier différentes formes du modèle de Mooney-Rivlin en fonction du nombre de constantes évaluées lors de la comparaison avec les résultats expérimentaux. Nous avons choisi dans ce travail d'étudier le modèle à deux constantes pour un matériau incompressible [50] car ce modèle permet de décrire le comportement d'un matériau hyperélastique à l'aide d'une expression simple. La densité d'énergie W possède alors la forme suivante :

$$W = C_{10}(I_1 - 3) + C_{01}(I_2 - 3) \quad \text{II.9}$$

Dans la suite de ce travail C_{10} sera noté C_1 et C_{01} sera noté C_2 par souci de simplicité.

II.2.c - Application au cas d'une déformation équi-biaxiale

II.2.c.1 - Cas général

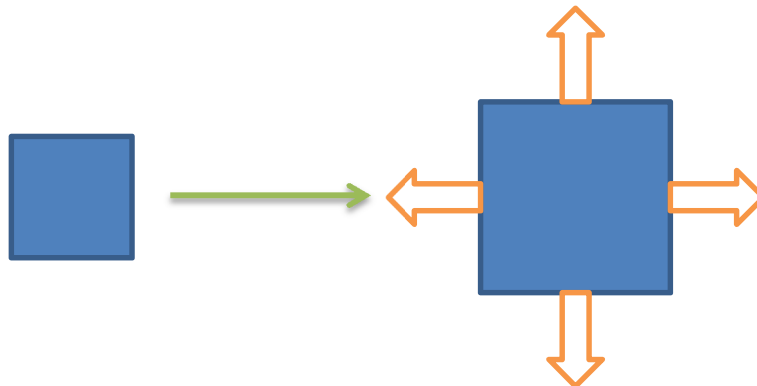


Figure II-2 : Déformation équi-biaxiale.

Lors de la déformation équi-biaxiale d'un matériau incompressible il est possible de simplifier l'expression des invariants I_i à partir des déformations principales. En effet si on considère un étirement équi-biaxial selon les deux premières directions principales on peut écrire :

$$\lambda_1 = \lambda_2 = \lambda \quad \text{II.10}$$

Le matériau étant incompressible la troisième déformation principale peut être déduite de $I_3=1$:

$$\lambda_3 = \frac{1}{\lambda^2} \quad \text{II.11}$$

Les expressions des invariants du tenseur de Cauchy-Green gauche peuvent alors être simplifiées.

$$\begin{aligned} I_1 &= 2\lambda^2 + \frac{1}{\lambda^4} \\ I_2 &= \lambda^4 + \frac{2}{\lambda^2} \\ I_3 &= \lambda_1^2 \lambda_2^2 \lambda_3^2 = 1 \end{aligned} \quad \text{II.12}$$

Si on insère ces expressions dans l'équation II.9, en notant $C_{10}=C_1$ et $C_{01}=C_2$ on obtient l'expression de l'énergie interne du matériau.

$$W = C_1 \left(2\lambda^2 + \frac{1}{\lambda^4} - 3 \right) + C_2 \left(\lambda^4 + \frac{2}{\lambda^2} - 3 \right) \quad \text{II.13}$$

Avec l'équation II.7 il est alors possible de définir l'expression de la contrainte σ associée à la déformation équi-biaxiale.

$$\sigma = \lambda \frac{\partial W}{\partial \lambda} = 4C_1 \left(\lambda^2 - \frac{1}{\lambda^4} \right) (1 + \alpha \lambda^2) \quad \text{II.14}$$

Où $\alpha=C_2/C_1$.

II.2.c.2 - Relation Pression/Déformation dans le cas du soufflage d'une membrane

Lors du soufflage d'une membrane circulaire dont l'épaisseur est uniforme celle-ci subit une déformation en forme de dôme sphérique [60][30]. Cette déformation axisymétrique permet de connaître facilement le taux d'élongation λ en s'intéressant au point central de la membrane. En effet, en connaissant le déplacement de ce point on connaît directement la hauteur de ce dôme sphérique qui nous permet de calculer λ ainsi que le volume disponible sous la membrane. L'expression du taux d'élongation λ va être ici étudiée afin de développer la relation entre la pression appliquée sous la membrane P et λ (et donc la hauteur du dôme généré).

Un peu de géométrie

Soit une membrane déformée sous l'application d'une pression sur sa face inférieure. On s'intéresse au profil de cette membrane qui est un arc de cercle. Si on étudie le point central de la membrane on va suivre ici le sommet de l'arc de cercle. (Figure II-3).

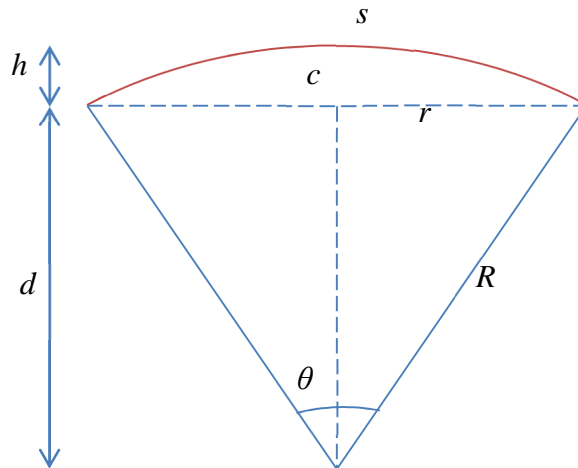


Figure II-3 : Schéma illustrant les grandeurs géométriques impliquées dans la déformation d'une membrane de rayon r jusqu'à un dôme de hauteur h .

La déformation de la membrane soufflée peut être définie par :

$$\lambda = \frac{s}{c} = \frac{R\theta}{c} = \frac{2R}{c} \sin^{-1} \frac{c}{2R} = A \sin^{-1} \left(\frac{1}{A} \right) \quad \text{II.15}$$

Avec

$$A = \frac{2R}{c} = \frac{R}{r} = \frac{r^2 + h^2}{2rh} \quad \text{II.16}$$

Où r est le rayon de la membrane et h est la hauteur du dôme généré par la déformation de la membrane, h est le déplacement du centre de la membrane.

La relation II.15 est valable pour les valeurs de h inférieures au rayon de la membrane ($h < r$). Lorsque h est supérieur à r cette relation devient :

$$\lambda = A \left(\pi - \sin^{-1} \left(\frac{1}{A} \right) \right) \quad \text{II.17}$$

Expression de la pression

Lors d'une expérience de soufflage la pression exercée sur la membrane est reliée à la contrainte par la relation suivante (venant de la pression de Laplace) [61]:

$$\Delta P = \frac{2e}{R} \sigma \quad \text{II.18}$$

Avec e l'épaisseur et R le rayon de courbure de la membrane ($e \ll R$). Il est possible d'exprimer l'épaisseur de la membrane lors du soufflage grâce à l'incompressibilité du matériau.

$$e = \lambda_3 e_0 = \frac{e_0}{\lambda^2} \quad \text{II.19}$$

Où e_0 est l'épaisseur initiale de la membrane, de plus

$$R = \frac{r^2 + h^2}{2h} \quad \text{II.20}$$

Donc la relation entre la pression et la contrainte peut s'exprimer en fonction du rayon de la membrane r et du déplacement du point central h .

$$\Delta P = \frac{4e_0 h}{r^2 + h^2} \frac{\sigma}{\lambda^2} \quad \text{II.21}$$

Il est donc possible d'écrire la relation entre la pression imposée pour souffler la membrane et la déformation de celle-ci.

$$\Delta P = \frac{16e_0 h}{r^2 + h^2} \cdot \frac{1}{\lambda^2} C_1 \left(\lambda^2 - \frac{1}{\lambda^4} \right) (1 + \alpha \lambda^2) \quad \text{II.22}$$

Cette relation permet, connaissant les constantes C_1 et C_2 , de calculer la pression à appliquer à une membrane de rayon et d'épaisseur connus afin d'obtenir une certaine déformation.

II.2.d - Modélisation analytique du soufflage d'une membrane d'Ecoflex 00-50

On souhaite étudier le comportement d'une membrane circulaire en Ecoflex 00-50 d'épaisseur e_0 et de rayon r . Ainsi la relation $\Delta P=f(h)$ a été calculée à l'aide des équations II.22 et II.15 pour différentes valeurs de h correspondantes aux conditions de l'étude réalisée lors de nos expériences. L'épaisseur et le rayon de la membrane modélisée ont été fixés en fonction des membranes que nous souhaitons étudier. L'Ecoflex a déjà été étudié dans la littérature et des coefficients du modèle de Mooney-Rivlin ont été déterminés [44]. Leur valeur respective est de 10401.8 Pa pour C_1 et 21362.8 Pa pour C_2 . Dans cet article la méthode utilisée pour définir ces constantes n'est pas décrite mais le modèle utilisé est celui de Mooney Rivlin à deux paramètres pour un étirement uniaxial. D'autres matériaux ont été étudiés à l'aide de ce modèle dans des conditions d'étirement équi-biaxial [62], dans ce cas précis les constantes déterminées sont $C_1=496422,5$ Pa et $C_2=52124,3$ Pa. Ce matériau que nous appellerons élastomère E (car son nom exact nous est inconnu) possède des constantes C_1 et C_2 différentes de celles trouvées dans la littérature pour l'Ecoflex. Les résultats du calcul réalisés pour l'Ecoflex et l'élastomère E avec l'équation II.22 montrent une augmentation de la déformation avec la pression et sont présentés dans la Figure II-4. Dans ce cas précis le calcul a été réalisé pour une membrane de 4 mm de rayon et 300 μm d'épaisseur.

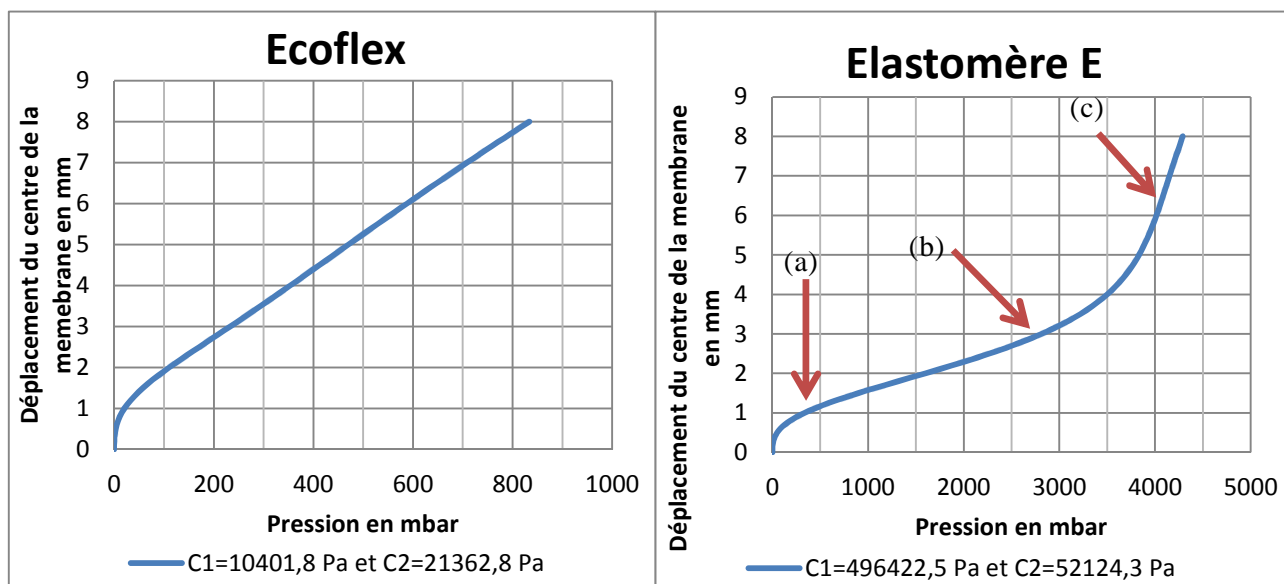


Figure II-4 : Résultats de l'application du modèle de déformation hyper-élastique de Mooney-Rivlin pour deux matériaux. Le graphe de gauche présente les résultats du modèle avec les constantes de l'Ecoflex issue de la littérature [44]. Le graphe de droite présente quant à lui les résultats du modèle développé avec les constantes de l'élastomère E [62]. Les caractéristiques géométriques des membranes modélisées sont 4 mm de rayon et 300 μm d'épaisseur. Les comportements des deux matériaux sont très différents.

Les résultats théoriques présentés dans cette figure montrent l'influence des constantes C_1 et C_2 . En effet les deux résultats du calcul sont très différents. Les calculs réalisés avec les constantes de l'Ecoflex (graphe de gauche) montrent que le matériau se déforme de manière quasi linéaire excepté pour les faibles pressions ($P < 60$ mbar). La pente de cette augmentation linéaire a été évaluée à $8,4 \mu\text{m/mbar}$. Ainsi la pression à appliquer sous la membrane pour que la hauteur du dôme généré soit égale au rayon de la membrane (4 mm ici) et obtenir une demi-sphère est d'environ 350 mbar. En comparaison, les résultats du calcul réalisé avec les constantes de l'élastomère E montrent que la pression à appliquer sur la membrane pour la déformer est plus importante avec 3,5 bars pour une hauteur de dôme de 4 mm. L'évolution de la hauteur du dôme en fonction de la pression imposée est également différente de celle de l'Ecoflex. Il est possible de décomposer cette courbe en trois parties linéaires différentes. La première partie (a) correspond aux déformations les plus faibles, entre 0 et 0.5 mm de hauteur, et on la retrouve sur la courbe de l'Ecoflex. Sur cette partie la pente est très élevée et la hauteur de 0.5 mm est atteinte en quelques mbar. Une deuxième partie (b) correspond aux hauteurs de dôme allant de 1 à 3,5 mm. Dans cette partie la pente est plus faible ($0,8 \mu\text{m/mbar}$ entre 1 et 3 mm de hauteur de déformation). Enfin la dernière partie (c) correspond aux hauteurs de dôme supérieures à 4 mm, cette partie possède une pente plus élevée que la partie précédente ($6,9 \mu\text{m/mbar}$ entre 5 et 8 mm). Ces deux graphes montrent que deux matériaux élastomères peuvent avoir deux réponses très différentes en fonction de leurs constantes du modèle de Mooney-Rivlin. Ces constantes étant déterminées par ajustement du calcul par rapport à des résultats expérimentaux elles dépendent des méthodes de mesure expérimentale. Comme expliqué dans l'étude de l'élastomère E [62] l'étude d'un matériau hyperélastique en étirement uniaxial ne permet pas de déterminer avec précision C_1 et C_2 mais seulement C_1 . Une méthode permettant de déterminer C_2 est d'étudier le matériau en étirement équi-biaxial. C'est cette méthode qui est utilisée pour étudier l'élastomère E et que nous utilisons dans cette étude pour étudier l'Ecoflex. Dans ce travail nous allons ajuster les résultats théoriques calculés à l'aide de l'équation II.22 avec nos résultats expérimentaux pour déterminer C_1 et C_2 puis nous comparerons ces valeurs avec celles de la littérature [44]. Ces dernières ont également été utilisées lors du développement d'une modélisation sous le logiciel COMSOL.

II.3 - Modélisation numérique sous COMSOL

Afin de compléter le modèle analytique développé dans la partie II.2 - le logiciel de simulation numérique COMSOL multiphysics a été utilisé pour effectuer des simulations de déformation équi-biaxiale. Au sein du logiciel une membrane a été dessinée. Cette membrane est circulaire donc le système étudié est axisymétrique afin de simplifier les calculs du logiciel (Figure II-5). La partie externe de la membrane est définie comme fixe, non déformable et n'est soumise à aucune contrainte. La partie centrale est définie comme libre mécaniquement. C'est cette partie qui va être sollicitée. La face inférieure de cette partie est soumise à une pression P alors que la partie supérieure n'est soumise à aucune pression. Les propriétés du matériau hyperélastique ont été intégrées au modèle. Le logiciel COMSOL possédant déjà les équations du modèle de Mooney-Rivlin à deux paramètres en mémoire, la déformation de la membrane sous l'effet d'une pression a pu être modélisée à l'aide des coefficients issus de la littérature $C_1=10401,8$ Pa et $C_2=21362,8$ Pa [44].

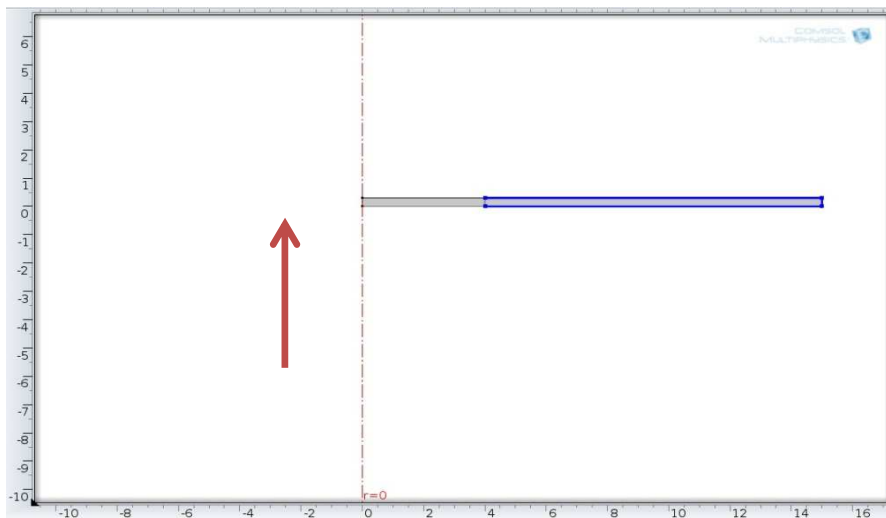


Figure II-5 : Géométrie dessinée afin de modéliser le soufflage d'une membrane hyper-élastique. L'axe de symétrie est représenté par les pointillés rouges. Les frontières surlignées en bleu sont désignées comme fixes et la frontière exposée à la pression est désignée par la flèche rouge. La partie supérieure est laissée libre de toute contrainte. Les données des axes sont en mm.

La simulation du soufflage a été menée pour différentes valeurs du rayon de la membrane, différentes épaisseurs de membranes ainsi que différentes pressions appliquées. Lors de l'application d'une pression sous la membrane circulaire celle-ci se déforme et un dôme sphérique apparaît

(Figure II-6). La hauteur du dôme (la coordonnée en z du point central de la membrane) et la pression appliquée sont alors sauvegardées pour être traitées par la suite.

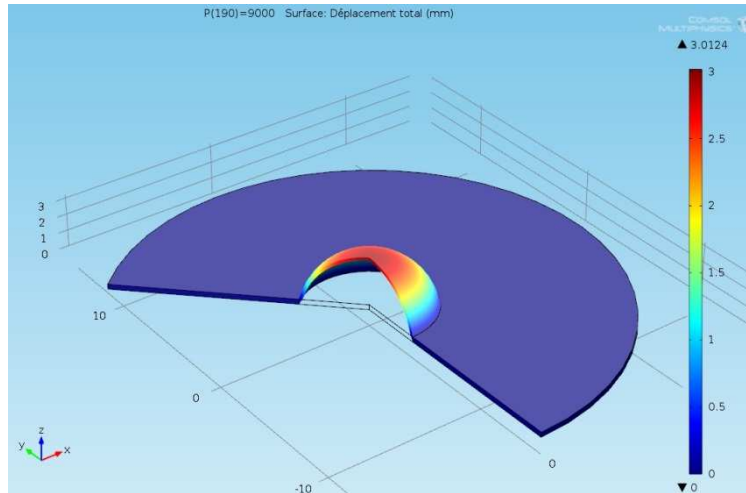


Figure II-6 : Capture d'écran du logiciel COMSOL. Le logiciel a partiellement reconstruit la membrane déformée en trois dimensions. L'échelle de couleur indique le déplacement du système. La membrane déformée forme un dôme sphérique. Le déplacement du point central de la membrane et la pression correspondante sont sauvegardés pour être analysés.

A partir des données sauvegardées différentes comparaisons ont pu être réalisées quant au comportement mécanique des membranes étudiées. Elles ont été faites en fonction de la pression imposée, du rayon de la membrane ou encore de l'épaisseur de celle-ci.

II.3.a - Evolution de la déformation en fonction de la pression

Le graphe de l'évolution de la hauteur du dôme formé par la membrane (4 mm de rayon et 300 μm d'épaisseur) en fonction de la pression appliquée sous celle-ci est exposé en Figure II-7.

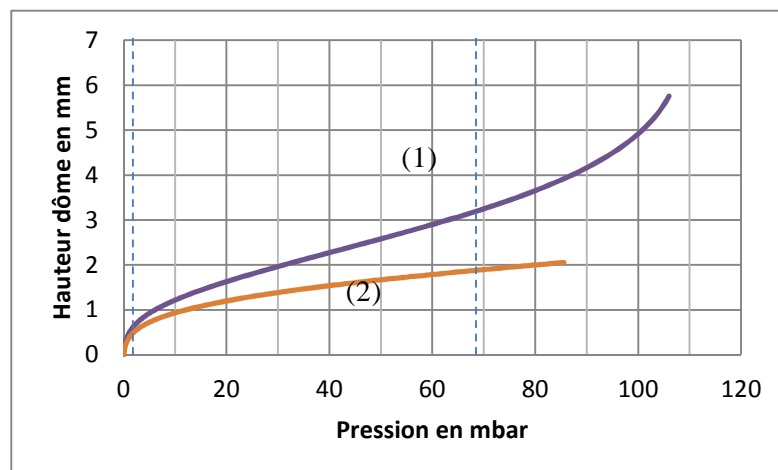


Figure II-7 : Graphe présentant les résultats de la simulation numérique développée sous COMSOL pour une membrane de 4 mm de rayon et 300 μm d'épaisseur. La hauteur du dôme est représentée en fonction de la pression appliquée sous la membrane. La courbe (1) représente les résultats du modèle hyperélastique de Mooney-Rivlin et la courbe (2) ceux du modèle élastique classique.

Pour le modèle hyperélastique on retrouve les 3 régimes observés précédemment dans le modèle analytique. Pour les pressions les plus faibles les modèles hyperélastique et élastique sont proches et leurs résultats sont similaires. La pente est ici élevée avec une évolution supérieure à $200 \mu\text{m}/\text{mbar}$. Cependant à partir de 2 mbar, les deux modèles divergent et la hauteur du dôme évolue beaucoup plus vite dans le modèle hyperélastique. L'évolution est également linéaire dans ce régime mais la pente est alors plus faible avec moins de $37,5 \mu\text{m}/\text{mbar}$. Enfin à partir de 90-100 mbar l'évolution de la hauteur du dôme change à nouveau de régime et celle-ci augmente plus fortement avec la pression. Ce régime correspond au moment où le dôme dépasse le stade hémisphérique, c'est-à-dire que la hauteur du dôme atteint puis dépasse le rayon initial de la membrane circulaire.

Il est donc possible d'augmenter le volume situé sous la membrane en augmentant la pression mais la valeur de ce volume de dépend pas linéairement de la pression appliquée (contrairement au modèle élastique classique). De plus, les caractéristiques de la membrane (épaisseur et rayon) influencent également le comportement de la membrane sous la pression.

II.3.b - Influence de l'épaisseur de la membrane

D'après l'équation II.22 l'épaisseur de la membrane influence son comportement sous la contrainte. Afin d'étudier cette influence le comportement de trois membranes de même rayon (4mm) mais d'épaisseurs différentes ($e=0,3$; $0,4$ et $0,5$ mm) a été modélisé. Les résultats de la simulation sont exposés dans la Figure II-8.

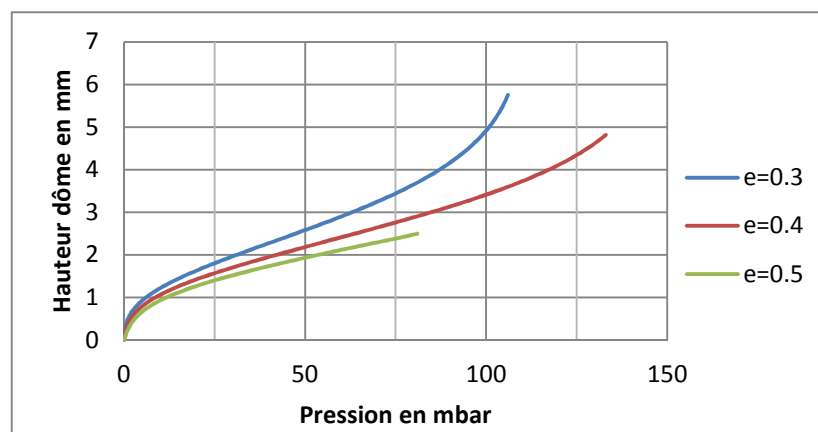


Figure II-8 : Graphe illustrant l'influence de l'épaisseur de la membrane sur son comportement mécanique au cours d'une expérience de soufflage. Le rayon des membranes modélisées a été fixé à 4 mm. Ces résultats sont issus de la simulation réalisée sous COMSOL.

Les résultats de cette modélisation sont en accord avec l'évolution pressentie avec la relation II.22. Pour une pression fixée la déformation diminue lorsque l'épaisseur augmente. Par exemple pour $P=50$ mbar, avec $e=0,3$ mm le centre de la membrane se déplace de 2.58 mm, de 2.18 mm avec $e=0,4$ mm et de 1.93 mm avec $e=0,5$ mm. L'épaisseur de la membrane permet donc de modifier le comportement de la membrane.

Dans cette étude des membranes d'épaisseurs différentes ont été étudiées. Cependant pour l'intégration de membranes hyperélastiques dans des systèmes microfluidiques l'épaisseur de celles-ci a été fixée à $300 \mu\text{m}$: cette épaisseur est suffisamment faible pour obtenir de larges déformations (plusieurs mm de hauteur de dôme) sur la gamme de pression étudiée sans qu'elle ne rompe et permet de réaliser des membranes suffisamment robustes pour garantir une manipulation aisée lors de l'assemblage des systèmes. Dans la suite de ce travail nous allons donc nous intéresser à un autre paramètre influençant la réponse d'une membrane à une contrainte, son rayon.

II.3.c - Influence du rayon de la membrane

Toujours d'après l'équation II.22, une membrane de rayon important se déformera sous une pression plus faible qu'une membrane de rayon plus petit. En effet, pour une même déformation, la pression dans le réservoir évolue en $1/(r^2+h^2)$ avec r le rayon de la membrane et h la hauteur du point central.

La déformation d'une membrane soumise à une pression a été modélisée pour différentes valeurs de rayon comprises entre 3 et 9 mm. Pour tous ces modèles de membrane l'épaisseur a été fixée à $300 \mu\text{m}$. Les résultats de ces modélisations sont exposés dans la Figure II-9.

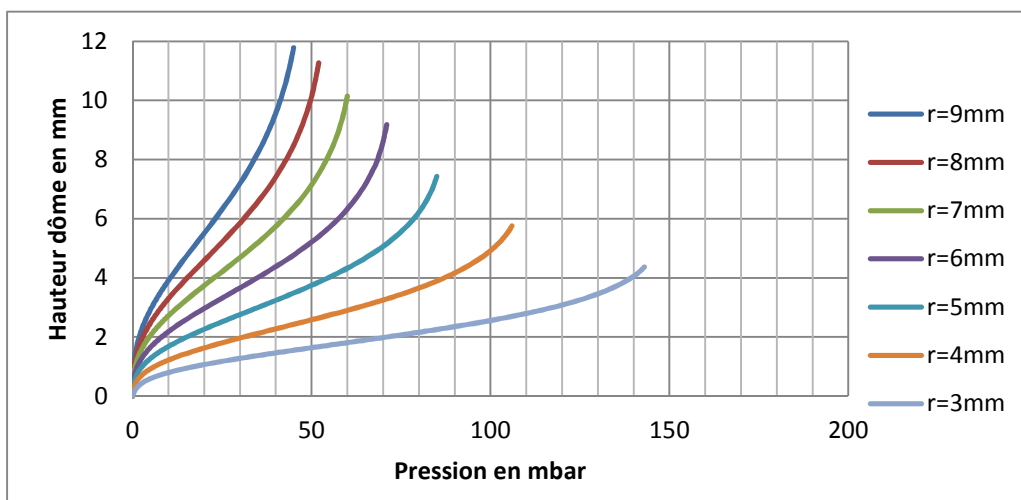


Figure II-9 : Graphe illustrant l'influence du rayon initial de la membrane sur son comportement mécanique au cours d'une expérience de soufflage. Toutes les membranes modélisées ont la même épaisseur ($300 \mu\text{m}$) et les mêmes paramètres C_1 et C_2 pour le modèle de Mooney-Rivlin. Seul le rayon change d'une modélisation à l'autre.

Ces résultats montrent bien l'influence du rayon sur la déformation de la membrane pour une pression donnée. Il apparaît qu'en fonction des applications il est possible d'ajuster la réponse à la pression d'une membrane en fixant son rayon lors de la conception. Il sera alors possible de choisir la déformation maximale et la pression applicable ainsi que le volume maximal disponible sous la membrane. Dans le Chapitre IV - de ce manuscrit nous décrirons le développement d'un réservoir microfluidique hyperélastique utilisant la déformation d'une membrane pour stocker un volume de fluide. Grâce à cette simulation COMSOL on peut anticiper la déformation de la membrane ainsi que le volume disponible sous celle-ci. A titre d'exemple, une membrane de 9 mm de rayon permet ainsi de stocker 1,5 mL de liquide sous une pression de 38 mbar. En comparaison une membrane de 5 mm de rayon permet de stocker 140 μ L sous cette même pression. La résolution en termes de volume stocké sous pression est donc plus importante dans les réservoirs de faible rayon.

La possibilité de pouvoir ajuster le rayon de la membrane lors de la conception des systèmes microfluidiques offre une grande flexibilité dans le choix des volumes accessibles aussi bien qu'en terme de pression applicable. Si jamais cette possibilité est insuffisante pour satisfaire les contraintes d'une application (par exemple la nécessité de stocker un large volume sous une pression importante) il reste la possibilité d'ajuster l'épaisseur de la membrane pour optimiser la réponse du système.

II.3.d - Conclusion

Ces modélisations COMSOL sont importantes car elles permettent d'observer rapidement l'effet de la pression sur les membranes étudiées ainsi que l'influence de différents paramètres (géométriques ou physiques). Le dimensionnement des membranes développées dans le cadre des réservoirs hyperélastiques intégrés sera facilité par cet outil de conception qui permet d'anticiper les caractéristiques du réservoir. Les résultats de ces modélisations vont à présent être comparés à des résultats expérimentaux afin de les valider.

II.4 - Expériences de soufflage et résultats

Le comportement mécanique décrit par la théorie exposée en partie II.2 - semble indiquer que les matériaux hyper-élastiques peuvent supporter des larges déformations sous des contraintes relativement faibles. Afin de pouvoir étudier la réponse réelle d'une membrane soumise à une contrainte, des expériences de soufflage ont été réalisées. Les membranes hyperélastiques ont été placées sur le banc de test de soufflage décrit dans la partie I.2.c - du Chapitre I -. Elles ont été soumises à différentes valeurs de pression et des photos du profil de la déformation ont été enregistrées. Des exemples de photos prises durant ces expériences sont présentés en Figure II-10.

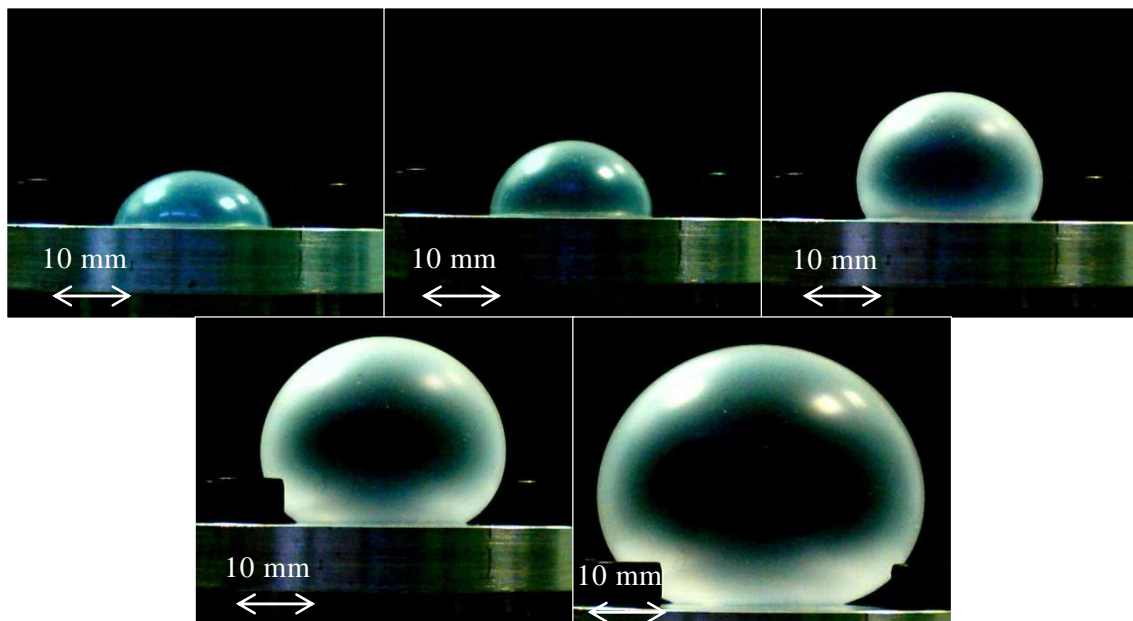


Figure II-10 : Photos enregistrées lors d'expériences de soufflage sur une membrane de 10 mm de rayon et de $300\mu\text{m}$ d'épaisseur. Les pressions appliquées pour obtenir ces déformations sont dans l'ordre : 20 ; 30 ; 40 ; 50 et 60 mbar.

II.4.a - Vérification de la forme de la déformation

Les images issues des expériences de soufflages sont traitées à l'aide du logiciel ImageJ afin de détecter le contour de la membrane et d'extraire les coordonnées du profil. Celles-ci sont alors sauvegardées dans un fichier texte. Ce fichier est ouvert à l'aide d'Excel et les coordonnées des différents contours issus des images sont traitées par une macro :

- L'utilisateur entre le nombre de contours à traiter, le facteur de conversion entre les pixels et les millimètres ainsi que le rayon de la membrane non déformée étudiée.
- Les coordonnées issues des différentes images sont séparées.
- Une rotation est appliquée à l'ensemble des coordonnées afin de compenser un possible décalage entre la caméra et le banc de test.
- Les coordonnées du point le plus haut de chaque contour sont recherchées et la hauteur de déformation h est calculée.
- Faisant l'hypothèse d'une déformation en forme de dôme sphérique le volume disponible sous ce dôme est calculé à l'aide de la relation suivante.

$$V = \frac{\pi}{2} h \left(\frac{h^2}{3} + r^2 \right) \quad \text{II.23}$$

Où h est la hauteur du dôme et r le rayon de la membrane. Cette relation est valable pour $h < r$.

- Les coordonnées des contours et les résultats du calcul sont alors sauvegardés.

Afin de vérifier si la déformation de la membrane est bien sphérique une autre macro Excel utilise les valeurs de volumes qui viennent d'être sauvegardées et calcule des coordonnées théoriques qui doivent représenter le contour d'une calotte sphérique de ce volume. Pour cela la macro réalise les actions suivantes :

- Les coordonnées des contours sont tracées sur un graphe.
- L'équation ci-dessus est utilisée pour calculer h en connaissant V et r . La solution réelle permet de calculer le rayon de courbure R de l'arc théorique.
- Les coordonnées de cet arc théorique sont alors calculées.
- L'arc est ensuite tracé et comparé à l'arc issu des expériences de soufflage.

Un exemple de comparaison est exposé en Figure II-11.

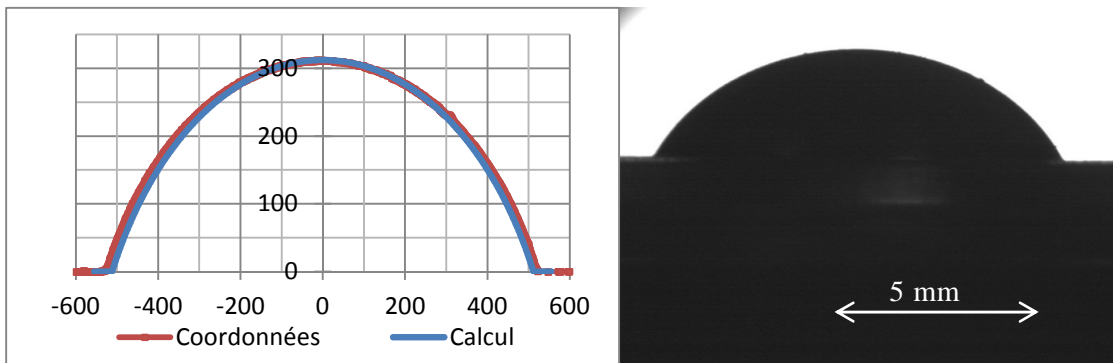


Figure II-11 : Comparaison entre un profil de membrane déformée et un profil théorique de dôme sphérique, les axes représentent les coordonnées en pixels des points des contours. L'image de droite est l'image dont est issu le contour représenté par la série « coordonnées » sur le graphe. La série « calcul » représente l'arc de cercle parfait calculé par le programme Excel. Ici la membrane testée est une membrane de 5 mm de rayon et 300 μm d'épaisseur.

L'erreur de mesure de la hauteur du dôme est principalement liée à la résolution de la caméra. Dans cette configuration la caméra offre une résolution de 110 pixels/mm donc l'erreur est d'environ $\pm 20 \mu\text{m}$. Les deux arcs de cercle se superposent bien, l'écart moyen est de 6 pixels soit $55 \mu\text{m}$. Le contour de la membrane visible à la caméra est bien en arc de cercle donc la membrane subit bien une déformation en forme de dôme sphérique. Le modèle décrit dans la partie II.2 - de ce chapitre pourra être appliquée. Cette déformation permet de ne s'intéresser qu'au point central de la membrane et de calculer rapidement le volume disponible sous celle-ci grâce à l'équation II.23. Ceci sera un avantage pour le pilotage en temps réel des réservoirs à membranes hyperélastiques présentées dans le Chapitre IV -.

II.4.b - Résultats expérimentaux

Comme nous venons de le voir la membrane soufflée subit une déformation en forme de dôme sphérique. Les images enregistrées ont été traitées afin d'extraire la hauteur du dôme. Un exemple de courbe issue de ce traitement d'image est présenté en Figure II-12.

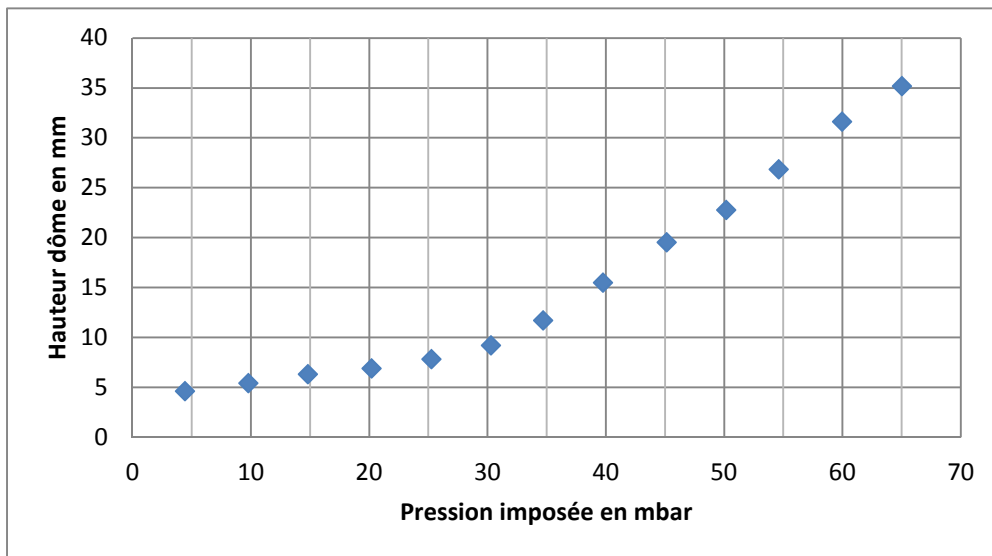


Figure II-12 : Evolution de la hauteur d'une membrane au cours d'une expérience de soufflage. La membrane de 10 mm de rayon et 300 μm d'épaisseur est soumise à différentes pressions puis la hauteur maximale est enregistrée.

Comme pour les résultats du calcul analytique ou ceux de la simulation numérique on observe un comportement qui peut se décomposer en trois parties. La hauteur du dôme augmente fortement pour des pressions faibles (entre 0 et 5 mbar) puis la pente diminue (entre 5 et 30 mbar) pour à nouveau augmenter pour des pressions plus élevées. Il est difficile d'étudier la déformation de la membrane pour des pressions faibles car une partie du

banc de test cache la membrane. De plus la mise en place de la membrane sur le banc de test peut induire une pré-contrainte de celle-ci qui provoque une erreur lorsque la déformation est faible. Cette source d'erreur peut être atténuée en étudiant des membranes plus épaisses ou de rayon plus faible. C'est pour cela que d'autres expériences de soufflage ont été réalisées sur des membranes plus épaisses et sur des membranes assemblées par plasma oxygène à des cartes plastiques (procédé décrit dans la partie I.4.b - du Chapitre I -) et dont le rayon était plus faible.

La comparaison entre deux membranes de même rayon (10 mm) mais d'épaisseurs différentes (300 μm et 1,85 mm) est présentée en Figure II-13.

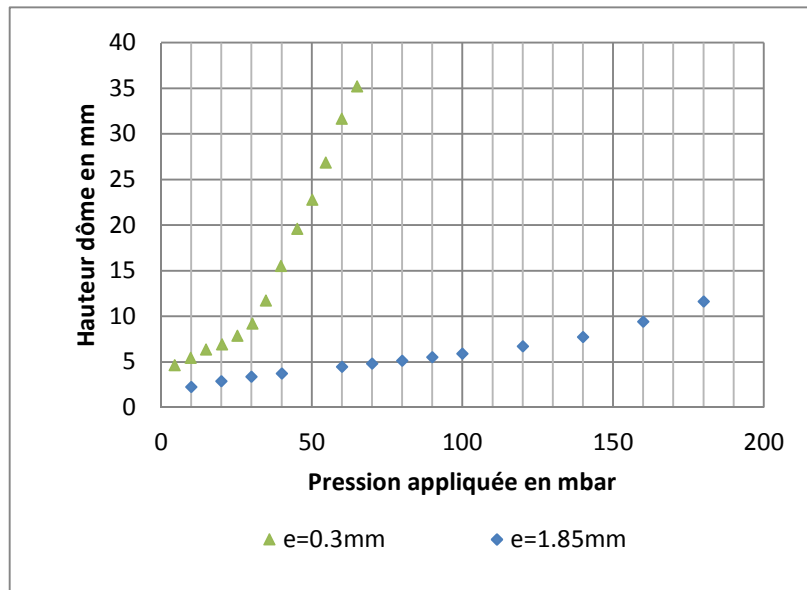


Figure II-13 : Réponses mécaniques de deux membranes circulaires en Ecoflex sous l'application d'une pression. Les deux membranes sont de même rayon (10 mm) mais leurs épaisseurs diffèrent, 300 μm pour la première et 1,85 mm pour la deuxième.

Ce graphe nous montre la différence de comportement de deux membranes en Ecoflex en fonction de leur épaisseur. Comme attendu, l'épaisseur la plus importante induit une déformation plus faible pour une pression donnée. L'épaisseur des membranes étudiées dans ce travail a été fixée à 300 μm pour garantir une grande déformabilité sous la pression et une manipulation aisée.

II.4.c - Vieillessement

Afin de tester la reproductibilité de la déformation d'une membrane en Ecoflex sous l'effet d'une pression, neuf séries de tests ont été ré-

alisées sur trois membranes aux caractéristiques identiques : 5 mm de rayon et 300 μm d'épaisseur. Des pressions allant de 10 à 70 mbar ont été appliquées par pallier de 5 mbar et les différentes hauteurs de dôme ont été relevées. Elles sont présentées dans la Figure II-14.

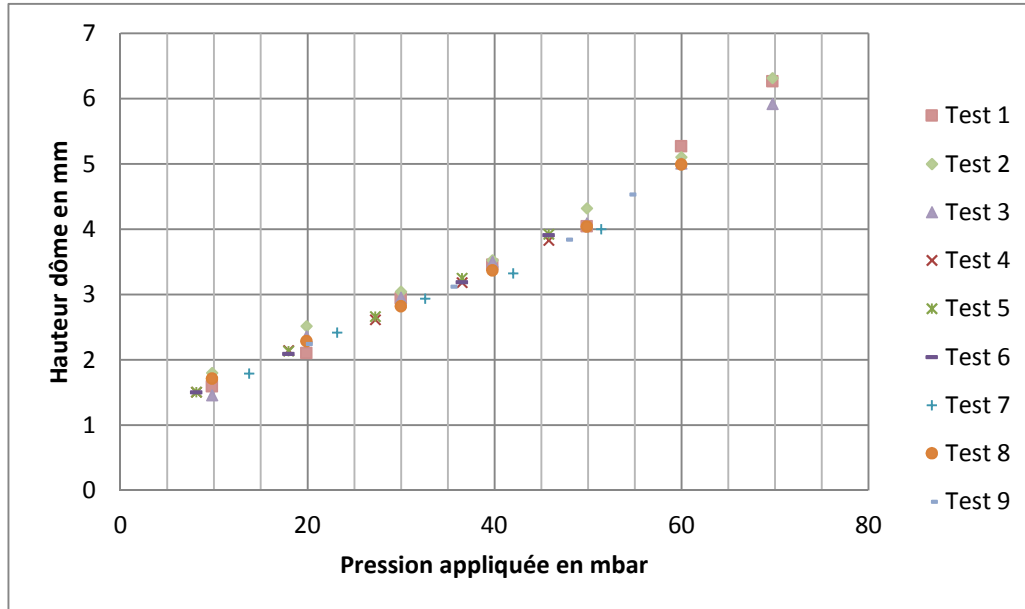


Figure II-14 : Ensemble des résultats des expériences de soufflage pratiqués sur des membranes de 5 mm de rayon et 300 μm d'épaisseur.

Ce graphe illustre les résultats des neuf séries de tests de soufflage. Les résultats montrent une bonne reproductibilité. Pour une pression donnée la déformation d'une membrane à une autre est la même. Les écarts entre les différentes mesures peuvent être expliqués par les erreurs de mesures lors des tests (la pression avec $\pm 2,5\%$ d'erreur, la hauteur du dôme avec $\pm 20\ \mu\text{m}$ d'erreur) et par une variabilité de l'épaisseur de la membrane. En effet celle-ci peut varier de 295 à 305 μm suivant les échantillons.

II.4.d - Fatigue du matériau

Un test de fatigue a été également mené. Une membrane de 4 mm de rayon et 300 μm d'épaisseur a été déformée par une pression de 80 mbar puis relaxée à la pression ambiante au cours de plus de 7500 cycles. Une photo de la membrane déformée a été enregistrée tous les 10 cycles et les images ont été analysées afin de mesurer la hauteur du dôme généré. La variation de cette hauteur durant l'expérience est égale à ± 1 pixel sur l'ensemble des photos enregistrées. Les effets de fatigue semblent minimes sur cette expérience et seront négligés dans la suite de nos expériences.

Cette résistance à la fatigue, peu abordée dans la littérature, est un point important pour le développement de systèmes hyperélastiques car cela indique une bonne reproductibilité de la déformation et une résistance du matériau lors de la répétition d'une contrainte. Cette qualité sera mise à profit dans les systèmes microfluidiques développés dans ce travail.

II.4.e - Plasticité et Hystérésis

Afin d'observer une éventuelle hystérésis, une membrane en Ecoflex de 10 mm de rayon et de 250 μm d'épaisseur a été testée au cours de cycles de soufflages croissants. Lors de ces cycles la pression imposée sous la membrane a été augmentée de 0 mbar à une valeur P_{max} par pas de 5 mbar puis a été diminuée à nouveau jusqu'à 0 mbar avec le même pas. Pour chaque pas la pression indiquée par le générateur de pression et la hauteur du dôme générés ont été enregistrés après trois minutes d'attente pour que la membrane se stabilise sous la pression. A chaque cycle la valeur de P_{max} a été augmentée de 5 mbar (pour le premier cycle $P_{\text{max}}=5$ mbar, pour le second $P_{\text{max}}=10$ mbar, ainsi de suite jusqu'à $P_{\text{max}}=45$ mbar). Les résultats de ces tests de soufflage sont présentés dans la Figure II-15.

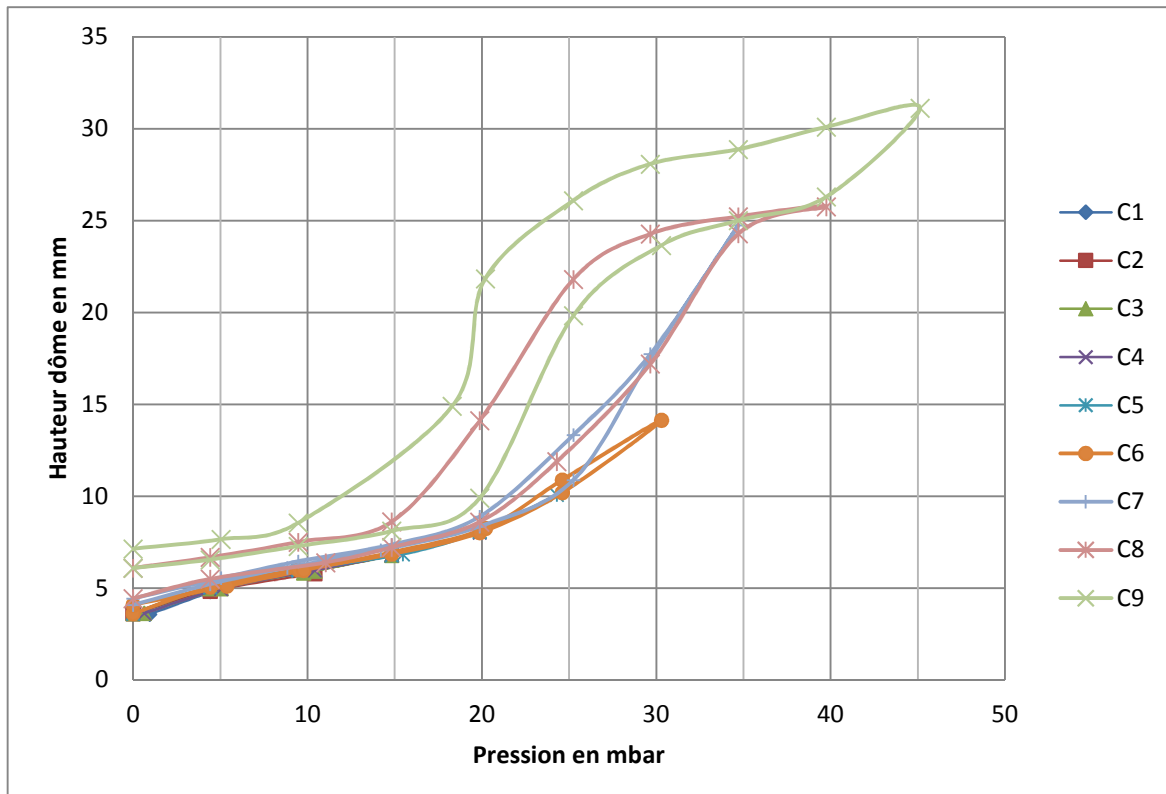


Figure II-15 : Evolution de la hauteur du dôme générée lors de tests de soufflage sur une membrane en Ecoflex de 10 mm de rayon et de 250 μm d'épaisseur. Les différents cycles de pression imposés sont numérotés de C1 à C9.

Pour les 6 premiers cycles ($P_{\max} \leq 30$ mbar), l'évolution de la hauteur du dôme généré ne présente pas d'hystérésis et les résultats se confondent d'un cycle à l'autre. La membrane reste dans un régime de déformation élastique.

Pour des pressions maximum supérieures à 30 mbar, une hystérésis apparaît clairement. Par exemple dans le cycle n°7 le gonflage est identique au cycle n°6 pour les pressions inférieures ou égales à 25 mbar. Au-delà l'évolution de la hauteur du dôme change. Pour une pression de 30 mbar la hauteur du dôme est de 17,74 mm alors qu'elle était de 14,14 mm lors du cycle 6. De même lors du dégonflage la hauteur du dôme diffère des valeurs observées lors du gonflage : pour 25,24 mbar elle est de 13,34 mm lors du dégonflage contre 10,88 lors du gonflage. Pour les cycles n°8 et n°9 cette hystérésis est encore plus importante et la hauteur du dôme pour une pression donnée est plus faible lors du gonflage que lors dégonflage. Cet écart peut atteindre plus de 10 mm, durant le cycle n°9 pour 20 mbar la hauteur est de 9,91 mm lors du gonflage et de 21,85 mm lors du dégonflage. De plus à partir du cycle n°8 la membrane ne revient plus à sa hauteur d'origine. A la fin du cycle n°9 la hauteur est de 7,15 mm alors qu'elle était de 3,62 mm au début du cycle n°6.

Le fait qu'au début de l'expérience la hauteur de la membrane ne soit pas nulle lorsque la pression imposée l'est vient du système de maintien de la membrane. Celui-ci l'écrase contre un joint torique afin de garantir l'étanchéité de la chambre ce qui provoque un glissement de l'Ecoflex et donc une déformation de la membrane (voir Figure II-16).

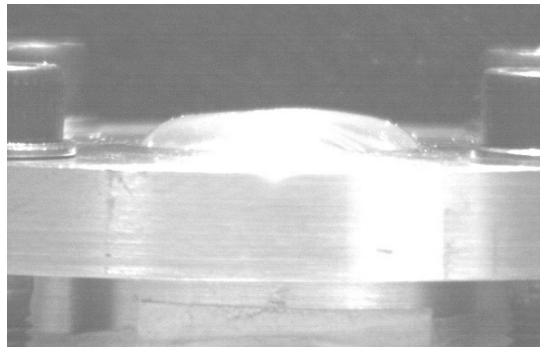


Figure II-16 : Photographie de la membrane après qu'elle ait été placée sur le banc de test, le serrage de l'anneau de maintien provoque un fluage qui déforme la membrane.

C'est en partie ce phénomène de glissement qui est selon nous responsable de l'apparition d'une hystérésis au cours de cette expérience. Lorsque la hauteur du dôme devient plus grande que le rayon de la membrane l'Ecoflex qui se trouve contre l'anneau de maintien subit une très forte contrainte et le matériau glisse entre l'anneau de maintien et le support vers la chambre de soufflage de manière irréversible. L'accumulation

de matière empêche alors la membrane de revenir à sa position initiale. De plus ce glissement s'accompagne d'une déformation plastique du matériau. Lorsque la pression imposée est supérieure à une valeur seuil (ici 30 mbar mais cela dépend des dimensions de la membrane) la déformation du matériau devient irréversible (pour $\lambda > 200$ % environ). Après le test la membrane garde une forme bombée alors qu'elle reste plate si de telles contraintes ne sont pas dépassées ($P \leq 30$ mbar). Ces résultats soulèvent une difficulté technique qu'il faudra bien prendre en compte lors des développements des différents systèmes, à savoir le choix de la méthode d'encastrement ou d'assemblage du matériau hyperélastique sur son support avec une bonne maîtrise des conditions limites et des interfaces avec des systèmes rigides.

II.4.f - Conclusion

Les expériences de soufflage réalisées sur des membranes en Ecoflex ont montré qu'il est possible de déformer très largement ces membranes en leur imposant une pression. La déformation de la membrane à une pression donnée dépend de son épaisseur et de son rayon au repos.

Les résultats obtenus au cours de ces tests ont montré que la déformation de ces membranes est reproductible et qu'elles peuvent subir de très nombreuses déformations sans présenter de fatigue particulière tant que l'on reste dans le régime élastique. Lorsque la déformation devient trop importante une partie du matériau subit une déformation plastique qui empêche un retour à la position d'origine.

Ces résultats expérimentaux vont être à présent comparés aux résultats de la simulation COMSOL et aux résultats du calcul analytique.

II.5 - Comparaison des modèles avec les résultats expérimentaux

II.5.a - Comparaison avec les résultats de la simulation COMSOL

La comparaison entre les résultats de la simulation numérique réalisée avec COMSOL et les résultats expérimentaux est représentée en Figure II-17. Dans cette comparaison la membrane étudiée a un rayon de 5 mm et une épaisseur de 300 μm . Le modèle utilisé sous COMSOL est le

modèle de Mooney-Rivlin à deux constantes. Il est appliqué avec les constantes de l'Ecoflex issues de la littérature [44].

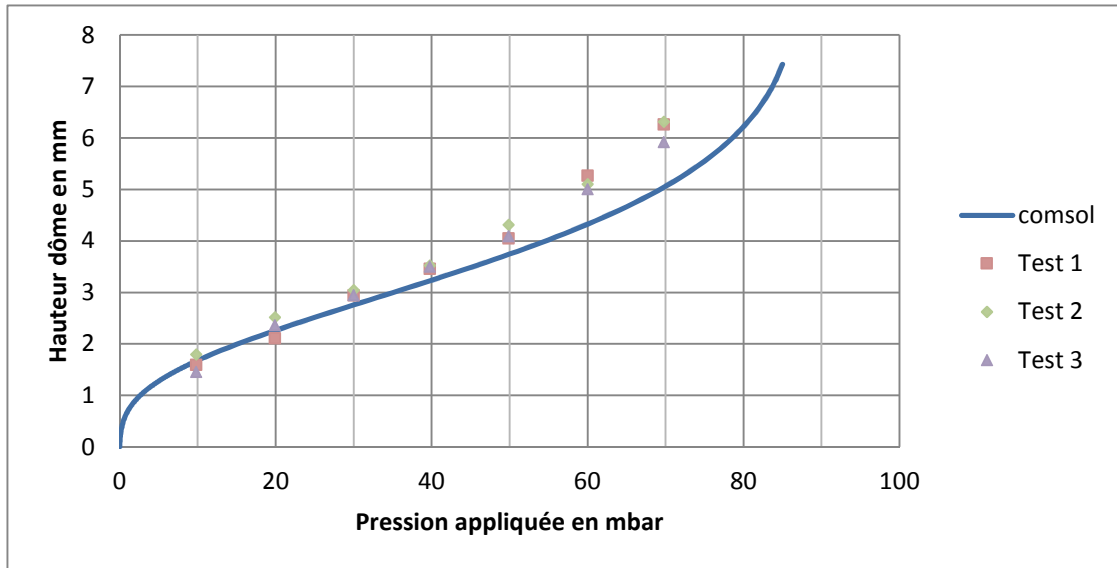


Figure II-17 : Comparaison entre les résultats des expériences de soufflage et ceux de la simulation numérique pour des membranes de 5 mm de rayon et 300µm d'épaisseur. Les résultats expérimentaux sont représentés par les points et ceux de la simulation par la ligne pleine.

Les résultats issus du calcul numérique de COMSOL suivent bien l'évolution de la hauteur du dôme mesurée expérimentalement pour des pressions inférieures à 50 mbar. Au-delà de cette pression les prédictions du modèle numérique hyperélastique sont moins bonnes et les deux courbes divergent. Le résultat est semblable si on étudie une membrane de 10 mm de rayon (Figure II-18).

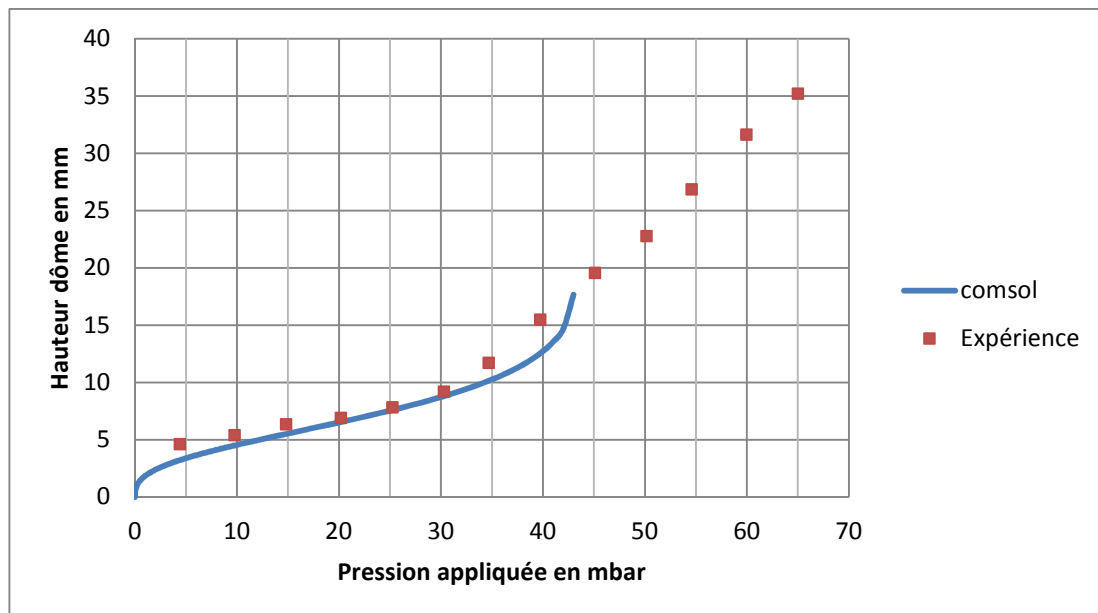


Figure II-18 : Comparaison entre les résultats des expériences de soufflage et ceux de la simulation numérique pour une membrane de 10 mm de rayon. Les résultats expérimentaux sont représentés par les points et ceux de la simulation par la ligne pleine.

La simulation COMSOL fournit des résultats en concordance avec les résultats expérimentaux pour des pressions comprises entre 10 et 30 mbar pour cette membrane (10 mm de rayon et 300 μm d'épaisseur). Pour des rayons plus faibles cette plage s'étend jusqu'à 50 mbar (pour $r=7$ mm) et 85 mbar (pour $r=4$ mm). Entre 0 et 10 mbar le comportement de la membrane diffère de la prédiction numérique à cause de la sous-contrainte engendrée par la mise en place de la membrane sur le banc de test. Lorsqu'une faible pression est appliquée sous la membrane celle-ci est déjà déformée et sa hauteur est plus importante que le résultat du calcul de COMSOL.

Concernant les points de mesure pour les pressions supérieures à 30 mbar on observe une différence de tendance entre expérience et simulation. Les courbes divergent et le modèle de COMSOL ne permet pas de calculer la déformation pour des pressions supérieures à 45 mbar. Nous expliquons cette différence par la complexification de la déformation lorsque celle-ci devient irréversible (voir partie II.4.e -). COMSOL n'arrive pas à calculer de telles déformations. La Figure II-19 montre la différence entre la membrane déformée lors de l'expérience et le résultat de la simulation COMSOL pour une pression de 40 mbar.

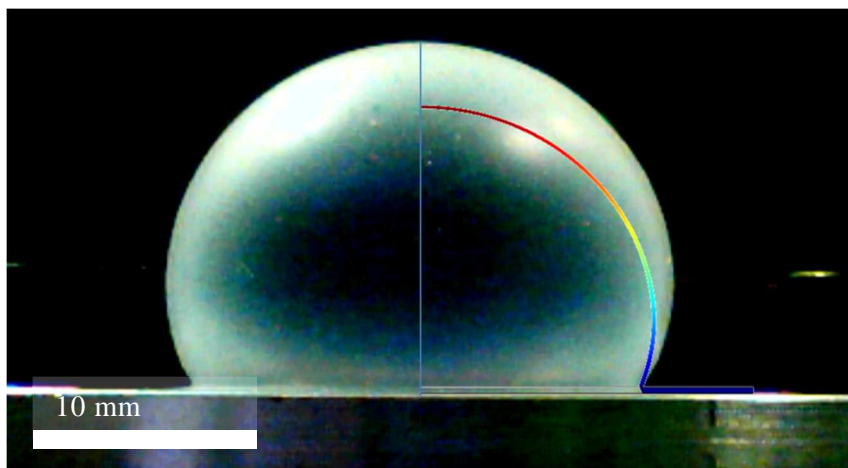


Figure II-19 : Superposition d'une image sauvegardée durant une expérience de soufflage et le profil de déformation calculé à l'aide COMSOL pour la même valeur de pression. Les deux profils ne se superposent pas bien, la déformation n'est pas modélisée correctement.

Ce résultat montre une limitation de la simulation COMSOL. Celle-ci est applicable et valable pour des déformations du même ordre de grandeur que le rayon de la membrane. Pour des déformations plus importantes la validité de cette simulation n'est pas garantie et les résultats devront être considérés avec prudence.

II.5.b - Comparaison avec les résultats du calcul analytique

A partir de l'équation II.22 et des constantes du modèle de Mooney-Rivlin issues de la littérature [44] la déformation théorique d'une membrane de 10 mm de rayon et 300 μm d'épaisseur a été calculée. Ces résultats sont comparés aux résultats expérimentaux dans la Figure II-20.

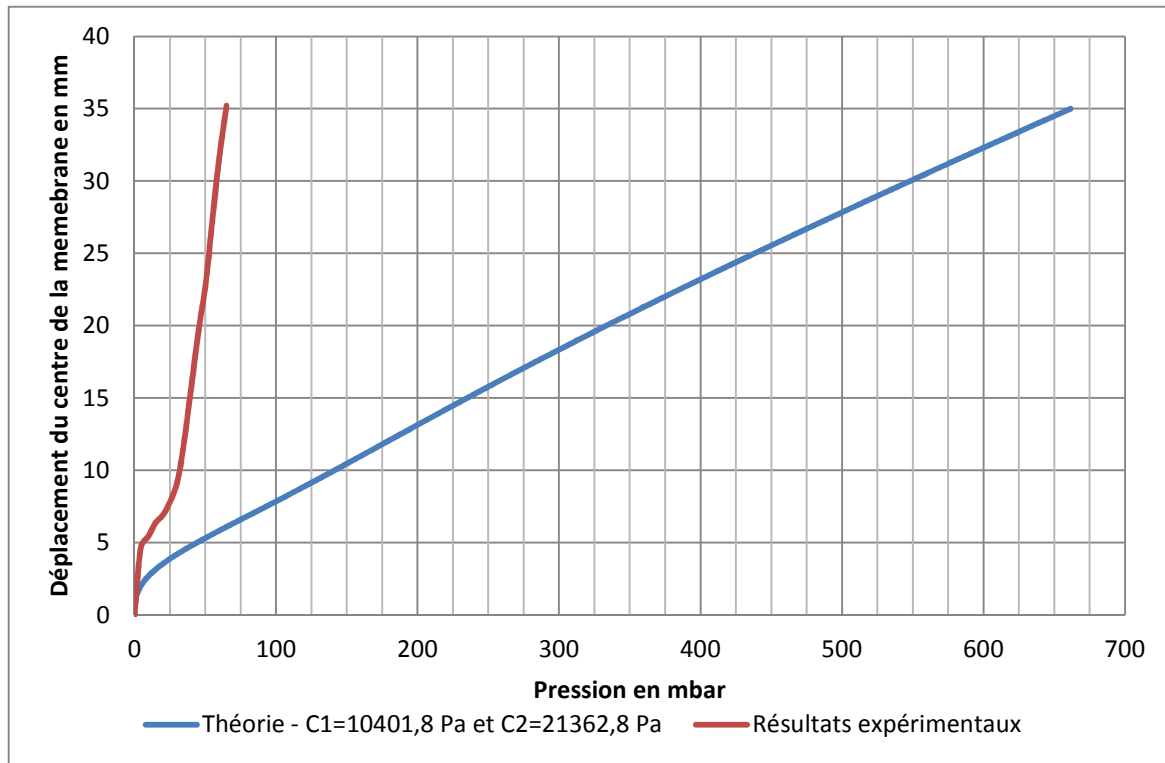


Figure II-20 : Comparaison entre les résultats du calcul théorique de la partie II.2 - avec les constantes de l'Ecoflex issues de la littérature [44] et les résultats expérimentaux du soufflage d'une membrane de 10 mm de rayon et 300 μm d'épaisseur.

Il apparaît que les résultats du calcul ne concordent pas du tout avec les résultats expérimentaux. Le modèle n'est pas valide dans ces conditions et ne permettra pas d'anticiper la déformation des membranes.

Ne connaissant pas exactement la méthode ayant permis de déterminer les constantes de la littérature nous avons souhaité déterminer nous même les constantes du modèle de Mooney-Rivlin à deux paramètres pour l'Ecoflex.

II.5.c - Recherche des paramètres C_1 et C_2 du modèle de Mooney-Rivlin à partir des résultats expérimentaux

La méthode pour déterminer nouveaux paramètre C_1 et C_2 est un ajustement de courbes :

- Les données expérimentales (pression appliquée et hauteur du dôme mesurée) sont entrées dans le programme de recherche des paramètres.
- Pour chaque hauteur de dôme issue des données expérimentales, la pression théorique correspondante est calculée à l'aide de la relation II.22 (à cet instant les paramètres C_1 et C_2 sont arbitraires).
- Les valeurs de pression théoriques sont comparées aux pressions appliquées et l'écart est quantifié.
- Le programme de recherche ajuste les valeurs des paramètres C_1 et C_2 pour minimiser cet écart et calcule à nouveau les pressions théoriques.
- Ce processus est répété jusqu'à ce que l'écart entre les pressions appliquées au cours de l'expérience et les pressions théoriques soit minimal.

Ces valeurs obtenues pour chaque expérience ont été comparées et leur approximation a été utilisée afin de vérifier la fiabilité du modèle. Un exemple de comparaison est présenté en Figure II-21. Cet exemple corres-

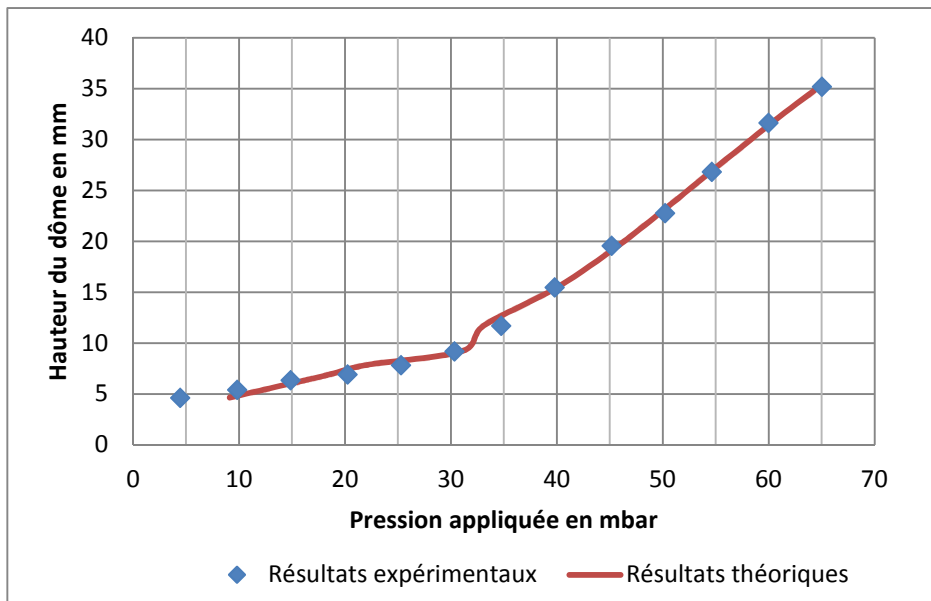


Figure II-21 : Comparaison entre les résultats expérimentaux et ceux obtenus par calcul analytique et optimisation des paramètres C_1 et α . Les résultats expérimentaux sont en pointillés et les résultats théoriques sont représentés par la ligne pleine rouge.

pond à une membrane de 10 mm de rayon et 300 μm d'épaisseur.

Pour cet expérience précise le programme de recherche des paramètres a minimisé l'écart entre le calcul du modèle et les résultats expéri-

mentaux pour les valeurs suivantes : $C_1=7957$ Pa et $\alpha=0.013$ (pour rappel $\alpha=C_2/C_1$). Il est important de noter que dans cette expérience la hauteur du dôme a largement dépassé le rayon initial de la membrane ($r=10$ mm). Sur ce graphe un brusque changement de pente est observé entre $P=30$ mbar et $P=35$ mbar. Dans cette gamme de pression la hauteur du dôme approche et dépasse le rayon de la membrane (10 mm). Hors lorsque la hauteur du dôme est inférieure au rayon de la membrane le taux d'élongation est défini par l'équation II.16 alors que pour une hauteur supérieure au rayon il est défini par l'équation II.17. Ce changement d'expression explique la variation importante de la pente autour de la valeur $h=10$ mm observée.

Dans certains cas le programme de recherche trouve une valeur nulle pour α (et donc pour C_2). Ceci correspond aux séries de mesures où la déformation maximale imposée à la membrane n'excède pas (ou peu) la position d'une demi-sphère parfaite. Ceci peut indiquer que l'influence du paramètre C_2 est négligeable tant que la hauteur du dôme est inférieure au rayon de la membrane. Cette hypothèse pourrait permettre de simplifier l'équation II.22 pour les cas de déformations adaptés où la hauteur de déformation ne dépasse pas le rayon de la membrane. Nous avons choisi de ne pas simplifier cette équation et de conserver le paramètre C_2 pour plus de précision.

L'utilisation du programme de détermination des paramètres aux différentes séries expérimentales a permis de déterminer les paramètres C_1 et α . Les valeurs de ces deux paramètres varient en fonction des séries de mesures analysées entre 7957 Pa et 8611 Pa pour C_1 et entre 0 et 0,03 pour α . Pour une application ultérieure dans des calculs de déformation les valeurs de C_1 et α ont été fixées en calculant les moyennes des résultats fournis par le programme. Les valeurs ainsi calculées sont $C_1=8289$ Pa et $\alpha=0,009$.

Ces paramètres ont été utilisés pour modéliser le comportement d'une membrane hyper-élastique de 10 mm de rayon et dont nous ignorions a priori l'épaisseur. La comparaison entre les résultats expérimentaux issus des tests de cette membrane et les résultats du calcul mené à l'aide des paramètres précédents a permis de déterminer la valeur théorique de l'épaisseur de la membrane : 1,865 mm. L'épaisseur réelle de la membrane a été mesurée à 2 mm soit une erreur de 135 μ m ou 6,75%. Ce test a permis de valider l'utilisation des paramètres que nous avons déterminés dans les conditions de l'expérience. Ces paramètres permettent d'évaluer la déformation d'une membrane circulaire en Ecoflex 00-50 pour des hauteurs de dôme du même ordre de grandeur que le rayon de la membrane.

Pour des déformations plus importantes une modification du modèle sera nécessaire car l'hypothèse de la déformation sphérique n'est plus

valable dans ce contexte. De plus une nouvelle recherche des paramètres $C1$ et α sera nécessaire car nous avons vu que la méthode d'étude influence les résultats de recherche de ces paramètres.

Les paramètres issus de la littérature et déterminés à partir d'essais en étirement uniaxial sont différents de ceux déterminés dans ce travail. L'écart est d'environ 20% pour $C1$ et de plus de 99% pour $C2$. Cet écart s'explique par la différence des méthodes employées (notamment pour $C2$). Il peut également s'expliquer par les hypothèses lors du développement du modèle de Mooney-Rivlin (incompressibilité notamment) ou par une différence de préparation de l'Ecoflex. En effet la composition du mélange initial préparant les élastomères a une influence sur leur comportement mécanique [28].

Néanmoins ces valeurs issues de la littérature ont permis de développer une simulation numérique à l'aide du logiciel COMSOL qui fournit des résultats concordants pour des pressions imposées inférieures à un certain seuil dépendant des dimensions de la membrane. Elles sont de plus adaptées à l'étude d'une déformation uniaxiale. Elles ont donc été utilisées dans le cadre des simulations COMSOL qui ont servi de base de réflexion pour la modélisation des capteurs d'élongation hyperélastiques et le dimensionnement des cartes microfluidiques à réservoirs hyperélastiques.

Les paramètres évalués ici permettent quant à eux d'obtenir rapidement et simplement une approximation de la pression nécessaire pour obtenir une hauteur de dôme donnée. Une fonction macro a été développée sous Excel afin d'automatiser ce calcul. En entrant le rayon de la membrane, son épaisseur et la hauteur voulue le programme calcule la pression à appliquer. Ce programme peut être très utile lors de la conception d'une carte microfluidique comportant des membranes hyperélastiques.

II.6 - Conclusion

Les expériences de soufflage réalisées dans ce travail ont montré que le comportement mécanique de ce matériau ne peut être modélisé comme un comportement élastique classique. Les résultats expérimentaux ont montré le potentiel de déformation d'une membrane circulaire en Ecoflex (>150 % pour des pressions <100 mbar) et les paramètres géométriques ajustables en fonction du comportement mécanique visé (rayon et épaisseur). Les modèles développés avec le modèle de Mooney-Rivlin et COMSOL ont été validés dans la gamme de pression qui sera utilisés par la suite (cette gamme dépend des dimensions du réservoir développé). Néanmoins il est apparu que ces deux modèles doivent être appliqués avec des

coefficients différents. Cette différence soulève des questions quant à la méthode d'étude des matériaux hyperélastiques. L'étirement équibiaxial est indiqué pour cette caractérisation car sa mise en place est simple et les équations de la déformation connues. Il faudrait néanmoins développer de nouveaux bancs pour améliorer la méthode d'acquisition. Un dispositif d'étirement plan (à la place d'un banc de soufflage) pourrait par exemple apporter des informations sur l'ensemble de la membrane et pas seulement sur certains points (sommet du dôme). Le modèle numérique développé sous COMSOL a pour avantage de pouvoir modéliser des systèmes plus complexes qu'une membrane mais peut être coûteux en temps et en ressource informatique. Le modèle analytique quant à lui est très bien adapté à la modélisation d'une membrane circulaire soufflée et est très rapide à mettre en œuvre. Il est en contrepartie difficile à adapter à une autre géométrie (étirement biaxial d'une membrane rectangulaire ou étirement uniaxial d'un pavé d'Ecoflex). La modélisation de la déformation des membranes hyperélastiques est essentielle pour dimensionner les cartes microfluidiques développées dans ce travail et présentées en Chapitre IV -. Grâce à ces modèles il est possible de connaître la relation entre la pression interne d'un réservoir à membrane hyperélastique et son volume interne. Voici un tableau présentant deux exemples de membranes qui ont été intégrées et utilisées dans les cartes microfluidiques :

Rayon	Epaisseur	Volume demi-sphère	Pression à imposer
4 mm	300 μm	134 μL	87 mbar
7 mm	300 μm	715 μL	49 mbar

Ce tableau fournit les pressions à appliquer afin que la déformation de ces réservoirs soit en forme de demi-sphère et le volume interne correspondant.

Chapitre III - Capteurs électrofluidiques en matériau hyperélastique

III.1 - Introduction : Rappel du principe

Nous avons vu dans le chapitre précédent la très grande capacité d'étirement de l'Ecoflex. Celui-ci étant initialement utilisé pour fabriquer des masques et des prothèses pour le cinéma, puis pour des robots souples, nous proposons de l'employer pour développer une famille de capteurs adaptés à des supports de forme complexe et susceptible de se déformer sur de grandes amplitudes. La peau est un bon exemple, et nous observons l'émergence d'un domaine de recherche et développement assez actifs autour des concepts de « patches » instrumentés ou des tatouages électroniques [9]. De tels capteurs doivent se déformer (flexion, étirement, torsion) avec leur support sans dommage ni interruption de la mesure ni délamination. Les capteurs issus de la microélectronique classique ne peuvent tolérer des déformations telles que celles supportées par la peau. C'est l'émergence des dépôts en couche mince et de la microélectronique souple qui a apporté une solution pouvant suivre les déformations de la peau [9].

Nous pensons que la combinaison des technologies de la microfluidique, des matériaux élastomères et des liquides conducteurs peut être une alternative au développement de capteurs souples et étirables adaptés à une utilisation sous forme de « patch » portés sur la personne. Les antennes souples issues de cette combinaison montrent déjà le potentiel en termes de simplicité de mise au point et de déformabilité de tels systèmes bien que leur faculté d'élongation soit encore limitée [12].

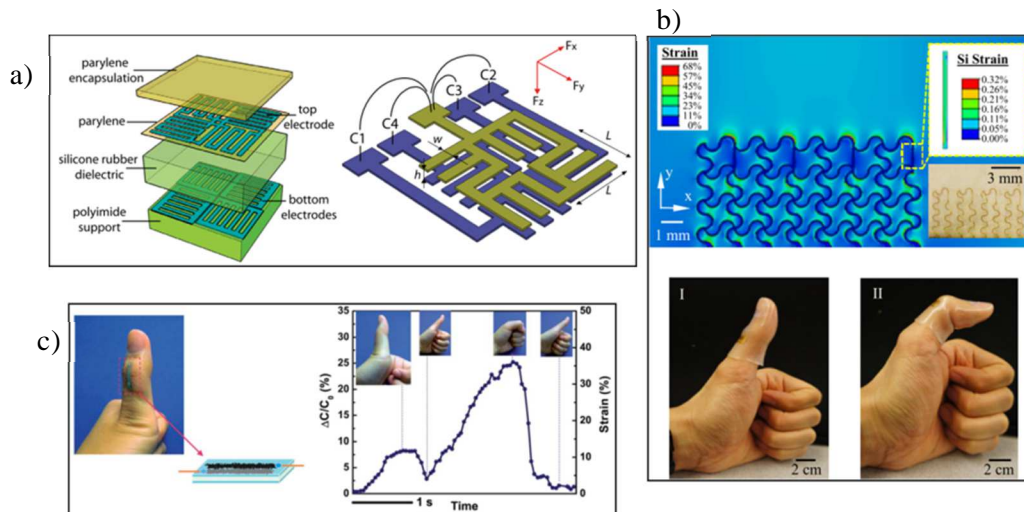


Figure III-1 : a) Schémas de l'empilement technologique et des électrodes d'un capteur de pression capacitif. Extrait de [64]. b) Capteur de flexion résistif en Ecoflex comportant des résistances en couche mince. Extrait de [65]. c) Capteur de flexion capacitifs en PDMS/Ecoflex dopés aux nanofils d'argent. Extrait de [67].

Différents types de capteurs dans la littérature ont mis en avant leur capacité à se déformer sous la contrainte sans subir de dommages. Leur but est de détecter une déformation (flexion, élongation ou compression) à l'aide d'une mesure électrique (capacitive ou résistive). Ils sont tous composés d'une structure déformable et d'une zone sensible conductrice.

Certains travaux sont un peu éloignés de la microfluidique (Figure III-1). Les travaux de Leigh et coll. ont par exemple mis en avant l'utilisation de polymères dopés avec du noir de carbone pour réaliser des capteurs de déformation à l'aide d'une imprimante 3D [63]. D'autres équipes utilisent des technologies issues de la microélectronique en couche mince sur une structure en PDMS (Dobrzynska et coll. [64]) ou en Ecoflex (Hu et coll. [65] et Wing et coll. [66]). Des nanofils d'argent ont été associés à une structure hybride en PDMS et Ecoflex par Yao pour développer un capteur de flexion capacitif [67]. Ces technologies de dépôt en couches minces sont des technologies matures mais elles sont très coûteuses et lourdes à mettre en place. Ceci est un frein pour le développement d'un système de type « patch » qui se voudrait à durée de vie limitée.

D'autres travaux ont pour objectif de réaliser des capteurs et des actionneurs moins coûteux grâce au dopage ionique d'hydrogels. C'est le cas de Keplinger et coll. et Sun et coll. qui ont mis au point un haut-parleur [68] et des capteurs d'élongation et de pression [69] (Figure III-2).

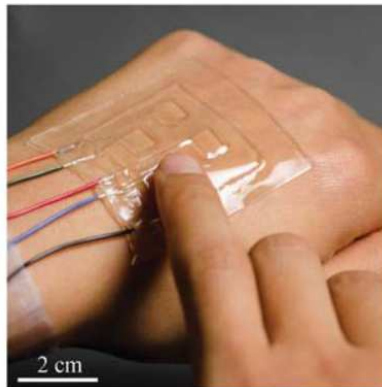


Figure III-2 : Photographie du capteur de pression capacitif réalisé en hydrogel dopé. Extrait de [69].

Enfin certains laboratoires utilisent directement les techniques de la microfluidique en adoptant la même philosophie que les antennes déformables. Ils proposent des capteurs électrofluidiques profitant des propriétés électriques de certains alliages métalliques liquides à température ambiante (galinstan par exemple). Ponce Wong et Coll. ont ainsi développé un capteur de pression capacitif en PDMS fondé sur deux réseaux de canaux remplis de Galinstan jouant le rôle d'électrodes [70]. Des capteurs similaires mais utilisant de l'Ecoflex ont été développés par Fassler et coll. [71], Roberts et coll. et Tabatabai [72] et coll. [73] (Figure III-3).

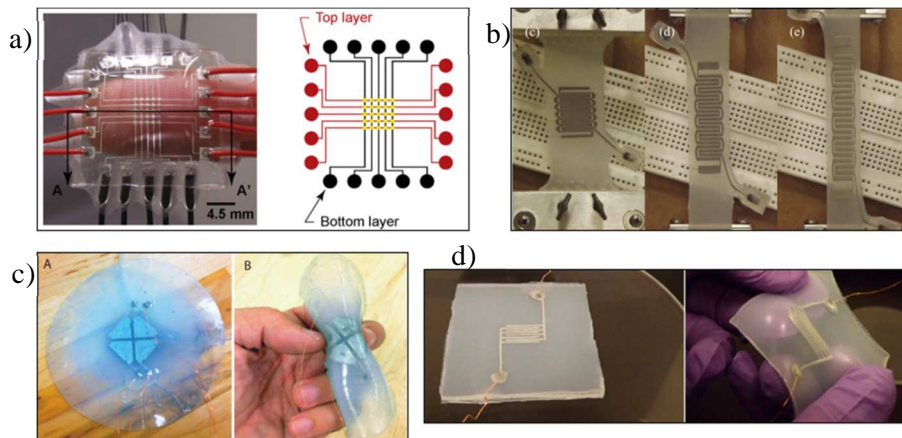


Figure III-3 : Différents exemples de capteurs électrofluidiques utilisant un métal liquide à température ambiante. a) Capteur de pression en PDMS. Extrait de [70]. b) et d) Capteurs capacitifs d'élongation en Ecoflex. Extraits de [71] et [73]. c) Capteur capacitif de pression en Ecoflex. Extrait de [72].

A notre connaissance à ce jour les travaux les plus aboutis sont ceux de Park et coll. [74][75] et Chossat et coll. [76][77]. Le premier a développé un capteur tridimensionnel qui permet de détecter des élongations et des compressions (Figure III-4).

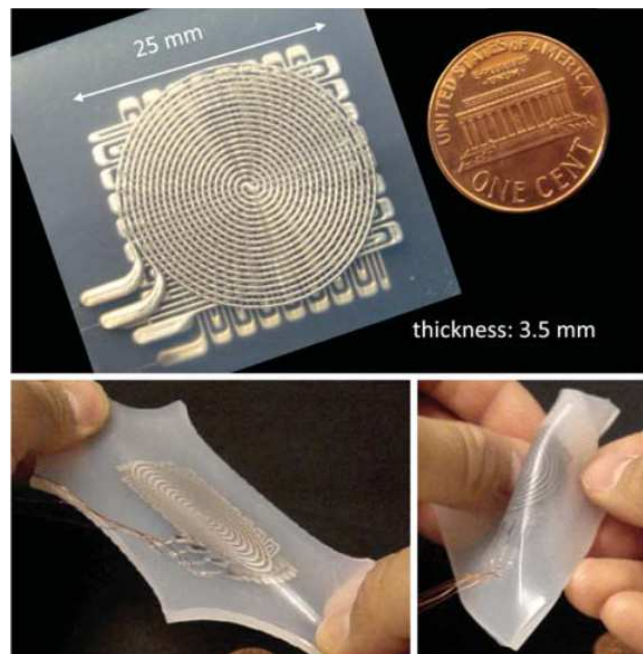


Figure III-4 : Photographie du capteur résistif développé par Park et coll. en Ecoflex pour détecter des élongations et des compressions. Extrait de [75].

Le second a mis au point un capteur d'élongation résistif en associant de l'Ecoflex dopé au nano-rubans de nickel avec du liquide ionique et a intégré des capteurs dans un gant détectant les mouvements des doigts.

Dans ce chapitre nous présentons des capteurs électrofluidiques développés à l'aide des mêmes techniques. Ces capteurs d'élongation sont constitués d'un canal en serpentín moulé dans l'Ecoflex et rempli de Galinstan. L'assemblage des capteurs est décrit dans le Chapitre I -. Peu de travaux exposant une étude prédictive du comportement mécanique et électrique de tels capteurs ont été présentés, les publications sont souvent plus orientées vers les applications ou la réalisation de démonstrateur. Ici un des objectifs sera de caractériser le plus finement possible les performances de tels capteurs à l'aide d'un banc motorisé spécialement développés pour cette étude. Puis nous présenterons et discuterons deux méthodes de simulations permettant d'anticiper la réponse électrique du capteur. L'une est développée sous le logiciel COMSOL et modélise la déformation complète du capteur. L'autre est un calcul analytique simplifiée reposant sur le suivi de la géométrie du canal électrofluidique. Ces modèles seront confrontés aux résultats expérimentaux qui nous ont permis de caractériser ce type de capteur. Nous verrons comment l'orientation des canaux joue notamment un rôle important dans la réponse électrique. Les résultats seront discutés vis-à-vis des applications envisagées pour ce type de capteur.

III.2 - Modèle COMSOL d'un capteur d'élongation hyperélastique

III.2.a - Géométrie du système modélisé

Le logiciel de simulation COMSOL permet de simuler des phénomènes multiples et de les associer dans des simulations multiphysiques, c'est-à-dire associant plusieurs jeux d'équations issus de domaines différents de la physique. Ici le but est de développer un modèle qui va simuler la déformation mécanique d'un capteur d'élongation et la réponse électrique correspondante. Il est possible de dessiner précisément le système étudié directement dans le logiciel. Dans notre cas la géométrie du système est simple : un bloc de 1 mm d'épaisseur, de 15 mm de longueur et de 8 mm de largeur est dessiné. A l'intérieur de ce pavé est dessiné un serpentín de section rectangulaire (100 μm de haut et 200 μm de large). Ce serpentín représente le canal microfluidique qui est moulé dans nos capteurs. Il se compose de deux parties droites de 5 mm de long qui sont les canaux de connexion du système, de 14 virages à angles droits de 200 μm de long (appelés parties transversales du serpentín) et de 15 parties droites de 5 mm

de long (appelées parties longitudinale du serpent) pour une longueur totale de 87,5 mm (Figure III-5). Cette géométrie correspond au design du capteur développé dans ce travail. Les virages du serpent ont été dessinés avec des angles droits plutôt que par des arrondis par soucis de simplicité. De même les extrémités du capteur n'ont pas été dessinées car elles ne sont pas déformées lors de l'étirement. La géométrie ainsi dessinée va être soumise à un étirement afin de modéliser la déformation du canal et de pouvoir calculer la variation de la résistance électrique de celui-ci.

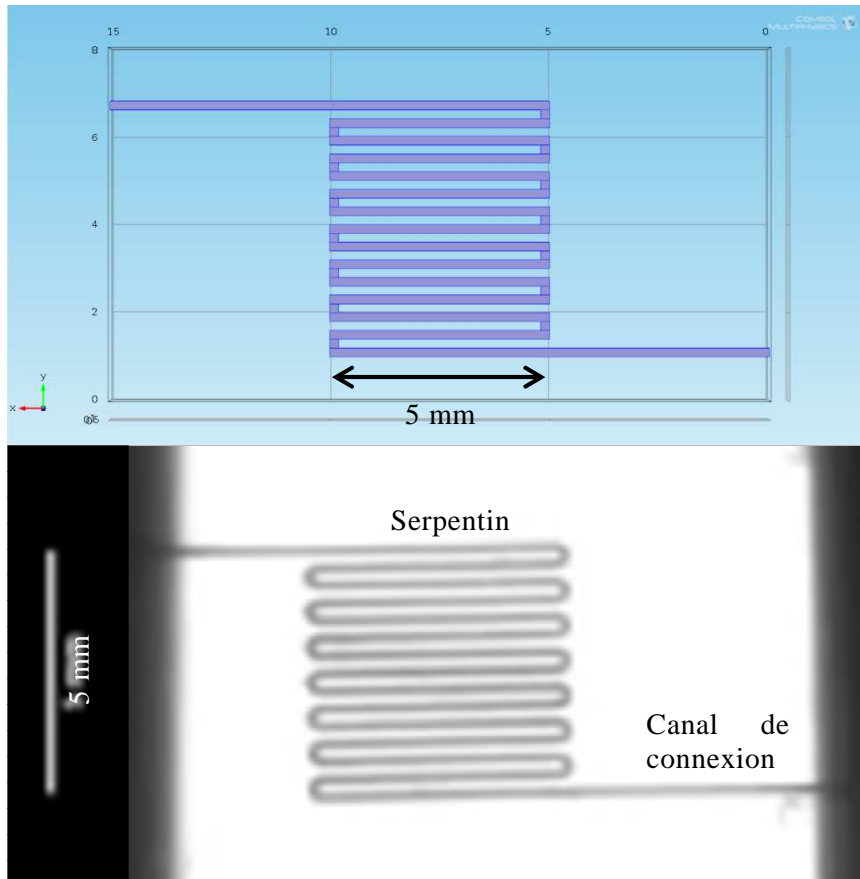


Figure III-5 : Capture d'écran du logiciel COMSOL présentant la géométrie dessinée pour simuler la déformation mécanique du capteur (en haut). Photo d'un canal rempli de galinstan avant un test de déformation (en bas). La barre d'échelle représente 5 mm.

Sur la photographie de la Figure III-5 le serpent est visible ainsi que les canaux de connexion de chaque côté. Ces canaux servent à connecter électriquement la partie sensible du capteur (le serpent) aux bornes où les électrodes sont plongées dans le galinstan. Ces canaux vont être déformés lors de l'étirement du capteur et contribuer à la variation de résistance électrique globale. Cette contribution a été prise en compte dans

ce travail mais elle peut être minimisée en réduisant la longueur des canaux de connexions. Elle ne peut cependant pas être totalement annulée.

III.2.b - Modélisation de la réponse électrique à la sollicitation mécanique

La modélisation du système développé dans ce travail par le logiciel COMSOL a été réalisée en deux étapes. Tout d'abord la géométrie de référence est soumise à une élongation et le logiciel calcule la déformation du système, notamment celle du canal microfluidique, correspondant à cet étirement uniaxial. La géométrie du système déformé est alors sauvegardée et est ensuite utilisée pour calculer la réponse électrique.

III.2.b.1 - Modélisation mécanique

Le calcul de la déformation de la géométrie de référence est réalisé avec le module de mécanique non-linéaire de COMSOL suivant le modèle de Mooney-Rivlin à deux constantes présenté dans le Chapitre II -.

Les propriétés physiques de l'Ecoflex 00-50 ont été appliquées à l'ensemble des domaines de la géométrie. Par soucis de simplicité le canal est lui aussi modélisé comme un solide ayant les mêmes propriétés physique que l'Ecoflex 00-50 afin de pouvoir calculer sa déformation. Comme dans le Chapitre II - la simulation COMSOL est développée à l'aide les constantes de l'Ecoflex issues de la littérature car le modèle développé à l'aide de celles-ci a montré qu'il permettait de prédire les déformations de l'Ecoflex 00-50.

La déformation du système est calculée pour des valeurs d'étirement allant de 0 à 20 mm avec un pas de 1 mm (Figure III-6) corres-

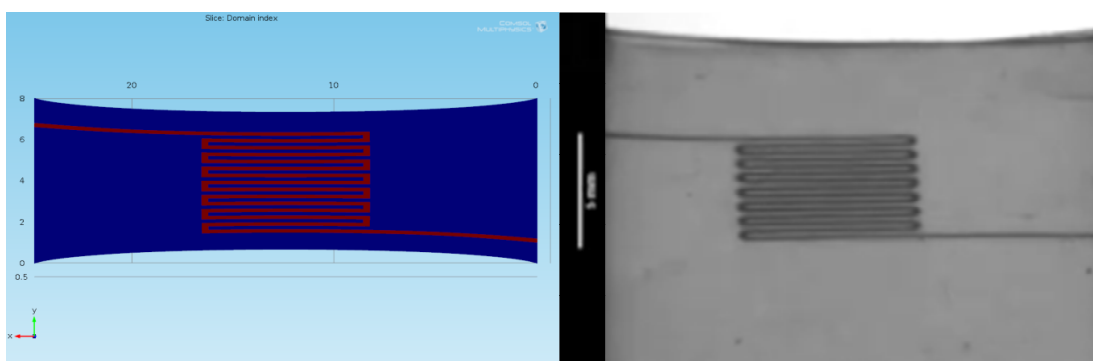


Figure III-6 : Capture d'écran issue de COMSOL et photographie du capteur étiré. COMSOL représente le résultat de la simulation d'étirement (10 mm) sous forme d'une géométrie déformée. La photographie est celle du capteur ayant subi le même étirement. La barre d'échelle représente 5 mm.

pendant à un taux d'étirement de 0 % à 133 %. Cette simulation est la première étape du calcul théorique de la résistance électrique du capteur.

Les résultats de cette simulation montrent l'évolution des canaux au cours de l'étirement. Les sections longitudinales voient ainsi leur largeur diminuer et leur longueur augmenter alors que cette évolution est inverse pour les sections transversales. Dans les deux cas la hauteur des canaux diminue. Ce sont ces variations de dimensions qui sont importantes car elles modifient la valeur de la résistance électrique. Le résultat de cette simulation est sauvegardé et servira de géométrie de base lors de la simulation électrique.

III.2.b.2 - Modélisation électrique

L'objectif de cette modélisation est de calculer la résistance électrique du canal déformé. Pour cela le matériau constituant le canal déformé est défini avec la résistivité du galinstan ($\rho=2,89 \Omega.m$), une différence de potentiel est imposée entre les deux extrémités du canal déformé (0 V d'un côté et 1 V de l'autre côté) et le module AC/DC de COMSOL calcule l'intensité du courant généré par cette différence de potentiel (Figure III-7). La résistance globale du canal est alors calculée directement avec la loi d'Ohm.

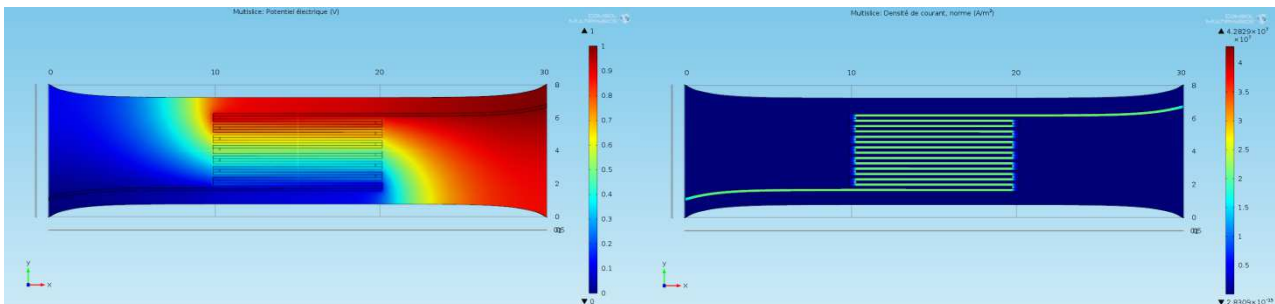


Figure III-7 : Captures d'écran issues du logiciel COMSOL. La capture de gauche illustre la répartition du potentiel électrique dans le capteur calculée par COMSOL lorsqu'on impose 1V d'un côté du canal microfluidique (en rouge) et que l'autre côté est placé à la masse (en bleu). La capture de droite représente la densité de courant générée par la différence de potentiel imposée dans le capteur. Seul le canal microfluidique est conducteur donc la densité de courant est nulle en dehors de celui-ci. Le courant suit le canal déformé et COMSOL calcule la densité de courant qui le traverse. Il est alors possible de remonter à l'intensité du courant qui parcourt le canal et à sa résis-

III.2.c - Résultats

Les résultats issus de cette simulation en deux temps sont présentés dans la Figure III-8.

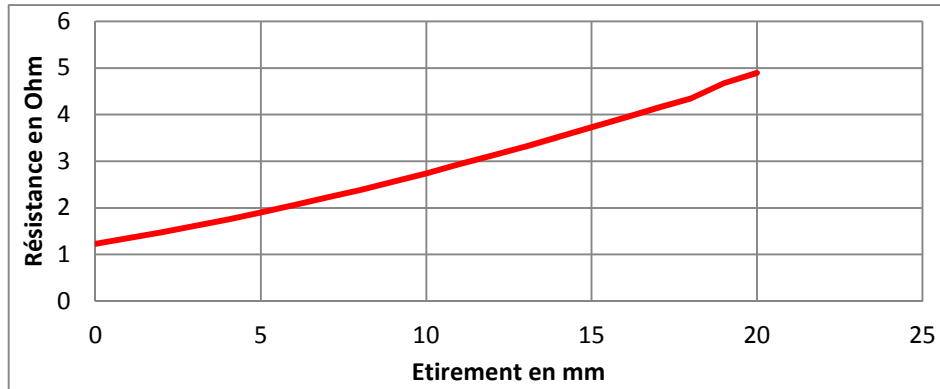


Figure III-8 : Résultats de la simulation COMSOL. Résistance calculée à partir de la simulation d'un courant électrique traversant un canal microfluidique étiré et rempli de galinstan. Celle-ci augmente au cours de l'étirement passant de 1,23 Ω à 4,89 Ω pour un étirement de 20 mm soit une augmentation de près de 300%.

La résistance électrique calculée augmente avec l'étirement du système. Cette augmentation est liée à l'augmentation de la longueur des sections droites du serpentin mais pas uniquement. La diminution de la largeur et de la hauteur de ces sections droites entraîne une diminution de la section du canal et par conséquent une augmentation de la résistance électrique. L'étirement du canal en serpentin induit une augmentation de plus de 300% de la résistance pour un étirement de 20 mm (1,35 Ω sans étirement et 4,89 Ω pour 20 mm).

III.2.d - Discussion

Les simulations COMSOL permettent d'anticiper la déformation d'un canal en Ecoflex étiré ainsi que l'évolution de la résistance électrique du canal rempli de galinstan au cours de l'étirement. Les résultats de ces simulations seront comparés aux résultats expérimentaux dans la partie III.5.a - de ce chapitre mais il est possible de souligner dès à présent certaines limitations de ces simulations. Celles-ci sont coûteuses en temps et en ressources de calcul car pour chaque valeur d'élongation il est nécessaire de calculer la déformation du capteur, d'extraire la géométrie déformée, de simuler la différence de potentiel aux bornes de cette géométrie déformée et de calculer la résistance du canal. Il est possible de réaliser cette séquence dans un seul programme de simulation mais cela nécessite une puissance de calcul dont

nous ne disposons pas. L'utilisation d'un ordinateur dédié à ces simulations permettrait également de réduire le temps de calcul pour chaque valeur d'étirement. De plus le calcul de la déformation du système est limité à des étirements inférieurs à 20 mm. Au-delà de cette valeur le logiciel COMSOL ne trouve pas de solution convergente dans le temps limite de sa configuration et renvoie un message d'erreur. Ici encore il serait possible de contourner ce problème avec un ordinateur plus puissant ou en simplifiant la géométrie du modèle.

Afin de pouvoir anticiper la variation de résistance électrique du capteur pour des étirements supérieurs à 20 mm un modèle analytique a été développé. Ce modèle est présenté dans le prochain paragraphe.

III.3 - Modèle analytique

III.3.a - Résistance électrique et géométrie d'un canal conducteur

La résistance théorique d'un élément conducteur est définie par la relation suivante :

$$R = \rho \frac{L}{S} \quad \text{III.1}$$

Où ρ est la résistivité du matériau conducteur, L est la longueur et S la section de l'élément. Dans notre cas le matériau conducteur est du galinstan et sa résistivité est de $2,89 \cdot 10^{-7} \Omega \cdot \text{m}$.

III.3.b - Conducteur droit soumis à un étirement uniaxial

Afin d'étudier l'évolution de la résistance électrique qu'un canal conducteur lors de sa déformation nous devons étudier les variations de ses dimensions. Dans cette étude nous présentons la déformation d'un canal soumis à un étirement uniaxial. Nous allons nous intéresser à deux cas de figure :

- Le canal est parallèle à la direction d'étirement.
- Le canal est perpendiculaire à cette direction.

III.3.b.1 - Canal parallèle à la direction d'étirement

Dans ce cas, le canal subit un allongement uniaxial. Sa longueur augmente alors que sa section diminue (Figure III-9).

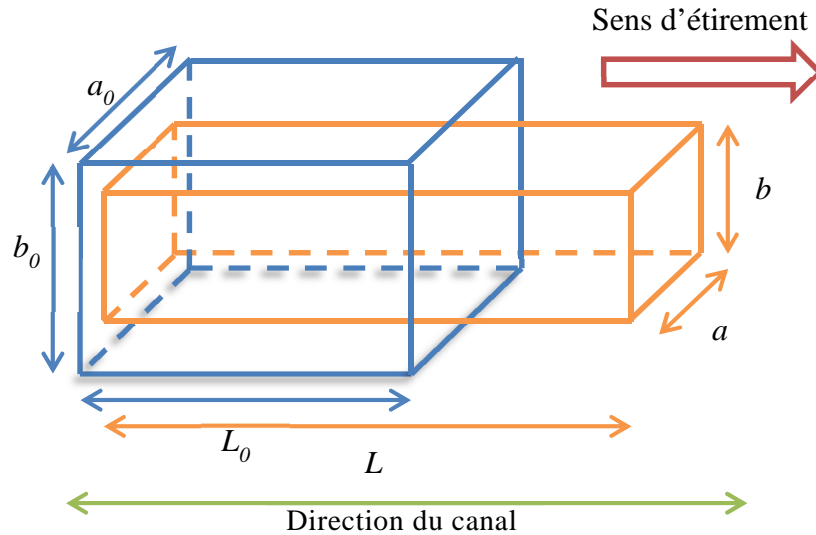


Figure III-9 : Schéma illustrant les variations géométriques d'un canal droit soumis à un étirement uniaxial.

Les dimensions du canal évoluent en fonction du taux d'élongation imposé.

$$\begin{aligned} L(\varepsilon) &= L_0(1 + \varepsilon) \\ a(\varepsilon) &= a_0(1 - \nu\varepsilon) \\ b(\varepsilon) &= b_0(1 - \nu\varepsilon) \end{aligned} \quad \text{III.2}$$

Où ε est l'allongement du système et ν est le coefficient de Poisson du matériau. Ici pour l'Ecoflex 00-50, $\nu=0,15$.

La résistance est alors définie en fonction de l'allongement ε :

$$R(\varepsilon) = \rho \frac{L_0(1 + \varepsilon)}{a_0(1 - \nu\varepsilon).b_0(1 - \nu\varepsilon)} \quad \text{III.3}$$

Si on note R_0 la résistance électrique du canal non étiré on peut écrire :

$$R(\varepsilon) = R_0 \frac{(1 + \varepsilon)}{(1 - \nu\varepsilon)^2} \quad \text{III.4}$$

D'après cette relation, lors de l'étirement (augmentation de ε) la résistance va augmenter non linéairement à cause du dénominateur en x^2 .

III.3.b.2 - Canal perpendiculaire à la direction d'étirement

Dans ce cas précis le canal va subir un élargissement ainsi qu'un rétrécissement de sa longueur (Figure III-10).

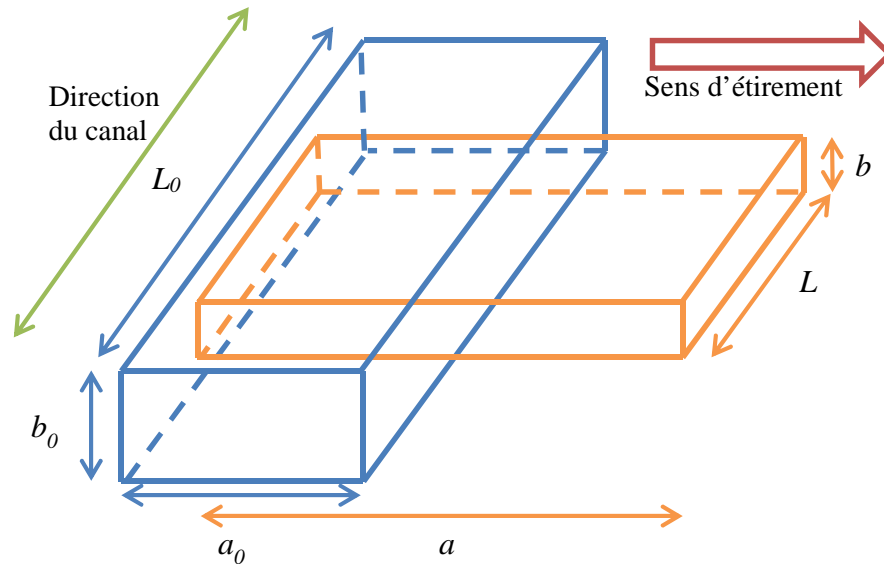


Figure III-10 : Schéma illustrant les variations géométriques d'un canal soumis à un étirement uniaxial perpendiculaire.

Dans ce cas les dimensions évoluent selon les relations suivantes :

$$\begin{aligned} L(\varepsilon) &= L_0(1 - \nu\varepsilon) \\ a(\varepsilon) &= a_0(1 + \varepsilon) \\ b(\varepsilon) &= b_0(1 - \nu\varepsilon) \end{aligned} \quad \text{III.5}$$

La résistance est alors reliée au taux de déformation par la relation :

$$R(\varepsilon) = R_0 \frac{(1 - \nu\varepsilon)}{(1 - \nu\varepsilon)(1 + \varepsilon)} = \frac{R_0}{(1 + \varepsilon)} \quad \text{III.6}$$

Dans ce cas la théorie prédit que la résistance va diminuer lorsque ε va augmenter.

Afin de simplifier la notation on pose $A=1+\varepsilon$ et $B=1-\nu\varepsilon$ pour la suite de ce travail.

III.3.c - Cas d'un canal en serpentin

On se place dans le cas d'un serpentin qui subit un étirement uniaxial parallèle à sa direction principale (Figure III-11) ou perpendiculaire à celle-ci (Figure III-12). La longueur de ce serpentin non étiré est notée L_0 et sa section $S_0=a.b$ avec a la largeur du canal et b la hauteur. La résistance du serpentin non étiré est notée R_0 .

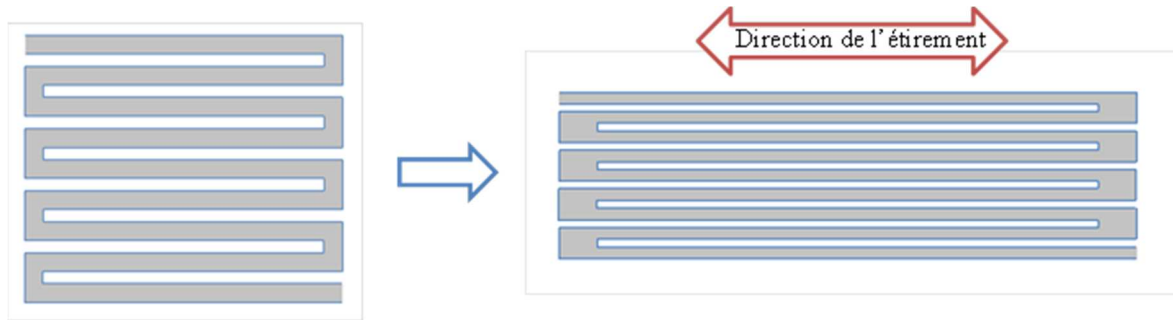


Figure III-11 : Schéma illustrant la déformation d'un serpentin déformé par un étirement uniaxial dans le cas où les canaux longitudinaux sont parallèles à l'étirement. Ces canaux sont allongés alors que les virages (canaux transversaux) sont élargis.

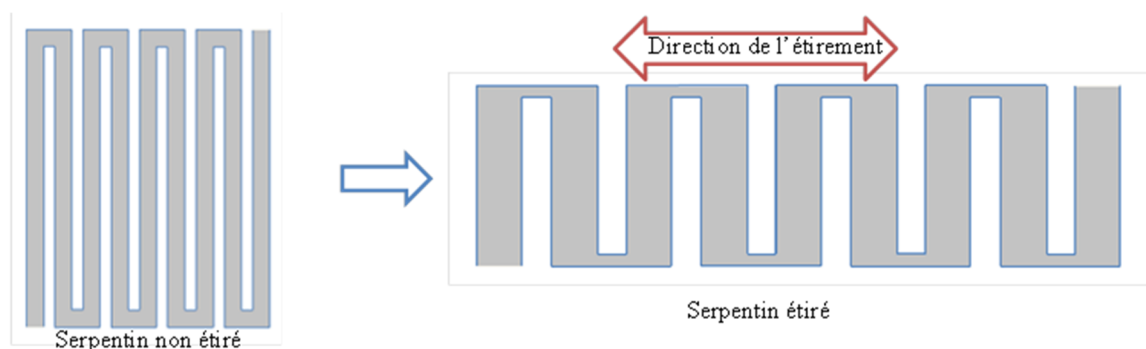


Figure III-12 : Schéma illustrant la déformation d'un serpentin déformé par un étirement uniaxial dans le cas où les canaux longitudinaux sont perpendiculaires à l'étirement. Ils sont élargis et les virages sont allongés.

Afin d'étudier l'évolution de la résistance électrique du serpentin nous considérons deux canaux droits théoriques de même longueur et de même section que notre serpentin. Le premier canal, appelé x , est parallèle à la direction de l'étirement. Le deuxième, appelé y , est perpendiculaire à cette direction. La valeur de la résistance R du canal en serpentin est alors une combinaison des deux valeurs de résistance des canaux droits.

$$R = x.R_x + y.R_y \quad \text{III.7}$$

Avec R_x la résistance du canal x et R_y la résistance du canal y . Les coefficients x et y représentent respectivement les proportions de canaux du ser-

serpentin étudié orientés parallèlement et perpendiculairement à l'étirement. On a $x+y=1$.

Le canal parallèle à l'étirement va être allongé et sa résistance électrique va varier selon la relation III.4. Celui qui est perpendiculaire à cette direction verra sa résistance évoluer selon la relation III.6.

$$R(\varepsilon) = x(\varepsilon).R_0 \frac{A}{B^2} + y(\varepsilon).R_0 \frac{1}{A} \quad \text{III.8}$$

Les coefficients x et y sont eux aussi dépendants de l'allongement ε . En effet les proportions de canaux parallèles ou perpendiculaires à l'étirement vont varier durant la déformation.

$$\begin{aligned} x(\varepsilon) &= \frac{\sum \text{longueurs des canaux parallèles à l'étirement}}{\sum \text{longueurs de tous les canaux}} \\ y(\varepsilon) &= \frac{\sum \text{longueurs des canaux perpendiculaires à l'étirement}}{\sum \text{longueurs de tous les canaux}} \end{aligned} \quad \text{III.9}$$

On peut exprimer ces deux coefficients en fonction de leur valeur initiale lorsque le serpentin n'est pas étiré. Ces valeurs sont notées x_0 et y_0 .

$$\begin{aligned} x(\varepsilon) &= \frac{Ax_0}{Ax_0 + By_0} \\ y(\varepsilon) &= \frac{By_0}{Ax_0 + By_0} \end{aligned} \quad \text{III.10}$$

Au final la réponse du capteur en forme de serpentin se réduit à la simple expression suivante :

$$R(\varepsilon) = \frac{R_0}{Ax_0 + By_0} \left(\frac{A^2}{B^2} x_0 + \frac{B}{A} y_0 \right) \quad \text{III.11}$$

Avec $A=1+\varepsilon$ et $B=1-\nu\varepsilon$, R_0 la valeur de la résistance électrique du capteur non étiré, x_0 et y_0 les proportions de canaux parallèles et perpendiculaires à l'étirement. Dans cette expression seul R_0 dépend de la conductivité du matériau, le reste n'est dépendant que du coefficient de Poisson et de la géométrie du capteur.

III.3.d - Résultats

La relation III.11 a été appliquée pour un serpentin en Ecoflex rempli de Galinstan. La valeur initiale de x est $x_0=90\%$ (90% du canal est orienté parallèlement à l'étirement) ce qui correspond à un des capteurs développés dans ce travail. L'étirement simulé est compris entre 0 et 40 mm.

Les résultats du calcul sont exposés dans la Figure III-13. Si l'axe principal du serpentin est perpendiculaire à l'étirement alors les valeurs de x_0 et y_0 changent. Un second exemple est donné pour une configuration où $x_0=5\%$.

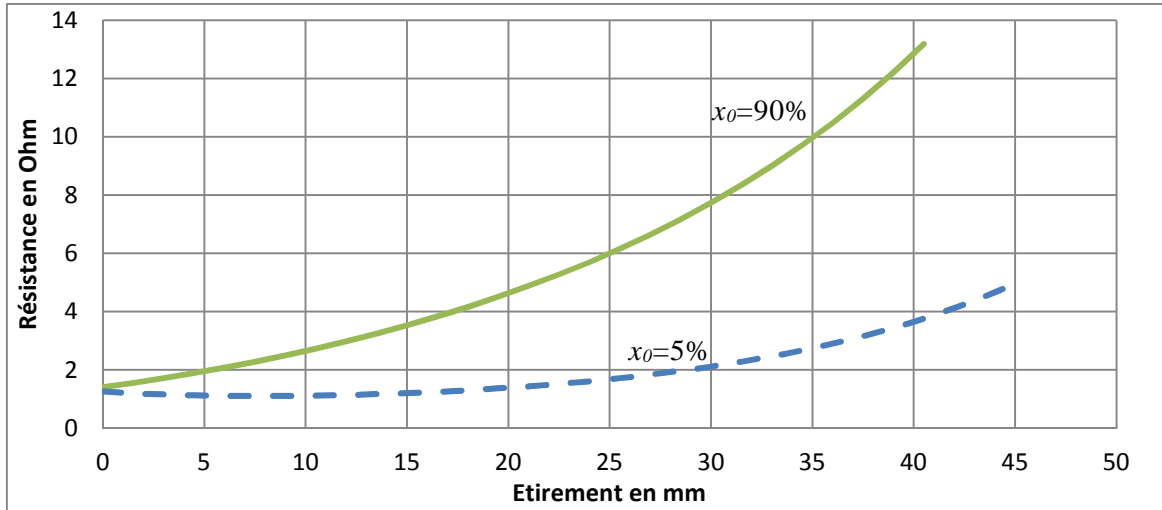


Figure III-13 : Résultats de la résolution de la relation III.11 pour deux configurations de capteur. La courbe en vert représente un capteur dont les canaux sont principalement orientés parallèlement à la direction de l'étirement ($x_0=90\%$), correspondant au schéma de la Figure III-11, alors que la courbe en pointillés bleus représente un capteur perpendiculaire à cette direction ($x_0=5\%$), correspondant à la Figure III-12.

Pour le capteur dont les canaux sont majoritairement parallèles à la direction de l'étirement ($x_0=90\%$), les résultats montrent une augmentation de la résistance avec l'étirement du canal. La résistance voit sa valeur multipliée par 10 au cours de l'étirement. Elle passe en effet de 1,26 Ω à 13,2 Ω pour une élongation de 40,5 mm (270 % de taux d'élongation). Pour le second cas ($x_0=5\%$) le comportement est très différent car la résistance diminue au début de l'étirement ($\epsilon < 8$ mm) pour passer de 1,23 Ω à 1,10 Ω avant d'augmenter pour atteindre un maximum de 3,77 Ω . Ces comportements s'expliquent par la répartition des canaux. En effet dans le premier cas (courbe pleine verte) la majorité des canaux vont voir leur longueur augmenter et leur section diminuer ce qui va entraîner une augmentation de la résistance selon la relation III.1. L'évolution n'est pas linéaire car la section diminue lorsque l'étirement augmente (voir la relation III.4). Dans le second cas (courbe en pointillés bleus) c'est la largeur des canaux qui augmente et la longueur diminue. La résistance globale diminue pour des étirements compris entre 0 et 8 mm comme annoncé par la relation III.6. Cependant on constate une augmentation de la résistance à partir de 8 mm d'étirement. Elle s'explique par la présence des deux canaux de connexion droits qui sont parallèles à l'étirement. Cette orientation implique une forte augmentation de leur résistance pendant l'étirement (voir Figure III-5) dominant l'influence des canaux perpendiculaires à l'étirement.

III.3.e - Discussion

Cette méthode permet de calculer très simplement la résistance électrique même pour des élongations supérieures à 20 mm ce qui est un avantage par rapport à la simulation COMSOL. Le calcul est rapide et facile à automatiser au sein d'une feuille de calcul ou d'une macro Excel, par exemple, afin d'en automatiser l'exécution. Pour des géométries plus complexes la relation entre le taux d'élongation et la résistance du canal est plus difficile à définir. La simulation COMSOL est plus adaptée grâce à la possibilité de pouvoir dessiner la géométrie étudiée directement dans le logiciel ou avec un logiciel de conception de type Solidworks.

L'étude des deux cas de capteurs à montrer des réponses différentes en fonction de l'orientation des canaux. Ceci est très intéressant car il est donc possible d'obtenir deux informations grâce à ces capteurs : l'amplitude de l'étirement et sa direction. Il est alors possible de combiner plusieurs serpentins orientés différemment afin d'obtenir un capteur multi-directionnel (Figure III-14).

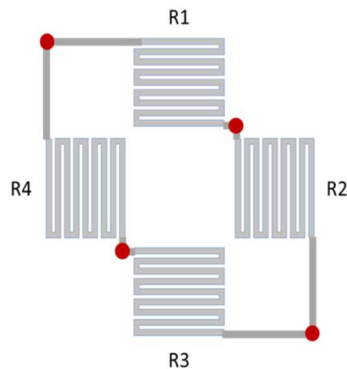


Figure III-14 : Schéma d'une jauge de contrainte réalisée par l'association de plusieurs capteurs hyperélastiques. Les serpentins représentent les parties sensibles, les canaux droits sont des canaux de connexion et les points rouges représentent les points de mesures de résistance électrique.

Avec ce type de jauge il est possible de suivre la déformation d'un objet en mesurant en continu les quatre résistances électriques. Si la direction de l'étirement correspond à la direction horizontale de la Figure III-14 alors les résistances R1 et R3 vont augmenter alors que R2 et R4 vont diminuer. Si la direction correspond à la verticale ce sera l'inverse. Il est donc possible en comparant les évolutions en temps réel des différentes résistances d'obtenir des informations sur la taille de l'étirement et sur sa direction.

III.3.f - Un point sur le Coefficient de Poisson

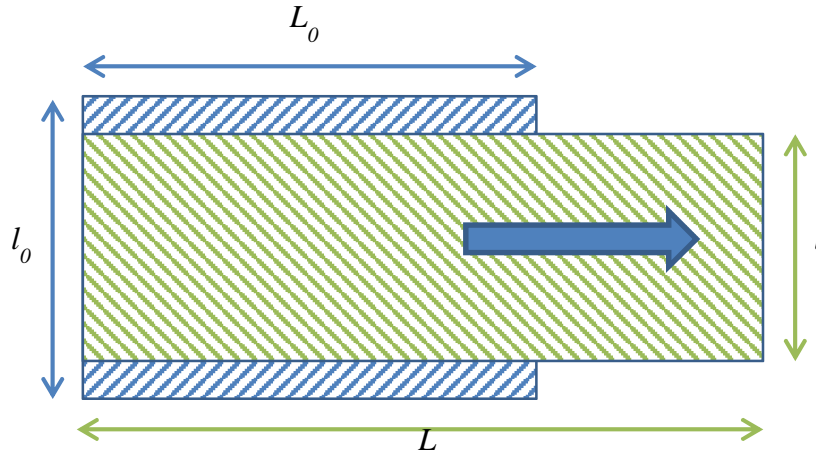


Figure III-15 : Schéma illustrant les variations de dimensions lors d'un étirement uniaxial.

Dans ce travail nous avons utilisé un coefficient de Poisson $\nu=0,15$ pour l'Ecoflex 00-50. Ce coefficient a été calculé à partir d'une expérience d'étirement uniaxial où la largeur et l'épaisseur d'une pièce en Ecoflex ont été mesurées en fonction de l'élongation. Des travaux plus récents menés par l'équipe du laboratoire Biosoft à Toulouse (Christophe Vieu, Julie Foncy et coll.) ont mis en avant le caractère variable de ce coefficient à partir de la configuration d'un test d'étirement uniaxial.

Dans cette configuration le taux d'élongation parallèle à la direction de l'étirement est défini par $\lambda_1=L/L_0$, celui perpendiculaire à cette direction par $\lambda_2=l/l_0$ et celui selon la troisième direction de l'espace est définie par $\lambda_3=h/h_0$. Dans le cas de l'étude d'un matériau incompressible et isotrope la conservation du volume permet d'écrire :

$$\begin{aligned} \lambda_1 \lambda_2 \lambda_3 &= 1 \\ \lambda_1 &= \lambda \\ \lambda_2 = \lambda_3 &= \frac{1}{\sqrt{\lambda}} \end{aligned} \tag{III.12}$$

L'expression du coefficient de Poisson est définie par les variations de dimensions de la pièce étudiée :

$$\nu = \frac{1 - \frac{l}{l_0}}{\frac{L}{L_0} - 1} \tag{III.13}$$

En la combinant avec l'équation III.12 elle revient à:

$$v = \frac{1 - \frac{1}{\sqrt{\lambda}}}{\lambda - 1} \quad \text{III.14}$$

L'évolution de la valeur de ce coefficient de Poisson v en fonction de l'allongement ϵ est présentée dans la Figure III-16.

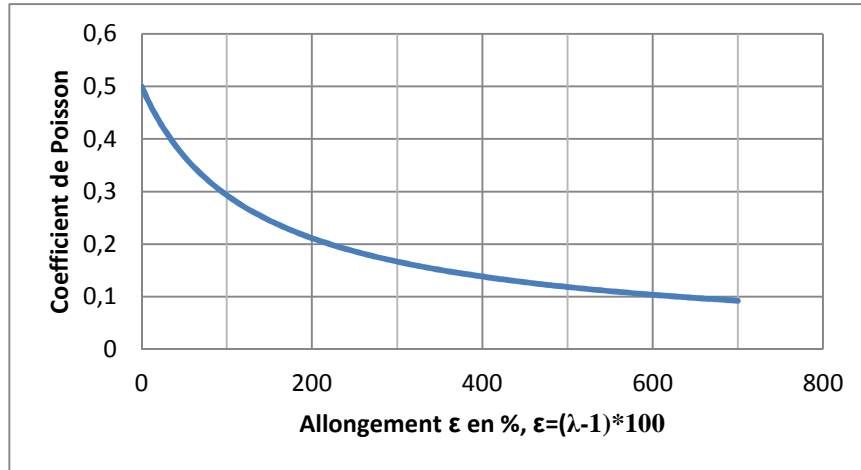


Figure III-16 : Evolution du coefficient de Poisson en fonction de l'allongement imposée.

Lorsque l'étirement est nul le coefficient de Poisson est proche de 0,5 ce qui correspond bien à un matériau incompressible. Ce coefficient diminue rapidement lorsque la pièce étudiée est étirée. Lors de l'étude d'un matériau rigide les taux d'élongation imposés sont faibles comparés à ceux atteints par les matériaux hyperélastiques étudiés ici donc cette variation n'est pas prise en compte et c'est le coefficient de Poisson du matériau au repos qui est utilisé. Lors de nos expériences nous travaillons avec des taux d'élongation pouvant atteindre plus 300% de la taille initiale du capteur et le coefficient de Poisson est faible pour ces valeurs d'étirement. Les résultats présentés dans ce travail ne prennent pas en compte cette variation du coefficient de Poisson car cela complexifie la réalisation des simulations et des calculs. A la place nous avons utilisé une valeur fixe (0,15) mais l'intégration de cette dépendance à l'étirement pourrait améliorer la précision des modèles.

III.4 - Caractérisation expérimentale des capteurs

La fabrication des capteurs hyperélastiques et le banc expérimental permettant de les caractériser sont décrits dans la partie I.3 - du Cha-

pitre I -. Nous allons maintenant nous intéresser au déroulement de ces caractérisations et aux résultats.

III.4.a - Protocoles expérimentaux

La caractérisation des capteurs hyperélastiques consiste à mesurer leur résistance électrique au cours d'un test d'étirement uniaxial. Différents tests ont été menés afin d'étudier le comportement des capteurs :

- Elongation simple avec mesure de la résistance électrique tous les 1mm d'étirement.
- Cycles d'élongation avec enregistrement en continue de la résistance électrique.
- Vieillesse accéléré des composants afin d'anticiper l'évolution de la résistance électrique dans le temps.

III.4.b - Automatisation du protocole

III.4.b.1 - Pilotage du moteur Newport

L'automatisation du déplacement de la plateforme générant l'étirement des capteurs d'élongation a été réalisée sous Labview. Un programme développé au sein du laboratoire permet le contrôle du moteur Newport. Celui-ci permet d'envoyer des ordres au ESP300 qui commande le moteur Newport. Il est ainsi possible d'ordonner un déplacement de la platine en avant ou en arrière en contrôlant la distance de déplacement, la vitesse et l'accélération. Au cours de ce travail le programme a été totalement repris et modifié afin qu'il soit également possible d'effectuer des cycles d'étirement (Figure III-17). En indiquant le nombre d'aller-retours désirés en plus des autres paramètres le système va étirer le capteur puis revenir à la position de repos en comptant le nombre de cycles effectués. En décomposant le déplacement global en différents déplacements plus petits le système va générer un déplacement pas à pas. Ces différents programmes de pilotage permettent de tester les capteurs d'élongation pour différents protocoles de stress et de suivre leur réponse électrique.

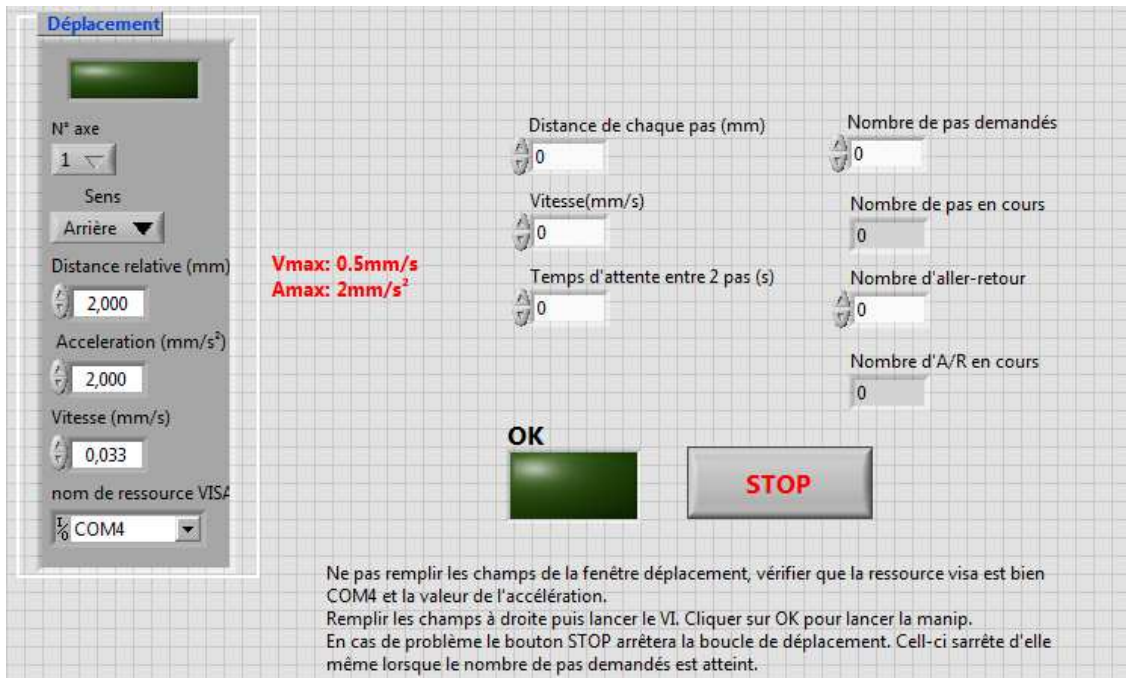


Figure III-17 : Face avant du programme Labview contrôlant les déplacements de la plateforme motorisée. L'ensemble des paramètres du déplacement peuvent être contrôlés.

III.4.b.2 - Enregistrement automatique de la résistance électrique

Afin de pouvoir suivre l'évolution de la résistance électrique des capteurs au cours de l'élongation un programme Labview permettant d'enregistrer les mesures du multimètre (Keithley 2000) a été mis au point. Ce programme ordonne au multimètre de réaliser une mesure et enregistre les données dans un fichier texte (Figure III-18). Il est ainsi possible d'enregistrer à intervalle de temps régulier la résistance électrique du capteur. Les données peuvent ensuite être traitées facilement sous Excel.

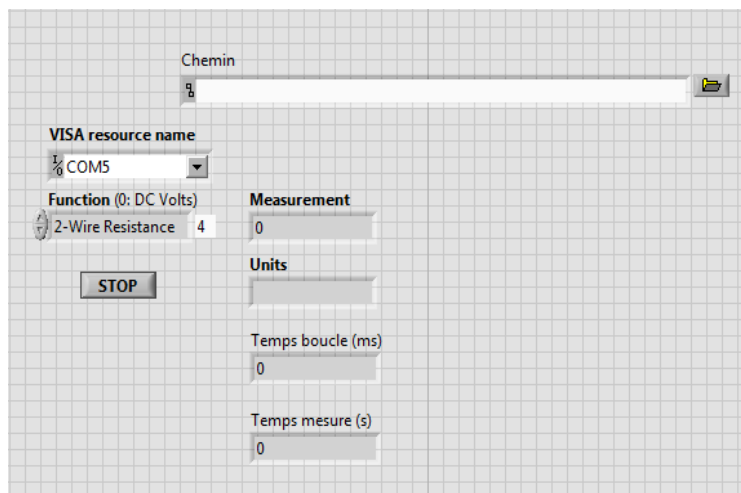


Figure III-18: Face avant du programme Labview enregistrant les mesures électriques réalisées par le multimètre.

III.4.c - Variation de la résistance électrique lors de l'élongation du capteur

Le capteur est placé sur le banc de test et branché au système de mesure. Il est alors étiré par pas de 1 mm à une vitesse maximale de 2 mm/s et sa résistance électrique est enregistrée. Différentes images du capteur déformé sont présentées dans la Figure III-19.

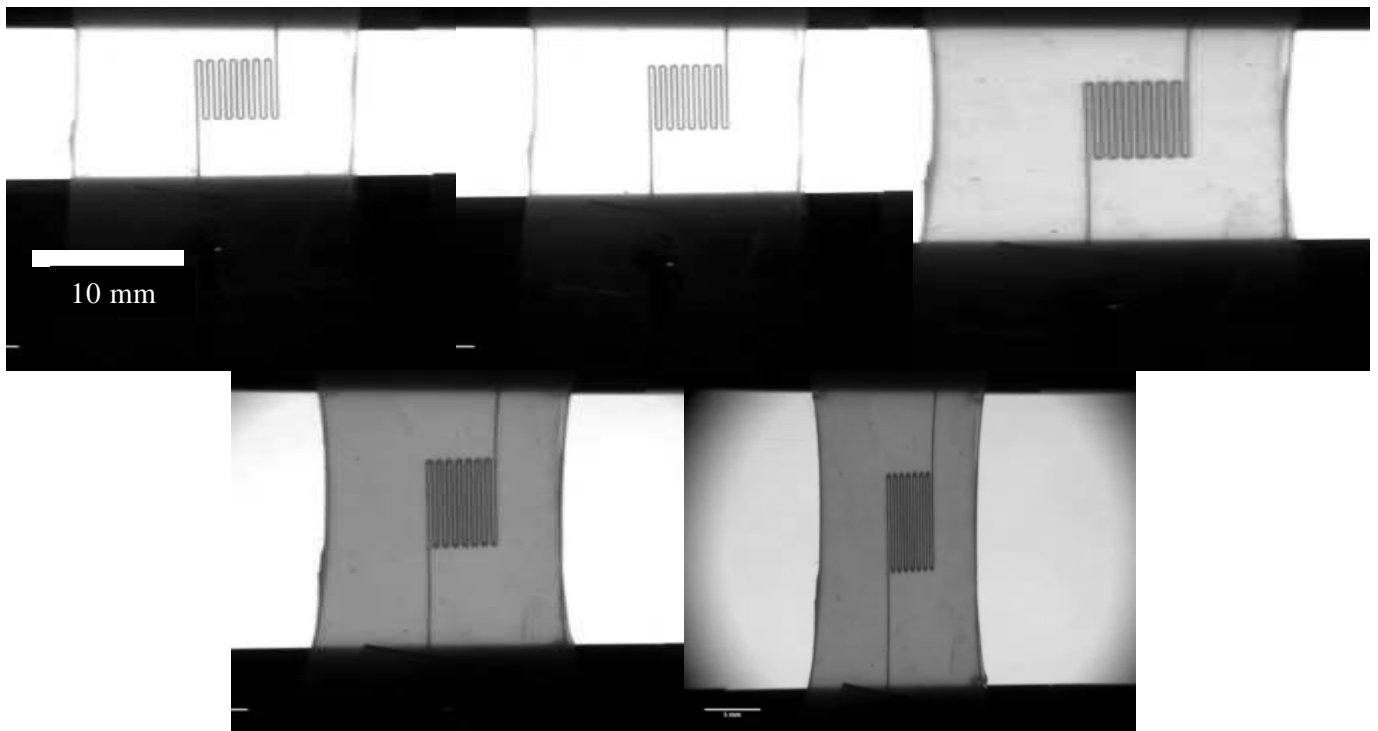


Figure III-19 : Séquence d'images d'un capteur d'élongation hyperélastique au cours d'une expérience d'étirement uniaxial (vertical sur ces images). Les différentes photographies illustrent la déformation du capteur au cours de l'expérience. La barre d'échelle représente 10 mm.

Ces images ont été prises par une vue de dessus et on peut observer l'élongation du capteur et l'amincissement du canal microfluidique contenant le galinstan. Ce canal en serpentin est principalement parallèle à la direction de l'étirement. Selon les modèles COMSOL et analytique la résistance de ce canal électrique du capteur devrait augmenter avec l'étirement. Les résultats des mesures de résistance électrique sont présentés en Figure III-20.

Comme attendu la résistance augmente avec l'étirement. Cette augmentation n'est pas linéaire. Cela est dû à l'influence de la variation de la section du canal comme nous l'avons vu dans la partie précédente (III.3.d -). La résistance varie de $1,908 \Omega$ jusqu'à $16,08 \Omega$ pour une élon-

gation de 0 à 45 mm (ce qui revient à multiplier la longueur du capteur par 4). Le capteur est capable de subir des étirements uniaxiaux de l'ordre de 300% de sa longueur initiale (15 mm). De plus l'utilisation d'un métal liquide à température ambiante tel que le galinstan permet de conserver un contact électrique tout au long de l'étirement. Ces capteurs sont donc capables de détecter de très larges déformations sans subir de dégradations importantes (déchirure de l'Ecoflex, perte de connexion électrique ou arrachement de la connectique par exemple).

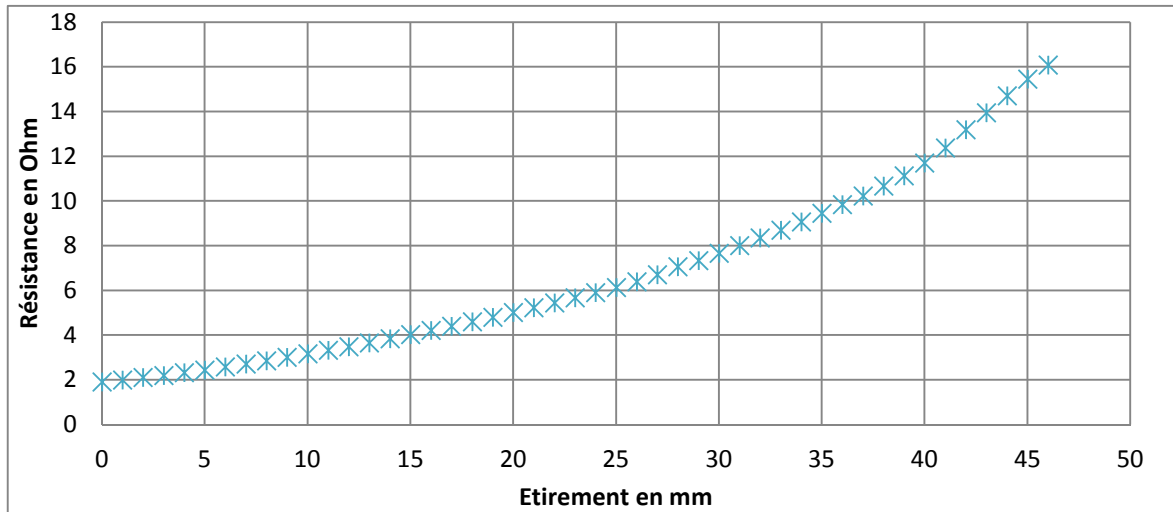


Figure III-20 : Réponse d'un capteur parallèle à l'étirement - Données expérimentales de l'évolution de la résistance électrique d'un capteur d'élongation hyperélastique en fonction de l'étirement. Les canaux du serpentin étudié ici sont majoritairement parallèles à la direction de l'étirement. La longueur initiale du capteur est 15 mm. La résistance électrique du capteur augmente lorsque celui-ci est étiré.

On se place maintenant dans le cas d'un capteur pour lequel les canaux sont principalement orientés perpendiculairement à l'étirement (y_0 grand devant x_0 , voir Figure III-12). Le comportement de ce capteur soumis à un étirement est très différent du premier cas et les mesures de résistance électrique sont présentées dans la Figure III-21.

Lors de l'étirement, la résistance électrique du capteur diminue pour des étirements compris entre 0 et 10 mm passant de 1,806 Ω à 1,268 Ω . Elle augmente ensuite pour des étirements supérieurs jusqu'à atteindre 3,55 Ω . Ce comportement est dû à l'orientation des canaux. En effet les canaux étant principalement perpendiculaires à l'étirement ceux-ci vont voir leur longueur diminuer et leur largeur augmenter. Leur résistance va alors diminuer suivant la relation III.6. Néanmoins le serpentin comporte des parties qui sont parallèles à l'étirement. Ces portions de canaux vont voir leur résistance électrique augmenter au cours de l'étirement, notamment les canaux de liaison entre le serpentin et les électrodes qui permettent de réaliser la mesure. La résistance de ces canaux augmente fortement durant

l'étirement et va dominer. C'est pour cela que la résistance globale du capteur finit par augmenter. Il est possible de limiter cet effet en diminuant au maximum la taille de ces canaux.

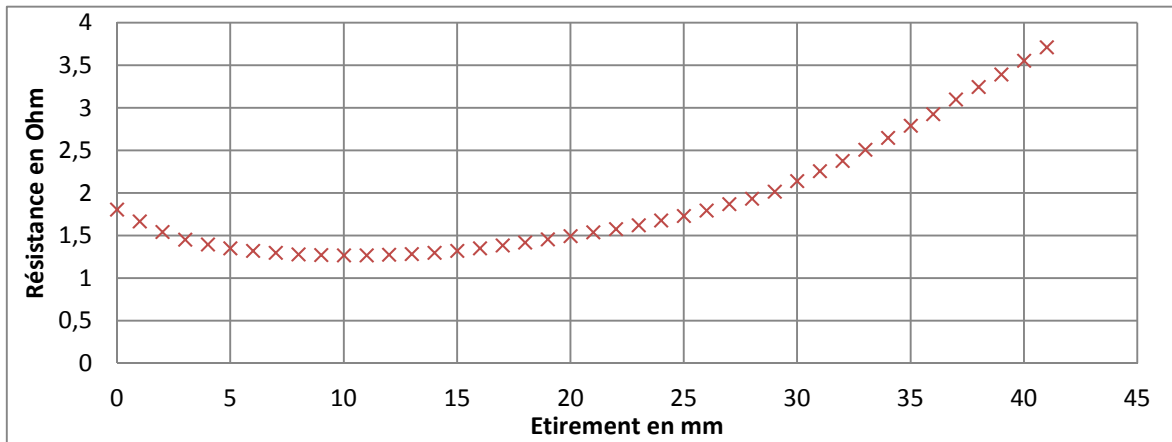


Figure III-21 : Réponse d'un capteur parallèle à l'étirement - Données expérimentales de l'évolution de la résistance électrique d'un capteur d'élongation hyperélastique en fonction de l'étirement. Les canaux du serpent étudié ici sont perpendiculaires à la direction de l'étirement. La longueur initiale du capteur est 15 mm. La résistance électrique du capteur diminue pour un étirement compris entre 0 et 10 mm avant d'augmenter pour des étirements supérieurs.

En fonction de l'orientation des canaux par rapport à l'étirement, le capteur n'a pas du tout la même réponse électrique. Ceci correspond aux résultats obtenus par le calcul de la résistance théorique de la partie III.3 - . Une comparaison plus approfondie entre ces résultats expérimentaux et les résultats théoriques est traitée dans la partie III.5.a - .

III.4.d - Hystérésis

Afin de quantifier l'hystérésis d'un capteur d'élongation (le serpent est orienté parallèlement à l'étirement), celui-ci a été placé sur le banc de test et étiré par pas de 1 mm jusqu'à 35 mm (233 % de taux d'élongation) à la vitesse moyenne de 0,2 mm/s. L'évolution de la résistance électrique a été enregistrée durant l'étirement et durant le retour en position initiale. Les valeurs mesurées sont présentées en Figure III-22.

L'évolution de la résistance présente une faible hystérésis, l'écart moyen entre les deux courbes est de 0,25 Ω. Il est intéressant de noter que la résistance électrique du capteur revient à sa valeur d'origine lors du retour à un étirement nul. Grâce à cette faible hystérésis il est possible d'imaginer un capteur précontraint (déjà étiré) positionné sur un support. Lorsque le support est étiré le capteur voit sa résistance électrique augmenter (comme dans notre expérience) et à l'inverse elle diminue lorsque le

support est relâché. On peut ainsi détecter un étirement et un rétrécissement. Ceci ouvre de nouvelles possibilités quant aux applications.

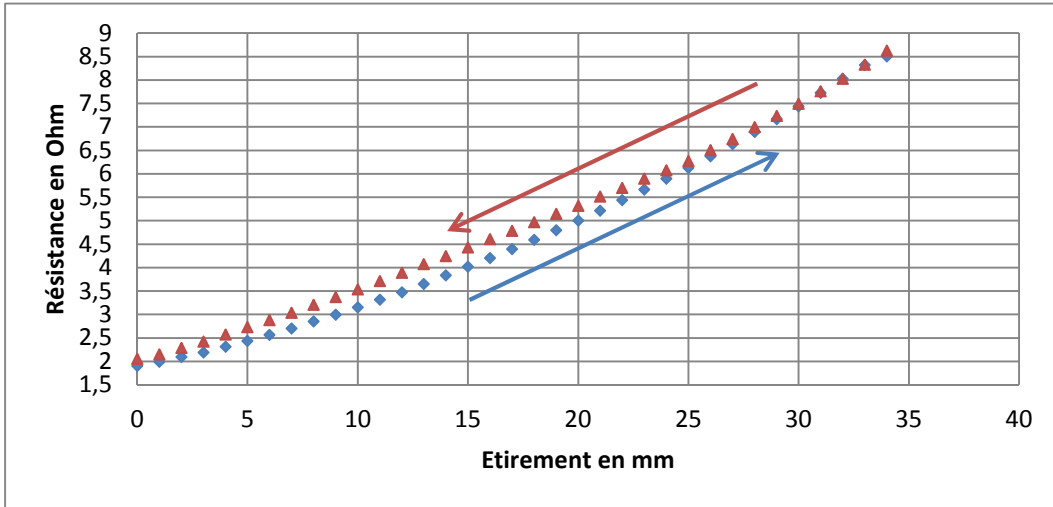


Figure III-22 : Evolution de la résistance électrique d'un capteur hyperélastique soumis à un étirement de 35 mm. Les diamants bleus correspondent à un étirement croissant du capteur et les triangles rouges correspondent à un étirement décroissant.

Selon nous cette faible hystérésis a pour origine la viscosité du galinstan et son oxydation sur les parois lors de l'étirement. Lors du remplissage du canal le métal qui en contact avec la paroi s'oxyde car l'Ecoflex est poreux aux gaz. Une couche de métal solide se forme autour du cœur liquide. Lors de l'étirement la couche solide est cassée en certains endroits, s'écarte et le métal qui vient contre la paroi d'Ecoflex se solidifie lui aussi. Lorsque la contrainte est relâchée pour un retour vers la position d'origine, cette couche solide s'oppose à la relaxation des canaux et à la diminution de la résistance électrique. Cependant lorsque la force de rappel de l'Ecoflex est suffisamment forte la couche métallique solide est à nouveau cassée et la résistance diminue au fur et à mesure que les canaux microfluidiques retrouvent leurs dimensions d'origine.

III.4.e - Tests de fatigue (cycles d'élongation répétés)

Les premiers tests expérimentaux ont permis de mieux connaître le comportement électrique des capteurs hyperélastiques. Nous savons que la résistance électrique augmente avec l'étirement lorsque le serpentin est principalement orienté dans le sens de l'élongation. Nous avons également vu que la mesure présente une hystérésis faible lors du retour en position initiale du capteur. Des mesures ont été réalisées en multipliant les cycles d'élongation. Les programmes Labview ont ici été utilisés pour programmer une série 150 étirements de 0 à 30 mm (0 à 200 % de taux

d'élongation) à une vitesse de 0,2 mm/s tandis que la résistance est enregistrée. Un exemple est présenté en Figure III-23.

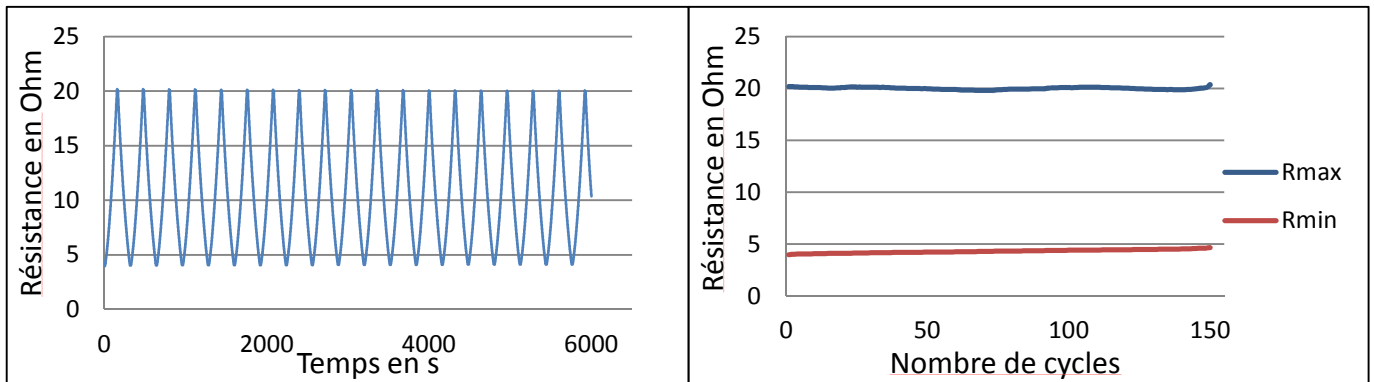


Figure III-23 : (Gauche) Evolution de la résistance électrique d'un capteur d'élongation au cours d'un test de fatigue. Au cours des cycles d'élongation la résistance augmente puis diminue en fonction de l'étirement imposé au capteur. (Droite) Evolution des valeurs minimale et maximale de la résistance électrique du capteur en fonction du nombre de cycles.

On s'intéresse également aux valeurs maximales et minimales de la résistance électrique lors des cycles d'étirement. Celle-ci correspondent aux positions d'étirement maximal (30 mm) et minimal (0 mm) du capteur. On veut savoir si ces valeurs évoluent lorsqu'on multiplie les cycles d'étirements. Les résultats de ces mesures sont présentées Figure III-23.

Ces résultats montrent que la valeur maximale de la résistance électrique ne varie que très peu au cours des cycles. Pour une élongation donnée la résistance du capteur est toujours la même. Cependant la valeur minimale augmente de 3,97 Ω à 4,65 Ω . Cette augmentation s'explique par le fait que les canaux mettent de plus en plus de temps à recouvrer leurs dimensions d'origines lorsqu'on multiplie les élongations. Le capteur laissé au repos après l'expérience voit sa résistance électrique diminuer et retrouver sa valeur initiale en quelques minutes. Ce temps est nécessaire après une répétition d'étirements successifs pour que les matériaux du capteur retrouvent leur forme d'origine. C'est le temps de relaxation du capteur. Il est très court lorsque le capteur ne subit qu'un seul étirement et revient en position initiale (ce temps était trop faible lors de nos tests pour être mesuré) et augmente avec le nombre d'étirements.

Ce comportement indique que les capteurs hyperélastiques peuvent subir de nombreuses déformations sans que le signal électrique ne soit dégradé. Il faudra cependant prendre en compte le temps de relaxation du matériau dans le développement d'éventuelles applications.

III.4.f - Vieillissement des capteurs

Les capteurs d'élongation peuvent être utilisés pendant de longues périodes de temps. Il est donc important de déterminer comment ceux-ci vont vieillir. Pour vérifier si leur résistance dérive au cours du temps deux capteurs ont été placés en vieillissement accéléré sous atmosphère contrôlée. La loi de vieillissement accéléré communément appliquée au polymère est la loi d'Arrhenius. Ici nous appliquons la loi empirique qui est une version simplifiée : $f = 2^{\Delta T/10}$ (où f est le temps simulé et ΔT la différence de température par rapport à un temps de référence). Le capteur pouvant être porté sur la personne, nous avons choisi une température de référence de 37°C. Les capteurs sont mis en étuve à 67°C (avec un taux d'humidité de 40%) donnant un facteur d'accélération de 16 [78]. Cette expérience a duré environ 15h30min correspondant à un vieillissement équivalent d'environ 10 jours. L'un des capteurs a été étiré de 26 mm tout au long de l'expérience et l'autre n'a pas été étiré afin de servir de référence. La résistance électrique de ces capteurs a été enregistrée tout au long de l'expérience. Les résultats enregistrés sur le capteur étiré sont présentés en Figure III-24.

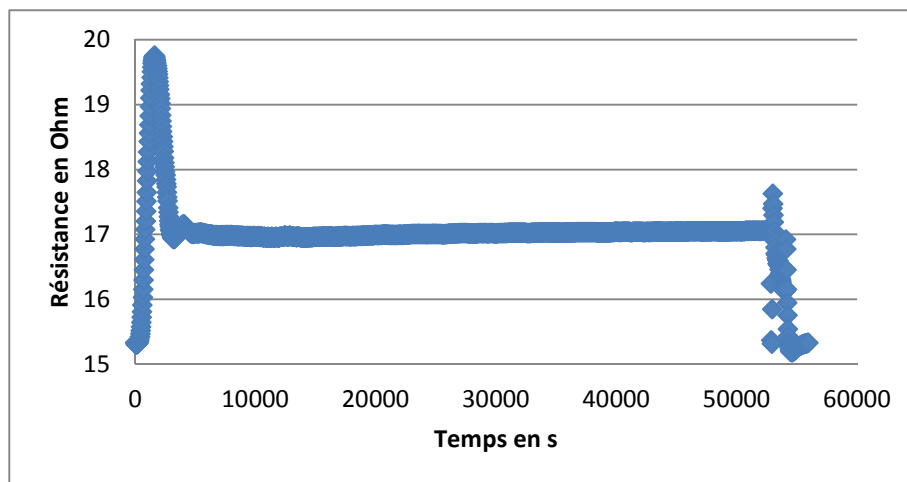


Figure III-24 : Evolution de la résistance électrique d'un capteur étiré de 26 mm au cours du temps lorsque celui-ci est placé dans une étuve à 67°C. Les variations brusques de résistance en sont dues à la montée et la descente en température de l'étuve au début et à la fin de l'expérience.

Au cours de l'expérience la résistance électrique du capteur varie selon différentes étapes. Tout d'abord elle augmente très fortement passant d'environ 15,33 Ω à 19,7 Ω avant de diminuer et de se stabiliser autour de 17 Ω . Cette variation s'explique par les changements de température et d'humidité liés à la mise en place des conditions expérimentales. La température influence la résistivité électrique du galinstan [79][80] mais cette influence n'est pas suffisante pour expliquer la hausse de résistance élec-

trique en début d'expérience. L'humidité joue également un rôle. La porosité de l'Ecoflex aux gaz peut entraîner une dilatation du matériau lors de l'augmentation de l'humidité. Cette dilatation conduit à une réduction de la section du canal microfluidique et à une augmentation de la résistance. Lorsque la température et l'humidité sont stabilisées la résistance se stabilise également. Après stabilisation, la résistance augmente légèrement au cours du temps passant de $16,95 \Omega$ à $t=14000$ s à $17,05 \Omega$ avant l'arrêt de l'expérience. La brusque variation de résistance à ce moment-là est due à l'ouverture de l'étuve et à la très brusque variation de température et d'humidité. Après l'expérience lorsque le capteur est à nouveau à température ambiante la résistance électrique de celui-ci retrouve sa valeur initiale ($15,33 \Omega$). Les résultats sont identiques pour le capteur non étiré, la résistance du capteur retrouve sa valeur initiale après l'expérience. Il apparaît donc que le vieillissement accéléré n'ait pas eu d'influence sur la valeur de la résistance des capteurs. Par contre la température influence cette valeur. Une série de mesure de la résistance électrique des deux capteurs en fonction de la température a montré qu'entre 25 et 30°C la résistance du capteur étiré augmente de $0,05 \Omega$ et celle du capteur non étiré de $0,008 \Omega$. L'influence d'une variation de température de quelques degrés au cours de l'utilisation d'un capteur est donc négligeable par rapport aux variations induites par une élongation.

III.5 - Discussion

III.5.a - Comparaison des résultats expérimentaux et des modèles

Afin de pouvoir valider les simulations présentées dans ce chapitre les résultats issus de COMSOL et du calcul de la résistance théorique (relation III.11) ont été comparés aux résultats expérimentaux. L'ensemble de ces résultats est présenté dans la Figure III-25. Il apparaît que les simulations anticipent bien l'évolution de la résistance électrique du canal microfluidique rempli de galinstan lors de l'étirement. En effet l'écart moyen entre les résultats de la simulation COMSOL et les résultats expérimentaux est de $0,41 \Omega$ avec un écart type de $0,16 \Omega$. L'écart moyen entre le modèle analytique et l'expérience est de $0,14 \Omega$ (écart-type de $0,11 \Omega$) pour le capteur parallèle à l'étirement et de $0,18 \Omega$ (écart-type de $0,05 \Omega$) pour le capteur perpendiculaire. L'écart entre les résultats théoriques et expérimentaux est plus importants pour les faibles valeurs d'allongement ($\varepsilon < 15$ mm) que pour les valeurs plus importantes. Cela peut être expliqué par le fait que

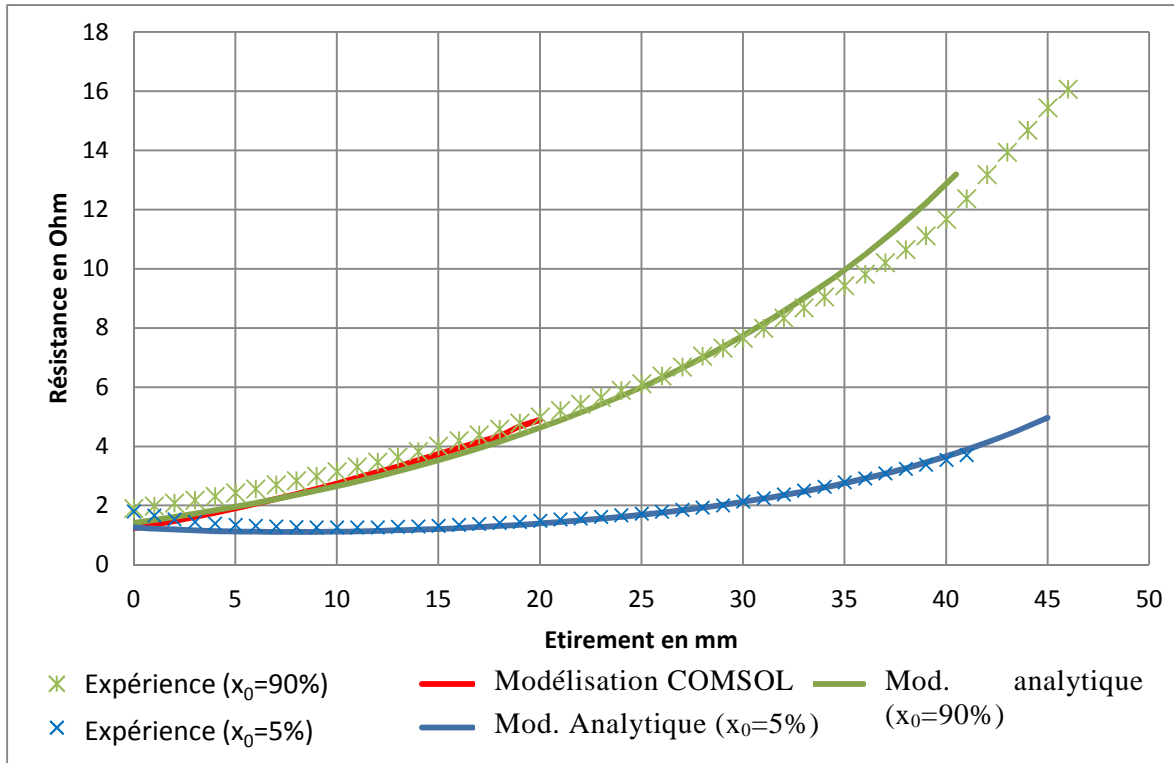


Figure III-25 : Comparaison des résultats issus de la simulation COMSOL (trait plein rouge), du calcul analytique (traits pleins vert et bleu) et des expériences d'étirement des capteurs. Les deux types de capteurs sont présentés ici. Les courbes théoriques sont proches des résultats expérimentaux.

pour de faibles valeurs d'étirement le module de Poisson est différent de la valeur utilisée ici comme cela a été vu dans la partie III.3.f - . La prise en compte de la variation du coefficient de Poisson avec l'étirement pourrait réduire cet écart. Une autre explication peut venir de la connectique. L'interface entre les fils de cuivre et le galinstan oxydé peut générer une augmentation de la résistance électrique mesurée. Cette résistance parasite n'est pas prise en compte dans nos modélisations. L'emploi du galinstan entraîne irrémédiablement cette erreur car il s'oxyde. La solution la plus simple à cette source d'erreur serait de le remplacer par un liquide ionique.

Cette comparaison valide les deux méthodes de calcul de la résistance théorique du capteur d'élongation déformé. Elles pourront être utilisées dans les futurs développements de capteurs afin d'anticiper leurs performances.

III.5.b - Performances des capteurs

La caractérisation des capteurs a montré plusieurs points intéressants :

- Les capteurs en Ecoflex 00-50 peuvent être soumis à de très fortes élongations (plus de 300 % de taux d'élongation) sans subir de dommages importants (en restant dans le régime des déformations élastiques).
- Le galinstan remplissant les canaux microfluidiques permet de conserver un contact électrique tout au long de la déformation. En effet le métal liquide a l'avantage de suivre la déformation des canaux ce qui prévient toute perte de connexion. Néanmoins au-delà de taux d'élongation supérieure à 500% de la taille initiale du capteur des lésions peuvent apparaître dans l'Ecoflex au niveau de la jonction avec la lamelle de verre qui sert de support, ce qui peut entraîner une déchirure du canal microfluidique provoquant une perte du contact électrique lors de l'étirement. Ce point peut être amélioré en changeant le matériau support par un matériau moins tranchant que le verre ou en utilisant des lamelles de verre biseautées.
- Le temps de réponse du capteur permet de suivre la variation de résistance pour un déplacement du moteur avec des vitesses allant jusqu'à 2 mm/s même si le temps de réponse du capteur n'a pas été caractérisé précisément dans ce travail. Ce type de capteur apparaît donc comme étant bien adapté à la détection et la quantification des grandes déformations en se limitant toutefois à des vitesses d'étirement modérées (quelques mm/s) où alors à des déformations brusques mais sans retour à la position d'origine.

Il est possible d'améliorer la sensibilité des capteurs en augmentant le nombre de virages du serpent. Tout en conservant la taille du capteur la longueur du canal est augmentée ce qui va augmenter la valeur de la résistance électrique au repos mais aussi sa variation relative au cours de l'étirement. Par exemple lorsque la taille du capteur sera multipliée par 4 la résistance ne sera plus multipliée par 8 mais par 10 ou 12. Cette amélioration de la sensibilité du capteur peut conduire à une meilleure détection de la déformation. Une autre solution est d'utiliser un fluide moins conducteur que le galinstan, un liquide ionique par exemple. Dans ce cas la variation absolue de la résistance du capteur est augmentée mais la variation relative au cours de l'étirement reste inchangée.

III.6 - Conclusion et applications potentielles

Les capteurs développés dans ce travail ont montré leur capacité à subir de très forts étirements sans perte de contact électrique. L'association de l'Ecoflex 00-50 et du Galinstan est donc positive dans le développement de capteurs hyperélastiques. La forme en serpentín du capteur permet de renseigner sur le taux d'étirement et sa direction. S'il est parallèle à la direction d'étirement sa résistance électrique augmente fortement et s'il est perpendiculaire cette augmentation est beaucoup plus faible (la résistance diminue même pour les faibles élongations). Cette dépendance est un avantage lorsque différents capteurs sont associés pour développer une jauge de contrainte multidirectionnelle.

Deux méthodes de calcul de la réponse électrique des capteurs ont été présentées dans ce chapitre. La première est une simulation réalisée avec le logiciel COMSOL qui permet de dessiner un capteur et de le soumettre à un étirement. La déformation du capteur et la résistance électrique théoriques sont alors calculées par le logiciel. La deuxième est l'application de la formule définissant la résistance électrique d'un canal conducteur $R = \rho \cdot L / S$ pour un canal déformé. Le calcul de la déformation géométrique des canaux en galinstan permet alors de remonter à la valeur théorique de la résistance électrique et une formulation très simplifiée de la réponse du capteur a été proposée. Ces deux méthodes ont été validées par comparaison avec les résultats expérimentaux. Elles fournissent toutes les deux des résultats concordants et peuvent être utilisées afin de dimensionner des capteurs hyperélastiques et d'anticiper leur réponse électrique en fonction de l'application visée. Ces deux méthodes ne s'appliquent pas dans les mêmes conditions. La simulation COMSOL est coûteuse en ressources informatiques et dans ce travail nous avons dû nous limiter à des étirements inférieurs à 20 mm, soit 133 % de la taille initiale du capteur. Pour des élongations plus importantes et pour raccourcir les temps de calculs la méthode analytique est plus indiquée. Elle permet d'obtenir rapidement une valeur de la résistance simplement en entrant dans un tableur les dimensions du canal rempli de galinstan et l'élongation souhaitée. Son inconvénient majeur est d'être restreint au canal en serpentín. Un changement de géométrie nécessiterait un nouveau développement. En ce sens les deux méthodes sont complémentaires, le calcul analytique permet d'obtenir rapidement le comportement électrique d'un capteur à la géométrie simple et la simulation COMSOL celui d'un capteur à la géométrie plus complexe. Cette étude a

fait l'objet de la publication « Using electrofluidic devices as hyper-elastic strain sensors: experimental and theoretical analysis »

Les applications possibles pour ces capteurs sont nombreuses. Elles peuvent aller du patch collé sur la peau (l'Ecoflex est compatible avec cette application car il sert à réaliser des masques pour le cinéma) pour suivre les mouvements du corps humain au capteur intégré dans un soft-robot afin de contrôler ses mouvements en passant par la surveillance d'objet pouvant être soumis à de fortes déformations, par exemple une maison construite sur un sol instable, un immeuble lors d'un tremblement de terre ou un arbre lors d'une tempête. En effet une jauge de contrainte classique permet de mesurer de très fortes contraintes mais les élongations qu'elle peut subir sont faibles. Si elle est placée sur un mur qui se fissure et s'écarte de plusieurs centimètres elle va se briser. Un capteur hyperélastique peut supporter une telle élongation, il n'y aura pas de perte de contact électrique et il continuera à fournir des informations.

Pour illustrer le potentiel de ces capteurs pour suivre les mouvements du corps un des capteurs développé dans ce travail a été collé sur le doigt d'un opérateur et sa résistance électrique a été observée au cours du mouvement du doigt. Il apparaît clairement qu'il est possible de détecter le mouvement grâce à un tel capteur (Figure III-26).

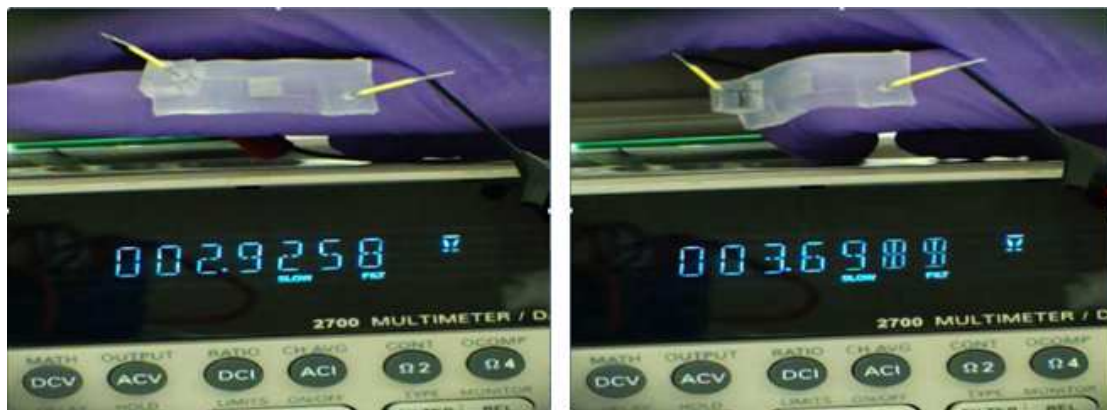


Figure III-26 : Photographies d'un capteur d'élongation collé sur un doigt droit et plié. La résistance électrique du capteur évolue lors du mouvement du doigt. La variation de la résistance est de 26%.

Ce premier montage est une bonne illustration de l'intérêt d'un capteur étirable. Cependant un gros travail technologique reste à fournir sur le packaging du capteur dans un dispositif plus industrialisable. La difficulté est de connecter la partie étirable à la partie permettant la mesure électrique. Ce travail pourra se faire dans le cadre d'un projet à caractère plus applicatif qu'une thèse. En particulier, on peut s'attendre à ce que le packaging électrofluidique soit très spécifique à l'application visée, suivant si il s'agit d'un capteur placé sur un robot, d'un patch électronique, d'un cap-

teur porté sur la personne, d'un capteur implanté pour mesurer les déformations d'un organe (cœur, poumon...) ou pour monitorer le stress d'un dispositif implanté ou d'une prothèse. A noter qu'une très récente publication montre déjà un premier dispositif très abouti pour le cas d'un gant (Figure III-27).

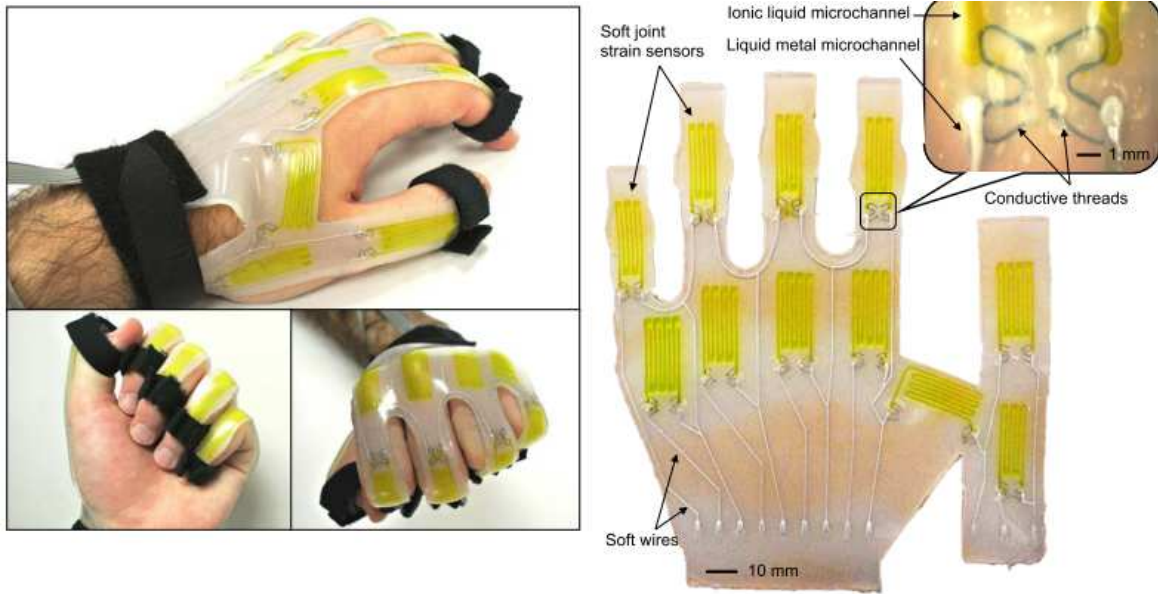


Figure III-27 : Photographies extraites de [77] et illustrant un gant détectant les mouvements des doigts grâce à des capteurs électrofluidiques. Les parties sensibles sont remplies de liquide ionique, le métal liquide a pour fonction de connecté ces parties au système de mesure extérieur au gant. La connexion entre les parties sensibles et les canaux en métal liquide est assurée par des fils conducteurs emprisonnés dans l'Ecoflex.

Ce gant et de manière plus générale ce type de capteur restent nécessairement connecter à un système électronique d'alimentation et de mesure qui devra aussi être étudié et adapté pour répondre entièrement à la contrainte de portabilité de l'ensemble du système ce qui constitue un véritable enjeu technologique.

Dans le cadre de cette thèse nous avons préféré poursuivre l'exploration du potentiel des matériaux étirables en suivant d'autres domaines d'applications. C'est l'objet du prochain chapitre où le matériau étirable est utilisé pour le développement de composants microfluidiques dédiés au diagnostic médical.

Chapitre IV - Réservoirs microfluidiques hyperélastiques

Glossaire des abréviations utilisées dans ce chapitre

P_f	Pression de fermetures des vannes pneumatiques
P_a	Pression atmosphérique
V_r	Volume interne du réservoir
V_{cr}	Consigne de volume pour le remplissage du réservoir
V_{ca}	Consigne de volume pour l'actionnement du fluide
V_{r0}	Volume du réservoir avant l'actionnement du fluide
V_a	Volume de fluide actionné
V_0	Volume mort technologique
V_{min}	Volume mort optique

IV.1 - Introduction

Les résultats expérimentaux des expériences de soufflage présentés dans le 0 ont montré la grande capacité de déformation réversible d'une membrane en Ecoflex soumise à une pression. La propriété d'hyper élasticité ouvre des nouveaux champs d'applications, tel que les robots souples développés dans l'équipe de G.M. Whitesides [6]. Comme nous l'avons vu au Chapitre II -, ce matériau permet ainsi d'envisager une nouvelle famille de capteurs utile pour la mesure de très grandes déformations. Dans cette précédente étude nous avons vu l'intérêt d'exploiter les technologies du prototypage microfluidique pour la réalisation de circuits électrofluidiques. De manière plus générale nous nous sommes intéressés à l'opportunité de coupler les propriétés mécaniques de l'Ecoflex à la microfluidique pour exploiter ces grandes déformations. Inspiré par les résultats des expériences de soufflage nous avons imaginé une solution de stockage et de manipulation de fluides intégrée dans des cartes microfluidiques. Ce développement a notamment comme objectif d'apporter des solutions pour l'embarquement et l'actionnement intégré de réactifs liquides. Les cartes doivent être simples à fabriquer et à utiliser et sans surcoût de la partie consommable. C'est un problème difficile car il faut répondre à trois questions :

- Comment stocker un fluide ?
- Comment actionner ce fluide ?
- Comment calibrer le volume de fluide manipulé?

Et ceci de manière intégrée, portable, autonome et versatile. Par versatile nous entendons la possibilité de travailler avec une large gamme de volumes ou la possibilité d'adapter notre méthode à différentes applications.

Ce sujet a déjà fait l'objet de nombreux développements. Les solutions proposés répondent partiellement à ces questions et ont des degrés de maturité variables. Nous allons présenter certaines d'entre elles en début du chapitre en fonction de leur degré d'intégration et de précision.

Note : pour mieux illustrer les différentes approches nous avons schématisé les solutions techniques proposées en représentant la carte microfluidique en vert, la solution de stockage par un corps de seringue bleu et le système d'actionnement du fluide par un ressort rouge. Les parties hachurées correspondent aux pièces consommables.

Systèmes entièrement externalisés (stockage et actionnement)

Dans les solutions entièrement externalisées le stockage et la méthode d'actionnement sont extérieures à la carte microfluidique (Figure IV-1). Le stockage est assuré par un seringue ou un réservoir externe type Eppendorf tandis que le fluide est actionné par un pousse seringue ou une pompe péristaltique [81]. Ces solutions sont simples à mettre en place et proposent des méthodes standardisées de mesure du volume mis en mouvement (débitmètre externe par exemple). Un principal défaut réside dans la nécessité d'une connectique fluide pour alimenter le système. Outre la difficulté technique, cette connectique pose le problème de la contamination entre les cartes microfluidiques (partie consommable) et le système externe (réutilisable à chaque test). Ces systèmes sont donc efficaces pour tester des prototypes de cartes microfluidiques mais peu adaptés à une utilisation point of care (au chevet du patient) fondée sur l'utilisation de puce jetables.

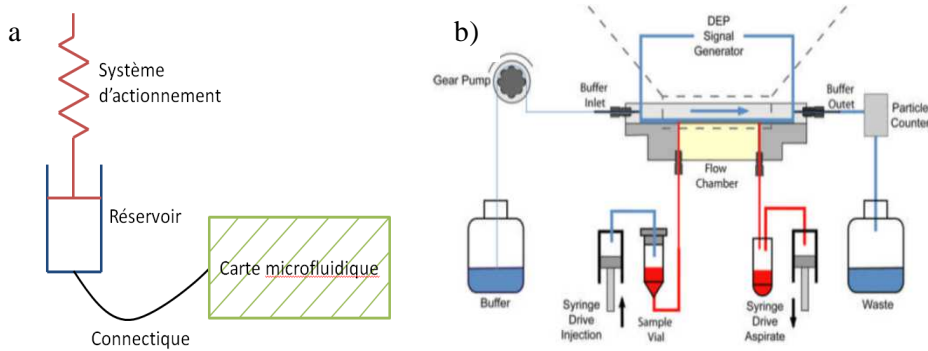


Figure IV-1 : a) Schéma de principe du système de stockage et d'actionnement externalisé. Le réservoir et le système d'actionnement sont en dehors de la carte fluide. b) Exemple de schéma d'un système microfluidique utilisant des réservoirs et des pompes externes, extrait de [81].

Systèmes partiellement intégrés (stockage interne et actionnement externe)

D'autres solutions peuvent être qualifiées d'hybrides. Elles utilisent des appareils externes pour actionner des fluides stockés à l'intérieur des cartes microfluidiques (Figure IV-2).

Par exemple, un générateur de pression externe génère un gradient de pression dans la carte et permet ainsi d'actionner un fluide. Ce système ne permet malheureusement pas de stocker un volume important de fluide. Parmi les solutions proposées, nous pouvons citer les Lab On CD. Le déplacement du fluide peut aussi être provoqué par la mise en rotation d'une carte microfluidique en forme de disque grâce à la force centrifuge [82]. Abi-Samra et coll. proposent une méthode de stockage dans un Lab on CD grâce à des vannes en cire [83]. Cette technique libère la totalité du volume

stocké en une seule fois, il faut donc calibrer le volume lors du remplissage (pendant la fabrication du consommable).

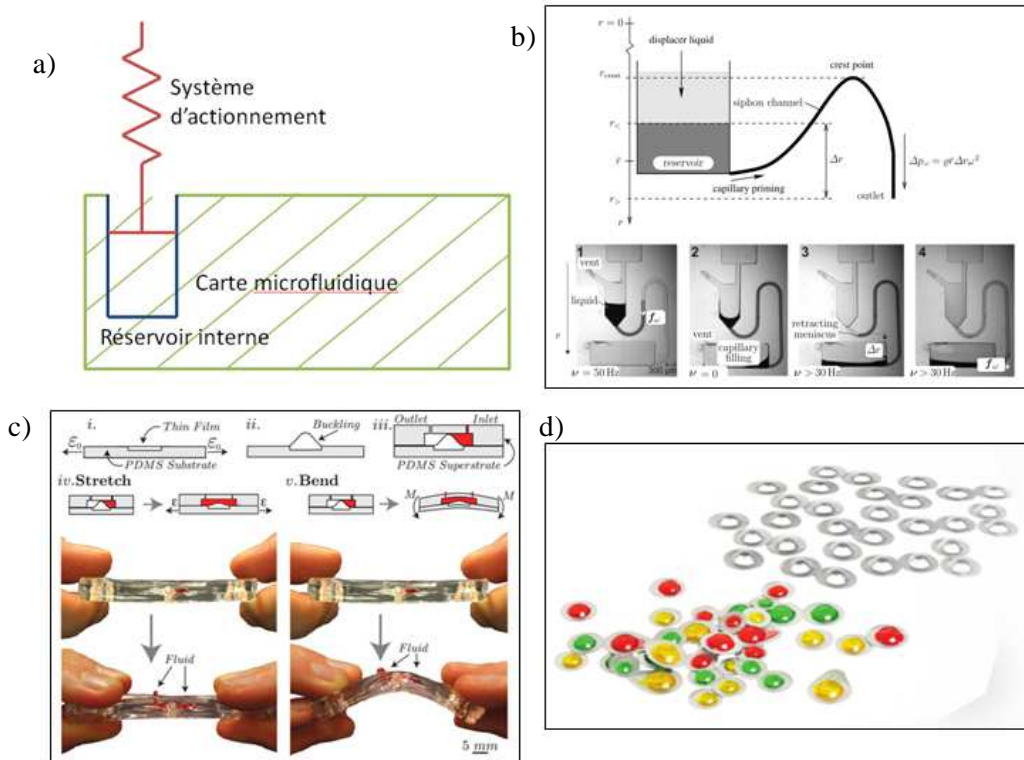


Figure IV-2 : a) Schéma de principe d'un système hybride. Le stockage est internalisé dans la carte alors que l'actionnement est externe à celle-ci. b) Exemple de Lab on CD, le fluide stocké dans la chambre est actionné par la rotation de la carte et passe dans le canal. Extrait de [82]. c) Système en PDMS actionnant un fluide par pliage ou étirement. Extrait de [88] d) Blisters intégrables sur une carte microfluidique de la marque miniFAB [85].

Le stockage de fluides dans des blisters rapportés sur des cartes microfluidiques semble être aujourd'hui la solution la plus mature et est déjà commercialisée par les sociétés ChipShop [84] (Figure IV-3), mini-

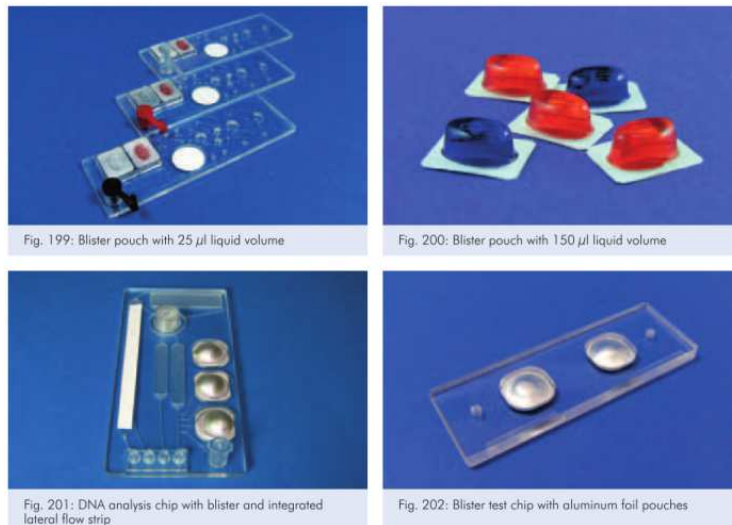


Figure IV-3 : Photographies de différents blisters en plastique ou en aluminium vendus par la société ChipShop (Extrait de [84]).

FAB [85] (Figure IV-2) ou ThinXXS avec le système Daktari [86] (Figure IV-4).

Cette technologie est issue de l'industrie pharmaceutique. Les matériaux utilisés (thermoplastiques moulés pour ChipShop ou feuilles d'aluminium thermoformées pour Daktari) permettent un stockage de longue durée. Ces blisters sont indépendants des cartes microfluidiques. Ils sont fabriqués et conditionnés séparément des cartes et ne sont assemblés (rapporté sur la carte) qu'au moment de réaliser le protocole de diagnostic. Une solution proposant des blisters directement intégrés dans une carte plastique a été proposée par Chen et coll. (University of Pennsylvania, Department of Mechanical Engineering and Applied Mechanics) [4]. Ces différents systèmes de blisters sont actionnés de manière externe par écrasement de la membrane. Prévus pour n'être utilisés qu'une seule fois, ils intègrent un point de rupture qui s'ouvre sous une certaine pression du fluide et permet un passage entre le réservoir et le réseau microfluidique. Certains utilisent des pistons (Figure IV-4) [4][87] alors que d'autres peuvent être actionnés à la main (cas des blisters plastiques de ChipShop). Un autre exemple d'actionnement manuel par étirement ou courbure d'un canal en PDMS pour créer un écoulement a été proposé par Holmes et coll. [88]. L'inconvénient de l'actionnement manuel est son absence de contrôle du volume actionné, contrairement à l'actionnement par piston avec lequel il est possible de connaître le volume de fluide déplacé à partir du déplacement du piston et de calculer le débit grâce à sa vitesse [89]. Cependant cette méthode nécessite que la forme du piston soit adaptée à la forme du blister et un alignement exact pour optimiser l'écoulement et la mesure [86]. De plus il n'est ni versatile ni réutilisable, tout changement du design de la carte entraîne un changement complexe dans le système d'actionnement des blisters. Une fois le réservoir vidé il n'est pas possible de le remplir à nouveau car le matériau utilisé pour la membrane n'est pas élastique.

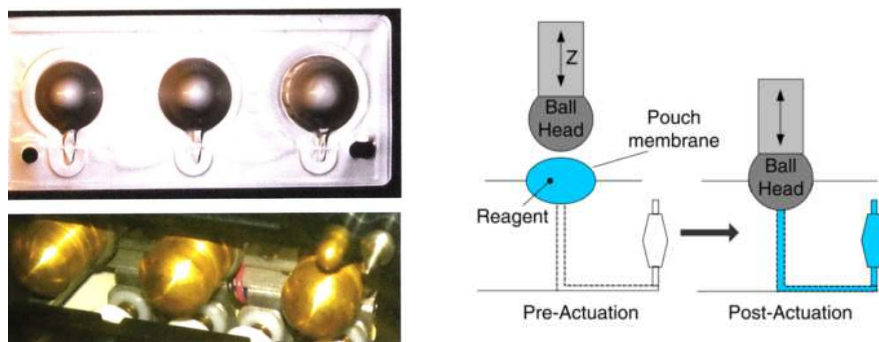


Figure IV-4 : (Gauche) Photographies du système de blister Daktari en haut et des pistons d'actionnement en bas. Extrait de [86]. (Droite) Principe du fonctionnement des blisters, le piston avec une tête arrondie descend et écrase la membrane du blister en poussant le fluide. SI la tête du piston est bien alignée et bien adapte au fond du blister alors il n'y a pas de volume mort. Extrait de [4].

Systèmes entièrement internalisés

Afin de pouvoir stocker et actionner un fluide sans dispositif externe certaines équipes ont mis à profit les propriétés mécaniques du PDMS (Figure IV-5). Weibel et coll. ont mis au point un réservoir en PDMS dont l'élasticité permet de stocker sous pression et d'expulser un fluide [90]. L'emploi d'une membrane élastique pour stocker et pousser un fluide a également été breveté [91]. Ces systèmes sont simples mais les volumes mis en mouvement sont limités par les propriétés mécaniques du matériau employé.

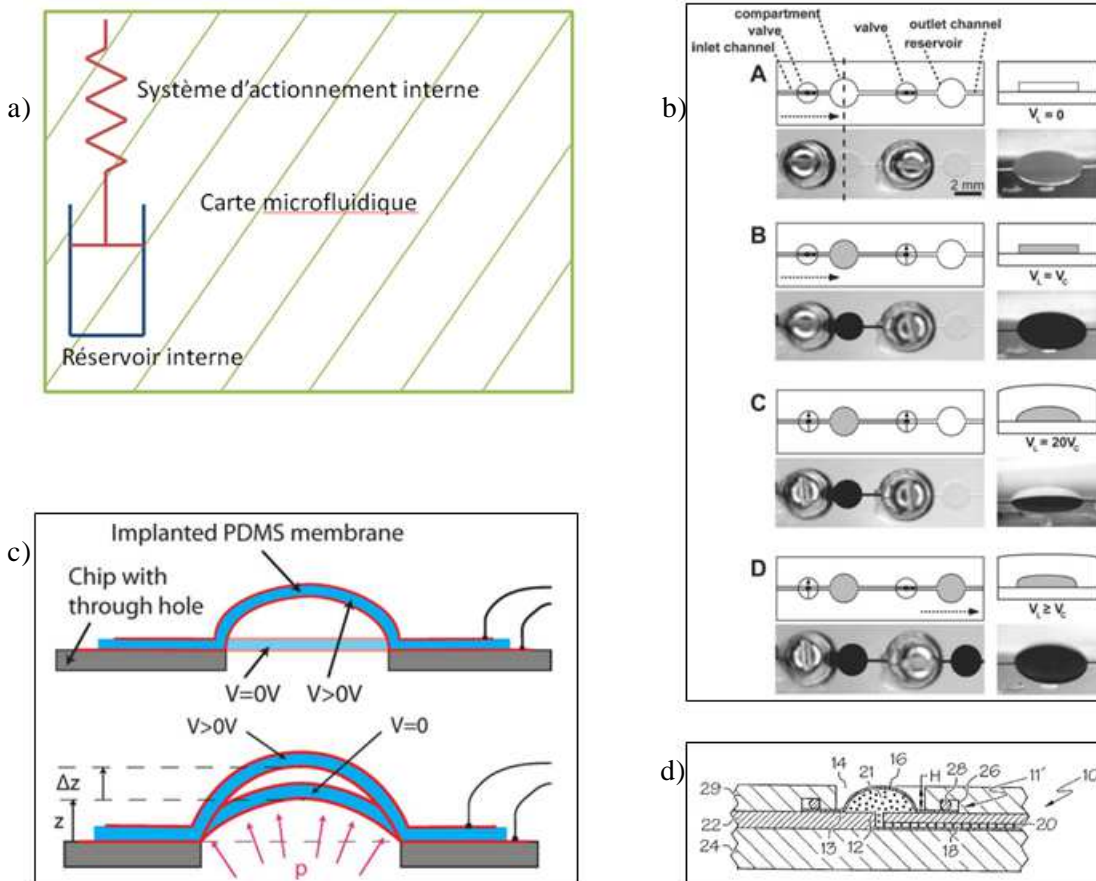


Figure IV-5 : a) Schéma de principe d'un système intégrant le stockage et l'actionnement d'un fluide. Quelques exemples de systèmes existants : b) Réservoir en PDMS, le fluide est stocké sous pression et l'élasticité du matériau l'expulse lorsque la vanne de sortie est ouverte. Extrait de [90]. c) Schéma du système électro-mécanique utilisant du PDMS dopé pour accentuer sa déformation afin de pouvoir stocker et déplacer un fluide. Extrait de [92]. d) Figure issue d'un brevet protégeant une technique de stockage intégrant une membrane élastique. Extrait de [91].

Rosset et coll. ont eu une approche différente et ont dopé les deux faces d'une membrane en PDMS par implantation ionique [92] pour créer un effet bilame sur celle-ci. Suivant la différence de potentiel appliquée entre les deux faces la membrane se déforme vers le haut ou vers le bas.

Cette technique a permis d'augmenter les volumes mis en jeu mais nécessite l'utilisation d'un générateur de haute tension pour déformer la membrane (3 mm de diamètre) avec des amplitudes maximale de l'ordre 800 μm .

Ces systèmes montrent qu'il est possible de stocker et de mettre un fluide en mouvement sans appareillage externe lourd mais à notre connaissance il n'existe pas de systèmes proposant une méthode de calibration du volume actionné.

En résumé, l'état de l'art montre qu'il est difficile de répondre simultanément aux trois problématiques que sont le stockage, l'actionnement et en particulier la calibration des volumes actionnés.

Dans ce chapitre notre objectif est d'évaluer l'intérêt de l'intégration d'une membrane en Ecoflex dans une carte microfluidique comme alternative ou complément à ces solutions. Le système que nous avons imaginé peut être positionné entre les solutions partiellement intégrées et celles qui le sont totalement.

Le stockage

Notre idée est un réservoir délimité par une membrane en Ecoflex. Lorsque ce réservoir est rempli par un fluide sous pression la membrane se déforme et offre un volume de stockage dépendant de ses dimensions et de la pression imposée. Le positionnement de deux vannes en entrée et en sortie du réservoir permet de le remplir, de maintenir le fluide sous pression et de le libérer (Figure IV-6).

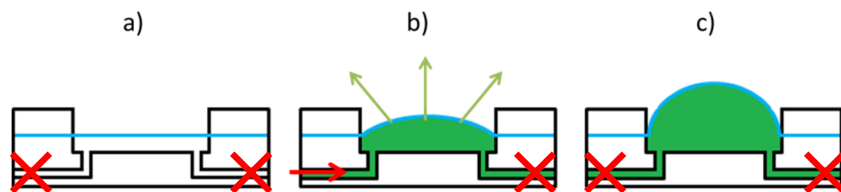


Figure IV-6 : Schéma de principe du remplissage du réservoir à membrane hyperélastique. (a) Le réservoir est vide. (b) le liquide est injecté sous pression dans le réservoir. La vanne de sortie est fermée donc la membrane se déforme sous la pression du fluide qui est stocké. (c) la vanne d'entrée est fermée, le liquide est stocké sous pression. Les croix rouges symbolisent les vannes fermées en entrée et sortie du réservoir.

L'actionnement

Ce liquide stocké sous pression nous souhaitons le mettre en mouvement en minimisant l'utilisation d'actionneur mécanique complexe. Pour

cela les propriétés hyperélastiques de l'Ecoflex sont mises à profit. La membrane déformée par le fluide stocké sous pression exerce une force de rappel sur celui-ci. C'est cette force qui va pousser le fluide et le mettre en mouvement lors de l'ouverture de la vanne de sortie (Figure IV-7). Tant que la vanne reste ouverte la membrane pousse le fluide jusqu'à un retour de celle-ci en position de repos.

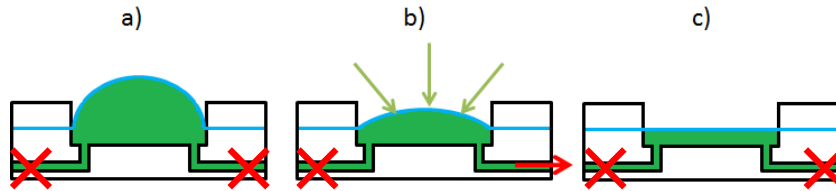


Figure IV-7 : Schéma de principe de la vidange du réservoir à membrane hyperélastique. (a) Le fluide est stocké sous pression. (b) L'ouverture de la vanne de sortie libère le fluide pressurisé, la force de rappel de la membrane pousse le fluide vers l'extérieur. (c) L'écoulement s'arrête. Lorsque la membrane est en position d'équilibre ou lorsque la vanne est fermée. Les croix rouges symbolisent les vannes fermées en entrée et sortie du réservoir.

La calibration

La géométrie très précise en calotte sphérique de la déformation que nous avons observée et caractérisée dans la partie II.4.a - du 0 est exploitée pour mesurer précisément le volume des réservoirs. L'idée est d'avoir une méthode versatile simple à mettre en place afin de mesurer en continu le volume stocké. Couplée à des vannes pilotées, cette méthode nous permettra de contrôler le remplissage et la délivrance du fluide de manière calibrée.

Dans ce chapitre nous présentons dans un premier temps les briques de bases du système en expliquant un certain nombre de choix sur l'architecture des composants, sur les empilements technologiques des chambres embarquées sur les cartes fluidiques, ainsi que sur le système de mesure associé. Puis dans un second temps nous caractérisons ce type de réservoir afin de comprendre le comportement fluide d'un tel système pour définir des règles de design et d'utilisation du système. L'association de plusieurs réservoirs dans un même système fera l'objet d'un chapitre à part qui présentera les applications mises au point à partir de ce système.

IV.2 - Architecture de la carte microfluidique

L'idée du réservoir hyperélastique a été inspirée par les expériences de soufflage du Chapitre II -. La carte microfluidique est inspirée du banc de caractérisation des membranes d'Ecoflex. La membrane est placée entre deux cartes en COC rigides (1 mm d'épaisseur minimum). La carte inférieure est usinée et présente une chambre cylindrique de 400 μm de profondeur qui est l'équivalent de la chambre de mise en pression du banc de tests de soufflage. La carte supérieure est l'équivalent de la bague de maintien de ce banc. Le processus d'assemblage de la membrane et des cartes plastiques est décrit dans la partie I.4.b - du Chapitre I -. Pour rappel il s'agit d'un assemblage par plasma oxygène et recuit. La membrane en Ecoflex recouvre toute la surface de la carte plastique. Cela évite tout problème de différence d'épaisseur et cela facilite l'assemblage de la membrane sur la carte. Afin de pouvoir remplir et vider le réservoir un canal microfluidique est également usiné dans la carte plastique inférieure. Pour garder le fluide pressurisé à l'intérieur de nos réservoirs hyperélastiques nous avons dû intégrer deux vannes situées en entrée et en sortie du réservoir. Il existe différents types de vannes intégrables dans les cartes microfluidiques : Weibel et al. utilisent des vannes mécaniques intégrées dans la carte qui sont actionnées par rotation pour être ouvertes ou fermées [90] ; d'autres comme Pekas et al. intègrent des vannes électrostatiques en utilisant du PDMS, un film métallique et du Galinstan [93] ou encore des vannes à clapet en PDMS comme celles de Ni et al. [94]. Ayant beaucoup utilisé la pression comme moyen d'actionnement lors des tests de soufflage sur les membranes le choix s'est naturellement porté sur des vannes à actionnement pneumatique. Cette technologie de vannes est connue et bien maîtrisée [5] et elle est pertinente vis-à-vis de l'empilement de matériaux envisagé pour ce système. Puisque la membrane en Ecoflex recouvre toute la surface de la carte plastique elle est utilisée comme partie mobile de ces vannes pneumatiques. Celles-ci sont usinées dans la carte inférieure tandis que les canaux d'adressage des vannes sont dans la carte supérieure (voir Figure IV-8). Lorsqu'une pression P_f est appliquée sur la membrane celle-ci s'abaisse et bouche le canal microfluidique.

Le système microfluidique de base est donc composé d'un réservoir, de deux vannes pneumatiques, des canaux microfluidiques et d'adressage. Ces canaux sont connectés au système de remplissage (réservoir externe ou seringue) et au générateur de pression via le bornier du support Flowpad qui garantit une connexion étanche.

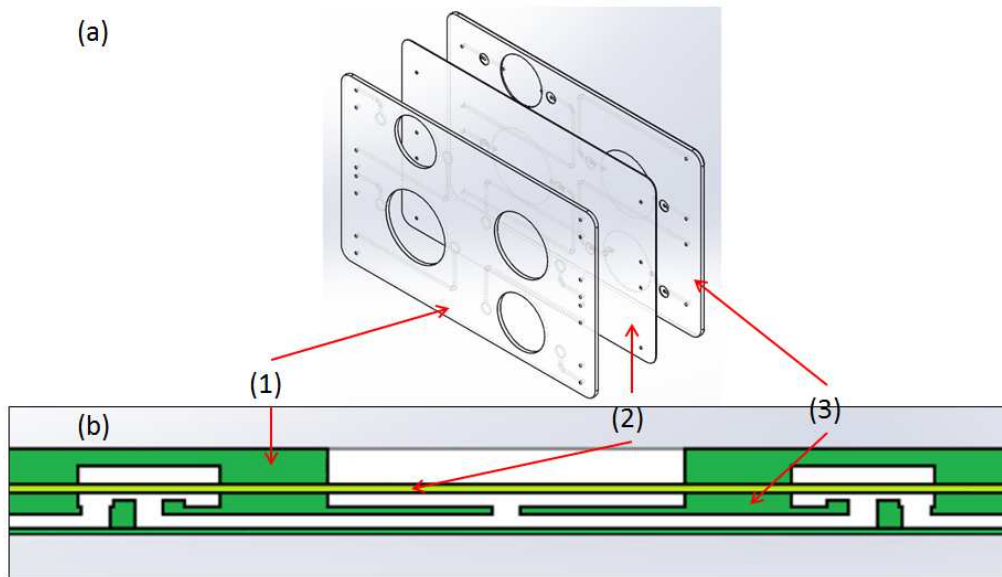


Figure IV-8 : (a) Vue éclatée d'une carte microfluidique. (b) vue en coupe du système avec les vannes et le réservoir. La carte supérieure (1) comporte le réseau pneumatique pilotant les vannes. La membrane hyper-élastique de 300 µm d'épaisseur (2) est la partie active de la carte. Enfin la carte inférieure (3) comporte la partie fluide.

La carte utilisée lors des différentes caractérisations présentées dans ce chapitre comprend quatre systèmes microfluidiques de base indépendants les uns des autres avec des rayons de réservoir différents. Ainsi deux cartes ont été développées pour couvrir les valeurs de rayon allant de 3 à 10 mm (Figure IV-9).

Ces cartes de test ont permis de réaliser les caractérisations du réservoir hyperélastique ainsi que différents programmes qui ont été développés afin de piloter ces réservoirs.

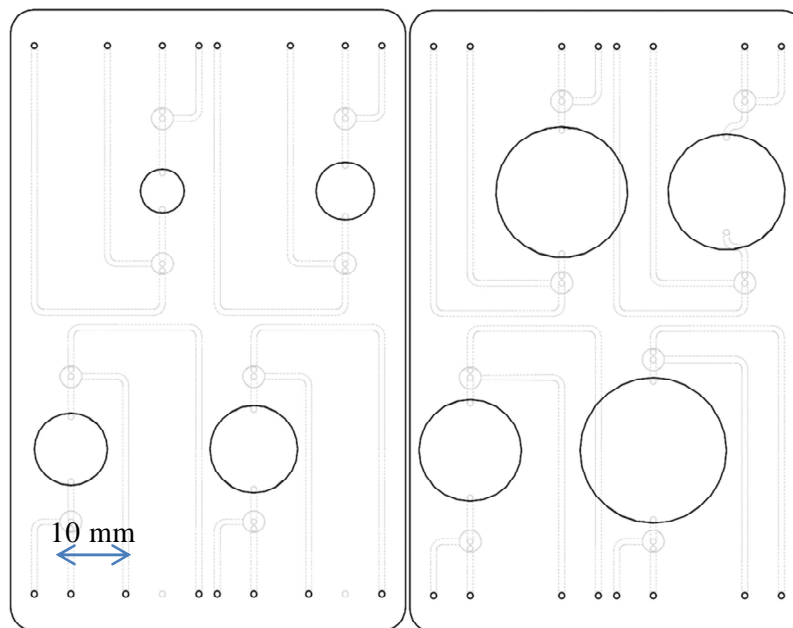


Figure IV-9 : Captures d'écran issues de Solidworks, elles représentent les deux cartes microfluidiques développées pour les tests des réservoirs hyperélastiques. La carte de gauche comprend quatre réservoirs dont les rayons vont de 3 à 6 mm. Pour la carte de droite les rayons vont de 7 à 10 mm.

IV.3 - Choix de la méthode de mesure du volume interne du réservoir

La déformation de la membrane hyperélastique permet de stocker un volume important de fluide. Pour connaître ce volume plusieurs méthodes de mesures ont été envisagées :

- **Capteur d'élongation intégré.** Résultant des travaux présentés dans le Chapitre II -, l'idée est d'intégrer dans la membrane hyperélastique des capteurs d'élongation électrofluidiques. Plus précisément nous avons envisagé d'intégrer des canaux moulés dans l'Ecoflex et rempli de galinstan afin de mesurer l'étirement de la membrane pendant les phases de remplissage et de vidange des réservoirs grâce à une mesure de résistance électrique. A partir des résultats des tests des capteurs d'élongation uniaxiale présentés dans le Chapitre II - un moule a été dessiné (Figure IV-10).

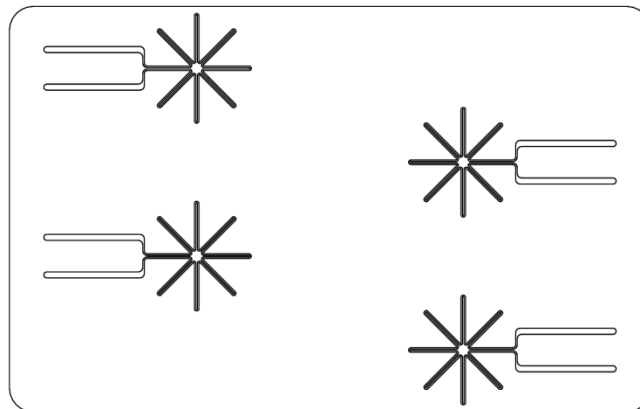


Figure IV-10 : Schéma illustrant le moule dessiné afin d'intégrer des résistances électrofluidiques dans la membrane des réservoirs hyperélastiques.

La forme d'étoile de ces résistances électrofluidiques a pour but d'orienter les canaux parallèlement à l'étirement et ainsi maximiser la variation de résistance électrique. Cette solution n'a pas été retenue car une membrane en Ecoflex de 300 μm d'épaisseur comportant des canaux de 100 μm est difficile à réaliser et à assembler sur les cartes plastiques (assemblage de membranes très fines, alignement avec les cartes plastiques...). De plus la conception d'un nouveau moule et d'une nouvelle connectique électrique à chaque changement d'architecture de carte aurait eu un impact trop important sur le coût de développement du système.

- **Capteur de pression.** Dans le Chapitre II - nous avons vu que la pression imposée et la déformation de la membrane (hauteur du dôme) sont

fortement liées et que la déformation permet de calculer le volume interne du dôme. Ainsi en plaçant un capteur de pression dans le réservoir il serait possible de remonter au volume interne en temps réel. Cette solution n'a elle aussi pas été retenue car l'assemblage des cartes microfluidiques aurait été complexifié. L'intégration d'un capteur impacte inévitablement le coût de développement et de fabrication de la carte ce qui limite l'intérêt de cette solution. Notons que le capteur de pression peut aussi être situé à l'extérieur de la carte, dans un système d'injection externe et être utilisé pendant la phase de remplissage pour mesurer le volume injecté dans le réservoir hyperélastique mais l'intérêt est ici aussi limité car cette solution ne fournit aucune information au cours de la mise en mouvement du fluide par la membrane.

- **Mesure optique de la déformation.** La déformation étant parfaitement sphérique comme présenté dans la partie II.4.a - du 0 il est possible de remonter simplement à la valeur du volume interne à partir de la hauteur du dôme et de son rayon, ou plus généralement avec une méthode de profilométrie optique couramment utilisée en microfluidique pour la mesure des angles de mouillages. Le profil du dôme est filmé à l'aide d'une caméra et la hauteur de celui-ci est mesurée à partir d'une analyse de l'image. Le volume est ensuite calculé. Cette méthode est donc compatible avec l'utilisation d'une simple membrane sans capteur intégré et ne requiert pas montage optique complexe. Elle peut être réalisée à l'aide d'une caméra microscope USB ou plus simplement à l'aide d'une webcam ou d'un téléphone portable. Une des questions soulevées par cette méthode est la précision de la mesure qu'elle fournit. Celle-ci fait l'objet d'une partie de l'étude.

Nous avons donc choisis de nous concentrer sur la solution optique qui nous paraît la plus simple à développer et la moins risquée d'un point de vue technologique. C'est celle qui impactera le moins le coût de fabrication des cartes.

IV.4 - Développement du système de contrôle des réservoirs étirables

L'automate que nous souhaitons développer pour contrôler le système doit permettre de piloter les vannes pneumatiques et de contrôler la caméra utilisée pour la méthode optique de mesure. Il a pour objectif final de contrôler le chargement des réservoirs et leur vidange. Pour cela il faut dévelop-

per différents programmes qui pilotent les appareils composant le banc de test décrit dans le Chapitre I -:

- Le générateur de pression pour générer la pression de fermeture des vannes pneumatiques et pour remplir le réservoir de liquide sous pression.
- Les électrovannes adressant la pression aux vannes pneumatiques de la carte.
- La caméra filmant la déformation de la membrane pour analyser les images.

Le système de contrôle est schématisé dans la Figure IV-11.

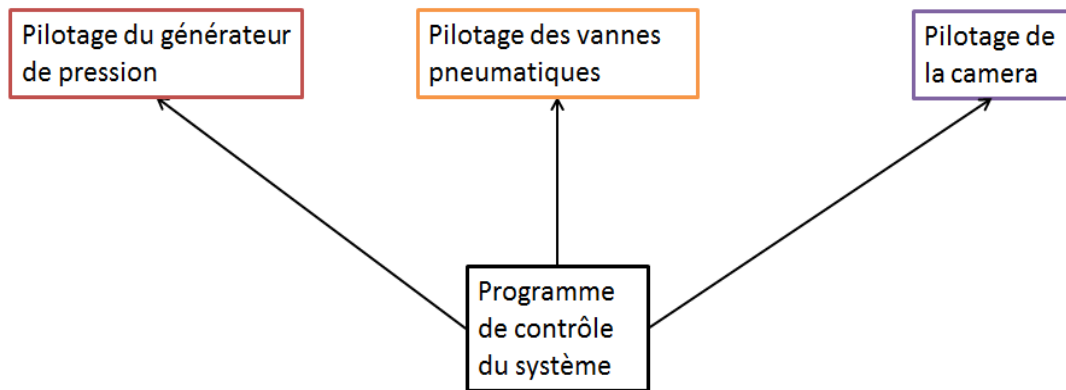


Figure IV-11 : Schéma simplifié des différentes composantes du programme de contrôle du système microfluidique.

IV.4.a - Pilotage du Fluigent MFCS

Le générateur de pression MFCS de Fluigent peut être piloté à partir d'un programme dédié (MAESFLO) qui permet de contrôler toutes les sorties de pression, c'est-à-dire d'imposer une pression consigne et de mesurer la pression générée. A partir du kit de développement logiciel fourni par Fluigent il est possible de développer des programmes Labview qui permettent également d'envoyer des instructions au MFCS et de relever la pression générée (Figure IV-12).

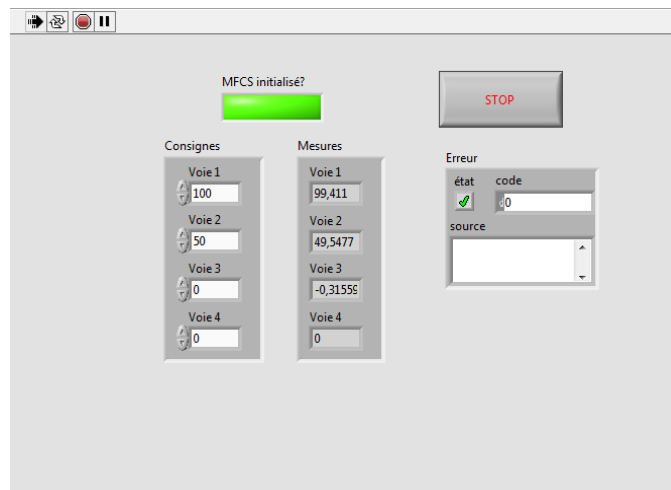


Figure IV-12 : Face avant du programme Labview contrôlant le MFCS de Fluigent. Le groupe de valeur nommé « Consignes » envoie les instructions au MFCS et le groupe nommé « Mesures » affiche la pression générée par celui-ci.

Ce programme réalise la séquence d'action suivante :

- Recherche et initialisation du MFCS ;
- Envoi de la consigne en pression (préalablement entrée par l'opérateur dans le programme ou déjà enregistrée dans celui-ci) au MFCS pour chaque voie du MFCS ;
- Lecture et affichage de la pression générée sur chaque voie du MFCS ;
- Arrêt du MFCS lorsque l'opérateur arrête le programme.

Au cours de la caractérisation des réservoirs hyperélastiques le logiciel MAESFLO a été utilisé, notamment pour générer la pression de fermeture des vannes pneumatiques P_f (entre 100 et 150 mbar lors de nos tests) mais aussi pour remplir le système étudié. Le programme Labview a été développé pour être intégré dans un programme global de pilotage du système afin d'automatiser l'utilisation de celui-ci.

IV.4.b - Pilotage des vannes

Les vannes intégrées dans les cartes microfluidiques étudiées lors de ce travail sont des vannes pneumatiques qui sont normalement ouvertes. C'est-à-dire que sans pression appliquée sur la membrane mobile la vanne laisse passer le fluide et l'application d'une pression P_f entraîne sa fermeture. Dans notre système cette pression est générée par le système de régulation de pression MFCS (Fluigent). Afin de pouvoir choisir entre cette pression P_f (vanne fermée) et la pression atmosphérique P_a (vanne ouverte)

notre choix s'est porté vers l'utilisation d'électrovannes bistables NResearch. Ce choix est motivé par le faible temps de réponse de ces électrovannes (100 ms), le MFCS de Fluigent permet d'imposer rapidement une pression P_f mais son temps de réponse pour un retour à la pression atmosphérique est trop long pour notre système (quelques secondes).

Les électrovannes NResearch sont contrôlées par les sorties numériques d'une carte National Instrument USB6009. Les fonctions DAQmx-Acquisitions de données de Labview permettent d'interagir avec la carte NI et d'imposer l'état des sorties numériques. L'interface utilisateur de Labview a ainsi permis de développer un panneau de contrôle manuel de ces électrovannes par l'intermédiaire de boutons bistables (Figure IV-13).

Lorsqu'un de ces boutons est en position « OFF », l'électrovanne correspondante impose la pression atmosphérique P_a au niveau du canal d'adressage et la vanne pneumatique est ouverte. Lorsqu'il est en position « ON », l'électrovanne connecte le canal d'adressage au MFCS, la pression P_f est imposée et la vanne se ferme.

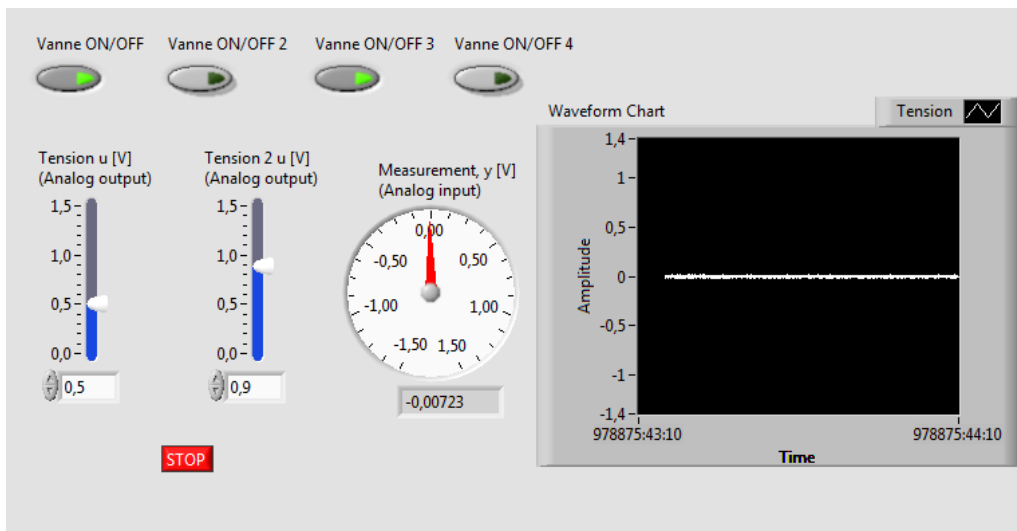


Figure IV-13 : Face avant du programme Labview permettant le contrôle de quatre vannes bistables, deux pompes péristaltiques et d'acquérir une tension.

Ce programme permet également le contrôle de deux pompes péristaltiques et l'acquisition d'une tension générée par un capteur (capteur de pression, débitmètre ou capteur de température par exemple). Il est également possible d'automatiser le passage d'un état à un autre de ces sorties numériques afin de gérer automatiquement l'ouverture et la fermeture des vannes pneumatiques de la carte microfluidique.

IV.4.c - Pilotage de la caméra μ Eye et traitement des images

Le fabricant de la caméra μ Eye USB met également à disposition un ensemble de programmes permettant d'utiliser la caméra et de la contrôler via Labview. Ces fonctions permettent d'initialiser la caméra, de la paramétrer, de visualiser à l'écran l'image filmée et encore d'éteindre la caméra. Lors des tests de caractérisations des réservoirs hyperélastiques, la caméra est placée de manière à filmer la carte de côté pour suivre l'évolution du profil des membranes hyperélastiques (Figure IV-14).

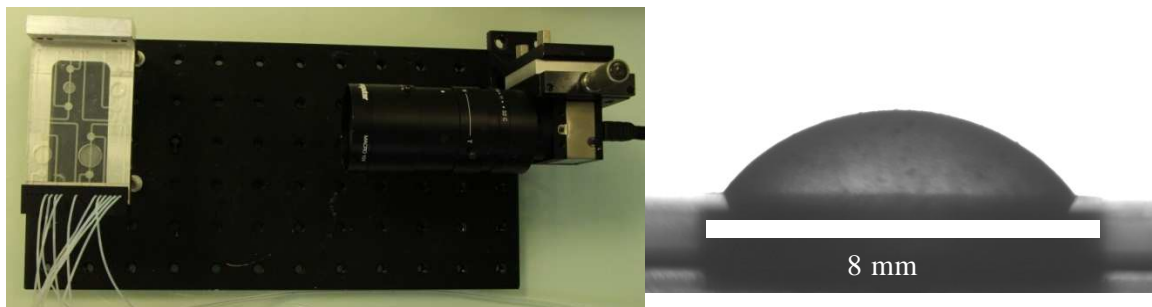


Figure IV-14 : (Gauche) Photographie du support de la carte microfluidique et de la caméra μ Eye positionnée pour filmer le profil de la carte. (Droite) Photos du profil d'un dôme de 4 mm de rayon prise à l'aide de la caméra μ Eye.

Les images issues de la caméra sont analysées avec les fonctions du module Labview Vision Development. Ces fonctions détectent le contour du dôme, l'affichent à l'écran et en extraient les coordonnées. Celles-ci sont récupérées pour les calculs ultérieurs. Ce traitement d'image peut être appliqué à une série d'images sauvegardées sur l'ordinateur ou alors sur les images qui sont envoyées par la caméra. Cette dernière méthode permet de réaliser une détection de contour en « temps réel », à chaque image enregistrée par la caméra (Figure IV-15).

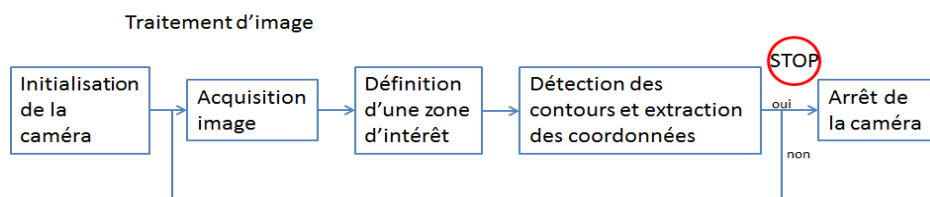


Figure IV-15 : Schéma de principe du fonctionnement du programme Labview réalisant le traitement des images issues de la caméra.

Calcul du volume interne du réservoir

Grâce au traitement d'image précédent les coordonnées du contour du dôme sont connues. Dans notre cas c'est la hauteur du dôme qui nous intéresse donc la distance entre la carte microfluidique et le point le plus haut

du dôme. Un programme Labview peut facilement calculer cette distance si l'opérateur a indiqué la position de la carte sur l'image. Au début de l'exécution du programme Labview il est donc demandé à l'opérateur d'indiquer la position de la carte sur l'image. Cette étape est très importante car elle peut être une source d'erreur importante dans le processus de calcul du volume. Connaissant le rayon de base de la membrane il est alors possible de calculer le volume situé sous la membrane avec la relation suivante :

$$V = \frac{\pi}{2} H \left(\frac{H^2}{3} + r^2 \right)$$

Avec H la hauteur du dôme et r le rayon de la membrane.

Grâce au traitement d'image en temps réel on connaît à tout moment le volume interne du réservoir (Figure IV-16). En couplant ce programme et celui pilotant les vannes décrit en IV.4.b - il est possible de contrôler le remplissage ainsi que la vidange du réservoir hyperélastique.

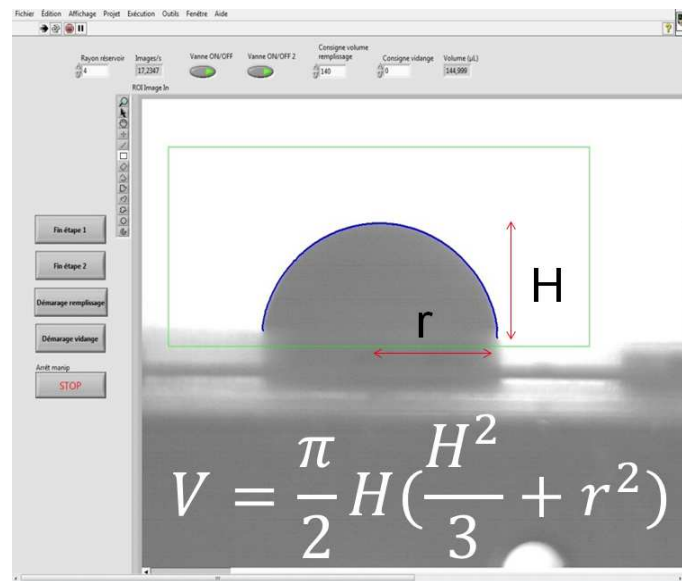


Figure IV-16 : Capture d'écran issu de Labview au cours d'une expérience de test d'un réservoir à membrane hyperélastique. Le cadre vert sur l'image est la zone d'intérêt sur laquelle le programme effectue la détection de contour. Le contour détecté est affiché en bleu. A partir de ce contour la hauteur H du dôme est calculée ainsi que son volume interne V à l'aide cette formule.

La Figure IV-17 schématise les interactions entre les différents composants du système.

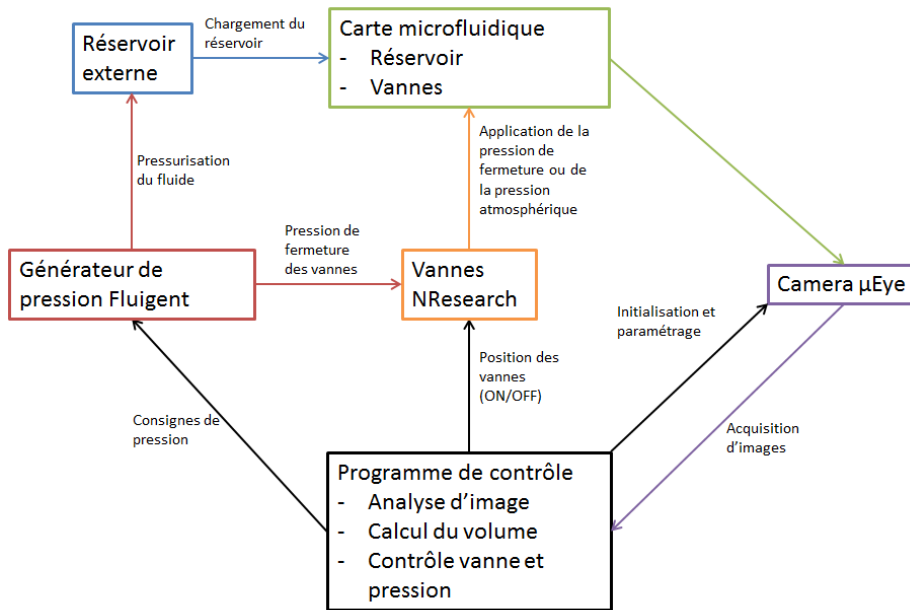


Figure IV-17 : Schéma représentant les différentes relations entre les composants du système et les différents moyens de contrôles de la carte fluidique.

IV.4.d - Automatisation de la phase de remplissage du réservoir

La première étape de l'utilisation des réservoirs développés dans ce travail consiste à les remplir avec un volume V_r . Il est possible de les remplir par l'intermédiaire d'un réservoir externe mis sous pression par le MFCS de Fluigent ou directement à l'aide d'une seringue (à la main ou avec un pousse-seringue). L'objectif de cette phase est de remplir ce réservoir avec un volume précis de liquide. Pour cela nous allons tirer profit de l'intégration des vannes. La consigne de volume V_{cr} est enregistrée dans le programme. Lorsque la phase de remplissage est exécutée par l'opérateur ou de manière automatique (protocole automatisé) la vanne d'entrée (ou vanne amont) du réservoir est ouverte. Le réservoir est alors rempli et le liquide sous pression déforme la membrane hyper-élastique. Les images de la caméra permettent de calculer le volume interne V_r du réservoir au cours du remplissage. Lorsque la valeur consigne V_{cr} est atteinte, la vanne d'entrée est fermée par le programme. Cette approche permet de libérer les contraintes de mesure des volumes par le système externe d'injection : la me-

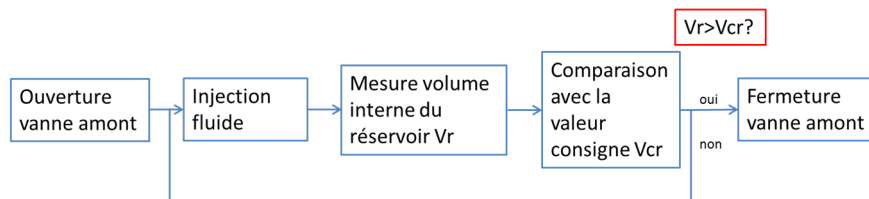


Figure IV-18 : Principe de fonctionnement du programme automatisant le remplissage du réservoir hyper-élastique.

sure du volume est désormais déterminée par l’algorithme d’analyse d’image et le système de pilotage des vannes.

Si le système est suffisamment précis l’écart entre V_r et V_{cr} sera faible.

IV.4.e - Automatisation de la phase de vidange du réservoir (actionnement du fluide)

Le fluide étant stocké sous pression dans le réservoir l’étape suivante et d’injecter une partie de ce fluide dans la carte microfluidique. Cette phase est appelée phase d’actionnement du fluide, la force de rappel de la membrane va pousser le liquide hors du réservoir. Le but est de contrôler le volume ainsi actionné V_a . La consigne V_{ca} est là aussi enregistrée dans le programme. Lorsque la phase d’actionnement est exécutée la valeur du volume actuelle du réservoir est enregistrée (elle est appelée V_{r0}) puis la vanne de sortie est ouverte. Le liquide est alors poussé hors du réservoir par l’élasticité de la membrane. Le volume interne V_r du réservoir est calculé en temps réel. Lorsque $V_{r0}-V_r$ atteint la valeur consigne V_{ca} la vanne est fermée. Le volume actionné est alors appelé V_a .

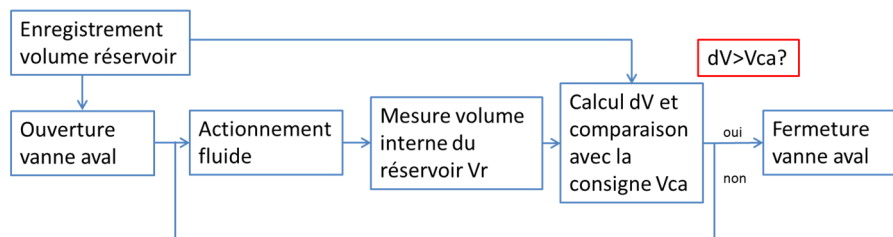


Figure IV-19 : Principe de fonctionnement du programme automatisant la dispense du liquide stocké dans le réservoir hyper-élastique.

Ces deux programmes vont être utilisés pour caractériser les réservoirs en termes de volume stockable, de pression à imposer pour les remplir, de fiabilité d’actionnement du fluide et de débit. Les différentes étapes d’utilisation d’un réservoir hyperélastique sont résumées dans la Figure IV-20.

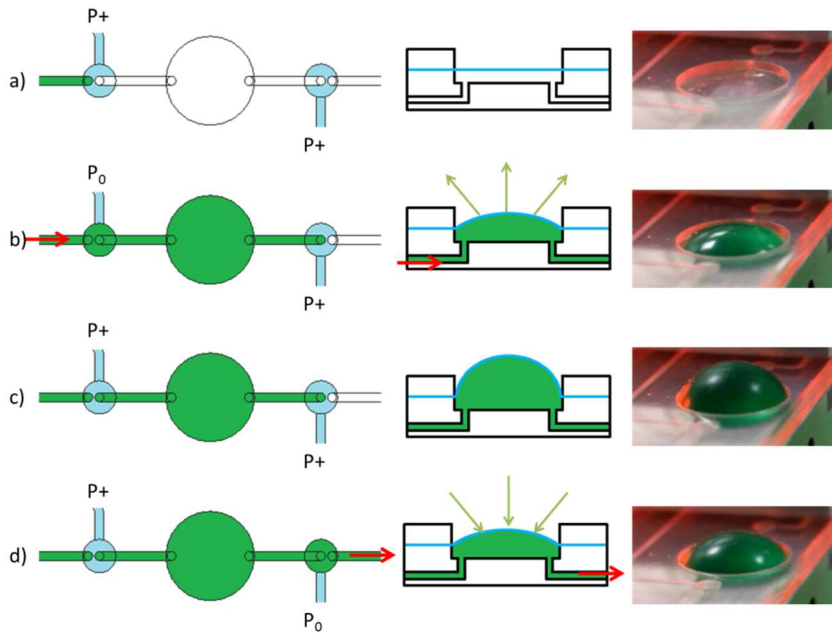


Figure IV-20 : Principe de fonctionnement du réservoir hyper-élastique. a) les vannes sont fermées et le réservoir est vide. b) Phase de remplissage. La vanne amont est ouverte et le réservoir se remplit de liquide. La membrane se déforme sous la pression. c) Phase de stockage. La vanne amont est fermée. Le liquide est stocké sous pression dans le réservoir. d) Phase d'actionnement du fluide. La vanne aval est ouverte. La membrane pousse le liquide vers l'extérieur et revient vers sa position d'origine.

IV.5 - Caractérisations du système

IV.5.a - Notion de volume mort V_0 et de volume minimal détectable

V_{min}

La carte microfluidique développée dans ce travail comporte des canaux, des vannes et des chambres microfluidiques qui sont considérés des volumes morts vis-à-vis de notre système d'actionnement. Les chambres qui sont usinées dans la carte plastique inférieure (voir Figure IV-8) ont une profondeur de 400 μm , pour un réservoir de 4 mm de rayon cela correspond à un volume de 20,1 μL . Ce volume n'est pas pris en compte dans la mesure du volume interne car non utilisé lors de l'actionnement du fluide. Ce volume mort dû à l'architecture de la carte est appelé volume mort technologique V_0 .

Il est aussi important de noter que dans sa configuration actuelle, le système ne permet pas de mesurer des volumes faibles. Notre design comporte une carte plastique située au-dessus de la membrane en Ecoflex. Cette carte a une épaisseur de 1 mm. Il nous est donc impossible de détecter le contour de la membrane tant que la hauteur du dôme est inférieure à 1,15 mm car le système d'analyse d'image n'arrive pas à détecter la membrane lorsqu'elle est trop proche de la carte (Figure IV-21). Le volume mi-

nimal détectable est appelé V_{\min} . Il dépend du rayon du réservoir, par exemple si $r=4$ mm alors $V_{\min} \sim 30 \mu\text{L}$. Ce volume définit la limite basse de notre méthode de mesure. Pour une utilisation optimale du système il faut toujours travailler avec des volumes internes supérieurs à V_{\min} .

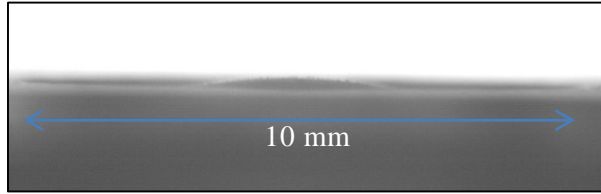


Figure IV-21 : Exemple de situation dans laquelle le système de mesure n'arrive pas à détecter le contour de la membrane. Le volume injecté dans celle-ci est trop faible.

Sur cette photo la membrane est visible mais le système est incapable de la détecter et de calculer le volume interne. Il faut que la déformation soit plus importante.

IV.5.b - Remplissage par volume imposé

Le but est ici de valider la méthode de mesure du volume interne du réservoir hyperélastique par profilométrie optique. Pour cela le réservoir est rempli à l'aide d'un pousse seringue programmé pour délivrer un volume connu de liquide, et de comparer cette valeur de volume à celui mesuré par notre méthode optique et affiché dans l'interface Labview.

Afin d'éviter toute erreur de mesure liée au volume mort V_0 de la carte celle-ci est pré-remplie avant le test de manière à ce que la membrane ne soit pas déformée. Ensuite différents volumes compris entre $50 \mu\text{L}$ et $350 \mu\text{L}$ sont injectés (le volume de remplissage est appelé V_{cr}). Ces volumes sont toujours supérieurs au V_{\min} du réservoir étudié (environ $48 \mu\text{L}$ pour le réservoir de 5 mm de rayon) donc le système réussit à détecter la membrane et à calculer le volume interne du réservoir. Les résultats de ces mesures sont exposés dans la Figure IV-22.

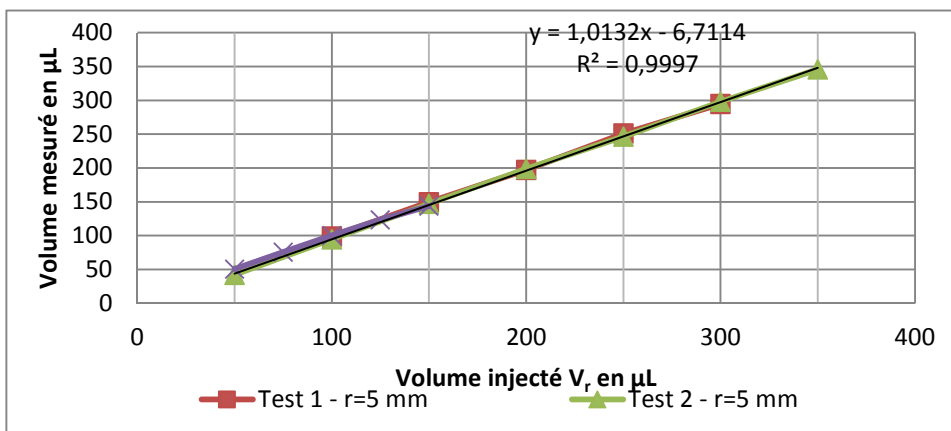


Figure IV-22 : Evolution du volume calculé par le programme Labview à partir des images de la caméra en fonction du volume injecté au pousse-seringue. Ces résultats correspondent aux tests menés sur 3 réservoirs différents, deux de 5 mm de rayon et un de 4 mm de rayon.

Pour chaque point de mesure le volume calculé en temps réel par le programme Labview est très proche de la valeur de volume injecté avec le pousse seringue. L'erreur moyenne maximale sur les trois séries de mesures est de 4 μL soit une erreur de 8% pour un volume injecté de 50 μL . Cette erreur peut avoir plusieurs origines telles que la précision du pousse-seringue ($\pm 1\%$ de V_r), la résolution de la caméra (environ 110 pixels/mm durant cette expérience soit une erreur maximale de 0,7 μL) ou encore un mauvais positionnement de la carte sur l'image par l'opérateur (erreur pouvant atteindre plusieurs pixels). L'épaisseur de la membrane en Ecoflex n'est pas prise en compte dans cette mesure car intégrer l'amincissement de celle-ci au cours de la déformation complexifie considérablement le programme de profilométrie optique. Cela entraîne une erreur de l'ordre de 15% pour $V_r=50\mu\text{L}$. Cette erreur due à l'épaisseur de la membrane diminue et devient rapidement inférieure à 10% pour $V_r>50\mu\text{L}$ (elle devient inférieure à 5% pour $V_r>200\mu\text{L}$). Cette erreur est supérieure à l'erreur constatée durant cette expérience, elle est donc compensée au cours de l'expérience. L'origine la plus probable de cette compensation est la très grande déformabilité de la membrane. Celle-ci se déforme sous l'effet de son propre poids ce qui entraîne un offset dans la mesure de la hauteur du dôme lors du remplissage. Si cet offset est du même ordre de grandeur que l'épaisseur de la membrane ($\sim 200\text{-}300\mu\text{m}$) cela peut expliquer cette compensation.

Il est important de noter que lors de l'actionnement du fluide nous nous intéressons à la variation de volume interne du réservoir, le fait de ne pas prendre en compte l'épaisseur de la membrane n'aura donc pas d'influence majeure. Il semble néanmoins important de tenir compte de l'épaisseur de la membrane pour les futurs développements.

Malgré cette source d'erreur la méthode de mesure optique fournit des résultats prometteurs avec une erreur moyenne faible. Elle permet de suivre facilement et rapidement (plus de 10 images par seconde) l'évolution du volume interne de nos réservoirs. Notre design semble bien adapté pour mesurer de larges plages de volumes entre 50 μL et 350 μL , mais d'autres réservoirs aux dimensions plus grandes permettent d'atteindre des volumes plus importants.

IV.5.c - Remplissage par pression

Le pousse seringue est une méthode simple de remplissage des réservoirs mais elle est contraignante (nécessité de changer la seringue régulièrement), lente et risquée car la pression qu'il génère en poussant le fluide peut être largement supérieure à la pression de fermeture des vannes pneu-

matiques qui est comprise entre 100 et 150 mbar pour l'ensemble de nos tests. L'utilisation de vannes pneumatiques nous oblige à travailler avec un générateur de pression donc celui-ci nous est apparu comme une solution naturelle pour remplir les réservoirs au cours des tests. Pour garantir un usage adapté de ce générateur nous devons spécifier les plages de pression d'injection pour rester dans la gamme de déformation élastique de la membrane. Si la pression imposée lors du remplissage est trop faible alors le réservoir ne sera pas rempli correctement (volume minimal détectable V_{\min} non atteint). Au contraire si elle est trop grande la déformation de la membrane sera trop importante et deviendra plastique ce que nous ne voulons pas car cela nuira aux performances des membranes pour la phase d'actionnement du fluide. Connaître ces plages de pressions est donc indispensable au design des cartes microfluidiques. Ici le but est de spécifier cette plage de pression pour deux réservoirs différents, l'un de 4 mm de rayon et l'autre de 7 mm. Cette caractérisation est importante, ce sont les deux réservoirs les plus utilisés durant les tests et le développement d'applications. Les réservoirs hyperélastiques ont été remplis à partir d'un réservoir externe mis sous pression à l'aide du générateur MFCS (Fluigent). La vanne de sortie du réservoir est fermée. Le liquide entre dans le réservoir et déforme la membrane jusqu'à ce que la force de rappel de celle-ci s'équilibre avec la pression du générateur. Une fois cet équilibre atteint la vanne d'entrée est fermée et celle de sortie ouverte, le réservoir est alors entièrement vidé de son contenu et le liquide est recueilli dans un Eppendorf. La masse de l'Eppendorf est alors comparée à sa masse à vide et le volume de liquide recueilli est calculé à partir de sa masse volumique. Cette expérience permet d'établir une relation entre le volume interne du réservoir hyper-élastique et l'énergie qui est stockée sous forme de pression. Les résultats de cette expérience sont présentés dans la Figure IV-23.

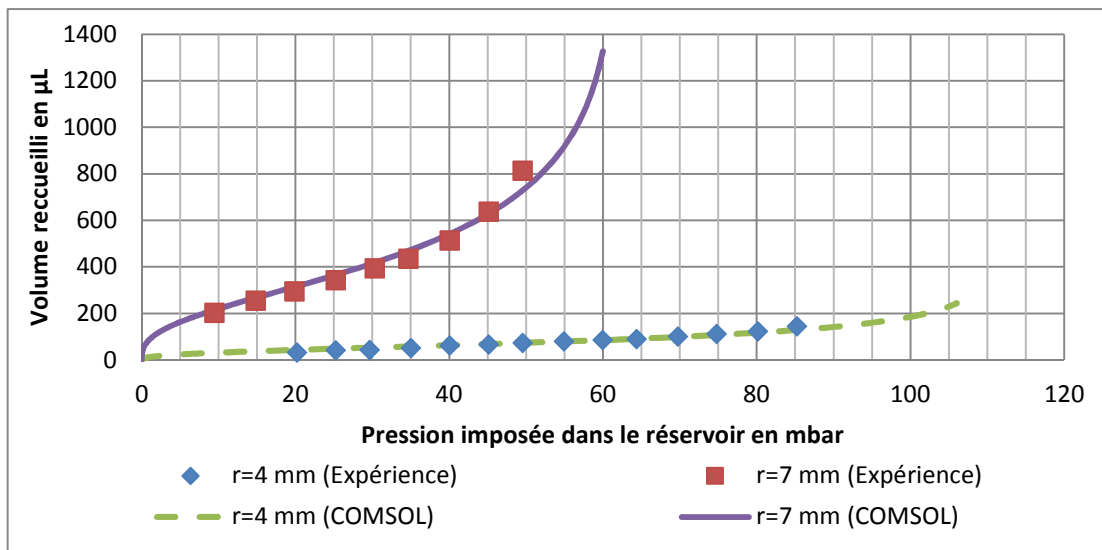


Figure IV-23 : Evolution du volume interne de deux réservoirs en fonction de la pression imposée à l'intérieur de ceux-ci. Les deux réservoirs testés ont des rayons de 4 et 7 mm. Les résultats expérimentaux (séries de points) sont comparés aux résultats issus de simulations COMSOL (ligne pleine et en pointillés) de la partie II.3 - .

Celle-ci montre l'augmentation du volume avec la pression. Ces résultats indiquent les gammes de pressions applicables aux réservoirs hyperélastiques : elle s'étend de 20 à 85 mbar pour un rayon de 4 mm et de 10 à 50 mbar pour un de 7 mm.

Le choix de la taille du réservoir est évidemment fonction du volume que l'on souhaite y stocker. Cependant la valeur de pression de stockage est aussi un autre paramètre à prendre en compte notamment quand plusieurs réservoirs devront être intégrés sur une même carte. Plus un réservoir sera large, plus la pression de stockage sera faible et réciproquement, un petit réservoir pourra stocker une plus forte pression. En d'autres termes, si on relie deux réservoirs étirables de différentes tailles par un canal fluide, c'est le réservoir de petite taille qui aura tendance à se vider vers le grand réservoir, ceci jusqu'à l'équilibre des pressions. La connaissance des couples Pression/Volume pour chaque réservoir est donc essentielle pour dimensionner des composants susceptibles de réaliser des protocoles fluidiques complexes et afin d'imposer le sens d'écoulements entre les différents réservoirs.

Les résultats de simulation du logiciel COMSOL (Chapitre II -) montrent une bonne corrélation avec les résultats expérimentaux. Ils peuvent donc être utilisés comme aide au dimensionnement des réservoirs microfluidique.

Ces résultats permettent également d'envisager l'utilisation de ces réservoirs comme un système intermédiaire permettant de contrôler en volume un fluide actionné par un générateur de pression. Par exemple si on connaît le volume nécessaire au bon déroulement d'un protocole il est facile d'imposer la pression correspondante dans le réservoir hyperélastique puis d'actionner le fluide depuis ce réservoir. Le volume nécessaire aura été injecté juste en imposant la bonne pression lors du remplissage de notre système.

Les deux tests précédents montrent qu'il est possible de remplir nos réservoirs à l'aide d'un pousse seringue ou d'un générateur de pression. Ces appareils peuvent être remplacés par un remplissage manuel à la seringue, le système stoppe le remplissage lorsque le volume souhaité est stocké. Notre système semble compatible avec toutes les méthodes d'injection tant que celles-ci exercent une pression restant dans la gamme utilisable (0 à 100 mbar pour les réservoirs testés).

IV.5.d - Actionnement d'un volume calibré en mode « à la demande »

Rappelons que l'intérêt du système réside dans la possibilité de stocker et de mettre en mouvement un fluide de façon contrôlée. Dans le paragraphe précédent le fluide est actionné d'une seule traite jusqu'à vidange complète du réservoir. Un autre mode étudié ici consiste à actionner seulement une portion du fluide stocké. Notre programme de pilotage qui fonctionne en temps réel nous permet de programmer facilement la séquence d'ouverture et de fermeture de la vanne de sortie afin d'actionner un volume précis appelé V_{ca} . Celui-ci représente une variation du volume interne du réservoir qui est quantifiée par le programme de contrôle en mesurant la différence de hauteur du réservoir. Ce mode d'actionnement est dit « à la demande » puisqu'il peut délivrer une large gamme de volumes. La valeur de V_{ca} est choisie par l'utilisateur via l'interface Labview ou enregistrée dans une séquence d'actionnements. Un autre avantage de ce mode est de pouvoir actionner un même fluide en plusieurs fois. Dans un protocole nécessitant plusieurs séquences de lavage avec un tampon le réservoir permettra (s'il contient assez de fluide) de stocker la totalité du tampon et de l'actionner à chaque fois que nécessaire. Il est intéressant de noter que les volumes actionnés peuvent être différents.

L'objectif des expériences reportées ici est de connaître la précision et la reproductibilité de ce mode d'actionnement. Pour cela le protocole expérimental suivant a été suivi :

- Le réservoir hyperélastique testé est rempli à l'aide d'un réservoir pressurisé comme dans l'expérience précédente. La consigne de remplissage V_{cr} ayant été enregistrée dans le programme Labview. Les résultats issus de l'expérience précédente ont été utilisés afin de définir la pression minimale à appliquer ;
- Une consigne de volume V_{ca} est enregistrée dans le programme de contrôle Labview ;
- La séquence d'actionnement du programme Labview est exécuté (ouverture de la vanne aval, calcul de la variation de volume interne du réservoir, comparaison avec la valeur consigne et fermeture de la vanne aval si la comparaison est positive) ;
- Le liquide mis en mouvement est recueilli dans un Eppendorf ;
- La masse de liquide est mesurée ;
- Le volume est calculé (on obtient la valeur de V_a) et est comparé à la valeur consigne V_{ca} .

Ce protocole a été répété pour différentes valeurs de V_{ca} . Un exemple de résultats est présenté dans la Figure IV-24.

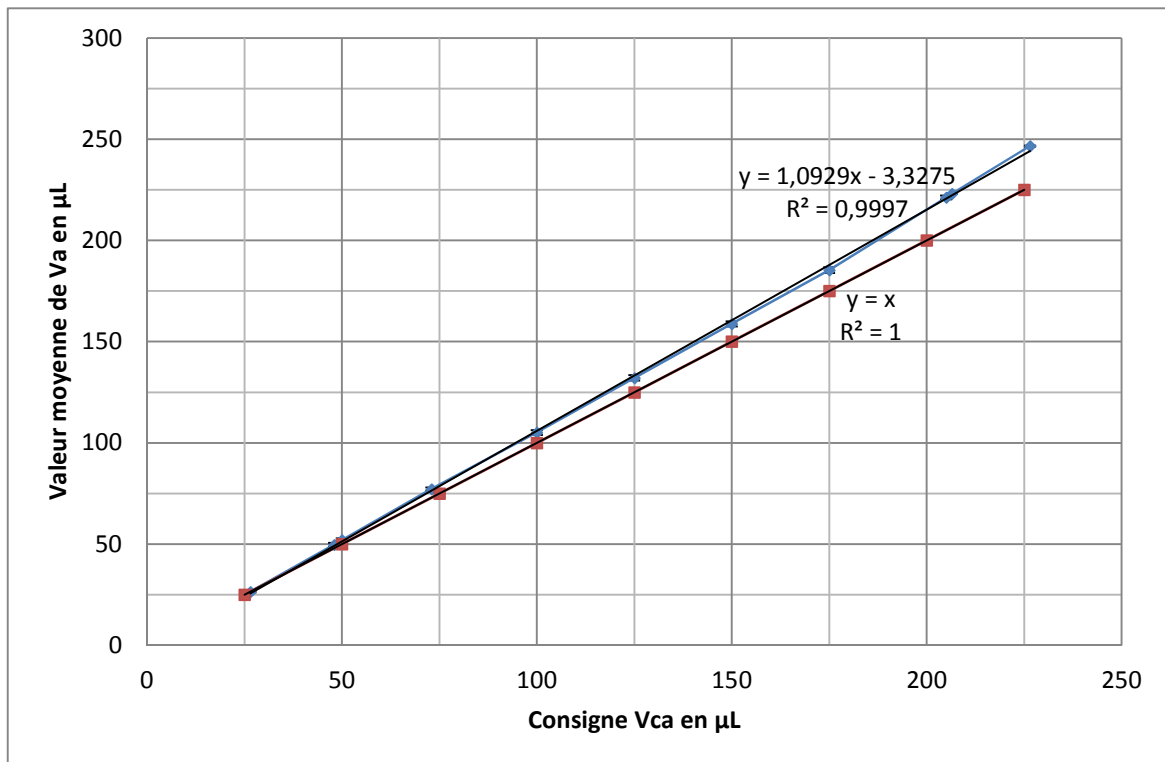


Figure IV-24 : Résultats des tests d'injection de volume à l'aide du programme de contrôle Labview. Les points rouges représentent la courbe parfaite où le volume injecté est égal à la consigne. Les points bleus représentent la valeur moyenne du volume injecté. Ce volume est mesuré par une méthode de pesée et comparé à la consigne. Le réservoir étudié ici est un réservoir de 7 mm de rayon.

Cette figure montre que l'écart entre les deux courbes augmente avec la valeur de la consigne enregistrée dans le programme Labview. Cela indique une divergence de volume actionné V_a par rapport à la consigne imposée V_{ca} . Cette divergence s'explique par le temps de réponse du système (mesure + fermeture des vannes) estimé à 200ms. Pour une pression plus grande, le débit instantané est plus important et nous verrons dans le paragraphe suivant que ce débit peut être très important lors de l'ouverture de la vanne de sortie (plusieurs mL/min). Si par exemple le débit instantané est de 2,5 mL/min alors le volume de fluide qui est actionné pendant le temps de réponse du système est d'environ 8 μL . Si ce débit est de 5 mL/min alors le volume est de 16 μL . Ces débits instantanés importants ne sont pas rares avec notre système et entraînent un excédent de fluide mis en mouvement.

Afin de réduire cet écart de volume une résistance hydraulique a été placée en sortie du système dans le but de réduire la valeur du débit instantané. Cette résistance est un tube de section circulaire (diamètre 500 μm)

de 1,646 m de long. L'expérience est à nouveau menée pour deux réservoirs de 4 mm et 7 mm de rayon. Les résultats sont présentés dans la Figure IV-25.

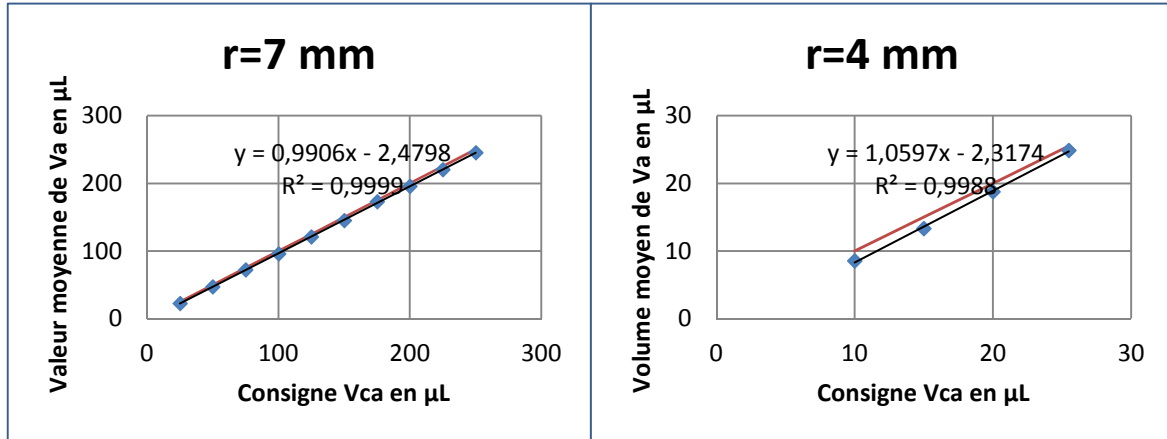


Figure IV-25 : Résultats des tests d'injection contrôlés par le programme Labview avec la présence d'une résistance hydraulique en sortie de la carte microfluidique. Le volume moyen injecté dans la carte est étudié en fonction de la consigne enregistrée dans le programme Labview. En rouge est tracée la courbe hypothétique d'une réponse parfaite du système (volume injecté=consigne) et en bleu sont tracés les résultats expérimentaux. Deux réservoirs ont été testés, un de 7 mm de rayon (graphe de gauche) et un de 4 mm de rayon (graphe de droite).

On observe une meilleure concordance entre la réponse attendue et le volume moyen injecté. Pour le réservoir de 7 mm de rayon la pente est de 0,99 et l'erreur maximale relevée est inférieure à 5 µL pour une consigne d'injection de 225 µL, correspondant à 2,22 % d'erreur. Pour le réservoir de 4 mm de rayon les résultats sont également bons, la pente est de 1,06 l'erreur maximale est de 2 µL pour une consigne d'injection de 15 µL.

Une étude de reproductibilité a été menée sur les deux réservoirs testés pour différentes valeurs de V_{ca} . L'ensemble des résultats sont regroupés dans le Tableau IV-1.

Le réservoir de 7 mm de rayon est bien adapté pour stocker et actionner des volumes compris entre 25 et 300 µL alors que celui de 4 mm de rayon semble être plus adapté pour des volumes compris entre 15 et 50 µL.

Avec des coefficients de variation inférieurs à 4%, ces caractérisations montrent que la méthode d'actionnement est suffisamment robuste pour envisager de nombreuses applications issues du domaine du diagnostic médical. Par comparaison les systèmes microfluidiques en goutte par électromouillage, réputé pour leur niveau de précision, présentent coefficient de variation de 0,2 à 4 % [2] et les pipettes manuelles de 0,8 à 4 %.

Rayon en mm	Consigne en μL	Va moyen en μL	Ecart-type en μL	Erreur en %	CV en %
4	10	8,51	0,311	14,90	3,651
4	15	13,31	0,370	11,27	2,776
4	20	18,74	0,613	6,30	3,272
4	25	24,88	0,394	0,48	1,583
7	25	22,572	0,692	9,71	3,067
7	50	47,220	0,565	5,56	1,196
7	75	72,007	0,343	3,99	0,476
7	100	95,757	0,548	4,24	0,573
7	125	121,044	1,237	3,16	1,022
7	150	145,163	0,389	3,22	0,268
7	175	172,836	0,715	1,24	0,414
7	200	195,487	0,706	2,26	0,361
7	225	219,985	4,586	2,23	2,085
7	250	245,272	3,491	1,89	1,423

Tableau IV-1 : Tableau récapitulatif des résultats d'injection de liquide à l'aide des réservoirs hyperélastiques.

Concernant l'écart consigne/mesure, il est de l'ordre de 5% pour les plages de volumes conseillées. Cet écart pourrait être réduit en améliorant la boucle de mesure/actionnement par une diminution du temps de réponse (rapidité de la caméra, traitement d'image, calculs optimisés et contrôle des vannes) qui est actuellement de 200 ms environ et une augmentation de la résolution de la caméra. Il pourrait aussi l'être grâce à une optimisation de la carte microfluidique en réduisant le volume des vannes estimé à $2\mu\text{L}$ actuellement.

Pour des applications nécessitant d'autres gammes de volumes (ou de pression car les deux sont liés) on pourra adapter les dimensions des réservoirs. Ces réservoirs, couplés au système de contrôle, ne semblent pas être adaptés à des injections nécessitant une précision inférieure à $1\mu\text{L}$. Ils sont néanmoins efficaces dans leur gamme de volume et peuvent être intégré dans des cartes microfluidique afin de manipuler des fluides pour automatiser des protocoles d'analyses.

IV.5.e - Débit

Comme nous l'avons vu dans la partie précédente le débit de liquide injecté dans la carte par le réservoir hyperélastique peut être important et influencer les performances du système. Des enregistrements de débit en sortie du système ont été effectués. Le débit a été caractérisé à l'aide d'un débitmètre Sensirion SLI-2000. Comme dans la caractérisation de la vidange des réservoirs un tube Tygon a été placé en sortie du système afin

de limité le débit car le capteur est conçu pour mesurer des débits inférieurs à 5 mL/min et sature au-delà de 5,5 mL/min. La longueur de ce tube est 1,646 m de long et son diamètre interne est de 500 μm . Deux exemples d'enregistrement sont présentés dans la Figure IV-26.

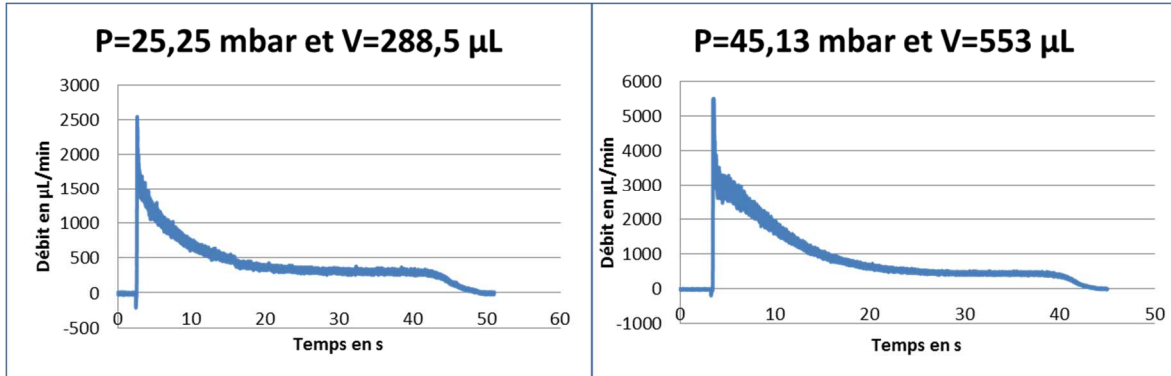


Figure IV-26 : Evolution du débit au cours de la vidange d'un réservoir de 7 mm de rayon pour différentes pressions internes (25,25 mbar et 45,13 mbar). Le débit maximal augmente avec la pression interne du réservoir. Une saturation apparaît entre les deux graphes.

On peut voir sur cet enregistrement l'évolution du débit au cours de la vidange du réservoir. Tout d'abord une impulsion négative est observée. Celle-ci est due à l'ouverture de la vanne de sortie qui crée une dépression et aspire un peu de liquide. Suite à cette impulsion le débit augmente brusquement ce qui correspond à l'établissement du flux de liquide qui est actionné par la membrane. Le débit mesuré atteint instantanément un pic maximum dont la valeur dépend de la pression avec laquelle le réservoir a été rempli. Dans certains cas le pic atteint la valeur de saturation du capteur (5,5 mL/min) et un pallier de saturation plus ou moins long est observé. Ensuite le débit mesuré diminue à mesure que la pression interne de réservoir diminue en éjectant le liquide.

Cette décroissance est similaire à la décharge d'une capacité électrique à la différence qu'ici la capacité diminue au cours de la décharge. Une analogie avec l'électronique permettrait d'évaluer la valeur de cette capacité hydraulique mais cette valeur est fortement dépendante du circuit microfluidique situé en aval du réservoir et l'étude ne serait pas applicable à d'autres systèmes.

Nous avons donc choisi de nous concentrer sur les caractérisations présentées précédemment en étant conscient du débit important généré par notre système et de la nécessité d'intégrer des résistances hydrauliques dans nos cartes afin de le limiter.

IV.6 - Conclusion

Le système microfluidique développé dans ce travail a montré la capacité de l'Ecoflex à être intégré dans une carte microfluidique en COC. Les réservoirs et vannes à membrane hyperélastique ont montré la possibilité de stocker de larges volumes sous pression et de les actionner sans pompe externe. De plus la forme sphérique de la déformation a permis le développement d'une méthode de profilométrie optique mesurant en temps réel le volume interne du réservoir. Un programme de contrôle du système microfluidique a été développé. Il permet de contrôler le remplissage du réservoir et d'actionner des volumes précis à la demande. Les différentes caractérisations menées ont mis en lumière des points importants :

- Le réservoir hyperélastique est capable de stocker des gammes de volumes étendues (de quelques dizaines de microlitre à plusieurs millilitres en fonction de la taille du réservoir) ;
- Le système de contrôle Labview calcule précisément le volume interne des réservoirs ;
- En connaissant le volume interne d'un réservoir il est possible d'estimer sa pression interne (et inversement) ;
- Le programme de contrôle Labview permet de remplir un réservoir avec un volume précis désiré et est compatible avec différentes méthodes de remplissage, notamment manuelles ;
- Il permet également d'actionner des volumes précis de fluide à la demande ;
- L'ensemble du système peut être contrôlé manuellement ou automatiquement depuis Labview.

Les performances du système présenté ici sont encourageantes quant à l'intégration de tels réservoirs dans des cartes microfluidiques plus complexes dont la fonction pourrait être la manipulation ou l'analyse de fluides. Certaines améliorations peuvent encore être apportées pour améliorer les performances du système :

- Une caméra mieux définie et plus rapide peut améliorer la précision de la mesure du volume interne du réservoir et le temps de réponse du système ;
- Des électrovannes plus rapides peuvent réduire le temps de réponse du système ;
- La prise en compte de l'épaisseur de la membrane dans le calcul du volume interne peut réduire les sources d'erreur de mesure ;
- La réduction des volumes morts technologique et optiques peut réduire les erreurs et améliorer la détection optique.

Actuellement le système de pilotage est externe et déporté du support de la carte ce qui est un inconvénient pour une utilisation « point of care ». Néanmoins il peut être facilement intégré. Il existe en effet des générateurs de pression et des électrovannes aux dimensions plus petites que ceux que nous utilisons ici et qui pourraient être intégrés sous le support de la carte et une caméra plus petite pourrait également être fixée à ce support.

A partir des résultats de cette caractérisation, deux premiers prototypes de cartes microfluidiques ont été réalisées et sont présentés dans le Chapitre V -. Le premier est une carte permettant de réaliser des dilutions programmables et le deuxième est une carte permettant l'automatisation d'un protocole de détection d'allergie.

Chapitre V - Mises en application des réservoirs hyperélastiques

V.1 - Dilution programmable

Dans le domaine des laboratoires sur puce la grande majorité des protocoles d'analyse requièrent une préparation de l'échantillon à analyser. Cette étape peut inclure une étape de séparation (par exemple une séparation de globules rouges du sang total [95]), une pré concentration ou encore un mélange précis de deux réactifs. Ces étapes de préparation d'échantillon sont généralement des protocoles multi étapes complexes à intégrer dans des systèmes microfluidiques. Une dilution est notamment une étape difficile car elle doit être réalisée avec précision. De plus les systèmes microfluidiques proposant de diluer un réactifs sont soit peu polyvalents [96], c'est-à-dire que le nombre de dilution différentes réalisables est limité, soit très complexes à réaliser d'un point de vue instrumental avec la présence de nombreuses pompes péristaltiques à piloter [97]. Au vue des capacités de délivrance des réservoirs hyperélastiques et notamment la précision avec laquelle il est possible d'injecter un volume dans une carte microfluidique, il nous a semblé pertinent de valider notre approche et de montrer les capacités de notre plateforme pour réaliser des dilutions à la demande. L'objectif est de mettre au point une carte microfluidique et un système de contrôle réalisant à la demande toute une gamme de dilution dont l'opérateur peut choisir le facteur à tout moment.

V.1.a - Architecture de la carte microfluidique et principe

La carte combine trois réservoirs hyperélastiques séparés par des vannes pneumatiques. Le premier réservoir est prévu pour stocker le liquide d'intérêt (celui que l'on souhaite diluer) avec un rayon de 4 mm. Il sera appelé réservoir A. Le deuxième est prévu pour stocker le diluant (eau distillée par exemple) avec un rayon de 6 mm. Il sera appelé réservoir B. Ces deux réservoirs sont situés de part et d'autre d'un réservoir central qui est destiné à être la chambre de dilution, là où vont se mélanger les liquides d'intérêt et le diluant, il sera appelé réservoir C. Le rayon de ce réservoir est 7 mm. La Figure V-1 est un schéma de cette carte.

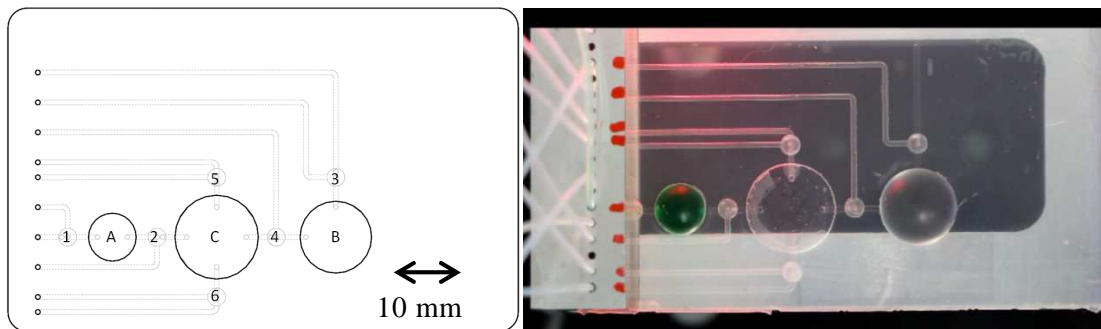


Figure V-1 : Schéma et photographie de la carte microfluidique réalisant une dilution programmable. Les différents réservoirs A, B et C ont pour fonction de stocker le liquide d'intérêt (A), le diluant (B) et d'accueillir ces fluides pour réaliser le mélange (C). La photographie présente la carte en cours de fonctionnement. A cette étape les réservoirs sont remplis et le protocole de dilution va commencer. Les réservoirs sont reliés aux entrées et sorties fluidiques de la carte par des vannes numérotées 1 à 6.

Les réservoirs ont des dimensions différentes car les volumes nécessaires de liquide d'intérêt et de diluant ne sont pas les mêmes. Le réservoir central est quant à lui plus grand que les deux autres réservoirs afin que la pression à l'intérieur de celui-ci soit toujours plus faible que dans les deux réservoirs de stockage au cours de la dilution. En effet le principe de la carte est basé sur le stockage sous pression du liquide d'intérêt et du diluant dans les réservoirs A et B puis sur les injections successives du diluant et du liquide d'intérêt dans le réservoir C. Afin que les différents mouvements de liquides aient lieu dans le bon sens, c'est-à-dire de A vers C et de B vers C, il faut que la pression interne du réservoir C soit toujours plus faible que les pressions internes des réservoirs A et B. Or comme vu dans le 0, à volume interne égale la pression interne d'un réservoir de 7 mm de rayon sera plus faible que celle d'un réservoir de 4 ou 6 mm de rayon.

Sur la Figure V-1 six vannes pneumatiques sont visibles. Quatre d'entre elles sont prévues pour isoler les réservoirs A et B permettre le remplissage et le stockage le liquide d'intérêt et le diluant. Elles sont notées vannes 1 à 4. Les deux autres servent à vidanger le réservoir C. Elles sont notées vannes 5 et 6. En pilotant les vannes il est possible de remplir les réservoirs A et B, d'injecter une partie du diluant du réservoir B dans le réservoir C, d'injecter une partie du liquide d'intérêt du réservoir A dans le réservoir C et enfin d'éjecter le mélange du réservoir C vers la sortie de la carte.

Le but est de pouvoir gérer les volumes injectés dans le réservoir C afin de contrôler le facteur de dilution et de pouvoir réaliser sur la même carte des dilutions de différents facteurs.

V.1.b - Programme Labview

Afin de piloter cette carte et de pouvoir réaliser différentes dilutions un programme Labview a été développé à partir des différents programmes présentés dans la partie IV.4 - du Chapitre IV -. Dans ce programme les images issues de la caméra sont analysées et les volumes internes des réservoirs A, B et C sont calculés. Il est alors possible de contrôler le remplissage des réservoirs A et B, l’actionnement des fluides entre A et C et B et C ainsi que la vidange du réservoir C.

Dans le cadre de cette thèse, nous avons utilisé une programme semi-automatisé. En effet l’opérateur doit indiquer les valeurs consignes pour le remplissage des réservoirs A et B et les valeurs des différents volumes à injecter dans le réservoir C. Il doit également lancer les programmes de remplissages et de vidanges des réservoirs en cliquant sur des boutons dédiés. Les protocoles de remplissage des réservoirs et d’actionnement des fluides sont identiques à ceux utilisés lors de la caractérisation du système microfluidique simple et décrits dans le chapitre précédent. L’interface de ce programme est présentée en Figure V-2.



Figure V-2 : Capture d’écran du programme de contrôle de la carte de dilution programmable. A partir de cette interface il est possible de piloter toutes les vannes de la carte manuellement, de calculer les volumes des trois réservoirs à partir des images de la caméra et de contrôler le remplissage et la vidange des réservoirs A et B de manière automatique.

V.1.c - Expérimentation et résultats

La caractérisation de cette carte consiste à réaliser une série de dilutions correspondantes à un jeu de consigne et à analyser les solutions issues de ces dilutions pour mesurer la concentration du liquide d'intérêt dans le mélange final et le comparer au facteur de dilution voulu. Les volumes injectés afin de générer la dilution sont aussi calculés et comparés aux consignes entrées dans le programme par l'opérateur.

Durant la caractérisation du système le liquide d'intérêt utilisé est de l'eau colorée et le diluant est de l'eau distillée. Les réservoirs A et B sont remplis à partir de réservoirs externes de 10 mL pressurisés à l'aide du contrôleur MFCS. La pression appliquée pour fermer les vannes est 100 mbar. Plusieurs séries de dilutions ont été générées avec des jeux de paramètres différents. Les paramètres ont été listés dans le Tableau IV-1.

Numéro Expérience	Nombre de dilutions	Consigne de remplissage du réservoir d'eau colorée	Consigne de remplissage du réservoir d'eau distillée	Consigne d'injection d'eau colorée	Consigne d'injection d'eau distillée	Facteur de dilution visé
1	12	80 μ L	400 μ L	20 μ L	180 μ L	10
2	12	60 μ L	300 μ L	20 μ L	180 μ L	10
3	12	55 μ L	250 μ L	15 μ L	155 μ L	11,3
4	12	55 μ L	405 μ L	10 μ L	250 μ L	26
5	12	45 μ L	300 μ L	10 μ L	175 μ L	18,5

Tableau V-1 : Paramètres des différents tests de dilution pour la caractérisation de la carte microfluidique de dilution programmable.

Une fois les réservoirs A et B sont remplis et pressurisés, le programme d'injection entre les réservoirs B et C est lancé. La vanne 4 est ouverte et l'eau distillée s'écoule dans le réservoir C. Lorsque la variation de volume du réservoir B atteint la valeur consigne la vanne 4 est fermée. Le programme d'injection entre les réservoirs A et C est alors lancé à son tour, c'est la vanne 2 qui s'ouvre et qui se ferme quand le volume d'eau colorée injecté atteint la valeur consigne. Ainsi le mélange dilué est stocké sous pression dans le réservoir C. La vanne 6 est ouverte et le mélange est récupéré dans un Eppendorf afin d'être analysé. Cette séquence est décrite dans la Figure V-3. Cette séquence est réalisée 12 fois par jeu de paramètres du Tableau V-1. Entre deux séquences le réservoir C est lavé avec de l'eau distillée en ouvrant les vannes 5 et 6 pour éviter toute contamination entre échantillons.

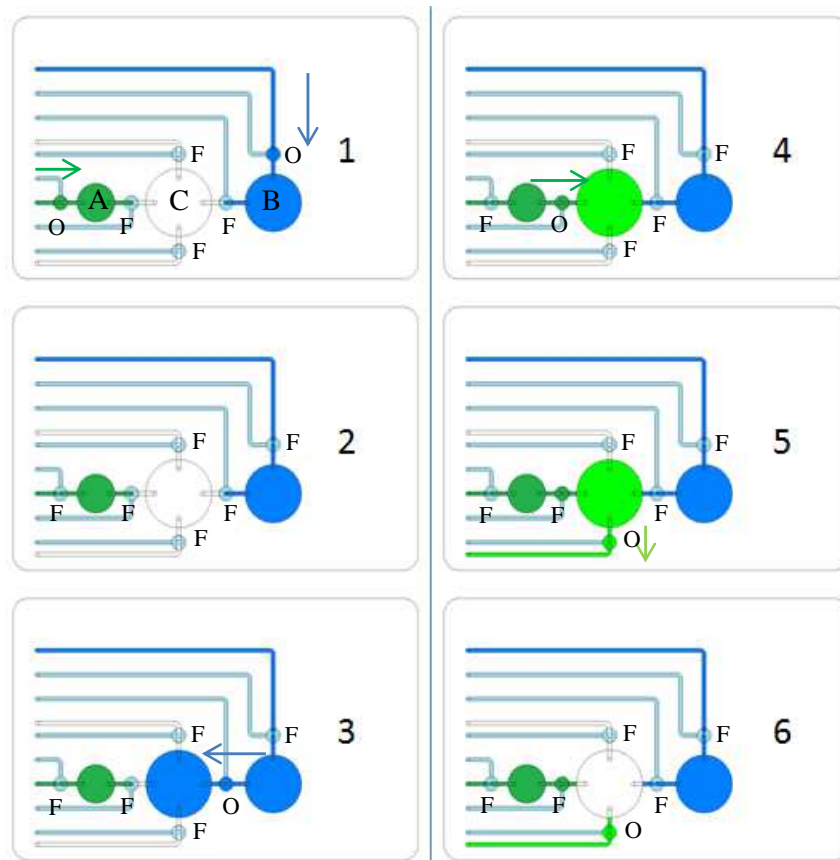


Figure V-3 : Schéma représentant les différentes étapes de la séquence de dilution. 1) Les réservoirs sont remplis. 2) Les deux liquides sont stockés sous pression. 3) Le diluant est injecté dans le réservoir central. 4) Le liquide d'intérêt est injecté à son tour dans le réservoir central. 5 et 6) Le réservoir central est vidé pour analyser le mélange. L'état des vannes pneumatiques à chaque étape du protocole est représenté par un F (vanne fermée) ou un O (vanne ouverte). Les différents mouvements de fluides sont représentés par des flèches.

Une fois que les séries de dilutions ont été réalisées et que les mélanges ont été récupérés dans des Eppendorf, ceux-ci sont analysés par mesure d'absorbance à 636 nm à l'aide d'un TECAN Infinite M1000. Ainsi 50 μL de chaque solution diluée sont transférés dans une plaque 96 puits. Une ligne de la plaque comprend 12 puits, une ligne correspond donc à un jeu de paramètres de dilution. L'absorbance d'une solution est une fonction linéaire de la concentration, pour relier ces deux grandeurs une gamme de dilution à partir de la solution d'eau colorée d'origine est réalisée dans la première ligne de la plaque à puits. Pour cela 100 μL de la solution d'eau colorée d'origine sont déposés dans le premier puits de cette ligne (puits A1). Ensuite 50 μL sont prélevés, déposés dans le puits voisin (puits A2) et mélangés à 50 μL d'eau distillée. Une dilution par 2 a ainsi été réalisée. Cette dilution est répétée dans les puits suivant pour obtenir une gamme de 12 dilutions sur la première ligne: 50 μL sont prélevés dans un puits, déposés dans le puits d'à côté et mélangés à 50 μL d'eau distillée. La gamme de

dilution obtenue est décrite dans le Tableau V-2. L'erreur liée à la réalisation de cette gamme de dilution à la pipette est de l'ordre de 1,3 %. Nous avons choisi de ne pas en tenir compte lors de l'analyse des résultats de nos expériences.

Coordonnées du puits	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7	A8	A9	A10	A11	A12
Facteur de dilution	1	2	4	8	16	32	64	128	256	512	1024	2048

Tableau V-2 : Récapitulatif de la gamme de dilution générée afin d'analyser les résultats de la mesure d'absorbance à 636 nm.

Les résultats de la mesure d'absorbance de la gamme de dilution sont présentés dans la Figure V-4.

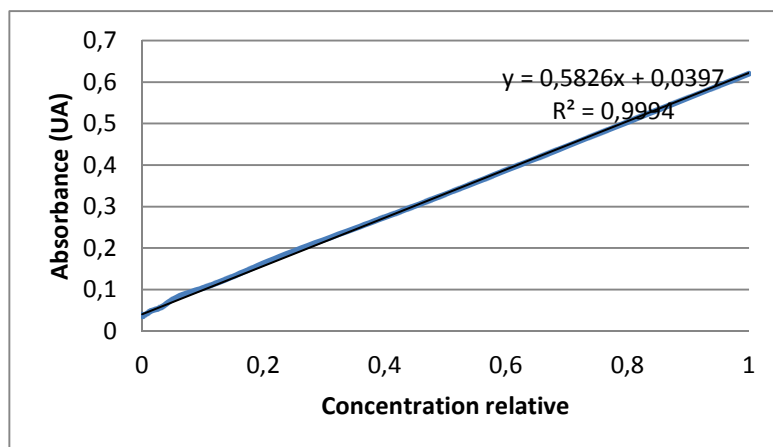


Figure V-4 : Evolution de l'absorbance de la solution en fonction de la concentration en colorant. La concentration 1 équivaut à la solution mère non diluée. C'est résultats sont issus des mesures d'absorbance de la gamme de dilution.

Les mesures d'absorbances des différentes dilutions générées lors du test sont réunies Figure V-5.

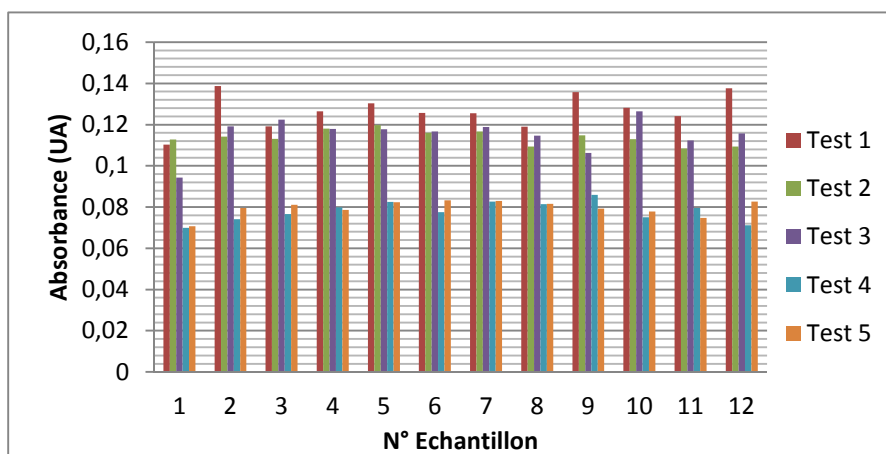


Figure V-5 : Valeurs d'absorbance mesurées pour les différents échantillons générés lors des tests de dilutions. Les tests correspondent aux jeux de paramètres décrits dans le Tableau V-1.

Les résultats de mesures d'absorbances montrent une très bonne reproductibilité de l'expérience. En effet l'écart-type maximal sur les différents tests est de 7 % pour une valeur moyenne de 0,11. La mesure d'absorbance moyenne d'une série de test est utilisée pour calculer sa concentration moyenne afin de connaître le facteur de dilution. Pour cela on utilise les résultats de la gamme de dilution de la Figure V-4. Les résultats sont résumés dans le Tableau V-3.

Numéro expérience	Facteur de dilution visé	Facteur de dilution final
1	10	6,70
2	10	7,87
3	11.3	7,59
4	26	14,86
5	18,5	14,31

Tableau V-3 : Tableau récapitulatif des résultats des dilutions réalisées à l'aide de la carte microfluidique.

Les résultats montrent un écart entre la dilution souhaitée et la dilution obtenue. Cet écart peut être expliqué par le débit important des fluides injectés dans le réservoir central. Lors de la caractérisation du réservoir hyperélastique une résistance fluidique avait été placée en sortie de la carte afin de diminuer le débit du fluide actionné. Dans ce dispositif il n'y a pas de telle résistance, le débit lors de l'ouverture de la vanne est donc très important. Au vu de la taille du réservoir A et des volumes mis en jeu nous estimons le débit du fluide d'intérêt supérieur à 5 mL/min. Comme pour la caractérisation de l'actionnement de fluide (partie IV.5.d - du Chapitre IV -), le temps de réponse du système est trop long (estimé à 200 ms). Cela correspond à un volume de 16,6 μ L soit l'équivalent du volume recherché. En conséquence, un excès de liquide est injecté dans le réservoir C. Ce phénomène est moins prononcé pour l'actionnement du diluant du réservoir B vers C car la pression interne est moins importante. L'excès de liquide injecté dans le réservoir C explique les facteurs de dilution inférieurs à ce que nous attendions.

Une solution serait de dessiner une nouvelle carte avec une restriction du canal entre les réservoirs A et C afin de générer cette résistance hydraulique ou de développer des vannes à ouverture contrôlées pour influencer le débit en modifiant la section du canal à cet endroit. L'amélioration des temps d'analyse reste possible mais une limite intrinsèque au système est lié au temps de mise en œuvre des vannes (100 ms maximum), qu'il est difficile d'améliorer sans changer de modèle d'électrovannes.

Ces résultats restent toutefois très encourageants car ils confirment qu'il est possible de générer des dilutions avec des facteurs de dilution différents sur une même carte. De plus les résultats sont reproductibles, le coefficient de variation maximal des séries de mesure est de 7,15 % (expérience n°1). En jouant sur les valeurs de pression de remplissage des réservoirs et sur la valeur de consigne du volume injecté il est possible de générer des série de dilution les unes derrière les autres. Les dilutions qu'il est possible de générer peuvent aller d'un facteur 2 à un facteur 20 ou plus. Si le volume de liquide d'intérêt nécessaire est plus petit que 10 μL il est possible de réaliser un réservoir plus petit qui sera adapté à l'injection de petit volume ($<10 \mu\text{L}$). Le dimensionnement des réservoirs doit être pensé en fonction des gammes de dilution qu'il est nécessaire de générer.

Une autre amélioration possible à apporter à cette carte serait d'intégrer un système de mélange à côté du réservoir C. Celui-ci a la même forme qu'une des vannes pneumatiques de la carte excepté qu'il ne communique qu'avec le réservoir C. En appliquant de manière cyclique une pression sur la membrane de cette « vanne » le liquide dans le réservoir C va être aspiré puis réinjecté. Ceci va aider à mélanger les deux fluides. Dans le cas présenté ici les liquide se mélange en partie lors de l'injection mais surtout lors de la vidange du réservoir C.

L'architecture développée ici a montré la possibilité de générer différentes dilutions sur une même carte microfluidique. L'utilisation des membranes hyperélastiques permet la mise en mouvement du fluide sans pompe externe et le système de contrôle permet de le faire de manière automatique. La précision reste encore à améliorer mais il a été possible de réaliser des dilutions avec un facteur variant de 2 à 20. Des réservoirs plus petits pourraient permettre de réaliser des dilutions avec des facteurs plus élevés encore.

V.2 - Intégration et automatisation d'un protocole de détection d'allergie

V.2.a - Contexte et protocole

Les résultats précédents nous ont permis de valider le fonctionnement de la cartouche microfluidique et de l'actionnement des fluides par le biais de réservoirs intégrés pressurisés. Nous avons souhaité aller plus loin en confrontant notre plateforme à une application de diagnostic de l'allergie. Ce projet a été réalisé en partenariat avec le laboratoire commun Biosoft (Toulouse) qui établit un partenariat entre le LAAS-CNRS et l'entreprise Innopsys (Carbonne). Un des objectifs de ce laboratoire est de développer un système intégré permettant de détecter la présence dans le sérum sanguin d'anticorps spécifiques à un allergène précis. Les membres du laboratoire ont d'ores et déjà développé un système microfluidique en PDMS permettant de réaliser ce protocole à l'aide d'un générateur de pression et de vannes externes. Nous avons souhaité confronter notre plateforme à ce premier prototype pour démontrer les gains potentiels en termes d'automatisation, d'intégration et de reproductibilité. Le protocole utilisé pour nos expériences reprend le protocole déjà établi au sein du laboratoire Biosoft (Julie Foncy, Erwan Crestel, Emmanuelle Trévisiol).

Les solutions utilisées dans ce protocole sont les suivantes (voir Annexe 5) :

- **Tampon de lavage** : PBS 1x / Tween 20 à 0,5%
- **Solution de saturation 1x** : BSA (Bovine Serum Albumin + PBS 1x / Tween 20 à 0,5%)
- **Solution d'anticorps primaire** : solution d'anticorps primaire anti AraH1, 2 et 3 de lapin diluée au 50 000ème + BSA 1x dans du PBS 1x / Tween 20 à 0,5%)
- **Solution d'anticorps secondaire** : solution d'anticorps secondaire fluorescent à 0,5 microgramme/mL dans du tampon PBS 1x / Tween 20 contenant 1% de BSA)

Le protocole utilisé est le suivant :

- Les allergènes testés sont déposés sur la lame de verre à l'aide d'un robot à aiguille et la lame de verre est placée sous le système en PDMS ;
- La solution de saturation est incubée sur la lame de verre (200 µL) pendant 30 min ;

- La solution d'anticorps primaire est incubé sur la lame de verre (200 μL) pendant 1 heure ;
- La lame est lavée deux fois avec le tampon de lavage (400 μL), 1 min d'incubation à chaque fois ;
- Le tampon est aspiré ;
- La solution contenant l'anticorps secondaire fluorescent est déposé sur la lame (200 μL) pendant 30 min d'incubation ;
- La lame est lavée deux fois avec le tampon de lavage (400 μL), 1 min d'incubation à chaque fois ;
- La lame est séchée sous flux d'azote et passée au scanner afin de détecter les zones de fluorescence.

Les contraintes étaient de pouvoir stocker les différents réactifs, de pouvoir les injecter de manière automatique et précise et de travailler sur un support d'analyse standard en biologie : une lame de verre. Une carte permettant l'interfaçage avec la lame a donc été dessinée et testée.

V.2.b - Architecture de la carte microfluidique

La carte développée pour automatiser le protocole de détection d'allergie combine trois réservoirs et six vannes. Son architecture est présentée dans la Figure V-6. Ce système permet de coupler l'étage microfluidique à une lame de verre qui est une biopuce standard de l'analyse biologique. Cette stratégie est avantageuse car elle permet i) de réaliser le dépôt de molécules par le biais d'un robot à aiguilles utilisé en routine pour le dépôt de biomolécules et ii) d'analyser la biopuce, après incubation, sur un scanner de fluorescence standard.

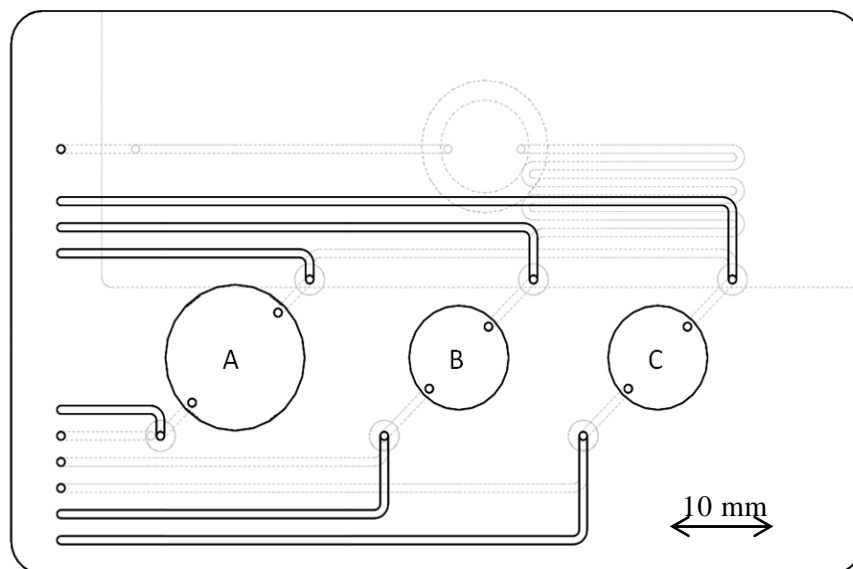


Figure V-6 : Schéma de la carte microfluidique réalisant le protocole de détection d'allergie automatiquement. Les réservoirs A, B et C sont prévus pour stocker et mettre en mouvement le tampon de lavage, le sérum testé et la solution d'anticorps secondaire. Les dimensions de la carte sont 86 mm x 56 mm.

Le rayon du réservoir A est 7 mm, celui des réservoirs B et C est de 5 mm. Le réservoir A est prévu pour stocker le tampon de lavage, le B et le C pour stocker le sérum du patient et l'anticorps secondaire. Sous la carte en COC est situé un emplacement aux dimensions d'une lame de microscope (25x75mm). L'étanchéité entre la carte plastique et la lame de verre est assurée par un joint torique qui délimite une chambre réactionnelle de 4,45 mm de rayon et 1 mm de hauteur soit un volume de 62.2 μ L. Les canaux entre les différents éléments font 400 μ m de profondeur et 800 μ m de largeur.

V.2.c - Programme Labview

Pour piloter cette carte microfluidique, un programme Labview a été développé à partir des différents programmes présentés dans la partie IV.4 - du Chapitre IV -. Dans ce programme les images issues de la caméra sont analysées et les volumes internes des réservoirs A, B et C sont calculés en temps réel. Ainsi le remplissage des réservoirs et l'injection des différents fluides manipulés pour la réalisation du protocole peuvent être automatisés.

Comme le programme pilotant la carte de dilution programmable celui-ci est semi-automatique. L'opérateur doit indiquer les zones de l'image issue de la caméra à analyser et les différentes valeurs de volume pour les consignes de remplissage et d'injection. Il doit également lancer les programmes de remplissages et d'injections en cliquant sur des boutons dédiés. L'interface de ce programme est la même que pour le programme de contrôle de la carte de dilution. Celle-ci a déjà été présentée en Figure V-2.

V.2.d - Expérimentation et résultats

Un premier test de cette carte a été réalisé à Toulouse. Lors de ce test l'allergène alimentaire déposé sur la lame de verre est un extrait de cacahuète. La solution d'anticorps primaire utilisée contient du sérum de lapin rendu allergique à la cacahuète. L'anticorps secondaire correspond à l'anticorps du lapin et fluoresçait à 570 nm (Cy3, excitation à 532 nm). Un incident au cours de l'assemblage a rendu le réservoir C de la carte inutilisable en tant que système de stockage et d'actionnement de fluide. Cette partie de la carte a donc été utilisée pour faire passer le tampon de lavage qui a été injecté dans la carte à l'aide d'une seringue. Le réservoir A a été

utilisé pour stocker la solution d'anticorps secondaire tandis que le B a servi à stocker la solution d'anticorps primaire (Figure V-7).

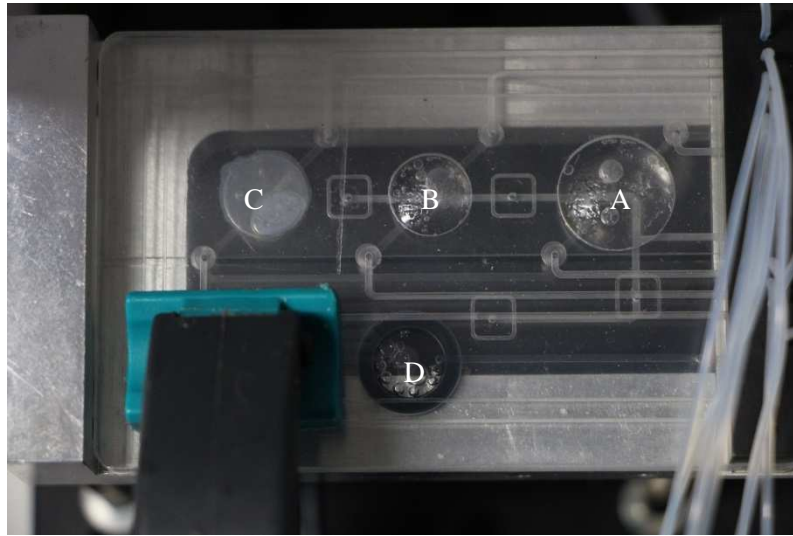


Figure V-7 : Photographie de la carte microfluidique réalisant le protocole de détection d'allergie. Les réservoirs A, B et C sont représentés. Le réservoir D est la chambre réactionnelle avec le joint torique qui garantit l'étanchéité entre la carte et la lame de verre. On note la présence de bulles dans cette chambre réactionnelle.

Avant de réaliser le protocole dans la carte microfluidique une lame de verre a été préparée. L'extrait de cacahuète a été déposé sur celle-ci à l'aide d'un robot à aiguille. Ainsi des plots de 200 μm de diamètre ont été créés. Si le protocole se déroule bien ces plots devraient être détectés par le scanner.

Les solutions utilisées dans notre test sont les mêmes que dans le protocole de l'équipe Biosoft décrit précédemment.

Le protocole suivi dans la carte microfluidique a été le suivant :

- Mise en place d'une lame de verre vierge (sans allergène) sous la carte plastique ;
- Remplissage de toute la carte microfluidique avec le tampon de lavage ;
- Remplacement de la lame vierge par la lame contenant les plots d'allergènes ;
- Remplissage de la carte avec la solution de saturation ;
- Remplissage des réservoirs A et B avec la solution d'anticorps secondaire et la solution d'anticorps primaire ;
- Injection de 150 μL de solution d'anticorps primaire (sérum de lapin) dans la carte, incubation de 30 min ;
- Lavage avec 500 μL de PBS-Tween et incubation de 1 min (répéter deux fois) ;
- Injection de 150 μL de la solution d'anticorps secondaire anti lapin fluorescent, incubation de 15 min ;

- Lavage avec 500 μ L de PBS-Tween et incubation de 1 min (répéter deux fois) ;
- Séchage de la lame de verre ;
- Lecture dans le détecteur de fluorescence.

Le scanner utilisé pour analyser la lame de verre est fabriqué par la société Innopsys, le modèle utilisé est un InnoScan 1100. Ce scanner reconstruit l'image de la zone d'interaction (voir la Figure IV-8).

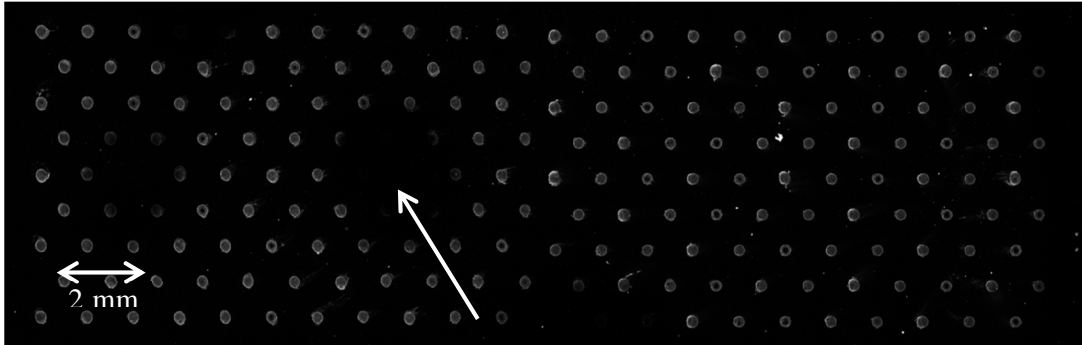


Figure V-8 : Photos issue du scanner de fluorescence InnoScan 1100. L'image est zoomée sur la partie de la lame de verre où ont été déposés les plots d'allergène. Les plots apparaissent sur l'image car ils sont fluorescents. La flèche indique une zone où l'interaction n'a pas eu lieu à cause de la présence d'une bulle.

Sur cette image zoomée il est possible de voir une majorité de spots fluorescents provenant de l'anticorps secondaire fluorescent. Leur présence indique que les anticorps primaires contenus dans le sérum de lapin ont interagi avec les extraits de cacahuète et que l'anticorps secondaire fluorescent s'est bien fixé sur l'anticorps primaire. La faible fluorescence visible en dehors des spots indique que l'interaction est bien sélective et que les interactions non spécifiques avec la surface sont faibles. Certaines zones ne présentent pas de plots visibles. Ceci peut être expliqué par la présence de bulles dans la chambre réactionnelle au cours de l'expérience. Ces bulles ont bloqué l'accès à certaines zones aux réactifs du protocole (sérum de lapin ou solution d'anticorps secondaire) et l'interaction est devenue impossible. Une des origines de ces bulles est liée à l'utilisation du PBS-Tween. En effet ce tampon possède un inconvénient qui est de faciliter la formation de bulle lors des séquences de lavage de la carte. Dans de futurs tests, seul du PBS sera utilisé. Il est important de noter que malgré la présence de ces bulles de nombreux plots sont visibles sur l'image (plus de 93%). Certains plots ne présentant pas une forme ou une homogénéité suffisante (attribuée à la méthode de dépôt) ont été exclus de l'analyse. Le logiciel MAPIX intégré au scanner a permis d'analyser les 123 plots valides de l'image afin de quantifier différents paramètres parmi lesquels

l'intensité, le bruit de fond et de rapport signal/bruit de chaque plot. Ces résultats sont présentés dans le Tableau V-4.

	Moyenne	Ecart-type	CV en %
Intensité de fluorescence en UA	11352,51948	2364,884689	20,83136429
Bruit de fond en UA	349,8051948	50,89218103	14,54872077
Rapport Signal/bruit	32,83316192	7,263886649	22,12362814

Tableau V-4 : Résultats de l'analyse par le logiciel MAPIX de 123 plots fluorescents valides présents sur la lame de verre

Ces résultats montrent un bon rapport signal/bruit qui confirme que l'interaction est efficace et qu'il y a peu d'interaction non spécifique. Le coefficient de variation de l'intensité de fluorescence est de l'ordre de 20 %, ceci est encourageant quant à l'utilisation de cette méthode de détection. Ces résultats sont similaires à ceux obtenus dans la puce microfluidique en PDMS à laquelle nous confrontons notre système. Dans ce cas le rapport signal sur bruit est de l'ordre de 30 avec un écart-type de 10 (le coefficient de variation est de l'ordre de 33 %).

V.2.e - Discussion

Les résultats de cette expérience valident l'utilisation de cette carte microfluidique à réservoirs hyperélastiques afin d'automatiser un protocole de détection d'allergie. Des améliorations restent à apporter au design de la carte, notamment pour améliorer la précision sur le contrôle des volumes actionnés (adaptation des résistances internes de la carte), et surtout au niveau de la connectique fluidique.

Notre objectif est de pouvoir tester d'éventuelles allergies dans le sérum d'un patient. Pour éviter les problèmes de contaminations entre deux analyses il faut que la carte microfluidique et la connectique fluidique soient à usage unique. La contrainte ne se situe pas au niveau de la carte car elle a été conçue comme un consommable mais au niveau de la connectique. Dans la version du système, les connectiques fluidiques et pneumatiques se situent au niveau du bornier du Flowpad (support générique de cartes microfluidiques décrit dans la partie I.4.c - du Chapitre I -). Ceci oblige le démontage complet de la carte et le changement des tubes de connexion entre deux tests. Pour éviter ces manipulations une nouvelle carte a été dessinée. Sur cette carte les connectiques pneumatiques sont toujours positionnées au niveau bornier du Flowpad mais les connectiques fluidiques sont placées directement sur la carte, il est alors possible de remplir les différents réservoirs à l'aide d'une seringue ce qui n'implique aucune manipulation autre que le changement de la carte entre deux tests. Une

nouvelle campagne de tests est prévue au LAAS CNRS, cette fois-ci les tests devraient être pratiqués sur plusieurs allergènes différents et avec du sérum humain afin de valider la possibilité de détecter plusieurs allergènes au cours d'un même test (en déposant plusieurs allergènes sur la lame de verre). Ces nouveaux tests seront aussi l'occasion de reproduire le protocole en réduisant les volumes utilisés afin de se rapprocher au maximum du protocole initial.

V.3 - Conclusion

Ces deux premiers exemples d'application ont confirmé le potentiel des réservoirs hyperélastiques et du système de contrôle pour automatiser la manipulation de fluides dans des cartes microfluidiques. Les résultats de dilution ont montré la capacité de la carte à pouvoir générer différentes dilution et le test de détection d'allergie a montré la possibilité d'automatiser un protocole complexe à l'aide de notre système.

Ces prototypes peuvent être néanmoins améliorés. L'actionnement de la carte de dilution doit être amélioré (réduction des débits et des temps de réponse) pour pouvoir réaliser des dilutions plus précises et avec des facteurs plus élevés. La carte réalisant le test d'allergie peut être améliorée pour réduire les volumes de réactifs utilisés. La principale piste d'amélioration du système est l'optimisation du programme Labview pilotant ces cartes. En effet celui-ci doit calculer le volume interne de trois réservoirs (au lieu d'un dans le Chapitre IV -) et donc analyser trois zones de l'image captée par la caméra. Cette contrainte augmente le travail de calcul du programme et donc le ralentit ce qui entraîne une baisse des performances, les volumes injectés dans les cartes sont notamment moins précis. Une solution est en cours de développement et consiste à ne traiter qu'une seule zone de l'image captée par la caméra à la fois. En effet dans les deux protocoles ci-dessus le système ne doit contrôler qu'un seul réservoir sur les trois à la fois. Il est donc possible de développer un programme qui ne traitera que la partie de l'image montrant le réservoir à piloter et changera de zone de traitement lorsqu'un autre réservoir devra l'être. Ainsi le programme n'aura qu'un seul calcul à faire. Une autre solution serait de développer des vannes proportionnelles dont l'ouverture dépendrait de la pression appliquée. Ces vannes pourrait réguler le débit du fluide injecter dans la carte par le réservoir et permettrait un contrôle accru du volume.

Le remplissage de la carte peut également être amélioré. Actuellement une source externe est encore utilisée pour remplir les réservoirs par pression. Néanmoins nous avons déjà rempli la carte exécutant le test

d'allergie à l'aide de seringues. L'Ecoflex a également montré qu'il peut être utilisé comme septum (si la membrane est suffisamment épaisse). Dans la prochaine génération de carte le remplissage sera réalisé avec des seringues ou des pipettes directement sur la carte et sans passer par le bornier support du Flowpad. Ainsi ce système se rapproche petit à petit d'un système point of care. L'intégration du système de contrôle des vannes pneumatiques (générateur de pression et électrovannes) est également en cours de réflexion, tout comme la miniaturisation du banc optique permettant le suivi en temps réel du volume des réservoirs.

Conclusions et perspectives

L'objectif de ce travail de thèse était de développer des systèmes microfluidiques innovants intégrant des matériaux nouveaux dans ce domaine : l'Ecoflex et le galinstan.

Pour cela nous avons tout d'abord étudié le comportement mécanique de l'Ecoflex et caractérisé ses propriétés au travers d'expériences de soufflage. Les résultats ont montré le caractère hyperélastique de la déformation. La membrane en élastomère se déforme grandement sous de faibles contraintes, cette déformation est en forme de dôme sphérique tant que la hauteur du dit dôme est inférieure au rayon de la membrane et elle est de plus élastique et reproductible. Au-delà d'un certain seuil de déformation ($\lambda \sim 200\%$), une déformation plastique du matériau est observée entraînant une hystérésis lors du cyclage en pression de la membrane. Ces résultats ont également permis de valider deux modélisations (COMSOL et analytique) pour la gamme de déformation que nous souhaitons exploiter.

Ce travail de caractérisation est essentiel pour ce projet de thèse. Il a permis de déterminer les paramètres de Moonley-Rivlin et de montrer les limites des modèles étudiés. Bien que nécessitant des paramètres différents, ces modélisations sont d'une aide précieuse pour le dimensionnement de systèmes hyperélastiques. Nous avons également mené des études de vieillissement du matériau qui n'avaient jamais été menées jusqu'à présent. Ce travail est aussi essentiel pour la suite du projet, car il a permis le dimensionnement des systèmes microfluidiques développés dans ce travail, des capteurs électrofluidiques et un réservoir hyperélastique pour l'embarquement de fluides. L'Ecoflex apparaît comme un matériau fiable, sa déformation est reproductible et il supporte de fortes déformations sans devenir plastique. Son faible coût et sa facilité de mise en œuvre lui offre un potentiel d'industrialisation important.

La première application des concepts étudiés précédemment a concerné le développement de capteurs électriques intégrés. Ces capteurs sont structurés par un canal en serpentin moulé dans l'Ecoflex et rempli de galinstan. Ils ont été caractérisés au cours de tests d'étirement uniaxiaux et

ont montré une bonne sensibilité avec une valeur de résistance électrique multipliée par 8 pour un capteur dont la taille initiale est multipliée par 4. Nous avons également vu que l'orientation du canal par rapport à l'étirement influence grandement la réponse électrique du capteur. Ces résultats encouragent l'utilisation conjointe de plusieurs capteurs pour réaliser une jauge de contrainte indiquant la direction de la déformation. Ces résultats expérimentaux ont également validé la simulation COMSOL ainsi que le calcul analytique permettant d'anticiper la variation de résistance du canal déformé. Ces modèles sont importants car ils permettent de dimensionner de futur capteurs ou connecteurs étirables qui pourront être intégrés dans les futurs développements du laboratoire.

D'un point de vue applicatif, ces capteurs offrent de nombreux avantages en termes d'intégration, de sensibilité et de robustesse et nous sommes convaincus qu'ils pourraient nourrir de nombreuses applications dans le domaine de la robotique, des capteurs « patch », en particulier posés sur la peau, des tissus « intelligents ». La problématique du packaging n'a pas été traitée dans ce travail et pourrait faire l'objet de futures améliorations. Des tests d'intégration d'une connectique en forme de nappe souple ont été menés avec succès tout comme le remplacement du galinstan par un autre liquide conducteur.

Dans un deuxième volet applicatif, ce projet de recherche nous a amené à évaluer la pertinence des membranes déformables pour la réalisation de réservoirs pressurisés et le contrôle d'écoulement. Un système microfluidique dédié au stockage et à la manipulation de réactifs a été développé à l'aide de membranes en Ecoflex intégrées dans des cartes thermoplastiques a également montré un potentiel applicatif important. Les réservoirs hyperélastiques (et les vannes associées) couplés au système de mesure par analyse d'image permettent de stocker sous pression et d'actionner de larges gammes de volumes à la demande et de manière reproductible ($CV=5\%$). Ce système de manipulation de fluide en relief ouvre de nouvelles perspectives pour le design de cartes microfluidiques qui sont pour le moment confinées à des géométries en deux dimensions.

Le système doit être amélioré (résolution de la caméra, temps de réponse global du système et intégration de certains composants sont des point d'amélioration) mais permet déjà d'automatiser certains protocoles complexes et multi-étapes. Nous avons pu valider une plateforme d'analyse pour la détection de l'allergie, qui profite de la reproductibilité et des capacités d'intégration et d'automatisation offertes par la microfluidiques tout en restant compatible avec les standards dans le domaine de l'analyse biologique avec l'utilisation de formats d'analyse standardisés de type biopuce.

A terme, la miniaturisation de certains composants (électrovannes, générateur de pression et caméra) permettra de s'approcher encore un peu d'un système « point of care » transportable.

De par sa technologie de mise en œuvre simple et rapide, et de la possibilité de réaliser des séquences d'analyse complexes, nous sommes convaincus du potentiel applicatif de cette approche dans de nombreux domaines tels que les systèmes d'analyses médicales, les systèmes « organes » sur puces, la culture cellulaire 3D ou même les organes artificiels.

Bibliographie

- [1] C. Hadji, I. Fukada, F. Baléras, Y. Taguchi, B. Icard, and V. Agache, “Hollow Lamé Mode MEMS Mass Sensors With 10 ppb-range stability for particles counting and weighing in fluid,” *Transducers*, pp. 1121–1124, 2015.
- [2] Y. Fouillet, D. Jary, C. Chabrol, P. Claustre, and C. Peponnet, “Digital microfluidic design and optimization of classic and new fluidic functions for lab on a chip systems,” *Microfluid. Nanofluidics*, vol. 4, no. 3, pp. 159–165, 2008.
- [3] E. Bisceglia, M. Cubizolles, F. Mallard, F. Vinet, O. Français, and B. Le Pioufle, “Micro-organism extraction from biological samples using DEP forces enhanced by osmotic shock,” *Lab Chip*, vol. 13, no. 5, pp. 901–9, 2013.
- [4] D. Chen, M. Mauk, X. Qiu, C. Liu, J. Kim, S. Ramprasad, S. Ongagna, W. R. Abrams, D. Malamud, P. L. a M. Corstjens, and H. H. Bau, “An integrated, self-contained microfluidic cassette for isolation, amplification, and detection of nucleic acids,” *Biomed. Microdevices*, vol. 12, no. 4, pp. 705–19, Aug. 2010.
- [5] M. a Unger, H. P. Chou, T. Thorsen, a Scherer, and S. R. Quake, “Monolithic microfabricated valves and pumps by multilayer soft lithography,” *Science*, vol. 288, no. 5463, pp. 113–116, 2000.
- [6] F. Ilievski, A. D. Mazzeo, R. F. Shepherd, X. Chen, and G. M. Whitesides, “Soft robotics for chemists,” *Chem. Robot.*, vol. 50, no. 8, pp. 1890–5, Feb. 2011.
- [7] Tactus Tech, “Taking Touch Screen Interfaces Into A New Dimension,” WHITEPAPER - Tactus Tech, pp. 1–13, 2012.
- [8] B. Mosadegh, A. D. Mazzeo, R. F. Shepherd, S. a Morin, U. Gupta, I. Z. Sani, D. Lai, S. Takayama, and G. M. Whitesides, “Control of soft machines using actuators operated by a Braille display,” *Lab Chip*, vol. 14, no. 1, pp. 189–99, 2014.
- [9] D.-H. Kim, N. Lu, R. Ma, Y.-S. Kim, R.-H. Kim, S. Wang, J. Wu, S. M. Won, H. Tao, A. Islam, K. J. Yu, T. Kim, R. Chowdhury, M. Ying, L. Xu, M. Li, H.-J. Chung, H. Keum, M. McCormick, P. Liu, Y.-W. Zhang, F. G. Omenetto, Y. Huang, T. Coleman, and J. a Rogers, “Epidermal electronics,” *Science*, vol. 333, no. 6044, pp. 838–43, Aug. 2011.
- [10] J.-H. So, J. Thelen, A. Qusba, G. J. Hayes, G. Lazzi, and M. D. Dickey, “Reversibly Deformable and Mechanically Tunable Fluidic Antennas,” *Adv. Funct. Mater.*, vol. 19, no. 22, pp. 3632–3637, Nov. 2009.

- [11] S. Cheng and Z. Wu, “Microfluidic stretchable RF electronics.,” *Lab Chip*, vol. 10, no. 23, pp. 3227–3234, 2010.
- [12] S. Cheng and Z. Wu, “A Microfluidic, Reversibly Stretchable, Large-Area Wireless Strain Sensor,” *Adv. Funct. Mater.*, vol. 21, no. 12, pp. 2282–2290, Jun. 2011.
- [13] S. H. Jeong, A. Hagman, K. Hjort, M. Jobs, J. Sundqvist, and Z. Wu, “Liquid alloy printing of microfluidic stretchable electronics.,” *Lab Chip*, vol. 12, no. 22, pp. 4657–64, Oct. 2012.
- [14] J. C. McDonald, D. C. Duffy, J. R. Anderson, and D. T. Chiu, “Review - Fabrication of microfluidic systems in poly (dimethylsiloxane),” *Electrophoresis*, vol. 21, pp. 27–40, 2000.
- [15] Smooth-On Inc, “Ecoflex® Series, Technical sheet.”
- [16] M. Kubo, X. Li, C. Kim, M. Hashimoto, B. J. Wiley, D. Ham, and G. M. Whitesides, “Stretchable microfluidic electric circuit applied for radio frequency antenna,” 2011 IEEE 61st Electron. Components Technol. Conf., pp. 1582–1587, May 2011.
- [17] M. a Eddings, M. a Johnson, and B. K. Gale, “Determining the optimal PDMS–PDMS bonding technique for microfluidic devices,” *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 18, no. 6, p. 067001, 2008.
- [18] R. F. Shepherd, F. Ilievski, W. Choi, S. a. Morin, a. a. Stokes, a. D. Mazzeo, X. Chen, M. Wang, and G. M. Whitesides, “Multigait soft robot,” *Proc. Natl. Acad. Sci.*, vol. 108, no. 51, pp. 20400–20403, 2011.
- [19] S. a. Morin, R. F. Shepherd, S. W. Kwok, A. a. Stokes, A. Nemiroski, and G. M. Whitesides, “Camouflage and display for soft machines.,” *Science*, vol. 337, no. 6096, pp. 828–32, Aug. 2012.
- [20] R. V. Martinez, C. R. Fish, X. Chen, and G. M. Whitesides, “Elastomeric Origami: Programmable Paper-Elastomer Composites as Pneumatic Actuators,” *Adv. Funct. Mater.*, vol. 22, no. 7, pp. 1376–1384, Apr. 2012.
- [21] R. V. Martinez, J. L. Branch, C. R. Fish, L. Jin, R. F. Shepherd, R. M. D. Nunes, Z. Suo, and G. M. Whitesides, “Robotic tentacles with three-dimensional mobility based on flexible elastomers,” *Adv. Mater.*, vol. 25, no. 2, pp. 205–212, 2013.
- [22] A. a. Stokes, R. F. Shepherd, S. a. Morin, F. Ilievski, and G. M. Whitesides, “A Hybrid Combining Hard and Soft Robots,” *Soft Robot.*, vol. 1, no. 1, pp. 70–74, 2014.

- [23] R. V. Martinez, A. C. Glavan, C. Keplinger, A. I. Oyetibo, and G. M. Whitesides, “Soft actuators and robots that are resistant to mechanical damage,” *Adv. Funct. Mater.*, vol. 24, no. 20, pp. 3003–3010, 2014.
- [24] R. F. Shepherd, A. a. Stokes, R. M. D. Nunes, and G. M. Whitesides, “Soft machines that are resistant to puncture and that self seal,” *Adv. Mater.*, vol. 25, no. 46, pp. 6709–6713, 2013.
- [25] P. Polygerinos, S. Lyne, Z. Wang, L. F. Nicolini, B. Mosadegh, G. M. Whitesides, and C. J. Walsh, “Towards a soft pneumatic glove for hand rehabilitation,” *IEEE Int. Conf. Intell. Robot. Syst.*, pp. 1512–1517, 2013.
- [26] A. Konda, J. M. Taylor, M. a. Stoller, and S. a. Morin, “Reconfigurable microfluidic systems with reversible seals compatible with 2D and 3D surfaces of arbitrary chemical composition,” *Lab Chip*, vol. 15, pp. 2009–2017, 2015.
- [27] Y. Huang, Y. Wang, L. Xiao, H. Liu, W. Dong, and Z. Yin, “Microfluidic serpentine antennas with designed mechanical tunability,” *Lab Chip*, vol. 14, no. 21, pp. 4205–12, Sep. 2014.
- [28] R. C. Huang and L. Anand, “Non-linear mechanical behavior of the elastomer polydimethylsiloxane (PDMS) used in the manufacture of microfluidic devices,” *Innov. Manuf. Syst. Technol.*, vol. <http://hdl>, p. March 2008, 2005.
- [29] M. R. Mitchell, R. E. Link, M. Brieu, J. Diani, and N. Bhatnagar, “A New Biaxial Tension Test Fixture for Uniaxial Testing Machine—A Validation for Hyperelastic Behavior of Rubber-like Materials,” *J. Test. Eval.*, vol. 35, no. 4, p. 100688, 2007.
- [30] N. Reuge, F. M. Schmidt, Y. Le Maoult, M. Rachik, and F. Abbé, “Elastomer biaxial characterization using bubble inflation technique. I: Experimental investigations,” *Polym. Eng. Sci.*, vol. 41, no. 3, pp. 522–531, 2001.
- [31] T. Liu, P. Sen, and C. J. Kim, “Characterization of nontoxic liquid-metal alloy galinstan for applications in microdevices,” *J. Microelectromechanical Syst.*, vol. 21, no. 2, pp. 443–450, 2012.
- [32] M. D. Dickey, R. C. Chiechi, R. J. Larsen, E. a. Weiss, D. a. Weitz, and G. M. Whitesides, “Eutectic gallium-indium (EGaIn): A liquid metal alloy for the formation of stable structures in microchannels at room temperature,” *Adv. Funct. Mater.*, vol. 18, no. 7, pp. 1097–1104, 2008.
- [33] T. Liu, P. Sen, and C.-J. Kim, “Characterization of liquid-metal Galinstan® for droplet applications,” in *2010 IEEE 23rd International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS), 2010*, pp. 560–563.

- [34] V. Kocourek, C. Karcher, M. Conrath, and D. Schulze, “Stability of liquid metal drops affected by a high-frequency magnetic field,” *Phys. Rev. E - Stat. Nonlinear, Soft Matter Phys.*, vol. 74, no. 2, pp. 2–3, 2006.
- [35] G. Li, M. Parmar, D. Kim, J.-B. J. B. Lee, and D.-W. Lee, “PDMS based coplanar microfluidic channels for the surface reduction of oxidized Galinstan.,” *Lab Chip*, vol. 14, no. 1, pp. 200–9, 2014.
- [36] M. Knoblauch, J. M. Hibberd, J. C. Gray, and a J. van Bel, “A galinstan expansion femtosyringe for microinjection of eukaryotic organelles and prokaryotes.,” *Nat. Biotechnol.*, vol. 17, no. 9, pp. 906–909, 1999.
- [37] T. Krupenkin and J. A. Taylor, “Reverse electrowetting as a new approach to high-power energy harvesting.,” *Nat. Commun.*, vol. 2, no. May, p. 448, 2011.
- [38] A. Piruska, I. Nikcevic, S. H. Lee, C. Ahn, W. R. Heineman, P. A. Limbach, and C. J. Seliskar, “The autofluorescence of plastic materials and chips measured under laser irradiation.,” *Lab Chip*, vol. 5, no. 12, pp. 1348–54, Dec. 2005.
- [39] H. Shadpour, H. Musyimi, J. Chen, and S. A. Soper, “Physiochemical properties of various polymer substrates and their effects on microchip electrophoresis performance.,” *J. Chromatogr. A*, vol. 1111, no. 2, pp. 238–51, Apr. 2006.
- [40] H. Becker and C. Gärtner, “Polymer microfabrication methods for microfluidic analytical applications.,” *Electrophoresis*, vol. 21, no. 1, pp. 12–26, Jan. 2000.
- [41] Topas, “TOPAS- Cyclic Olefin Copolymers,” 2015.
- [42] H. Becker and C. Gärtner, “Polymer microfabrication technologies for microfluidic systems.,” *Anal. Bioanal. Chem.*, vol. 390, no. 1, pp. 89–111, Jan. 2008.
- [43] J. Steigert, S. Haeberle, T. Brenner, C. Müller, C. P. Steinert, P. Koltay, N. Gottschlich, H. Reinecke, J. Rühle, R. Zengerle, and J. Duerée, “Rapid prototyping of microfluidic chips in COC,” *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 17, no. 2, pp. 333–341, Feb. 2007.
- [44] J. K. Lee, N. Stoffel, and K. Fite, “Electronic Packaging of Sensors for Lower Limb Prosthetics,” no. Ecoflex 0050, pp. 86–91, 2012.
- [45] A. A. Nawaz, X. Mao, Z. S. Stratton, and T. J. Huang, “Unconventional microfluidics: expanding the discipline.,” *Lab Chip*, vol. 13, no. 8, pp. 1457–63, 2013.

- [46] S. K. Sia and G. M. Whitesides, “Microfluidic devices fabricated in poly(dimethylsiloxane) for biological studies,” *Electrophoresis*, vol. 24, no. 21, pp. 3563–3576, 2003.
- [47] L. C. S. Nunes, “Mechanical characterization of hyperelastic polydimethylsiloxane by simple shear test,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 528, no. 3, pp. 1799–1804, Jan. 2011.
- [48] H. Bourbaba and C. Benachaiba, “Study of the Mechanical Behavior of a Hyperelastic Membrane,” *Sensors and Transducers*, vol. 168, no. 4, pp. 108–112, 2014.
- [49] M. Mooney, “A theory of large elastic deformation,” *J. Appl. Phys.*, vol. 11, no. 9, pp. 582–592, 1940.
- [50] R. S. Rivlin, “Large Elastic Deformations of Isotropic Materials. IV. Further Developments of the General Theory,” *Philos. Trans. R. Soc. A Math. Phys. Eng. Sci.*, vol. 241, no. 835, pp. 379–397, 1948.
- [51] L. R. . Treloar, *The Physics of Rubber Elasticity*. Oxford University Press, USA, 1975.
- [52] H. Alexander, “A constitutive relation for rubber-like materials,” *Int. J. Eng. Sci.*, vol. 6, no. 9, pp. 549–563, 1968.
- [53] R. W. Ogden, *Non-linear Elastic Deformations*. Courier Corporation, 1997.
- [54] J. Lambert-Diani and C. Rey, “Élaboration de nouvelles lois de comportement pour les élastomères : principe et avantages,” *Comptes Rendus l’Académie des Sci. - Ser. IIB - Mech.*, vol. 326, no. 8, pp. 483–488, Aug. 1998.
- [55] R. S. Rivlin, “Large Elastic Deformations of Isotropic Materials. I. Fundamental Concepts,” *Philos. Trans. R. Soc. A Math. Phys. Eng. Sci.*, vol. 240, no. 822, pp. 459–490, 1948.
- [56] G. D. Spathis, “Polyurethane elastomers studied by the Mooney–Rivlin equation for rubbers,” *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 43, no. 3, pp. 613–620, Aug. 1991.
- [57] K. Jahani and H. Mahmoodzade, “Predicting the dynamic material constants of Mooney-Rivlin model in broad frequency range for elastomeric components,” *Lat. Am. J. Solids Struct.*, vol. 11, no. 11, pp. 1983–1998, 2014.
- [58] L. R. Schmidt and J. F. Carley, “Biaxial stretching of heat-softened plastic sheets using an inflation technique,” *Int. J. Eng. Sci.*, vol. 13, no. 6, pp. 563–578, 1975.

- [59] D. D. Joye, “A Bubble Inflation Technique for the Measurement of Viscoelastic Properties in Equal Biaxial Extensional Flow,” *J. Rheol.* (N. Y. N. Y.), vol. 16, no. 3, p. 421, 1972.
- [60] E. Verron, R. E. Khayat, A. Derdouri, and B. Peseux, “Dynamic inflation of hyperelastic spherical membranes,” *J. Rheol.* (N. Y. N. Y.), vol. 43, no. 5, p. 1083, 1999.
- [61] D. D. Joye, “A Bubble Inflation Technique for the Measurement of Viscoelastic Properties in Equal Biaxial Extensional Flow. II,” *J. Rheol.* (N. Y. N. Y.), vol. 17, no. 2, p. 287, 1973.
- [62] W. W. Feng and J. O. Hallquist, “On Mooney-Rivlin Constants for Elastomers,” in 12th International LS-DYNA Users Conference.
- [63] S. J. Leigh, R. J. Bradley, C. P. Purssell, D. R. Billson, and D. a Hutchins, “A simple, low-cost conductive composite material for 3D printing of electronic sensors.,” *PLoS One*, vol. 7, no. 11, p. e49365, Jan. 2012.
- [64] J. a Dobrzynska and M. a M. Gijs, “Polymer-based flexible capacitive sensor for three-axial force measurements,” *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 23, no. 1, p. 015009, 2013.
- [65] M. Ying, A. P. Bonifas, N. Lu, Y. Su, R. Li, H. Cheng, A. Ameen, Y. Huang, and J. a Rogers, “Silicon nanomembranes for fingertip electronics.,” *Nanotechnology*, vol. 23, no. 34, p. 344004, Aug. 2012.
- [66] X. Hu, P. Krull, B. de Graff, K. Dowling, J. a Rogers, and W. J. Arora, “Stretchable inorganic-semiconductor electronic systems.,” *Adv. Mater.*, vol. 23, no. 26, pp. 2933–6, Jul. 2011.
- [67] S. Yao and Y. Zhu, “Wearable multifunctional sensors using printed stretchable conductors made of silver nanowires.,” *Nanoscale*, vol. 6, no. 4, pp. 2345–52, Feb. 2014.
- [68] C. Keplinger, J. Sun, C. C. Foo, P. Rothmund, G. M. Whitesides, and Z. Suo, “Stretchable, Transparent, Ionic Conductors,” vol. 341, no. August, pp. 984–987, 2013.
- [69] J.-Y. Sun, C. Keplinger, G. M. Whitesides, and Z. Suo, “Ionic Skin,” Submitted, pp. 7608–7614, 2014.
- [70] R. D. Ponce Wong, J. D. Posner, and V. J. Santos, “Flexible microfluidic normal force sensor skin for tactile feedback,” *Sensors Actuators, A Phys.*, vol. 179, pp. 62–69, 2012.

- [71] *a Fassler and C. Majidi, “Soft-matter capacitors and inductors for hyperelastic strain sensing and stretchable electronics,” Smart Mater. Struct., vol. 22, no. 5, p. 055023, May 2013.*
- [72] *P. Roberts, D. D. Damian, W. Shan, T. Lu, and C. Majidi, “Soft-matter capacitive sensor for measuring shear and pressure deformation,” 2013 IEEE Int. Conf. Robot. Autom., pp. 3529–3534, May 2013.*
- [73] *A. Tabatabai, A. Fassler, C. Usiak, and C. Majidi, “Liquid-phase gallium-indium alloy electronics with microcontact printing,,” Langmuir, vol. 29, no. 20, pp. 6194–200, May 2013.*
- [74] *Y.-L. Park, C. Majidi, R. Kramer, P. Bérard, and R. J. Wood, “Hyperelastic pressure sensing with a liquid-embedded elastomer,” J. Micromechanics Microengineering, vol. 20, no. 12, p. 125029, Dec. 2010.*
- [75] *Y. Park, B. Chen, and R. J. Wood, “Design and Fabrication of Soft Artificial Skin Using Embedded Microchannels and Liquid Conductors,” IEEE Sens. J., vol. 12, no. 8, pp. 2711–2718, Aug. 2012.*
- [76] *J.-B. Chossat, Y.-L. Park, R. J. Wood, and V. Duchaine, “A Soft Strain Sensor Based on Ionic and Metal Liquids,” IEEE Sens. J., vol. 13, no. 9, pp. 3405–3414, Sep. 2013.*
- [77] *J. Chossat, Y. Tao, V. Duchaine, and Y. Park, “Wearable Soft Artificial Skin for Hand Motion Detection with Embedded Microfluidic Strain Sensing,” pp. 2568–2573, 2015.*
- [78] *K. J. Hemmerich, “General aging theory and simplified protocol for accelerated aging of medical devices,” Med. Plast. Biomater., vol. 5, pp. 16–23, 1998.*
- [79] *M. Pokorny and H. U. Astrom, “Temperature dependence of the electrical resistivity of liquid gallium between its freezing point (29.75 degrees C) and 752 degrees C,” J. Phys. F Met. Phys., vol. 6, no. 4, pp. 559–565, Apr. 1976.*
- [80] *A. W. Smith, “The Electrical Conductivity of Indium and Thallium,” Ohio J. Sci., vol. 16, no. 6, pp. 244–247, 1916.*
- [81] *P. Li, “Probing circulating tumor cells in microfluidics,” Lab Chip, vol. 13, no. 6, pp. 602–609, 2013.*
- [82] *J. Ducrée, S. Haeberle, S. Lutz, S. Pausch, F. Von Stetten, and R. Zengerle, “The centrifugal microfluidic Bio-Disk platform,” J. Micromechanics Microengineering, vol. 17, no. 7, pp. S103–S115, 2007.*

- [83] K. Abi-Samra, R. Hanson, M. Madou, and R. a Gorkin, “Infrared controlled waxes for liquid handling and storage on a CD-microfluidic platform.,” *Lab Chip*, vol. 11, pp. 723–726, 2011.
- [84] ChipShop, “Lab-on-a-Chip Catalogue microfluidic ChipShop – The company,” 2013.
- [85] B. Garst, A. Campitelli, and P. Münster, “Blister techniques - miniFAB.”
- [86] S. Selvakumar, B. Anthony, T. Supervisor, and D. E. Hardt, “Manufacturing of Lab-on-a-Chip Devices: Variation Analysis of Liquid Delivery using Blister Packs,” 2010.
- [87] L. Weber, “Patent Thinxxs US20110303306A1 - Flow cell having integrated fluid reservoir.”
- [88] D. P. Holmes, B. Tavakol, G. Froehlicher, and H. a. Stone, “Control and manipulation of microfluidic flow via elastic deformations,” *Soft Matter*, vol. 9, no. 29, p. 7049, 2013.
- [89] M. P. McRae, G. Simmons, J. Wong, B. Shadfan, S. Gopalkrishnan, N. Christodoulides, and J. T. McDevitt, “Programmable bio-nano-chip system: a flexible point-of-care platform for bioscience and clinical measurements,” *Lab Chip*, 2015.
- [90] D. B. Weibel, A. C. Siegel, A. Lee, A. H. George, and G. M. Whitesides, “Pumping fluids in microfluidic systems using the elastic deformation of poly(dimethylsiloxane).,” *Lab Chip*, vol. 7, no. 12, pp. 1832–6, Dec. 2007.
- [91] D. R. Moles, “Microfluidic elastic micro-aliquotter,” 2010.
- [92] S. Rosset, M. Niklaus, P. Dubois, and H. R. Shea, “Large-stroke dielectric elastomer actuators with ion-implanted electrodes,” *J. Microelectromechanical Syst.*, vol. 18, no. 6, pp. 1300–1308, 2009.
- [93] N. Pekas, Q. Zhang, and D. Juncker, “Electrostatic actuator with liquid metal–elastomer compliant electrodes used for on-chip microvalving,” *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 22, no. 9, p. 097001, 2012.
- [94] J. Ni, B. Li, and J. Yang, “A pneumatic PDMS micropump with in-plane check valves for disposable microfluidic systems,” *Microelectron. Eng.*, vol. 99, pp. 28–32, 2012.

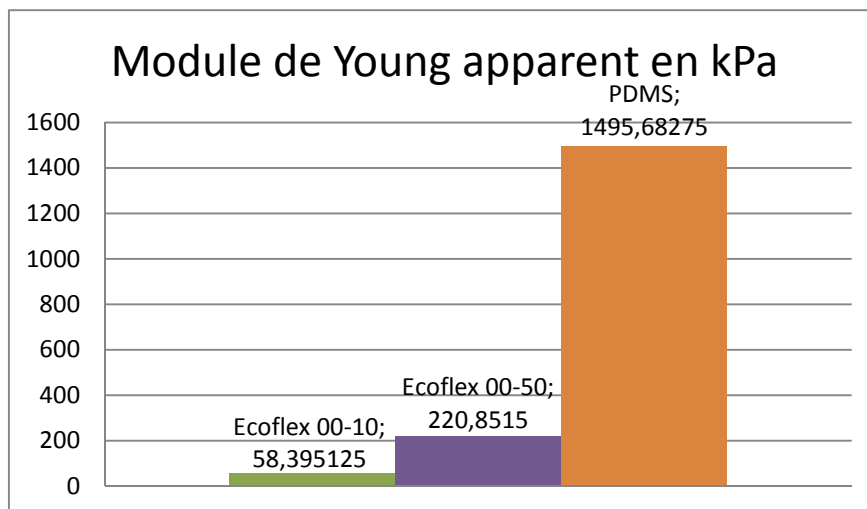
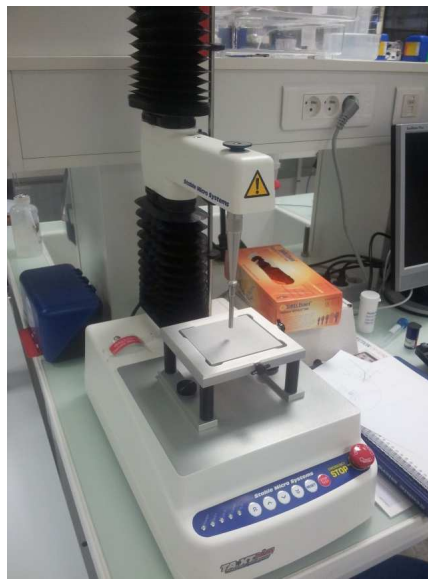
Bibliographie

- [95] *S. H. Liao, C. Y. Chang, and H. C. Chang, "A capillary dielectrophoretic chip for real-time blood cell separation from a drop of whole blood,"* *Biomicrofluidics*, vol. 7, no. 2, pp. 1–10, 2013.
- [96] *J. Fan, B. Li, S. Xing, and T. Pan, "Reconfigurable Microfluidic Dilution for High-Throughput Quantitative Assays,"* *Lab Chip*, vol. 15, pp. 2670–2679, 2015.
- [97] *R. Thakur, A. M. Amin, and S. Wereley, "On-chip dilution in nanoliter droplets,"* *Analyst*, vol. 140, no. 17, pp. 5855–5859, 2015.

Annexes

1 - Module de Young apparent de l'Ecoflex 00-50

Au cours de ce travail le module d'Young apparent de l'Ecoflex à l'aide d'un texturomètre (TA.XT plus,). Cet appareil analyse la compression de cylindres en élastomère. Il mesure le taux de compression en fonction de la contrainte qu'il applique et calcule ainsi el module d'Young apparent du matériau. Cette mesure a été réalisée pour l'Ecoflex 00-50, l'Ecoflex 00-30 l'Ecoflex 00-10 et le PDMS. Les résultats de cette mesure sont résumés dans le graphe ci-dessous. Le module d'Young des Ecoflex est beaucoup plus faible que celui du PDMS. L'Ecoflex 00-10 possède une module d'Young plus faible que l'Ecoflex 00-50. Ceci confirme la différence de dureté Shore fournit par Smooth-On.



2 - Propriétés physiques de l'Ecoflex 00-50

Liste des propriétés physiques de l'Ecoflex fournies par le fabricant Smooth-On Inc.

Source : http://www.smooth-on.com/Silicone-Rubberan/c2_1115_1130/index.html

TECHNICAL OVERVIEW	
Ecoflex® 5	13,000 cps (ASTM D-2393)
Ecoflex® 00-50	8,000 cps
Ecoflex® 00-30	3,000 cps
Ecoflex® 00-10	14,000 cps
Specific Gravity (g/cc) (ASTM D-1475)	1.07
Specific Volume (cu. in./lb.) (ASTM D-1475)	25.8
Pot Life (ASTM D-2471)	1 min.
Cure Time	5 min.
Shore Hardness (ASTM D-2240)	5A
Tensile Strength (ASTM D-412)	350 psi
100% Modulus (ASTM D-412)	15 psi
Elongation at Break % (ASTM D-412)	1000%
Die B Tear Strength (ASTM D-624)	75 pli
Shrinkage (in./in.) (ASTM D-2566)	< .0001 in./in.

Ecoflex® 00-50	315 psi	980%	50 pli	< .0001 in./in.
Ecoflex® 00-30	200 psi	900%	38 pli	< .0001 in./in.
Ecoflex® 00-10	120 psi	800%	22 pli	< .0001 in./in.

* All values measured after 7 days at 73°F/23°C

Mix Ratio: 1A:1B by volume or weight	Useful Temperature Range: -65°F to 450°F (-19°C to 232°C)
Color: Translucent	Dielectric Strength (ASTM D-147-97a): > 350 volts/mil

3 - Propriétés physique du galinstan

Liste des propriétés physiques et chimiques du galinstan, fournie par Geratherm, un fabricant de galinstan.

Source : <https://shop.briggscorp.com>

Physical and chemical properties		
<i>Appearance</i>		
<i>Shape:</i> Liquid metal alloy	<i>Colour:</i> Silvery	
<i>Odour:</i> Odourless		
<i>Safety data</i>	<i>Value/Range</i>	<i>Unit</i>
<i>Change of state</i>		
<i>Boiling point:</i>	> 1300	°C
<i>Melting point:</i>	- 19	°C
<i>Flash point:</i>	None	
<i>Inflammability:</i>	Not applicable	
<i>Explosion hazard:</i>	Not applicable	
<i>Self-ignition:</i>	Not applicable	
<i>Fire-promoting properties:</i>	None	
<i>Vapour pressure:</i>	at 500 °C	< 10 ⁻⁸ Torr
<i>Density:</i>	6,44	g/cm ³
<i>Solubility in water:</i>	Insoluble	
<i>Solubility in organic solvents:</i>	Insoluble	
<i>pH value:</i>	Not applicable	
<i>Viscosity:</i>	0,0024	NS/m at 20°C
<i>thermal conductivity:</i>	16,5	W·m ⁻¹ K ⁻¹
<i>specific electrical resistance:</i>	0,435	Ω mm ² · m ⁻¹

4 - Propriétés physiques du COC

Liste des propriétés physiques des différents types de COC vendus par la société Topas. Le COC utilisé dans nos travaux est le COC 5013.

Source : <http://www.topas.com/products/topas-coc-polymers>

Table 1: Physical properties of Topas COC

Property	Unit	Test method	8007	6013	6015	5013	6017
Volume flow index MVR at 260 °C, 2.16 kg	ml/10 min	ISO 1133	32	14	4	48	1.5
Volume flow index MVR at HDT +115 °C, 2.16 kg	ml/10 min	ISO 1133	2	6	5	24	5
Density	g/cm ³	ISO 1183	1.02	1.02	1.02	1.02	1.02
Water absorption (24 h immersion in water at 23 °C)	%	ISO 62	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01	< 0.01
Water vapour permeability (at 23 °C and 85% relative humidity)	g · mm/ m ² · d	DIN 53 122	0.023	0.035	0.035	0.030	0.045
Mold shrinkage (δ _W = 60 °C, 2 mm wall thickness)	%	–	0.1 - 0.5	0.4 - 0.7	0.4 - 0.7	0.4 - 0.7	0.4 - 0.7
Mechanical properties, measured under standard conditions, ISO 291 – 23/50							
Tensile strength [5 mm/min]	MPa	ISO 527 parts 1 and 2	63	63	60	46	58
Elongation at break [5 mm/min]	%	ISO 527, parts 1 and 2	10*)	2.7	2.5	1.7	2.4
Tensile modulus [1 mm/min]	MPa	ISO 527, parts 1 and 2	2600	2900	3000	3200	3000
Impact strength (Charpy)	kJ/m ²	ISO 179/1eU	20	15	15	13	15
Notched impact strength (Charpy)	kJ/m ²	ISO 179/1eA	2.6	1.8	1.6	1.6	1.6
Ball indentation hardness, 30-sec value	N/mm ²	ISO 2039 part 1, applied load 961N	130	184	184	184	191
Thermal properties							
Heat deflection temperature HDT/B (0.45 MPa)	°C	ISO 75 parts 1 and 2	75	130	150	130	170
Coefficient of linear thermal expansion	K ⁻¹	ISO 11 359 parts 1 and 2	0.7 · 10 ⁻⁴	0.6 · 10 ⁻⁴	0.6 · 10 ⁻⁴	0.6 · 10 ⁻⁴	0.6 · 10 ⁻⁴
Electrical properties							
Relative permittivity ε _r at 1-10 kHz	–	IEC 60250	2.35	2.35	2.35	2.35	2.35
Comparative tracking index CTI	–	IEC 60112	> 600	> 600	> 600	> 600	> 600
Volume resistivity	Ω · m	IEC 60093	> 10 ¹⁴	> 10 ¹⁴	> 10 ¹⁴	> 10 ¹⁴	> 10 ¹⁴
Flammability							
UL Flammability Rating	Class	UL 94	HB (1.6mm)	HB (1.6mm)	HB (1.6mm)	HB (1.6mm)	HB (1.6mm)
Optical properties							
Light transmission (2 mm wall thickness)	%	ISO 13468-2	91	91	91	91	91
Refractive index	–	–	–	–	–	1.53	–
Abbe number	–	–	–	–	–	56	–

*) Yield strain: 4.5%

5 - Préparation des solutions utilisées lors du protocole de détection d'allergie

Solutions utilisées :

- **Tampon de lavage** : PBS 1x / Tween 20 à 0,5%
- **Solution de saturation 1x** : BSA (Bovine Serum Albumin + PBS 1x / Tween 20 à 0,5%)
 - o *Préparation* : 50 mg de BSA + 50 mL de PBS 1x / Tween 20 à 0,5 %
- **Solution d'anticorps primaire** : solution d'anticorps primaire anti AraH1, 2 et 3 de lapin diluée au 50 000ème + BSA 1x dans du PBS 1x / Tween 20 à 0,5%)
 - o *Préparation* : 20 µL d'AraH123 (SM au 1000ème) + 200 µL de BSA 5x (50 mg/mL dans PBS 1x) + 780 µL de PBS / Tween 20 à 0,5 %
- **Solution d'anticorps secondaire** : solution d'anticorps secondaire fluorescent à 0,5 mi-crogramme/mL dans du tampon PBS 1x / Tween 20 contenant 1% de BSA)
 - o *Préparation* : 5 µL d'anti-IgG (SM : 200x) + 200 µL de BSA (SM : 5x) + 795 µL de PBS 1x / Tween 20 à 0,5 %

Résumé : Microfluidique sur support souple et étirable

Les matériaux élastomères hyper élastiques offrent aux domaines des capteurs, des antennes radio fréquences et des soft robots de nouvelles opportunités en termes de déformabilité. Le but de ce travail est d'étudier un matériau élastomère hyper élastique appelé Ecoflex et de l'intégrer à des systèmes microfluidiques en exploitant ses caractéristiques mécaniques particulières.

Dans un premier temps, les propriétés mécaniques de ce matériau ont été caractérisées par des expériences de soufflages membranaires. Par la suite des outils de modélisation mécanique basés sur le modèle phénoménologique de Mooney-Rivlin ont été étudiés et validés. Deux exemples d'applications ont été développés.

Une première famille de système concerne des capteurs de grandes déformations. Ces capteurs électro fluidiques combinent les propriétés hyper élastiques de l'Ecoflex et les propriétés électriques du Galinstan qui est un métal liquide à température ambiante : une résistance électrique est formée par un canal moulé dans l'Ecoflex et rempli du liquide conducteur. Une déformation du capteur induit une modification de la géométrie du canal et donc une variation de résistance. Les caractérisations réalisées sur ces capteurs ont montré leur capacité à mesurer des étirements très importants avec un comportement réversible et sans rupture de contact électrique. Des taux d'élongation de 400 %, entraînant une variation de résistance de 800% ont ainsi été obtenus. Les résultats suivant la géométrie des capteurs sont discutés en utilisant des outils de modélisations.

La deuxième famille de système concerne les laboratoires sur puce avec la fabrication de réservoirs déformables pouvant être intégrés à des composants fluidiques. Inspirés des tests de soufflage membranaire, ces réservoirs peuvent embarquer des volumes allant de quelques dizaines de microlitres à quelques millilitres de réactifs tout en ayant un encombrement minimum. L'élasticité des membranes permet de pressuriser naturellement le réservoir et une méthode simple de détection de la forme du réservoir permet de connaître à tout moment le volume interne de celui-ci. Couplés à un système de vannes pneumatiques, ces réservoirs permettent d'injecter précisément un volume de fluide dans un réseau microfluidique. Différents exemples de composants ont été développés, allant du réservoir simple pour les caractérisations, à des cartes intégrant plusieurs réservoirs en vue d'effectuer des protocoles complexes, tel une dilution programmable ou un test ELISA.

Abstract : Flexible and stretchable microfluidics

Mechanical properties of hyper elastic elastomers provide new opportunities to captors, radio frequencies antennas and soft robots. This work is focused on the study of a hyper elastic material called Ecoflex and on its integration in microfluidic systems using its exceptional mechanical properties.

First, material's mechanical properties were investigated during membrane blowing experiments. Simulations based on the phenomenological model of Mooney-Rivlin were developed and validated. These results were useful to the development of two applications.

First application of hyper elastic system is an elongation sensor. Electro fluidic sensors combine Ecoflex's hyper elastic properties and Galinstan's electrical properties. Galinstan is a metallic alloy which is liquid at room temperature. A microchannel molded in the elastomer and filled with the liquid metal form an electrical resistance. Sensor's deformation induces a geometrical change into the channel and therefore a variation of the electrical resistance. Characterization tests performed on these sensors showed capabilities to measure large elongations and reversibly without loss of electrical contact. An elongation of the sensor's length by a factor 4 involves an increase of the electrical resistance by a factor 8 providing a good sensibility of the system. Results according to the sensor's geometry are discussed using simulation tools, analytical study and experimental data.

Second application is the development of hyper elastic reservoirs integrated into microfluidic cards. Inspired from membrane blowing tests, they are able to store volumes from few microliters to milliliters of reagents without taking too much place on the microfluidic cards' surface. Membranes' elasticity naturally pressurizes the reservoir when it is filled and a simple optical edge detection method gives the internal volume in real time. Combined with pneumatic valves these reservoirs inject precise volumes into a microfluidic network. Different microfluidic systems were developed, a simple reservoir with two valves for the characterizations and cards with multiple reservoirs to realize complex protocols like on demand dilution or automated ELISA test.