

Expérimentation et modélisation du comportement hyperélastique d'une membrane dans une cartouche microfluidique

C.QUINTARD^a, Y.FOUILLET^a, C.PARENT^a, X.GIDROL^b, J-L. ACHARD^c

a. Univ. Grenoble Alpes, CEA, Leti, DTBS, F-38000 Grenoble, France,
clement.quintard@cea.fr , yves.fouillet@cea.fr

b. Université Grenoble-Alpes, CEA, INSERM, IRIG-BGE, F-38054 Grenoble, France.
CNRS, LEGI, F-38000 Grenoble, France

Résumé :

La nécessité de manipuler des volumes discrets de liquide en microfluidique dans le domaine de la santé, conduit les chercheurs à trouver des technologies innovantes. Une possibilité est de travailler avec des chambres fluidiques limitées par une membrane hyperélastique, activée pneumatiquement. Dans cet article, une méthode microfluidique pour caractériser la déformation d'une telle membrane est présentée. Les résultats issus de deux modèles hyperélastiques, les modèles Yeoh et Mooney-Rivlin, sont confrontés à des résultats expérimentaux qui ont été obtenus. Cette comparaison repose sur les différentes valeurs des paramètres utilisés dans ces modèles que la littérature scientifique propose.

Abstract :

Dealing with discrete volumes of fluid in microfluidics in the health field has driven the researchers to look for ground-breaking technologies. A possibility is to work with fluidic chambers defined by a hyperelastic membrane pneumatically activated. In this article, a microfluidic method to characterize the deformation of such a membrane is presented. The results from two hyperelastic models, namely Yeoh and Mooney-Rivlin, are compared to experimental results. This comparison is based on the different values of the parameters used within the models that the scientific literature provides.

Mots clefs :

microfluidique digitale ; chambre étirable ; membrane hyperélastique ; laboratoire sur puce ; cartouche microfluidique

1 Contexte et motivation

L'essor de la microfluidique a permis de nombreuses avancées dans le domaine de la santé, notamment grâce à des techniques d'intégration et d'automatisation des protocoles d'analyse dans des laboratoires sur puces. La nécessité dans le domaine de la santé de travailler avec des volumes discrets

(volume d'analyte donné) conduit naturellement à un type particulier de microfluidique, dite digitale. C'est dans ce contexte qu'a été développée la technologie FlowStretch [1,2] qui permet de manipuler des volumes discrets à travers une succession de vannes et de chambres, grâce à la déformation d'une membrane étirable hyperélastique en Ecoflex 00-50.

1.1 Principe de fonctionnement

Il s'agit d'un microsystème comprenant un ensemble de chambres élémentaires connectables à volonté et dont les volumes sont contrôlables. Pour cela, ce microsystème est doté d'une structure sandwich : une membrane hyperélastique est insérée entre une carte fluidique F et une carte pneumatique P. La carte P comporte un réseau de cavités hémisphériques ; cette carte est plaquée sur la carte F recouverte par la membrane. En regard de chaque cavité, deux parties circulaires se trouvent ainsi définies : la première sur la membrane constitue la paroi étirable d'une chambre et la deuxième sur la carte F la paroi fixe de cette même chambre. Par ailleurs sur la carte F sont micro-usinés un ensemble de canaux munis de vannes permettant la mise en communication des chambres étirables, ainsi que les ouvertures pour les entrées et les sorties fluidiques. Enfin la carte inférieure (I) permet de fermer les canaux pneumatiques de la carte P (Figure 1). L'assemblage des cartes microfluidiques et de la membrane hyperélastique sera appelé « cartouche microfluidique ». Comme le fond de chaque cavité est connecté à un réseau de canaux pneumatiques alimentés par de l'air comprimé, la différence de pression ΔP de part et d'autre de la membrane est pilotable ce qui permet, dans une telle chambre au-dessus de la membrane, de délivrer ou d'extraire un flux liquide contrôlé.

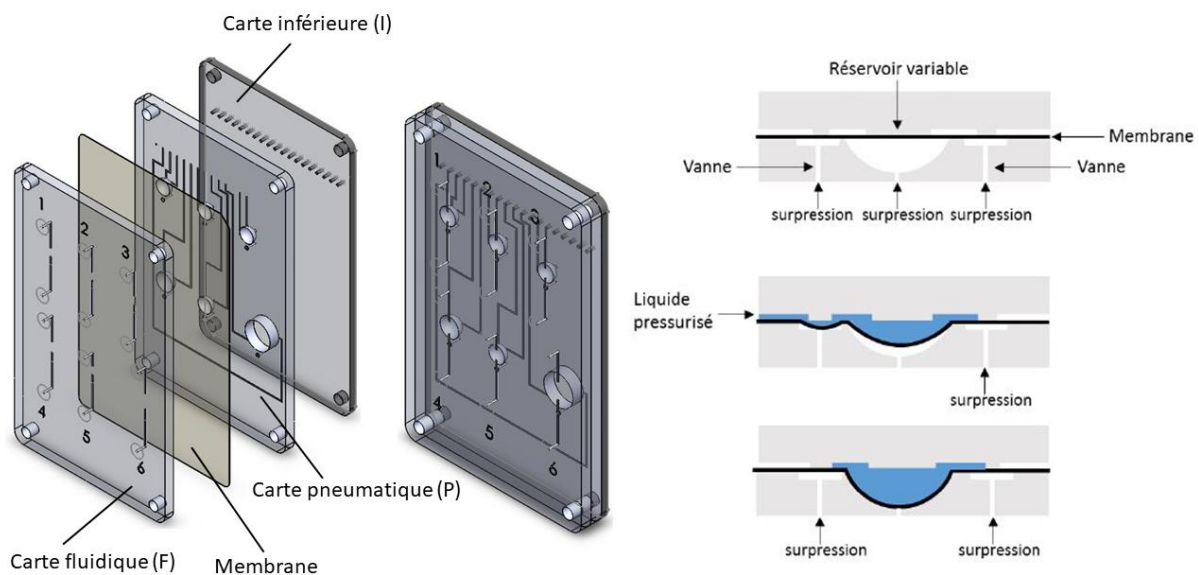


Figure 1 : Vues éclatée et assemblée de la cartouche microfluidique (à gauche) et principe de fonctionnement de la membrane : vue en coupe des étapes de remplissage d'une chambre à volume variable.

La membrane est l'élément essentiel et original de la cartouche microfluidique. Dans le domaine académique, le PDMS est beaucoup employé pour ses propriétés de déformations élastiques. Il rend notamment l'intégration de micro-vannes et de micro-pompes facile [3]. Plus récemment, des nouveaux types de matériaux qualifiés d'hyperélastiques ont été utilisés pour la fabrication de robots

souples [4] ainsi que par l'industrie cinématographique pour la réalisation de masques et d'effets spéciaux. Un de ces matériaux très utilisé est l'Ecoflex 00-50, constituant de la membrane hyperélastique. Ce matériau présente en effet un taux d'élongation de 1000%, ce qui lui permet d'épouser parfaitement la forme des chambres fluidiques lors des phases de remplissage. Par ailleurs, la grande élasticité de ce matériau permet des pressions d'actionnement très faibles, ce qui est un réel avantage en termes de simplification de l'instrumentation et d'intégration [5]. L'étude de la déformation d'un tel matériau est classiquement réalisé à l'aide de tests de soufflage. Cependant, l'Ecoflex étant un matériau souple, il est possible d'avoir du glissement à l'encastrement dans la cartouche microfluidique. Par ailleurs, avant de refermer les cartes microfluidiques sur l'Ecoflex, celui-ci est pré-contraint pour éviter le piégeage de bulles d'air. Il est donc difficile de savoir si les résultats d'un test de soufflage classique restent encore valables dans un tel dispositif. Ainsi une caractérisation de la déformation de la membrane directement sur la cartouche microfluidique était nécessaire. Les opérations de stockage, de mélange, de calibration des volumes et d'aliquotage, peuvent ainsi être réalisées très simplement grâce au pilotage en série ou en parallèle des différentes chambres et vannes. A titre d'exemple, le processus de mélange va être rapidement présenté.

1.2 Processus de mélange

Il est important de noter que pour répondre à la diversité des applications visées, il est nécessaire d'être en mesure de délivrer des débits très forts et des débits très faibles. Par exemple pour une application en biologie, deux phases, l'une de mélange et l'autre de perfusion, peuvent être amenées à s'enchaîner. Dans la première, un débit important est souhaité afin de mélanger efficacement, alors que dans la deuxième, un débit très faible est nécessaire pour ne pas imposer un cisaillement trop grand aux cellules vivantes. Pour anticiper le bon déroulement de ces différentes opérations, il est souhaitable de connaître l'évolution du volume de la chambre en réponse à un écart de pression ΔP imposé, cette évolution dépendant des caractéristiques élastiques de la membrane.

Le mélange est une opération importante et difficile à réaliser en microfluidique étant donné les faibles nombres de Reynolds habituellement mis en jeu. Cette difficulté peut être résolue avec la technologie de chambres étirables FlowStretch, où des débits importants peuvent être obtenus (jusqu'à 2,5 mL/min). Cette opération de mélange peut être intégrée en peu d'étapes sans ajouter de systèmes externes et sans changer le design de la carte. Les mélanges peuvent s'effectuer dans la direction X en transférant deux volumes dans une troisième chambre, d'un volume égal à la somme des deux chambres à mélanger (Figure 2). Initialement, les chambres à mélanger sont séparées par une vanne (1). Les vannes de séparation ainsi que les chambres de mélanges sont ouvertes (2). Les vannes et les chambres sont fermées les unes après les autres pour transférer tout le liquide vers la chambre de mélange (3).

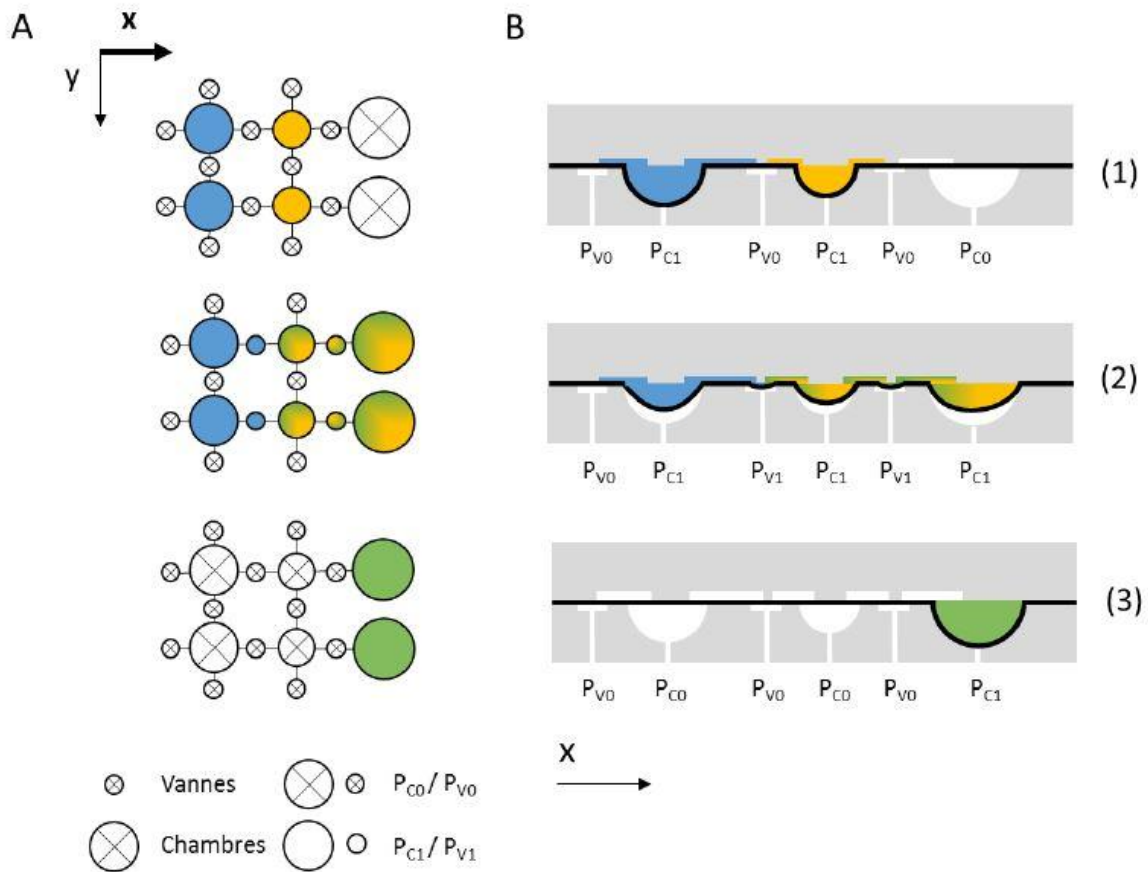


Figure 2 : Mélange entre deux chambres en X. Vue du dessus (A) et vue en coupe (B) [6].

2 Partie expérimentale

2.1 Fabrication

Les cartes microfluidiques en COC sont conçues à l'aide du logiciel de CAO Solidworks et usinées par un équipement du laboratoire, Datron M7HP. Les cartes P et I sont scellées thermiquement. Les deux cartes sont placées dans une presse et dans une étuve à 127°C, température de déformation sous charge (DTUL) du COC, pendant 80 minutes. Pour fabriquer la membrane hyperélastique, deux composants sont mélangés à masses égales. Ce mélange est alors déposé sur un substrat en silicium de 200 mm de diamètre et placé sur une machine de centrifugation ; le mélange est étalé par rotation à 3000 tr/min pendant 6,5 s. L'épaisseur du film obtenu est mesurée au profilomètre optique, est de 164 μm .

2.2 Banc expérimental

L'expérience a été menée sur la cartouche microfluidique dédiée constituée d'une chambre alimentée par un capillaire relié à un contrôleur de pression. Une vanne est maintenue fermée en aval pendant le remplissage de la chambre. Une caméra filme l'avancée du ménisque formé par le liquide dans le capillaire en fonction de la pression imposée par le contrôleur en pression (Figure 3). Une pression est appliquée en entrée du tube par le contrôleur en pression. A partir de 0, cette pression est augmentée

par pas de 10 mbar et l'avancée du ménisque est mesurée à chaque pas. La chambre est laissée à pression atmosphérique P_A et la vanne est pressurisée à $P_{V0} = 500$ mbar. Une relation $V = f(\Delta P)$ entre le volume de liquide injecté dans la chambre et la pression imposée par le contrôleur de pression en résulte. Les expériences ont été menées sur des chambres de volumes 30 μL , 50 μL et 200 μL , pour des pressions allant de 0 mbar à 70 mbar, 85 mbar et 150 mbar respectivement.

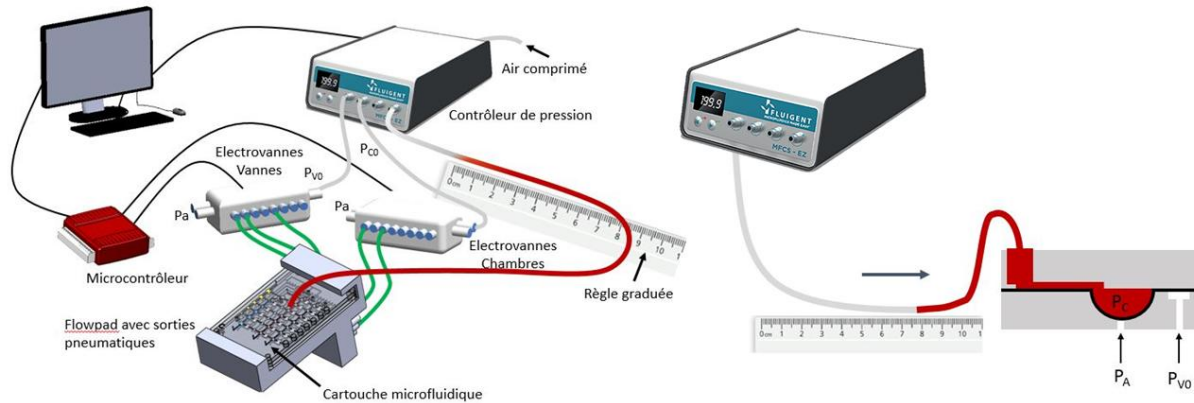


Figure 3 : Schéma du banc expérimental complet (à gauche) et simplifié (à droite).

3 Résultats et discussion

3.1 Modélisation

Les résultats d'expériences de mesures des relations contrainte / déformation pour des matériaux souples ont montré depuis longtemps que la théorie linéaire de l'élasticité, en particulier la loi de Hooke utilisée depuis le 17^{ème} siècle, était inappropriée pour caractériser de nouveaux matériaux aux forts taux d'élongation [7,8]. Une théorie nouvelle qui a donné lieu à différents modèles, s'appuie sur une fonction densité d'énergie de déformation [9]. Parmi ces modèles, deux communément utilisés pour les matériaux hyperélastiques ont été comparés dans le but de savoir quel était celui le plus apte à décrire le comportement élastique de la membrane dans le dispositif décrit ci-dessus. Il en résulte deux relations entre la contrainte σ et la déformation λ . La première est issue du modèle hyperélastique Mooney-Rivlin, l'un des premiers modèles proposés et qui reste réputé pour décrire avec précision le comportement non linéaire des matériaux souples :

$$\sigma_{MR} = 2 c_1 \left(\lambda^2 - \frac{1}{\lambda^4} \right) + 2 c_2 \left(\lambda^4 - \frac{1}{\lambda^2} \right)$$

La seconde est issue du modèle Yeoh pour des matériaux incompressibles. Elle fut présentée en 1990 et reste très utilisée pour modéliser l'Ecoflex :

$$\sigma_Y = 2 \left(\lambda^2 - \frac{1}{\lambda^4} \right) \left(c_1 + 2c_2 \left(2\lambda^2 + \frac{1}{\lambda^4} - 3 \right) + 3c_3 \left(2\lambda^2 + \frac{1}{\lambda^4} - 3 \right)^2 \right)$$

Dans ces relations, les c_i sont des constantes propres à chaque matériau. On peut noter que d'une façon générale on distingue les elongations dans les directions principales $\lambda_1, \lambda_2, \lambda_3$. Dans le cas équi-biaxial ici étudié, $\lambda_1 = \lambda_2 = \lambda$. Notons enfin qu'à cette équation doit être ajoutée une contrainte initiale sur la membrane qui existe au moment de l'assemblage de la cartouche microfluidique.

Par ailleurs, la formule de la pression de Laplace, appliquée par analogie à la membrane d'épaisseur e donne $\Delta P = \frac{2e}{R} \sigma$ où la contrainte sigma joue le rôle de la tension superficielle. La géométrie du dispositif schématisé en Figure 4 conduit à la relation $R = \frac{r^2+h^2}{2h}$. De plus, l'Ecoflex étant incompressible [5] on peut écrire l'hypothèse d'incompressibilité $e = \lambda_3 e_0 = \frac{e_0}{\lambda^2}$. On obtient ainsi $\Delta P = \frac{4e_0 h}{r^2+h^2} \frac{1}{\lambda^2} \sigma$ avec $\lambda = \frac{R\theta}{2r} = \frac{r^2+h^2}{2rh} \sin^{-1} \left(\frac{2rh}{r^2+h^2} \right)$. Le volume de la chambre (calotte sphérique) étant relié à h et r par $V = \frac{\pi h^2(3r-h)}{3}$, on a la relation $V = f(\Delta P)$ pour chaque modèle que l'on compare aux résultats expérimentaux.

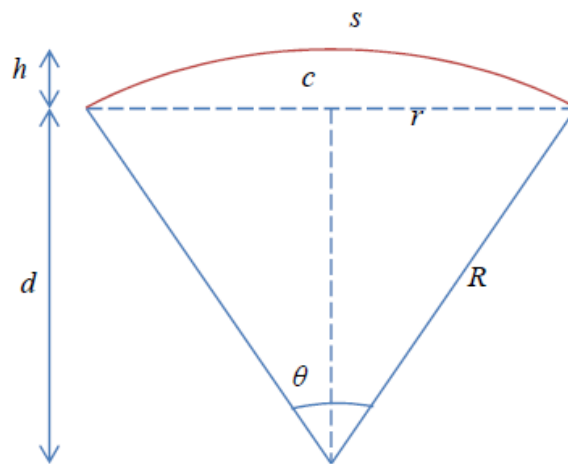


Figure 4 : Schéma illustrant les grandeurs géométriques impliquées dans la déformation d'une membrane de rayon r jusqu'à un dôme de hauteur h [5].

3.2 Précision des différents modèles

En se cantonnant aux études sur le matériau constituant la membrane dans la cartouche microfluidique, à savoir l'Ecoflex 00-50, cinq références ont été identifiées. Quatre d'entre elles donnent des valeurs des coefficients pour le modèle Yeoh, une donne des valeurs des coefficients du modèle Mooney-Rivlin (Tableau 1).

Ref.	[10]	[11]	[12]	[13]	[14]
Modèle					
Yeoh	$C_{10}=19000$ $C_{20}=900$ $C_{30}=-4,75$	$C_{10}=120000$ $C_{20}=20000$ $C_{30}=0$	$C_{10}=111000$ $C_{20}=20000$ $C_{30}=0$	$C_{10}=14622$ $C_{20}=638$ $C_{30}=-0,138$	
Mooney-Rivlin					$C_{10}=10400$ $C_{01}=21300$

Tableau 1 : Valeurs des coefficients des modèles Yeoh et Mooney-Rivlin trouvées dans la littérature (en Pa) pour l'Ecoflex 00-50.

L'analyse de ces différentes valeurs montre que c'est le modèle Yeoh avec $C_{10} = 19000$ Pa, $C_{20} = 900$ Pa et $C_{30} = -4.75$ Pa [10] qui concorde le mieux avec les données expérimentales, comme le montre la Figure 5. Remarquons que la précision de ce modèle est mise en défaut pour la chambre de 50 μL pour des raisons encore non élucidées. Cet écart pourrait être dû par exemple à un mauvais contrôle de l'épaisseur de la membrane (qui ne serait pas homogène sur toute la cartouche microfluidique).

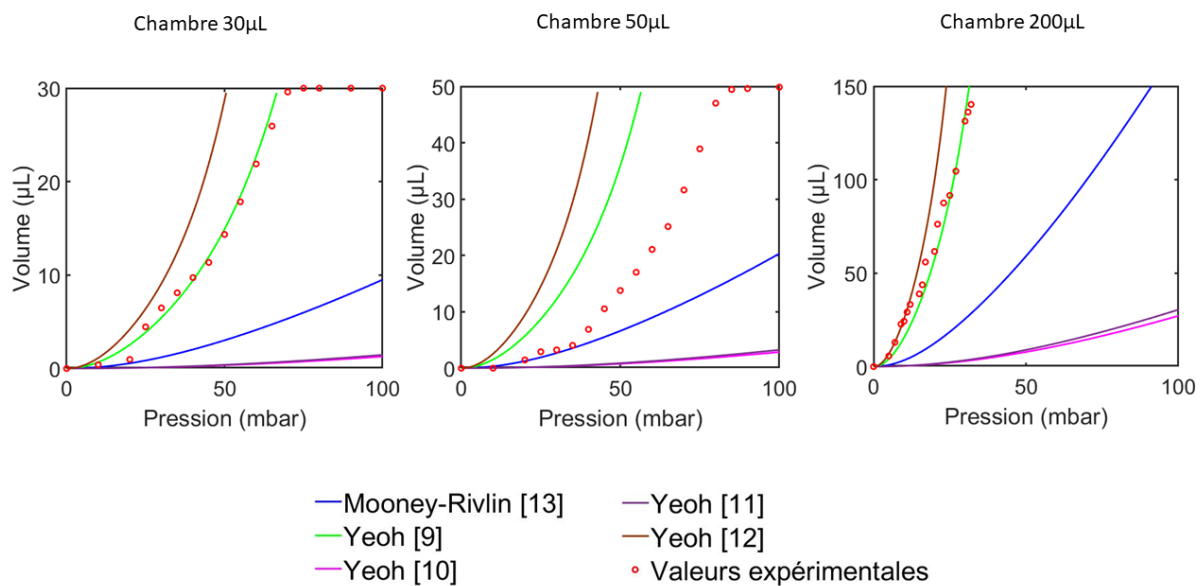


Figure 5 : Confrontation des différentes relations $V = f(\Delta P)$ trouvées dans la littérature avec les données expérimentales obtenues.

En définitive, la bonne corrélation avec les résultats expérimentaux permet de confirmer la validité de ce modèle hyperélastique appliqué à la technologie FlowStretch. Ces résultats devront être approfondis et les modèles hyperélastiques affinés afin de maîtriser le comportement fluide des cartes en toutes circonstances.

Références

- [1] Fouillet, Yves, et al. "Stretchable Material for Microfluidic Applications." *Multidisciplinary Digital Publishing Institute Proceedings*. Vol. 1. No. 4. 2017.
- [2] Parent, Charlotte, et al. "Quantitative biological assays with on-chip calibration using versatile architecture and collapsible chambers." *Sensors and Actuators B: Chemical* 261 (2018): 106-114.
- [3] Thorsen, Todd, Sebastian J. Maerkl, and Stephen R. Quake. "Microfluidic large-scale integration." *Science* 298.5593 (2002): 580-584.
- [4] Wehner, Michael, et al. "An integrated design and fabrication strategy for entirely soft, autonomous robots." *Nature* 536.7617 (2016): 451.
- [5] Pineda, Florian. *Systèmes microfluidiques sur support souple et étirable*. Diss. Grenoble Alpes, 2015.
- [6] Parent, Charlotte. *Développement d'une plateforme autonome et portable et pour des applications santé*. Diss. Grenoble Alpes, 2018.
- [7] Mooney, Melvin. "A theory of large elastic deformation." *Journal of applied physics* 11.9 (1940): 582-592.
- [8] Rivlin, R. S. "Large elastic deformations of isotropic materials IV. Further developments of the general theory." *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences* 241.835 (1948): 379-397.
- [9] Martins, P. A. L. S., R. M. Natal Jorge, and A. J. M. Ferreira. "A comparative study of several material models for prediction of hyperelastic properties: Application to silicone- rubber and soft tissues." *Strain* 42.3 (2006): 135-147.
- [10] Kulkarni, Parth. *Centrifugal forming and mechanical properties of silicone-based elastomers for soft robotic actuators*. Diss. Rutgers University-Graduate School-New Brunswick, 2015.
- [11] Chen, Lisha, et al. "Design and modeling of a soft robotic surface with hyperelastic material." *Mechanism and Machine Theory* 130 (2018): 109-122.
- [12] Xue, Zhou, Qiuxuan Wu, and Farong Gao. "Design and Modeling of Omni-directional Bending Pneumatic Flexible Arm." 2018 3rd International Conference on Advanced Robotics and Mechatronics (ICARM). IEEE, 2018.
- [13] Azim, Shehran, et al. "Soft tactile sensors with variable compliance." 2017 IEEE SENSORS. IEEE, 2017.
- [14] Lee, J. Kelly, Nancy Stoffel, and Kevin Fite. "Electronic packaging of sensors for lower limb prosthetics." 2012 IEEE 62nd Electronic Components and Technology Conference. IEEE, 2012.

