HAL
archives-ouvertes.fr

Dynamiques d'aspirations d'interfaces complexes

Mélanie Durth

▶ **To cite this version:**

Mélanie Durth. Dynamiques d'aspirations d'interfaces complexes. Mécanique des fluides [physics.class-ph]. Ecole Polytechnique X; Université de Séville, 2012. Français. <pastel-00700999>

HAL Id: pastel-00700999

https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00700999

Submitted on 24 May 2012

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 DE DOCTORAT EN COTUTELLE

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'ÉCOLE POLYTECHNIQUE et de
L'UNIVERSITÉ DE SÉVILLE

Spécialité : Mécanique des Fluides

Présentée par

Mélanie DURTH

Dynamiques d'aspirations d'interfaces complexes

Sera soutenue début janvier 2012 devant le jury composé de :

M.	Philippe Marmottant	Rapporteur
M.	Olivier Masbernat	Rapporteur
Mme	Françoise Brochard-Wyart	
Mme	Annie Viallat	
M.	Juan Fernandez-Garcia	Directeur de thèse
M.	Christophe Clanet	Directeur de thèse

Table des matières

I Aspiration de fluides Newtoniens **11**

1 Rappels sur les propriétés physiques des milieux continus et appareils de mesure **13**
1.1 Phase condensée en équilibre : La tension de surface γ 14
1.2 Phase condensée soumise à une perturbation 18
1.3 Les appareils de mesure 20

2 Seuil d'entraînement : un tensiomètre **27**
2.1 Déformation maximale de l'interface 28
2.2 Une valeur de la pression critique d'aspiration ΔP_c 31
2.3 Un tensiomètre 43

3 Régime oscillant d'entraînement : une horloge à bulle **47**
3.1 Un phénomène périodique 48
3.2 Régimes périodiques 58
3.3 Régimes limites et diagramme de phase 66

4 Dynamique d'aspiration à pression constante : un viscosimètre **73**
4.1 Un rhéomètre basé sur l'aspiration d'interface 74
4.2 Une mesure de la viscosité 81
4.3 Plus en détail : les limites du système 83

5 Dynamique d'aspiration à pression variable : un viscosimètre **93**
5.1 Un montage d'aspiration à pression variable 94
5.2 La réponse du liquide visqueux 98
5.3 Une évaluation de la tension de surface 106

II Aspiration de fluides complexes et d'agrégats cellulaires **113**

6 Rappel sur les fluides complexes **115**
6.1 Rhéologie des fluides complexes 116
6.2 Appareil de mesure rhéologique 121

7 Un fluide complexe : le carbopol **123**
7.1 Le carbopol 124
7.2 Aspiration du carbopol 129
7.3 Paramètres viscoélastiques 134

8 Les agrégats cellulaires **143**
8.1 Analogie entre tissus biologiques et fluides 144
8.2 Les agrégats et les micropipettes 150
8.3 Aspiration à pression constante 153
8.4 Aspiration à pression variable 158
8.5 Modèle viscoélastique 162

III Annexes **169**

A Vitesse de drainage U_d **i**

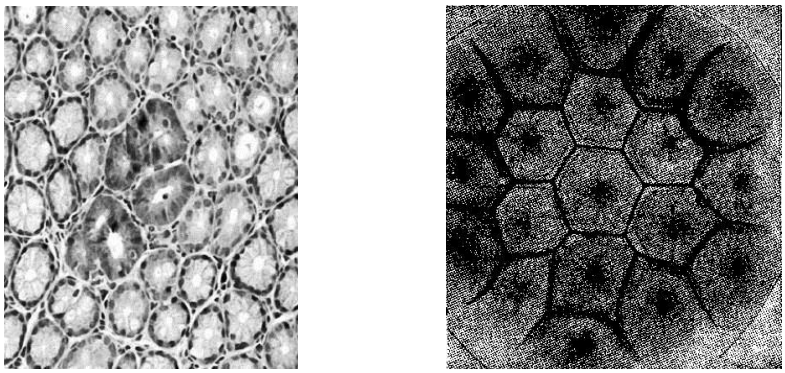
B Cisaillement dans l'écoulement de Poiseuille **iii**

C Vitesse de l'eau aspirée par un pousse-seringue **v**

D Articles **ix**

Introduction

Comprendre le monde du vivant est un enjeu complexe. Les objets biologiques présentent à la fois des propriétés chimiques (réactions, transferts d'énergie), physiques (transferts de matière, signal électrique, rayons lumineux), mathématiques (géométrie, forme) et biologiques (interactions vivantes). A partir du 19ème siècle, né l'idée de "biophysique". En 1840, les membres de la "Berlin School of Physiologist" commencent à utiliser les outils physiques et mathématiques pour la compréhension des phénomènes biologiques. Le travail le plus reconnu est celui de E. Dubois [1] qui modélise les nerfs comme des conducteurs du potentiel électrique. Cette modélisation du système nerveux permet d'expliquer en partie le fonctionnement musculaire des corps vivants. Les biologistes critiquent sévèrement cette nouvelle approche du monde vivant et caractérisent cette vision de réductrice et anti-vivant. Ce n'est que dans les années 50, avec le travail pionnier de Watson et Crick's [2] sur la structure de l'ADN que cette nouvelle thématique prend de l'ampleur. La biophysique est considérée comme discipline en elle-même en 1957 avec la fondation de la "Biophysical Society" par S.A. Talbot, K.S. Cole, E.C. Pollard et O.H. Schmitt [3].



(a) (b)

FIGURE .0.1 – (a) Cellules de l'épithélium intestinal avec des lésions prénéoplasiques (en foncé). Diamètre d'une cellule : 1-10 μm. Image issue d'internet. (b) Gouttes de chlorure de sodium colorées diffusant dans une solution moins dense du même sel. Image et légende issue de [4].

Au début du 20ème siècle, se développe également la biomathématique. Un des précurseurs de cette nouvelle vision est D'Arcy Thompson. Dans son oeuvre principale *On Growth and Form* (1917) [4], il décrit le rôle des mathématiques mais aussi de la physique et de la mécanique dans la constitution de la forme et de la structure des organismes vivants (la morphogénèse). Il explique par exemple la forme hexagonale des cellules de tissus biologiques (Figure .0.1a) par un argument géométrique (un cercle peut être en contact avec 6 cercles de même rayon) et physique (sous pression uniforme, les 6 points de contact entre les cercles deviennent des lignes). Il montre également par l'expérience que nous obtenons la même forme hexagonale avec des gouttes de liquides compressées (Figure .0.1b). La Figure .0.1a représente un tissu de cellules de l'épithélium intestinal. Nous observons la forme hexagonale des cellules et quelques cellules de formes différentes (en foncé). Ces cellules sont appelées des lésions prénéoplasiques, qui signifie "avant le néoplasme" ou plus couramment "avant la tumeur". Ces cellules sont le marqueur d'un possible développement cancéreux dû à une prolifération anormalement haute de ces cellules. Le cancer est une maladie actuellement encore très active qui a causé environ 8 millions de décès dans le monde en 2008. Comprendre le développement et la propagation de ces cellules est un enjeu primordial pour accroître notre connaissance des cancers [5]. De nos jours, la géométrie des cellules est bien connue et nous nous intéressons maintenant à la déformation de ces objets au passage dans des canaux [6, 7] et à leur comportement dans un écoulement [8, 9].

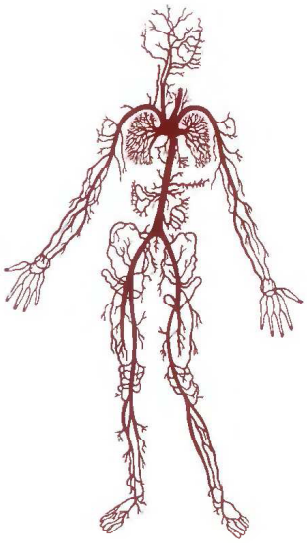


FIGURE .0.2 – Système artériel du corps humain. Image issues du livre [10].

La mécanique des fluides devient dès lors un outil très intéressant pour comprendre l'écoulement des fluides et le déplacement des cellules dans le corps humain.

Les canaux d'échange constituants le corps humains sont très variés. Le système artériel par exemple représente très bien l'étendue des différents diamètres (Figure .0.2). Le sang s'écoule de l'aorte et la veine cave qui ont un diamètre de l'ordre de 30 mm jusqu'aux capillaires sanguins de diamètre $\approx 8\ \mu m$. Le tableau .0.3 répertorie les différents canaux constituants le système artériel et le diamètre interne correspondant. Ces vaisseaux présentent une certaine élasticité ou sont parfois munis de muscles circulaires comme le sphincter qui contrôle l'ouverture ou la fermeture du vaisseau selon les besoins des organes et des tissus. Cela permet de conserver la pression moyenne dans le sang et d'assurer le bon fonctionnement du flux sanguin.

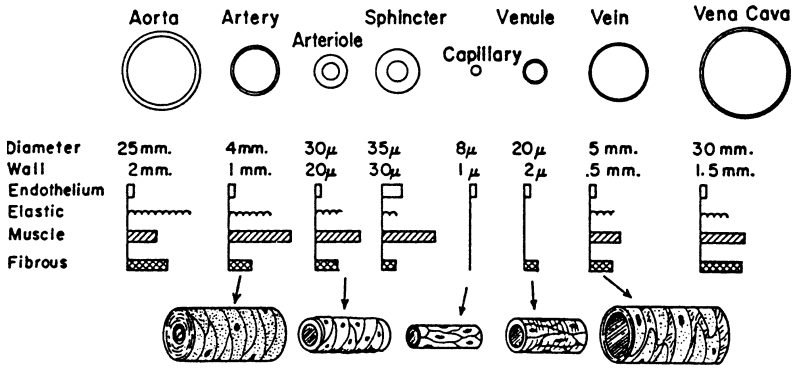
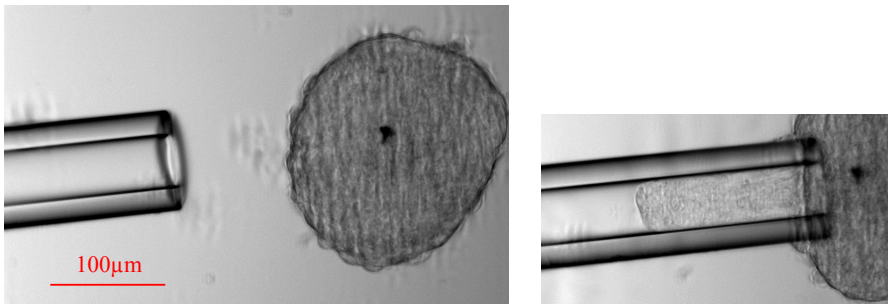


FIGURE .0.3 – Coupe des artères et veines. Les vaisseaux présentent une couche interne de cellules endothéliales et une couche externe composée de fibres élastiques et de fibres musculaires. La figure montre le degré relatif de constitution des couches pour chaque groupe de vaisseaux.

Le sang est un plasma à 70% dans lequel baigne les éléments constitutifs du sang (érythrocytes, leucocytes, thrombocytes). Le plasma est principalement un mélange d'eau (93%) et de protéines (5%). Les érythrocytes (ou hématies) ont une forme de disque biconcave de diamètre 6-8 μm et d'épaisseur maximale $1,9\ \mu m$. Ce sont eux qui donnent la couleur rouge au sang. Les leucocytes sont quasi-sphérique avec un diamètre variant de 6 à 17 μm et les thrombocytes (ou plaquettes) sont ovales avec un diamètre moyen de l'ordre de 2 à 3 μm. Le sang dans les grosses artères est considéré comme un fluide Newtonien de viscosité comparable à celle de l'eau, son principal constituant. Il a été montré par Fahraeus et Lindqvist [11] que la viscosité apparente du sang diminue lorsque le diamètre du vaisseau diminue (pour des vaisseaux allant jusqu'à 7 μm). Par ailleurs, Landis [12] postule que la viscosité apparente augmente dans les petits capillaires ($\leq 7\ \mu m$). En effet, ce résultat fut observé expérimentalement par la suite [13] et s'explique par le fait que les particules du sang ont un diamètre comparable à celui des petits capillaires. Le sang qui est une suspension de particules molles dans un fluide Newtonien montre la complexité du flux sanguin et le besoin de simplifier le problème pour comprendre pas à pas la mécanique des fluides dans le corps humain. Le système artériel est le flux principal du corps humain ($\approx 5\ L$). D'autres liquides plus locaux parcourrent le corps

humain et sont également constitués en majorité d'eau : la lymphe (dans le système lymphatique et les glandes, 93% d'eau), l'humeur aqueuse (dans l'oeil, 99% d'eau), le liquide céphalo-rachidien (autour du cerveau, 99% d'eau), les sucs digestifs (bile, suc gastrique, suc pancréatique ≈ 96% d'eau).

Nous voyons ici l'intérêt de mesurer les propriétés physiques de ces différents éléments pour comprendre la dynamique d'écoulement et expliquer certaines situations comme l'obstruction des capillaires par les hématies (la drépanocytose [14]) ou par une bulle de gaz (l'embolie [15, 16]). L'étude des objets biologiques nécessite un système efficace sur des petits volumes (cellules de diamètre ≈ 10 μm) et pouvant effectuer une mesure *In vivo* (à température du corps, avec les éléments nutritifs nécessaires). Dans le travail de thèse présenté ici, nous proposons de développer un système d'aspiration capillaire qui sollicite l'objet de manière ponctuelle et mesure ses propriétés physiques en fonction de sa déformation dans la pipette. Nous nous sommes centrés sur deux problématiques en particulier : l'obstruction des capillaires par la bile qui entraîne des lésions du foie [17] et la propagation et développement des tumeurs intestinales [18]. La photo .0.4 issue de nos expériences, montre un agrégat cellulaire aspiré à travers une micropipette. Les agrégats choisis sont des agrégats constitués de cellules de sarcome murin, caractéristiques de la tumeur. Nous voulons comprendre comment la déformation de l'agrégat dans la micropipette donne une information sur ses propriétés physiques.



(a) (b)

FIGURE .0.4 – Agrégat cellulaire aspiré dans une micropipette. Les deux photos sont à la même échelle.

Nous commençons par étalonner le système capillaire avec les fluides Newtoniens. Nous montrons comment de la déformation statique du liquide dans le capillaire, nous mesurons la tension de surface (chapitre 2). Nous passons ensuite à une étude dynamique de l'écoulement du liquide. De la loi d'avancée du liquide dans le capillaire en fonction de la pression d'aspiration, nous en déduisons la viscosité (chapitre 4 et 5). Nous utilisons alors le système pour mesurer la viscosité de la bile considérée comme un fluide Newtonien.

Une fois le système étalonné avec les fluides Newtoniens, nous passons à l'aspiration de fluides complexes dans la deuxième partie. Nous étudions en particulier

le carbopol (chapitre 7) et montrons comment l'aspiration de ce fluide permet de mesurer ses propriétés viscoélastiques. Enfin, le dernier chapitre est consacré à l'aspiration d'agrégats cellulaires. Nous utilisons tous les outils développés au cours de cette thèse pour comprendre le comportement des agrégats cellulaires.

Nous n'oublions pas que ce travail est une modélisation d'un objet vivant : l'agrégat cellulaire, par un objet idéal : une goutte de fluide. Nous ne prétendons pas déterminer avec exactitude les propriétés de l'agrégat cellulaire mais apporter quelques informations supplémentaires.

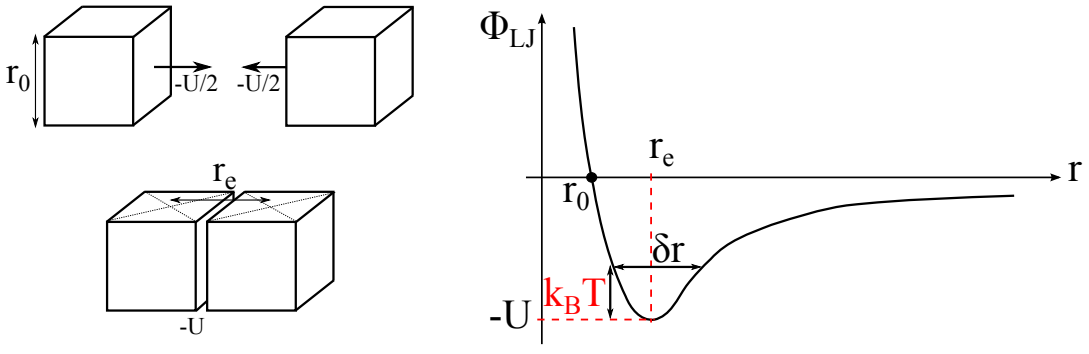
Première partie

Aspiration de fluides Newtoniens

Chapitre 1

Rappels sur les propriétés physiques des milieux continus et appareils de mesure

Il existe deux façons de décrire un ensemble de molécules : la dynamique moléculaire [19] et l'approche milieu continu [20]. Nous menons notre étude avec cette seconde approche et nous rappelons brièvement dans ce chapitre introductif l'origine physique des différents paramètres qui permettent de décrire l'équilibre et la dynamique des phases condensées.



(a) (b)

FIGURE I.1.1 – Modélisation de l'interaction entre deux molécules : (a) 2 molécules en interaction s'attirent, (b) Potentiel d'interaction ϕ_{LJ} entre deux molécules (potentiel de Lennard-Jones).

Nous modélisons la phase condensée comme un ensemble de molécules de taille r_0

(Figure I.1.1a) et d'énergie d'interaction U. L'attraction entre chaque molécule due aux forces de Van-der-Waals [21] peut être décrite par le potentiel de Lennard-Jones (courbe I.1.1b) :

$$\phi_{LJ} = 4U\left[\left(\frac{r_0}{r}\right)^{12} - \left(\frac{r_0}{r}\right)^{6}\right] \tag{I.1.1}$$

Le potentiel d'interaction ϕ_{LJ} est minimum $\phi_{LJ} = -U$ lorsque les deux molécules sont à une distance r_e. Cette distance r_e est la distance intermoléculaire d'équilibre et $r_e \approx 10^{-9}\ m$.

Du fait de l'agitation thermique, les deux molécules oscillent autour de leur position d'équilibre d'une distance δr telle que $\phi_{LJ}(r_e + \delta r) \approx -U + k_B T$, avec $k_B T$ l'énergie thermique ($k_B = 1,38.10^{-23}\ J.K^{-1}$ la constante de Boltzmann et T la température). Le potentiel associé à une variation δr s'écrit :

$$\phi_{LJ}(r_e + \delta r) = \phi_{LJ}(r_e) + \frac{\delta r^2}{2}\left.\frac{\partial^2 \phi_{LJ}}{\partial r^2}\right|_{r_e} \sim -U + \frac{\delta r^2}{2}\frac{U}{r_e^2} \tag{I.1.2}$$

De cette expression, nous estimons la déviation à la distance d'équilibre, soit : $(\delta r/r_e) \sim \sqrt{k_B T/U}$. Nous voyons que la mobilité des molécules dépend du rapport entre l'énergie d'équilibre entre deux molécules U et l'énergie thermique $k_B T$. Nous définirons ainsi les 3 états de la matière :

- état solide ($U >> k_B T$) : faible mobilité des molécules sur une distance $\delta r << r_e$.
- état liquide ($U \sim k_B T$) : les molécules peuvent se réarranger sur une distance de l'ordre de la distance intermoléculaire d'équilibre $\delta r \sim r_e$. Le temps de restructuration d'un fluide est de l'ordre : $\tau \sim r_e/c$, avec $c = \sqrt{k_B T/m}$ la célérité dans la phase condensée (m masse d'une molécule).
- état gazeux ($U << k_B T$) : grande mobilité des molécules sur des distances sans limite $\delta r >> r_e$.

1.1 Phase condensée en équilibre : La tension de surface γ

Nous représentons une phase condensée (liquide, solide) de N molécules comme un cube de surface Σ et de volume Ω (Figure I.1.2). Chaque couple de molécules est au potentiel d'équilibre $\phi_{LJ} = -U$. L'énergie totale de la phase condensée s'écrit alors :

$$E = -6 \times \frac{U}{2}\frac{\Omega}{r_e^3} + \frac{U}{2}\frac{\Sigma}{r_e^2} \tag{I.1.3}$$

où $6\Omega/r_e^3$ est le nombre total de faces dans le volume Ω et Σ/r_e^2 est le nombre de faces à la surface Σ. Cette expression montre que, à volume Ω fixé, l'énergie totale E de la phase condensée est minimale lorsque la surface Σ est minimale.

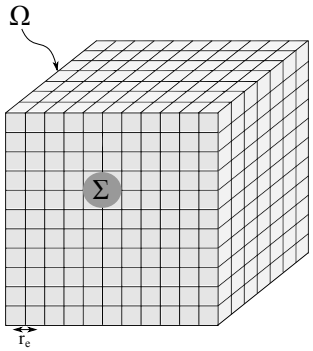


FIGURE I.1.2 – Modélisation du volume Ω d'une phase condensée.

La partie de l'énergie proportionnelle à la surface Σ est une énergie surfacique appelée tension de surface. Elle se note γ (unité N/m) et s'exprime en fonction de l'énergie d'interaction U et de la distance intermoléculaire d'équilibre r_e, soit :

$$\gamma = \frac{U}{2r_e^2} \tag{I.1.4}$$

Pour les liquides, l'énergie d'interaction est de l'ordre de l'énergie thermique $U \sim k_B T$, soit pour une température $T \approx 20°C$, la tension de surface est de l'ordre de 2.10^{-3} N/m. En effet, pour l'eau $\gamma \approx 72.10^{-3}$ N/m et pour les huiles silicones $\gamma \approx 21.10^{-3}$ N/m.

Nous voyons que la géométrie d'un volume de fluide est alors associée à la tension de surface [22]. Le liquide prendra la forme de surface minimale pour un volume donné. Par exemple, la forme d'une petite goutte d'eau de rayon R est définie par l'équilibre entre son énergie potentielle gravitaire $E_g \sim \rho g R^4$ qui tend à l'aplatir et son énergie surfacique $E_s \sim \gamma R^2$ qui tend à la rendre sphérique (la sphère est la forme géométrique ayant la surface minimale pour un volume donné [23]). La taille de la goutte R est caractérisée par le nombre de Bond :

$$Bo = \frac{E_g}{E_s} = \frac{\rho g R^2}{\gamma} = \left(\frac{R}{a}\right)^2 \tag{I.1.5}$$

La longueur capillaire $a = \sqrt{\gamma/\rho g}$ représente la taille caractéristique limite entre deux domaines : l'un dominé par l'énergie gravitaire ($R >> a$) et l'autre dominé par l'énergie capillaire ($R << a$). Pour des gouttes de rayon $R << a$, l'énergie surfacique est dominante et la goutte est sphérique. Pour des gouttes de rayon $R >> a$, l'énergie gravitaire est dominante et la goutte prend une forme de flaque [24].

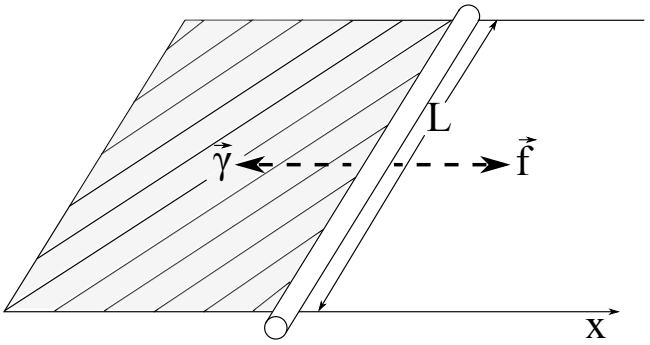


FIGURE I.1.3 – Film de liquide (tension de surface γ) tendu sur un cadre ayant 1 coté mobile.

1.1.1 La force de tension de surface

Nous tirons un film de liquide (eau et savon) avec un cadre dont l'un des côtés est mobile (Figure I.1.3). Si nous lâchons la barre mobile, le film se rétracte et tire sur la barre dans le sens $(-\vec{x})$. Cela montre que pour maintenir le film en place, il faut appliquer une force $\vec{f}$ sur la barre mobile de longueur L. Le travail de cette force $dW = fdx$ correspond à l'énergie interfaciale nécessaire pour accroître la surface du film de $dS = Ldx$, soit : $dW = 2\gamma dS$ (le préfacteur 2 vient du fait qu'un film de savon est composé de 2 interfaces liquide-gaz). Avec cette expérience, nous démontrons l'existence d'une force de tension de surface $f_\gamma = 2\gamma L$ s'exerçant sur la ligne de contact de longueur $2L$ [25].

1.1.2 Notion de mouillage, loi de Young [26]

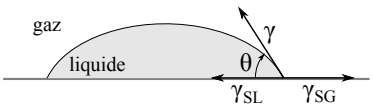


FIGURE I.1.4 – Goutte de liquide posée sur un solide plan.

Lorsque nous posons une goutte de liquide au contact d'un solide plan (Figure I.1.4), celle-ci forme un angle de contact θ avec le solide [27, 28]. Cet angle peut varier de 0 à π. La ligne de contact est en équilibre sous l'effet des 3 forces reliées aux tensions de surface : γ_{SL} (solide-liquide), γ_{SG} (solide-gaz) et γ (liquide-gaz). En projetant le bilan des 3 forces de tension de surface sur l'axe horizontal, nous obtenons la relation dite loi de Young :

$$\gamma_{SG} = \gamma_{SL} + \gamma cos\theta \tag{I.1.6}$$

L'aptitude du liquide à mouiller le solide est définie par le paramètre d'étalement $S = \gamma_{SG} - \gamma_{SL} - \gamma$ [29, 30]. Lorsque $\theta = 0$, la goutte est dite en mouillage total et $S = 0$. Lorsque $\theta = \pi$, la goutte est en démouillage total et $S = -2\gamma$.

1.1.3 La pression de Laplace ΔP_{Lap}

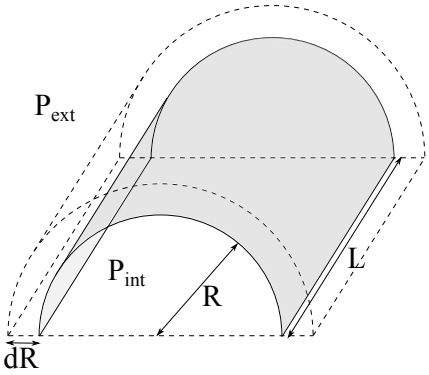


FIGURE I.1.5 – Surpression à l'intérieur d'une surface courbe.

Laplace montre en 1805 [31] que les molécules à l'intérieur d'une courbure subissent une surpression que nous notons ΔP_{Lap}. Nous considérons le problème à une dimension, soit un cylindre de rayon R et de longueur L (Figure I.1.5). Une variation du rayon $R + dR$ entraîne une variation d'énergie capillaire $dE = \gamma \times 2\pi dRL$ qui s'équilibre avec le travail fourni par les forces de pression $dW = (P_{int} - P_{ext}) \times 2\pi RdRL$. De cet équilibre, nous en déduisons l'expression de la pression de Laplace $\Delta P_{Lap} = P_{int} - P_{ext} = \gamma/R$.

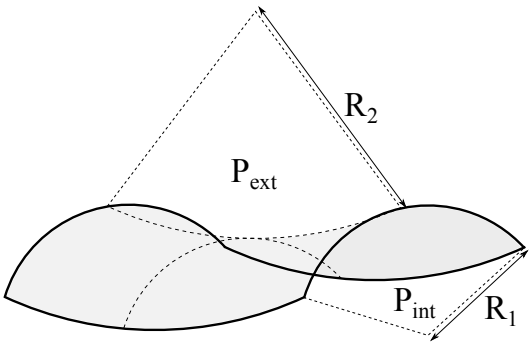


FIGURE I.1.6 – Surface courbe quelconque de rayons de courbure R_1 et R_2.

Dans le cas général d'une surface quelconque (Figure I.1.6). La loi de Laplace s'écrit :

$$\Delta P_{Lap} = \gamma \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right) \tag{I.1.7}$$

avec R_1 et R_2 les deux rayons de courbure principaux de la surface selon deux plans orthogonaux. Les rayons de courbure sont des valeurs algébriques. Selon la convention de la Figure I.1.6 : $R_1 \geq 0$ et $R_2 \leq 0$. Par exemple, la pression dans une goutte sphérique de rayon R est définie par $P = P_0 + 2\gamma/R$, avec P_0 la pression ambiante à l'extérieur de la goutte.

1.2 Phase condensée soumise à une perturbation

L'attraction entre deux molécules se caractérise par le potentiel de Lennard-Jones $\phi_{LJ} = 4U[(r_0/r)^{12} - (r_0/r)^6]$ (Figure I.1.1b) [21]. Lorsque les deux molécules oscillent de $\delta r << r_e$ autour de la position d'équilibre r_e, le potentiel se développe comme :

$$\phi_{LJ}(r_e + \delta r) \sim \phi_{LJ}(r_e) + \frac{\delta r^2}{2} \left. \frac{\partial^2 \phi_{LJ}}{\partial r^2} \right|_{r_e} \tag{I.1.8}$$

La variation quadratique du potentiel autour de la position d'équilibre se modélise par l'énergie d'un ressort de raideur k (Figure I.1.7a) tel que $k = \partial^2 \phi_{LJ}/\partial r^2|_{r_e} \sim U/r_e^2$.

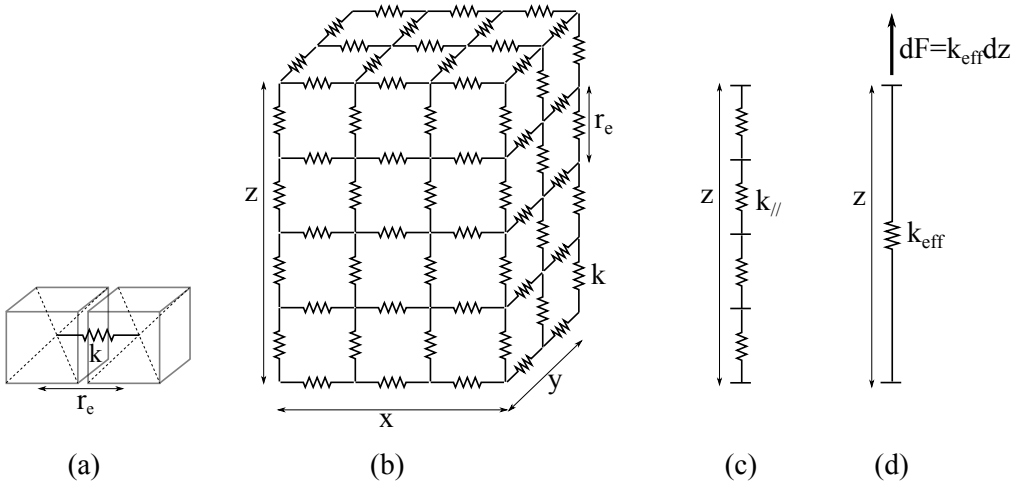


FIGURE I.1.7 – Modélisation du mouvement entre molécules : (a) 2 molécules oscillent autour de leur position d'équilibre r_e comme un ressort de raideur k, (b) Phase condensée de volume $\Omega = (xyz)$ constituée de $N_{//}$ ressorts k en parallèle par plan (xy) et N_z ressorts k en série le long de z, (c) Ressort $k_{//}$ équivalent aux $N_{//}$ ressorts k par plan (xy), (d) Ressort k_{eff} équivalent aux N_z ressorts $k_{//}$ en série le long de z.

Nous représentons la phase condensée de volume $\Omega = xyz$ (Figure I.1.7b) comme une chaîne constituée de $N_{//} = xy/r_e^2$ ressorts en parallèle par plan (xy) et $N_z = z/r_e$ ressorts en série le long de la hauteur z. Nous notons $k_{//}$ la raideur du ressort équivalent par plan (xy), soit $k_{//} = N_{//}k$ (Figure I.1.7c). Et k_{eff} la raideur équivalente des N_z ressorts $k_{//}$ en série, soit $k_{eff} = k_{//}/N_z$ (Figure I.1.7d).

Nous étirons la phase condensée de dz le long de la hauteur z, la force d'étirement s'écrit alors :

$$dF = k_{eff}dz = \frac{xy}{r_e^2}\frac{r_e}{z}kdz = \Sigma\frac{U}{r_e^3} \times \frac{dz}{z} \tag{I.1.9}$$

avec $\Sigma = xy$ la surface du plan perpendiculaire à la hauteur z. La relation entre la contrainte $\sigma = dF/\Sigma$ et la déformation $\gamma_D = dz/z$ qui décrit le comportement d'un solide élastique parfait s'écrit :

$$\sigma = G\gamma_D \tag{I.1.10}$$

avec G le module élastique. Cette équation est connue sous le nom de Loi de Hooke [32]. En faisant l'analogie avec la force d'étirement (I.1.9), nous retrouvons l'expression d'un module élastique équivalent :

$$G \sim \frac{U}{r_e^3} \tag{I.1.11}$$

Pour les solides $U >> k_BT \approx 4.10^{-21}\ N.m$ et $r_e \approx 10^{-9}\ m$, le module élastique est donc tel que $G >> 4.10^6\ Pa$. Par exemple, la glace a un module élastique de l'ordre de $10^9\ Pa$ [33]. L'acier a un module élastique de l'ordre de $2.10^{11}\ Pa$ et le bois de chêne $10^{10}\ Pa$.

Lorsqu'un liquide est sollicité sur un temps $t << \tau$ où τ est le temps de restructuration du liquide, les molécules n'ont pas le temps de se réarranger et le liquide se comporte comme un solide. Par exemple, l'huile silicone $V1000$ a un temps τ de l'ordre de $2.10^{-4}\ s$ [33]. Pour des déformations plus rapides que ce temps τ, l'huile silicone présente un module élastique $G \approx 5.10^3\ Pa$.

Nous considérons l'étirement de la phase condensée sur ce temps minimum de restructuration du liquide, soit $dz = \dot{z}\tau$. La force d'étirement s'écrit alors :

$$dF = \Sigma\frac{U}{r_e^3} \times \frac{\dot{z}\tau}{z} = \Omega\frac{U\tau}{r_e^3} \times \frac{\dot{z}}{z^2} \tag{I.1.12}$$

Au cours de la déformation, le liquide a le temps de se restructurer et nous parlons alors de viscosité. Nous reconnaissons la forme $F_v \sim \Omega\eta\dot{z}/z^2$, des forces de viscosité d'un fluide Newtonien. Par analogie avec la force d'étirement, nous retrouvons l'expression d'une viscosité équivalente :

$$\eta \sim U\tau/r_e^3 = G\tau \tag{I.1.13}$$

Nous voyons ici une définition macroscopique du temps de restructuration $\tau = \eta/G$. Pour l'eau par exemple, τ est de l'ordre de 10^{-12} s. En prenant le module élastique de la glace $G \approx 10^9$ Pa, nous retrouvons la viscosité de l'eau $\eta \approx 10^{-3}$ $Pa.s$. Pour l'huile silicone V1000 le temps de restructuration est de l'ordre de 2.10^{-4} s [33], avec le module élastique $G \approx 5.10^3$ Pa, nous retrouvons la viscosité $\eta \approx 1$ $Pa.s$.

Par cette approche milieu continu, nous avons défini des grandeurs physiques macroscopiques : tension de surface γ, élasticité G, et viscosité η, à partir des caractéristiques microscopiques de la molécule : énergie de cohésion U et distance intermoléculaire r_e. Cette modélisation macroscopique est très pratique puisqu'elle permet de comprendre la forme (γ), la déformation (G) et l'écoulement (η) des phases condensées, sans avoir à mesurer ses propriétés moléculaires. Nous allons maintenant présenter quelques appareils permettant de mesurer les grandeurs macroscopiques pour des fluides Newtoniens : tension de surface γ et viscosité η. Nous reviendrons sur le module élastique G dans la partie 2 qui sera consacrée à la caractérisation de fluides complexes.

1.3 Les appareils de mesure

1.3.1 Tensiomètres

Il existe plusieurs méthodes pour mesurer la tension de surface quand les interfaces sont fluides [21]. Nous présentons ici, deux de ces méthodes : la goutte pendante et la plaque de Wilhelmy.

Méthode de la goutte pendante :

Le principe de la goutte pendante est de laisser pendre à l'extrémité d'un tube capillaire une goutte, qui prend la forme d'une ampoule (Figure I.1.8) [22]. L'équilibre des pressions en tout point de la surface de la goutte comprend un terme de Laplace et un terme hydrostatique. Nous notons C la courbure géométrique au point A de la surface, C_0 la courbure au point O, γ la tension de surface du liquide et ρ la densité. L'équilibre des pressions au point A dans la goutte s'écrit alors :

$$\rho g z = \gamma \left(C - C_0\right) \tag{I.1.14}$$

La tension de surface γ se mesure à partir de la forme de la goutte. Nous remarquons que cette mesure n'est possible que si la courbure au point A est différente de la courbure au point O : $C - C_0 = z/a^2$. Cette méthode est donc efficace en dehors du régime sphérique de la goutte, c'est à dire pour des gouttes telles que $z \geq a$. En pratique la mesure de la tension de surface avec cette méthode se fait avec la goutte de plus gros volume possible avant détachement de la goutte [34].

L'interface au point O est sphérique, la courbure s'écrit alors $C_0 = 2\, d\theta/ds|_0$, avec s la coordonnée curviligne. Au point A, nous considérons les deux rayons de

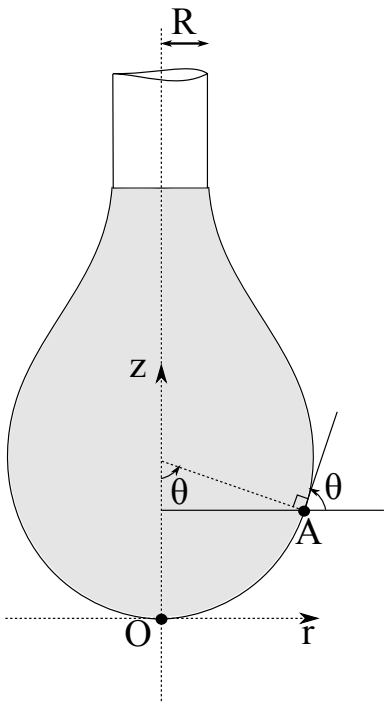


FIGURE I.1.8 – Géométrie d'une goutte pendante permettant le calcul de la tension superficielle.

courbure principaux suivants : le rayon de la méridienne $ds/d\theta$ et le rayon de la normale qui termine sur l'axe z, soit $r/sin\theta$. Nous reprenons le bilan de pression (I.1.14) avec les expressions des courbures :

$$\frac{d\theta}{ds} + \frac{sin\theta}{r} = \frac{z}{a^2} + 2\left.\frac{d\theta}{ds}\right|_0 \tag{I.1.15}$$

Cette équation (I.1.15) se résout numériquement avec l'angle $\theta(s)$. La courbure en O $(d\theta/ds|_0)$ est mesurée à partir de l'image de la goutte et l'angle est nul en O $(\theta(0) = 0)$. Nous notons également les relations géométriques $dr/ds = cos\theta$ et $dz/ds = sin\theta$.

La tension de surface γ est traitée comme un paramètre libre. Le meilleur ajustement entre la surface calculée numériquement et la surface réelle de la goutte donne une valeur de la tension de surface. La précision de cette méthode est de l'ordre de 1%. Il ne faut pas oublier que cette méthode est géométrique, il est donc important que la goutte soit en équilibre statique lors de la mesure. La dynamique de détachement de la goutte [35] met en jeu la viscosité du liquide.

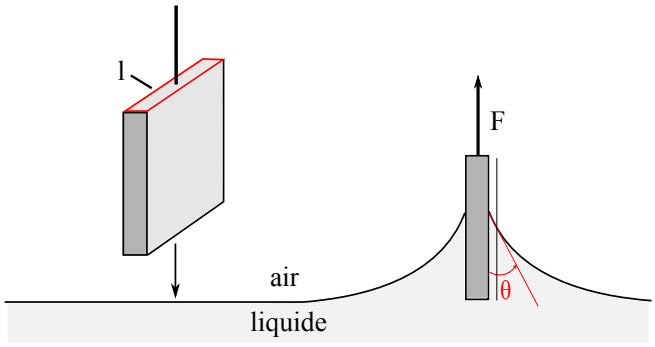


FIGURE I.1.9 – Schéma du tensiomètre qui mesure la force exercée sur la plaque au contact du liquide : méthode de Wilhelmy.

Méthode de la plaque de Wilhelmy :

Une autre méthode consiste à mesurer une force pour accéder à la tension de surface, c'est la méthode de Wilhelmy. Nous amenons un objet de géométrie définie (souvent une plaque ou une fibre) au contact du liquide à caractériser et nous mesurons la force capillaire qui s'exerce sur l'objet (voir Figure I.1.9). Cette force s'écrit :

$$F = l\gamma cos\theta \tag{I.1.16}$$

où l désigne le périmètre de la ligne de contact et θ l'angle de contact entre le liquide et la plaque. La force F est calculée à partir de la mesure du poids apparent de la plaque.

Cette méthode très simple présente un inconvénient majeur, elle contient deux inconnues γ et θ. De plus, les mesures d'angle de contact sont souvent difficiles et imprécises.

Une manière de s'affranchir de cet angle est d'utiliser un solide de haute énergie de surface, susceptible d'être mouillé par tous les liquides usuels [36]. Il est souvent utilisé des solides en platine, dont la surface se régénère facilement par un passage sous la flamme (toute poussière abaissant l'énergie de surface en s'y adsorbant, il faut les éviter au maximum). En mouillage total, l'angle de contact θ est alors considéré comme nul et la force capillaire s'exprime simplement par : $F = l\gamma$. La précision de cette méthode est également de l'ordre de 1%. Le point fort de cette expérience est qu'il est très facile de chauffer le bain de liquide et donc de faire des mesures à température contrôlée. Nous pouvons également tremper la plaque dans un bain ayant une interface liquide-liquide et en mesurer la tension interfaciale.

1.3.2 Viscosimètres

Un viscosimètre permet de mesurer la viscosité d'un liquide. Nous présentons ici, deux viscosimètres utilisés pour caractériser les fluides Newtoniens : le viscosimètre

rotatif et un viscosimètre capillaire [33].

Viscosimètre rotatif :

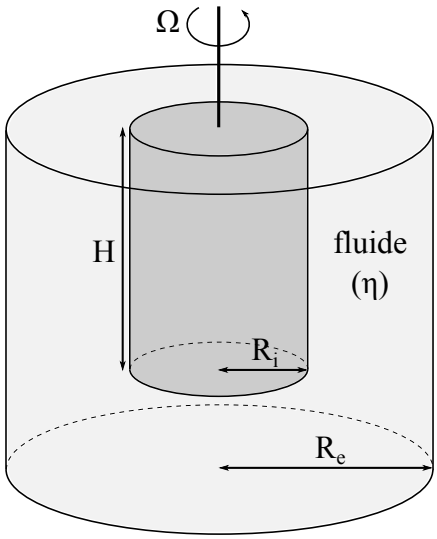


FIGURE I.1.10 – Viscosimètre de type Couette : la viscosité est mesurée à partir de la relation entre le couple mesuré et la vitesse de rotation Ω

Un viscosimètre répandu pour mesurer la viscosité des fluides Newtoniens est le viscosimètre rotatif avec une géométrie cylindre-cylindre (Figure I.1.10). Le fluide se trouve entre deux cylindres coaxiaux de rayons différents : nous notons respectivement R_i et R_e les rayons du cylindre interne et externe. Le cylindre interne tourne autour de son axe à la vitesse angulaire Ω et la viscosité η est déduite de la courbe donnant le couple Γ en fonction de la vitesse de rotation du cylindre.

Nous résolvons l'équation de Navier-Stokes en régime permanent et pour un écoulement laminaire, ce qui permet de calculer la vitesse orthoradiale v_θ avec les conditions aux limites : $v_\theta(r = R_e) = 0$ nulle aux parois du cylindre fixe et $v_\theta(r = R_i) = \Omega R_i$ égale à la vitesse de rotation aux parois du cylindre interne. De l'expression de v_θ, nous calculons la contrainte de cisaillement $\sigma_{\theta r}$ puis le couple Γ. Dans la limite $R_e >> R_i$, la relation entre le couple mesuré et la vitesse de rotation imposée s'écrit :

$$\Gamma = 2\pi\eta\ \Omega R_i^2\ H \tag{I.1.17}$$

Cette formule permet au viscosimètre de déduire la viscosité η à partir de la mesure du couple Γ en fonction de la vitesse de rotation Ω. Dans le tableau I.1.1, nous avons répertorié les viscosités mesurées avec ce type de rhéomètre pour les huiles que nous avons ensuite utilisées. L'erreur relative maximale est de 10%.

viscosité théorique ($Pa.s$)	viscosité mesurée ($Pa.s$)
0,1	0,102
0,5	0,55
1	1,08
10	10,834
100	111
1000	1075

TABLE I.1.1 – Mesures de viscosité avec le viscosimètre de Couette.

Viscosimètre capillaire :

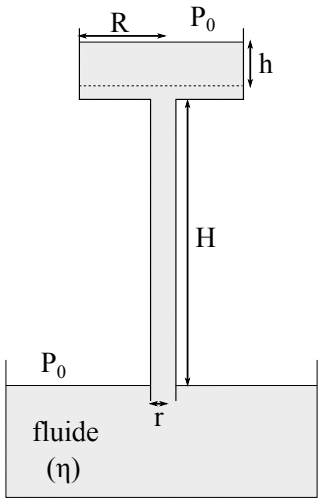


FIGURE I.1.11 – Rhéomètre de type capillaire : la viscosité est mesurée à partir du temps que met le volume du réservoir à s'écouler.

Il existe une autre sorte de rhéomètre de type capillaire (Figure I.1.11). Un long tube capillaire vertical de rayon r, surmonté d'un réservoir de rayon $R >> r$, plonge dans un récipient de grande taille rempli d'un liquide de viscosité η. Le liquide est aspiré jusqu'au trait supérieur du réservoir, puis mis à la pression atmosphérique P_0. La viscosité est obtenue en mesurant le temps que met le réservoir à se vider sous l'action de la gravité.

La dissipation visqueuse dominante est celle due à l'écoulement dans le capillaire si $r << R$ et $H >> h$. L'écoulement est de type Poiseuille et le débit dans le capillaire s'exprime : $Q = \pi r^4 \rho g / 8\eta$. Nous en déduisons le temps que met le réservoir à se vider : $t_v = \Omega/Q = 8\eta\Omega/\pi r^4 \rho g$, avec $\Omega = h\pi R^2$ le volume du réservoir. En mesurant ce temps t_v, nous avons une mesure de la viscosité η.

Pour cette expérience, il faut faire attention à la longueur d'établissement l_p de l'écoulement de Poiseuille. Le liquide atteint sa vitesse finale $v = Q/\pi r^2$, sur une longueur l_p telle que :

$$l_p = \frac{\rho v r^2}{\eta} = \Re \times r \tag{I.1.18}$$

avec $\Re = \rho v r/\eta$, le nombre de Reynolds associé à l'écoulement. Il faut donc vérifier que le nombre de Reynolds soit petit $\Re << 1$ et que la longueur d'entrée soit négligeable $l_p << H$.

Conclusion

Les appareils que nous venons de décrire donnent une mesure précise de la tension de surface et de la viscosité mais fonctionnent tous avec un volume important de liquide. Dans le but de passer à l'étude d'objets biologiques, nous désirons développer un système qui permette de travailler avec de faibles volumes (échantillon de bile de souris de 20 μl, agrégats cellulaires de rayon 200 μm). De plus, il est nécessaire de sortir l'objet de son environnement pour que ces appareils puissent mesurer ses propriétés. Ces systèmes ne sont pas adaptés pour la caractérisation des tissus biologiques qui changent de propriétés lorsqu'ils sont en dehors du corps vivant (température à $37°C$, liquide nutritif). Nous cherchons donc un système qui permette des mesures *In vivo* et qui soit efficace avec des faibles volumes.

Chapitre 2

Seuil d'entraînement : un tensiomètre

2.1 Déformation maximale de l'interface 28

2.1.1 Une bulle coincée à l'entrée d'un capillaire 28

2.1.2 Montage expérimental 29

2.1.3 Au delà de ΔP_c 31

2.2 Une valeur de la pression critique d'aspiration ΔP_c . . . 31

2.2.1 La dépression critique ΔP_c 31

2.2.2 Forme de la bulle 34

2.2.3 Bilan des pressions 38

2.2.4 Mesure de la pression minimale d'aspiration : influence du rayon de la bulle 42

2.3 Un tensiomètre 43

2.3.1 Mesure de la tension de surface 43

2.3.2 Application aux cellules (granulocytes) 44

Dans ce deuxième chapitre, nous cherchons à mesurer la pression minimale ΔP_c nécessaire pour aspirer une bulle de rayon R à travers un capillaire cylindrique de rayon $r < R$.

Nous décrivons d'abord le montage expérimental avec lequel nous mesurons la pression critique ΔP_c. Puis par un bilan de pression hydrostatique, nous déterminons l'expression de cette pression critique en fonction des paramètres du système $\Delta P_c = f(r, R, \gamma)$, avec γ la tension de surface du liquide.

Enfin, nous montrons comment ce système peut être utilisé comme un tensiomètre et l'appliquons à la mesure de tension de surface de cellules biologiques.

2.1 Déformation maximale de l'interface

2.1.1 Une bulle coincée à l'entrée d'un capillaire

Un accident connu des plongeurs sous marin est l'embolie pulmonaire [15, 16]. Cette embolie dite embolie gazeuse survient lors de la remontée du plongeur à la surface. Les bulles d'azote passées dans les tissus pendant la plongée, augmentent de volume lors de la remontée (loi de Boyle-Mariotte) et créent une surpression dans les artères. Lorsque cette surpression devient trop importante comparée à la dépression dans l'écoulement, la bulle bouche l'artère et le plongeur peut souffrir par exemple d'un accident vasculaire cérébral [37].

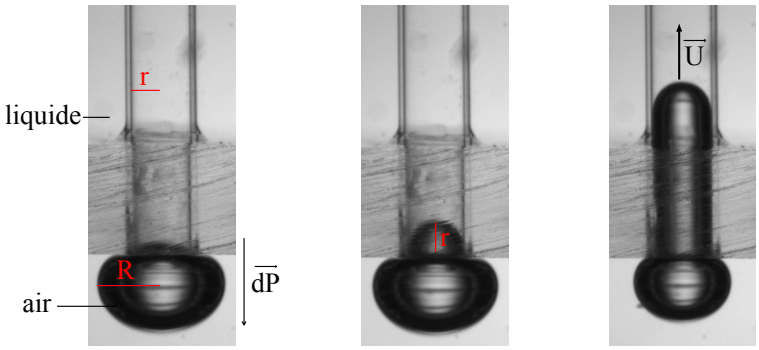


FIGURE I.2.1 – Aspiration d'une bulle à travers un capillaire ($r = 1\ mm$) : (a) Position initiale statique ($dP \approx 0$) ; (b) Position statique limite ($dP < \Delta P_c$) ; (c) bulle en mouvement ($dP > \Delta P_c$).

De façon à comprendre les conditions d'obstruction d'une artère par une bulle, nous avons simplifié le système en plaçant une bulle de rayon R à l'entrée d'un capillaire circulaire de rayon r, telle que $R > r$. Le passage d'une bulle par une contraction est une problématique très intéressante dans le domaine de la microfluidique [38], de la microfiltration [39] ou dans le domaine médical [16]. Ici, nous utilisons un capillaire rigide et la bulle reste bloquée à l'entrée du capillaire (Figure I.2.1a). Puis nous imposons une dépression hydrostatique dP constante de part et d'autre de la bulle à l'aide du montage représenté dans la Figure I.2.2. La dépression dP est contrôlée par la différence de hauteur dh entre les interfaces I_1 et I_2 : $dP = \rho g dh$. Nous observons que pour les dépressions inférieures à une valeur critique ΔP_c, la bulle se déforme et reste bloquée (Figure I.2.1b). Et pour des dépressions supérieures à ΔP_c, l'interface dans le capillaire se met en mouvement (Figure I.2.1c). Dans ce chapitre, nous cherchons à déterminer la loi $\Delta P_c(r, R)$.

2.1.2 Montage expérimental

Afin de mesurer la pression critique d'aspiration ΔP_c, nous utilisons le montage schématisé dans la Figure I.2.2. Il s'agit d'un système d'aspiration capillaire permettant d'appliquer une dépression hydrostatique constante de part et d'autre de la bulle.

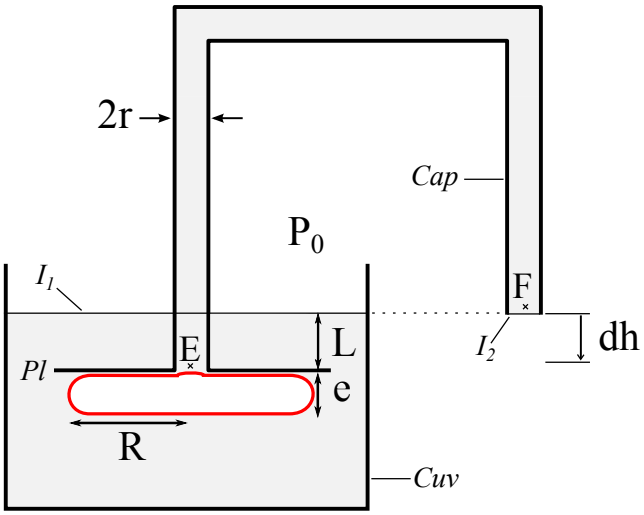


FIGURE I.2.2 – Schéma du montage d'aspiration d'interface par dépression hydrostatique.

La cuve *Cuv* et le capillaire *Cap* sont remplis de liquide tels que l'interface I_1 dans la cuve soit à la même hauteur que l'interface I_2 au niveau de l'extrémité extérieure F du capillaire : le système est initialement en équilibre. Nous formons ensuite une bulle d'air de rayon R à l'extrémité E du capillaire. La bulle formée reste en équilibre hydrostatique et ne monte pas dans le capillaire.

Afin de travailler sur une large gamme de tailles de bulles R, nous collons une plaque *Pl* au bout de l'extrémité E du capillaire. La plaque, du même matériau que le capillaire, est trouée de façon à ce que le capillaire rentre exactement dans ce trou. La plaque suit alors la continuité du capillaire comme le montre le schéma de la Figure I.2.2 et permet ainsi de faire des bulles de rayon R beaucoup plus grand que le rayon du capillaire r.

La Figure I.2.3 présente 3 exemples de différentes formes de bulles avec lesquelles nous avons travaillé. Nous avons d'abord aspiré des bulles sphériques de petits rayons ($R \sim 2\ mm$), photo I.2.3a. Puis nous avons augmenté le rayon ($R \sim 5\ mm$) et aspiré des bulles ayant une forme que nous qualifions de demi-sphérique : l'interface supérieure est écrasée contre la plaque et la courbure de l'interface inférieure est non nulle (I.2.3b). Enfin, nous avons augmenté le rayon de la bulle ($R > 10\ mm$) : la bulle est aplatie contre la plaque, la courbure de l'interface inférieure est quasiment

nulle. La bulle est dans le régime des bulles appelées *flaques* [24] (I.2.3c). Les rayons de courbure inférieur et supérieur de la bulle sont respectivement notés R_{inf} et R_{sup}.

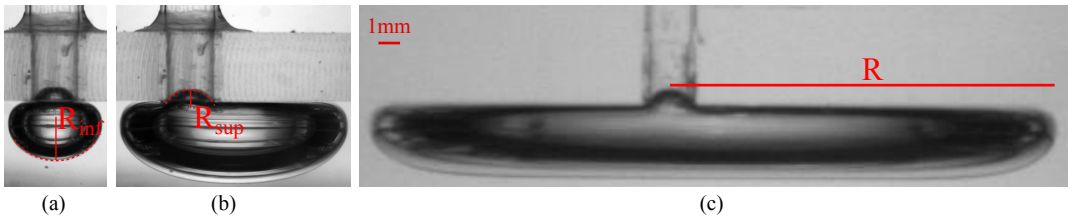


FIGURE I.2.3 – Différents type de bulles étudiées : (a) Sphérique, $R = 1,90\ mm$; (b) Intermédiaire, $R = 4,70\ mm$; (c) Flaque, $R = 17,6\ mm$. Rayon du capillaire $r = 1\ mm$.

Initialement, les interfaces I_1 et I_2 sont à la même hauteur et la bulle est en équilibre à l'entrée du capillaire. Avec une vis micrométrique, nous baissons alors l'extrémité F du capillaire d'une hauteur dh de l'ordre de 10 μm, imposant ainsi une dépression hydrostatique $dP \sim \rho g dh$ au niveau de l'interface supérieure de la bulle. L'interface supérieure se déforme et la bulle reste en équilibre hydrostatique. Nous répétons l'opération jusqu'à atteindre la hauteur h_c critique, à partir de laquelle l'interface supérieure de la bulle se met alors en mouvement : la bulle n'est plus en équilibre, elle monte dans le capillaire.

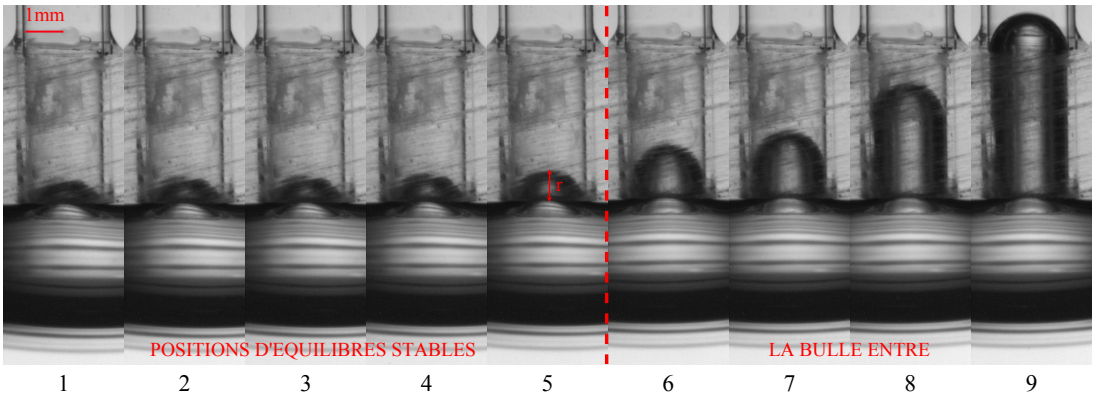


FIGURE I.2.4 – Evolution de la déformation d'une bulle de rayon $R = 5,53r$ dans de l'éthanol. Photos 1 à 4 : on augmente $dh = 440$, 540, 640 et 740 μm. Photo 5 : hauteur critique $h = 840\ \mu m$. Photos 5 à 9 : $dh = 840\ \mu m$, prises à intervalle de temps constant : $0,5\ s$.

Les photos de la figure I.2.4 représentent différentes étapes de la déformation d'une bulle d'air dans de l'éthanol à travers un capillaire de rayon $r = 1\ mm$. Dans les 5 premières images, le déplacement de la bulle est proportionnel au déplacement du tube dh (= 440, 540, 640, 740 et 840 μm) et à chaque position, la bulle est stable.

A l'image 5, l'interface supérieure de la bulle atteint la courbure $2/r$ pour la hauteur critique $h_c = 840\ \mu m$. La moindre vibration déstabilise la bulle et elle entre dans le capillaire, les images 5 à 9 sont prises à un intervalle de temps constants ($0,5\ s$) pour la même hauteur $h_c = 840\ \mu m$. Nous mesurons alors la dépression critique $\Delta P_c = \rho g h_c$ pour différents paramètres du montage.

2.1.3 Au delà de ΔP_c

Au delà de ΔP_c, la bulle se met en mouvement et est entièrement aspirée dans le capillaire. La Figure I.2.5 représente l'évolution d'une bulle lors d'une aspiration à pression constante $dP > \Delta P_c$. La bulle entre dans le capillaire (photos 2) et continue d'avancer jusqu'à ce qu'elle se pince à l'entrée du capillaire (photo 3). La bulle est toujours aspirée puis elle se pince à nouveau à l'entrée du capillaire (photo 4). Enfin, la bulle est entièrement aspirée (photo 5). Nous détaillerons la dynamique de la bulle dans le chapitre suivant. Dans ce chapitre, nous nous concentrons sur la mesure de la dépression critique ΔP_c.

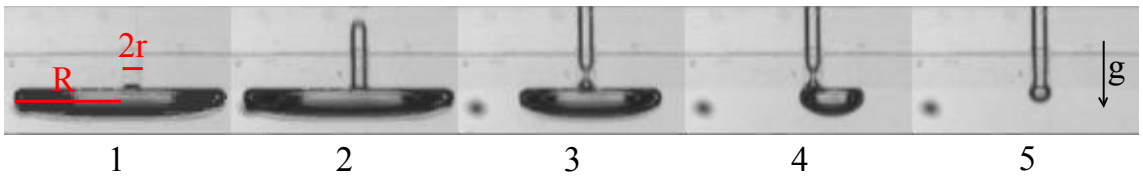


FIGURE I.2.5 – Evolution de la bulle pendant l'aspiration : elle se brise à l'entrée du capillaire. Temps : $t(1) = 0\ s$, $t(2) = 4\ s$, $t(3) = 21\ s$, $t(4) = 30\ s$ et $t(5) = 33\ s$.

2.2 Une valeur de la pression critique d'aspiration ΔP_c

2.2.1 La dépression critique ΔP_c

Selon le protocole décrit précédemment, nous mesurons la hauteur critique h_c à partir de laquelle la bulle se met en mouvement et nous en déduisons la dépression critique $\Delta P_c = \rho g h_c$. Nous avons fait ces mesures pour les différents liquides présentés dans le tableau I.2.1. Pour chaque mesure, nous faisons varier le rayon de la bulle R de la gamme la plus petite jusqu'à la plus grande que le montage expérimental permette. En pratique, le rayon R varie de 1 mm jusqu'à 18 mm.

En premier lieu, nous avons testé l'eau et l'éthanol qui ont une viscosité similaire $\eta \sim 0,001\ Pa.s$ et une tension de surface différente $\gamma_{eau} = 0,072 > \gamma_{et} = 0,022\ N/m$. Dans la Figure I.2.6, nous traçons la pression critique ΔP_c en fonction du

	$\rho\ (kg.m^{-3})$	$\eta\ (Pa.s)$	$\gamma\ (N/m)$	$a = \sqrt{\gamma/\rho g}\ (mm)$
eau	998	$0,001$	$0,072$	$2,7$
éthanol	789	$0,0012$	$0,022$	$1,68$
huile silicone V10^4	950	10	$0,021$	$1,50$
huile silicone V10^5	950	100	$0,021$	$1,50$

TABLE I.2.1 – Propriétés des fluides Newtoniens utilisés à $20°C$.

rayon de la bulle R mesurée pour l'eau et l'éthanol, avec un capillaire de rayon $r = 1\ mm$.

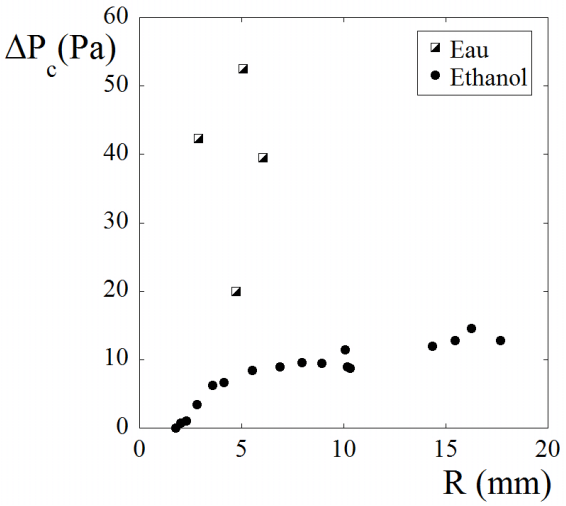


FIGURE I.2.6 – Pression critique ΔP_c en fonction du rayon de la bulle R pour l'eau et l'éthanol. Rayon du capillaire $r = 1\ mm$.

Nous remarquons que les mesures faîtes avec l'éthanol suivent une tendance continue : la pression critique ΔP_c est d'autant plus grande que le rayon de la bulle R est grand. Pour l'eau, les mesures sont plus dispersées et nous mesurons 2 pressions critiques différentes pour le même rayon $R \approx 5\ mm$.

Dans l'eau, l'interface supérieure de la bulle vient au contact de la plaque, se colle et démouille cette zone de contact (voir schéma I.2.7). Lorsque nous appliquons une dépression, la ligne de contact entre l'air de la bulle, l'eau et la plaque, se déplace par à-coups. La dynamique de décrochage et accrochage de la ligne de contact [40] ne permet pas d'avoir des mesures reproductibles de la pression critique ΔP_c. Afin de s'affranchir de la ligne de contact, nous travaillons uniquement avec des liquides mouillants. Le capillaire et la plaque étant en verre, nous utilisons de l'éthanol et des huiles silicones.

Nous commençons par tester le système avec de l'éthanol, choisi pour sa faible viscosité, et nous varions le rayon du capillaire de $r = 0,4$ à $1\ mm$. Nous choisissons

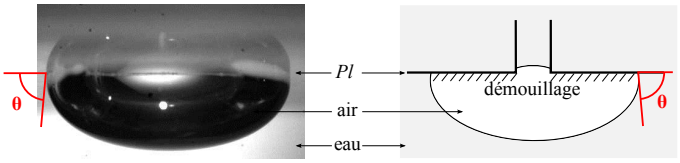


FIGURE I.2.7 – (a) Photo d'une bulle d'air au contact de la plaque dans de l'eau ; (b) Schéma de la zone de démouillage.

ces capillaires de telle sorte que le rayon r soit plus petit que la longueur capillaire des liquides utilisés (voir tableau I.2.1). Avec cette gamme de capillaires, nous nous affranchissons des effets de la gravité à l'intérieur du capillaire. L'interface de la bulle à l'intérieur du capillaire prend la forme d'une calotte sphérique.

Dans le graphe I.2.8, nous traçons la pression critique ΔP_c en fonction du rayon de la bulle R, et cela pour les trois capillaires de rayons différents. Nous vérifions une seconde fois que la pression ΔP_c est d'autant plus importante que le rayon R de la bulle est grand. Nous remarquons aussi que la pression ΔP_c est d'autant plus grande que le rayon r du capillaire est petit.

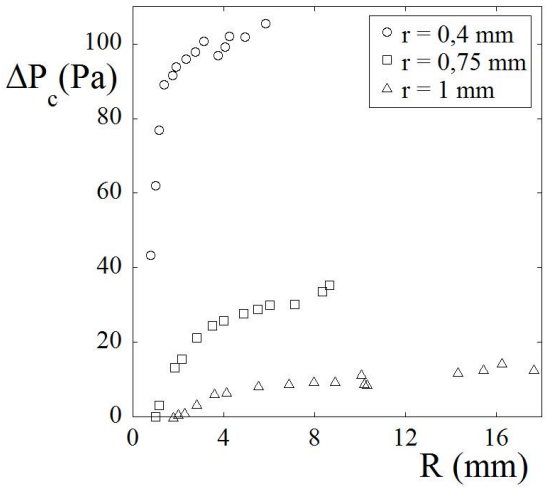


FIGURE I.2.8 – Pression critique ΔP_c en fonction du rayon de la bulle R pour différents rayons de capillaire. Liquide utilisé : éthanol.

Enfin nous testons les effets de la viscosité avec deux huiles silicones de viscosités différentes ($\eta = 0,01$ et $0,1$ $Pa.s$) qui ont la caractéristique d'avoir une densité et une tension de surface constantes. Dans la Figure I.2.9, nous traçons la pression critique ΔP_c en fonction du rayon de la bulle R pour les deux huiles de différentes viscosités : $\eta = 0,01$ et $0,1$ $Pa.s$, et un capillaire de rayon $r = 0,75$ mm. Nous ne voyons aucune différence entre les deux séries de mesures.

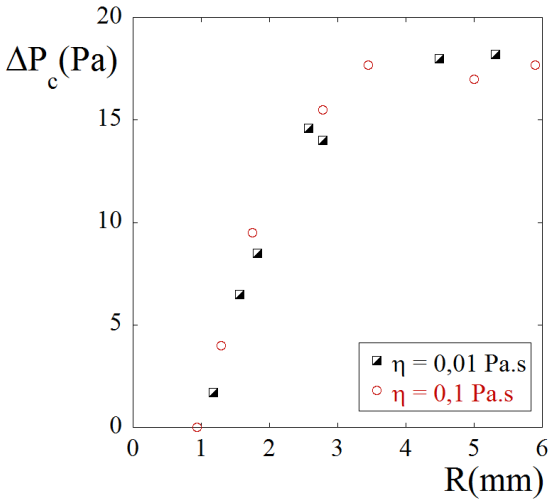


FIGURE I.2.9 – Pression critique ΔP_c en fonction du rayon de la bulle R pour différentes viscosités d'huile silicone. Rayon du capillaire $r = 0,75\ mm$.

Les effets visqueux n'entrent pas en jeu dans la caractérisation de la pression critique ΔP_c. Les paramètres jouant un rôle important sont la taille de la bulle R et le rayon du capillaire r. Nous développons donc un modèle statique basé sur la forme des bulles pour déterminer l'expression de la pression critique ΔP_c.

2.2.2 Forme de la bulle

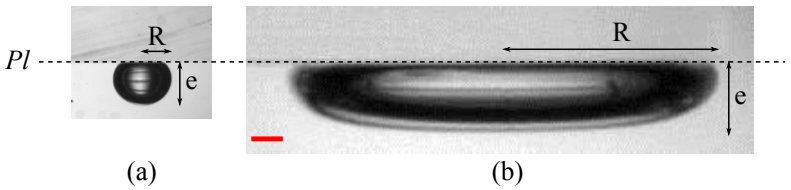


FIGURE I.2.10 – Photos de bulles d'air dans de l'éthanol coincées sous une plaque en plastique : (a) $R \leq a$, (b) $R >> a$. La barre rouge sur l'image (b) correspond à la longueur capillaire pour l'éthanol $a = 1,68\ mm$. Les deux photos sont à la même échelle.

La forme d'une bulle immergée dans un liquide sous une plaque (Figure I.2.10) est déterminée par l'équilibre entre la force de capillarité qui tend à la rendre sphérique et la gravité qui l'aplatit contre la plaque. Nous caractérisons la bulle par son rayon R dans le plan de la plaque et par l'épaisseur e dans la direction perpendiculaire. Nous différencions deux régimes selon $R \leq a$ (la capillarité domine devant la gravité et la bulle est quasi sphérique) ou $R >> a$ (la gravité domine devant la capillarité

et la bulle s'étale comme une flaque).

a/ Sphères ($R \leq a$)

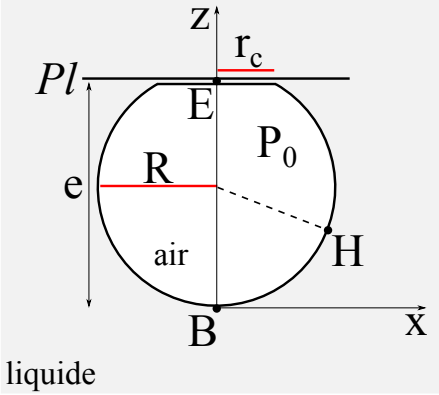


FIGURE I.2.11 – Forme d'une petite bulle ($R \leq a$).

Pour les bulles de rayon inférieur à la longueur capillaire $R \leq a$, la gravité est négligeable devant la force capillaire. La pression dans la bulle d'air est uniforme P_0. La différence de pression entre le point B et un point H quelconque à la surface de la bulle (Figure I.2.11), s'exprime de deux manières : en passant par l'intérieur de la bulle $P_B - P_H = (P_0 - 2\gamma/R_B) - (P_0 - 2\gamma/R_H)$ et en passant par le liquide $P_B - P_H = \rho g z$. Nous notons R_B et R_H les courbure respectives aux points B et H. Le rayon de courbure R_H en un point quelconque est donc tel que :

$$\frac{1}{R_H} = \frac{1}{R_B} + \frac{z}{2a^2} \tag{I.2.1}$$

Dans le régime des petites bulles ($R << a$), nous avons $z << a$. Le rayon de courbure de la bulle est alors quasi constant : $R_H \approx R_B \approx R$ sur toute la surface de la bulle. La bulle est quasi sphérique et l'épaisseur de la bulle e s'exprime en fonction du rayon R, soit $e \approx 2R$.

Au contact de la plaque, la bulle s'écrase contre la plaque. L'interface est plane et la pression au point E est la même que dans la bulle $P_E \approx P_0$. La plaque ressent une surpression $\Delta P = 2\gamma/R$ sur la zone de contact de taille r_c qui correspond à la poussée de la bulle, soit :

$$\Delta P \pi r_c^2 \approx \frac{4}{3}(\rho - \rho_{air}) g \pi R^3 \tag{I.2.2}$$

Nous considérons que la densité de l'air est négligeable devant celle du liquide $\rho - \rho_{air} \approx \rho$. Dans le cas d'une goutte de liquide, il faut considérer la différence des

densités $\Delta\rho$. La taille de la zone de contact dans le cas des petites bulles ($R << a$) vaut alors :

$$r_c \approx a\sqrt{\frac{2}{3}}\left(\frac{R}{a}\right)^2 \tag{I.2.3}$$

Cette loi a été proposée par Mahadevan et Pomeau [41] et vérifiée expérimentalement par Aussillous et Quéré [42].

b/ Flaques ($R >> a$)

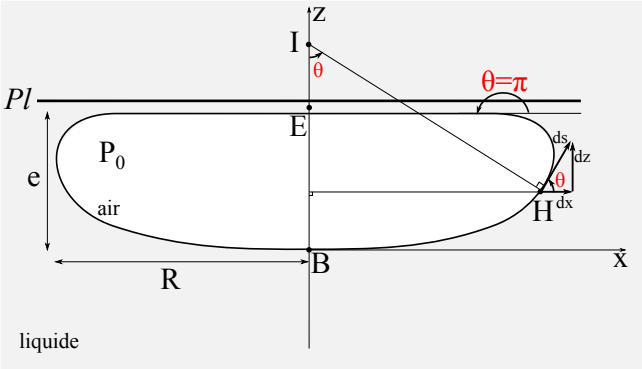


FIGURE I.2.12 – Schéma de la forme d'une grande bulle ($R >> a$).

Lorsque le rayon de la bulle augmente et devient plus grand que la longueur capillaire, la bulle subit alors les effets de la gravité. La bulle s'écrase contre la plaque et prend une forme de flaque (Figure I.2.12). La forme de la flaque est définie par son volume Ω et l'angle de contact de la bulle avec la plaque $\theta \in [0, \pi]$. Les liquides utilisés dans nos expériences (voir I.2.1) sont mouillants. D'après les conventions choisies (Figure I.2.12), l'angle de contact de la bulle avec la plaque est donc : $\theta \approx \pi$.

En un point quelconque H, la pression s'exprime en passant par deux chemins différents. Le premier chemin passe par l'extérieur de la bulle à partir du point B :

$$P_H = P_B - \rho g z \tag{I.2.4}$$

avec z l'ordonnée du point H définie dans la Figure I.2.12. Le deuxième chemin passe par l'intérieur de la bulle à partir du point B :

$$P_H = P_B + \frac{2\gamma}{R_B} - \gamma\left(\frac{1}{HI} + \frac{1}{d}\right) \tag{I.2.5}$$

où d est le rayon de courbure de la méridienne passant par H et HI la normale terminant sur l'axe vertical (Figure I.2.12). Au point B, les rayons de courbures

principaux sont égaux, nous notons R_B le rayon de courbure en B. Ce paramètre dépend du volume Ω de la bulle, nous pouvons seulement voir géométriquement que $R_B \geq R$ (Figure I.2.12).

En coordonnées curvilignes (s est l'abscisse curviligne) et cartésiennes, les courbures au point H s'écrivent :

$$\frac{1}{d} = \frac{d\theta}{ds} \quad \text{et} \quad \frac{1}{HI} = \frac{sin\theta}{x} \tag{I.2.6}$$

D'après les équations (I.2.4), (I.2.5) et (I.2.6), l'équation différentielle entre les abscisses curviligne et cartésiennes et l'angle de contact θ, s'écrit :

$$\frac{z}{a^2} = \frac{d\theta}{ds} + \frac{sin\theta}{x} - \frac{2}{R_B} \tag{I.2.7}$$

L'ordre de grandeur des différents termes de cette équation en fonction des paramètres géométriques de la bulle est le suivant :

$$\frac{z}{a^2} \sim \frac{e}{a^2} \; ; \; \frac{d\theta}{ds} \sim \frac{1}{e} \; ; \; \frac{sin\theta}{x} \sim \frac{1}{R} \text{ et } \frac{2}{R_B} \sim \frac{2}{R} \tag{I.2.8}$$

Pour le régime des flaques ($R >> a$ et $R >> e$), nous voyons que les termes $sin\theta/x$ et $2/R_B$ sont négligeables.

Nous décomposons le terme $d\theta/ds = (d\theta/dz)(dz/ds)$, avec $dz/ds = sin\theta$ et nous intégrons les termes dominants de l'équation (I.2.7) sur l'épaisseur e de la flaque, avec l'angle θ qui varie de 0 à π, soit :

$$\int_0^e \frac{z}{a^2} dz = \int_0^\pi sin(\theta) d\theta \tag{I.2.9}$$

L'épaisseur de la flaque est donc :

$$e = 2a \tag{I.2.10}$$

L'équation différentielle complète (I.2.7) peut être intégrée numériquement, avec $dx/ds = cos\theta$ et $dz/ds = sin\theta$. Les conditions aux limites imposent une tangente horizontale en haut et en bas de la bulle. La solution numérique permet de définir la forme de la goutte pour tout rayon R.

Dans la Figure I.2.13, nous représentons l'épaisseur normalisée $e/2a$ en fonction du rayon normalisé R/a. Nous avons superposé nos mesures d'épaisseur de bulles e immergées dans de l'éthanol avec la solution numérique présentée par P.Aussillous dans sa thèse [43] (en rouge). Nous retrouvons les deux régimes limites (en pointillé) : bulles sphériques ($e = 2R$) et flaques ($e = 2a$).

De ces considérations, nous voyons que les grandes bulles ($R \geq 3a$) donnent directement une information sur la tension de surface du liquide. Il suffit de mesurer l'épaisseur de la bulle e pour connaître la longueur capillaire $a = e/2$ et en déduire

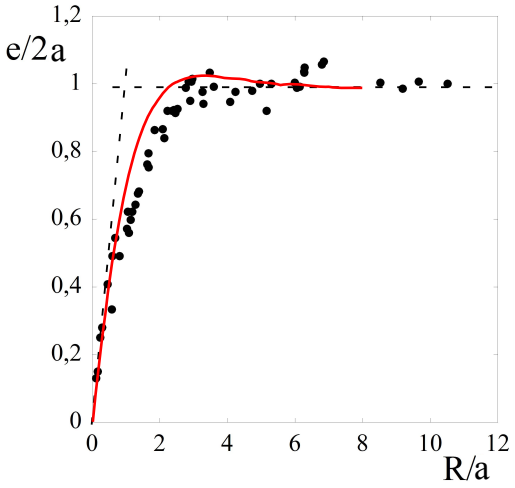


FIGURE I.2.13 – Epaisseur de la bulle normalisée $e/2a$ en fonction du rayon normalisé R/a. Points expérimentaux mesurés dans éthanol et solution numérique présentée par P.Aussillous [42].

la tension de surface γ.

En biologie, la contrainte des petits volumes fait qu'il est parfois impossible d'utiliser les tensiomètres existants. Nous nous intéresserons alors particulièrement aux bulles de petits volumes ($R \leq 3a$), et nous verrons comment la mesure de la pression minimale ΔP_c nécessaire pour aspirer une bulle donne un moyen de mesurer la tension de surface.

2.2.3 Bilan des pressions

Dans le cas général, nous considérons une bulle quelconque définie par le rayon $R \geq r$ dans le plan de la plaque, l'épaisseur e au niveau de l'axe du capillaire et les deux rayons de courbure R_{inf} et R_{sup} (Figure I.2.14). Nous observons au cours des expériences, que la bulle monte initialement de la hauteur H_b dans le capillaire. Cette hauteur H_b est toujours inférieure à r, sinon la bulle est aspirée dans le capillaire. Nous définissons l'épaisseur e de la bulle au niveau de l'axe du capillaire. L'épaisseur e correspond alors à l'épaisseur de la bulle sous la plaque plus la hauteur H_b de déformation dans le capillaire. Si la bulle est plus petite que le capillaire $R \leq r$, elle monte alors naturellement dans le capillaire par les effets de gravité, et ce cas ne nous intéresse pas.

Pour comprendre la déformation de l'interface supérieure de la bulle $1/R_{sup}$ en fonction de la dépression appliquée ρgdh , nous déterminons la pression au point E à partir de 2 chemins différents.

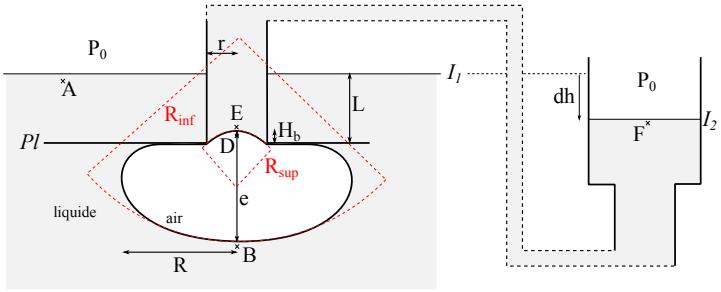


FIGURE I.2.14 – Schéma d'une bulle de rayon R à l'entrée du capillaire de rayon r.

D'un coté, nous calculons la pression P_E à partir de l'extrémité extérieure F du capillaire (Figure I.2.14) :

$$\begin{aligned} P_F &= P_0 \\ P_E &= P_F + \rho g(L - H_b) - \rho g dh = P_0 + \rho g(L - H_b - dh) \end{aligned}$$

De l'autre coté, nous calculons la pression P_E à partir du point A dans la cuve :

$$\begin{aligned} P_A &= P_0 \\ P_B &= P_A + \rho g(L + e - H_b) \\ P_D &= P_B + \frac{2\gamma}{R_{inf}} \\ P_E &= P_D - \frac{2\gamma}{R_{sup}} = P_0 + \rho g(L - H_b + e) + \frac{2\gamma}{R_{inf}} - \frac{2\gamma}{R_{sup}} \end{aligned}$$

Le bilan des pressions au point E donne la relation entre les courbures R_{inf} et R_{sup} de la bulle et la dépression appliquée $dP = \rho g dh$, soit :

$$\frac{2\gamma}{R_{sup}} - \frac{2\gamma}{R_{inf}} = \rho g(dh + e) \tag{I.2.11}$$

Nous réécrivons la relation (I.2.11) en normalisant par la pression de Laplace associée au rayon du capillaire $\Delta P_{Lap} = 2\gamma/r$, soit :

$$\frac{r}{R_{sup}} = \frac{r}{R_{inf}} + \frac{\rho g e}{\Delta P_{Lap}} + \frac{dP}{\Delta P_{Lap}} \tag{I.2.12}$$

Nous notons $r/R_0 = r/R_{inf} + \rho g e/\Delta P_{Lap}$, la courbure supérieure initiale de la bulle normalisée par le rayon du capillaire. Si nous considérons le triangle grisé dans le cercle correspondant à la courbure supérieure initiale $1/R_0$ de la Figure I.2.15, nous avons une relation entre R_0 et H_b : $2H_bR_0 = r^2 + H_b^2$.

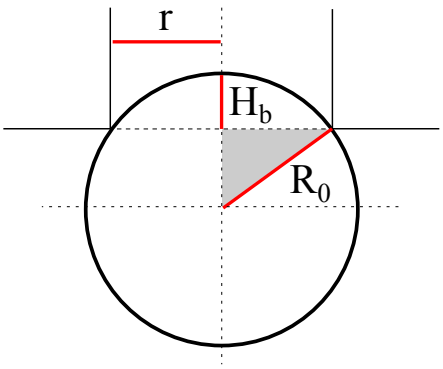


FIGURE I.2.15 – Figure géométrique en triangle.

De ces deux relations nous pouvons calculer la hauteur H_b comme solution d'une équation du deuxième ordre. Nous préfèrerons mesurer expérimentalement la hauteur H_b. Et nous pouvons affirmer qu'initialement, la courbure $1/R_0$ est inférieure à la courbure du capillaire $1/r$, sinon la bulle entrerait dans le capillaire.

La relation (I.2.12) s'écrit finalement :

$$\frac{r}{R_{sup}} = \left(\frac{r}{R_0}\right) + \frac{dP}{\Delta P_{Lap}} \tag{I.2.13}$$

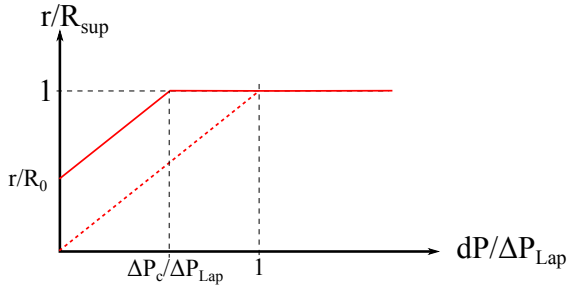


FIGURE I.2.16 – Variation du rapport entre le rayon du capillaire et le rayon de courbure supérieur r/R_{sup} en fonction de la pression appliquée normalisée par la pression de Laplace associée $dP/\Delta P_{Lap}$.

D'après la représentation graphique (Figure I.2.16) de l'équation (I.2.13), nous voyons que la courbure supérieure $1/R_{sup}$ augmente lorsque nous augmentons la dépression dP jusqu'à la courbure maximale qui est $1/r$ pour une bulle de rayon $R > r$.

La pression critique ΔP_c correspond à la pression nécessaire pour déformer au maximum l'interface supérieure jusqu'à $R_{sup} = r$, soit :

$$\Delta P_c = \Delta P_{Lap}\left(1 - \frac{r}{R_{inf}}\right) - \rho g e \tag{I.2.14}$$

Graphiquement (Figure I.2.16), nous voyons que cette pression critique n'est strictement égale à ΔP_{Lap} que lorsque la courbure supérieure initiale est nulle $1/R_0 = 0$. Ce cas limite correspond à une interface supérieure plane, chose que nous n'avons pas observé.

Une autre remarque, ici nous traitons seulement le cas d'une bulle d'air dans un liquide tel que $\rho_{air} << \rho$. Nous remarquons que dans le cas général, il faut prendre en compte la densité ρ_g du fluide constituant la goutte. La dépression s'écrit finalement :

$$\Delta P_c = \Delta P_{Lap}\left(1 - \frac{r}{R_{inf}}\right) - \Delta\rho g e \tag{I.2.15}$$

avec $\Delta\rho = \rho - \rho_g$, la différence de densité entre le liquide extérieur et le liquide dans la goutte.

Pour chaque bulle aspirée, nous mesurons l'épaisseur e et nous connaissons la pression ΔP_{Lap}, il manque R_{inf}. Nous allons voir l'expression du rayon de courbure inférieur R_{inf} pour les 2 cas limites présentés précédemment : les bulles sphériques ($R << a$) et les flaques ($R >> a$).

a/ Bulles sphériques $R << a$

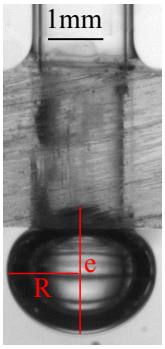


FIGURE I.2.17 – Photo d'une petite bulle de rayon $R = 1,30\ mm$ coincée à l'entrée d'un capillaire de rayon $r = 0,75\ mm$.

Une bulle sphérique de rayon R vient se coincer dans le capillaire de rayon $r < R$, Figure I.2.17. Nous voyons que la bulle ne se déforme presque pas. L'épaisseur dans l'axe du capillaire est égale au diamètre de la bulle $e = 2R$ et le rayon de courbure inférieur est égal au rayon de la bulle. Les déformations de la surface supérieure de la bulle changent faiblement le rayon de courbure de l'interface inférieure, nous considérons $R_{inf} = R$ constant. La dépression critique s'exprime alors :

$$\Delta P_c + \rho g e = \Delta P_{Lap}\left(1 - \frac{r}{R}\right) \tag{I.2.16}$$

b/ Flaques $R >> a$

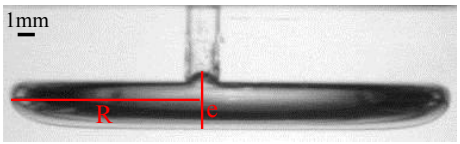


FIGURE I.2.18 – Bulle de rayon $R = 12,6\ mm$ coincée à l'entrée d'un capillaire de rayon $r = 0,75\ mm$.

Lorsqu'une bulle type flaque vient au contact du capillaire de rayon $r < a$, la bulle se déforme et entre d'une hauteur $H_b < r$ dans le capillaire. L'épaisseur de la bulle au niveau de l'axe du capillaire s'écrit alors $e = 2a + H_b$ et nous la mesurons expérimentalement pour chaque bulle. La courbure inférieure pour une flaque est nulle $1/R_{inf} = 0$ et la dépression critique s'écrit alors :

$$\Delta P_c + \rho g e = \Delta P_{Lap} \tag{I.2.17}$$

2.2.4 Mesure de la pression minimale d'aspiration : influence du rayon de la bulle

Dans la Figure I.2.19, nous avons tracé la dépression critique mesurée $\Delta P_c + \rho g e$ normalisée par la pression de Laplace $\Delta P_{Lap} = 2\gamma/r$ en fonction du rapport d'aspect de la bulle $\delta = R/r$. En pointillé, nous avons tracé les tendances attendues dans les régimes limites décrits précédemment, soit :

$$\frac{\Delta P_c + \rho g e}{\Delta P_{Lap}} = 1 - \frac{1}{\delta} \quad \text{pour } R < a/2 \text{ (bulle sphérique)}$$
$$\frac{\Delta P_c + \rho g e}{\Delta P_{Lap}} = 1 \quad \text{pour } R > 3a (flaque)$$

Nous voyons avec ces mesures, que le résultat attendu pour les bulles telles que $R >> a$, n'est pas la meilleure approximation malgré la grande taille des bulles aspirées $R \geq 10a$. L'approximation faite pour les petites bulles est mieux adaptée. En effet, toutes les points expérimentaux de différents paramètres (r, η, R) se regroupent sur la courbe de tendance :

$$\frac{\Delta P_c + \rho g e}{\Delta P_{Lap}} = 1 - \frac{1}{\delta} \tag{I.2.18}$$

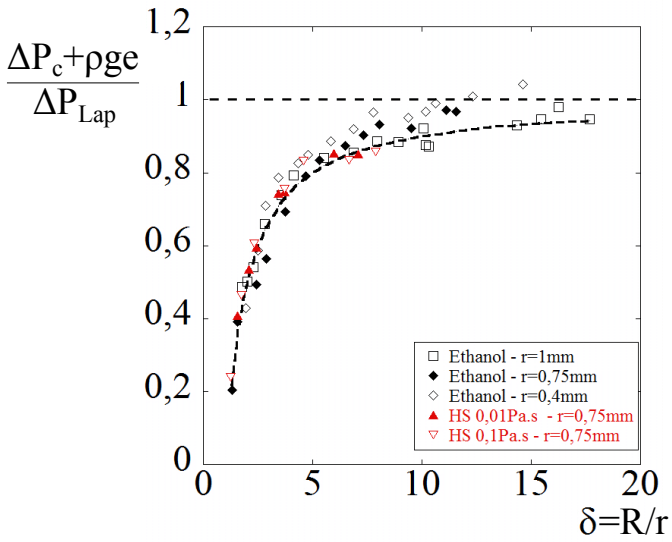


FIGURE I.2.19 – Dépression normalisée $(\Delta P_c + \rho g e)/\Delta P_{Lap}$ en fonction du rapport d'aspect $\delta = R/r$. En pointillé, la relation théorique pour les deux cas limites $R < a/2$ et $R > 3a$.

Cette étude montre qu'il faut prendre en compte la taille de la bulle R jusqu'à au moins 10 fois le rayon du capillaire r.

2.3 Un tensiomètre

2.3.1 Mesure de la tension de surface

La mesure de la pression critique d'aspiration d'une bulle à travers un capillaire peut être utile pour déterminer une valeur de la tension de surface dans le cas où le volume de la bulle est faible $R \leq a$.

Nous avons montré que pour les petites bulles $R \leq 5a$, la dépression appliquée vérifie la relation (I.2.18). Dans la Figure I.2.20, nous représentons la dépression appliquée $\Delta P_c + \rho g e$ en fonction de la différence de courbure entre l'avant et l'arrière de la bulle $2(1/r - 1/R)$. Les points s'alignent selon une droite dont la pente correspond à la tension de surface. Nous mesurons $\gamma \approx 23,1\ mN/m$ pour l'éthanol et $\gamma \approx 19,8\ mN/m$ pour l'huile silicone, soit une erreur maximale de 6%. La précision de la mesure est principalement due à l'erreur faite sur la mesure des longueurs r, R et e. Dans nos expériences, nous avons utilisé un appareil photo de résolution 10 $pixels/mm$. Il suffit d'augmenter la résolution de l'appareil photo pour avoir une meilleur précision.

Le point intéressant de ce montage est qu'il donne un très bon ordre de grandeur

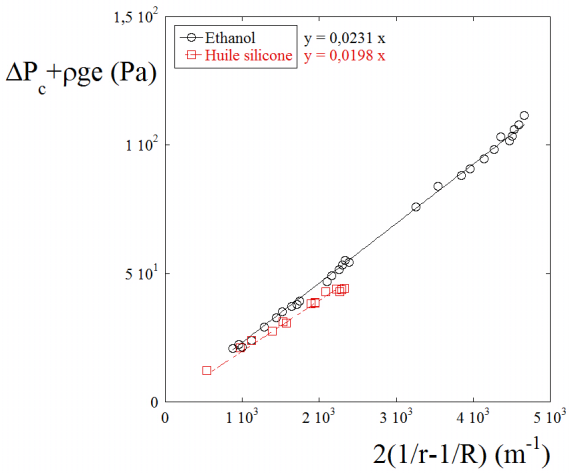


FIGURE I.2.20 – Dépression appliquée $\Delta P_c + \rho ge$ en fonction de la différence de courbure entre l'avant et l'arrière de la bulle $2(1/r - 1/R)$, pour l'éthanol et l'huile silicone. La pente donne la valeur de la tension de surface γ.

de la tension de surface pour les petites bulles ($R \leq 5a$). Comme nous l'avons mentionné précédemment, il est parfois impossible d'avoir des volumes importants d'un liquide (notamment dans le domaine biologique [6]) d'où l'intérêt de ce montage qui permet de faire une mesure de la tension de surface de manière ponctuelle.

2.3.2 Application aux cellules (granulocytes)

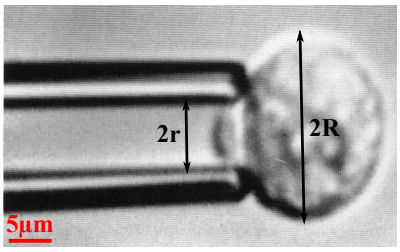


FIGURE I.2.21 – Photo d'un granulocyte aspiré à travers une micropipette. Photo issue de l'article [6].

La même expérience a été effectuée par Evans [6] avec des cellules appelées granulocytes, voir Figure I.2.21. Il aspire ces cellules de rayon $R \approx 10\ \mu m$ à travers une micropipette de rayon $r \approx 3,5\ \mu m$ et observe l'existence d'une pression critique d'aspiration ΔP_c en dessous de laquelle la cellule se déforme mais ne s'écoule pas dans la micropipette.

En faisant l'analogie avec les liquides Newtoniens, il en déduit l'existence d'une tension de surface à l'échelle de la cellule $\gamma = \Delta P_c/2(1/r - 1/R)$. Pour cet exemple, les deux fluides ont la même densité, le terme $\Delta\rho ge$ est négligeable. Dans ces calculs,

il prend en compte la taille de la cellule R et il mesure une énergie de surface de l'ordre de $3,5 \times 10^{-2}\ mN/m$, soit 5000 fois moins que celle de l'eau.

Conclusion

Nous avons montré dans ce chapitre que la pression critique nécessaire pour aspirer une bulle de rayon R à travers un capillaire de rayon $r < R$ vaut $\Delta P_c = \Delta P_{Lap}(1 - r/R) - \Delta\rho ge$, avec $\Delta P_{Lap} = 2\gamma/r$ la pression de Laplace associée à la courbure du capillaire et $\Delta\rho = \rho - \rho_g$ la différence de densité entre le fluide extérieur et le fluide à l'intérieur de la goutte.

Par la mesure de la pression critique d'aspiration, nous avons donc accès à une mesure de la tension de surface γ. L'intérêt de ce tensiomètre est qu'il permet d'avoir une mesure de γ quel que soit le volume de l'objet à caractériser, il suffit d'adapter la taille du capillaire. Ce système devient alors intéressant dans le cas des petits volumes et en particulier pour l'étude des tissus biologiques [6].

Par ailleurs, nous avons remarqué au cours de ces expériences que la bulle entièrement aspirée à travers le capillaire se brise de façon périodique à l'entrée du capillaire. Nous allons définir ce régime oscillant d'entrainement dans le chapitre suivant.

Chapitre 3

Régime oscillant d'entraînement : une horloge à bulle

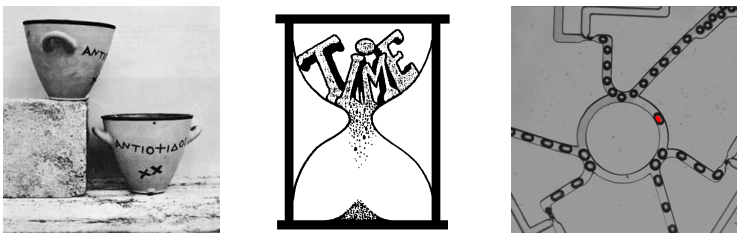
3.1 Un phénomène périodique 48
3.1.1 Régime oscillant 48
3.1.2 Système d'aspiration 50
3.1.3 Dynamique de l'interface 52
3.1.4 Caractérisation de la période T 55
3.2 Régimes périodiques 58
3.2.1 Régime périodique I : le temps de pincement τ_p 58
3.2.2 Rappel sur la loi de Bretherton 59
3.2.3 Régime périodique I : La période T 63
3.2.4 Régime périodique II 64
3.3 Régimes limites et diagramme de phase 66
3.3.1 Instabilités interfaciales 66
3.3.2 Diagramme de phase 69

Au delà de la pression critique d'aspiration ΔP_c étudiée dans le deuxième chapitre, la bulle rentre dans le capillaire. Cette aspiration peut donner lieu à un phénomène périodique. Dans ce chapitre, nous nous éloignons de la thématique principale qui est la mesure des propriétés physiques des fluides et nous nous arrêtons sur ce curieux phénomène périodique : une horloge à bulle.

Nous commençons par décrire les différentes dynamiques d'ascension de la bulle observées en fonction du rayon du capillaire r. Nous caractérisons ensuite la période T pour les deux régimes périodiques. Et définissons les limites d'existence entre les différents régimes. Enfin, en fonction des nombres caractéristiques du système que nous définirons, nous élaborons le diagramme de phase de fonctionnement de ce phénomène périodique.

3.1 Un phénomène périodique

3.1.1 Régime oscillant



(a) (b) (c)

FIGURE I.3.1 – (a) Clepsydre athénienne reconstituée, musée de l'Agora antique d'Athènes. (b) Sablier. (c) Anneau oscillateur stable (microfluidique) : connecte 3 portes AND et trois lignes $DELAY$. La bulle colorée représente une bulle dans la ligne $DELAY$ qui résulte d'un changement de porte en cascade dans la structure de l'anneau. (Image de F.Frenkel et M.Prakash).

La mesure du temps a toujours été un challenge pour l'homme comme le montre les anciennes clepsydres [44] ou les sabliers [45] (Figure I.3.1a et I.3.1b). Les avancées technologiques, nous ont permis de réduire la taille de ces systèmes et d'atteindre des tailles de montres facilement transportables. Les montres actuelles communes fonctionnent avec un système mécanique (système de ressort oscillant) ou électronique (oscillation du quartz [46]). Au siècle dernier, la miniaturisation devient un enjeu primordial et engendre l'essor d'une nouvelle discipline dans les années 1980 : la microfluidique. Dans ces systèmes hydrauliques miniature, la bulle est alors un objet intéressant pour définir une unité logique du système [47] (Figure I.3.1c) ou une unité métrique [48].

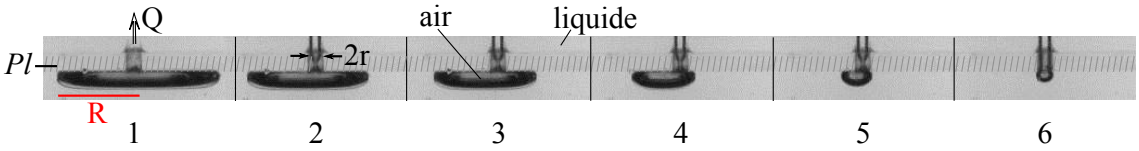


FIGURE I.3.2 – Série de photos d'une bulle aspirée à travers un capillaire de rayon $r = 1\ mm$, à débit constant $Q = 4\ ml/min$. Liquide : huile silicone de viscosité $\eta = 0,01\ Pa.s$. Temps de prises de vue : $t(1) = 0\ s$, $t(2) = 9\ s$, $t(3) = 12\ s$, $t(4) = 15\ s$, $t(5) = 18\ s$ et $t(6) = 20\ s$.

Tout système oscillant trouve son intérêt dans la définition de la mesure du temps. Au cours du deuxième chapitre, nous avons observé un phénomène périodique de brisure de la bulle que nous représentons en Figure I.3.2. La bulle est aspirée à débit

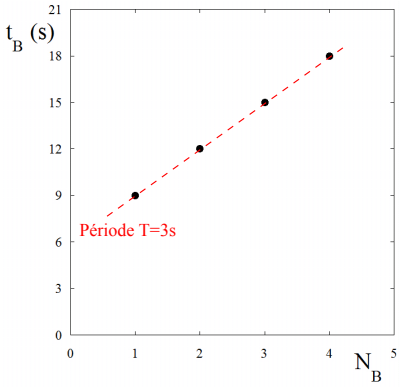


FIGURE I.3.3 – Temps de brisure t_B en fonction du nombre de brisure N_B pour la bulle aspirée représentée en Figure I.3.2.

constant $Q = 4\ ml/min$ à travers un capillaire vertical de rayon $r = 1\ mm$. La bulle faite dans un bain d'huile silicone V10 ($\eta = 0,01\ Pa.s$) est initialement bloquée à l'entrée du capillaire (Photo 1). L'aspiration commence et nous observons (Photos 2 à 5) la bulle qui se brise à l'entrée du capillaire. Finalement, la bulle est aspirée entièrement (photo 6). A partir de la Figure I.3.2, nous avons tracé le temps de brisure t_B en fonction du nombre de brisure N_B (graphe I.3.3). Cette représentation nous permet de voir la périodicité du phénomène et de définir la période : $T = 3\ s$. Motivés par la compréhension du fonctionnement de cette horloge à bulle, nous nous intéressons dans ce chapitre à caractériser la période de brisure T d'une bulle aspirée à travers un capillaire vertical.

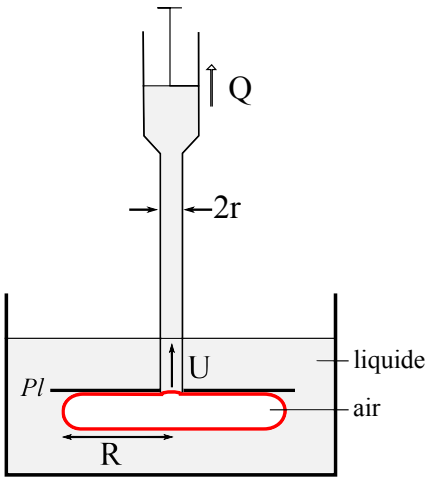


FIGURE I.3.4 – Montage d'aspiration à débit constant.

Pour cela, nous partons du même système que celui présenté au chapitre 2 (capillaire et plaque) et nous relions l'extrémité libre du capillaire à une seringue (Figure

I.3.4). Nous formons une bulle à l'entrée du capillaire vertical et nous aspirons la bulle à débit Q constant à l'aide d'un pousse-seringue (modèle NE-1000, marque *New Era*). Au cours de cette expérience préliminaire, nous remarquons que le volume de la bulle limite le nombre de cycles périodiques (photo 6 de la Figure I.3.2). Or dans l'idée de développer une horloge à bulle, nous cherchons à avoir le plus grand nombre de cycles possible. Nous présentons dans le paragraphe suivant les modifications que nous avons apporté au système.

3.1.2 Système d'aspiration

Afin d'améliorer le montage initial Figure I.3.4, nous testons deux autres systèmes. Le premier permet d'aspirer une bulle de taille infinie et d'avoir un nombre infini de cycles périodiques. Le deuxième permet en plus de minimiser le volume de liquide utilisé.

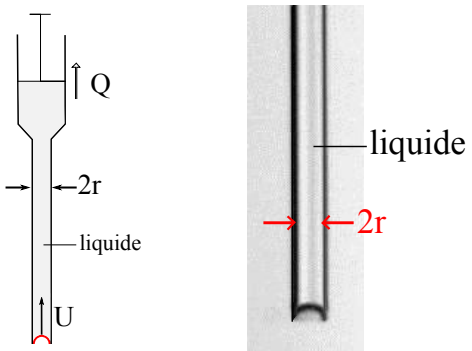


FIGURE I.3.5 – Montage d'aspiration à débit constant d'une interface (bulle infinie) : (a) Schéma du montage complet ; (b) Photo du capillaire d'aspiration.

L'idée de bulle infinie revient à aspirer une interface libre. Pour cela, nous enlevons le système "plaque + cuve" (Figure I.3.5a) et commençons l'aspiration avec la seringue et le capillaire remplis de liquide. L'interface en bout de capillaire est alors comparable à une bulle de taille infinie. Nous aspirons à débit constant Q, un manchon d'air se forme (Figure I.3.5b), monte dans le capillaire et se brise à intervalle de temps T constant à l'entrée du capillaire. Nous observons le même phénomène périodique.

Nous désirons également réduire la quantité de liquide utilisé. Nous testons alors le même système qu'en Figure I.3.5a en aspirant un index de liquide (Figure I.3.6a). Nous formons initialement l'index de liquide en aspirant le liquide avec la seringue et le capillaire initialement vide. Une fois le volume de liquide voulu atteint, typiquement de longueur $L > 5r$, nous arrêtons d'aspirer et l'index de liquide reste en

équilibre au bout du capillaire comme dans la Figure I.3.6b. A partir de cet état initial, nous commençons l'aspiration à débit constant Q et nous observons l'avancée d'un manchon d'air dans le liquide qui se brise à intervalle de temps T constant à l'entrée du capillaire.

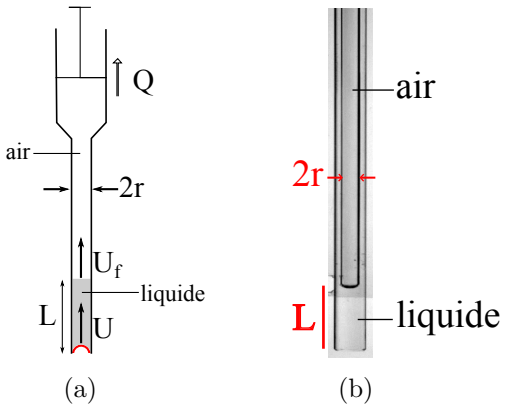


FIGURE I.3.6 – Montage d'aspiration à débit constant d'un index de liquide : (a) Schéma du montage complet ; (b) Photo du capillaire d'aspiration.

Pour chacun des 3 systèmes présentés ci-dessus, nous observons le même phénomène de brisure du manchon d'air à l'entrée du capillaire. Nous comparons la période de brisure T mesurées pour différents débits d'aspiration Q. La Figure I.3.7 représente les résultats obtenus pour chacun des 3 montages, avec une huile silicone de viscosité $\eta = 0,01\ Pa.s$ et un capillaire de rayon $r = 1,15\ mm$. Aux erreurs expérimentales près, les périodes mesurées T sont proches quel que soit le système utilisé.

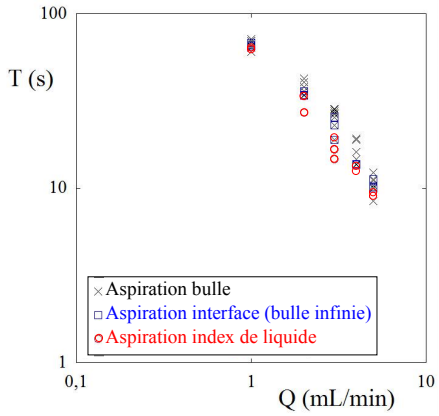


FIGURE I.3.7 – Comparaison de la période T en fonction du débit Q pour les 3 montages présentés I.3.4, I.3.5 et I.3.6 (huile silicone de viscosité $\eta = 0,01\ Pa.s$ et capillaire de rayon $r = 1,15\ mm$).

Par la suite, nous utilisons donc le montage de la Figure I.3.6 qui permet d'avoir un nombre infini de cycle et qui utilise peu de liquide. Nous caractérisons la période de brisure T en faisant varier le débit Q de $0,5$ à 5 ml/min et le rayon du capillaire de $0,5$ à 5 mm. Nous utilisons des huiles silicones de viscosité allant de $0,01$ à $0,5$ $Pa.s$.

3.1.3 Dynamique de l'interface

Nous répertorions ici les différents comportements observés en fonction du rayon du capillaire utilisé. Nous utilisons des capillaires de rayon variant de $0,5$ à 5 mm. Pour chaque capillaire, nous utilisons une huile silicone de viscosité $\eta = 0,1$ $Pa.s$ et nous aspirons à un débit moyen $Q = 2$ ml/min.

a/ Instabilité de Plateau-Rayleigh

Pour le plus petit capillaire ($r = 0,5$ mm), nous observons l'apparition de vaguelettes au niveau de l'interface le long de la bulle (Figure I.3.8). Lorsque nous arrêtons d'aspirer, l'interface se déstabilise et la bulle se brise simultanément en plusieurs petites bulles. Nous reconnaissons ici l'instabilité de Plateau-Rayleigh [49, 50]. Dans ce régime, l'interface se déstabilise tout le long de l'axe du cylindre, nous ne pouvons pas définir de temps de brisure T.

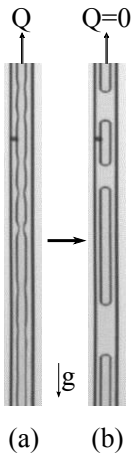


FIGURE I.3.8 – Photos de l'instabilité de Plateau-Rayleigh dans notre expérience. Capillaire vertical, $r = 0,5$ $mm << a$, $\eta = 0,1$ $Pa.s$. (a) $Q = 2$ ml/min, (b) $Q = 0$.

b/ Régime périodique I

Nous présentons dans la Figure I.3.9, la dynamique observée dans un capillaire de rayon : $r = 1,15$ mm, soit un rayon capillaire inférieur à la longueur capillaire

de l'huile silicone : $a = 1,47\ mm$. La série de photos est prise à intervalle de temps constant $dt = 2,4\ s$. La première chose remarquable est que l'interface supérieure huile-air monte à vitesse constante que nous notons U_f (Figure I.3.9). L'interface inférieure air-huile se déforme jusqu'à atteindre la courbure $1/r$ (photo 2) puis continue à monter dans le capillaire, formant ainsi un manchon d'air qui se déplace à la vitesse U constante. Le volume d'huile supérieur diminue au fur et à mesure que nous aspirons, jusqu'à devenir infiniment fin et se rompre (photo 20). Cela montre qu'une fine couche de liquide est déposée aux parois du capillaire.

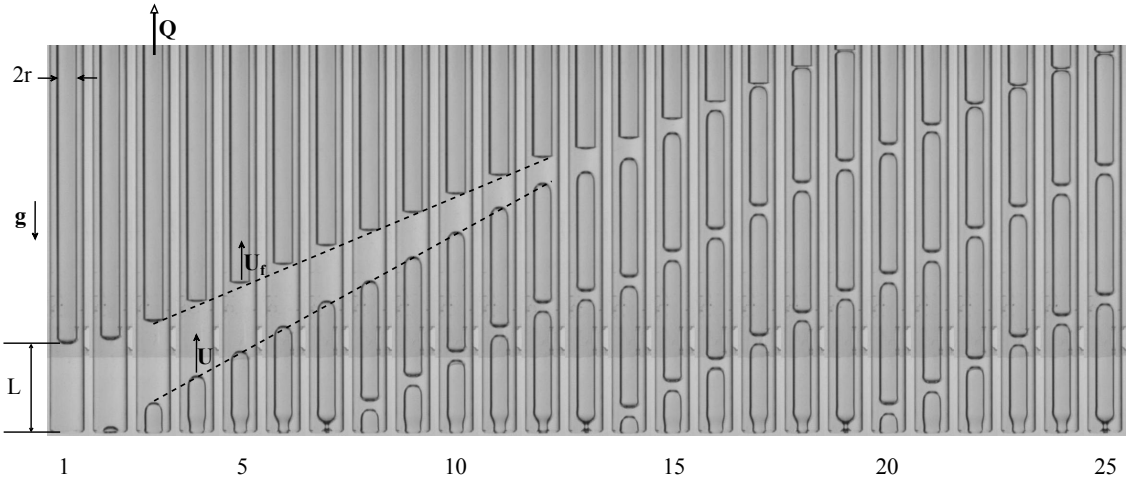


FIGURE I.3.9 – Série de photos de la bulle en ascension dans le capillaire pour les paramètres suivants : $r = 1,15\ mm$, $Q = 1\ ml/min$ et $\eta = 0,1\ Pa.s$. L'intervalle de temps entre les photos est constant $dt = 2,4\ s$. La période mesurée correspondante est $T = 14,3\ s$

A partir de la photo 4 (Fig.I.3.9), nous observons la formation d'un anneau de liquide à l'entrée du capillaire. L'anneau grossit et le manchon d'air se pince (photo 7), marquant ainsi la fin de la première bulle et le début d'un second manchon d'air qui monte à la vitesse U. Puis un anneau de liquide se forme en bas du capillaire et le manchon d'air se pince à nouveau (photo 13). Nous observons ainsi de suite une formation continue et périodique de pincements en bas du capillaire, ici avec une période de $14,3\ s$.

c/ Régime périodique *II*

Nous augmentons le rayon du capillaire, soit $r = 3\ mm$ supérieur à la longueur capillaire de l'huile silicone. Dans la Figure I.3.10, nous présentons la dynamique observée dans ce régime. Les photos sont prises à intervalle de temps constant $dt \approx 0,216\ s$ à l'exception des séries de photos (5,6,7) et (11,12,13) qui sont prises à intervalle $dt \approx 0,036\ s$ afin de détailler le moment où l'interface se pince.

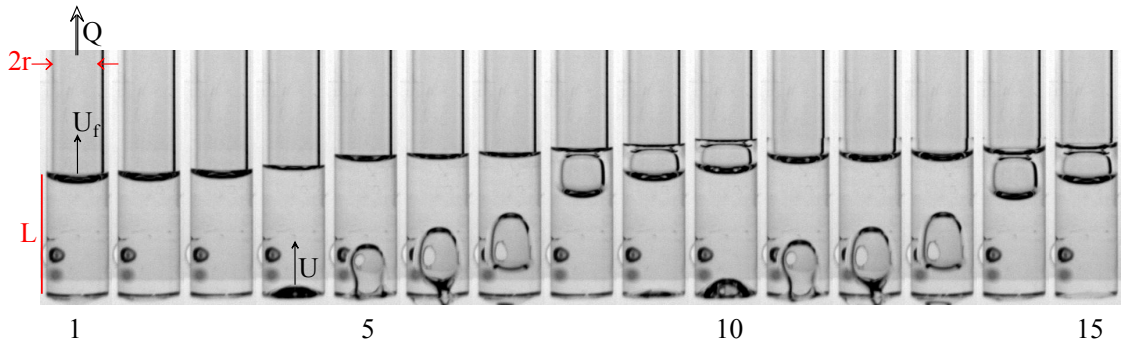


FIGURE I.3.10 – Série de photos de la bulle en ascension dans le capillaire pour les paramètres : $r = 3\ mm$, $Q = 2\ ml/min$ et $\eta = 0,1\ Pa.s$. La période mesurée est de $T = 0,9\ s$ (photo 6). Intervalle de temps constant entre les photos : $dt = 0,216\ s$. Sauf entre les photos (5, 6, 7) et (11, 12, 13), l'intervalle de temps est : $dt = 0,036\ s$.

L'aspiration commence Photo 1, et les interfaces inférieure et supérieure ne bougent pas (Photo 1 à 3). L'interface inférieure air-huile se déforme (Photo 4 et 5) et se pince à l'entrée du capillaire (photo 6). La bulle formée se décroche (photo 7) et migre jusqu'à l'interface supérieure (Photo 8 et 9). Enfin, une autre bulle se forme en bas du capillaire (photo 10), se pince (photo 12) et se décroche (photo 13). Ainsi de suite, nous observons une formation périodique de bulles.

L'observation de ces deux régimes périodiques I et II montre que la dynamique de pincement de la bulle s'établie en deux temps. Il faut d'abord former la bulle d'air dans le capillaire. Nous notons τ_i le temps associé à la déformation de l'interface inférieure jusqu'à la courbure maximale possible $1/r$. Puis le liquide déposé le long des parois draine sous l'effet de la gravité jusqu'à l'entrée du capillaire. Nous notons τ_p le temps que met l'anneau de liquide pour grossir jusqu'au centre du capillaire et pincer l'interface.

Nous voyons que dans le régime I, il suffit de $\tau_i \approx 2,4\ s$ (photo 2, Figure I.3.9) pour déformer l'interface inférieure d'une distance équivalente à r. Il faut ensuite attendre $\tau_p \approx 11,9\ s$ pour que l'anneau de liquide grossisse jusqu'à pincement. Le temps de pincement τ_p correspond à 83% de la période de brisure $T = 14,3\ s$. Dans le régime I, l'oscillation périodique est gouvernée par la dynamique du liquide drainant le long des parois du capillaire.

Pour le régime II, nous voyons avec l'exemple présenté en Figure I.3.10 que le temps de déformation de l'interface $\tau_i \approx 0,7\ s$ (photo 4) correspond à quasiment 80% de la période $T = 0,9\ s$. Et le temps de pincement est très court : $\tau_p \approx 0,2\ s$ (photos 4 à 6). Ce régime II est gouverné par la dynamique de déformation initiale de l'interface inférieure.

Nous allons pas la suite détailler et expliquer ces deux régimes périodiques.

d/ Instabilité de Rayleigh-Taylor

Enfin, dans le cas de grands capillaires : $r = 5\ mm$, il n'est pas possible de mettre le système dans son état initial. Le liquide au bout du capillaire s'écoule naturellement. Ce comportement est appelé instabilité de Rayleigh-Taylor [51] et nous la décrirons par la suite.

3.1.4 Caractérisation de la période T

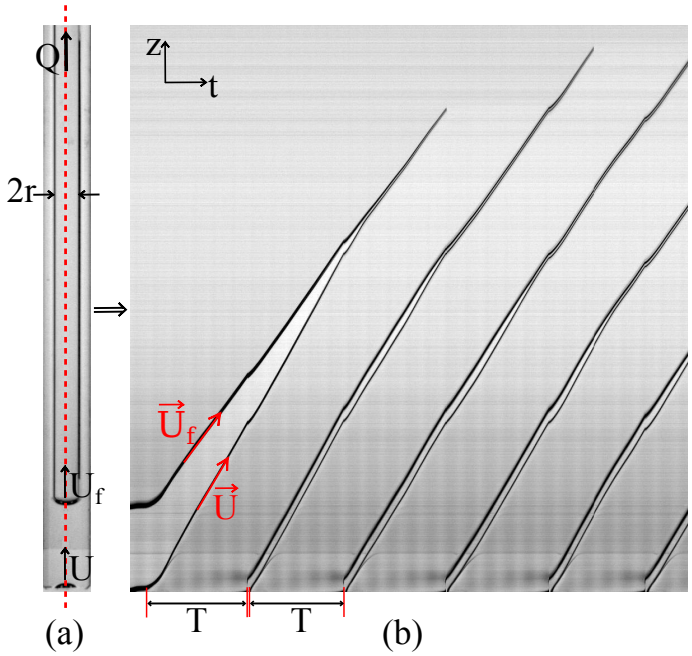


FIGURE I.3.11 – (a) Photo du capillaire ; (b) Diagramme spacio-temporel correspondant à l'aspiration de l'index d'huile silicone, $\eta = 0,01\ Pa.s$, $r = 1,15\ mm$ et $Q = 2\ ml/min$.

Nous nous intéressons ici à la période de brisure de l'interface T pour les deux régimes périodiques observés (régime périodique I et II). Dans la Figure I.3.11, nous représentons la courbe spacio-temporelle (z en fonction de t) selon la droite tracée en pointillés rouge sur l'image du capillaire. Le diagramme spacio-temporel s'obtient avec l'option "stacks > reslice" du programme d'analyse d'images *imageJ*. Nous mesurons alors la période T comme indiqué sur le diagramme spacio-temporel I.3.11 : cela correspond au temps entre le moment où la tête de la bulle passe en un point donné et le moment où l'arrière de cette même bulle passe par ce même point fixe. Nous avons réalisé plusieurs expériences avec différents paramètres de contrôle du montage.

Le premier paramètre que nous faisons varier est le rayon du capillaire r : de 1 à 3 mm. Dans le graphe de la Figure I.3.12, nous traçons la période mesurée T en fonction du rayon du capillaire r, avec un débit fixé ($Q = 2\ ml/min$) et une huile silicone de viscosité $\eta = 0,1\ Pa.s$.

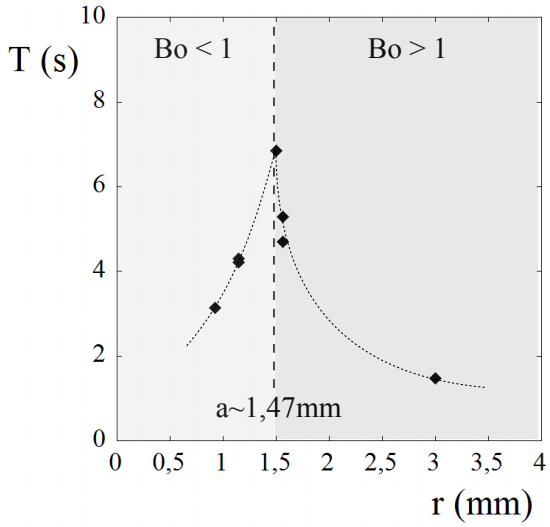


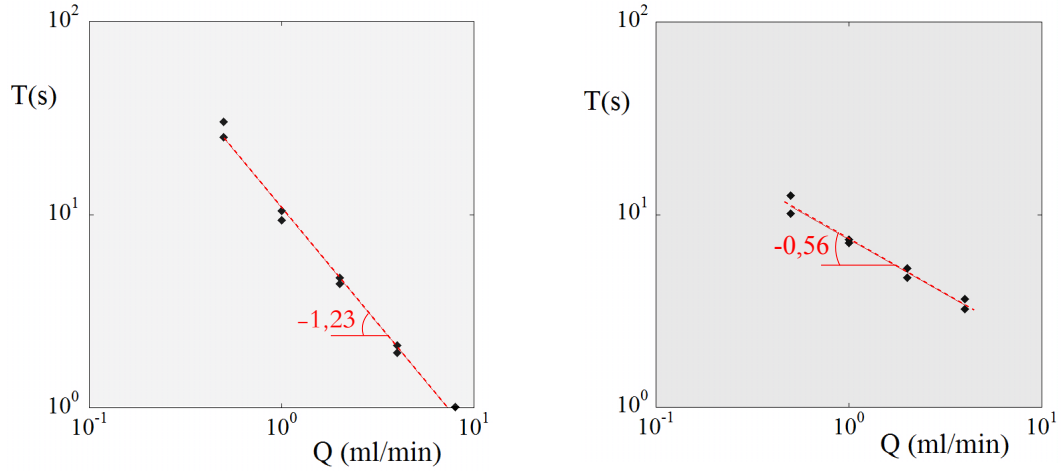
FIGURE I.3.12 – Période T en fonction du rayon du capillaire r pour une huile silicone, $\eta = 0,1\ Pa.s$ et $Q = 2\ ml/min$. En pointillés fins, un guide pour les yeux.

Nous observons que pour les capillaires tels que $r \leq a$, la période T augmente lorsque le rayon du capillaire croît alors qu'elle diminue pour les capillaires de rayon tel que $r \geq a$. Nous voyons une limite entre les deux régimes observés précédemment (régime périodique I et régime périodique II), selon le nombre de Bond $Bo = (r/a)^2$ inférieur (force de capillarité dominante) ou supérieur à 1 (force de gravité dominante).

Nous changeons maintenant les autres paramètres en différenciant les deux régimes : $Bo \leq 1$ et $Bo \geq 1$.

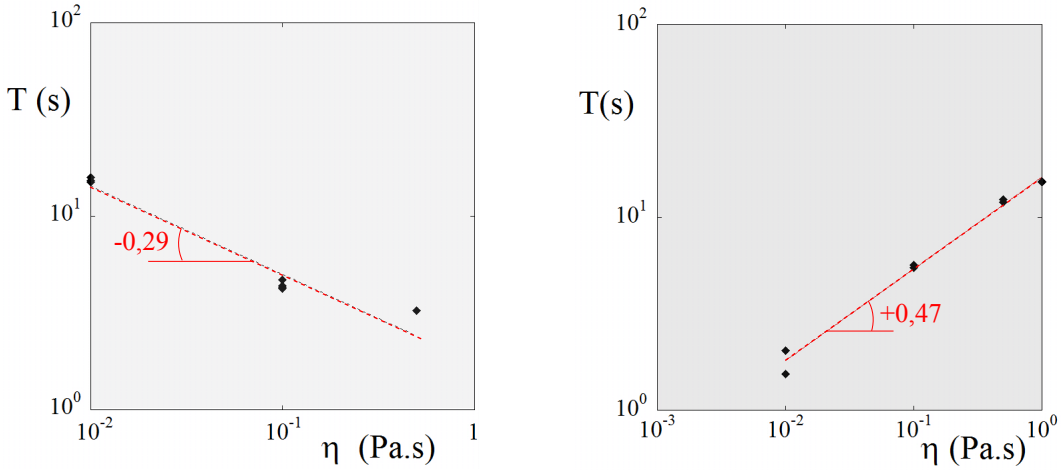
La Figure I.3.13, représente la période T en fonction du débit Q pour une viscosité fixée ($\eta = 0,1\ Pa.s$). Le débit Q varie de $0,5$ à $20\ ml/min$. Dans les deux cas, la période mesurée est d'autant plus faible que le débit est important, cependant nous observons deux tendances différentes :

$$T \sim Q^{-1,23\pm0,09} \quad \text{pour} \quad Bo \leq 1$$
$$T \sim Q^{-0,56\pm0,07} \quad \text{pour} \quad Bo \geq 1$$



(a) (b)

FIGURE I.3.13 – Période T en fonction du débit Q, pour une huile silicone $\eta = 0,1$ $Pa.s$. Nous différencions les régimes : (a) $Bo = 0,6$ ($r = 1,15$ mm) et (b) $Bo = 1,12$ ($r = 1,56$ mm).



(a) (b)

FIGURE I.3.14 – Période T en fonction de la viscosité η pour un débit constant $Q = 2$ ml/min. Nous différencions les régimes : (a) $Bo = 0,6$ ($r = 1,15$ mm) et (b) $Bo = 1,12$ ($r = 1,56$ mm).

Enfin, nous présentons Figure I.3.14, la période T en fonction de la viscosité η pour un débit fixé ($Q = 2\ ml/min$). La viscosité varie de $0,01$ à $1\ Pa.s$ et nous observons deux évolutions inverses :

$$T \sim \eta^{-0,29\pm0,05} \quad \text{pour} \quad Bo < 1$$
$$T \sim \eta^{0,47\pm0,02} \quad \text{pour} \quad Bo > 1$$

Dans le cas des grands rayons de capillaire ($Bo \geq 1$), la période est croissante tandis qu'elle est décroissante pour les capillaires tels que $Bo \leq 1$. Nous allons maintenant expliciter la période T et déterminer la loi $T = f(r, Q, \eta)$ pour chacun de ces deux régimes périodiques.

3.2 Régimes périodiques

3.2.1 Régime périodique I : le temps de pincement τ_p

Afin de comprendre la dynamique de pincement du régime périodique I, nous avons zoomé sur l'entrée du capillaire. La série de photos de la Figure I.3.15 représente l'évolution de l'anneau de liquide dans un capillaire de rayon $r = 1,15\ mm$, avec $Q = 1\ ml/min$ et $\eta = 0,1\ Pa.s$. Nous observons le dépôt d'un film de liquide d'épaisseur h aux parois du capillaire. Ce film mince de liquide draine le long des parois verticales du capillaire et est stocké par capillarité en bas du capillaire (Photos 1 à 4). A l'entrée du capillaire, le volume de liquide croît jusqu'à pincement (photo 5) à la période $T = 14,3\ s$.

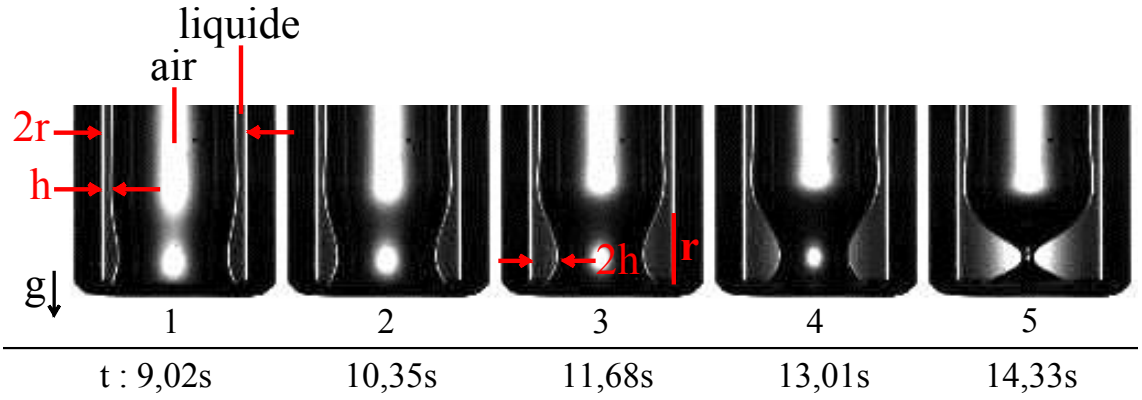


FIGURE I.3.15 – Série de photos zoomées sur la zone de pincement : $r = 1,15\ mm$, $Q = 1\ ml/min$, $\eta = 0,1\ Pa.s$. Vitesse d'acquisition : 6000 im/s.

Le temps de pincement τ_p correspond au temps nécessaire pour stocker le volume de fluide Ω à l'entrée du capillaire :

$$\tau_p \sim \frac{\Omega}{U_d S} \tag{I.3.1}$$

avec U_d la vitesse de drainage et S la surface de liquide perpendiculaire à l'axe du cylindre. La vitesse de drainage $U_d = \rho g h^2/3\eta$ se calcule à partir de l'équilibre entre les forces de viscosité et la force de gravité dans l'épaisseur de liquide h. Le calcul détaillé de cette vitesse se trouve en annexe A. La surface S du liquide déposé s'écrit : $S = \pi(r^2 - (r-h)^2)$. Comme l'épaisseur de liquide est très mince $h << r$, nous considérons $S \approx 2\pi r h$. Pour définir correctement le volume Ω, nous considérons la série d'images sur la zone de pincement (Figure I.3.15). Nous voyons que l'interface se déforme faiblement jusqu'à la photo 3. La déformation correspondante a une amplitude $\sim 2h$ et le temps nécessaire pour cette déformation est $T_1 = 11,7\ s$. Puis le pincement final se fait très rapidement (photos 4 et 5). Il suffit de $T_2 = 2,6\ s << T_1$ pour que l'interface se déforme d'une amplitude de $\sim 2h$ à r. De ces observations, nous considérons que le temps de pincement τ_p correspond au temps dominant T_1. C'est le temps nécessaire pour stocker un volume de liquide correspondant à une onde d'amplitude maximale $2h$ et de longueur $\sim r$ le long du rayon du capillaire r. Le volume Ω est équivalent à :

$$\Omega \sim 4\pi h r^2 \tag{I.3.2}$$

Nous obtenons finalement une expression du temps de pincement :

$$\tau_p \sim \frac{6\eta r}{\rho g h^2} \tag{I.3.3}$$

Nous introduisons le temps caractéristique $T^* = \eta/\rho g r$, soit :

$$\tau_p \sim T^* \left(\frac{r}{h}\right)^2 \tag{I.3.4}$$

Il reste à caractériser l'épaisseur h de liquide déposé aux parois du capillaire.

3.2.2 Rappel sur la loi de Bretherton

Le dépôt de liquide aux parois d'un capillaire cylindrique [52] ou sur une surface plane [53] a largement été étudié pour son intérêt dans les problèmes d'extraction pétrolière [54]. Une technique d'extraction est de pousser le pétrole avec de l'eau à travers un tube d'évacuation. Afin d'optimiser le système, il est important de connaître quel est le volume de liquide restant aux parois du tube selon la vitesse de poussée.

Dans le cadre de nos expériences, nous nous intéressons à la loi de dépôt de liquide aux parois d'un cylindre capillaire de l'ordre de la longueur capillaire ($Bo \approx 1$) et à faible vitesse $Ca \leq 0,1$. Ce régime a été largement étudié par Bretherton [52]. Il

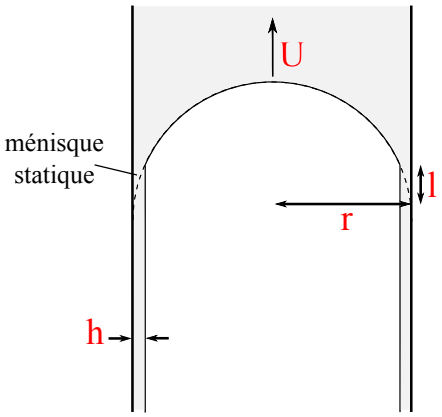


FIGURE I.3.16 – Comparaison du ménisque statique et dynamique lors de la déposition d'un film mince de liquide.

s'intéresse en particulier à la limite $Bo < 1$ et $Ca << 1$ et démontre la loi de dépôt suivante :

$$\frac{h}{r} = 1,34Ca^{\frac{2}{3}} \tag{I.3.5}$$

Pour comprendre cette relation, nous considérons une bulle qui se déplace dans un capillaire à la vitesse U (Figure I.3.16). Nous nous plaçons dans le référentiel du capillaire. L'épaisseur du film déposé h est alors le résultat de l'équilibre entre la force de viscosité dans l'épaisseur de liquide h et la force capillaire au niveau de la zone perturbée de longueur l, soit :

$$\frac{\eta U}{h^2} \sim \frac{\gamma}{lr} \tag{I.3.6}$$

Nous appelons zone perturbée, la zone pour laquelle le ménisque dynamique diffère du ménisque statique, voir Figure I.3.16. D'après la géométrie sphérique du ménisque, l'épaisseur h vérifie la relation : $(r-h)^2 + l^2 = r^2$. L'épaisseur étant très mince $h << r$, la longueur l s'écrit :

$$l \sim \sqrt{hr} \tag{I.3.7}$$

De ces deux relations ((I.3.6) et (I.3.7)), nous trouvons la loi de dépôt sur les parois d'un capillaire :

$$\frac{h}{r} \sim Ca^{\frac{2}{3}} \tag{I.3.8}$$

Et nous retrouvons bien la loi de dépôt de Bretherton (I.3.5). Le préfacteur s'obtient en faisant le calcul exact de la vitesse U en fonction de la forme du ménisque.

La mesure directe de l'épaisseur h est délicate, cette épaisseur est très faible $h << r \sim 1\ mm$ et les parois du capillaire cylindrique entraînent des déformations optiques. Une méthode proposée par Aussillous [55] consiste à déterminer la quantité de liquide déposée aux parois d'un capillaire en position horizontale à partir de la variation du volume d'un index de liquide poussé dans le capillaire (Figure I.3.17). L'index se déplace à la vitesse constante U_f et l'arrière de l'index suit à la vitesse U. En faisant un bilan de flux de matière, nous obtenons la relation : $U_f \pi r^2 = U\pi(r-h)^2$. Il suffit alors de mesurer les vitesses U et U_f pour en déduire la valeur de l'épaisseur h selon :

$$\frac{h}{r} = 1 - \sqrt{\frac{U_f}{U}} \tag{I.3.9}$$

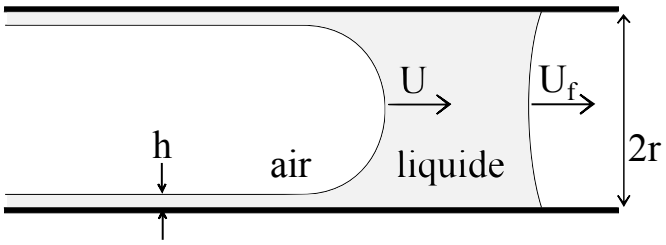


FIGURE I.3.17 – Présentation de la méthode de mesure de l'épaisseur h utilisée par P. Aussillous [55].

Ces expériences ont permis de compléter la loi de Bretherton pour des nombres capillaires de l'ordre de 1 [55].

Nous avons adapté cette méthode pour mesurer l'épaisseur h dans le cas d'un capillaire en position verticale (Figure I.3.18).

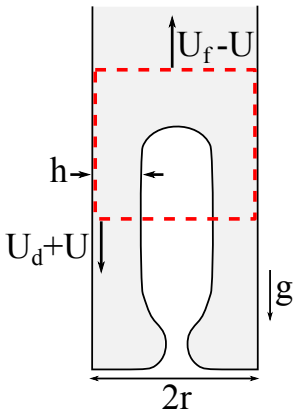


FIGURE I.3.18 – Volume de contrôle

Le fluide se déplace à la vitesse U_f et la bulle se déplace à la vitesse constante U. Nous nous plaçons dans le référentiel de la bulle et considérons le volume de contrôle défini en pointillé rouge dans la Figure I.3.18. Nous en déduisons le bilan de matière suivant :

$$(U_f - U)\,\pi r^2 + (U_d + U)\,\pi(r^2 - (r-h)^2) = 0 \tag{I.3.10}$$

Le premier terme correspond au flux de liquide sortant à la vitesse $(U_f - U)$ à travers la surface supérieure du volume de contrôle. Le deuxième terme correspond au flux de liquide sortant par la surface inférieure du volume de contrôle à la vitesse $(U_d + U)$. Avec $U_d = \rho g h^2/3\eta$ la vitesse de drainage (voir Annexe A). L'épaisseur h étant très mince $h << r$, nous négligeons le terme en h^4 dans l'équation (I.3.10). L'épaisseur h du film de liquide déposé vérifie finalement l'équation du troisième ordre suivante :

$$\frac{2\pi r\rho g}{3\eta}h^3 - U\pi h^2 + 2\pi r U h + (U_f - U)\pi r^2 = 0 \tag{I.3.11}$$

Nous résolvons cette équation numériquement (avec le programme Mathematica) et calculons h en intégrant les paramètres du montage (r, ρ et η) et les vitesses mesurées (U et U_f).

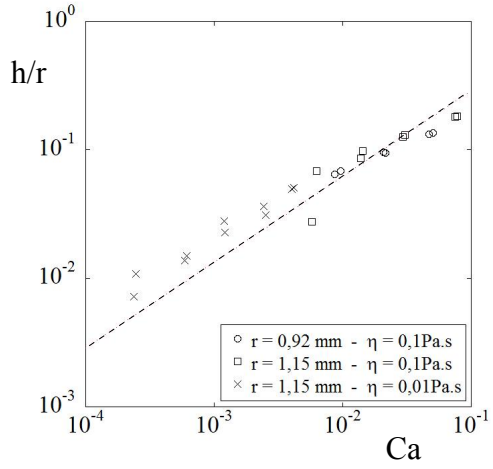


FIGURE I.3.19 – Epaisseur relative h/r en fonction du nombre capillaire Ca pour les expériences telles que $Bo < 1$. En pointillés, la loi de dépôt de Bretherton (I.3.5)

Nous avons fait ces mesures pour différents paramètres ($Q = 0,5$ à $20\ ml/min$, $r = 0,92$ à $3\ mm$ et $\eta = 0,01$ à $0,1\ Pa.s$). Le graphe I.3.19, représente l'épaisseur relative h/r calculée par cette méthode en fonction du nombre capillaire $Ca = \eta U/\gamma$ calculé à partir de la vitesse U de la bulle. Nous représentons la loi de Bretherton (I.3.5) en pointillés. Nos points expérimentaux sont proches de la loi de Bretherton,

ils vérifient une tendance $h/r \sim Ca^{0,59}$. Le modèle de Bretherton a été démontré pour des capillaires en position horizontale, il est possible que cette différence entre nos mesures et la loi soit due à la position du capillaire verticale. Cependant la différence est très faible, nous utiliserons dons la loi de Bretherton pour caractériser la période T

3.2.3 Régime périodique I : La période T

Dans la Figure I.3.20, nous traçons la période normalisée T/T^* en fonction du nombre capillaire Ca pour les points tels que $Bo \leq 1$ (régime périodique I). Nous rappelons $T^* = \eta/\rho g r$. Tous les points de différents paramètres (η, Q et r), se retrouvent sur la même courbe de tendance $T/T^* \sim Ca^{-1,39\pm0,09}$.

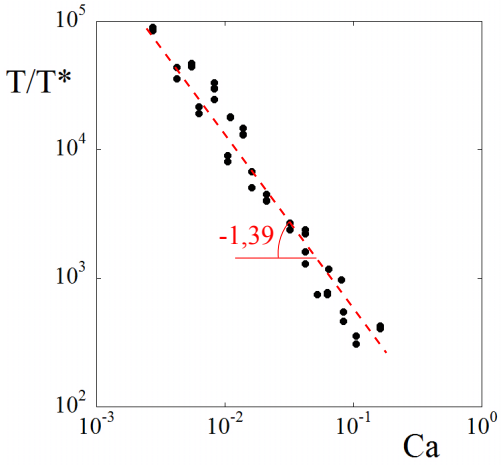


FIGURE I.3.20 – Période normalisée T/T^* en fonction du nombre capillaire Ca pour $Bo < 1$.

Si nous considérons le temps de pincement τ_p et l'expression de la loi de dépôt (I.3.5) démontrée précédemment, nous avons alors la relation :

$$\frac{\tau_p}{T^*} \sim \frac{1}{Ca^{\frac{4}{3}}} \sim \frac{T}{T^*} \tag{I.3.12}$$

La période T correspond effectivement au temps de pincement τ_p nécessaire pour stocker un volume de liquide $\Omega \sim hr^2$ à l'entrée du capillaire.

Nous explicitons l'expression de la période T selon les paramètres Q et η :

$$T \sim \frac{\gamma^{\frac{4}{3}} r^{\frac{5}{3}}}{\eta^{\frac{1}{3}} Q^{\frac{4}{3}}} \tag{I.3.13}$$

Nous retrouvons les tendances observées dans la section précédente pour la période T en fonction du débit Q et en fonction de la viscosité η (Figures I.3.13a et I.3.14a) :

$$T \sim Q^{-1,23\pm0,09} \approx Q^{-\frac{4}{3}} \quad et \quad T \sim \eta^{-0,29\pm0,05} \approx \eta^{-\frac{1}{3}} \tag{I.3.14}$$

La période est donc une fonction décroissante de la viscosité du fait que le film de liquide déposé est d'autant plus épais que la viscosité du liquide est importante. A travers cette épaisseur, le liquide draine alors plus rapidement malgré la force de friction visqueuse dans le film, donc le temps de pincement est plus rapide.

Aussi, nous retrouvons la tendance T croissante avec le rayon du capillaire, mais nous n'avons pas assez de ponts expérimentaux pour détailler cette tendance.

3.2.4 Régime périodique *II*

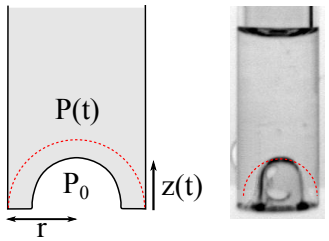


FIGURE I.3.21 – Schéma de l'interface en bas du capillaire pour $Bo > 1$.

La dynamique de ce régime est différente. Le temps dominant est le temps τ_i que met l'interface inférieure pour se déformer jusqu'à la distance r. La distance r correspond à la hauteur de la calotte sphérique de courbure maximale possible dans le capillaire (Figure I.3.21). Lorsque l'interface se déforme, elle est soumise aux forces de pression F_p, à la force d'Archimède F_a et aux forces visqueuses F_v.

La force de pression se décompose en deux termes : un terme dû à la pression de Laplace et un terme dû à la dépression imposée par l'aspiration. Nous considérons que l'interface se déforme comme une demi sphère de rayon $z(t)$ qui grossit. Le terme de pression de Laplace s'écrit donc $2\gamma/z(t)$. Lorsque nous tirons sur la seringue, la pression $P(t)$ dans le volume d'air diminue (Figure I.3.22). Nous avons remarqué au cours des expériences que l'interface supérieure ne bouge quasiment pas (Figure I.3.10). La diminution de pression dans l'air de la seringue induit alors une dépression au niveau de l'interface inférieure de l'index de liquide qui va se déformer.

Initialement, le volume d'air Ω_0 dans le capillaire est à la pression atmosphérique P_0. Nous tirons sur la seringue au débit Q et le volume d'air augmente tel que $\Omega(t) = \Omega_0 + Qt$. La pression de l'air dans le capillaire s'écrit :

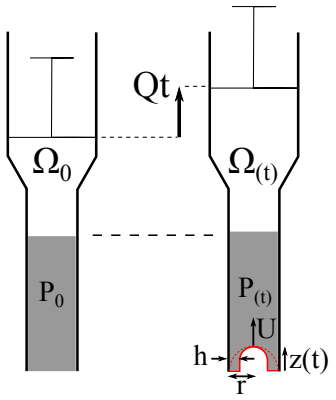


FIGURE I.3.22 – Variation du volume d'air dans le capillaire.

$$P(t) = \frac{P_0\Omega_0}{\Omega(t)} = P_0\frac{1}{1+Qt/\Omega_0} \sim P_0(1-\frac{Qt}{\Omega_0}) \tag{I.3.15}$$

La variation de volume Qt est faible comparée au volume initial d'air Ω_0 et la dépression appliquée au niveau de l'interface inférieure s'écrit donc : $dP(t) = P(t) - P_0 = -P_0Qt/\Omega_0$. Les forces de pression s'écrivent finalement $F_p = (2\gamma/z(t) - P_0Qt/\Omega_0)\pi r^2$.

La force d'Archimède correspond à la poussée du volume d'air qui est entré dans le capillaire. Pour une demi-sphère de rayon $z(t)$, la force d'Archimède s'écrit $F_a = -2\pi z^3\rho g/3$.

Enfin, la déformation de l'interface induit une dissipation visqueuse dans le liquide. Nous considérons que la région perturbée correspond à la calotte sphérique de rayon r. Les forces de dissipation visqueuse s'écrivent donc $F_v \sim \eta\dot{z}r$.

Le nombre de Reynolds étant toujours petit devant l'unité dans nos expériences ($\Re \approx 0,2$ dans l'exemple de la Figure I.3.10), l'inertie est négligeable et la déformation de l'interface est contrôlée par le bilan de force $F_p + F_a + F_v = 0$. Nous obtenons finalement la relation :

$$\eta\dot{z}r \sim \left(P_0\frac{Qt}{\Omega_0} - \frac{2\gamma}{z(t)}\right)\pi r^2 + \rho g\frac{2\pi z^3(t)}{3} \tag{I.3.16}$$

Cette relation nous permet de voir que sans aspiration $Q = 0$, alors l'interface se met en mouvement seulement si la poussée d'Archimède $\sim \rho g z^3$ est supérieure à la force de pression de Laplace $\sim \gamma r^2/z$. Ce point correspond à $z_c = 1,3\sqrt{ar}$. Nous redéfinissons donc le temps τ_i comme le temps nécessaire pour déformer l'interface jusqu'au point z_c où elle peut ensuite se déformer naturellement par la seule poussée d'Archimède. Nous intégrons la relation précédente (I.3.16) de $z(0) = 0$ à $z(\tau_i) \sim \sqrt{ar}$, en considérant les termes dominants initialement $\eta\dot{z}r \sim -dP(t)r^2$, soit :

$$\eta\sqrt{ar} \sim Qr\tau_i^2 \tag{I.3.17}$$

Le temps de déformation de l'interface s'exprime finalement comme :

$$\tau_i \sim \sqrt{\frac{\eta}{Q}} \left(\frac{a}{r}\right)^{\frac{1}{4}} \sim T \tag{I.3.18}$$

Nous retrouvons les tendances observées précédemment pour la période T (Figures I.3.13b et I.3.14b). C'est à dire une période T qui diminue lorsque le débit Q croît, et qui augmente lorsque la viscosité η croît.

$$T \sim Q^{-0,56\pm0,07} \approx Q^{-\frac{1}{2}} \quad et \quad T \sim \eta^{0,47\pm0,02} \approx \eta^{\frac{1}{2}} \tag{I.3.19}$$

Nous retrouvons également la tendance T décroissante avec le rayon du capillaire r. Nous n'avons pas assez de points expérimentaux pour détailler cette tendance.

3.3 Régimes limites et diagramme de phase

3.3.1 Instabilités interfaciales

Comme nous l'avons observé, les deux régimes limitant le fonctionnement périodique de l'horloge sont les instabilités de Plateau-Rayleigh [49, 50] et de Rayleigh-Taylor [51]. La surface d'un liquide est naturellement soumise aux forces capillaires et au champ gravitationnel. Suivant la configuration de l'interface, ces deux forces peuvent être stabilisantes ou déstabilisantes. Nous décrivons dans ce paragraphe le mécanisme de ces deux instabilités.

a/ Instabilité de Plateau-Rayleigh

L'instabilité de Plateau-Rayleigh est capillaire et s'observe pour des surfaces de forme cylindrique. Elle se manifeste par exemple lorsque le dépôt de rosée le long du fil à linge se transforme en un chapelet de gouttelettes (photo I.3.23). Ces gouttes sont le résultat de la déstabilisation du film d'eau déposé le long du fil.

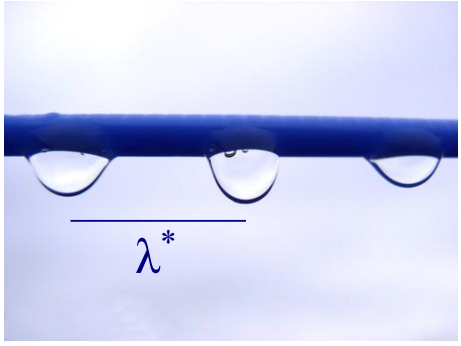


FIGURE I.3.23 – Photo de gouttes de rosée sur un fil à linge, prise sur internet.

Cette instabilité se retrouve pour toute surface cylindrique : un jet d'eau [56], un dépôt de liquide le long d'une fibre ou un dépôt de liquide à l'intérieur d'un capillaire cylindrique [57, 58, 59].

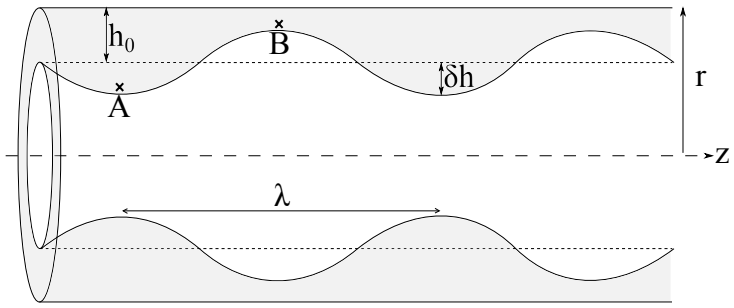


FIGURE I.3.24 – Schéma du film de liquide déposé se déstabilisant en ondes de longueur λ par effets capillaires.

Nous considérons un film de liquide d'épaisseur h_0 déposé aux parois d'un capillaire cylindrique de rayon r. Le film se déstabilise en ondes de longueur $\lambda = 2\pi/k$ et d'amplitude δh (Figure I.3.24), soit : $h(z) = h_0 + \delta h\ cos(kz)$. Nous calculons la pression aux points A et B respectivement dans la bosse et dans le creux de l'onde de perturbation. La perturbation δh étant petite devant la longueur capillaire a, nous négligeons le terme de pression hydrostatique. La courbure locale au point A dans le liquide s'écrit :

$$C_A \approx -\frac{1}{r - h_0 - \delta h} - \left.\frac{\partial^2 h}{\partial z^2}\right|_{z=0} \approx -\frac{1}{r - h_0 - \delta h} + k^2 \delta h \tag{I.3.20}$$

et la courbure locale au point B dans le liquide s'écrit :

$$C_B \approx -\frac{1}{r - h_0 + \delta h} - \left.\frac{\partial^2 h}{\partial z^2}\right|_{z=\lambda/2} \approx -\frac{1}{r - h_0 + \delta h} - k^2 \delta h \tag{I.3.21}$$

La différence de pression entre les points A et B s'exprime alors :

$$\begin{aligned} P_B - P_A = \gamma(C_B - C_A) &= \gamma\left(-\frac{1}{r - h_0 + \delta h} + \frac{1}{r - h_0 - \delta h} - 2k^2\delta h\right) \\ &\sim 2\gamma\delta h\left(\frac{1}{(r - h_0)^2} - k^2\right) \end{aligned}$$

Si $P_B - P_A > 0$, alors le liquide dans le creux (point B) se déplace vers la bosse (point A) et la déformation croît. L'instabilité se développera si $\lambda > 2\pi(r - h_0)$. Toutes les longueurs d'ondes supérieures à $2\pi(r - h_0)$ sont susceptibles de se

développer cependant le temps de croissance de l'instabilité [50] est minimum pour la longueur d'onde : $\lambda^* = 2\pi\sqrt{2}r$. C'est la longueur que nous observons naturellement (Figure I.3.23).

b/ Instabilité de Rayleigh-Taylor

La source de cette instabilité est le champ gravitationnel. Elle peut être observée très facilement en peignant un plafond. Le film de liquide suspendu se déstabilise et au bout d'un moment, se transforme en un réseau de gouttes équidistantes. La photo I.3.25 représente l'instabilité de Rayleigh-Taylor observée pour un film mince d'huile silicone déposé sur une plaque en verre puis retournée [60].

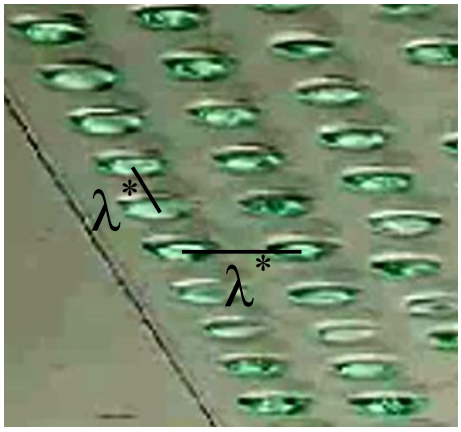


FIGURE I.3.25 – Photo de la déstabilisation d'un film d'huile sur une plaque de verre renversée (issu du film présenté dans le livre "Gouttes, bulles, perles et ondes" [61]).

La surface du liquide ondule (Figure I.3.26) sous l'effet de la gravité tandis que la tension de surface s'oppose à sa déformation. Afin de déterminer la longueur λ des ondes de déformation, nous considérons le cas en deux dimensions. Nous évaluons l'énergie (par unité de longueur dans le plan perpendiculaire à la Figure I.3.26) entre un film ondulant de profil $e(x) = e_0 + \delta e\ cos(2\pi x/\lambda)$ et un film plat d'épaisseur e_0, sur une longueur d'onde λ :

$$\Delta E = \int_0^\lambda \gamma(ds - dx) - \int_0^\lambda \frac{1}{2}\rho g(e - e_0)^2 dx \tag{I.3.22}$$

Nous considérons les déformations de faible amplitude $\delta e << \lambda$. L'abscisse curviligne $ds = \sqrt{de^2 + dx^2}$ se développe sous la forme : $ds \approx dx(1 + (de/dx)^2/2)$. L'énergie ΔE se calcule alors plus facilement et nous trouvons :

$$\Delta E = \frac{1}{4}\gamma\delta e^2\lambda\left(\left(\frac{2\pi}{\lambda}\right)^2 - \left(\frac{1}{a}\right)^2\right) \tag{I.3.23}$$

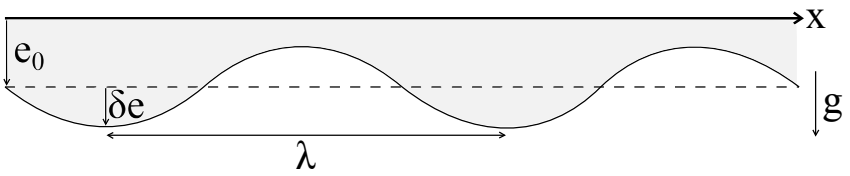


FIGURE I.3.26 – Schéma du film de liquide déposé se déstabilisant en ondes de longueur λ par effets gravitaires.

Le film est instable lorsque $\Delta E < 0$, soit pour les grandes longueurs d'ondes telles que $\lambda > 2\pi a$.

Un capillaire rempli de liquide peut être retourné délicatement sans que celui-ci se vide, tant que son rayon est tel que $2r < 2\pi a$. La plus grande longueur d'onde qui peut se développer dans un capillaire est celle égale au diamètre du capillaire. La vidange d'un capillaire se fait par la propagation d'une longue bulle à l'intérieur du capillaire et l'évacuation du liquide en bas du capillaire [62]. Ces longues bulles sont appelées les bulles de Dumitrescu-Taylor, du nom des travaux clé de Dumitrescu [63] et de Taylor [64], motivés principalement par la recherche sous-marine.

3.3.2 Diagramme de phase

Nous allons maintenant définir les frontières entre les différents régimes en fonction des nombres caractéristiques appropriés que nous avons définis au cours de ces observations, soit : le nombre de Bond $Bo = (r/a)^2$ et le nombre capillaire $Ca = \eta U/\gamma$.

a/ Instabilité de Plateau-Rayleigh

L'instabilité de Plateau-Rayleigh a lieu lorsque la force capillaire est dominante. Dans cette expérience, la capillarité est en compétition avec la force de gravité dans l'épaisseur de liquide déposée h. L'amplitude maximum possible pour l'instabilité est $\delta h_{max} = h$ sur une longueur d'onde de l'ordre de r. Le saut de pression de Laplace s'équilibre avec la pression hydrostatique $\rho g r$, soit :

$$\gamma\left(\frac{1}{r-2h}-\frac{1}{r}\right) \approx \frac{2\gamma h}{r^2} >> \rho g r \quad \Rightarrow \quad Bo << 2\times 1,34\, Ca^{\frac{2}{3}} \tag{I.3.24}$$

Pour les expériences vérifiant cette condition (I.3.24), nous observerons alors l'instabilité de Rayleigh. C'est effectivement le cas pour l'expérience de la photo I.3.8, le nombre de Bond est tel que $Bo \approx 0,12$ et le nombre capillaire tel que $2\times 1,34 Ca^{2/3} \approx 4,4$.

b/ Régimes périodiques

Nous avons observé et démontré une différence entre les deux régimes périodiques I et II.
Afin de définir précisément la limite entre ces deux régimes, nous avons fait l'expérience suivante : une fois la bulle formée, nous arrêtons l'aspiration. Pour le capillaire de rayon $1,15\ mm$ (régime périodique I), la bulle s'arrête et reste bloquée. Tandis que pour le capillaire de rayon $2,25\ mm$ (régime périodique II), la bulle continue à monter dans le capillaire.
Ce qui différencie ces deux régimes est donc le fait que la bulle puisse monter librement ou non dans le capillaire sous l'effet de la gravité. Jusqu'à présent, nous avons défini cette limite comme étant la transition entre le régime où la force capillaire domine et celui où la force de gravité domine. Cela se traduit par le nombre de Bond $Bo = \rho g r^2/\gamma = (r/a)^2$ inférieur (force capillaire dominante) ou supérieur (gravité dominante) à 1.

Cette limite est en fait plus délicate, il a été démontré par Bretherton [52] et observé numériquement par Reinelt [65], qu'une bulle dans un capillaire vertical, ne monte sous l'effet de la gravité que si :

$$Bo > 0,842 + 1,25Ca^{\frac{1}{9}} + 2,24Ca^{\frac{1}{3}} \tag{I.3.25}$$

Nous définissons ainsi (I.3.25) la limite entre les régimes périodiques I et II.

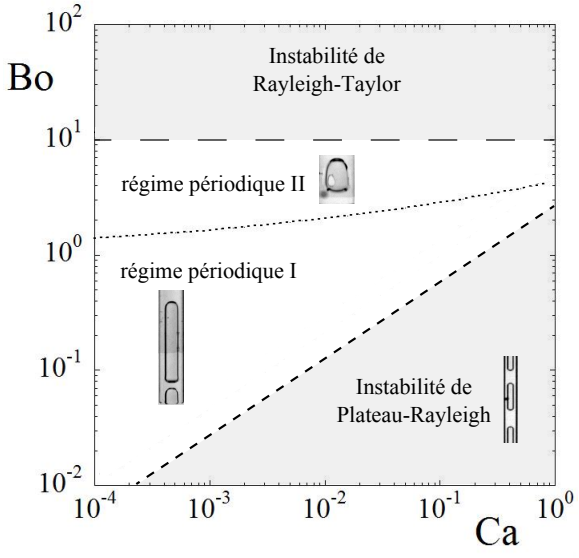
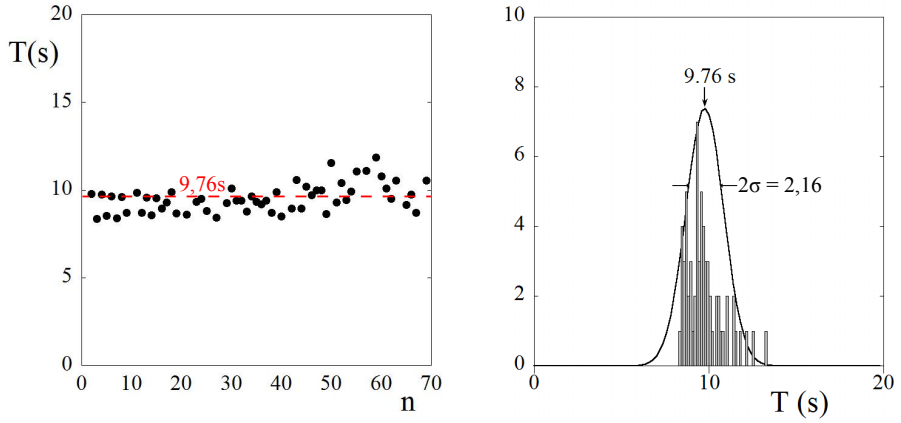


FIGURE I.3.27 – Diagramme de phase du système d'aspiration capillaire en fonction des nombres caractéristiques Bo et Ca.



(a) (b)

FIGURE I.3.28 – Etude statistique de la période T. Huile silicone $\eta = 10\ Pa.s$, $r = 1,15\ mm$ et $Q = 1\ ml/min$. (a) Période T mesurée sur 70 cycles. (b) Répartition statistique de la période T.

c/ Instabilité de Rayleigh-Taylor

L'instabilité de Rayleigh-Taylor a lieu pour des capillaires de taille r supérieure à πa. Nous définissons ainsi la limite pour laquelle l'huile silicone va s'écouler naturellement hors du capillaire :

$$Bo \geq \pi^2 \approx 9,86 \tag{I.3.26}$$

En effet, pour le capillaire de rayon $r = 5\ mm$ et l'huile silicone de longueur capillaire associée $a = 1,5\ mm$, le liquide s'écoule hors du capillaire et le nombre de Bond correspondant est $Bo \approx 11$.

Nous avons répertorié les différents régimes et leurs limites dans le diagramme de phase de la Figure I.3.27. A partir de ce diagramme de phase I.3.27, nous pouvons parfaitement savoir dans quel régime fonctionnera l'horloge suivant les nombres caractéristiques du système : Bo et Ca.

Etude statistique :

Un avantage de cette *horloge à bulle* est l'étendue de la période. Ce système nous permet d'atteindre des périodes de l'ordre de $0,1$ jusqu'à $100\ s$. Une étendue non négligeable pour un système hydraulique. Afin de confirmer la robustesse de cette horloge, nous avons fait une étude statistique de la période. Nous avons laissé l'expérience tourner le plus longtemps possible (cela revient à tirer entièrement sur

la seringue) et nous avons mesuré la période afin de contrôler que celle-ci reste stable. Nous avons fait des mesures sur 70 cycles, et l'erreur relative maximale est de 10%, voir Figure I.3.28a. Une erreur raisonnable pour ce type de système.

Conclusion

Nous avons développé dans ce chapitre une *horloge à bulle* stable et de période étendue (de $0,1$ à 100 s) à partir d'un système d'aspiration capillaire générant la formation périodique de bulles.
Après avoir observé les écoulements mis en jeu, nous avons déterminé la période T pour chaque régime périodique en fonction des paramètres du montage (r, η, Q). La clé du fonctionnement périodique et continu de cette *horloge à bulle* est l'existence d'un flux de recirculation dû au drainage de liquide le long des parois du capillaire. Nous avons finalement défini les domaines d'existence des régimes périodiques. Et par cette étude complète, nous pouvons prévoir exactement le fonctionnement de l'*horloge à bulle* en fonction des paramètres caractéristiques : Bo et Ca.

Chapitre 4

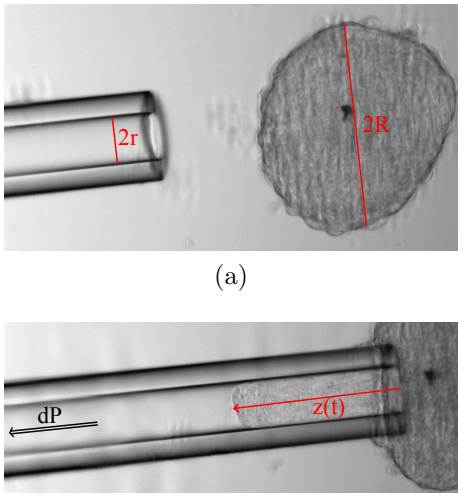
Dynamique d'aspiration à pression constante : un viscosimètre

4.1 Un rhéomètre basé sur l'aspiration d'interface 74
4.1.1 Un rhéomètre en biologie 74
4.1.2 Système d'aspiration 75
4.1.3 Montée capillaire : 76
4.1.4 Observation des profils d'avancé de l'interface 78
4.1.5 Equation du mouvement 79
4.2 Une mesure de la viscosité 81
4.2.1 Mesure de la viscosité 81
4.2.2 Représentation contrainte-cisaillement 82
4.3 Plus en détail : les limites du système 83
4.3.1 Grande dispersion aux temps courts 83
4.3.2 Limites du système 86
4.3.3 Application aux cellules 87

Lorsque l'interface se déplace dans le capillaire, sa dynamique nous permet de mesurer la viscosité du fluide aspiré.

Nous commençons par décrire le montage d'aspiration capillaire inspiré des travaux faits sur l'aspiration cellulaire [6]. C'est un système d'aspiration à pression constante et nous l'appliquons aux huiles silicones de différentes viscosités. Après avoir déterminé la contrainte σ imposée au fluide et le cisaillement $\dot{\gamma}$ dans l'écoulement, nous en déduisons une valeur de la viscosité η en se basant sur la représentation classique des fluides Newtoniens $\sigma = \eta\dot{\gamma}$.

Nous terminons en répertoriant les inconvénients et imprécisions de cette technique dans le but de l'améliorer et de penser à un nouveau dispositif plus performant que nous étudierons dans le chapitre suivant.



(a)

(b)

Figure I.4.1 – Aspiration d'un agrégat cellulaire à travers une micropipette : (a) $r = 19\ \mu m$ et $R = 85\ \mu m$; (b) $dP = 400\ Pa$ et $z(t) = 148\ \mu m$ pour $t = 3600\ s$.

4.1 Un rhéomètre basé sur l'aspiration d'interface

4.1.1 Un rhéomètre en biologie

L'idée d'aspiration par système capillaire est née grâce aux nombreux travaux réalisés en biologie par cette méthode. Dans ce domaine, l'aspiration par micropipette est une technique très utilisée pour déterminer les caractéristiques physiques des cellules (vésicules [7], globules rouges [6], agrégats cellulaires [18]) ou numériquement (neutrophil [66]).

Le principe est le suivant, l'agrégat (ou cellule seule) de rayon R, est amené à l'entrée de la micropipette (rayon r) et subit une dépression dP constante, voir Figure I.4.1. L'agrégat est aspiré dans la micropipette et se déplace selon un profil $z(t)$. En reliant $z(t)$ à la viscosité de la cellule η et aux paramètres du système (R, r, dP) selon les équations d'hydrodynamique, il est alors possible de mesurer la viscosité équivalente η d'un agrégat. Les viscosités mesurées des agrégats sont de l'ordre de $10^5\ Pa.s$, soit $10^8 \times \eta_{eau}$ [18, 67, 68]. Pour les cellules, la viscosité est de l'ordre de $10^2\ Pa.s$ [6], soit 10^5 fois la viscosité de l'eau.

Avant de passer à ces objets complexes (chapitre 8), nous voulons tester et étalonner ce système avec les fluides Newtoniens. Nous voulons comprendre le mécanisme et la dynamique des fluides aspirés à l'intérieur du capillaire.

4.1.2 Système d'aspiration

Le montage utilisé pour imposer une force d'aspiration constante est basé sur le principe du montage décrit au chapitre 2. Nous avons schématisé le système dans la Figure I.4.2.

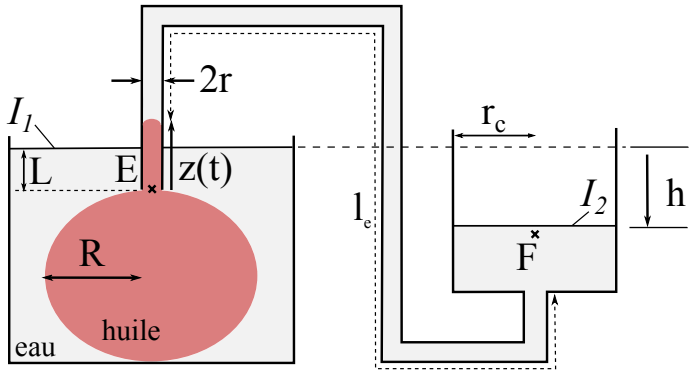


FIGURE I.4.2 – Montage d'aspiration pour une interface liquide-liquide : les capillaires et la cuve sont remplis d'eau, et nous déposons une goutte d'huile dans la cuve

Nous étalonnons le viscosimètre en aspirant une goutte d'huile silicone de viscosité η. Pour éviter les effets de la gravité sur la goutte, nous utilisons un liquide ambiant de même densité, soit un mélange d'eau et éthanol (52 % d'eau, 48 % d'éthanol) de densité $\rho_e \approx 907\ kg.m^{-3} = \rho$. Il est difficile d'avoir deux liquides de même densité exactement, nous rajoutons alors quelques gouttes d'éthanol de manière à ce que le mélange eau-éthanol soit légèrement moins dense que l'huile silicone. Ainsi, la goutte d'huile est quasiment sphérique et se pose en bas de la cuve, voir Figure I.4.3. Les densités étant très proche ($(\rho - \rho_e) \leq 0,05\rho$), nous les considérons égales. Par la suite, nous dirons "eau" pour désigner ce mélange eau-éthanol.

Une fois la goutte d'huile formée dans la cuve et le système capillaire rempli d'eau, l'extrémité E du capillaire est plongée dans la cuve. L'autre extrémité F du système d'aspiration est une interface libre (Figure I.4.2). Initialement, le système se met naturellement à l'équilibre : les interfaces I_1 et I_2 sont à la même hauteur. Nous posons l'extrémité E du capillaire sur la goutte et l'huile rentre légèrement dans le capillaire. Nous détaillerons cette montée capillaire dans le paragraphe suivant et verrons comment elle n'a pas d'incidence sur la mesure de la viscosité. Enfin, nous baissons le plus rapidement possible l'extrémité F, créant ainsi une dépression $dP = \rho gh$ constante entre les deux interfaces I_1 et I_2. Nous notons la force d'aspiration $F_a = dP \times \pi r^2$.

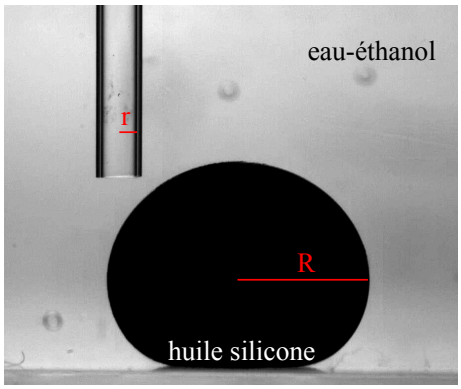


Figure I.4.3 – Photo de la goutte d'huile silicone dans le mélange eau-éthanol. Le verre sous la goutte est traité pour être hydrophile. $r = 0,75\ mm$.

Sous cette force d'aspiration F_a, les deux liquides (huile silicone et eau) se mettent en mouvement. Pour que la variation de la hauteur des interfaces I_1 et I_2 pendant l'aspiration soit négligeable, nous choisissons une extrémité de tube F de rayon r_c au moins 10 fois supérieure au rayon du capillaire. La Figure I.4.4 montre des images successives de l'avancée de l'interface. Les images sont prises à intervalle de temps constant $dt = 10\ s$. Nous voyons que le profil d'avancée de l'interface n'est pas linéaire.

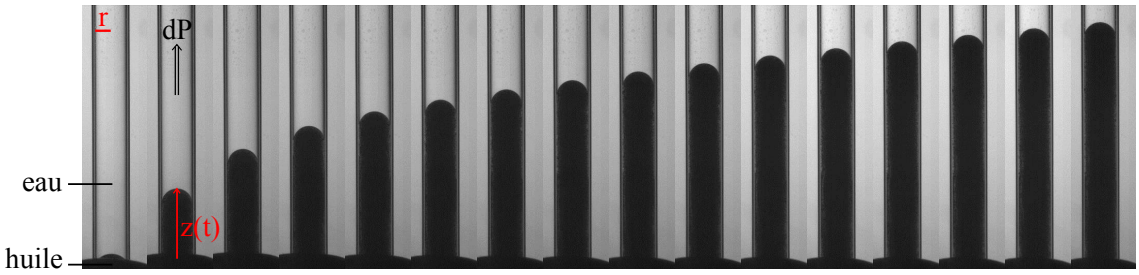


Figure I.4.4 – Série de photos de l'interface huile-eau. Pression d'aspiration constante : $dP = 400Pa$. Rayon du capillaire $r = 1\ mm$. Viscosité de l'huile silicone $\eta = 100\ Pa.s$. Intervalle de temps constant entre chaque image : $dt = 10\ s$.

4.1.3 Montée capillaire :

Avant de commencer l'aspiration, lorsque nous posons le capillaire sur la goutte d'huile, nous observons une montée capillaire initiale de l'huile plus ou moins importante suivant les expériences, voir Figure I.4.5. Cette montée capillaire est observable car les deux liquides sont de densités différentes. Nous utilisons un mélange eau-éthanol de densité ρ_e légèrement inférieure à la densité de l'huile ρ. Par un bilan

de pression dans la colonne d'huile montée dans le capillaire, nous calculons la hauteur H de la colonne. Nous calculons la pression au point E à partir de l'interface I_1 puis I_2 (Figure I.4.2).

$$P_E = P_0 + \rho_e g L$$
$$P_E = P_0 + \rho_e g(L - H) - \frac{2\gamma cos(\theta_e)}{r} + \rho g H$$

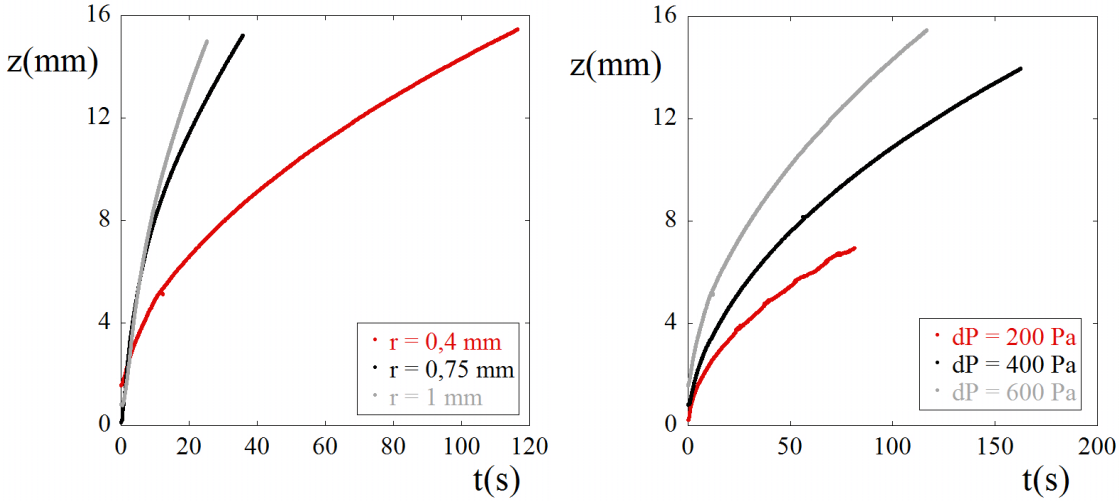
Nous trouvons finalement l'expression de H en fonction des paramètres, dite loi de Jurin :

$$H = -\frac{2\gamma cos(\theta_e)}{(\rho_e - \rho)gr} \quad > \quad 0 \tag{I.4.1}$$

Cette expression est positive car selon les observations des angles initiaux, $\theta_e > 90°$, voir Figure I.4.5. Cependant, il est difficile d'estimer cette montée capillaire de part la difficulté de mesurer l'angle de contact et de l'incertitude faite également sur la mesure de la densité ρ_e du mélange eau-éthanol qui varie selon les mesures. Nous allons voir par la suite que cette montée capillaire ne gène pas la mesure de la viscosité. Nous notons $H = z(0)$, l'avancée au temps $t = 0$ de l'huile silicone dans le capillaire.



FIGURE I.4.5 – Montée capillaire initiale pour un tube de $0,4\ mm$ et une huile de $0,5\ Pa.s$



(a) $\eta = 10\ Pa.s$; dP $= 600\ Pa$ (b) $\eta = 10\ Pa.s$; r $= 0,4\ mm$

Figure I.4.6 – Profils d'avancée de l'interface pour différents paramètres : (a) Seul le rayon du capillaire varie, (b) Seule la pression varie.

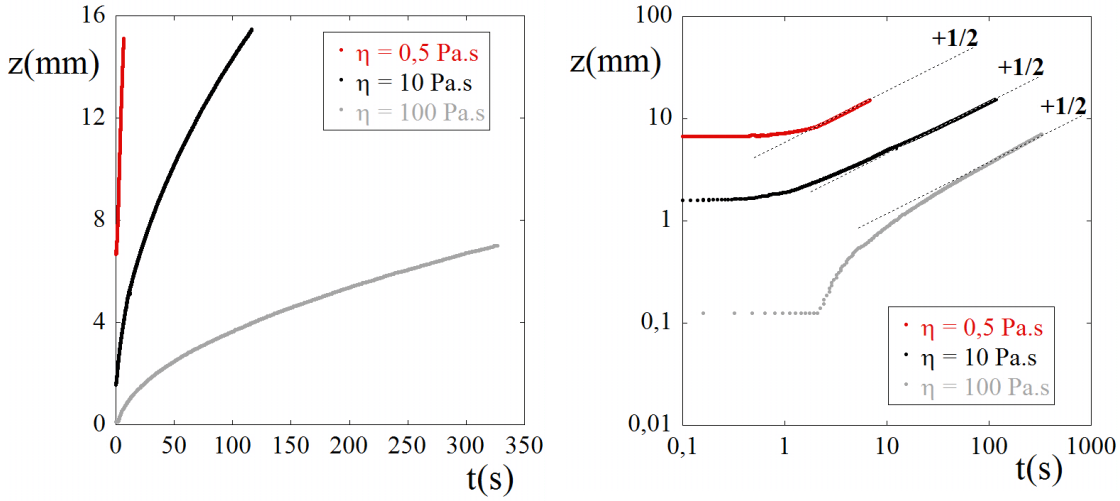
4.1.4 Observation des profils d'avancé de l'interface

Nous effectuons plusieurs aspirations en changeant les paramètres suivants : le rayon du capillaire r, la dépression imposée dP et la viscosité de l'huile η.

Nous choisissons des capillaires de rayons : $0,4$; $0,75$ et $1\ mm$. Dans la Figure I.4.6a, nous traçons le profil d'avancée $z(t)$ du manchon d'huile pour différents rayons de capillaire r, avec $\eta = 10\ Pa.s$ et $dP = 600\ Pa$. Nous observons que la vitesse de l'interface est croissante avec le rayon du capillaire.

Nous faisons varier la dépression imposée $dP = \rho gh$. Pour que le fluide s'écoule, il faut des dépressions supérieures à la dépression critique $\Delta P_c \approx 2\gamma/r$ (pour $R > 10r$, voir chapitre 2). La tension de surface à l'interface huile-eau a une valeur $\gamma \approx 35\ mN/m$ (mesurée par K.Piroird [69]) et $r \geq 0,4\ mm$, soit $\Delta P_c \leq 175\ Pa$. Limités par les caractéristiques du montage, nous appliquons des dépressions de 200 à 600 Pa. Dans la Figure I.4.6b, nous traçons les profils d'entrée $z(t)$ pour différentes dépressions dP, avec $\eta = 10\ Pa.s$ et $r = 0,4\ mm$. Nous observons que la vitesse d'avancée $\dot{z}(t)$ est croissante avec la dépression dP.

Enfin, nous varions la viscosité η de $0,5$ à $100\ Pa.s$. La Figure I.4.7a représente l'avancée de l'interface $z(t)$ pour ces différentes viscosités et les autres paramètres fixes ($r = 0,4\ mm$ et $dP = 600\ Pa$). Plus la viscosité est grande, plus la dissipation est importante. Dans la figure I.4.7b, nous avons tracé les mêmes profils en représentation logarithmique. Le profil d'entrée observé pour toutes ces expériences



(a) dP = 600 Pa ; r = 0, 4 mm (b) dP = 600 Pa ; r = 0, 4 mm

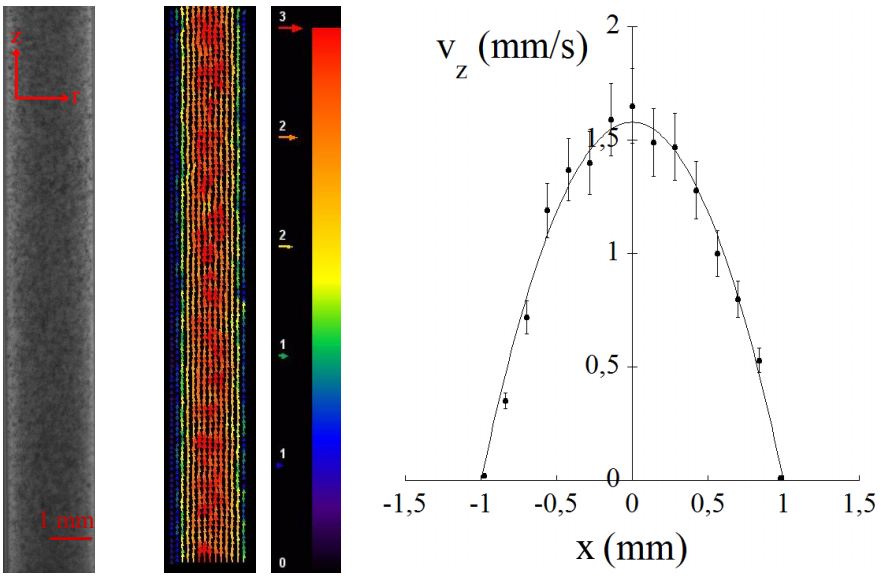
FIGURE I.4.7 – Profils d'avancée de l'interface pour différents paramètres : (a) Seule la viscosité varie (en représentation logarithmique), (b) Seule la viscosité varie (en représentation linéaire)

est un profil type $z \sim t^{1/2}$. Nous pouvons également observé la montée capillaire initiale : $H \approx 6,7\ mm$ pour l'huile V500, $H \approx 1,6\ mm$ pour la V10[4] et $H \approx 0,1$ pour la V10[5] dans un capillaire de rayon $r = 0,4\ mm$.

4.1.5 Equation du mouvement

La dynamique d'avancée de l'huile dans le capillaire est déterminée par le bilan de force entre la force d'aspiration $F_a = (dP - \Delta P_c)\pi r^2$ et la force de friction visqueuse dans le manchon d'huile F_v.

Pour déterminer l'écoulement d'huile silicone dans le capillaire en verre, nous avons procédé à une analyse PIV (Particle Imaging Velocity) sur quelques films. Nous introduisons des particules colorées dans l'huile silicone (voir image I.4.8a) comme traceurs du mouvement dans le fluide. Nous analysons ensuite deux images consécutives avec l'option PIV d'imageJ. Ce programme fait une analyse différentielle des deux images et en calcule la vitesse de déplacement moyenne des particules dans une boite de taille choisie (typiquement, une boite de 16 pixels pour une image de 128x800 pixels). La Figure I.4.8b montre graphiquement le profil de vitesse obtenu selon une échelle de vitesse relative (la couleur rouge correspond à la vitesse maximale puis le dégradé de couleur va décrescendo proportionnellement à cette vitesse maximale).



(a) (b) (c)

Figure I.4.8 – Analyse PIV de l'écoulement dans un tube de rayon 1 mm, pour une huile de viscosité 10 $Pa.s$ et une dépression de 600 Pa : (a) Image initiale de l'huile avec particules, (b) Résultat graphique obtenu avec ImageJ (échelle relative des vitesses), (c) Profil de la vitesse verticale v_z en fonction du rayon.

De cette analyse, nous voyons que la vitesse a uniquement une composante v_z selon la verticale, et nous en déduisons le profil de vitesse $v_z(x)$ qui varie dans la direction radiale x (Figure I.4.8c). Nous reconnaissons ici les caractéristiques d'un profil de Poiseuille : pour une hauteur fixée z, la vitesse varie de façon quadratique avec la distance à l'axe central x. Elle est maximale au centre $dv_z/dr(0) = 0$ et nulle aux parois du capillaire $v_z(r) = 0$.

Cette analyse de vitesse montre le non glissement (vitesse nulle) de l'huile aux parois du capillaire. La force de dissipation visqueuse résultante dans le manchon d'huile est donc la force visqueuse de l'écoulement de Poiseuille, soit : $F_v = 8\pi\eta\dot{z}z(t)$.

Nous intégrons le bilan des forces $F_a = F_v$ avec la condition initiale $z(0) = H$ et trouvons le profil d'avancée de l'interface d'huile :

$$\frac{z(t)}{r} = \sqrt{\frac{dP - \Delta P_c}{4\eta}t + \left(\frac{H}{r}\right)^2} \tag{I.4.2}$$

Nous retrouvons bien la tendance $z \sim \sqrt{t}$ à temps longs.

Afin d'éviter les divergences à cette loi d'avancée, il est important de vérifier que la longueur d'établissement l_p de l'écoulement de Poiseuille soit négligeable. Cette longueur d'entrée s'écrit :

$$l_p = \frac{\rho \dot{z} r^2}{\eta} = \Re \times r \tag{I.4.3}$$

avec $\Re = \rho \dot{z} r/\eta$, le nombre de Reynolds associé à l'écoulement. Nous veillons donc à ce que le nombre de Reynolds soit petit $\Re << 1$. Par exemple, la vitesse initiale de l'expérience présentée en Figure I.4.4 est de l'ordre de $0,4\ mm/s$, dans un capillaire de rayon $r = 1\ mm$, pour une huile de viscosité $\eta = 100\ Pa.s$. Le nombre de Reynolds associé est de l'ordre de $\Re \approx 4 \times 10^{-6}$. Le nombre de Reynolds maximal mesuré pour toutes nos expériences est de l'ordre de 3×10^{-3}.

4.2 Une mesure de la viscosité

4.2.1 Mesure de la viscosité

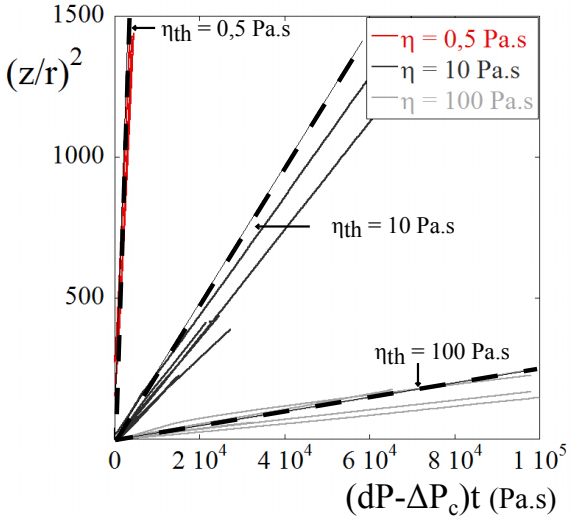


FIGURE I.4.9 – Profils normalisés pour toutes les viscosités. Capillaires ($r = 0,4$, $0,75$ et $1\ mm$) et dépressions ($dP = 200$, 400 et $600\ Pa$) confondus.

La relation entre l'avancée de l'huile $z(t)$ et la pression imposée $dP - \Delta P_c$ peut s'écrire plus simplement à partir de l'équation du mouvement de l'interface (I.4.2), soit :

$$\left(\frac{z}{r}\right)^2 = \frac{dP - \Delta P_c}{4\eta} t + \left(\frac{H}{r}\right)^2 \tag{I.4.4}$$

Nous voyons que la pente de la fonction $(z/r)^2 = f(t)$ donne une valeur de la viscosité.

Nous traçons dans la Figure I.4.9, l'avancée normalisée $(z(t)/r)^2$ en fonction de $((dP - \Delta P_c)t)$ pour les 3 viscosités différentes. En pointillés, nous traçons les droites

correspondantes à chaque viscosité théorique η_{th}, pour $H = 0$. Nous voyons que les profils d'avancée sont regroupés en 3 faisceaux de droites qui s'agencent autour des 3 tendances attendues en pointillé.

Pour chaque profil, nous calculons la viscosité η à partir de la pente mesurée. Dans la Figure I.4.10, nous représentons la viscosité mesurée par le système d'aspiration capillaire en fonction de la viscosité mesurée au viscosimètre rotatif. Les mesures sont très convaincantes, l'erreur maximale relative $\epsilon = (\eta_{mes} - \eta_{visco})/\eta_{mes}$ est de 20%.

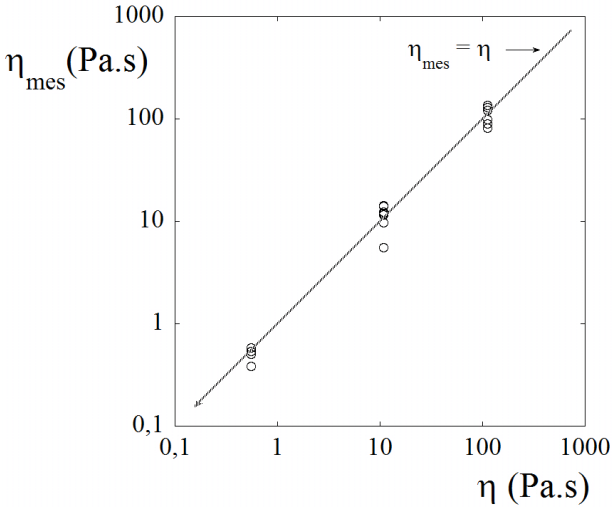


FIGURE I.4.10 – Viscosité mesurée par nos expériences en fonction de la viscosité mesurée au viscosimètre

4.2.2 Représentation contrainte-cisaillement

Une façon de vérifier le caractère Newtonien des huiles silicones est de représenter la contrainte σ en fonction du cisaillement $\dot{\gamma}$. Dans cet écoulement de Poiseuille, la contrainte est la force d'aspiration F_a qui s'applique sur la surface de cisaillement $2\pi r z(t)$. La contrainte s'écrit donc :

$$\sigma = (dP - \Delta P_c)\frac{r}{2z} \tag{I.4.5}$$

Le cisaillement subi par le liquide est celui du gradient radial de la vitesse calculé en $x = r$. Pour un écoulement de type Poiseuille, ce gradient s'écrit (le calcul est détaillé en annexe B) :

$$\dot{\gamma} = -\left|\frac{dv_z}{dx}\right|_{x=r} = \frac{4\dot{z}}{r} \tag{I.4.6}$$

Dans la Figure I.4.11, nous avons représenté la contrainte appliquée sur l'huile silicone σ en fonction du cisaillement auquel elle est soumise $\dot{\gamma}$. Nous retrouvons bien une relation linéaire caractéristique des fluides Newtoniens :

$$\sigma = \eta\dot{\gamma} \tag{I.4.7}$$

La pente mesurée dans cet exemple est de $10,5 \pm 0,6\ Pa.s$, qui représente bien la viscosité de l'huile silicone aspirée $\eta = 10\ Pa.s$.

La méthode est efficace et chaque aspiration donne une mesure de la viscosité. Cependant, le cisaillement $\dot{\gamma}$ n'est pas constant au cours de l'aspiration et cela peut devenir problématique pour les fluides complexes. Ces fluides présentent souvent des propriétés variables en fonction du cisaillement. Il est donc important de développer un système d'aspiration à cisaillement constant. Cette étude sera l'objet du chapitre suivant.

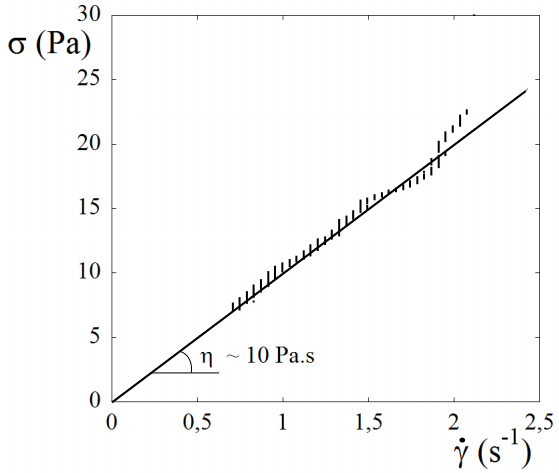


FIGURE I.4.11 – Contrainte σ en fonction du cisaillement $\dot{\gamma}$ pour une huile de viscosité $\eta = 10\ Pa.s$, aspirée à pression constante $dP = 400\ Pa$ dans un capillaire de rayon $r = 0,75\ mm$

4.3 Plus en détail : les limites du système

4.3.1 Grande dispersion aux temps courts

Afin de montrer le comportement aux temps courts, nous présentons les profils normalisés $(z/r)^2$ en fonction de $(dP - \Delta P_c)t$ en échelle log-log sur la Figure I.4.12. Nous observons une tendance linéaire $z(t) \sim t$ avant d'atteindre la tendance attendue en $z \sim \sqrt{t}$. Nous avons représenté uniquement les expériences pour lesquelles

$H \approx 0$ afin de ne pas mélanger les deux phénomènes.

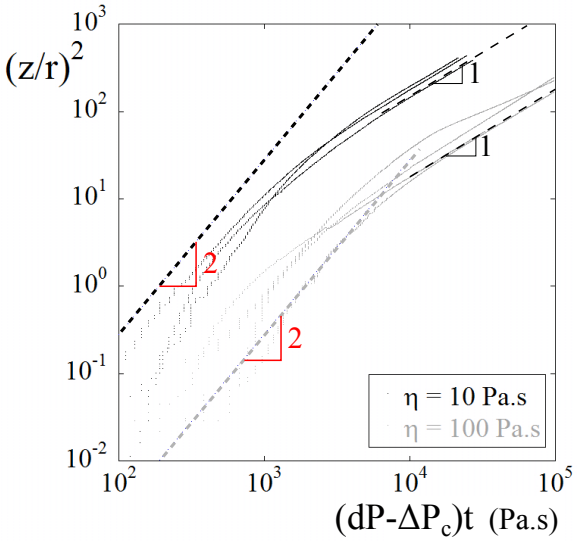


FIGURE I.4.12 – Profils normalisés en échelle logarithmique à partir de la Figure I.4.9. Capillaires ($r = 0,4$, $0,75$ et 1 mm) et dépressions ($dP = 200$, 400 et 600 Pa) confondus.

Pour expliquer ce phénomène, nous considérons les autres forces en compétition. Il y a la force de dissipation visqueuse dans l'eau sur une longueur l_e, nous notons $F_e = 8\pi\eta_e l_e \dot{z}$. Il y a aussi la force de dissipation visqueuse dans la goutte à l'entrée du capillaire. Cette force défini la dissipation visqueuse dans une région correspondant à une demi-sphère de rayon r à l'entrée du capillaire, nous notons : $F_{ve} = 3\pi^2\eta r\dot{z}$ [70]. Nous discuterons de l'origine de cette force par la suite. Ces 2 forces sont proportionnelles à $\dot{z}$ et pour une aspiration à pression constante $\dot{z} \sim dP$, elles génèrent un profil linéaire.

Nous voyons Figure I.4.12, que la profil linéaire initial est sensible à la viscosité de l'huile. Les profils de chaque viscosité se regroupent en un faisceau de droites différent. Si nous comparons ces deux forces, nous voyons que la dissipation dans l'huile F_{ve} est dominante pour les huiles de viscosité telle que :

$$\eta \geq \frac{8l_e}{3\pi r} \times \eta_e \sim 250 \times \eta_e \tag{I.4.8}$$

Dans nos expériences, $r \sim 1$ mm et $l_e \sim 300$ mm. La force de dissipation visqueuse dans la goutte d'huile F_{ve} est bien dominante pour toutes les huiles aspirées $\eta > 500\eta_e$.

Le bilan entre la force d'aspiration F_a et la force de dissipation à l'entrée du capillaire F_{ve} donne le profil d'avancée suivant :

$$\frac{z}{r} = \frac{(dP - \Delta P_c)t}{3\pi\eta} + \frac{H}{r} \tag{I.4.9}$$

A partir de cette équation, nous traçons en pointillé dans la Figure I.4.12 les 2 droites correspondantes aux 2 viscosités représentées ($\eta = 10\ Pa.s$ et $\eta = 100\ Pa.s$) pour $H = 0$. Aux erreur de H près, nous retrouvons bien les tendances linéaires observées initialement pour les profils d'entrée de l'huile silicone. Une mesure de la viscosité pourrait être possible dans ce régime mais ce régime est transitoire, ce n'est pas fiable.

Pour mesurer la viscosité, il faut donc atteindre le régime où la force de dissipation visqueuse dans le manchon d'huile $F_v = 8\pi\eta z\dot{z}$ est dominante devant les 2 autres forces que nous venons de citer F_{ve} et F_e. Cela se traduit par les conditions suivantes :

$$\begin{aligned} F_v >> F_{ve} \quad &\Leftrightarrow \quad z(t) \geq 1,17r \\ F_v >> F_e \quad &\Leftrightarrow \quad z(t) \geq \frac{\eta_e}{\eta} l_e \sim 0,6\ mm \quad (\text{pour } \eta = 0,5\ Pa.s) \end{aligned}$$

Nous voyons que la force de dissipation visqueuse dans la goutte n'est pas gênante, à partir de $z \geq 1,17r$ elle devient négligeable. Par contre, la force de dissipation dans l'eau peut poser problème. Nous voulons un système nécessitant de faibles volumes de liquide qui soit efficace dès $z \sim 10r$. Pour les liquides de faible viscosité telle que $\eta \leq \eta_e l_e/10r$, la force de dissipation dans l'eau sera alors toujours dominante sur la zone d'aspiration $z(t) \leq 10r$ et il sera impossible de mesurer la viscosité de la goutte aspirée. Ce système n'est donc pas approprié aux fluides de faibles viscosités.

Origine de la force de dissipation visqueuse dans la goutte

La Figure I.4.13 (issue de la thèse de K.Piroird [69]) représente une photographie en pause longue de particules dans une goutte à l'entrée du capillaire. La vitesse dans l'huile décroît fortement (d'un facteur 3) sur une distance de l'ordre de r. Le gradient de vitesse dans cette zone engendre une dissipation d'énergie. Le Laplacien de la vitesse à cet endroit est de l'ordre de $\dot{z}/r^2$ et le volume dans lequel a lieu cet écoulement est de l'ordre de r^3. En loi d'échelle, la force dissipative est proportionnelle à $\eta\dot{z}r$. Le point remarquable est que cette force ne dépend pas du rayon de la goutte. Cet effet a été caractérisé de manière théorique par Sampson [71], qui a montré que la différence de pression liée à l'écoulement depuis un réservoir à travers un orifice de rayon r est $\Delta P = 3\pi\eta u/r$, où u est la vitesse moyenne de l'écoulement. La force de friction associée est de l'ordre de $\Delta P\pi r^2 = 3\pi^2\eta u r$. Ce problème a été

étudié expérimentalement par Johansen [72] qui confirma ce résultat, avec un terme correctif de l'ordre de $(1-(r/R)^4)$ prenant en compte la taille finie R du réservoir.

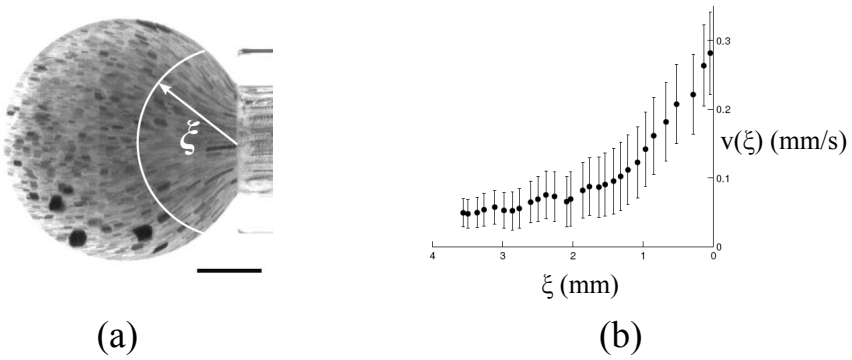


FIGURE I.4.13 – (a) Photographie en pause longue à l'entrée du capillaire. Rayon du capillaire : $r = 0,88\ mm$, viscosité $\eta = 5\ Pa.s$, temps d'exposition $dt = 2\ s$. La barre noire représente 1 mm. (b) Module de la vitesse dans la goutte en fonction de la distance ξ au centre de l'extrémité du tube, mesuré à partir de (a). La vitesse décroît rapidement, d'un facteur 3 sur une distance de 1 mm, de l'ordre du rayon du tube. Images issues de la thèse de K.Piroird [69].

4.3.2 Limites du système

Nous désirons répertorier dans ce paragraphe les inconvénients techniques que nous avons notés au cours de cette expérience. C'est à partir de ces observations que nous avons modifié le montage et que nous l'avons l'amélioré.

a/ Interface liquide-liquide :

La première remarque évidente que nous pouvons faire de ce montage, est que nous travaillons avec une interface liquide-liquide. Cela implique que nous devons faire un choix sur 2 fluides et ceux-ci doivent être non miscibles et quasiment de même densité. Cette condition peut devenir très contraignante lors de la caractérisation d'un fluide inconnu. Il est plus pratique de travailler avec une interface air-liquide.

b/ Mise en place de la dépression dP :

La mesure de la viscosité vient de la relation entre l'avancée normalisée $z(t)/r$ et le terme de pression $(dP-dP_c)t$, qui est une fonction racine : $z(t)/r \propto \sqrt{(dP-\Delta P_c)t}$. Un décalage (x_0,y_0) inconnu sur le point origine de la courbe d'équation $y-y_0 = \alpha\sqrt{x-x_0}$ entraîne une erreur sur la mesure de $\alpha \sim 1/\eta$:

$$y^2 = \alpha^2 x + 2y_0 y - \alpha^2 x_0 - y_0^2 \sim \alpha^2 x + f(y) \qquad \text{(I.4.10)}$$

Il est important dans cette expérience de connaître exactement la position initiale, ce qui n'est pas le cas.

Nous appliquons la dépression par palier : nous passons de $dP = 0$ à $dP = \rho gh$ en descendant manuellement l'extrémité F du capillaire. Nous tardons en moyenne $0,5\ s$ pour appliquer le palier. Le temps caractéristique de réaction d'un liquide est défini par :

$$\tau = \frac{\eta}{G} \tag{I.4.11}$$

avec η la viscosité et G le coefficient élastique du liquide. Pour les huiles silicones, $G \sim 5 \times 10^3\ Pa$ et l'huile la plus visqueuse utilisée $\eta = 100\ Pa.s$. Soit un temps caractéristique $\tau \sim 0,02$. Le liquide est donc sensible à la variation initiale de la pression que nous ne contrôlons pas.

Un moyen de remédier à cet inconvénient est de trouver un système où la pression est définie dès le temps zéro par une variation continue de la pression.

c/ Cisaillement non constant :

Dans cette expérience, le cisaillement $\dot{\gamma} \propto 1/\sqrt{t}$ n'est pas constant. Or pour les fluides complexes, il est fréquent que les caractéristiques physiques (viscosité, élasticité) dépendent du cisaillement [33]. Dans le but d'appliquer ce rhéomètre d'aspiration capillaire aux fluides complexes et aux agrégats cellulaires, nous avons intérêt à développer un système à cisaillement constant.

d/ Faibles viscosités et petits volumes :

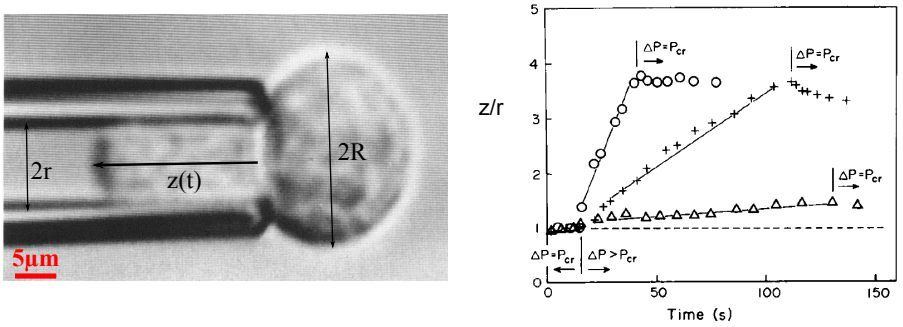
Pour se différencier des viscosimètres existants, nous voulons élaborer un système d'aspiration capillaire qui soit efficace pour des petits volumes. Il faut que ce système puisse mesurer la viscosité en aspirant le fluide dans le capillaire sur une longueur de l'ordre de $10r$. Nous avons vu que la dissipation visqueuse dans l'eau est dominante dans cette zone pour les liquides de viscosité telle que :

$$\eta \leq \frac{\eta_e l_e}{10r} \tag{I.4.12}$$

Nous voyons alors que ce système est incapable de mesurer des viscosités de l'ordre de celle de l'eau.

4.3.3 Application aux cellules

Nous reprenons l'expérience de Evans qui aspire des cellules appelées granulocytes à pression constante [6]. La photo I.4.14a représente un granulocyte aspiré



(a) (b)

FIGURE I.4.14 – Expériences de Evans [6] : (a) Granulocyte aspiré dans une micropipette, (b) Profils d'avancée $z(t)$ pour 3 pressions différentes (de $1,5$ à $4,3$ fois ΔP_c).

dans une micropipette. Il a observé qu'au delà de la pression critique ΔP_c (définie au chapitre 2), la cellule s'écoule dans la micropipette telle une goutte de liquide Newtonien de viscosité η. La Figure I.4.14b représente les profils d'avancée de la cellule pour trois pressions d'aspiration différentes (de $1,5$ à $4,3$ fois la pression critique). Le profil observé est linéaire.

L'aspiration des cellules présente des conditions limites différentes que celle des huiles silicone. Nous avons vu que l'écoulement d'une huile silicones dans un capillaire en verre est un écoulement de Poiseuille qui vérifie la condition de non glissement aux parois du capillaire. Dans le cas des cellules, celles-ci glissent sur les parois de la micropipette (en verre) et l'écoulement est de type bouchon. Pour le vérifier, il suffit de remettre la dépression à $dP = 0$ et la cellule ressort entièrement sans laisser de traces sur la pipette. Au contraire, les huiles silicones laissent des traces d'huile sur les parois du capillaire. La dissipation dominante est alors la dissipation visqueuse dans la cellule à l'entrée de la pipette $F_{ve} = 3\pi^2\eta r\dot{z}$.

Nous équilibrons la force d'aspiration avec la force de dissipation visqueuse de Dagan, soit : $dP\pi r^2 = 3\pi^2\eta r\dot{z}$ et en déduisons le profil d'avancée de la cellule :

$$\frac{z(t)}{r} = \frac{dP}{3\pi\eta}t \tag{I.4.13}$$

Le profil d'avancée est linéaire et le cisaillement $\dot{z}/r$ est constant. De ces aspirations, Evans en déduit une viscosité équivalente des granulocytes de l'ordre de $2,1 \times 10^2$ $Pa.s$, soit 10^5 fois la viscosité de l'eau. Aussi, nous voyons qu'il n'y a pas de problème par rapport à la dissipation dans l'eau, les cellules sont bien plus visqueuses.

Film de lubrification

Nous profitons de cet exemple pour discuter brièvement de la dissipation dans le film de lubrification. Nous retrouvons les mêmes conditions de glissement en utilisant des capillaires hydrophiles. Pour cela, nous polissons l'intérieur des capillaires en verre avec une poudre de Cerox 1650 (Rhodia) puis nous le nettoyons en le trempant dans une solution de soude à 1 $mole/L$ pendant 10 min. Le capillaire étant hydrophile, un film de lubrification d'eau se trouve alors entre l'huile aspirée et le capillaire.

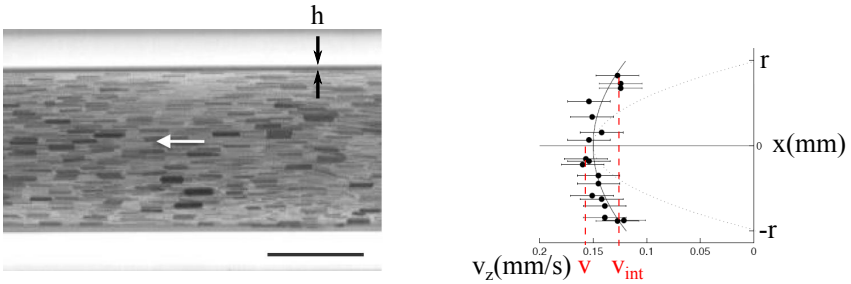


FIGURE I.4.15 – (a) Photographie en pause longue d'une goutte d'huile de viscosité $\eta = 5\ Pa.s$ dans un tube de rayon $r = 0,88\ mm$. La direction du mouvement est indiquée par la flèche blanche. L'huile contient des petites particules colorées qui permettent d'estimer le profil de vitesse. Le temps d'exposition est de 2 s et la barre noire représente 1 mm sur les deux images. (b) Profil de vitesse au milieu de la goutte d'huile tiré de (a). Le profil n'est clairement pas celui d'un écoulement de Poiseuille (en pointillés), ce qui confirme la présence d'un film de lubrification. La ligne en trait plein représente l'équation $v(x) = 0,15 - 0,04x^2\ mm/s$. Images et légende extraites de la thèse de K.Piroird.

Ces expériences ont été menées par K.Piroird qui étudie l'extraction d'une goutte d'huile dans un capillaire hydrophile par propulsion capillaire [69]. En suivant le déplacement de fines particules colorées dans la goutte d'huile en mouvement ($\eta = 5\ Pa.s$), il montre que l'écoulement est de type bouchon dans l'huile (voir Figure I.4.15). Nous notons v_{int} la vitesse à l'interface huile-eau et v la vitesse maximale dans l'huile, mesurée au centre du capillaire. La continuité des contraintes à l'interface huile-eau permet de calculer l'épaisseur h du film de lubrification :

$$\eta_e \frac{v_{int}}{h} \sim \eta \frac{v - v_{int}}{r} \tag{I.4.14}$$

avec η_e la viscosité du liquide dans le film de lubrification, ici de l'eau. Nous trouvons que l'épaisseur du film h est une fonction du rapport des viscosités, soit :

$$h \sim r \frac{\eta_e}{\eta} \frac{v_{int}}{v - v_{int}} \tag{I.4.15}$$

Nous exprimons alors la dissipation dans le film de lubrification $F_l = 2\pi\eta_e r L v_{int}/h$, avec L la longueur du manchon d'huile dans le capillaire. Celle-ci sera négligeable devant la dissipation dans la goutte à l'entrée du capillaire si :

$$2\pi\eta_e \frac{v_{int}}{h} rL \leq 3\pi^2 \eta v r \tag{I.4.16}$$

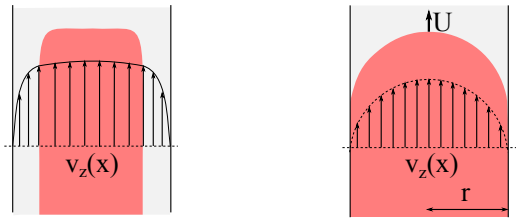
ce qui donne :

$$L \leq L_c = \frac{3\pi}{2} h \frac{\eta}{\eta_e} \frac{v}{v_{int}} = \frac{3\pi}{2} r \frac{v}{v - v_{int}} \tag{I.4.17}$$

Pour l'exemple présenté en Figure I.4.15, la vitesse à l'interface v_{int} représente 90% de la vitesse maximale v. La longueur critique en dessous de laquelle la dissipation dans la goutte est dominante est donc de l'ordre de $L_c \approx 50r$. Nous voyons que dans la zone où la longueur du manchon est telle que $L \leq L_c$, la mesure de la viscosité du fluide aspirée est possible. La dissipation dans la goutte est dominante devant la dissipation dans le film de lubrification et le profil d'avancée est linéaire tel que :

$$z(t) = \frac{dP}{3\pi\eta} t = Ut \tag{I.4.18}$$

Sur la zone de travail de notre viscosimètre capillaire $L \leq 10r$, la mesure de la vitesse d'avancée U qui est constante donne une valeur de la viscosité du fluide aspiré. Nous remarquons également que le cisaillement $\dot{\gamma} \sim U/r$ est constant dans cette configuration. Ce raisonnement a été fait avec de l'huile silicone 5000 fois plus visqueuse que l'eau. Si nous augmentons la viscosité du fluide aspiré, la différence de vitesse $v - v_{int}$ diminue et la longueur critique L_c augmente. Ce raisonnement peut donc être appliqué à l'aspiration de cellules qui ont des viscosités supérieures à 10^2 $Pa.s$.



(a) (b)

FIGURE I.4.16 – Types d'écoulement dans un capillaire cylindrique : (a) Ecoulement type bouchon $v_z(x) \approx U$ constante, (b) Ecoulement type Poiseuille $v_z(x) \sim (x-r)^2$.

Suivant la condition de glissement aux parois, l'écoulement du manchon d'huile dans le capillaire est soit de type bouchon (film de lubrification, Figure I.4.16a), soit de type Poiseuille (non glissement, Figure I.4.16b). Soumis à une dépression dP constante, le profil d'avancée est alors tel que :

écoulement bouchon : $z(t) = \frac{dP}{3\pi\eta}t$ pour $L \leq L_c$ ($\approx 50r$)

écoulement de Poiseuille : $z(t) = \sqrt{\frac{dP}{4\eta}t}$ pour $L \geq 1,17r$

Quel que soit l'écoulement, il est possible de mesurer la viscosité η en aspirant le manchon sur $10r$. Cependant, nous voyons que pour un écoulement de type bouchon, nous retrouvons un cisaillement constant dans le manchon d'huile, ce qui n'est pas le cas pour un écoulement de type Poiseuille. Nous allons développer dans le chapitre suivant un système permettant d'avoir un cisaillement constant lorsque l'écoulement est de type Poiseuille (non glissement aux parois).

Conclusion

Nous avons présenté dans ce chapitre un système d'aspiration capillaire à pression constante dP qui permet de déterminer la viscosité η du liquide aspiré à partir du profil d'avancée dans le capillaire $z(t) \approx r\sqrt{(dP - \Delta P_c)t/4\eta}$, avec r le rayon du capillaire. Cette méthode est relativement précise (une erreur inférieur à 20 %) mais compte un certain nombre d'inconvénients non négligeables.

Nous nous somme penché plus particulièrement sur le cas où le liquide est en contact avec les parois (condition de non glissement). Dans le but d'avoir un système efficace pour de petits volumes ($z(t) \leq 10r$), nous avons montré que seuls les fluides de viscosité telle que $\eta \geq \eta_e l_e/10r$ sont mesurables (avec η_e la viscosité du fluide de référence, ici l'eau et l_e la longueur de ce fluide dans le capillaire). De plus, la sollicitation à pression constante induit un écoulement à cisaillement variable lorsque le liquide est en contact avec les parois du capillaire. Nous allons dans le chapitre suivant proposer un nouveau système à pression variable qui impose un cisaillement constant au liquide.

Nous avons également remarqué que si le liquide glisse sur les parois (existence d'un film de lubrification), la dissipation visqueuse dominante est alors la dissipation à l'entrée du capillaire $F_{ve} \sim \eta r\dot{z}$. Dans ce cas, la sollicitation à pression constante $\eta\dot{z}r \sim cste$ entraîne bien un cisaillement $\dot{z}/r$ constant.

Selon la condition de glissement, il faudra choisir le système engendrant un cisaillement constant.

Chapitre 5

Dynamique d'aspiration à pression variable : un viscosimètre

5.1 Un montage d'aspiration à pression variable 94
5.1.1 Dispositif expérimental 94
5.1.2 Profil d'avancée de l'interface 96
5.2 La réponse du liquide visqueux 98
5.2.1 Equation du mouvement de l'interface 98
5.2.2 Précision de la mesure : une condition sur les vitesses . . 99
5.2.3 $U_e >> 1$: Une limite mécanique 101
5.2.4 Mesure de la viscosité 102
5.2.5 Représentation contrainte-cisaillement 103
5.2.6 Application : mesure de la viscosité de la bile de souris . . 104
5.3 Une évaluation de la tension de surface 106
5.3.1 Déformation de l'interface 106
5.3.2 Mesure du temps de réponse 108
5.3.3 Mesure de la tension de surface 109

Expériences sur les fluides Newtoniens réalisées avec Marina Moreno-Luna. Expériences sur la bile réalisées avec Thierry Tordjmann et Isabelle Doignon.

Nous présentons dans ce chapitre un viscosimètre capillaire basé sur l'aspiration d'interface à pression variable.

Après avoir décrit le montage qui diffère du système présenté dans le chapitre précédent, nous observons la dynamique du liquide aspiré dans le capillaire. Nous explicitons les équations du mouvement et en déduisons les conditions de bon fonctionnement de ce viscosimètre. En respectant les conditions définies au préalable, nous mesurons la viscosité d'un panel d'huiles silicone allant de $\eta = 10^{-3}$ à 10^3 $Pa.s$. Nous utilisons la représentation classique des fluides Newtoniens (la contrainte σ en fonction du cisaillement $\dot{\gamma}$) pour déterminer la viscosité η.

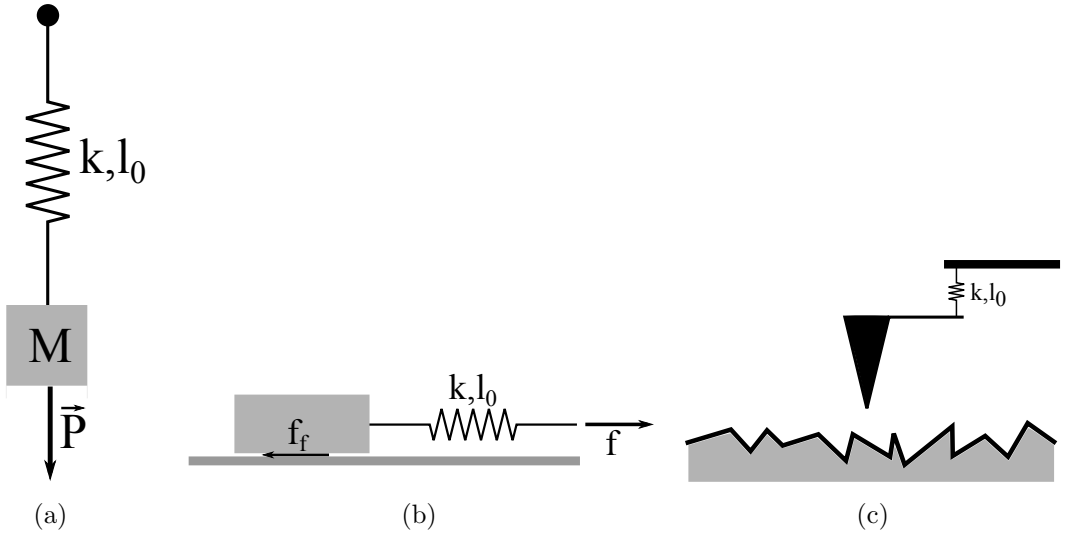


FIGURE I.5.1 – Appareils de mesure : (a) Dynamomètre (mesure de la force de friction), (b) Microscope à force atomique (mesure de la topologie de la surface).

Enfin, nous montrons comment ce système est un rhéomètre complet et permet également de mesurer la tension de surface γ du liquide aspiré.

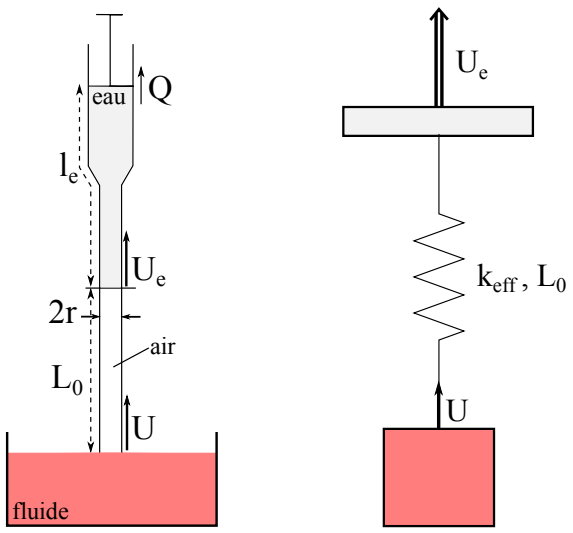
5.1 Un montage d'aspiration à pression variable

5.1.1 Dispositif expérimental

Nous cherchons à définir un système capillaire permettant de mesurer la viscosité du fluide aspiré. Pour beaucoup de systèmes de mesure, il est nécessaire d'introduire un ressort pour accéder aux caractéristiques de l'échantillon.

Par exemple, le dynamomètre permet de mesurer une force à partir de l'étirement d'un ressort de raideur connue k (Figure I.5.1a). Cet appareil peut être utilisé simplement pour peser un objet (les pesons, dynamomètre de Poncelet) ou même pour déterminer la force de friction entre un objet et une surface [73, 74]. Les mesures de friction se font en faisant glisser un objet sur la surface à définir (Figure I.5.1b). Si nous tirons l'objet avec un fil raide, l'objet va glisser instantanément et nous ne mesurons aucune résistance. Pour avoir accès à la friction entre la surface et l'objet, une solution est d'introduire un ressort de tension k (un dynamomètre). C'est l'étirement du ressort nécessaire pour mettre en mouvement l'objet qui permet alors de mesurer la force de friction.

Un autre exemple d'appareil de mesure est le microscope à force atomique. Ce microscope permet de définir la topologie de surfaces d'un échantillon à l'échelle atomique [75]. La pointe du microscope (Figure I.5.1c) de part sa géométrie très pointue est attirée par les atomes de la surface à définir. Selon la flexion de la pointe, nous en déduisons le relief de la surface. Pour que ce système fonctionne il est indispen-



(a) (b)

FIGURE I.5.2 – (a) Schéma du montage d'aspiration à pression variable, (b) Modélisation par un piston d'air de longueur L_0.

sable que la pointe soit flexible comme un ressort. A partir de ces exemples, nous voyons comment la flexibilité d'un ressort permet de caractériser les propriétés d'un échantillon. A l'image de ces systèmes mécaniques, nous ajoutons un ressort à notre système d'aspiration capillaire présenté dans le chapitre 4.

Le principe de fonctionnement est présenté sur la Figure I.5.2a. Le système capillaire est composé d'une seringue à laquelle est relié un capillaire du matériau désiré : verre (borosilicate) ou plastique (tygon). Nous plaçons la seringue dans un pousse-seringue (modèle *NE*-1000, marque *New Era*) avec lequel nous contrôlons le débit Q d'aspiration. La seringue et une partie du capillaire sont remplis d'eau (longueur l_e) puis l'extrémité du capillaire de longueur L_0 est remplie d'air. L'extrémité du capillaire vertical est posée à l'interface du liquide dont nous désirons caractériser les propriétés physiques. Initialement le liquide est en équilibre, il ne monte pas dans le capillaire.

Le volume d'air de longueur L_0 joue comme un rôle de piston d'air qui nous permet de contrôler l'aspiration (Schéma I.5.2b). Le piston est d'autant plus dur que la longueur L_0 est courte. La longueur d'eau l_e ne joue aucun rôle si ce n'est qu'elle permet de s'assurer qu'il n'y ait aucune fuite au branchement seringue-capillaire. Nous choisissons la longueur l_e minimale, afin de minimiser la dissipation visqueuse dans l'eau.

La photo I.5.3a représente le système dans son état initial. Nous tirons sur la

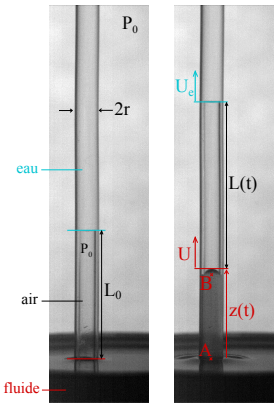


FIGURE I.5.3 – Photo du montage : (a) $t = 0$, (b) $t \neq 0$

seringue à vitesse constante. L'interface eau-air se met en mouvement à la vitesse U_e constante, ce qui entraîne l'interface d'huile dans le capillaire d'une longueur $z(t)$ (photo I.5.3b). Le piston d'air s'étire de L_0 à $L(t) = L_0 + U_e t - z(t)$ et par décompression isotherme (loi de Boyle-Mariotte : $P_0 \times L_0 \pi r^2 = P(t) \times L(t) \pi r^2$), la pression $P(t)$ diminue dans le volume d'air. La dépression imposée s'écrit :

$$dP(t) = P_0 - P(t) = P_0 \left(1 - \frac{L_0}{L(t)}\right) = P_0 \frac{(U_e t - z(t))/L_0}{1 + (U_e t - z(t))/L_0} \tag{I.5.1}$$

Nous définissons le temps caractéristique $\tau = L_0/U_e$ contrôlant la rapidité de variation de la dépression imposée $dP(t)$. Nous étalonnons ce système capillaire avec des huiles silicones de viscosité variant de 10^{-3} $Pa.s$ (viscosité de l'eau) à 10^3 $Pa.s$.

5.1.2 Profil d'avancée de l'interface

Sous la force d'aspiration $F_a = dP(t)\pi r^2$, l'huile silicone se met en mouvement et monte dans le capillaire. La Figure I.5.4 montre des images successives de l'avancée de l'interface huile-air pour une viscosité $\eta = 1$ $Pa.s$ et un temps caractéristique $L_0/U_e \approx 294$ s, avec $L_0 = 1000$ mm et $U_e = 3,4$ mm/s. Les images sont à intervalle de temps constant $dt = 1,2$ s et nous observons un profil d'avancée de l'interface linéaire $z(t) \sim t$.

Nous avons effectué plusieurs aspirations en changeant la viscosité de l'huile η puis le temps caractéristique $\tau = L_0/U_e$ de contrôle de la dépression $dP(t)$.

Dans la Figure I.5.5a, nous présentons les différents profils obtenus pour un temps caractéristique donné $L_0/U_e \approx 30$ s et différentes viscosités η variant de $0,05$ à 100

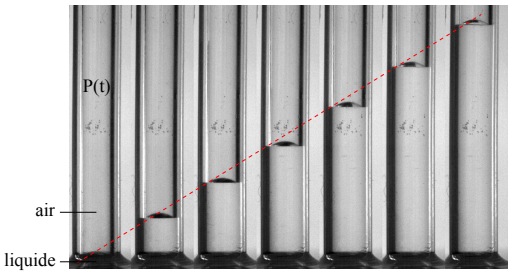
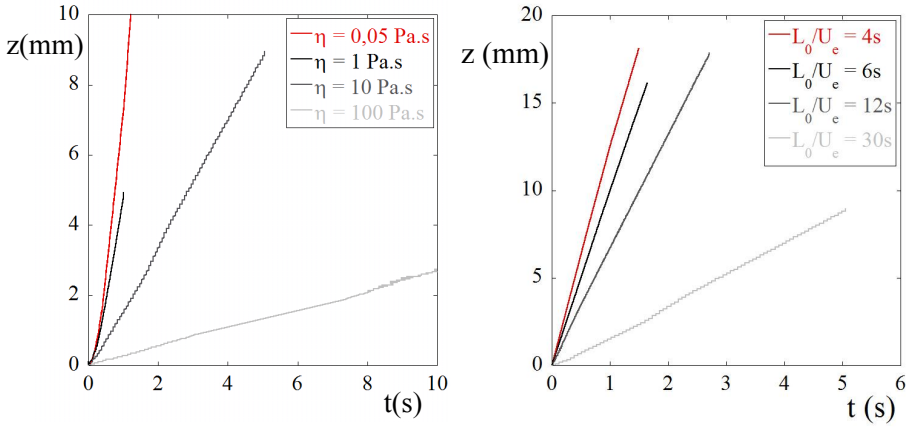


FIGURE I.5.4 – Série de photos de l'interface huile-air se déplaçant sous l'action de la force d'aspiration $F_a = dP(t)\pi r^2$. Rayon du capillaire $r = 1,2\ mm$, viscosité de l'huile silicone $\eta = 1\ Pa.s$, longueur $L_0 = 1000\ mm$ et vitesse de l'eau $U_e = 3,4\ mm/s$. Intervalle de temps régulier entre chaque image : $dt = 1,2\ s$



(a) (b)

FIGURE I.5.5 – Avancement linéaire $z(t)$ pour différents paramètres η et L_0/U_e (a) $L_0/U_e \approx 30\ s$; (b) $\eta = 10\ Pa.s$.

$Pa.s$. Le profil est bien linéaire $z(t) = Ut$ pour toutes les viscosités, et la vitesse d'avancée U est décroissante avec la viscosité. Pour $\eta = 1\ Pa.s$, nous mesurons $U_1 \approx 5,24\ mm/s$ et pour $\eta = 10\ Pa.s$, nous mesurons $U_{10} \approx 1,81\ mm/s$. Le rapport des vitesses $U_{10}/U_1 \approx 0,34$ vérifie $U_{10}/U1 \sim \sqrt{\eta_1/\eta_{10}} \approx 0,32$.

Les profils représentés dans la Figure I.5.5b, sont les profils mesurés pour une viscosité fixée $\eta = 10\ Pa.s$ et le temps caractéristique $\tau = L_0/U_e$ variable. Les profils d'entrée observés pour toutes ces expériences sont linéaires et la vitesse U est décroissante avec les temps L_0/U_e. Par exemple, nous mesurons $U_4 \approx 12,19\ mm/s$ pour $\tau_4 = 4\ s$ et $U_{12} \approx 6,55\ mm/s$ pour $\tau_{12} = 12\ s$. Le rapport des vitesse $U_{12}/U_4 \approx 0,54$ vérifie $U_{12}/U_4 \sim \sqrt{\tau_4/\tau_{12}} \approx 0,57$.

5.2 La réponse du liquide visqueux

5.2.1 Equation du mouvement de l'interface

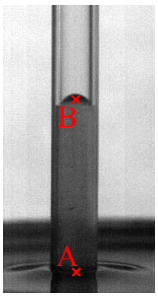


FIGURE I.5.6 – Ecoulement d'huile silicone dans capillaire en borosilicate.

Afin de caractériser la force volumique de friction, il est important de connaître l'écoulement dans le manchon d'huile. Les capillaires utilisés sont des capillaires en plastique (tygon) ou borosilicate (verre) et l'huile est mouillante sur ce type de matériau. L'huile est en contact avec les parois du capillaire et vérifie la condition de non glissement aux parois (Figure I.5.6). L'écoulement dans le manchon d'huile est un écoulement de type Poiseuille. La force de friction volumique s'opposant à la force d'aspiration s'exprime donc : $8\pi\eta z(t)\dot{z}(t) = dP(t)\pi r^2$, avec $dP(t) = P_A - P_B$ la dépression appliquée entre les points A et B dans le manchon d'huile (voir Figure I.5.6). L'équation du mouvement de l'interface s'écrit :

$$\frac{z^2(t)}{r^2} = \frac{1}{4\eta}\int_0^t dP(t)dt \tag{I.5.2}$$

Par la variation isotherme du volume d'air dans le capillaire (voir (I.5.1)), la dépression dP appliquée entre les points A et B au temps t s'écrit :

$$dP(t) = P_A - P_B = P_0\frac{U_e t - z(t)}{L_0 + U_e t - z(t)} \tag{I.5.3}$$

L'intégration de ce terme $dP(t)$ dans l'équation (I.5.2) ne génère pas un profil $z(t) = Ut$ linéaire comme observé dans les expériences. Or, nous rappelons que nous désirons avoir un cisaillement constant dans le volume d'huile. Pour un écoulement de type Poiseuille dans un capillaire cylindrique, le cisaillement s'exprime comme le gradient de la vitesse verticale $\dot{z}(t)$ sur le rayon du capillaire r, soit : $\dot{\gamma} = 4\dot{z}(t)/r$. Le cisaillement est constant si la vitesse d'avancée est constante $\dot{z}(t) = U$. Nous choisissons donc les paramètres L_0 et U_e de façon à ce que la dépression soit une fonction linéaire du temps $dP(t) \sim t$.

La variation de la dépression $dP(t)$ est linéaire si : $(U_e t - z(t)) << L_0$. Dans cette limite, la dépression s'exprime comme :

$$dP(t) \approx P_0 \frac{(U_e - U)t}{L_0} \tag{I.5.4}$$

Et la réponse du liquide est linéaire $z = Ut$.

Pour comprendre cette approximation, nous considérons le cas où $z(t) = 0$. Cela correspond à l'étirement maximal possible du piston, soit $(L(t) - L_0)/L_0 = U_e t/L_0$. Dans la Figure I.5.7, nous avons tracé le profil de pression normalisé $dP(t)/P_0 = U_e t/(L_0 + U_e t)$ en fonction du temps normalisé $U_e t/L_0$. Nous voyons graphiquement que la pression est linéaire sur des temps tels que $t \leq 0,2L_0/U_e$. Nous choisissons typiquement : $L_0 \sim 1000\ mm$ et $U_e \leq 100\ mm/s$. Le temps caractéristique L_0/U_e est alors supérieur à 10 s et nous permet d'avoir des expériences valables sur une durée minimum de 2 s.

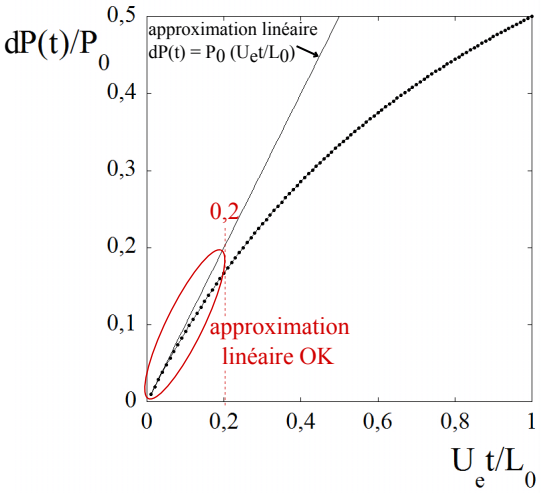


FIGURE I.5.7 – Profil de la pression normalisée $dP(t)/P_0$ en fonction du temps normalisé $U_e t/L_0$: pour les temps tels que $U_e t/L_0 < 0,2$ la pression peut être considérée linéaire

5.2.2 Précision de la mesure : une condition sur les vitesses

Avant d'effectuer les mesures de viscosité, nous allons voir dans ce paragraphe sous quelle condition la solution au premier ordre : $z(t) = Ut$ est précise.

Nous reprenons l'équation du mouvement (I.5.2), égalant la friction visqueuse F_v dans l'écoulement type Poiseuille et la force d'aspiration F_a appliquée dans le capillaire :

$$\frac{z(t)\dot{z}(t)}{r^2} = \frac{dP(t)}{8\eta} \tag{I.5.5}$$

Selon l'approximation faîte précédemment $(U_e - U)t << L_0$, la dépression au niveau de l'interface s'écrit :

$$dP(t) = P_0 \frac{(U_e - U)t}{L_0} \tag{I.5.6}$$

et l'équation du mouvement devient :

$$2z(t)\dot{z}(t) = \frac{r^2 P_0}{8\eta U_e L_0} \left(1 - \frac{U}{U_e}\right) 2U_e^2 t \tag{I.5.7}$$

Nous intégrons cette expression en considérant les paramètres caractéristiques suivants :

$$\Delta = \frac{r^2 P_0}{8\eta U_e L_0}$$
$$\alpha = \frac{U}{U_e}$$

soit :

$$z(t) = \sqrt{\Delta\,(1-\alpha)} U_e t \tag{I.5.8}$$

Nous retrouvons effectivement une solution linéaire pour l'avancée de l'interface d'huile $z(t) = Ut$. Et nous obtenons finalement la relation entre les paramètres caractéristiques :

$$\frac{\alpha^2}{1-\alpha} = \Delta \tag{I.5.9}$$

De cette relation entre $\alpha = U/U_e$ et $\Delta \sim 1/\eta$, nous obtenons une valeur de la viscosité η à partir de la mesure des vitesses U_e et U.

Dans le but d'avoir un viscosimètre efficace, nous voulons la meilleure précision sur le calcul de $\Delta \sim 1/\eta$. Dans la Figure I.5.8, nous avons tracé le paramètre Δ en fonction de α. Nous voyons que pour les vitesses telles que $\alpha \leq 0,25$, une imprécision $d\alpha/\alpha$ sur la mesure de α entraine une imprécision $d\Delta/\Delta = 2d\alpha/\alpha$ sur le calcul de Δ. Lorsque $\alpha \geq 0,25$, l'imprécision augmente.

Nous venons de définir dans ce paragraphe une limite importante du montage. Afin d'être dans les meilleures conditions de précision de la mesure de η, il faut vérifier :

$$\Delta = \frac{r^2 P_0}{8\eta L_0 U_e} < 0,1 \quad \Leftrightarrow \quad \alpha = \frac{U}{U_e} < 0,25 \tag{I.5.10}$$

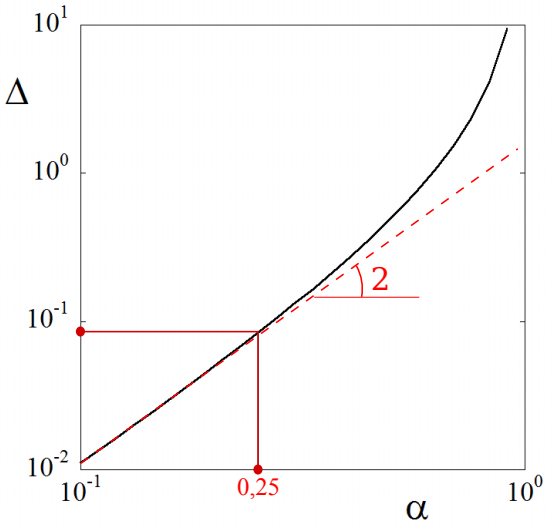


FIGURE I.5.8 – Paramètres Δ en fonction du rapport des vitesses $\alpha = U/U_e$. A partir de $\alpha \geq 0,25$, la pente est ≥ 2.

Nous voyons ici l'importance d'avoir un ressort étiré $(L(t) - L_0) = (U_e - U)t \geq 0,75U_e t$. En effet, si les vitesses U_e et U s'égalisent, alors le piston est trop rigide et ne permet plus de mesurer la viscosité η.

Par l'expression de Δ, nous voyons que pour être dans ces conditions, il faut diminuer au maximum le rayon du capillaire r, augmenter la longueur L_0 et augmenter au maximum la vitesse d'aspiration de l'eau U_e. Cela, en vérifiant la condition de linéarité de la pression : $U_e t << L_0$.

5.2.3 $U_e >> 1$: Une limite mécanique

Au cours de certaines expériences où nous avons augmenté la vitesse d'aspiration de l'eau au maximum U_e, nous avons remarqué une différence entre la vitesse demandée U_{en} et la vitesse mesurée U_e. La vitesse U_e mesurée est souvent inférieure à la vitesse U_{en} demandée, voir Figure I.5.9.

Afin d'éviter les erreurs de mesures dues au décalage entre U_e et U_{en}, nous utilisons un dispositif pour visualiser l'interface eau-air et mesurer la vitesse U_e directement.

Nous avons fait quelques tests préliminaires pour comprendre ce phénomène et choisir les meilleurs conditions d'utilisation du pousse-seringue. Nous présentons en annexe C une étude de la vitesse de l'eau mesurée U_e en fonction de la vitesse demandée U_{en} qui montre l'existence d'un temps d'accélération :

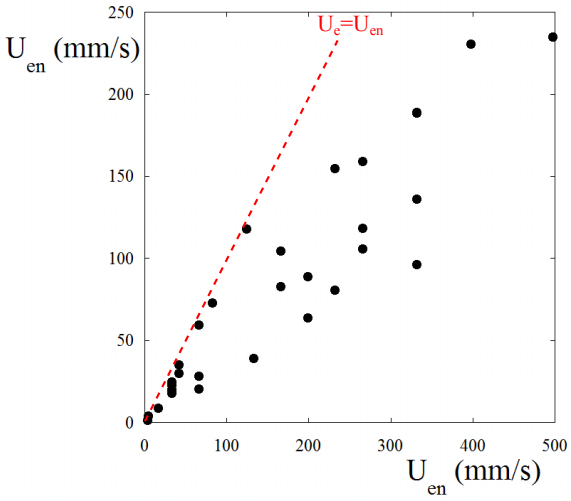


FIGURE I.5.9 – Vitesse de l'interface eau-air mesurée U_e en fonction de la vitesse demandée U_{en}.

$$\tau_a \sim \frac{r^2 l_e U_{en}^2}{P_{max}} \tag{I.5.11}$$

avec P_{max} la puissance maximale du pousse-seringue. Nous avons donc intérêt à minimiser la longueur d'eau aspirée l_e pour éviter que ce temps d'accélération contamine les mesures de viscosité.

5.2.4 Mesure de la viscosité

Dans les bonnes conditions d'utilisation du viscosimètre, nous faisons les mesures de viscosité. D'après la relation (I.5.9), nous obtenons une valeur de η en mesurant U et U_e :

$$\eta = \frac{r^2 P_0}{8 L_0} \left(\frac{U_e - U}{U^2} \right) \tag{I.5.12}$$

Nous présentons dans la Figure I.5.10, les viscosités mesurées avec notre méthode d'aspiration en fonction des viscosités théoriques variant de 10^{-3} à 10^3 $Pa.s$. Cette méthode est très précise pour les viscosités supérieures à 1 $Pa.s$ (erreur relative 2%) et couvre une large gamme de viscosité. Cependant pour les plus faibles viscosités, nous avons des difficultés à respecter la condition $\alpha < 0,25$ d'où la dispersion des points obtenus (erreur relative 40%).

Dans la Figure I.5.11, nous avons tracé les viscosité relatives η/η_{th} en fonction du paramètre α. Nous retrouvons la condition définie précédemment c'est-à-dire pour les aspirations telles que $\alpha > 0,25$, la mesure de la viscosité est bien moins précise.

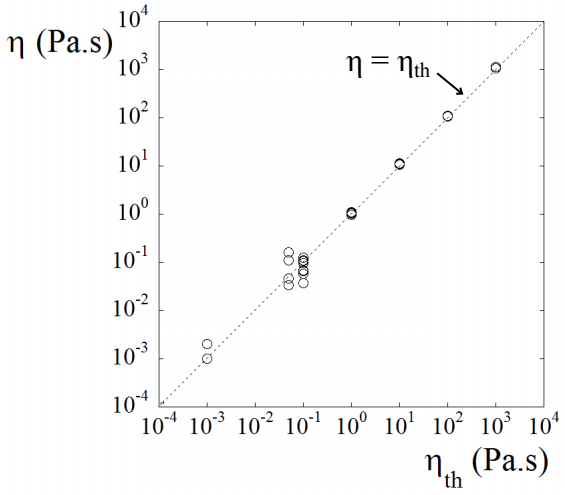


FIGURE I.5.10 – Viscosité mesurée η en fonction de la valeur théorique η_{th}

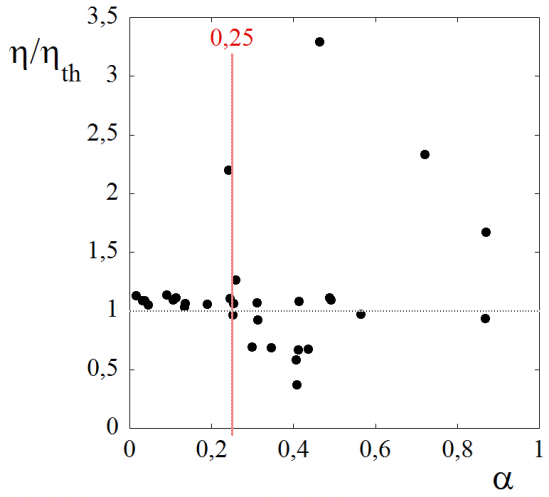


FIGURE I.5.11 – Viscosité relative η/η_{th} en fonction du paramètre $\alpha = U/U_e$

5.2.5 Représentation contrainte-cisaillement

De façon à tester le caractère Newtonien du fluide, nous représentons l'évolution de la contrainte σ en fonction du cisaillement dans le fluide $\dot{\gamma}$.

Dans cette expérience, la contrainte imposée est la force de pression $dP(t)\pi r^2$ qui s'applique sur la surface de cisaillement $2\pi r z(t)$. En détaillant les expressions des paramètres : $dP(t) = P_0(U_e - U)t/L_0$ et $z(t) = Ut$, la contrainte s'écrit finalement :

$$\sigma = \frac{P_0(U_e - U)r}{2L_0U} \tag{I.5.13}$$

Nous remarquons que la contrainte σ est constante.

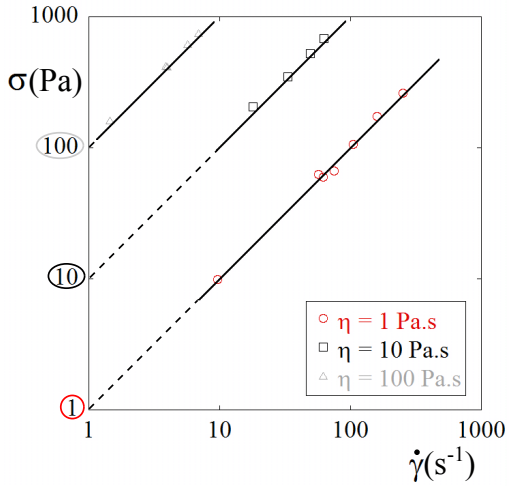


FIGURE I.5.12 – Représentation contrainte-cisaillement pour 3 viscosités (1, 10 et 100 $Pa.s$) : en trait noir continu, les courbes théoriques $\sigma = \eta\dot{\gamma}$

Le cisaillement dans le volume de liquide correspond au gradient de vitesse selon l'axe orthoradial et calculé aux parois du capillaire (calcul détaillé en Annexe B) :

$$\dot{\gamma} = \frac{4U}{r} \tag{I.5.14}$$

Sollicité par une contrainte constante, le fluide réagit par un écoulement à cisaillement constant.

Dans la figure I.5.12, nous avons tracé la contrainte en fonction du cisaillement pour trois viscosités différentes $\eta = 1$; 10 et 100 $Pa.s$. Nous observons que la pente est égale à la viscosité et nous retrouvons bien un comportement Newtonien pour les huiles silicones : $\sigma = \eta\dot{\gamma}$.

5.2.6 Application : mesure de la viscosité de la bile de souris

Un enjeu majeur de ce viscosimètre est qu'il peut fonctionner avec un échantillon de faible volume. Cela devient particulièrement intéressant dans le domaine biologique où les volumes sont parfois très petits.

Par exemple, le viscosimètre capillaire semble approprié pour mesurer la viscosité de la bile de souris qui ne peut être collectée que par échantillons de l'ordre de 10 à 30 μL. La bile est un liquide sécrétée par le foie, qui permet la digestion notamment des graisses. Lors d'une ablation partielle du foie, celui-ci a la capacité de se régénérer en quelques jours sans changer ses principales fonctions hépatiques [76]. Ce phénomène intéresse beaucoup de chercheurs qui tentent de caractériser les différentes sécrétions du foie pendant cette phase de régénération [77]. Il existe notamment une différence entre la bile d'une souris saine (bile WT) et la bile d'une souris dont un récepteur des acides biliaires est inhibé (bile KO). La bile "malade"

(KO) s'écoule plus lentement et est même parfois bloquée dans les canaux du foie, ce qui entraîne des lésions au niveau des parois.

En complément des différences de composition chimique [17], nous voulons vérifier une possible différence physique au niveau de la viscosité de la bile. Ce travail a été réalisé par T.Tordjmann et I.Doignon de l'Inserm (Orsay). D'après la littérature, la viscosité de la bile est proche de celle de l'eau [78]. Nous avons donc réduit au maximum le rayon du capillaire ($r = 0,25\ mm$), nous avons pris une grande longueur de piston ($L_0 = 2000\ mm$) et augmenté au maximum le débit ($Q = 10\ ml/min$). Nous avons aspiré 3 échantillons différents pour chaque catégorie de bile WT ou KO. Pour chaque aspiration nous observons bien des profils d'avancée linéaires et nous mesurons la vitesse U_e d'avancée de l'eau et U d'avancée de la bile. A partir de la relation (I.5.12), nous calculons la viscosité de la bile. Voici les résultats moyennés sur les 3 échantillons :

$$\eta_{WT} \approx 1,098.10^{-3} \pm 5.10^{-5} Pa.s$$
$$\eta_{KO} \approx 1,557.10^{-3} \pm 14.10^{-5} Pa.s$$

Les ordres de grandeur sont raisonnables et nous voyons que la bile "malade" est plus visqueuse, ce qui expliquerait qu'elle s'écoule plus lentement. Cependant, les vitesses mesurées pour la bile sont telles que $U/U_e \approx 0,70$. Nous sommes bien au dessus de la condition de précision $U/U_e \leq 0,25$. Ce système donne un bon ordre de grandeur des viscosité mais n'est pas approprié pour détecter une différence de viscosité de l'ordre de 20%. Le matériel à disposition ne le permettait pas mais une solution serait de diminuer le rayon du capillaire r.

Une autre méthode consiste à déterminer la viscosité de la bile à partir de la vitesse de chute d'un index de bile dans un capillaire (Figure I.5.13a). Cette expérience a été développée par J.Bico [79]. Il montre que pour une longueur d'index de liquide suffisamment grande et pour les liquides mouillants [80], la vitesse de chute résulte alors du bilan entre les forces de gravité et visqueuses, soit :

$$U_0 = \frac{\rho g r^2}{8\eta} \tag{I.5.15}$$

La mesure de la vitesse de chute U_0 donne une valeur de la viscosité. Le graphe I.5.13b présente la vitesse de chute en fonction de la longueur du slug pour une huile silicone de $16,7\ mPa.s$, et un capillaire de rayon $r = 127\ \mu m$. Ce système présente un inconvénient, pour atteindre une vitesse de chute $U \approx 0,95U_0$, il faut que la longueur de l'index de liquide slug soit supérieure à $L \geq 20L_0$, avec $L_0 = \beta(\gamma r/8\rho g)^{1/3}$ (β est un paramètre numérique de l'ordre de 10 défini dans [79]). Pour $r = 0,25\ mm$ et $\gamma = 70\ mN/m$ (tension de surface de l'eau), la longueur de l'index doit être au

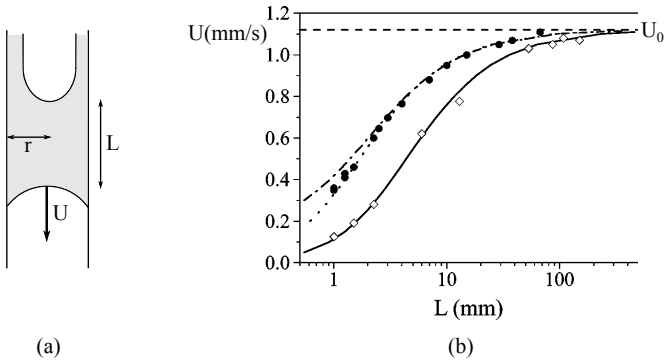


FIGURE I.5.13 – Vitesse de chute d'un index de liquide : (a) Schéma de l'index de liquide, (b) Vitesse U en fonction de la longueur du slug L, pour $r = 127\ \mu m$ et $\eta = 16,7\ mPa.S$. Symboles vides : tube sec, symboles pleins : tube mouillé (par le même liquide). Images issues de [79].

minimum de 240 mm. Nous pouvons réduire cette longueur minimum en réduisant le rayon du capillaire. Avec ce système et un rayon de l'ordre de 50 μm, nous obtenons les viscosités suivantes pour les deux catégorie de bile :

$$\eta_{WT} \approx 1,33.10^{-3} \pm 4.10^{-5} Pa.s$$
$$\eta_{KO} \approx 1,49.10^{-3} \pm 3.10^{-5} Pa.s$$

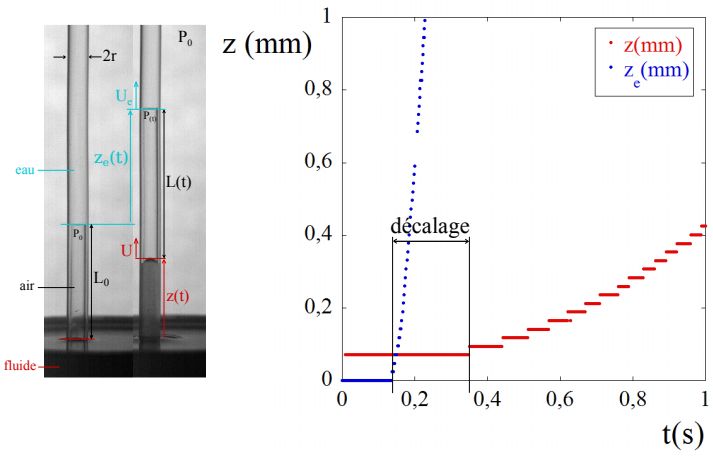
Nous retrouvons les mêmes ordres de grandeur qu'avec le système d'aspiration. Les résultats nous semblent plus fiables car dans le régime de fonctionnement des faibles viscosités, cette méthode est plus précise. La différence de viscosité entre les deux biles WT et KO est un argument supplémentaire pour expliquer le blocage de la bile KO dans les canaux et les lésions engendrées au niveau du foie.

5.3 Une évaluation de la tension de surface

5.3.1 Déformation de l'interface

Quand nous traçons sur le même graphe l'avancée de l'interface eau-air $z_e(t)$ et l'avancée de l'interface air-huile $z(t)$ (I.5.14b), nous remarquons un décalage entre le moment où l'interface eau-air se met en mouvement et l'interface air-huile avance. Nous rappelons en Figure I.5.14a les paramètres du montage.

Pour comprendre ce décalage, nous avons zoomé sur l'interface d'huile, au début de l'aspiration. La Figure I.5.15, représente une série d'image de l'interface d'huile à intervalle de temps constant $\Delta t = 1\ s$. Nous remarquons qu'initialement, l'interface



(a) (b)

FIGURE I.5.14 – Avancement des interfaces eau-air et air-huile en fonction du temps : (a) Photos ; (b) Profils mesurés pour $\eta = 100\ Pa.s$, $r = 1,2\ mm$, $L_0 = 500\ mm$ et $U_e = 18\ mm/s$.

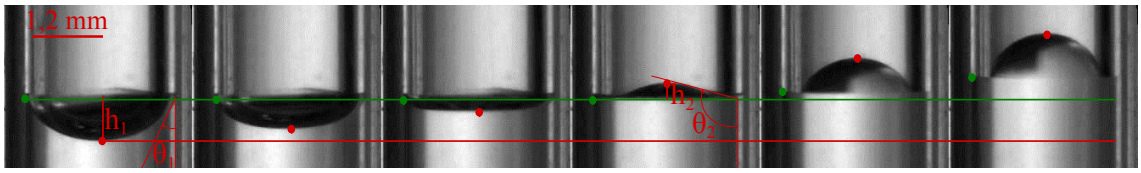


FIGURE I.5.15 – Séries de photos de l'interface huile-air ($\eta = 100\ Pa.s$, $r = 1,2\ mm$, $L_0 = 500\ mm$ et $U_e = 18\ mm/s$). L'intervalle de temps entre chaque photo est constant : $\Delta t = 1\ s$

d'huile a un certain angle de contact θ_1 avec le capillaire en plastique. Il est difficile d'estimer cet angle, cependant en mesurant la hauteur du ménisque h_1, nous pouvons calculer la courbure initiale de l'interface $1/R_1$. Quand nous commençons à aspirer l'eau, l'interface eau-air se déplace et la pression dans le capillaire diminue. Au niveau de l'interface air-huile, nous observons que le centre se met en mouvement en premier dès la photo 1 (points rouges dans Figure I.5.15), puis les coins ensuite à partir de la photo 4 (points verts). Nous notons, h_2 la hauteur du ménisque au moment où les coins se mettent en mouvement et $1/R_2$ la courbure associée.

Nous dissocions l'avancée $z(t)$ au niveau du centre de l'interface air-huile et l'avancée $z_c(t)$ au niveau du coin. Dans la figure I.5.16, nous avons tracé sur le même graphe, l'avancée des trois points de l'interface définis précédemment : $z(t)$, $z_c(t)$ et $z_e(t)$.

Lorsque les coins sont immobiles, la force s'opposant à la force d'aspiration est celle de la déformation de l'interface. Une fois que le coin se met en mouvement,

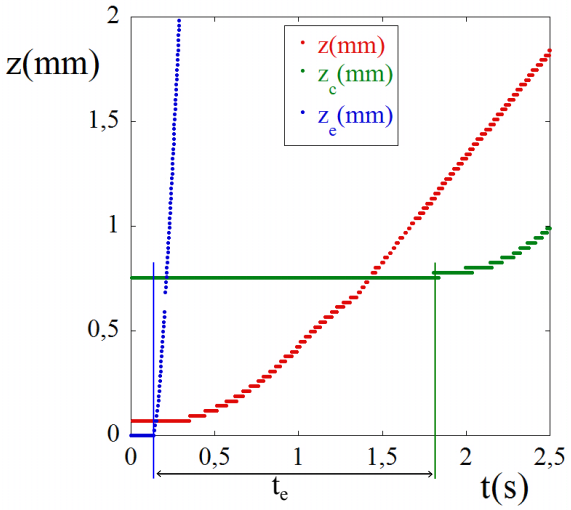


FIGURE I.5.16 – Avancement des interfaces eau-air z_e et air-huile centre z et coté z_c en fonction du temps ($\eta = 100\ Pa.s$, $r = 1,2\ mm$, $L_0 = 500\ mm$ et $U_e = 18\ mm/s$).

intervient également la force du coin et le problème se complique [40].

5.3.2 Mesure du temps de réponse

A l'instant t_e où les coins se mettent en mouvement, l'interface eau-air a avancé d'une longueur $z_e \approx U_e t_e$ (nous mesurons z_e directement par visualisation à la caméra) et le centre de l'interface air-huile a avancé de la longueur $z_i = z(t_e)$. La dépression appliquée s'exprime par : $dP_e = P_0(z_e - z_i)/L_0$.

Cette dépression est compensée par la pression capillaire due à la déformation de l'interface. Entre les instants 0 et t_e, l'interface passe de la courbure $1/R_1 = 2h_1/(h_1^2 + r^2)$ à la courbure $1/R_2 = 2h_2/(h_2^2 + r^2)$, voir Figure I.5.15. Le saut de pression associé s'écrit : $dP_c = 2\gamma\,(1/R1 - 1/R2)$, avec $\gamma \approx 21\ mN/m$ la tension de surface de l'huile silicone.

Nous mesurons les longueurs z_e et z_i de déplacement des interfaces respectivement d'eau et d'huile à l'instant t_e. Et nous mesurons les hauteurs h_1 et h_2 du ménisque au temps 0 et t_e.

Dans la Figure I.5.17, nous traçons la dépression mesurée dP_e normalisée par la pression capillaire de déformation mesurée dP_c en fonction du nombre capillaire Ca de l'huile. Le nombre capillaire $Ca = \eta U/\gamma$ est défini à partir de la vitesse U du centre de l'interface d'huile.

Nous observons que pour les nombres capillaires $Ca < 0,05$, la pression de déformation de l'interface est bien celle qui compense la dépression imposée. Pour les plus grands capillaires, la dépression mesurée est plus élevée.

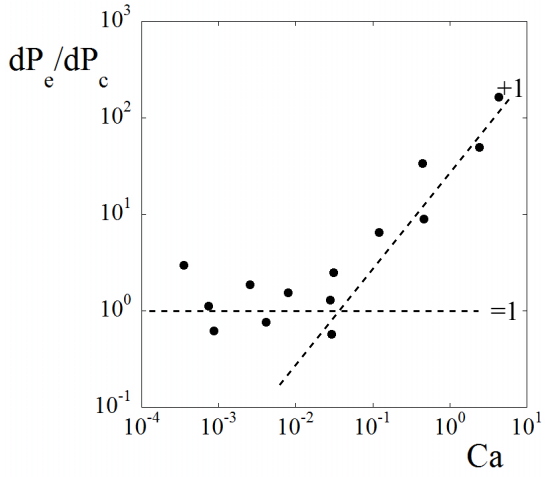


FIGURE I.5.17 – Dépression appliquée dP_e normalisée par la dépression de déformation capillaire dP_c en fonction du nombre capillaire Ca.

En effet, le mouvement du centre de l'interface d'huile induit des frottements visqueux. L'expression de ces frottements peut s'écrire sous la forme de Poiseuille :

$$dP_v \pi r^2 = 8\pi\eta z\dot{z} \tag{I.5.16}$$

Le centre parcours une distance équivalente à r et la vitesse initiale est quasi constante U, d'où la dépression associée :

$$dP_v \sim \frac{8\eta r U}{r^2} = \frac{8\gamma Ca}{r} \sim 4\ Ca \times dP_c \tag{I.5.17}$$

Nous retrouvons bien la tendance $dP_e/dP_c \sim Ca$ que nous observons dans la Figure I.5.17, pour $Ca \geq 0,05$.

La limite entre les deux comportements se trouve lorsque $dP_v = dP_c$, soit $4Ca = 1$. Nous retrouvons bien un ordre de grandeur de la limite $Ca = 0,25$ entre les points de mesure pour lesquels $dP_e = dP_c$ et $dP_e = dP_v$.

5.3.3 Mesure de la tension de surface

Ce système nous permet donc de mesurer une valeur de la tension de surface. Dans le régime des faibles capillaires ($Ca \leq 0,05$), la tension superficielle se calcule à partir de la mesure de la dépression critique dP_e :

$$\gamma = \frac{dP_e}{2\left(\frac{1}{R_1} - \frac{1}{R_2}\right)} \quad \text{pour} \quad Ca \leq 0,05 \tag{I.5.18}$$

Dans la Figure I.5.17, nous observons une certaine dispersion des mesures. Nous calculons les barres d'erreur relatives calculées à partir de l'erreur faîte sur la mesure de la hauteur du ménisque. La tension de surface effective s'écrit :

$$\gamma_{eff} = \frac{P_0}{2L_0} \frac{z_e - z_i}{\left(\frac{1}{R_1} - \frac{1}{R_2}\right)} \tag{I.5.19}$$

Les longueurs z_e et z_i sont de l'ordre de 1 mm. La résolution de la caméra est de 45 $pixels/mm$. Nous faisons typiquement une erreur de 1 pixel sur les mesures, d'où $\delta z/z = 0,02$.

Les rayons de courbure R_1 et R_2 s'expriment selon l'expression ($i = 1$ ou 2) :

$$R_i = \frac{h_i^2 + r^2}{2h_i} \tag{I.5.20}$$

Nous en déduisons donc l'erreur relative faîte sur les rayons de courbure :

$$\frac{\delta R_i}{R_i} = 3\frac{\delta h_i}{h_i} + 2\frac{\delta r}{r} \tag{I.5.21}$$

Les hauteurs h_i sont de l'ordre de $0,5$ mm et le rayon du capillaire de l'ordre de 1 mm. L'erreur relative sur la mesure du rayon vaut alors : $\delta r/r = 0,02$ et l'erreur sur la mesure de h_i est de l'ordre : $\delta h_i/h_i = 0,04$. L'erreur relative faite sur la mesure du rayon de courbure est : $\delta R_i/R_i = 0,16$.

De ces considérations, nous calculons :

$$\frac{\delta \gamma_{eff}}{\gamma_{eff}} = 2\frac{\delta z}{z} + 2\frac{\delta R_i}{R_i} = 0,36 \sim 18\frac{\delta z}{z} \tag{I.5.22}$$

L'erreur relative faite sur la mesure de la tension de surface est de l'ordre de 36%. C'est une erreur très importante.

Un moyen de diminuer cette erreur, est d'augmenter la résolution de la caméra. Pour arriver à une erreur relative inférieure à 5%, il faut utiliser une caméra de résolution minimum : 360 $pixels/mm$.

Conclusion

Nous venons ici de présenter un rhéomètre complet basé sur l'aspiration d'interface à pression variable. Ce système permet de déterminer la viscosité η du liquide à partir de sa vitesse d'avancée dans le capillaire U et donne une valeur de la tension de surface γ à partir du laps de temps t_e entre le moment où le liquide se met en mouvement et le moment où l'aspiration commence.

Nous avons d'abord défini les conditions sur les paramètres du montage (U_e, L_0, r) pour lesquelles le cisaillement reste constant et la mesure de la viscosité est la plus précise. Les deux conditions majeures à respecter limitent le temps de l'expérience t et la vitesse d'avancée du liquide U. Il faut :

$$t << \frac{L_0}{U_e} \quad \Rightarrow \quad \text{cisaillement constant}$$
$$U \leq 0,25U_e \quad \Rightarrow \quad \text{précision de la mesure}$$

Dans ces conditions idéales, l'erreur relative sur la mesure de la viscosité est inférieure à 2% pour des viscosités allant de $0,01$ à 1000 $Pa.s$.

Un point fort de ce montage est qu'en retrouvant une interface simple air-liquide, nous pouvons analyser toute sorte de fluides. Nous n'avons plus à satisfaire la condition de fluides non miscibles. Un autre point fort, est que la quantité de liquide à caractériser nécessaire est très faible. De même que dans la méthode antérieure présentée au chapitre 4, une goutte d'1 ml est bien suffisante.

Après avoir étalonné et testé ce rhéomètre sur les fluides Newtoniens, nous allons maintenant appliquer cette méthode aux fluides complexes (carbopol) et aux agrégats cellulaires.

Deuxième partie

Aspiration de fluides complexes et d'agrégats cellulaires

Chapitre 6

Rappel sur les fluides complexes

Nous avons présenté en introduction de la première partie un rappel sur la modélisation classique des solides dits de Hooke [32] et des fluides dits Newtoniens [81]. Les solides de Hooke représentent le comportement élastique parfait d'un objet. Hooke définit ce comportement en 1678 dans la "*De potentia restitutiva*" et fait la proposition suivante : "*the power of any spring is in the same proportion with the tension thereof*". En d'autres termes, l'amplitude d'étirement d'un objet est proportionnelle à la force d'étirement appliquée. En parallèle, Newton définit le caractère visqueux des liquides en 1687 dans le "*Principia*" : "*The resistance which arises from the lack of slipperiness of the parts of the liquid, other things being equal, is proportional to the velocity with which the parts of the liquid are separated from one another*". Autrement dit, la vitesse d'écoulement est proportionnelle à la force induisant l'écoulement. Les liquides et solides se rangent dans ces deux classes limites qui se traduisent par une relation linéaire entre la contrainte σ, la déformation γ_d et le cisaillement $\dot{\gamma}_d$:

- Solide de Hooke : $\sigma = G\gamma_d$, avec G le module élastique (unité le Pascal Pa)
- Liquide Newtonien : $\sigma = \eta\dot{\gamma}_d$, avec η la viscosité (unité $Pa.s$)

La réponse à un cisaillement constant à partir de l'instant $t = 0$, est une contrainte linéaire pour une solide de Hooke et une contrainte constante pour un liquide Newtonien (Figure II.6.1).

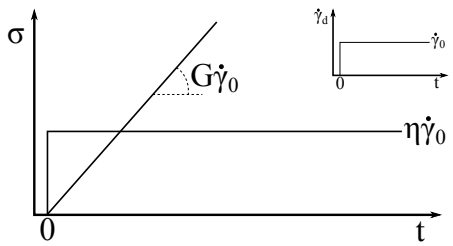


FIGURE II.6.1 – Représentation de la contrainte en fonction du temps en réponse à un cisaillement constant pour un solide de Hooke et un fluide Newtonien.

A partir du 19ème siècle, cette modélisation classique ne suffit plus pour expliquer le comportement de certains matériaux. En 1835 par exemple [82], W.Weber rend compte du caractère à la fois élastique et visqueux des fils de soie. Sous une charge, le fil s'étire instantanément puis continue à s'allonger lentement au cours du temps. Lorsque la charge est retirée, le fil se contracte immédiatement sans atteindre sa longueur initiale et lentement, le fil se contracte jusqu'à sa longueur initiale. A partir de ces observations, la notion de "rhéologie" a été inventée par B.C.Bingham en 1928 [83]. Il s'agit plus en général de l'étude de la déformation et de l'écoulement de la matière [84]. Cette matière étend l'étude classique de Hooke et de Newton et rend compte des comportements dits viscoélastiques qui diffèrent des deux limites linéaires définies jusque là. Ces fluides qui ne sont ni des liquides Newtoniens, ni des solides de Hooke, sont appelés les fluides complexes.

6.1 Rhéologie des fluides complexes

Il existe plusieurs comportements dans la catégorie des fluides complexes. Nous allons en répertorier quelque-uns ici [85, 33].

6.1.1 Fluides rhéoépaississant et rhéofluidifiant

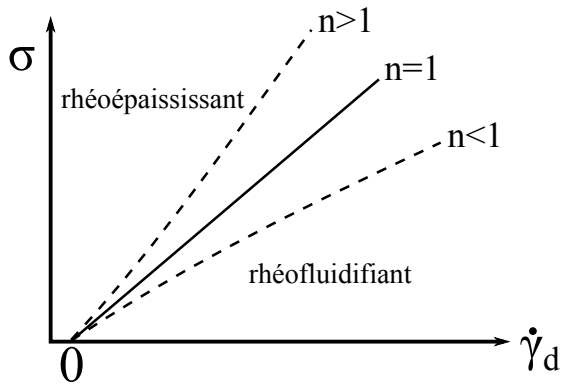


FIGURE II.6.2 – Représentation de la contrainte en fonction du cisaillement pour un fluide Newtonien et pour des fluides rhéoépaississants et rhéofluidifiants.

Dans le cas d'un fluide Newtonien, la viscosité η est définie comme constante quel que soit le cisaillement $\dot{\gamma}_d$ dans l'écoulement. Il existe des fluides pour lesquels la contrainte n'est pas une fonction linéaire du cisaillement. C'est le cas par exemple de la peinture. Plus le coup de pinceau est rapide, plus il est facile d'étaler la peinture. Dans ce cas, la viscosité diminue lorsque le cisaillement augmente. Ces fluides sont dits rhéofluidifiants. A l'inverse un fluide dont la viscosité augmente lorsque le cisaillement augmente est dit rhéoépaississant. Par exemple, il est facile de déplacer

lentement une cuillère dans un mélange d'eau et maïzena. Plus nous remuons rapidement le mélange, plus nous notons de la résistance.

Plusieurs lois phénoménologiques existent pour décrire ce comportement. Nous choisissons de l'illustrer par la loi d'Ostwald-de Waele [86], qui définit la viscosité en fonction du cisaillement comme une loi puissance :

$$\eta = k\dot{\gamma_d}^{n-1} \tag{II.6.1}$$

Le coefficient k est appelé la consistance et se mesure en $Pa.s^n$.

La relation entre la contrainte et le cisaillement s'écrit : $\sigma = k\dot{\gamma_d}^n$. Nous retrouvons les fluides Newtoniens pour $n = 1$ (courbe en trait plein sur la Figure II.6.2) et le caractère rhéoépaississant pour $n \geq 1$ et rhéofluidifiant pour $n \leq 1$ (courbes en pointillé sur la Figure II.6.2).

6.1.2 Fluides à seuil

Un autre comportement observé est l'existence d'un seuil d'écoulement. Le liquide ne s'écoule qu'à partir d'une contrainte imposée supérieure à la contrainte seuil σ_c. La boue est un très bon exemple naturel. Un terrain incliné couvert de boue ne s'écoule pas toujours. Il faut une certaine inclinaison et une certaine épaisseur de boue pour que l'avalanche se déclenche [87]. La loi phénoménologique la plus simple pour décrire ces matériaux est celle de Bingham [88], suivant laquelle :

- $\dot{\gamma_d} = 0$ pour $\sigma \leq \sigma_c$
- $\dot{\gamma_d} = (\sigma - \sigma_c)/\eta_p$ pour $\sigma \geq \sigma_c$

Le coefficient η_p est appelé viscosité plastique. Au delà du seuil, le fluide n'a pas forcément un comportement Newtonien. Nous utiliserons le modèle d'Herschel-Bulkley [89] qui généralise le modèle de Bingham. Le cisaillement est défini comme suit :

- $\dot{\gamma_d} = 0$ pour $\sigma \leq \sigma_c$
- $\sigma = \sigma_c + k\dot{\gamma_d}^n$ pour $\sigma \geq \sigma_c$

Nous représentons dans la Figure II.6.3, la contrainte en fonction du cisaillement pour ce type de fluides à seuil. La courbe en trait plein correspond à la loi de Bingham ($n = 1$).

6.1.3 Fluides viscoélastiques

En 1867, Maxwell fait remarquer que tous les fluides possèdent à la fois des propriétés visqueuses et élastiques selon le temps caractéristique de sollicitation [90]. Nous prenons l'exemple de la Silly Putty [91]. Une balle de Silly Putty lancée fortement contre le sol va rebondir. Sur l'échelle de temps du rebond (inférieur à 1 s) cette pâte se comporte comme un solide élastique. Nous posons ensuite la balle sur le sol, et elle s'étale. Sur l'échelle de temps de l'étalement (environ 1 h), la Silly Putty se comporte comme un fluide Newtonien. Le caractère élastique ou visqueux

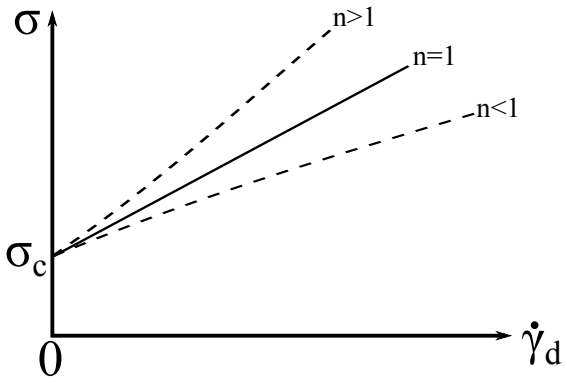


FIGURE II.6.3 – Représentation de la contrainte en fonction du cisaillement pour un fluide à seuil.

d'un fluide dépend donc également du temps pendant lequel il est contraint. Nous définissons le temps de relaxation viscoélastique τ avec le modèle de Maxwell.

Modèle de Maxwell :

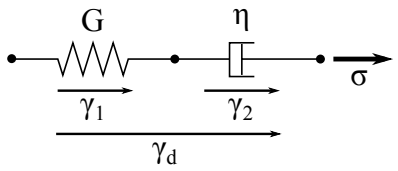


FIGURE II.6.4 – Modélisation mécanique d'un fluide viscoélastique de Maxwell.

Le fluide est modélisé par un ressort et un amortisseur en série (voir Figure II.6.4). L'élasticité du fluide est représentée par le ressort dont la raideur équivalente est le module élastique G. La viscosité du fluide est illustrée par un amortisseur dont le coefficient d'amortissement équivalent est la viscosité du fluide η. D'après le schéma mécanique II.6.4, les équations du mouvement entre la contrainte σ, la déformation γ_1 et le cisaillement γ_2 sont les suivantes :

$$\sigma = G\gamma_1$$
$$\sigma = \eta\dot{\gamma_2}$$

Nous notons $\gamma_d = \gamma_1 + \gamma_2$ la déformation totale du fluide et $\dot{\gamma_d} = \dot{\gamma_1} + \dot{\gamma_2}$ le cisaillement correspondant.

La réponse de ce système à une contrainte constante $\sigma = \sigma_0$ dès le temps $t = 0$ est une déformation totale qui s'écrit :

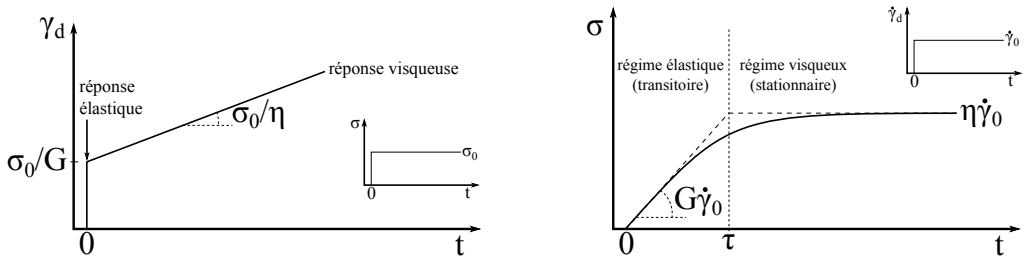


FIGURE II.6.5 – Modèle de Maxwell : (a) Déformation en fonction du temps pour une contrainte constante $\sigma = \sigma_0$ dès le temps $t = 0$, (b) Contrainte en fonction du temps pour un cisaillement constant $\dot{\gamma}_d = \dot{\gamma}_0$ dès le temps $t = 0$.

$$\gamma_d(t) = \frac{\sigma_0}{G} + \frac{\sigma_0}{\eta} t \tag{II.6.2}$$

Nous traçons ce comportement rhéologique dans la Figure II.6.5a.

Si nous appliquons un cisaillement constant $\dot{\gamma}_d = \dot{\gamma}_0$ dès le temps $t = 0$ à ce système, la contrainte vérifie alors l'équation :

$$\frac{\dot{\sigma}}{G} + \frac{\sigma}{\eta} = \dot{\gamma}_0 \tag{II.6.3}$$

Sachant que la contrainte est nulle au temps $t = 0$, la contrainte s'écrit finalement :

$$\sigma(t) = \eta\dot{\gamma}_0 \left(1 - e^{-\frac{Gt}{\eta}}\right) \tag{II.6.4}$$

La Figure II.6.5b représente la variation de la contrainte au cours du temps pour un cisaillement constant dès le temps $t = 0$.

De ces deux manières de décrire le comportement d'un fluide viscoélastique selon le modèle de Maxwell résulte le même temps caractéristique de relaxation viscoélastique τ, soit :

$$\tau = \frac{\eta}{G} \tag{II.6.5}$$

Sur une échelle de temps $t << \tau$, le fluide se comporte comme un solide de Hooke et sur une échelle de temps $t >> \tau$, le fluide se comporte comme un fluide Newtonien. Il existe peu de fluides viscoélastiques dont le temps de relaxation soit exactement défini. Par exemple, la pâte telle que la Silly Putty qui est un polymère fondu, se comporte comme un fluide viscoélastique de Maxwell et présente une distribution de temps de relaxation entre $0,05$ et $0,5$ s.

Modèle de Kelvin-Voigt :

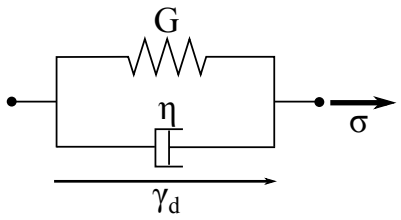


FIGURE II.6.6 – Modélisation mécanique d'un solide viscoélastique de Kelvin-Voigt.

Un autre modèle viscoélastique est celui de Kelvin-Voigt. Le fluide est modélisé par un ressort de raideur G et un amortisseur de coefficient d'amortissement η en parallèle (voir Figure II.6.6). L'équation du mouvement est alors la suivante :

$$\sigma = G\gamma_d + \eta\dot{\gamma}_d \tag{II.6.6}$$

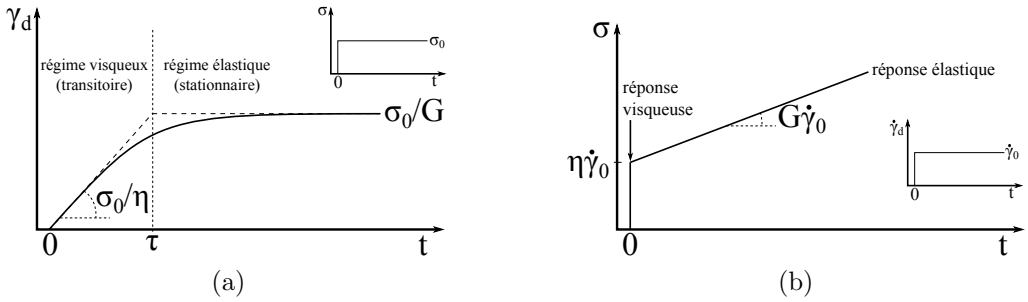


FIGURE II.6.7 – Modèle de Kelvin-Voigt : (a) Déformation en fonction du temps pour une contrainte constante $\sigma = \sigma_0$ dès le temps $t = 0$, (b) Contrainte en fonction du temps pour un cisaillement constant $\dot{\gamma}_d = \dot{\gamma}_0$ dès le temps $t = 0$.

La réponse à une contrainte constante $\sigma = \sigma_0$ dès le temps $t = 0$ est la déformation suivante :

$$\gamma_d = \frac{\sigma_0}{G}\left(1 - e^{\frac{Gt}{\eta}}\right) = \frac{\sigma_0}{G}\left(1 - e^{-\frac{t}{\tau}}\right) \tag{II.6.7}$$

avec $\tau = \eta/G$. Nous représentons la déformation correspondant à une contrainte constante dans la Figure II.6.7a. Cette modélisation met en évidence le même temps de relaxation viscoélastique $\tau = \eta/G$. A la différence du modèle de Maxwell, aux temps courts $t \leq \tau$, la réponse est visqueuse $\gamma_d \sim \sigma_0 t/\eta$. Et aux temps longs $t \geq \tau$, la réponse est élastique $\gamma_d \sim \sigma_0 G$.

Lorsque le fluide est soumis à un cisaillement constant $\dot{\gamma}_d = \dot{\gamma}_0$ dès le temps $t = 0$, la contrainte correspondante vérifie :

$$\sigma = \dot{\gamma_0}\left(Gt + \eta\right) = \dot{\gamma_0} G\left(t + \tau\right) \tag{II.6.8}$$

La réponse à un cisaillement constant est tracée dans la Figure II.6.7b. Ce modèle est adapté aux solides viscoélastiques dits solides mous comme le caoutchouc naturel [92]. Ces solides se caractérisent par un module élastique bien plus faible à celui des solides durs (métaux, verres). Par exemple le caoutchouc naturel a un module élastique $G \sim 10^6\ Pa$ et l'acier a un module $G \sim 10^{11}\ Pa$.

6.1.4 Thixotropie

Les modèles présentés précédemment sont basés sur l'hypothèse que les paramètres viscoélastiques du fluide sont constants au cours du temps. Il existe des fluides dont la viscosité change au cours du temps sous cisaillement constant avant d'atteindre sa valeur finale constante. Ces fluides sont dits fluides thixotropes [93]. En général, nous sommes restés dans le cas où les paramètres viscoélastiques varient uniquement en fonction du cisaillement. Il faut savoir que ces paramètres peuvent varier en fonction de la température, de la pression etc...

6.2 Appareil de mesure rhéologique

L'appareil le plus utilisé de nos jours pour mesurer les paramètres viscoélastiques d'un fluide est le rhéomètre cône-plan (voir Figure II.6.8).

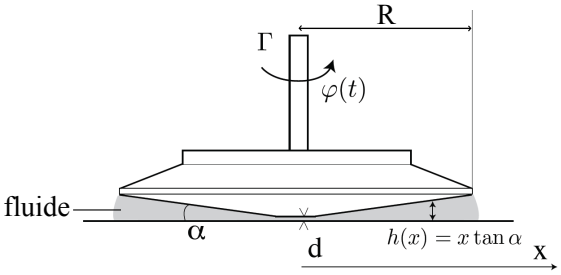


FIGURE II.6.8 – Schéma du module du rhéomètre cône-plan.

Le fluide est confiné entre un plan et un cône de rayon R faisant un angle α faible avec l'horizontale. Le déplacement angulaire du cône se note $\phi(t)$ et Γ le couple s'exerçant sur le cône. Dans l'hypothèse que la déformation du fluide reste homogène le long de l'épaisseur $h(x)$, la déformation et le taux de déformation sont donnés par :

$$\gamma_d = \frac{x\phi(t)}{h(x)} = \frac{\phi(t)}{tan\alpha} \quad \text{et} \quad \dot{\gamma_d} = \frac{\dot{\phi}(t)}{tan\alpha} \tag{II.6.9}$$

Nous constatons que la dépendance linéaire de l'épaisseur $h(x) \sim x\ tan\alpha$, permet d'avoir une déformation homogène dans l'échantillon (indépendante de x). La contrainte locale σ est également constante et est reliée au couple par :

$$\sigma = \frac{3\Gamma}{2\pi R^3 tan\alpha} \tag{II.6.10}$$

En mesurant le couple Γ et connaissant la géométrie du cône (α, R), le rhéomètre donne une valeur de la contrainte σ en fonction de la déformation γ_d et du cisaillement $\dot{\gamma}_d$.

Ce rhéomètre nécessite un certain volume pour couvrir la surface du cône. Nous allons tester le système d'aspiration capillaire qui permet de travailler avec des volumes aussi petits que voulus et nous comparerons les résultats avec ceux du rhéomètre cône-plan.

Chapitre 7

Un fluide complexe : le carbopol

7.1 Le carbopol 124
7.1.1 Qu'est ce que le carbopol / Comment le préparons nous . 124
7.1.2 Caractérisation rhéologique 125
7.2 Aspiration du carbopol 129
7.2.1 Aspiration du carbopol 129
7.2.2 Mesure de la pression critique ΔP_c 131
7.3 Paramètres viscoélastiques 134
7.3.1 Caractérisation de l'écoulement de carbopol 134
7.3.2 Mesure des paramètres viscoélastiques du carbopol 138
7.3.3 Contrainte et cisaillement 139

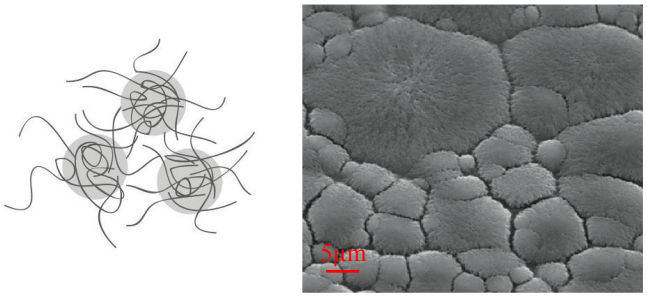
Expériences réalisées avec Marina Moreno-Luna. La technique de fabrication du carbopol nous as été montrée par Li-Hua Luu à l'IUSTI.

Nous utilisons maintenant le rhéomètre d'aspiration capillaire à pression variable présenté dans le chapitre 5, pour caractériser un fluide complexe : le carbopol.
Dans un premier temps, nous mesurons les propriétés viscoélastiques du carbopol avec un rhéomètre cône-plan. Cette étude confirme la modélisation usuelle du carbopol comme un fluide à seuil d'Herschel Bulkley : $\sigma = \sigma_c + k\dot{\gamma_d}^n$, avec σ_c la contrainte seuil, k la consistance et n un paramètre sans dimension (pour les fluides Newtoniens : $\sigma_c = 0$, $k = \eta$ et $n = 1$).
Nous aspirons ensuite le carbopol avec le rhéomètre capillaire. Nous montrons comment ce rhéomètre donne une valeur de la tension de surface γ du carbopol. Et nous mesurons les paramètres viscoélastiques σ_c, k et n à partir de la déformation du carbopol dans le capillaire, en fonction de la pression d'aspiration appliquée. Enfin, nous comparons les mesures par aspiration avec celles obtenues avec le rhéomètre cône-plan.

7.1 Le carbopol

7.1.1 Qu'est ce que le carbopol / Comment le préparons nous

Le carbopol est un agent gélifiant très utilisé dans l'industrie agro-alimentaire [94, 95], cosmétique [96] et pharmaceutique (gels, crèmes) [97, 98]. C'est une suspension à base de chaînes de polymères d'acide acrylique qui possèdent un fort pouvoir d'hydratation et de dissolution. Mises en solution dans l'eau, les chaînes de polymères s'organisent en pelotes et forment une solution acide. Pendant la phase de neutralisation ($pH \approx 7$) les chaînes se gonflent et entraîne l'épaississement du milieu. Il est classique de décrire le carbopol comme un microgel ([99], [100]) : le milieu est formé de petites particules molles composées d'un enchevêtrement de chaînes de polymères, pressées les unes contre les autres à la manière d'une émulsion dense (Figure II.7.1a). La visualisation au microscope électronique montre un réseau polydisperse de type nid d'abeille de taille 2-20 μm (Figure II.7.1b). Les facettes peuvent être vues comme des contacts de Hertz par lesquels les particules se repoussent. A la manière d'un milieu granulaire, les contraintes stériques entre les particules de gel sont telles qu'une contrainte seuil doit être appliquée pour faire s'écouler le fluide.



(a) (b)

FIGURE II.7.1 – Microstructure du carbopol : (a) Pelotes de micro-gel polymère ; (b) Imagerie par microscopie électronique à balayage (SEM). Images issues de la thèse de L.H. Luu [101].

Nous avons utilisé le Carbopol ETD 2050 (Noveon, distributeur Gattefossé France) qui se présente sous forme d'une poudre blanche très volatile. Nous incorporons lentement la poudre dans de l'eau déminéralisée et chauffée à une température de $50° C$, en mélangeant de manière continue à 700 $tours/min$. Nous contrôlons la concentration du carbopol en masse : par exemple, pour avoir une solution de concentration 1% (nous noterons $C1\%$), nous mélangeons 10 g de poudre de carbopol dans 1 kg d'eau déminéralisée. Après dissolution complète, nous obtenons un mélange légèrement opaque et acide ($pH \approx 3$). A ce stade, la viscosité du liquide semble proche de celle de l'eau. Nous neutralisons la solution en ajoutant de la soude ($NaOH$) diluée à 18% (concentration molaire : $0,18$ $moles$ pour 1 L d'eau) jusqu'à obtenir un pH

autour de 7. En pratique, cela revient à verser 80 ml de soude dans 5 L de solution de carbopol 1%. Cette opération est réalisée en maintenant l'agitation et la soude est incorporée à l'aide d'une seringue en différents endroits afin d'homogénéiser l'ensemble. Nous continuons ensuite d'agiter la solution pendant au moins une journée à 700 $tours/min$. Nous obtenons finalement un gel transparent, avec des petites bulles qui disparaissent par diffusion au bout de quelques jours. La solution doit être conservée dans le réfrigérateur.

Pour des concentrations supérieures à 1%, quelques bulles restent prisonnières du fluide et doivent être retirées manuellement, aspirées par une seringue. Les principales difficultés de la préparation sont le contrôle de l'homogénéité du pH et la formation de bulles lors du mélange. Pour y remédier, nous utilisons une hélice spéciale pour fluides visqueux entièrement immergée. Cependant en pratique, il est difficile de préparer des solutions de concentration massique supérieure à 3%. Pour nos expériences, nous avons préparé des solutions de concentration $0,5\%$; 1% et 2%.

Nous avons choisi le carbopol pour son avantage principal : c'est un fluide à seuil stable dans le temps, il ne présente que très peu de thixotropie [93, 33]. Etant donné que nous aspirons le carbopol pendant un certain temps (le temps d'atteindre $z \sim 10r$), il est important que ses propriétés soient constantes au cours du temps.

7.1.2 Caractérisation rhéologique

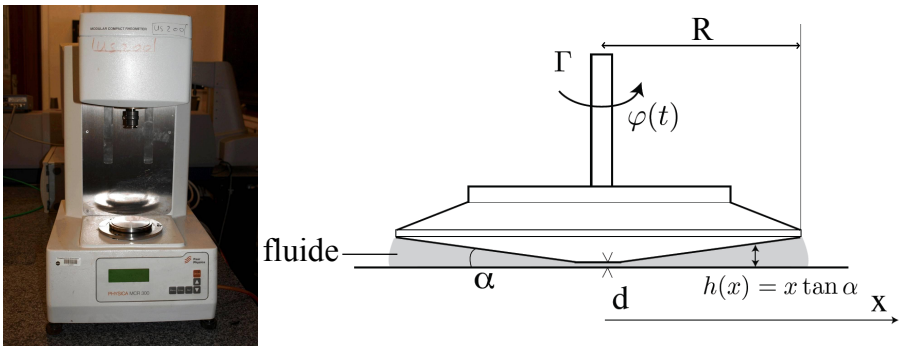
Avant de commencer nos expériences, nous avons caractérisé les 3 solutions de carbopol de différentes concentrations avec un rhéomètre cône-plan. Le rhéomètre utilisé est le MCR 301 d'Anton Paar (Photo II.7.2a) avec un système cône-plan $CP50$-2, de rayon $R = 24,98\ mm$, un angle $\alpha = 2°$, et une troncature $d = 48\ \mu m$ (Figure II.7.2b).

Nous avons utilisé ce rhéomètre sous deux régimes : en régime oscillant et en régime stationnaire. Le premier permet de déterminer l'élasticité de la solution sous le seuil d'écoulement et le second régime permet de caractériser la loi d'écoulement en dessus du seuil.

a/ Régime oscillant :

Nous appliquons une déformation sinusoïdale à l'échantillon, d'expression complexe $\gamma_d^* = \gamma_{d0} e^{i\omega t}$. En supposant la réponse du fluide linéaire (valable pour de petit cisaillement $\gamma_{d0} << 1$), la contrainte est alors reliée à la déformation selon :

$$\sigma^* = G^*(\omega)\gamma_d^* \tag{II.7.1}$$



(a) (b)

FIGURE II.7.2 – (a) Photo du rhéomètre MCR 301 Anton Paar ; (b) Schéma du système cône-plan ($R = 24,98\ mm$, $\alpha = 2$, $d = 48\ \mu m$). Mesures effectuées avec R.-M. Guillermic-Limpalaer au LPS d'Orsay.

avec $G^*(\omega)$ le module de cisaillement complexe. Ce module complexe est relié au module de relaxation classique $G(t)$ par la transformation complexe : $G^*(\omega) = i\omega \int_0^\infty G(u)e^{-i\omega u}du$ et nous l'écrivons :

$$G^*(\omega) = G'(\omega) + iG''(\omega) \tag{II.7.2}$$

En notation réelle, avec $\gamma_d(t) = \gamma_{d0}cos(\omega t)$, la contrainte s'exprime alors en fonction des modules :

$$\sigma(t) = G'\gamma_{d0}cos(\omega t) - G''\gamma_{d0}sin(\omega t) = G'\gamma_d(t) + \frac{G''}{\omega}\dot{\gamma}_d(t) \tag{II.7.3}$$

La réponse en phase est reliée à l'élasticité du milieu et G' est le module élastique. La réponse en quadrature de phase est reliée à la dissipation dans l'écoulement et G'' est le module de perte. Pour un solide élastique simple, nous avons $G' = E$ et $G'' = 0$. Tandis que pour un fluide Newtonien, nous avons $G' = 0$ et $G'' = \omega\eta$.

La Figure II.7.3 représente l'évolution du module élastique G' et du module de perte G'' pour le carbopol 1% en fonction de l'amplitude d'oscillation γ_{d0} (de 1% à 1000%) pour une fréquence d'oscillation de 5 Hz. Nous constatons que les modules forment un plateau relativement constant aux faibles déformations. Nous mesurons un module élastique G' de l'ordre de 90 Pa presque 4 fois plus grand que le module de perte de l'ordre de 20 Pa. Dans ces conditions, nous supposons que la solution se comporte comme un solide de Hooke sous le seuil, soit : $\sigma = G\gamma_d$ avec G le module de cisaillement élastique. Nous définirons le module de cisaillement élastique G comme le module élastique G' mesuré à une fréquence 5 Hz et une déformation $\gamma_{d0} = 1\%$. Les valeurs pour les différentes concentrations sont rassemblées dans le tableau II.7.1.

Au-delà d'une déformation critique, le module élastique chute et le module de perte augmente : la solution n'est plus dans le régime solide. Le graphique II.7.3

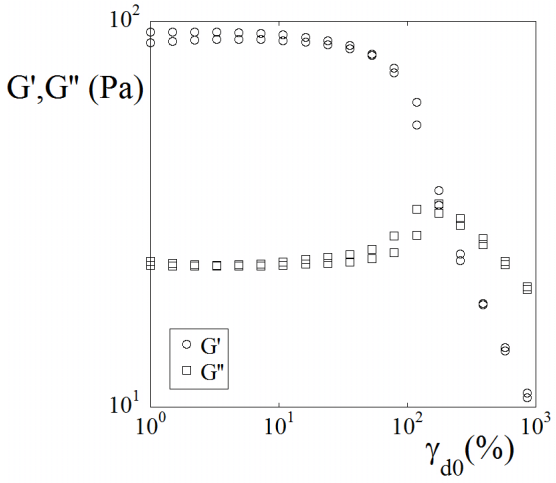


FIGURE II.7.3 – Module élastique G' et module de perte G'' en fonction de la déformation γ_{d0} pour le carbopol 1%. Fréquence $f = 5\ Hz$.

prédit que pour une déformation γ_{d0} inférieure 20-30 %, le carbopol se comporte comme un solide de Hooke. Pour des déformations γ_{d0} supérieures à 20-30 %, le carbopol se met à couler comme un fluide.

b/ Régime stationnaire :

Pour caractériser le régime d'écoulement stationnaire du carbopol, nous imposons (par pallier) une rampe croissante de taux de cisaillement $\dot{\gamma}_d$ au fluide, suivie d'une rampe symétrique décroissante. La contrainte σ est mesurée en fonction du taux de cisaillement et moyennée durant chaque pallier (de durée $\approx 100\ s$).

La Figure II.7.4a représente la contrainte σ en fonction du cisaillement $\dot{\gamma}_d$ pour chaque solution de carbopol de différentes concentrations. Nous observons un seuil en contrainte quand $\dot{\gamma}_d$ tend vers 0. Au-dessus du seuil, le fluide a un comportement rhéofluidifiant : plus le taux de cisaillement augmente, plus la viscosité (dérivée de la courbe $\sigma(\dot{\gamma}_d)$) diminue (voir la représentation linéaire en Figure II.7.4b). Nous ajusterons la courbe par le modèle de type Herschel-Bulkley [89] (courbes en pointillés) :

$$\sigma = \sigma_c + k\dot{\gamma}_d{}^n \tag{II.7.4}$$

avec σ_c la contrainte seuil (Pa), k la "consistance" $(Pa.s^n)$ et n un paramètre sans dimension. Il a été démontré que ce modèle rhéologique est le mieux adapté au carbopol [102].

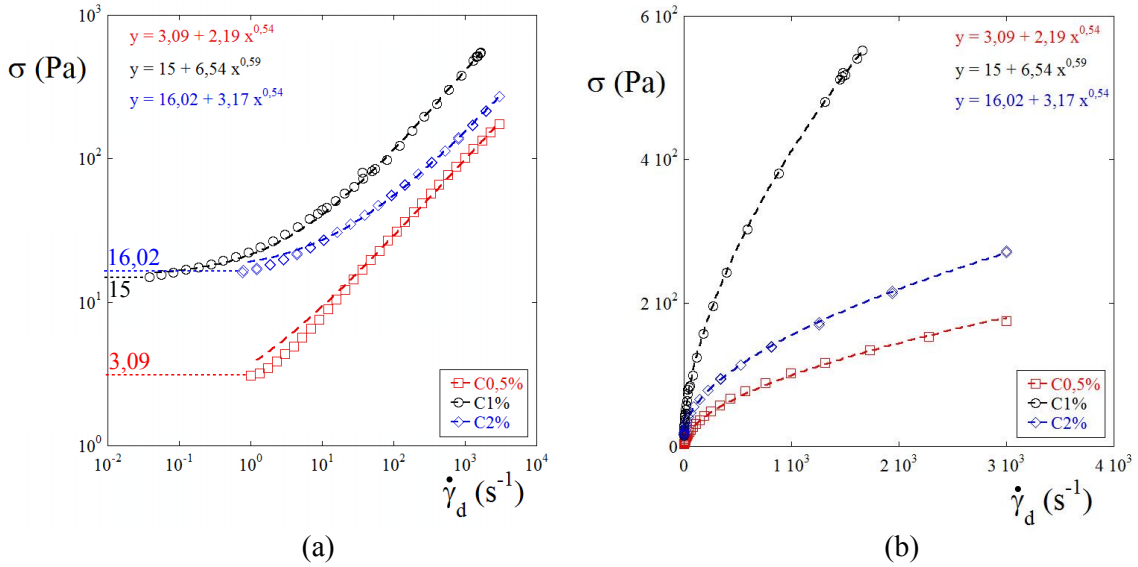


FIGURE II.7.4 – Contrainte σ en fonction du cisaillement $\dot{\gamma}_d$. En pointillés, la loi $\sigma = \sigma_c + k\dot{\gamma}_d{}^n$ pour chaque concentration de carbopol : (a) Représentation log-log, (b) Représentation linéaire.

Nous mesurons en premier lieu la tension seuil σ_c qui correspond au point à partir duquel la pente $d\sigma/d\dot{\gamma}_d$ devient proche de zéro. Ce seuil est délicat à définir car la pente n'est jamais vraiment nulle [33]. Nous ajustons ensuite les courbes par la loi d'Herschel-Bulkley (II.7.4), en fixant la tension seuil à la valeur mesurée pour chaque concentration, et nous calculons les paramètres k et n. Nous rapportons ces valeurs dans le tableau II.7.1. Nous utiliserons ces données comme référence pour comparer avec les résultats obtenus avec le rhéomètre par aspiration capillaire.

Concentration	$G\ (Pa)$	$\sigma_c\ (Pa)$	$k\ (Pa.s^n)$	n
$0,5\%$	$13,77$	$3,09$	$2,19$	$0,54$
1%	90	15	$6,54$	$0,59$
2%	280	$16,2$	$3,17$	$0,54$

TABLE II.7.1 – Paramètres viscoélastiques mesurés avec le rhéomètre cône-plan pour les différentes concentration de carbopol.

Nous tenons à faire une dernière remarque sur les caractéristiques rhéologiques du carbopol. Les fluides à seuil formés de suspensions de particules molles présentent un temps caractéristique défini comme $\tau = \eta/G$, où G est le module élastique et η la viscosité du fluide suspendant, ici l'eau. Ce temps correspond au temps caractéristique de réarrangement des particules sous l'effet des contraintes élastiques et de la viscosité. Nous avons tracé dans la Figure II.7.5 la contrainte normalisée

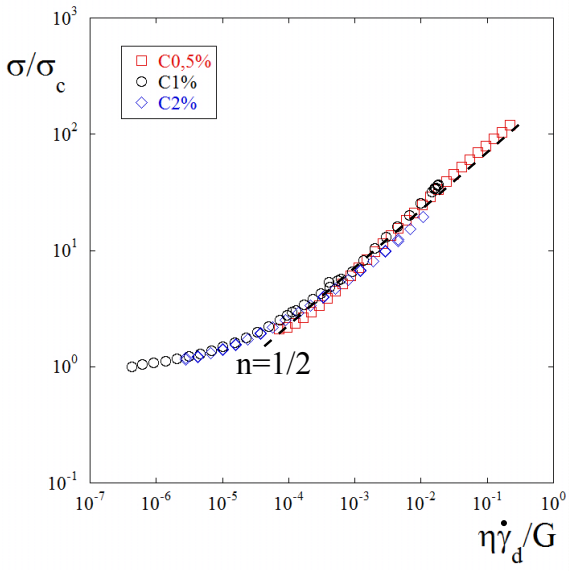


FIGURE II.7.5 – Contrainte normalisée σ/σ_c en fonction du cisaillement normalisé $\eta\dot{\gamma}_d/G$, avec η viscosité de l'eau et G module élastique du carbopol.

σ/σ_c en fonction du taux de cisaillement adimensionné $\eta\dot{\gamma}_d/G$. Nous observons que toutes les courbes de concentrations différentes ($0,5\%$, 1% et 2%) se rejoignent en une seule courbe. Nous retrouvons la loi de puissance $n = 1/2$ sur deux décades. Ce comportement confirme les expériences faîtes sur les micro-gels et émulsions donnant la même loi de puissance [103].

7.2 Aspiration du carbopol

7.2.1 Aspiration du carbopol

Nous testons maintenant notre système capillaire sur le carbopol et comparons les résultats obtenus avec ceux du rhéomètre cône-plan. Nous rappelons rapidement le montage (Figure II.7.6) : c'est un système capillaire avec un piston d'air de taille L_0. Nous étirons le piston d'air en tirant sur l'interface eau-air à la vitesse U_e, soit : $L(t) = L_0 + U_e t$. La dépression $dP(t) \sim P_0 U_e t/L_0$ entraîne alors l'aspiration du liquide à caractériser à la vitesse U. Nous utilisons le rhéomètre capillaire dans les conditions d'utilisation définies précédemment avec les fluides Newtoniens, soit :

- le temps d'expérience : $t << L_0/U_e$, pour une pression variant linéairement
- la vitesse d'avancée : $U < 0,25U_e$, pour une meilleur précision des mesures

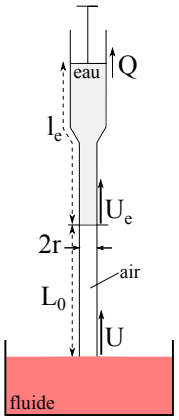
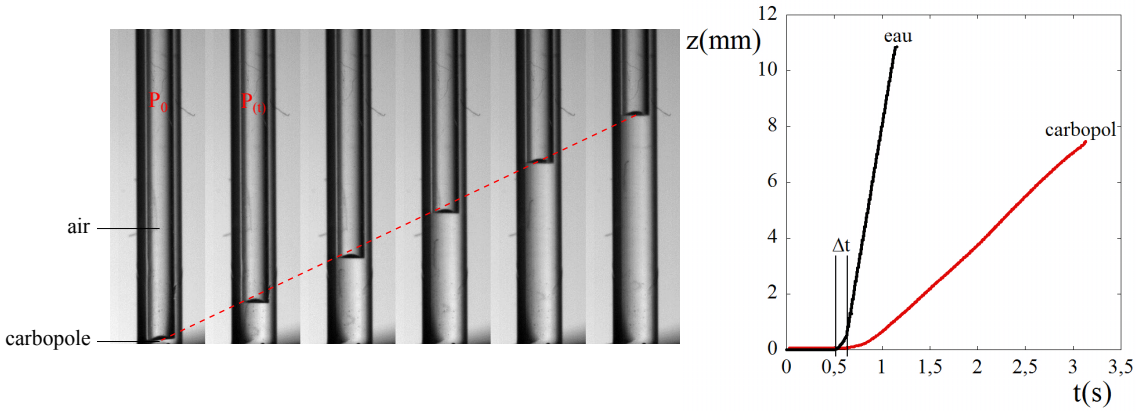


FIGURE II.7.6 – Montage d'aspiration capillaire à pression variable.

La série de photos de la Figure II.7.7a représente l'avancée du carbopol 1% aspiré à travers un capillaire de rayon $r = 0,4\ mm$ au débit $Q = 1\ ml/min$, avec une longueur de piston $L0 = 1000\ mm$. Nous voyons que l'avancée du carbopol est linéaire, ce qui d'après l'étude menée au chapitre 5 montre que le rhéomètre fonctionne bien à cisaillement constant. Ce comportement nous permettra de déterminer les paramètres σ_c, k et n du carbopol à partir de la relation entre le rapport des vitesses $\alpha = U/U_e$ et les paramètres du montage.



(a) (b)

FIGURE II.7.7 – Avancée du carbopol 1%, $r = 0,4\ mm$, $Q = 1\ ml/min$, $L0 = 1000\ mm$: (a) série de photos prises à $dt = 0,4\ s$; (b) courbes d'avancée correspondantes.

Dans la Figure II.7.7b, nous avons tracé sur le même graphe l'avancée de l'interface d'eau $z_e(t)$ et l'avancée de l'interface de carbopol $z(t)$. Nous observons une différence de temps Δt entre le moment où l'eau se met en mouvement et le moment

où le liquide se met en mouvement. A l'image des mesures de tension de surface (chapitre 5, section 3), nous pensons que ce laps de temps Δt donne une information sur la tension de surface du carbopol γ.

7.2.2 Mesure de la pression critique ΔP_c

Les courbes de la Figure II.7.7b montrent qu'il existe un laps de temps $\Delta t = t_e - t_i$ entre le moment t_e où l'interface d'eau se met en mouvement et le moment t_i où l'interface de carbopol se met en mouvement. Nous considérons l'avancée du carbopol au moment t_i où le point de contact avec les parois du capillaire se met en mouvement. Pendant ce laps de temps Δt, l'interface d'eau parcourt une distance z_e et le carbopol reste immobile au niveau du coin. Nous mesurons la pression seuil correspondante $\Delta P_c = dP(\Delta t) = P_0 z_e / L_0$ pour les différentes concentrations de carbopol.

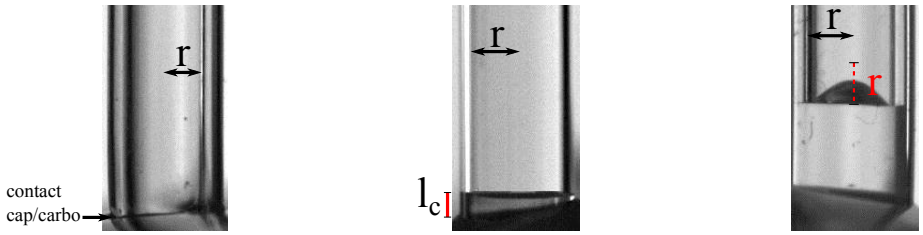
D'après l'étude menée sur les fluides Newtoniens dans le chapitre 5, la pression critique ΔP_c correspond à la pression de Laplace nécessaire pour déformer l'interface du fluide de sa courbure initiale C_i à sa courbure finale C_f au moment où il se met en mouvement, nous notons ce terme $\Delta P_{Lap} = \gamma(C_f - C_i)$. Ici il y a un terme supplémentaire. Le carbopol est un fluide à seuil : tant que la contrainte appliquée ne dépasse pas la tension seuil σ_c, le carbopol ne se met pas en mouvement. La surface de contact entre le carbopol et le capillaire s'écrit $2\pi r l_c$, avec l_c la longueur de la colonne de carbopol entrée initialement dans le capillaire de surface πr^2. Nous notons $\Delta P_\sigma = \sigma_c \times 2\pi r l_c / (\pi r^2)$ la pression nécessaire pour imposer une contrainte σ égale à la contrainte seuil σ_c. La pression critique se décompose donc en deux termes, un terme correspondant à la tension de surface du carbopol γ et un terme correspondant à la tension critique du carbopol σ_c, soit :

$$\Delta P_c = \Delta P_{Lap} + \Delta P_\sigma = \gamma(C_f - C_i) + \sigma_c \frac{2 l_c}{r} \tag{II.7.5}$$

Par cette expression de la pression critique, nous voyons que des mesures de ΔP_c avec $l_c = 0$ donnent la valeur de la tension de surface γ. Et des mesures de ΔP_c telles que le terme ΔP_{Lap} soit constant et l_c varie, donnent une valeur de la tension seuil σ_c.

Mesure de la tension de surface γ :

Nous posons le capillaire à la surface du carbopol (Photo II.7.8a). Le carbopol couvre la surface du capillaire πr^2 et ne rentre pas à l'intérieur $l_c \approx 0$. En réalité, il existe toujours un terme de pression correspondant à la pression seuil. Dans le cas $l_c \approx 0$, nous supposons que le terme ΔP_σ est négligeable devant le terme de pression due à la déformation de l'interface ΔP_{Lap}. La pression critique s'écrit alors :



(a) (b) (c)

FIGURE II.7.8 – Photos de l'interface de carbopol C1% ($r = 1,2\ mm$) (a) A $t = 0$ pour $l_c = 0$, (b) A $t = 0$ pour $l_c > 0$, (c) A $t > 0$ pour $L_0/U_e \approx 45\ s$.

$$\Delta P_c \approx \gamma(C_f - C_i) \tag{II.7.6}$$

Il est délicat de mesurer les courbures C_i et C_f. Cependant, nous observons que l'interface de carbopol est initialement toujours quasiment plane, soit $C_i \approx 0$ (voir Photo II.7.8a et II.7.8b). Nous changeons la courbure finale en variant le temps caractéristique de la force d'aspiration L_0/U_e. La courbure finale maximale possible dans le capillaire est $1/r$ (Photo II.7.8c).

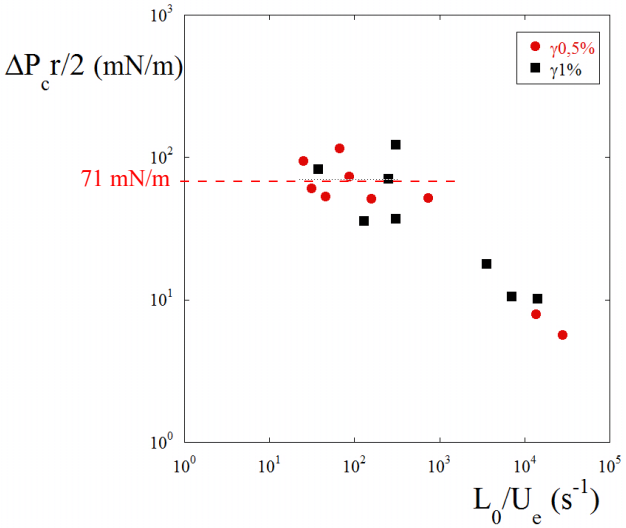


FIGURE II.7.9 – Tension de surface effective $\gamma_{eff} = \Delta P_c\ r/2$ en fonction du temps caractéristique d'aspiration L_0/U_e.

Nous représentons dans la Figure II.7.9, les mesures de la tension de surface effective $\Delta P_c\ r/2$ en fonction du temps caractéristique L_0/U_e.

Nous remarquons un plateau pour les temps caractéristiques $L_0/U_e \leq 10^3\ s$. Sur ce plateau, la déformation de l'interface est maximale $(C_f - C_i) \sim 2/r$ (voir Photo II.7.8c) et nous évaluons la tension de surface du carbopol : $\gamma \approx 71\ mN/m$. Cette

valeur est proche de la tension de surface de l'eau $\gamma_{eau} = 72\ mN/m$ ce qui est rassurant vu que le carbopol est composé à plus de 98 % d'eau.

Mesure de la tension seuil σ_c :

Nous rappelons l'expression de la pression critique :

$$\Delta P_c = \Delta P_{Lap} + \Delta P_\sigma = \gamma(C_f - C_i) + \sigma_c \frac{2l_c}{r} \tag{II.7.7}$$

Afin de mesurer la tension seuil σ_c, nous faisons en sorte que la déformation initiale de l'interface soit constante pour chaque expérience (ΔP_{Lap} constant) et nous varions la longueur de la colonne de carbopol l_c.

Pour chaque concentration de carbopol, nous gardons les mêmes paramètres d'aspiration ainsi la déformation initiale de l'interface de carbopol est identique à chaque aspiration. Nous avons fait ces expériences avec $U_e \approx 0,7\ mm/s$ (soit $Q = 0,1\ ml/min$), $r = 0,75\ mm$ et $L_0 = 1000\ mm$. Pour chaque longueur initiale l_c de carbopol dans le capillaire, nous mesurons la pression critique $\Delta P_c(l_c)$ nécessaire pour mettre le carbopol en mouvement.

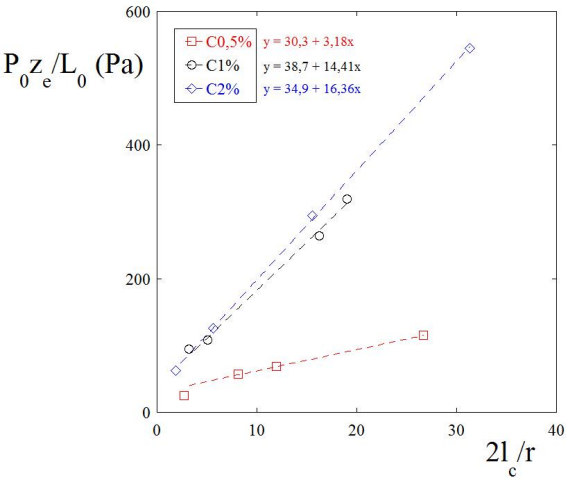


FIGURE II.7.10 – Pression critique $P_0 z_e/L_0$ en fonction de la longueur normalisée $2l_c/r$.

Dans la Figure II.7.10, nous représentons la pression critique ΔP_c en fonction de la longueur normalisée $2l_c/r$ pour chaque concentration de carbopol ($0,5\%$ à 2%). La pente correspond à la contrainte seuil σ_c. Nous répertorions les contraintes seuil mesurées σ_c en fonction de la concentration de carbopol dans le tableau II.7.2. Nous avons également noté les valeurs de σ_c obtenues avec le rhéomètre cône-plan. La différence relative maximale est de 4%, les résultats sont très satisfaisants.

L'ordonnée à l'origine correspond au terme $\Delta P_{Lap} = \gamma(C_f - C_i)$. Ce terme dépend de la déformation de l'interface de carbopol, que nous n'avons pas mesurée. Nous observons qu'elle a le même ordre de grandeur pour chaque concentration de carbopol $\Delta P_{Lap} \approx 35\ Pa$. Cela appuie l'hypothèse faite sur le fait que la déformation initiale de l'interface de carbopol est à peu près constante pour chaque aspiration.

Concentration	$\sigma_c\ (Pa)$ avec rhéomètre cône-plan	$\sigma_c\ (Pa)$ par aspiration
$0,5\ \%$	$3,09$	$3,18$
$1\ \%$	15	$14,41$
$2\ \%$	$16,2$	$16,36$

TABLE II.7.2 – Tension seuil σ_c mesurée avec le rhéomètre cône-plan et avec le rhéomètre par aspiration capillaire.

7.3 Paramètres viscoélastiques

7.3.1 Caractérisation de l'écoulement de carbopol

Nous avons vu dans la section 7.2 de ce chapitre, que le carbopol aspiré à pression variable telle que $dP(t) \sim t$, entre dans le capillaire à vitesse constante U (Figure II.7.7a). Nous rappelons que toutes les expériences faites avec le carbopol respectent les mêmes conditions de bon fonctionnement du système capillaire que celles définies pour les fluides Newtoniens :

- le temps d'expérience : $t << L_0/U_e$
- la vitesse d'avancée du carbopol : $U < 0,25U_e$

Toutes les expériences d'aspiration commencent avec une longueur de carbopol dans le capillaire nulle ($l_c \approx 0$). La pression critique ΔP_c nécessaire pour mettre le carbopol en mouvement correspond alors à la pression nécessaire pour déformer l'interface, soit : $\Delta P_c = \gamma(C_f - C_i)$. Une fois le carbopol en mouvement, il se comporte selon la loi d'Herschel-Bulkley. Nous considérons la contrainte σ à partir du moment Δt où $dP(\Delta t) = \Delta P_c$, et elle vérifie :

$$\begin{aligned} &\text{Pour } \sigma \leq \sigma_c \ : \dot{\gamma}_d = 0 \\ &\text{Pour } \sigma \geq \sigma_c \ : \sigma = \sigma_c + k\dot{\gamma}_d{}^n \end{aligned}$$

L'expression de la contrainte σ appliquée au carbopol et le cisaillement $\dot{\gamma}_d$ résultant dépendent des caractéristiques de l'écoulement du carbopol dans le capillaire. Nous introduisons des particules colorées dans le carbopol et faisons une analyse de particules (Particle Imaging Velocity) pour déterminer les composantes de la vitesse du

carbopol dans le capillaire (Figure II.7.11a). Dans la Figure II.7.11b, nous traçons le profil de vitesse résultant de l'analyse PIV. La seule composante de la vitesse observée est la composante verticale $v_z(x)$ qui varie selon la direction radiale x. Nous observons que la vitesse est nulle aux parois du capillaire $v_z(x = r) = 0$ et constante au centre sur un palier de taille r^*. Sur le palier, la vitesse vérifie $dv_z(x)/dx = 0$, pour $x \leq r^*$.

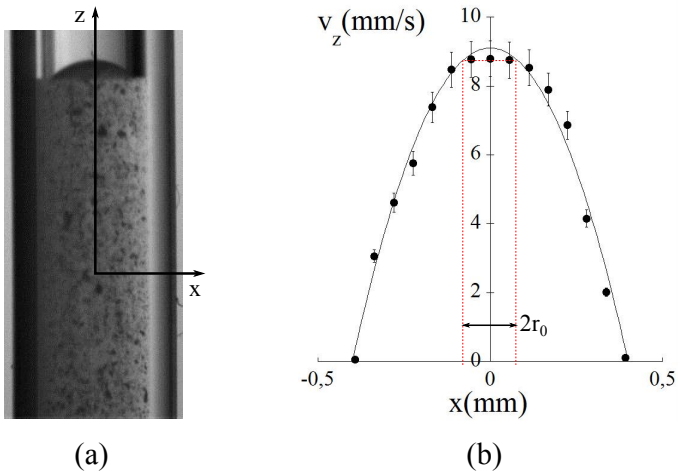


FIGURE II.7.11 – Analyse PIV de l'écoulement de carbopol dans le capillaire ($C1\%$, $r = 0,4\,mm$, $L_0 = 1000\,mm$, $Q = 1\,ml/min$). (a) Photo du carbopol avec particules, (b) Vitesse résultante $v_z(x)$.

Dans ce type d'écoulement unidirectionnel, le cisaillement $\dot{\gamma}_d$ est le gradient de vitesse selon la direction radiale, soit :

$$\dot{\gamma}_d(x) = -\frac{dv_z(x)}{dx} \tag{II.7.8}$$

Et la contrainte σ est la force de pression s'appliquant sur le cylindre de carbopol, soit :

$$\frac{\partial}{\partial x}(x\sigma) = x\frac{\partial P}{\partial z} \tag{II.7.9}$$

Le terme $\partial P/\partial z$ a été défini précédemment dans le chapitre 5. Il est mesuré à partir du moment Δt où $dP(\Delta t) = \Delta P_c$. Pour une aspiration à vitesse constante U_e et un liquide qui entre à vitesse constante U, ce terme s'écrit :

$$\frac{\partial P}{\partial z} = \frac{P_0}{L_0}\frac{U_e - U}{U} \tag{II.7.10}$$

La vitesse U d'avancée du carbopol que nous mesurons correspond à la vitesse moyenne du carbopol dans le capillaire. En calculant le débit de carbopol dans

le capillaire, nous avons une expression entre la vitesse mesurée U et la vitesse instantanée $v_z(x)$:

$$U \times \pi r^2 = \int_0^r v_z(x) \times 2\pi x dx \tag{II.7.11}$$

A partir des expressions de la contrainte σ (II.7.9) et du cisaillement $\dot{\gamma}_d$ (II.7.8), nous calculons le profil de vitesse dans le capillaire $v_z(x)$ en fonction des paramètres du montage. Nous considérons les deux régions délimitées par la taille du palier r^*.

a/ $0 \leq x \leq r^*$ **:**

Sur le palier, la vitesse est constante $U^* = v_z(r^*)$, et le cisaillement est nul $\dot{\gamma}_d = 0$. D'après la loi d'Herschel-Bulkley (II.7.4), la contrainte est alors constante $\sigma = \sigma_c$. En intégrant la relation (II.7.9) sur le palier (de 0 à r^*), nous trouvons l'expression de la taille du palier :

$$r^* = \frac{2\sigma_c}{\partial P/\partial z} \tag{II.7.12}$$

Le carbopol s'écoule si $r^* < r$. Nous discuterons de la taille du palier par la suite.

b/ $r^* \leq x \leq r$ **:**

Dans cette région $r^* \leq x \leq r$, le fluide s'écoule et la contrainte vérifie la relation $\sigma(x) = \sigma_c + k\dot{\gamma}_d{}^n$. Nous reprenons l'expression qui définit la contrainte (II.7.9) et l'intégrons entre r^* et x, soit :

$$x\sigma(x) - r^*\sigma_c = \frac{x^2 - r^{*2}}{2}\frac{\partial P}{\partial z} \tag{II.7.13}$$

D'après l'expression de la taille du palier r^* (II.7.12), l'expression de σ se simplifie et nous avons finalement :

$$\sigma(x) = \frac{x}{2}\frac{\partial P}{\partial z} \tag{II.7.14}$$

La contrainte que nous mesurons est la contrainte au niveau des parois du capillaire. Nous la notons simplement :

$$\sigma(x = r) = \sigma_0 = \frac{r}{2}\frac{\partial P}{\partial z} \tag{II.7.15}$$

Par ailleurs, la loi d'Herschel-Bulkley donne la relation entre la contrainte et le cisaillement : $\sigma(x) = \sigma_c + k\dot{\gamma}_d(x)^n$. En utilisant l'expression de la contrainte en x (II.7.14), nous avons l'expression du cisaillement en x, soit :

$$\dot{\gamma}_d(x) = -\frac{dv_z}{dx} = \left[\frac{1}{k}\left(\frac{x}{2}\frac{\partial P}{\partial z} - \sigma_c\right)\right]^{\frac{1}{n}} = \left(\frac{1}{2k}\frac{\partial P}{\partial z}(x - r^*)\right)^{\frac{1}{n}} \tag{II.7.16}$$

Le cisaillement subi par le carbopol sous l'effet d'un gradient de pression est le cisaillement calculé aux parois du capillaire. Nous le notons :

$$\dot{\gamma}_0 = \left(\frac{\sigma_0 - \sigma_c}{k}\right)^n = \left(\frac{1}{2k}\frac{\partial P}{\partial z}(r - r^*)\right)^{\frac{1}{n}} \tag{II.7.17}$$

Pour déterminer le profil de vitesse dans le capillaire, nous intégrons l'expression du cisaillement (II.7.16) entre x et r avec $v_z(r) = 0$. Le profil de vitesse dans la zone $r^* \leq x \leq r$ s'écrit :

$$v_z(x) = \left(\frac{1}{2k}\frac{\partial P}{\partial z}\right)^{\frac{1}{n}} \frac{n}{n+1}\left[(r - r^*)^{\frac{n+1}{n}} - (x - r^*)^{\frac{n+1}{n}}\right] \tag{II.7.18}$$

Par continuité, la vitesse sur le palier est la vitesse calculée en $x = r^*$, soit :

$$U^* = \left(\frac{1}{2k}\frac{\partial P}{\partial z}\right)^{\frac{1}{n}} \frac{n}{n+1}(r - r^*)^{\frac{n+1}{n}} \tag{II.7.19}$$

Nous avons tous les éléments pour calculer le débit à travers le capillaire, soit :

$$U \times \pi r^2 = U^* \times \pi r^{*2} + \int_{r^*}^{r} v_z(x) \times 2\pi x dx \tag{II.7.20}$$

Nous voyons que l'expression du débit est assez compliquée lorsque nous considérons le palier. Pour l'exemple illustré en Figure II.7.11 avec $C1\%$, $r = 0,4\ mm$, $L_0 = 1000\ mm$ et $Q = 1\ ml/min$, le palier est de taille $r^* \approx 0,15r$ et la vitesse maximale sur ce palier est de l'ordre de $8,8\ mm/s$, ce qui correspond à 97% de la vitesse maximale dans l'écoulement de type Poiseuille associé (ligne en trait plein sur le graphe II.7.11b). La déviation par rapport à l'écoulement de Poiseuille est faible dans cet exemple, ce qui permet de négliger le palier de taille r^*. Pour toutes les expériences d'aspiration, nous choisissons de nous mettre dans le cas où la taille du palier r^* est négligeable devant le rayon du capillaire r. D'après l'expression de r^* (II.7.12), il faut donc imposer une dépression telle que :

$$\frac{r}{2}\frac{\partial P}{\partial z} >> \sigma_c \tag{II.7.21}$$

L'expression du débit à travers le capillaire lorsque le palier est négligeable ($r^* \to 0$) se simplifie alors comme :

$$U \times \pi r^2 = \int_0^r v_z(x) \times 2\pi x dx = \pi \left(\frac{1}{2k}\frac{\partial P}{\partial z}\right)^{\frac{1}{n}} \frac{n}{3n+1} r^{\frac{3n+1}{n}} \tag{II.7.22}$$

Nous trouvons finalement l'expression de la vitesse du carbopol mesurée en fonction des paramètres du montage :

$$\frac{U}{r} = \frac{n}{3n+1}\left(\frac{r}{2k}\frac{\partial P}{\partial z}\right)^{\frac{1}{n}} \tag{II.7.23}$$

A partir de ces calculs, nous écrivons également les expressions simplifiées de la contrainte et du cisaillement lorsque $r^* << r$, soit :

$$\dot{\gamma}_0 \approx \left(\frac{r}{2k}\frac{\partial P}{\partial z}\right)^{\frac{1}{n}} = \frac{3n+1}{n}\frac{U}{r} \quad \text{et} \quad \sigma_0 = \frac{r}{2}\frac{\partial P}{\partial z} \tag{II.7.24}$$

Pour un fluide Newtonien $n = 1$, nous retrouvons $\dot{\gamma}_0 = 4U/r$.

7.3.2 Mesure des paramètres viscoélastiques du carbopol

Nous proposons dans ce paragraphe une représentation appropriée à ce système d'aspiration capillaire.

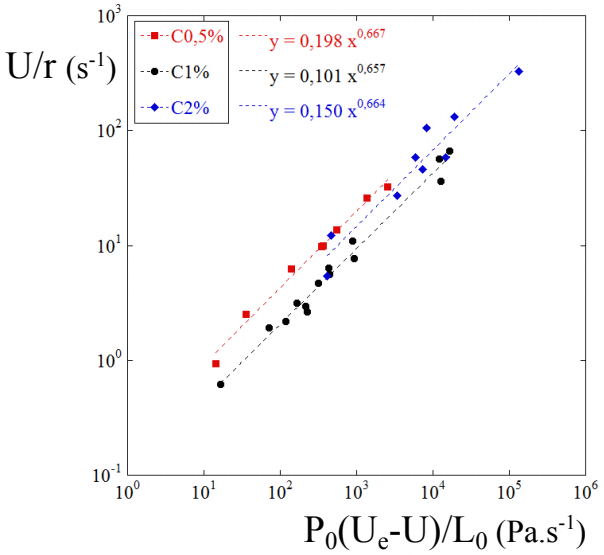


FIGURE II.7.12 – Réponse du liquide U/r en fonction de la sollicitation $P_0(U_e - U)/L_0$. Les courbes en pointillées sont en loi de puissance $y = bx^c$.

Le paramètre de contrôle du système d'aspiration capillaire est la dépression imposée $dP(t) = P_0(U_e - U)t/L_0$. A cette dépression, le liquide répond en avançant à vitesse constante U dans le capillaire de rayon r. Pour ce système, nous choisissons de représenter la fréquence caractéristique de réponse du liquide U/r en fonction de la fréquence de sollicitation $P_0(U_e - U)/L_0$. Nous représentons ces résultats dans la Figure II.7.12 pour les trois concentrations de carbopol ($C0,5\%$,$C1\%$ et $C2\%$). Nous observons une variation en loi de puissance $y = b \times x^c$ pour chaque concentration de carbopol (courbes en pointillé).

D'après l'expression de U calculée précédemment (II.7.23), et en prenant l'expression du gradient de pression $\partial P/\partial z = P_0(U_e - U)/UL_0$, nous calculons l'expression de U/r en fonction de $P_0(U_e - U)/L_0$, soit :

$$\frac{U}{r} = \left(\frac{n}{3n+1}\right)^{\frac{n}{n+1}} \left(\frac{P_0}{2k}\frac{U_e - U}{L_0}\right)^{\frac{1}{n+1}} \tag{II.7.25}$$

Avec la loi de puissance $y = b \times x^c$, nous calculons le coefficient $n = (1-c)/c$. Puis à partir du coefficient b, nous calculons la consistance $k = (n/3n+1)^n/2b^{n+1}$. Nous la calculons de deux manières : la première en prenant $n = 1/2$ (nous notons $k_{1/2}$) et la deuxième, en prenant la valeur de n calculée à partir de la puissance c. Nous répertorions les mesures des paramètres viscoélastiques dans le tableau suivant II.7.3.

Concentration	n	k $(Pa.s^n)$	$k_{1/2}$ $(Pa.s^{1/2})$	k $(Pa.s^n)$ (cône-plan)
0,5 %	0,49	2,52	2,52	2,19
1 %	0,52	7,21	7,40	6,54
2 %	0,51	3,86	3,89	3,17

TABLE II.7.3 – Paramètres n et k du carbopol mesurés par aspiration capillaire. $k_{1/2}$ correspond à la consistance calculée avec $n = 1/2$.

Nous retrouvons bien le paramètre $n \approx 0.5$ et les consistances k calculées sont du même ordre de grandeur que celles mesurées avec le rhéomètre cône-plan. La différence maximale faite par rapport aux mesures du rhéomètre cône-plan est de 21%. Cela reste raisonnable. Nous notons une différence relative maximale de 2% entre les consistances calculées avec le n réel et avec $n = 1/2$. Cela montre que l'erreur faite sur la mesure de n n'entraine pas une grande différence sur la mesure de k.

7.3.3 Contrainte et cisaillement

Nous présentons dans ce paragraphe, la représentation classique de la contrainte en fonction du cisaillement. Les expressions exactes de la contrainte et du cisaillement en prenant en compte le palier sont assez complexes. En revanche, l'approximation faite sur la taille du palier $r^* << r$ revient à dire que la contrainte seuil est négligeable $\sigma_c << k\dot{\gamma_0}^n$. Afin de comparer les mesures faites par aspiration capillaire et les mesures faites avec le rhéomètre cône-plan, nous réajustons l'expression de la contrainte en considérant l'expression totale :

$$\sigma = \sigma_c + \sigma_0 = \sigma_c + P_0\frac{(U_e - U)r}{2UL_0} \tag{II.7.26}$$

avec σ_c la contrainte seuil mesurée dans les expériences préliminaires (paragraphe 5.2.2). Et le cisaillement reste le même, soit :

$$\dot{\gamma}_d = \frac{3n+1}{n}\frac{U}{r} \tag{II.7.27}$$

Nous simplifions l'expression de $\dot{\gamma}_d$ en prenant $n = 1/2$, soit $\dot{\gamma}_d \sim 5U/r$.

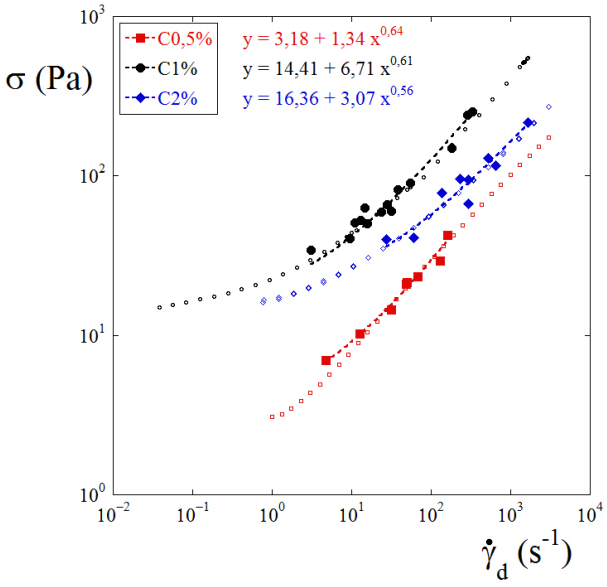


FIGURE II.7.13 – Contrainte en fonction du cisaillement. Mesures par aspiration en symboles pleins, mesures par rhéomètre cône-plan en symboles vides.

Dans le graphe II.7.13, nous avons tracé la contrainte $\sigma = \sigma_c + P_0(U_e - U)r/2UL_0$ en fonction du cisaillement $\dot{\gamma}_d = 5U/r$. Les symboles pleins représentent les points expérimentaux mesurés avec la méthode d'aspiration et les symboles vides représentent les points mesurés avec le rhéomètre cône-plan. Les points mesurés par la méthode d'aspiration recouvrent bien les tendance mesurées par le rhéomètre cône-plan. Nous observons bien des lois en puissance et nous avons ajusté ces courbes par la loi en puissance $\sigma = \sigma_c + kx^n$ avec le σ_c fixé, mesuré par la méthode d'aspiration. Dans le tableau II.7.4, nous répertorions les paramètres k et n mesuré par notre rhéomètre.

Concentration	k $(Pa.s^n)$	n	k $(Pa.s^n)$ (cône-plan)
0,5 %	1,34	0,64	2,19
1 %	6,71	0,61	6,54
2 %	3,07	0,56	3,17

TABLE II.7.4 – Paramètres viscoélastiques mesurés avec le rhéomètre capillaire par aspiration pour les différentes concentrations de carbopol.

Les consistances k mesurées sont bien du même ordre de grandeur que celles mesurées au rhéomètre cône-plan. La différence relative maximale entre les deux

séries de mesures de la consistance est de 38%. Les puissances mesurées n sont un peu plus élevées mais restent correctes pour modéliser la fluide par $n = 1/2$. Nous préférons la première représentation (U/r en fonction de $P_0(U_e - U)/L_0$) qui est plus intuitive (réponse du liquide en fonction de la sollicitation) et donne des résultats plus précis.

Conclusion

Nous avons caractérisé le carbopol avec le rhéomètre par aspiration capillaire à pression variable. Le carbopol est un fluide complexe à seuil modélisé par la loi d'Herschel Bulkley : $\sigma = \sigma_c + k\dot{\gamma_d}^n$ (avec σ_c la contrainte seuil, k la consistance et n un paramètre sans dimensions).
Nous avons d'abord caractérisé les paramètres viscoélastiques (σ_c, k et n) avec un rhéomètre cône-plan dont nous connaissons le fonctionnement. Puis nous avons mesuré ces mêmes paramètres avec le rhéomètre par aspiration capillaire. Nous avons présenté deux manières de calculer les paramètres viscoélastiques avec la méthode d'aspiration. La première consiste à observer les variations de la réponse du fluide U/r en fonction de la sollicitation en pression $P_0(U_e - U)/L_0$. La seconde est la représentation classique d'une étude rhéologique : nous observons les variations de la contrainte $\sigma = P_0(U_e - U)r/(2UL_0)$ en fonction du cisaillement $\dot{\gamma}_d = 5U/r$. Nous avons vu que la première représentation ($U/r = fct(P_0(U_e - U)/L_0)$) est plus intuitive et donne des résultats plus précis. Nous répertorions dans le tableau suivant les paramètres viscoélastiques du carbopol mesurés avec le rhéomètre cône-plan et avec le rhéomètre par aspiration capillaire :

		Rhéomètre cône-plan	Rhéomètre capillaire
C 0,5%	σ_c (Pa)	3,09	3,18
	k $(Pa.s^n)$	2,19	2,52
	n	0,54	0,49
C 1%	σ_c (Pa)	15	14,41
	k $(Pa.s^n)$	6,54	7,21
	n	0,59	0,52
C 2%	σ_c (Pa)	16,02	16,36
	k $(Pa.s^n)$	3,17	3,86
	n	0,54	0,51

La différence relative maximale entre les deux séries de mesures et de 21%. Un résultat tout à fait raisonnable.

L'intérêt du rhéomètre capillaire est qu'il applique une sollicitation ponctuelle. Cela permet d'aller vers de très petits volumes, comme les agrégats cellulaires [18] (volume de l'ordre de 10^{-3} mm^3). De plus, le rhéomètre capillaire impose un écoulement unidirectionnel. Dans le but de connaître le comportement des fluides complexes dans les capillaires (par exemple, la bile dans les canaux du foie [17] ou le sang dans les veines [104]), il est intéressant d'avoir des mesures à partir du même type d'écoulement. Ceci est très important pour les fluides complexes car ils présentent souvent des paramètres variant selon le type d'écoulement imposé.

Chapitre 8

Les agrégats cellulaires

8.1 Analogie entre tissus biologiques et fluides 144
8.1.1 La cellule : un élément viscoélastique 144
8.1.2 Réarrangement des cellules et forme de l'agrégat : énergie d'adhésion, tension de surface 146
8.1.3 Ecrasement : tension de surface et élasticité 147
8.1.4 Etalement : viscosité 149
8.2 Les agrégats et les micropipettes 150
8.2.1 La préparation des agrégats 150
8.2.2 La préparation des micropipettes 152
8.3 Aspiration à pression constante 153
8.3.1 Montage et protocole 153
8.3.2 Comportement de l'agrégat 154
8.3.3 Tension seuil 155
8.3.4 Représentation contrainte-cisaillement 156
8.4 Aspiration à pression variable 158
8.4.1 Le montage et protocole 158
8.4.2 Essais avec HS 1000 Pa.s 159
8.4.3 Comportement de l'agrégat 160
8.4.4 Modèle 160
8.5 Modèle viscoélastique 162
8.5.1 Modèle mécanique 162
8.5.2 Réponse de l'agrégat à une dépression constante 163
8.5.3 Réponse de l'agrégat à une dépression variable 164
8.5.4 Conclusion 165

Expériences réalisées avec l'équipe de Françoise Brochard à l'institut Curie. En particulier avec Karine Guevorkian pour l'aspiration à pression constante et avec Damien Cuvelier pour l'aspiration à pression variable. Merci à toute l'équipe pour son accueil.

Nous utilisons ici tout le travail présenté dans cette thèse sur les fluides Newtoniens et les fluides complexes pour comprendre le comportement des agrégats cellulaires aspirés dans une micropipette. Avant tout, nous présentons quelques comportements de la cellule et de l'agrégat cellulaire déjà étudiés.

Nous présentons ensuite le protocole de formation des agrégats sphériques ($R \approx 200\ \mu m$) à partir de cellules seules. Et nous montrons comment faire des micropipettes de rayon $r \approx 20\ \mu m$. Puis nous expliquons le protocole expérimental pour aspirer des agrégats à pression constante. De ces expériences, nous observons le caractère viscoélastique de l'agrégat et déterminons la viscosité η, la tension de surface γ et le temps caractéristique $\tau \sim \eta/G$, avec G le module élastique.

Nous utilisons ensuite le système à pression variable présenté en chapitre 5. Ayant modifié les ordres de grandeur du système, nous le testons premièrement sur une huile silicone très visqueuse ($\eta = 10^3\ Pa.s$), puis nous appliquons ce système aux agrégats. L'expérience permet de définir plus précisément le module élastique G de l'agrégat.

De la complémentarité de ces deux expériences, nous en déduisons les paramètres viscoélastiques de l'agrégat ainsi que la tension de surface. Et nous finissons en proposant un modèle mécanique représentant l'agrégat cellulaire.

8.1 Analogie entre tissus biologiques et fluides

Depuis le travail pionnier de Phillips et Steinberg en 1978 [105, 106], l'analogie entre les tissus biologiques et les liquides a permis d'augmenter considérablement nos connaissances sur la morphogénèse et le mouvement des tissus. L'élément unité, considéré comme étant l'analogue de la molécule de liquide, est la cellule. Nous présentons ici différents travaux effectués sur la cellule simple et l'agrégat cellulaire. Ces objets sont des modèles de laboratoire permettant de comprendre la dynamique des tissus biologiques.

8.1.1 La cellule : un élément viscoélastique

Le comportement viscoélastique à l'échelle de la cellule a été démontré par Evans en 1989 [6] (Figure II.8.1a-b). Il démontre ce comportement en aspirant une cellule seule (granulocyte) de rayon $R \approx 10\ \mu m$ à travers une micropipette de rayon $r \approx 3,5\ \mu m$ (Figure II.8.1a-b).

Il met d'abord en évidence l'existence d'une pression critique d'aspiration ΔP_c en dessous de laquelle, la cellule ne s'écoule pas, elle se déforme et reste à une position d'équilibre. En comparant cette pression critique ΔP_c à la pression de Laplace $\Delta P_{Lap} = 2\gamma(1/r - 1/R)$ (voir chapitre 2), il met en évidence l'existence d'une tension

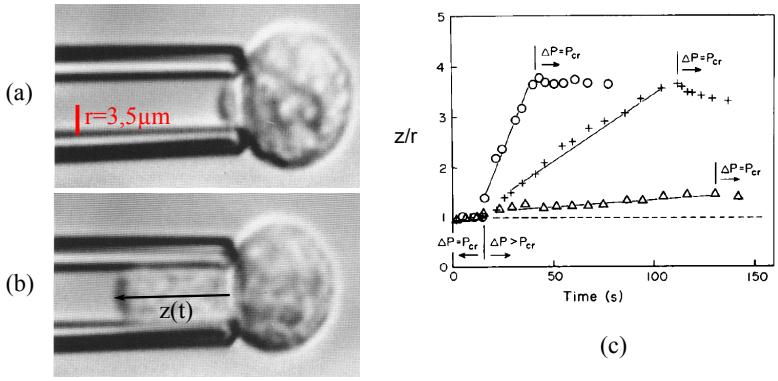


FIGURE II.8.1 – (a)-(b) Photos de l'aspiration d'une cellule (granulocyte), $dt = 1$ min, (c) Avancée de la cellule normalisée z/r en fonction du temps pour 3 pressions différentes (de $1,5$ à $4,3$ $\times \Delta P_c$). Images issues de l'article [6].

de surface à l'échelle de la cellule. Il estime cette énergie de surface à $\gamma \approx 0,035$ mN/m, soit 10^{-3} fois la tension de surface d'un liquide tel que l'eau ou l'huile silicone. La tension de surface de la cellule provient de la tension de membrane et de la tension corticale du cytosquelette.

Au delà de cette pression critique $dP > \Delta P_c$, la cellule s'écoule dans la pipette tel un fluide Newtonien de viscosité η. Le graphe II.8.1c représente l'avancée de la cellule normalisée par le rayon de la pipette z/r en fonction du temps pour 3 pressions d'aspiration différentes (de $1,5$ à $4,3$ fois la pression seuil ΔP_c). Cette expérience permet de déterminer la viscosité apparente de ces cellules (granulocytes), soit : $\eta \sim 2 \times 10^2$ $Pa.s$ (voir chapitre 4).

Après avoir aspiré la cellule sur une longueur $\sim 3r$, la pression est remise à $dP = \Delta P_c$ et la cellule relaxe légèrement jusqu'à une position d'équilibre tel un solide élastique (voir graphe II.8.1c).

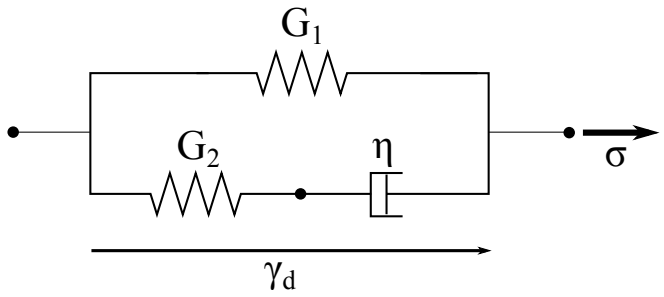


FIGURE II.8.2 – Modèle mécanique proposé pour représenter la cellule.

Un modèle viscoélastique proposé pour représenter la cellule est l'association en parallèle d'un ressort de raideur élastique G_1 et d'un fluide de Maxwell de raideur

G_2 et viscosité η, voir Figure II.8.2. La raideur principale G_1 correspond à la limite statique finale de la cellule : à temps infiniment longs, la déformation de la cellule est fixée, elle ne s'écoule plus. Le ressort G_2 représente la réponse élastique initiale de la cellule et l'amortisseur η représente la réponse visqueuse de la cellule. Le temps caractéristique viscoélastique de ce modèle est $\tau \sim \eta(G_1+G_2)/G_1G_2$. Typiquement, ces paramètres sont de l'ordre de : $G_1 \approx 5,6\ Pa$, $G_2 \approx 60\ Pa$, $\eta \approx 9,6\ Pa.s$ et $\tau \approx 1,8\ s$ [107] ; ou $G_1 \approx 27,5\ Pa$, $G_2 \approx 73,7\ Pa$, $\eta \approx 13\ Pa.s$ et $\tau \approx 0,65\ s$ [108] ; ou $G_1 \approx 0,75\ Pa$, $G_2 \approx 23,8\ Pa$, $\eta \approx 33\ Pa.s$ et $\tau \approx 45\ s$ [109]. Comme le fait remarquer Evans dans son article [6], ce modèle mécanique n'est approprié que pour les temps très courts $t << \tau$ ou pour les déformations courtes inférieures à r, le rayon de la pipette.

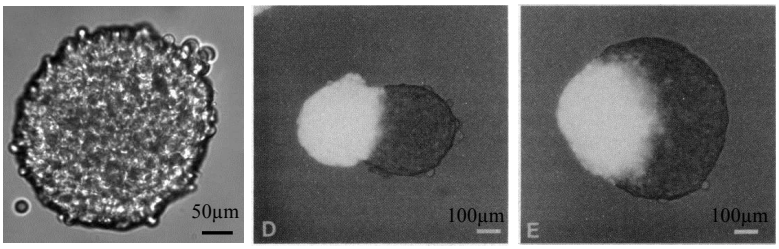
Un autre modèle, plus approprié selon Evans, est de considérer la cellule comme un liquide de Maxwell (Figure II.6.4) présentant une tension corticale minimum à partir de laquelle le liquide s'écoule. D'après les expériences d'Evans, nous mesurons la viscosité : $\eta \approx 2 \times 10^2\ Pa.s$, et la tension corticale : $\gamma \approx 0,035\ mN/m$. L'élasticité G_2 est déduite du temps de relaxation de la cellule $\tau = \eta/G_2$ lorsque la sollicitation est remise à $dP = \Delta P_c$. Du graphe II.8.1c, nous mesurons un temps $\tau \approx 20\ s$, soit un coefficient élastique $G_2 \approx 10\ Pa$.

Nous venons de voir que la cellule est en elle-même un élément viscoélastique. Dans la suite de ce chapitre, nous nous intéressons aux propriétés de l'agrégat cellulaire qui est formé d'un ensemble de cellules.

8.1.2 Réarrangement des cellules et forme de l'agrégat : énergie d'adhésion, tension de surface

Les agrégats cellulaires présentent des comportements similaires aux gouttes de fluide. Par exemple, la simple dynamique de formation des agrégats démontre l'existence d'une énergie de surface analogue à la tension de surface γ [105]. Pour former des agrégats cellulaires, il faut mélanger des cellules indépendantes en respectant un ensemble de conditions (température, concentration cellulaire et vitesse de rotation) que nous définirons par la suite pour un exemple concret de cellules. Les agrégats ainsi élaborés présentent une forme sphérique comme une goutte de liquide, voir Figure II.8.3a. De la même manière que les molécules de liquide s'attirent par la force de Van-der-Waals, les cellules vivantes s'attachent les unes avec les autres de part leur énergie d'adhésion [110].

Un autre comportement similaire entre les agrégats et une goutte de liquide est la fusion [112, 113]. La photo II.8.3b représente deux agrégats de lignées cellulaires différentes après 2 jours de contact. Pour différencier les deux types de cellules, une lignée a été marquée au fluor (agrégat en blanc sur l'image). Et la photo II.8.3c représente ces deux mêmes agrégats après 3 jours de contact. Nous observons que les agrégats ont fusionné tels deux gouttes du même liquide.



(a) (b) (c)

FIGURE II.8.3 – Agrégats cellulaires : (a) Forme sphérique d'un agrégat seul (cellules Lcam). Fusion entre deux agrégats (en clair : cellules PLP2 marquées au fluor et en foncé : cellules PLs5) : (b) après 2 jours, (c) après 3 jours (Photos issues de l'article [111]).

La mise en évidence de l'existence d'une tension de surface au niveau des agrégats cellulaires, a été développée principalement par Foty et Steinberg [110]. Ils mesurent l'énergie de surface pour différentes lignées de cellules par la méthode d'écrasement que nous présentons à la suite de ce paragraphe et classent différentes lignées de cellules selon l'intensité de leur énergie d'adhésion, voir Figure II.8.4. Ils mélangent ensuite deux sortes de cellules jusqu'à formation d'agrégats bi-cellulaires. Ils observent alors que les agrégats multicellulaires présentent un arrangement des cellules selon leur énergie d'adhésion : les cellules de même énergie forment des couches de cellules qui s'agencent de la plus adhésive au centre à la moins adhésive en surface (voir Figure II.8.4). A chaque mélange, la couche de cellules d'énergie d'adhésion la plus faible se place à l'extérieur et minimise ainsi l'énergie de surface de l'agrégat. En plus de la tension de surface de la cellule due à la tension membranaire, l'agrégat présente une tension de surface due à l'adhésion des cellules entre elles.

8.1.3 Ecrasement : tension de surface et élasticité

Une méthode développée pour mesurer la tension de surface des agrégats cellulaires consiste à écraser l'agrégat entre deux plaques et mesurer la force résultante et la forme de l'agrégat. Cette méthode a été développée en 1994 par Foty et al. [110] et est encore très utilisée [114].

L'agrégat est compressé entre les deux plaques (Figure II.8.5a). Le degré de compression dépend de la hauteur H entre les deux plaques (Figure II.8.5b). La force F appliquée par l'agrégat sur la plaque supérieure est constamment évaluée à partir de la variation du poids apparent de la plaque supérieure. Lorsque la force ne varie plus (pendant quelques minutes), l'agrégat a atteint sa position d'équilibre. Par analogie entre un agrégat et une goutte de liquide, l'équilibre entre la surpression de l'agrégat et la pression exercée sur la plaque donne une expression de la tension de surface équivalente :

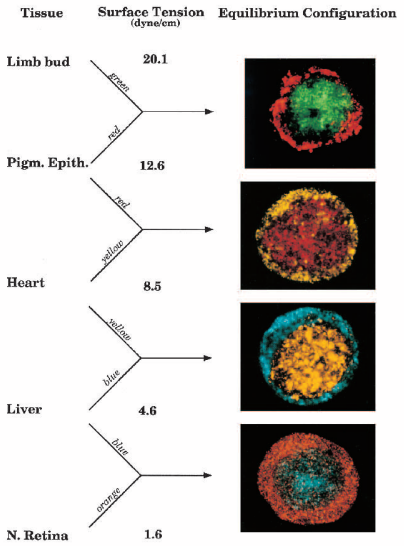
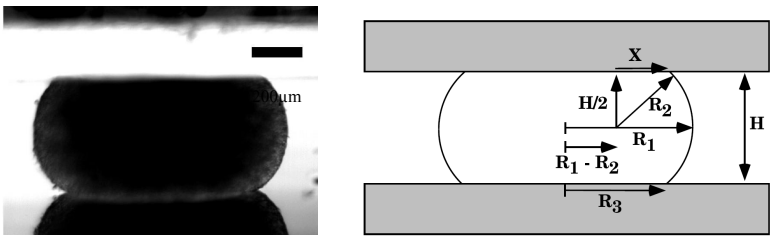


FIGURE II.8.4 – Classement des tissus en fonction de leur tension de surface et arrangement des cellules dans l'agrégat. Photos issues de l'article [110].



(a) (b)

FIGURE II.8.5 – (a) Agrégat (F9) compressé entre deux plaques, photo issue de l'article [114], (b) Schéma de la géométrie de l'agrégat écrasé, issu de l'article [110].

$$\gamma = \frac{F}{\pi R_3^2}\left(\frac{1}{R_1}+\frac{1}{R_2}\right)^{-1} \tag{II.8.1}$$

avec R_1 et R_2 les rayons de courbure principaux de la surface de la goutte, et πR_3^2 la surface de contact entre la goutte et la plaque supérieure. L'élément délicat de cette expérience est la mesure de la distance R_3. Il est difficile de déterminer avec précision l'étendue de la zone de contact. L'astuce est de recourir à des éléments géométriques. Ce rayon est équivalent à : $R_3 = (R_1 - R_2) + X$. Et dans le triangle rectangle : $X^2 + H^2/4 = R_2^2$, d'où l'expression de R_3 :

$$R_3 = (R_1 - R_2) + \sqrt{R_2^2 - \frac{H^2}{4}} \tag{II.8.2}$$

De la mesure de R_1, R_2 et H, il est possible d'évaluer la tension de surface de

l'agrégat. Pour une compression constante, la force de réaction de l'agrégat F diminue exponentiellement, reflet du caractère élastique de l'agrégat. Le module élastique G peut être déduit de la variation de la force F aux temps court.

Après compression (la plaque est retirée), l'agrégat relaxe en deux temps. Une première phase de relaxation rapide est similaire à une relaxation élastique (module G) (Figure II.8.6c-d) puis une phase plus lente pendant laquelle l'agrégat reprend sa forme sphérique est assimilée à une phase de relaxation visqueuse (viscosité η) (Figure II.8.6d-f). Pour des compressions courtes ($t \leq \tau = \eta/G$), l'agrégat reprend quasi-instantanément sa forme sphérique tel un solide élastique (Figure II.8.6a-b). Cette expérience d'écrasement met en évidence le caractère viscoélastique (η, G) de l'agrégat.

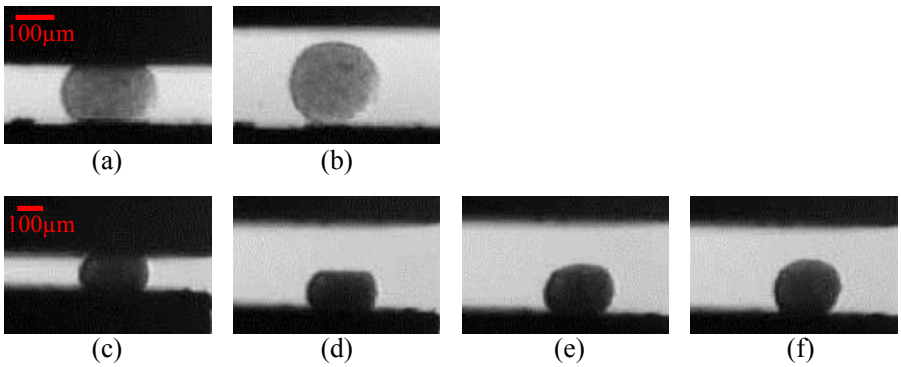


FIGURE II.8.6 – Relaxation de l'agrégat : (a)-(b) Après une brève compression (quelques secondes) : relaxation élastique quasi-instantanée, (c)-(f) Après $3,5\ h$ de compression : relaxation visqueuse ($dt(e) = 1\ h$, $dt(f) = 3\ h$). Photos issues de l'article [110].

8.1.4 Etalement : viscosité

Une autre manière de rendre compte des propriétés viscoélastiques de l'agrégat, est d'observer la dynamique d'étalement sur un substrat [40]. L'étalement des tissus est un processus fondamental pour comprendre le développement embryonnaire [115, 116, 117], la cicatrisation [118] et la propagation des cancers [5]. Les expériences de S.Douezan [119] confirment que l'étalement des agrégats cellulaires est une compétition entre l'adhésion cellule-cellule et l'adhésion cellule-substrat [120]. Ces expériences ont été menées avec des agrégats de cellules de sarcome murin (S-180), la même souche avec laquelle nous avons travaillé. Nous décrirons plus précisément le type d'agrégat utilisé dans la section suivante.

Il a été observé deux transitions de mouillage suivant l'état de la surface sur laquelle est déposée l'agrégat. Lorsque l'énergie d'adhésion cellule-substrat (W_{CS})

est inférieure à l'énergie d'adhésion cellule-cellule (W_{CC}), l'agrégat est en mouillage partiel, il forme un angle de contact non nul avec la surface (Figure II.8.7) [121]. Lorsque l'énergie d'adhésion cellule-substrat est supérieure à l'énergie d'adhésion cellule-cellule, l'agrégat est en mouillage total, il s'étale complètement entouré d'un film précurseur de cellules (Figure II.8.7) [122].

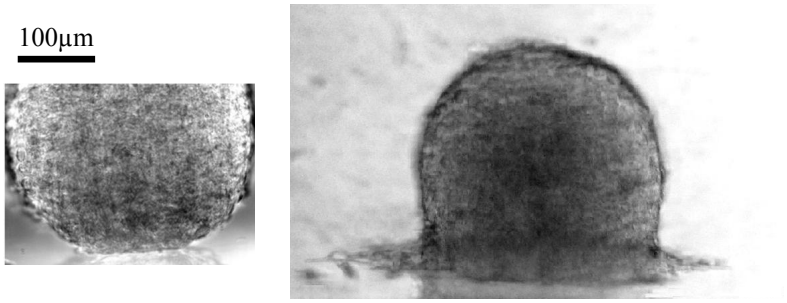


FIGURE II.8.7 – Agrégat (LCam) en (a) Mouillage partiel, (b) Mouillage total. Photos issues de l'article [119].

La dynamique d'étalement lorsque $W_{CS} > W_{CC}$, se distingue en deux parties. Aux temps courts, l'étalement de l'agrégat est conduit par la force capillaire [123]. L'analogie entre les agrégats cellulaires et les fluides visqueux permet grâce à la première étape d'étalement d'évaluer la viscosité de l'agrégat η. La loi d'étalement reliant le rayon de la zone de contact r à l'énergie d'adhésion W_{CS} s'écrit : $r^2 \sim R^{4/3}(W_{CS}t/\eta)^{2/3}$ [124]. Aux temps plus longs, le film précurseur de cellules s'étale à son tour et deux dynamiques se distinguent suivant l'énergie d'adhésion. Pour les agrégats très cohésifs , les cellules s'échappent individuellement sur le substrat et cet état est comparable à l'état d'un gaz à 2 dimensions [125]. Pour les agrégats moins cohésifs (W_{CC} diminue), le film précurseur se propage comme un film de liquide selon la loi dispersive $r \sim \sqrt{t}$ [126, 122].

Ces différentes expériences montrent le caractère viscoélastique à l'échelle de la cellule et des agrégats cellulaires. Après une brève description de la formation des agrégats et des micropipettes, nous appliquons le rhéomètre d'aspiration capillaire élaboré au cours de cette thèse à la caractérisation des agrégats cellulaires.

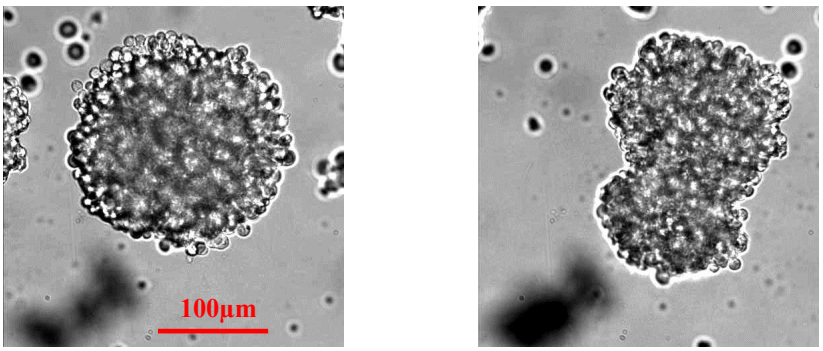
8.2 Les agrégats et les micropipettes

8.2.1 La préparation des agrégats

Nous travaillons avec les mêmes agrégats que ceux utilisés pour observer la dynamique d'étalement. Les cellules utilisées sont des cellules de sarcome murin (S180)

caractéristiques de la tumeur intestinale. Ces cellules sont transfectées afin d'exprimer différents niveaux de E-cadhérine [127]. Les cadhérines sont des protéines qui s'expriment à la surface cellulaire et assurent la liaison intercellulaire au sein des tissus. Nous avons travaillé principalement avec les cellules les plus adhésives : les $LCam$. Nous disposons également de cellules $E48$ qui expriment 48% de leur cadhérine, en prenant les $LCam$ comme référence d'expression de cadherine à 100%.

Les cellules sont cultivées dans un milieu de culture appelé *Dulbecco's Modified Eagle Medium (DMEM)* enrichi avec 10% de sérum de veau, à la concentration de $\approx 4.10^5$ $cell/ml$. Les cellules sont gardées dans une atmosphère contrôlée contenant 5% de CO_2. Le protocolee utilisé pour former les agrégats est celui décrit par Ryan et al. [120]. Les cellules sont d'abord décollées de la boite en utilisant de la Trypsine/EDTA. Le mélange trypsine et cellules est placé dans une centrifugeuse afin d'éliminer au maximum la trypsine. Les cellules sont ensuite mélangées avec 1 ml de milieu. A partir de cette solution concentrée en cellules, il y a deux choses à faire : repiquer les cellules pour continuer la lignée et former les agrégats.



(a) (b)

FIGURE II.8.8 – Photos d'agrégats (Lcam) : (a) Forme sphérique correcte, (b) Forme non sphérique.

Le repiquage des cellules consiste à garder $0,33$ ml de la solution de cellules et la mettre dans une solution de 4 ml de milieu complet frais. Cette solution est ensuite gardée dans l'atmosphère contrôlée à $37°C$. Les cellules vont se développer et le lendemain, nous retrouvons une solution à la concentration initiale de $\approx 4.10^5$ $cell/ml$.

Pour former les agrégats, nous mélangeons dans une fiole (erlenmeyer de 25 ml), les $0,67$ ml restant de la solution concentrée de cellules avec 4 ml de milieu complet équilibré à 5% de CO_2. Les parois de la fiole ont été préalablement traitées avec 2% de dimethylchlorosilane dans du chloroforme pour éviter l'adhésion des cellules sur les parois. La fiole est placée dans un agitateur orbital à 75 $tours/min$, à température

constante $37°C$, pendant 18-24 h. Les agrégats obtenus sont sphériques avec un rayon de l'ordre de 125 à 200 μm (Figure II.8.8a). Parfois le protocole ne fonctionne pas et les agrégats obtenus ne sont pas satisfaisants (Figure II.8.8b). Nous évitons de travailler avec ces objets.

8.2.2 La préparation des micropipettes

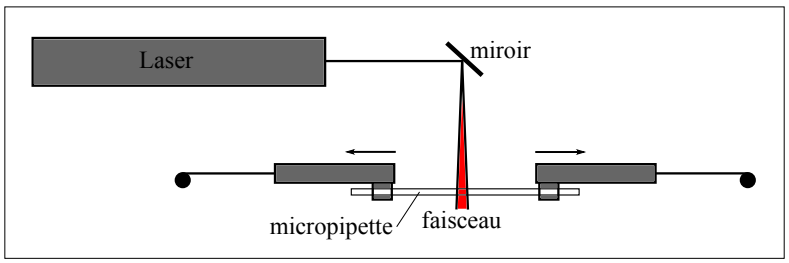


FIGURE II.8.9 – Vue de dessus du puller.

Nous aspirons les agrégats dans des micropipettes ayant un diamètre de l'ordre de 3 à 5 fois le diamètre d'une cellule seule ($\approx 10\ \mu m$), soit $d = 2r \approx 40\ \mu m$. Nous élaborons ces pipettes à partir de capillaires en borosilicate (diamètre intérieur $0,5$ mm, extérieur 1 mm) que nous étirons avec un appareil (P-2000, Sutter Instrument Company, Figure II.8.9) qui chauffe la pipette avec un laser et tire à vitesse contrôlée. Pour la géométrie de pipettes que nous désirons c'est à dire de diamètre $\approx 40\ \mu m$ et constant sur la zone d'aspiration ($\sim 10r \approx 200\ \mu m$), nous avons utilisé le tireur de pipettes avec les paramètres suivants :

- HEAT = 480, puissance du laser en sortie (0-999)
- FILAMENT = 5, motif du rayon laser et répartition de la chaleur (0-15 programmes prédéfinis)
- VELOCITY = 45, vitesse d'étirement (0-255)
- DELAY = 115, temps d'attente avant de tirer à partir de l'arrêt du laser (0-255)
- PULL = 55, force de l'étirement (0-255)

Les pipettes sont ensuite découpées proprement avec une bille de quartz (Figure II.8.10). La bille est chauffée à sa température de fusion, nous approchons la pipette et par capillarité le quartz liquide monte dans la pipette. Nous arrêtons de chauffer et le quartz se solidifie. L'interface de quartz est plane. Nous tirons sur la pipette et celle-ci se casse au niveau de l'interface de quartz solide. Lorsque la pipette tirée est déjà assez bien découpée, il suffit d'approcher la pipette de la bille de quartz chauffée, sans la toucher. Sous l'effet de la chaleur, les bords de la pipette s'arrondissent et s'égalisent.

Enfin, nous minimisons l'énergie d'adhésion agrégat-pipette en traitant les pipettes. Elles sont incubées dans un mélange de PolyEthyleneGlycol-PolyLysin à $0,1$

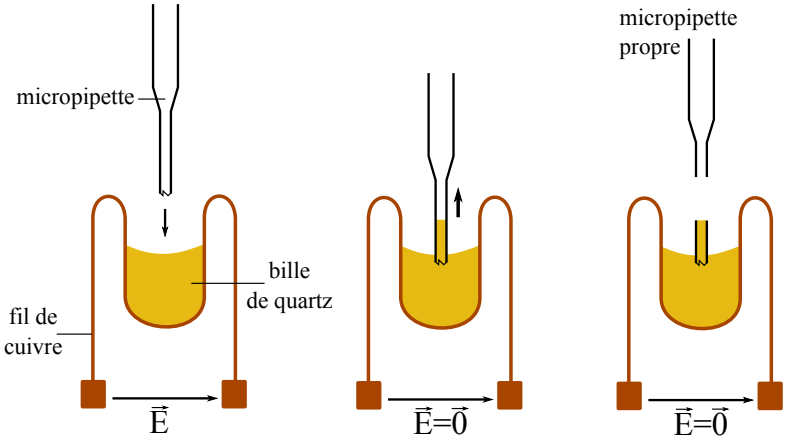


FIGURE II.8.10 – Découpe de la micropipette avec une bille de quartz.

mg/ml (PLL(20)-g[3.5]-PEG(2), Surface Solution, Dubendorf Switzerland) dans une solution HEPES ($pH = 7,3$) pendant 1 h. Cela nous permet d'avoir un paramètre en moins à contrôler et ainsi de minimiser les erreurs expérimentales.

8.3 Aspiration à pression constante

8.3.1 Montage et protocole

Dans l'idée de suivre les expériences effectuées sur les cellules simples [6], nous avons aspiré les agrégats à pression constante. Nous présentons le montage dans la Figure II.8.11. Le système d'aspiration est le même que celui présenté en chapitre 4 : la pipette est plongée dans la solution à caractériser et l'autre extrémité F est une interface libre. Pour l'aspiration de cellules, nous remplissons le système avec de l'eau et la pipette avec du milieu de culture. L'extrémité F est fixée à un pied de translations verticales (Velmex, UniSlide) permettant d'appliquer une pression hydrostatique $dP = \rho gh$ allant de 0 à 3000 Pa ($h \approx 300$ mm).

La chambre de visualisation est composée de deux plaques de microscope séparées par un joint de parafilm en forme de U. Le joint est épais de quelques millimètres et est soudé aux plaques en le chauffant légèrement. Nous introduisons la solution d'agrégats entre les deux plaques (récupérée après 24 h d'agitation), en faisant attention à ne laisser aucune bulle d'air. Par capillarité, la solution reste bloquée dans la chambre, et nous posons la chambre de visualisation sur le plateau du microscope (Zeiss Axiovert 100). La pipette est fixée à une plateforme micrométrique qui permet de la déplacer avec précision dans les 3 directions (x, y, z). Nous introduisons la pipette dans la chambre avec précaution et fermons la chambre avec de l'huile minérale afin d'éviter l'évaporation du milieu pendant l'expérience. Nous visualisons les agrégats avec un objectif à air $\times 20$ (NA 0.45).

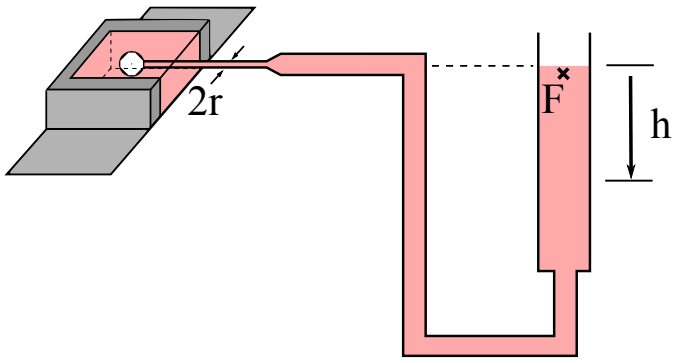


FIGURE II.8.11 – Montage d'aspiration d'agrégats cellulaires à pression constante.

Pour s'assurer que la pression est la même dans la chambre de visualisation et au niveau de l'interface F, nous prenons une cellule simple comme référence. Nous disposons la cellule dans la pipette (en déplaçant la pipette) et nous réglons la hauteur h de l'extrémité F de manière à ce que la cellule dans la pipette soit immobile (signe qu'il n'y a pas d'écoulement dans la pipette). Le système est à l'équilibre hydrostatique et nous prenons l'origine $h = 0$ à partir de cette position.

Avec le microscope nous balayons la chambre de visualisation et choisissons un agrégat de forme sphérique et de rayon $R > 3r$. Nous plaçons la pipette au contact de l'agrégat en bouchant toute la surface de la pipette avec l'agrégat. Nous abaissons l'extrémité F d'une hauteur h et l'aspiration commence. Nous enregistrons les déplacements de l'agrégat avec une caméra CCD (Luca-R, Andor, Belfast UK) avec un intervalle de temps compris entre 5 et 30 s. Les expériences sont menées à température ambiante $\approx 23°C$.

8.3.2 Comportement de l'agrégat

Dans la Figure II.8.12, nous avons représenté l'avancée de l'agrégat $z(t)$ dans la micropipette aspiré avec une dépression $dP \approx 3000\ Pa$. La ligne en pointillé rouge est un guide pour les yeux mettant en valeur l'évolution initiale non linéaire de l'agrégat dans la pipette. Nous observons deux phases distinctes dans l'évolution de l'agrégat. Initialement l'agrégat progresse très rapidement dans la micropipette jusqu'à $z \approx 37,5\ \mu m$ puis ralentit. Nous remarquons que cette distance correspond au rayon du capillaire $r \approx 32,54\ \mu m$. La vitesse initiale est de l'ordre de $2,35\ \mu m/s$. A partir du temps $\tau \approx 3000\ s$, l'agrégat avance linéairement dans la pipette à la vitesse constante $U \approx 0,012\ \mu m/s$. Ce comportement montre le caractère viscoélastique de l'agrégat. Il réagit comme un solide élastique aux temps courts puis s'écoule comme un liquide visqueux aux temps longs ($t \geq \tau \approx 3000\ s$).

La Figure II.8.13 présente l'avancée de l'agrégat $z(t)$ pour le test suivant : après

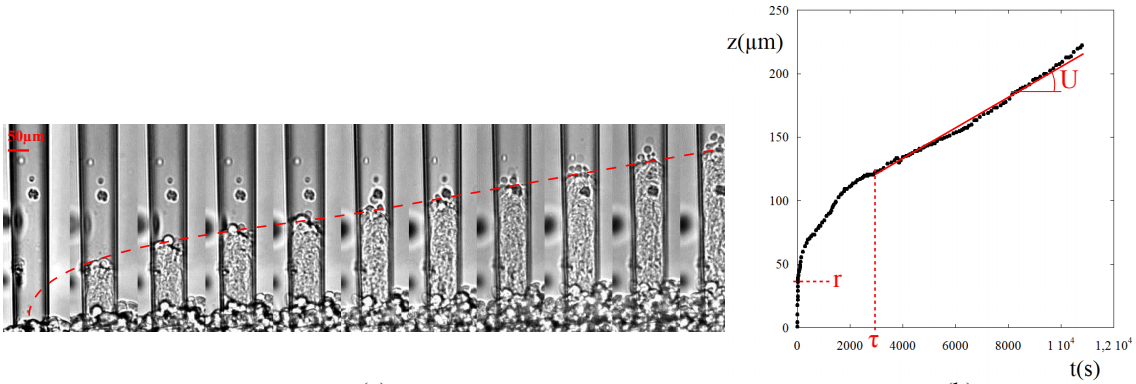


FIGURE II.8.12 – Aspiration à $dP \approx 3000\ Pa$: (a) Série de photos prises à intervalle de temps constant $dt = 500\ s$, (b) Avancement $z(t)$ associé.

5700 s (quasiment $1h30$) d'aspiration à $dP \approx 2000\ Pa$, nous descendons la pression à $dP = 0\ Pa$. L'agrégat se rétracte rapidement de 50 μm puis il relaxe lentement vers sa position initiale $z = 0$ et se détache finalement de la pipette. Ce comportement affirme le caractère viscoélastique de l'agrégat : relaxation élastique initiale rapide puis écoulement visqueux. Cette expérience montre une deuxième chose, l'agrégat n'adhère pas aux parois du capillaire. La dissipation visqueuse dominante est donc la dissipation dans l'agrégat, à l'entrée du capillaire $F_{ve} = 3\pi^2\eta r\dot{z}$ [70]. Pour s'assurer de ce fait, nous avons fait une expérience avec des cellules fluorescentes (Figure II.8.14). Nous observons les cellules bien plus allongées dans une région de taille r à l'entrée du capillaire.

8.3.3 Tension seuil

L'agrégat réagit différemment quand la dépression appliquée est inférieure à une pression seuil ΔP_c. La Figure II.8.15 présente les profils d'avancée d'agrégats similaires ($R \approx 200\ \mu m$) aspirés à travers une pipette de rayon $r \approx 28\ \mu m$. Pour les dépressions $dP \leq 300\ Pa$, l'agrégat entre dans la pipette d'une longueur $z \leq r$ et reste à cette position. Pour la dépression $dP \approx 500\ Pa$, nous retrouvons le comportement décrit précédemment : avancée rapide de l'interface jusqu'à $z \approx r$ puis progression linéaire au delà de $\tau \approx 3000\ s$.

En s'inspirant de l'étude faite dans le chapitre 2, la pression seuil ΔP_c correspond à la pression nécessaire pour déformer l'interface de l'agrégat jusqu'à la courbure du capillaire, soit $\Delta P_c = 2\gamma(1/r - 1/R)$. D'après les différentes expériences faîtes, nous estimons la pression seuil à $\Delta P_c \approx 300 - 400\ Pa$ pour une pipette de rayon $r \approx 28\ \mu m$ et un agrégat de rayon $R \approx 200\ \mu m$. La tension de surface correspondante est $\gamma \approx 4,8 - 6,6\ mN/m$ [18]. Cette valeur de tension de surface est comparable aux valeurs trouvées dans la littérature pour des tissus de même genre [129, 130, 131].

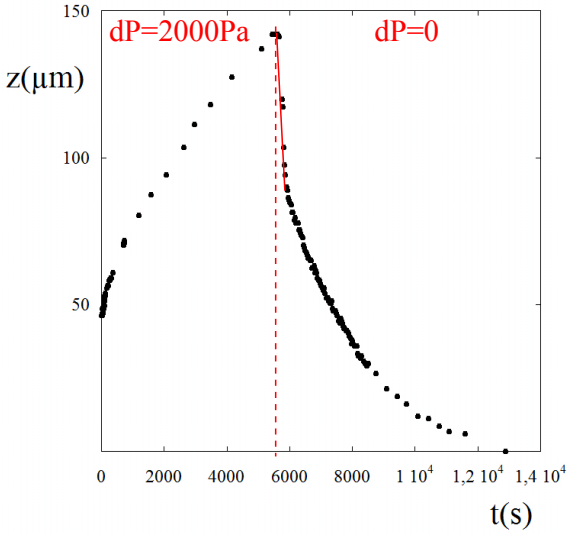


FIGURE II.8.13 – Aspiration de l'agrégat à $dP = 2000\ Pa$ pendant 5700 s puis remise à $dP = 0$.

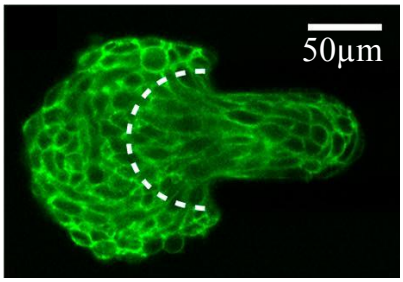


FIGURE II.8.14 – Photo d'un agrégat de cellules transfectées avec de la cadhérine fluorescente (GFP E-cadherine), aspiré à $dP \approx 500\ Pa$, au temps $t = 5520\ s$. Expérience faite par K.Guevorkian et D.Gonzalez-Rodriguez à l'Institut Curie [128].

8.3.4 Représentation contrainte-cisaillement

Nous utilisons la phase d'avancée de l'agrégat à vitesse constante $z(t) \sim Ut$ pour définir la viscosité de l'agrégat η. Comme nous l'avons fait remarquer, la dissipation visqueuse principale est la dissipation dans l'agrégat à l'entrée du capillaire $3\pi^2\eta r\dot{z}$. Le bilan de forces donne la relation suivante :

$$dP\pi r^2 = 3\pi^2\eta r\dot{z} \tag{II.8.3}$$

La contrainte exercée sur l'agrégat est $\sigma = dP$. D'après la relation précédente (II.8.3), nous nous attendons à trouver la relation $\sigma = 3\pi\eta\dot{\gamma}_d$, avec le cisaillement $\dot{\gamma}_d = \dot{z}/r$.

Dans la Figure II.8.16, nous traçons la contrainte σ en fonction du cisaillement $\dot{\gamma}_d$ pour toutes les expériences faites. Nous observons bien une tendance linéaire (pente

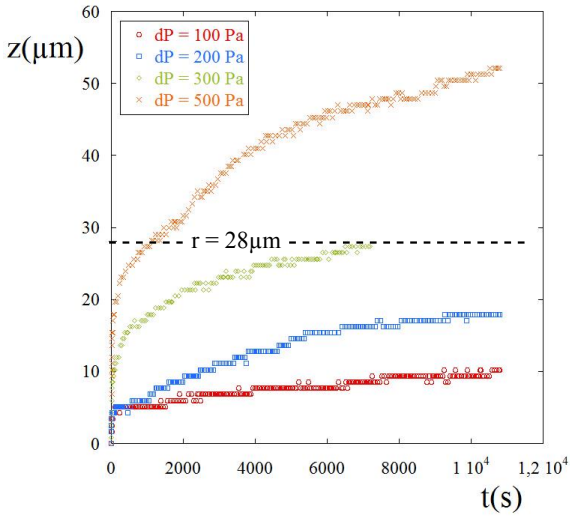


FIGURE II.8.15 – Aspiration de l'agrégat pour différentes pressions $\leq 500\ Pa$.

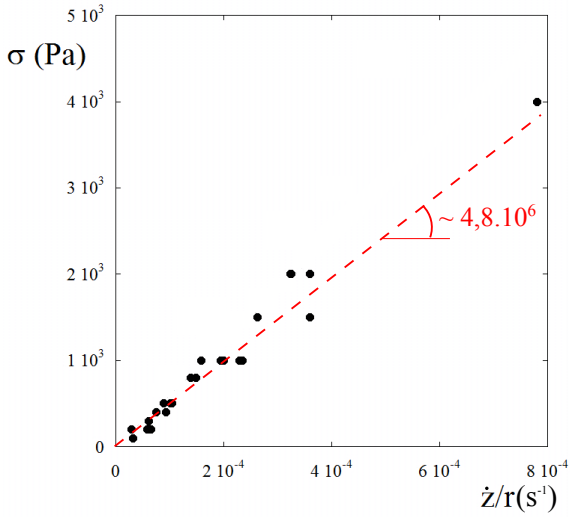


FIGURE II.8.16 – Contrainte σ en fonction du cisaillement $\dot{\gamma}_d \sim \dot{z}/r$.

$3\pi\eta \approx 4,8 \times 10^6\ Pa.s$) et nous mesurons la viscosité de l'agrégat : $\eta \approx 5,1 \times 10^5\ Pa.s$. Ce résultat est en accord avec la valeur $\eta \approx 1,9 \times 10^5\ Pa.s$ présentée dans l'article [18] pour les mêmes cellules et avec les viscosités mesurées pour des agrégats similaires de cellules de carcinome de souris $\eta \approx 2 \times 10^5\ Pa.s$ [130, 114]. La viscosité mesurée est un peu plus élevée mais reste dans le même ordre de grandeur.

La réponse élastique est parasitée par la réponse initiale de déformation de l'interface. Nous estimons tout de même le module élastique G. Le temps caractéristique de réponse de l'agrégat τ est défini comme le rapport entre les modules visqueux et élastique, soit dans nos expériences : $\tau \sim 3\pi\eta/G$. Nous mesurons un temps ca-

ractéristique de l'ordre de 3000 s, d'où une estimation du module élastique $G \approx 1600$ Pa. Ce résultat est bien en accord avec les valeurs mesurées pour les cellules de foie [131]. Nous verrons par la suite comment mesurer plus précisément ce module élastique.

8.4 Aspiration à pression variable

8.4.1 Le montage et protocole

Nous avons également testé le système d'aspiration à pression variable sur les agrégats. Nous avons adapté le montage présenté précédemment dans le chapitre 5 à l'échelle des agrégats (Figure II.8.17). La seringue et le tube sont remplis d'eau, puis vient le piston d'air de longueur L_0 et enfin la pipette est remplie de milieu de culture. Pour que le piston d'air soit initialement au repos à la pression atmosphérique P_0, nous laissons reposer le système quelques minutes avant de l'utiliser. Nous insérons la pipette dans la solution d'agrégats et nous scellons la chambre de visualisation avec de l'huile minérale. Pour s'assurer que le système est initialement en équilibre hydrostatique, nous ajustons le piston d'air pour qu'il n'y ait pas d'écoulement dans la pipette en prenant pour référence une cellule seule.

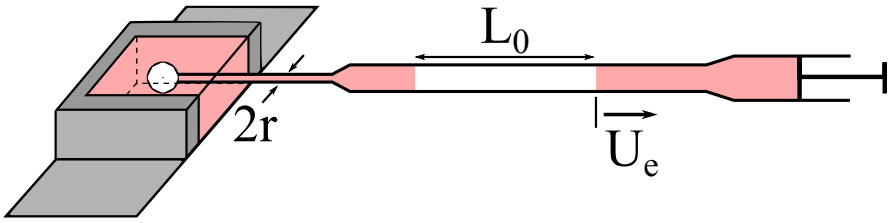


FIGURE II.8.17 – Schéma du montage d'aspiration à pression variable adapté aux agrégats cellulaires.

Les agrégats étant très visqueux $\geq 10^5 - 10^6$ $Pa.s$ (voir expériences précédentes) et fragiles (risque de rupture), et le rayon des pipettes de l'ordre de $r \approx 20$ μm, nous adaptons le débit d'aspiration Q et la longueur du piston L_0. Nous prenons la longueur L_0 la plus grande possible pour que le piston soit le plus mou possible, soit $L_0 \approx 500$ mm. Et nous diminuons les débits au maximum, soit de l'ordre de 10^{-5} à 10^{-2} ml/min. Pour atteindre de tels débits avec le pousse-seringue utilisé (modèle NE-1000, marque *New Era*), il faut prendre des seringues de volume $0,25$ à 1 ml. Les expériences sont menées à température contrôlée $\approx 37°C$. Nous pensons toujours à respecter les conditions d'utilisation du système, soit :

- le temps d'expérience : $t << L_0/U_e$
- la vitesse d'avancée : $U < 0,25U_e$

8.4.2 Essais avec HS 1000 Pa.s

Ayant apporté quelques modifications au système initial présenté chapitre 5, et les ordres de grandeur étant différents ($r \approx 20\ \mu m$, soit 50 fois inférieur aux capillaires utilisés pour les fluides Newtoniens), nous avons d'abord essayé le montage avec de l'huile silicone. Nous avons utilisé l'huile silicone la plus visqueuse à disposition, soit $\eta = 10^3\ Pa.s \approx 10^6 \times \eta_{eau}$. Ainsi nous vérifions que la contracture au niveau de la pipette (le rayon passe de $0,5\ mm$ à $0,02\ mm$) n'a pas d'effet.

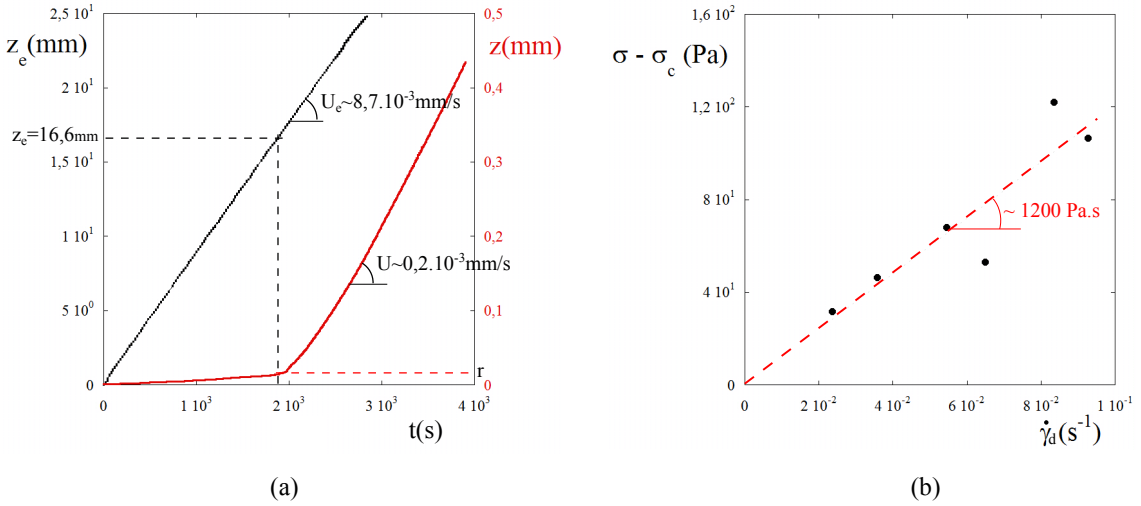


FIGURE II.8.18 – (a) Avancée de l'eau et de l'huile pour $Q = 10^{-3}\ ml/min$, (b) Contrainte $(\sigma - \sigma_c)$ en fonction du cisaillement $\dot{\gamma}_d$.

Nous avons fait différentes mesures avec $L_0 = 500\ mm$ et le débit qui varie de 5.10^{-3} à $5.10^{-2}\ ml/min$. La pipette a un rayon $r \approx 18\ \mu m$. Dans la Figure II.8.18a, nous avons représenté les profils d'avancées de l'eau $z_e(t)$ et de l'huile $z(t)$ pour un débit $Q = 10^{-3}\ ml/min$. Nous observons une première phase lente pendant laquelle l'interface change de courbure, puis l'avancée de l'interface à vitesse constante U. La dépression initiale nécessaire mesurée est de $\Delta P_c = P_0 z_e / L_0 \approx 3000\ Pa$, qui correspond à une tension de surface $\gamma = r\Delta P_c/2 \approx 39\ mN/m$. Nous retrouvons bien la tension de surface entre l'eau et l'huile silicone mesurée par K.Piroird : $\gamma = 35\ mN/m$ [69]. Selon la relation démontrée dans le chapitre 5, la seconde phase à vitesse constante donne une mesure de la viscosité. Dans la Figure II.8.18b, nous avons représenté la contrainte $\sigma - \sigma_c = P_0 U_e t / L_0$ en fonction du cisaillement $\dot{\gamma}_d = 4U/r$. Nous trouvons une viscosité $\eta \approx 1200\ Pa.s$. Les résultats sont satisfaisants et montrent que le montage est bien adapté. Nous continuons les expériences avec les agrégats cellulaires.

8.4.3 Comportement de l'agrégat

Nous avons aspiré environs 30 agrégats de mêmes caractéristiques (LCam), en essayant de prendre des agrégats de même rayon $R \approx 100\ \mu m$. Et nous avons fait varier le temps caractéristique de la pression L_0/U_e de 4.10^3 à $1,8.10^6\ s$.

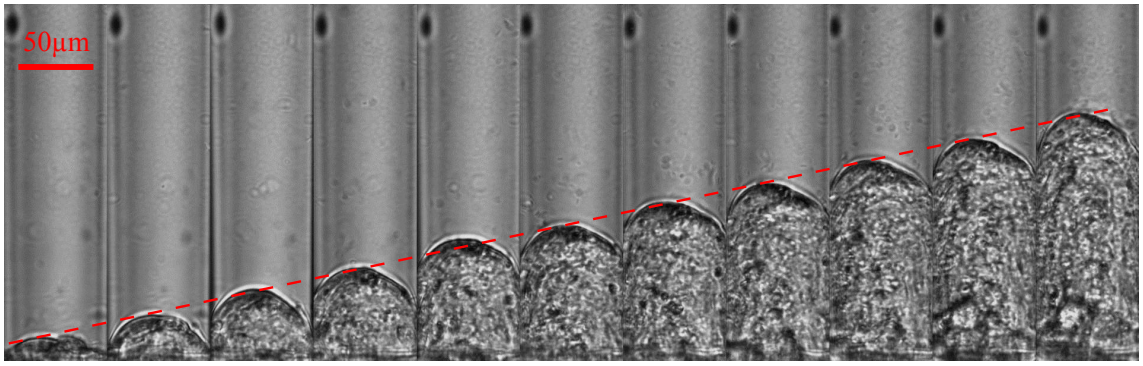


FIGURE II.8.19 – Série de photos d'un agrégat aspiré avec $L_0/U_e \approx 1,8.10^6\ s$ et $r \approx 30,4\ \mu m$. Intervalle de temps entre chaque image $dt = 1300\ s$.

Nous représentons dans la Figure II.8.19 une série de photos de l'agrégat aspiré dans la pipette à intervalle de temps constant $dt = 1300\ s$. La première chose remarquable est que l'avancée de l'agrégat dans la pipette aspiré à pression variable est linéaire. Dans la Figure II.8.20, nous avons tracé les profils $z(t)$ et $z_e(t)$ associés. Nous remarquons que l'agrégat réagit instantanément, nous ne voyons pas les effets de tension de surface. La vitesse d'avancée de l'agrégat est $U \approx 8,5.10^{-6}\ mm/s$ pour une vitesse d'aspiration de l'eau $U_e \approx 3,7.10^{-4}\ mm/s$.

8.4.4 Modèle

Nous sommes tout d'abord étonnés de la réponse linéaire de l'agrégat. Si nous reprenons le bilan de force (II.8.3), avec la pression appliquée $dP(t) = P_0 U_e t/L_0$, nous nous attendons à un profil d'avancée du type :

$$\frac{z(t)}{r} = \frac{P_0 U_e}{6\pi\eta L_0} t^2 \tag{II.8.4}$$

Nous représentons dans la Figure II.8.21, le cisaillement $\dot{\gamma}_d = \dot{z}/r$ en fonction du temps caractéristique L_0/U_e. Nous avons vu dans l'expérience précédente que le temps caractéristique de la réponse visqueuse est $\tau \approx 3000\ s$. Or, nous voyons que le cisaillement dans l'agrégat est supérieur à $1/\tau \approx 3 \times 10^{-4}\ s{-}1$. Nous associons la réponse linéaire de l'agrégat à la réponse élastique, qui vérifie $d\sigma/dt = G\dot{\gamma}_d$. Chaque aspiration donne une mesure de l'élasticité G. Dans la Figure II.8.22, nous traçons la

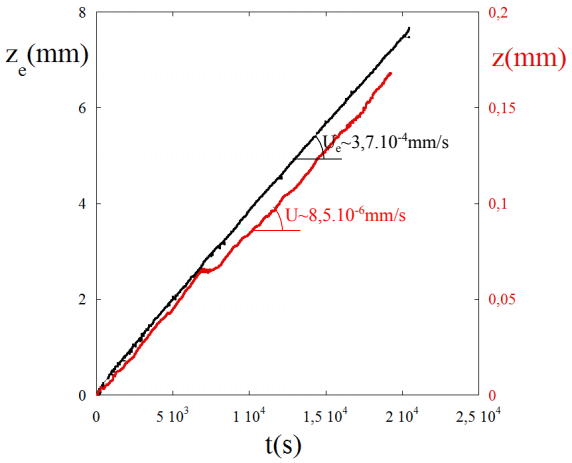


FIGURE II.8.20 – Profils d'avancée de l'eau et de l'agrégat pour $L_0/U_e \approx 1,8.10^6\ s$ et $r \approx 30,4\ \mu m$.

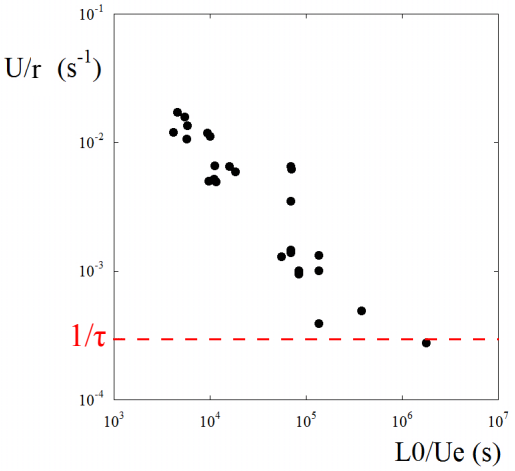


FIGURE II.8.21 – Cisaillement U/r en fonction du temps caractéristique de sollicitation L_0/U_e.

dérivée de la contrainte $d\sigma/dt = P_0(U_e - U)/L_0$ en fonction du cisaillement $\dot{\gamma}_d = U/r$. Nous mesurons un module élastique moyen $G = (d\sigma/dt)/\dot{\gamma}_d$ de l'ordre de 1238 Pa. Ce résultat est bien en accord avec les expériences précédentes.

Pour voir la réponse visqueuse, il faut diminuer le cisaillement dans l'agrégat. Avec le matériel disponible, nous avons atteint un cisaillement minimum de l'ordre de $2,7 \times 10^{-4}\ s^{-1}$ pour lequel nous observons toujours une réponse linéaire de l'agrégat. Un futur projet possible est d'aller dans le régime des très faibles cisaillements pour voir la réponse visqueuse de l'agrégat $z \sim t^2$.

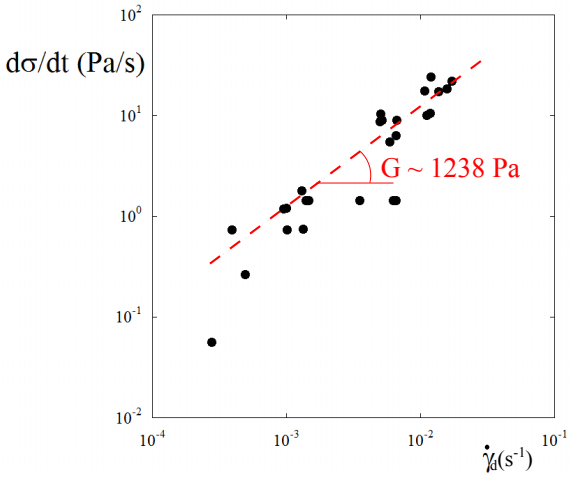


FIGURE II.8.22 – Dérivée de la contrainte $d\sigma/dt$ en fonction du cisaillement $\dot{\gamma}_d$.

8.5 Modèle viscoélastique

8.5.1 Modèle mécanique

Nous proposons le modèle mécanique représenté dans la Figure II.8.23 pour caractériser le comportement viscoélastique des agrégats cellulaires que nous venons d'observer. Ce modèle prend en compte la structure cellulaire de l'agrégat et inclut le modèle mécanique de la cellule seule que nous avons présenté en introduction de ce chapitre : un liquide viscoélastique de Maxwell (η_2, G_2), Figure II.6.4. A la structure viscoélastique de la cellule, nous ajoutons un ressort en paralèle (G_1) qui représente l'élasticité limite de l'agrégat et un amortisseur en série (η_1) qui rend compte du comportement visqueux de l'agrégat aux temps longs. Ce modèle a été développé par F. Brochard et K. Guevorkian et est présenté dans l'article [18]. La viscosité et le module élastique principaux qui correspondent aux paramètres que nous avons calculés précédemment sont respectivement η_1 et G_1.

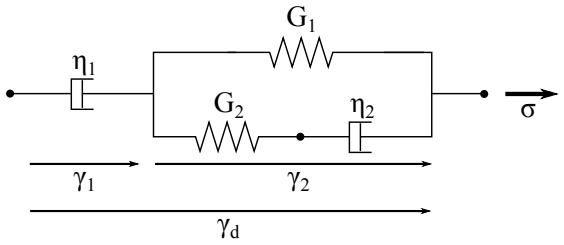


FIGURE II.8.23 – Schéma mécanique proposé pour modéliser l'agrégat cellulaire.

D'après l'écoulement de l'agrégat déterminé précédemment, la contrainte s'écrit : $\sigma = dP(t)$ et la déformation : $\gamma_d = z(t)/r$, avec $z(t)$ l'avancée de l'agrégat dans la

micropipette. Comme nous l'avons vu, les contraintes visqueuses dominantes sont celles dans l'agrégat qui se situent à l'entrée de la pipette. La relation entre la contrainte et la déformation visqueuse à temps longs γ_1 s'écrit alors :

$$\sigma = 3\pi\eta_1 \frac{d}{dt}\gamma_1 \tag{II.8.5}$$

En utilisant les propriétés des schémas mécaniques, nous écrivons la relation entre la contrainte et la déformation γ_2, soit :

$$\sigma = \left[G_1 + \frac{1}{\frac{1}{G_2} + \frac{1}{3\pi\eta_2 \frac{d}{dt}}}\right]\gamma_2 = \left[\frac{G_1 G_2 + 3\pi\eta_2(G_1+G_2)\frac{d}{dt}}{G_2 + 3\pi\eta_2 \frac{d}{dt}}\right]\gamma_2 \tag{II.8.6}$$

Nous retrouvons le temps caractéristique de la cellule $\tau = 3\pi\eta_2(G_1+G_2)/G_1G_2$. L'équation s'écrit alors :

$$\left[G_2 + 3\pi\eta_2 \frac{d}{dt}\right]\sigma = G_1 G_2 \left[1 + \tau \frac{d}{dt}\right]\gamma_2 \tag{II.8.7}$$

A partir des deux équations (II.8.5) et (II.8.7), nous déterminons la relation entre la déformation totale $\gamma_d = \gamma_1 + \gamma_2 = z(t)/r$ et la contrainte $\sigma = dP(t)$. Initialement, l'agrégat est à l'entrée de la pipette, soit $\gamma_d(0) = 0$. Nous séparons les deux cas $dP(t) = dP$ constante et $dP(t) = \beta t$, avec $\beta = P_0(U_e - U)/L_0$.

8.5.2 Réponse de l'agrégat à une dépression constante

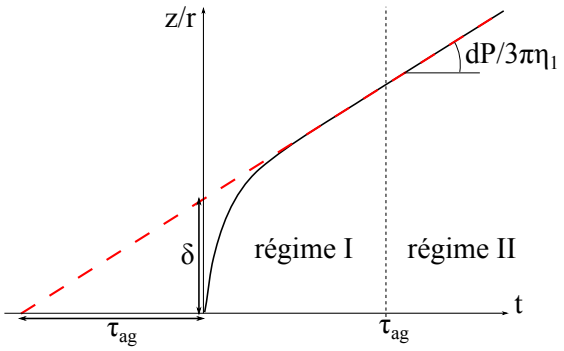


FIGURE II.8.24 – Profil d'avancée théorique de l'agrégat cellulaire en réponse à une contrainte constante.

Lorsque la dépression imposée est constante $\sigma = dP$, alors l'équation (II.8.5) s'écrit :

$$\gamma_1 = \frac{dP}{3\pi\eta_1} t \tag{II.8.8}$$

avec $\gamma_1(0) = 0$. Et la solution de l'équation (II.8.7) qui vérifie $\gamma_2(0) = 0$ s'exprime :

$$\gamma_2 = \frac{dP}{G_1}\left(1 - e^{-\frac{t}{\tau}}\right) \tag{II.8.9}$$

Nous avons finalement la déformation totale de l'agrégat :

$$\gamma_d = \frac{z(t)}{r} = \frac{dP}{G_1}\left(1 - e^{-\frac{t}{\tau}}\right) + \frac{dP}{3\pi\eta_1}t \tag{II.8.10}$$

Dans la Figure II.8.24, nous traçons le profil normalisé d'avancée de l'agrégat $z(t)/r$ en fonction du temps t. Nous retrouvons bien les profils observés expérimentalement : une réponse initiale de type viscoélastique (régime I) et une réponse visqueuse aux temps longs (régime II).

Le régime I est déterminé par le temps caractéristique de la cellule $\tau = 3\pi\eta_2(G_1 + G_2)/G_1G_2$. Dans cette phase, l'agrégat réagit de manière viscoélastique jusqu'à atteindre l'étirement élastique maximum $z/r \sim dP/G_1$.

Le régime II correspond à la réponse visqueuse aux temps longs, soit : $z/r \sim dP/G_1 + (dP/3\pi\eta_1)t$. Avec ce modèle, nous retrouvons les paramètres η_1, G_1 et τ_{ag} (temps caractéristique de l'agrégat) à partir de la tendance linéaire du régime II (voir Figure II.8.24). La pente $dP/3\pi\eta_1$ donne la viscosité η_1. L'ordonnée à l'origine : $\delta = dP/G_1$ permet de calculer le module élastique G_1. L'abscisse en $z = 0$, donne le temps caractéristique $\tau_{ag} = 3\pi\eta_1/G_1$.

Ce modèle donne le même résultat que précédemment pour la viscosité $\eta \approx 5,1 \times 10^5\ Pa.s$. Il permet de modéliser la réponse à temps court et de retrouver plus précisément le module élastique et le temps caractéristique de l'agrégat. Avec ce modèle, nous trouvons en moyenne $G_1 \approx 950\ Pa$ et $\tau_{ag} \approx 5000\ s$. Les valeurs sont différentes de celles estimées précédemment ($G_1 \approx 1600\ Pa$, $\tau_{ag} \approx 3000\ s$) mais restent dans les mêmes ordres de grandeur.

8.5.3 Réponse de l'agrégat à une dépression variable

Nous imposons maintenant $dP(t) = \beta t$, avec $\beta = P_0(U_e - U)/L_0$. La réponse visqueuse s'écrit alors :

$$\gamma_1 = \frac{\beta}{6\pi\eta_1}t^2 \tag{II.8.11}$$

Et la réponse viscoélastique s'exprime :

$$\gamma_2 = \frac{\beta}{G_1}\left(t - \frac{3\pi\eta_2}{G_1}\left(1 - e^{-\frac{t}{\tau}}\right)\right) \tag{II.8.12}$$

La déformation totale de l'agrégat étiré à pression variable s'écrit finalement :

$$\gamma_d = \frac{\beta}{6\pi\eta_1}t^2 + \frac{\beta}{G_1}\left(t - \frac{3\pi\eta_2}{G_1}\left(1 - e^{-\frac{t}{\tau}}\right)\right) \tag{II.8.13}$$

Nous retrouvons la réponse visqueuse quadratique lorsque $t \to \infty : \gamma_d \sim \beta t^2/6\pi\eta_1$. Et nous retrouvons la réponse linéaire pour les temps courts $t << \tau_{ag}$:

$$\gamma_d \sim \frac{\beta}{G_1 + G_2} t \tag{II.8.14}$$

Par ce modèle nous voyons que nous mesurons le module élastique instantané $(G_1 + G_2)$. Il est donc normal que nous mesurions un module $G_1 \approx 900\ Pa$ qui soit inférieur au module $G = G_1 + G_2 \approx 1240\ Pa$ mesuré par aspiration à pression variable.

Ce modèle viscoélastique est très intéressant et donne beaucoup d'informations sur les propriétés physiques de l'agrégat cellulaire. Il faut cependant faire attention aux valeurs des modules élastiques à temps court car ce modèle ne prend pas en compte la déformation capillaire.

8.5.4 Conclusion

Dans ce dernier chapitre, nous avons caractérisé les paramètres viscoélastiques des agrégats cellulaires $(LCam)$ par aspiration capillaire.

La première méthode à pression constante permet de définir la tension de surface $\gamma \approx 4,8 - 6,6\ mN/m$, la viscosité $\eta \approx 5,1 \times 10^5\ Pa.s$ et le temps caractéristique de réponse de l'agrégat $\tau \sim 3\pi\eta/G \approx 3000\ s$. La deuxième méthode à pression variable $(dP(t) \sim t)$, permet de préciser la valeur du module élastique, soit $G \approx 1300\ Pa$. Ces valeurs sont en accord avec les valeurs trouvées dans la littérature pour des cellules similaires [18, 114, 129, 131, 130].

Nous avons ensuite proposé une modélisation mécanique pour l'agrégat cellulaire qui prend en compte la structure viscoélastique de la cellule. Le modèle, permet de retrouver des résultats similaires aux mesures présentées précédemment. Il permet surtout de mieux comprendre ce qu'il se passe aux temps courts. Cependant, le régime aux temps courts reste assez délicat de part le mélange entre élasticité et tension de surface.

Conclusion

Dans ce travail de thèse, nous avons élaboré un rhéomètre par aspiration capillaire. Le premier avantage que présente ce système est qu'il sollicite l'échantillon de manière ponctuelle. Cela permet d'adapter le système à la taille de l'objet (en changeant le rayon du capillaire) et surtout d'étudier des objets de très petits volumes (bile de foie, cellules [18]). Un deuxième avantage est qu'il caractérise les propriétés de l'échantillon à partir de la dynamique d'un écoulement unidirectionnel. Dans le but de comprendre les écoulements de fluides complexes dans les capillaires tels que la bile dans les canaux du foie [17] ou les cellules dans les veines, cette configuration est la plus appropriée.

Nous avons développé deux techniques d'aspiration, l'une à pression constante et l'autre à pression variable. Ce choix permet d'adapter le système à l'échantillon de manière à toujours avoir un cisaillement constant au cours du temps. Cette condition est indispensable pour l'étude des fluides complexes qui présentent des propriétés variables en fonction du cisaillement [84]. Nous avons d'abord étalonné ces différentes techniques avec les fluides Newtoniens et montré comment la déformation statique du liquide et son avancée $z(t)$ dans le capillaire donnent respectivement une valeur de la tension de surface et de la viscosité du liquide aspiré.

Nous avons ensuite appliqué le système d'aspiration aux fluides complexes. Nous avons étudié en particulier le carbopol qui présente une tension seuil et des propriétés viscoélastiques. La connaissance du système capillaire nous a permis de déterminer initialement la tension de surface et la tension seuil du carbopol. Nous avons ensuite déterminé les paramètres viscoélastiques du carbopol (définis à partir de la loi d'Herschel-Bulkley [89]) sous écoulement.

Enfin, nous avons utilisé le système capillaire pour caractériser les agrégats cellulaires. L'étude des fluides Newtoniens et des fluides complexes nous a permis par analogie de comprendre le comportement de l'agrégat. Nous avons montré que l'agrégat présente une énergie de surface similaire à la tension de surface des fluides Newtoniens. Et nous avons observé le comportement viscoélastique de l'agrégat : aux temps courts, il se comporte comme un solide élastique et aux temps longs il s'écoule comme un liquide visqueux.

Par cette étude complète et la variété des applications (fluides Newtoniens, fluides complexes, agrégats cellulaires), nous avons défini un rhéomètre capillaire efficace

sur une large gamme d'échelles (du micrométrique au millimétrique) et capable de mesurer une grande variété de paramètres : tension de surface, tension seuil, viscosité, élasticité.

Troisième partie

Annexes

Annexe A

Vitesse de drainage U_d

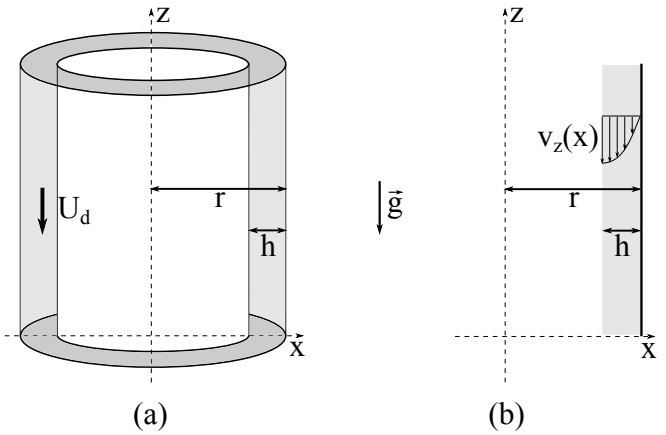


FIGURE III.A.1 – Drainage d'un film de liquide sous l'effet de la gravité : (a) Dans un capillaire cylindrique, (b) Approximation en 2 dimensions pour $h << r$.

Nous considérons un film de liquide d'épaisseur h déposé aux parois d'un capillaire cylindrique de rayon r, voir Figure III.A.1. Le capillaire est en position verticale et le liquide déposé draine le long des parois du capillaire. La vitesse dans le liquide est unidirectionnelle selon z, et ne dépend que de la distance à l'axe du cylindre, nous la notons $v_z(x)$. Le profil de vitesse est déterminé par l'équilibre entre les forces de pression hydrostatique et la dissipation visqueuse dans le liquide. L'épaisseur h étant très petite devant le rayon du capillaire $r >> h$, nous faisons les calcul en 2 dimensions dans un plan méridien (xz), soit :

$$\eta \frac{d^2 v_z(x)}{dx^2} = \rho g \tag{III.A.1}$$

Les conditions limites sont : une vitesse nulle aux parois du capillaire $v_z(r) = 0$ et un cisaillement nul à l'interface entre le liquide et l'eau $dv_z/dx(r-h) = 0$. Avec le changement de variable $y = x - (r-h)$, les conditions se réécrivent alors : $v_z(y = h) = 0$

et $dv_z/dy(0) = 0$

Nous intégrons l'équation (III.A.1) entre 0 et y, ce qui donne l'expression du cisaillement :

$$\frac{dv_z(y)}{dy} = \frac{\rho g}{\eta} y \tag{III.A.2}$$

Et nous intégrons de nouveau entre y et h avec la condition $v_z(h) = 0$, soit :

$$v_z(y) = -\frac{\rho g}{\eta}\left(\frac{h^2 - y^2}{2}\right) \tag{III.A.3}$$

La vitesse moyenne de drainage U_d se calcule à partir du débit de liquide qui draine à travers la surface $\pi(r^2 - (r-h)^2) \sim 2\pi rh$:

$$\begin{aligned} 2\pi rhU_d &= -\int_{r-h}^{r} 2\pi x v_z(x) dx \\ &= -\int_0^h 2\pi(y + (r-h)) v_z(y) dy = 2\pi \frac{\rho g r h^3}{3\eta}\left(1 - \frac{5h}{8r}\right) \end{aligned}$$

L'épaisseur de film est très mince par rapport au rayon du capillaire $h << r$, et le terme $5h/8r << 1$ est alors négligeable. Nous trouvons finalement l'expression au premier ordre de la vitesse de drainage, soit :

$$U_d \sim \frac{\rho g h^2}{3\eta} \tag{III.A.4}$$

Annexe B

Cisaillement dans l'écoulement de Poiseuille

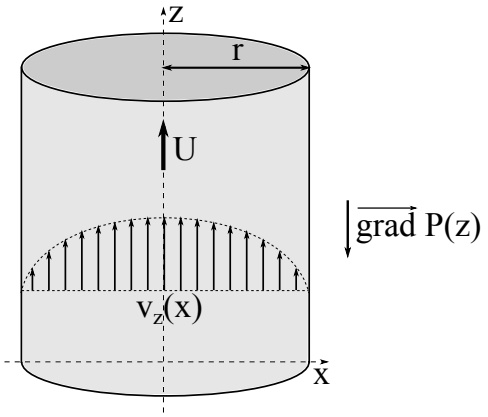


FIGURE III.B.1 – Ecoulement de Poiseuille dans un capillaire cylindrique de rayon r sous l'effet d'un gradient de pression $\vec{grad}P(z) = (dP/dz)\vec{z}$.

Nous considérons un liquide de viscosité η qui s'écoule dans un capillaire cylindrique de rayon r sous l'effet du gradient de pression selon la verticale z (Figure III.B.1). L'écoulement dans le capillaire est un écoulement de Poiseuille, la vitesse est unidirectionnelle et nous la notons $v_z(x)$. Les conditions limites sont les suivantes : aux parois du capillaire, la vitesse est nulle $v_z(r) = 0$ et au centre, la vitesse est maximale $dv_z/dx(0) = 0$. Nous cherchons à déterminer le cisaillement du liquide aux parois du capillaire $\dot{\gamma}_d = -dv_z/dx(r)$ en fonction de la vitesse moyenne de l'écoulement U définie à partir du débit $Q = \pi r^2 U = 2\pi \int_0^r x v_z(x) dx$.

Nous déterminons le profil de vitesse $v_z(x)$ à partir du bilan entre les forces de dissipation visqueuse et le gradient de pression selon la verticale du capillaire :

$$\eta \left(\frac{d^2 v_z(x)}{dx^2} + \frac{1}{x} \frac{dv_z(x)}{dx} \right) = \frac{dP}{dz} \qquad \text{(III.B.1)}$$

Nous multiplions cette équation par x et nous intégrons entre 0 et x sachant que $dv_z/dx(0) = 0$, soit :

$$\frac{dv_z}{dx} = \frac{x}{2\eta}\frac{dP}{dz} \tag{III.B.2}$$

A partir de cette équation, nous avons l'expression du cisaillement :

$$\dot{\gamma}_d = -\left.\frac{dv_z}{dx}\right|_r = -\frac{r}{2\eta}\frac{dP}{dz} \tag{III.B.3}$$

Nous intégrons à nouveau l'équation (III.B.2) entre x et r, avec la condition $v_z(r) = 0$. Nous avons alors l'expression du profil de vitesse :

$$v_z(x) = -\frac{r^2 - x^2}{4\eta}\frac{dP}{dz} \tag{III.B.4}$$

En effet, le fluide s'écoulera dans le sens des z croissants lorsque la pression est décroissante selon z.

Nous calculons le débit à travers la surface du capillaire πr^2, soit :

$$Q = \pi r^2 U = 2\pi \int_0^r x v_z(x) dx = -\frac{\pi r^4}{8\eta}\frac{dP}{dz} \tag{III.B.5}$$

Nous en déduisons la valeur de la vitesse moyenne :

$$U = -\frac{r^2}{8\eta}\frac{dP}{dz} = \frac{r\dot{\gamma}_d}{4} \tag{III.B.6}$$

L'expression du cisaillement en fonction de la vitesse moyenne pour un écoulement de Poiseuille dans un capillaire cylindrique s'écrit finalement :

$$\dot{\gamma}_d = \frac{4U}{r} \tag{III.B.7}$$

Annexe C

Vitesse de l'eau aspirée par un pousse-seringue

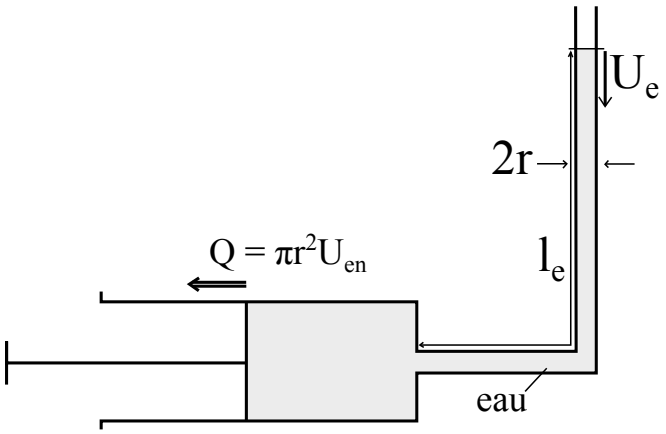


FIGURE III.C.1 – Schéma d'aspiration pour mesurer la vitesse de l'eau mesurée U_e en fonction de la vitesse de l'eau demandée U_{en}.

Nous prenons le système d'aspiration capillaire seul (voir Figure III.C.1), c'est à dire une seringue reliée à un capillaire de rayon r et placée dans le pousse-seringue (modèle NE-1000, marque *New Era*). Nous contrôlons le débit Q avec le pousse-seringue, et nous mesurons la vitesse U_e réelle obtenue en fonction de la vitesse $U_{en} = Q/\pi r^2$ demandée.

La Figure III.C.2 représente le rapport U_e/U_{en} en fonction du temps t, pour une vitesse demandée $U_e = 330\ mm/s$ ($r = 1,2\ mm$ et $l_e = 2000\ mm$). Nous observons l'existence d'une phase d'accélération puis un palier où la vitesse atteint quasiment la valeur désirée U_{en}. Nous remarquons que la vitesse mesurée n'atteint pas toujours la vitesse demandée, le palier descend parfois jusqu'aux valeurs $U_e = 0,6U_{en}$. Nous définirons donc le temps d'accélération τ comme le temps que met la vitesse de l'eau U_e a atteindre la valeur $0,6U_{en}$. Nous cherchons à déterminer dans quelle gamme

de vitesse demandée U_{en}, ce temps d'accélération τ est minimum et n'a alors pas d'influence sur nos mesures de viscosité.

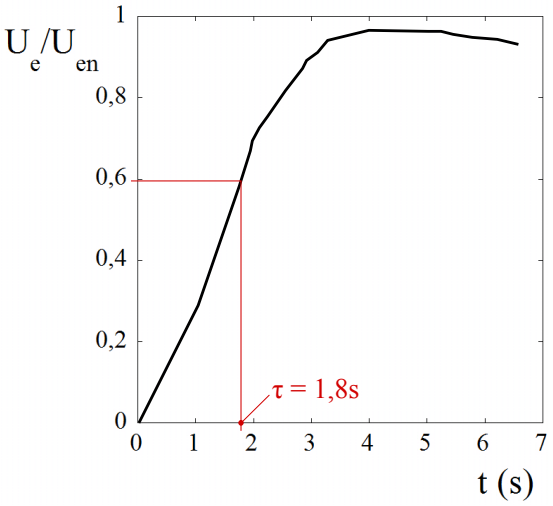


FIGURE III.C.2 – Vitesse de l'eau mesurée U_e normalisée par la vitesse demandée U_{en} en fonction du temps t. $U_{en} = 330\ mm/s$, $r = 1,2\ mm$ et $l_e = 2000\ mm$.

Nous mesurons ce temps pour différentes expériences dont le rayon du capillaire r, la longueur d'eau dans le capillaire l_e et la vitesse demandée U_{en} varient. Les variation du temps d'accélération mesuré τ, correspondant à $U_e(\tau) = 0,6U_{en}$, en fonction des paramètres r, l_e et U_{en} sont représentées dans la Figure III.C.3. A chaque graphe, un seul paramètre varie. Le temps d'accélération τ est d'autant plus faible que r, l_e et U_{en} sont petits.

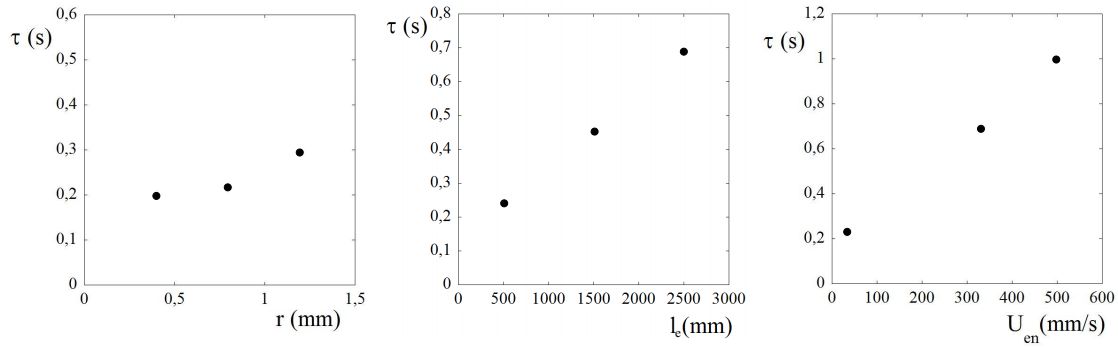
En effet, le temps d'accélération dépend de la puissance maximale de la machine P_{max}. La machine doit déplacer une masse $M = \rho_e l_e \pi r^2$ à la vitesse U_{en}. L'expression de cette puissance en fonction des paramètres du système est :

$$P_{max} \sim M U_{en} \frac{U_{en}}{\tau} \tag{III.C.1}$$

d'où l'expression du temps d'accélération :

$$\tau \sim \frac{l_e r^2 U_{en}^2}{P_{max}} \tag{III.C.2}$$

Les tendances du temps d'accélération τ représentées dans la Figure III.C.3 sont bien en accord avec l'expression que nous venons de démontrer (III.C.2) : τ est d'autant plus important que r, l_e et U_{en} sont importants.



(a) (b) (c)

FIGURE III.C.3 – Variations du temps d'accélération τ en fonction des paramètres r, l_e et U_{en} : (a) $l_e = 500\ mm$, $U_{en} = 50\ mm/s$; (b) $r = 0,8\ mm$, $U_{en} = 50\ mm/s$; (c) $l_e = 500\ mm$, $r = 0,8\ mm$.

Il est important lors des expériences d'aspiration, d'atteindre le plus rapidement possible une vitesse U_e constante. Nous tenterons de minimiser au maximum ces paramètres r, l_e et U_e. Et nous tiendrons compte du fait que le temps d'accélération maximum est de l'ordre de 1 s. Nous ferons alors les mesures sur des temps tels que $t >> \tau$.

Annexe D

Articles

Aspiration of Biological Viscoelastic Drops

Karine Guevorkian,[1] Marie-Josée Colbert,[2] Mélanie Durth,[3,5] Sylvie Dufour,[4] and Françoise Brochard-Wyart[1,*]

[1]UMR 168, Institut Curie/CNRS, Université Pierre et Marie Curie, 75248 Paris, France
[2]Department of Physics and Astronomy, McMaster University, Hamilton, Ontario, L8S 4M1 Canada
[3]Ladhyx, UMR 7646 CNRS, Ecole Polytechnique, 91128 Palaiseau, France
[4]UMR 144, Institut Curie/CNRS, 75248 Paris, France
[5]Departamento de Ingenería Aeroespacial y Mecánica de Fluidos, Universidad de Sevilla, 41092, Sevilla, Spain

(Received 24 November 2009; published 24 May 2010)

Spherical cellular aggregates are *in vitro* systems to study the physical and biophysical properties of tissues. We present a novel approach to characterize the mechanical properties of cellular aggregates using a micropipette aspiration technique. We observe an aspiration in two distinct regimes: a fast elastic deformation followed by a viscous flow. We develop a model based on this viscoelastic behavior to deduce the surface tension, viscosity, and elastic modulus. A major result is the increase of the surface tension with the applied force, interpreted as an effect of cellular mechanosensing.

DOI: 10.1103/PhysRevLett.104.218101 PACS numbers: 87.19.R−, 87.18.Ed, 87.18.Fx

Embryonic morphogenesis, wound healing, cancer growth and metastasis are a few examples where the physical laws play an important role along with genetic cues in the functioning of a tissue. An aggregate of living cells, used as a model tissue, behaves like a viscoelastic liquid. Spreading and sorting are signatures of liquidlike behavior of embryonic tissues [1,2]. Moreover, cellular aggregates in solution round up to form ''spheroids'' in order to minimize their surface energy, similar to oil drops in water. This is a manifestation of surface tension, which has been related to intercellular adhesion energy [3]. In the past, the simple analogy between liquids and tissues has lead to valuable findings about the mechanics of embryonic mutual envelopment [4], tissue spreading [5], and cancer propagation [6]. A knowledge of the surface tension of tissues has also been essential for organ printing in tissue engineering [7].

To measure the surface tension of cellular aggregates and investigate the role of surface tension in cell sorting, Steinberg and co-workers [2] introduced the parallel plate compression apparatus, which has since been used by other groups [8,9]. In this method, an aggregate is subjected to an imposed deformation and the surface tension is inferred from the relaxation force, while the viscosity of the tissue is obtained from the shape relaxation [10]. Difficulties in the evaluation of the principal radii of a compressed aggregate make this technique rather delicate. Deformation of aggregates under centrifugal forces is an alternative way that has been used to classify aggregates of various cell types [11]. Recently this technique has been combined with axisymmetric drop shape analysis (ASDA) for measuring the surface tension of embryonic tissue [12].

In this Letter, we propose the use of a micropipette aspiration technique to study the surface tension and the mechanical properties of cellular aggregates. This technique has previously been used to evaluate the viscoelastic properties of single cells [13,14] and the stiffness of tissues [15–17] at small deformations. For a Newtonian fluid, the aspiration dynamics is governed by the Washburn law, $L(t) \sim t^{1/2}$, where $L(t)$ is the advancement of the liquid inside the pipette [18]. For a tissue, a completely different behavior is observed due to its viscoelastic properties. Under applied stress σ, a tissue responds like an elastic solid at times shorter than a characteristic time τ [19], and like a fluid for $t > \tau$. This behavior can be described by $d\sigma/dt + \sigma/\tau = Ed\epsilon/dt$, where ϵ is the strain; the viscosity η, of the material is related to its elastic modulus E, through $\eta \approx E\tau$ [20]. In the case of parallel plate compression, ϵ is constant and the stress relaxes to equilibrium, whereas for the case of aspiration, σ stays constant and the tissue flows.

Spherical cellular aggregates are useful systems to study the mechanical properties of tissues since the adhesion energy between the subunits (cells) can be controlled. We have used murin sarcoma (S180) cell lines transfected to express various levels of *E*-cadherin molecules at the surface of the cells [21], thereby controlling the intercellular adhesion energy. Here, we focus on the most adhesive cell lines. Cells were cultured under 5% air/ 5% CO_2 atmosphere in Dulbecco's Modified Eagle Medium (DMEM) enriched with 10% calf serum (culture medium) and prepared for aggregation following a procedure similar to that of Ryan *et al.* [5]. Aggregates ranging from 250 μm to 400 μm in diameter were obtained from 5 ml of cell suspension in CO_2-equilibrated culture medium at a concentration of 4×10^5 cells per ml in 25 ml erlenmeyer flasks, and placed in a gyratory shaker at 75 rpm at 37 °C for 24 h. The flasks were pretreated with 2% dimethylchlorosilane in chloroform and coated with silicon to prevent adhesion of cells to the glass surface. We performed the aspiration of the aggregates using pipettes with diameters 3–5 times that of a single cell (40–70 μm). The pipettes were fabricated by pulling borosilicate capillaries (1 mm/0.5 mm O/I diameter) with a laser-based puller

 © 2010 The American Physical Society

(P-2000, Sutter Inst. Co, Novato, CA), and sized to the desired diameter by using a quartz tile. To prevent adhesion of the cells to the micropipette walls, the pipettes were incubated in 0.1 mg/ml PolyEthyleneGlycol-PolyLysin (PLL(20)-g[3.5]-PEG(2), Surface Solution, Dubendorf Switzerland) in HEPES solution (pH 7.3) for 1 h. The observation chamber consisted of a thick U-shaped Parafilm spacer (2 cm × 2 cm × 5 mm), sandwiched in between two microscope slides by gentle heating. Aggregates were then suspended in CO_2 equilibrated culture medium and the pipette was introduced into the chamber. To prevent evaporation, the open end was sealed with mineral oil. A large range of pressures ($\Delta P = 0.1$–5 kPa) was attained by vertically displacing a water reservoir, connected to the pipette, with respect to the observation chamber. Aspirated aggregates were visualized on an inverted microscope (Zeiss Axiovert 100) equipped with a ×20 air objective (NA 0.45). Movies of the advancement of the aggregates inside the pipette were recorded with a CCD camera (Luca-R, Andor, Belfast UK) with a 5–30 s interval. Cell viability in aspirated aggregates was checked using the trypan blue exclusion test. After 3 hours of aspiration, trypan blue was added to the experimental chamber to a final concentration of 25%. A small number of dead cells were present at the core of the aggregate, comparable to the aggregates at rest, but no significant cell death was seen in the aspirated tongue.

Figures 1(a)–1(c) show snapshots of the aspiration of an aggregate inside a pipette at a constant pressure. The advancement of the aggregate inside the pipette is characterized by tracking the displacement of the front of the tongue with respect to the pipette tip, represented by $L(t)$ in Fig. 2(a). As a first approach, steps of ΔP were applied at a time interval of 2–3 hours, in order to determine the dynamics of aspiration as a function of ΔP. However, we observed a degradation of the cells when aggregates stayed under aspiration for over 6 hours, limiting the number of steps. Consequently, we modified the procedure and applied cycles of pressure as shown in Figs. 1(d) and 1(e). After each aspiration at constant pressure, the pressure was set to zero and the retraction of the tongue was monitored. In general, we performed one aspiration-retraction cycle on each aggregate to maintain the same initial conditions. Both aspiration and retraction curves show a fast initial deformation, followed by a slow flow with constant velocity $\dot{L}_\infty$. This creep behavior is a signature of viscoelastic materials. We proceeded by considering these cell aggregates as viscoelastic liquid drops with a surface tension γ.

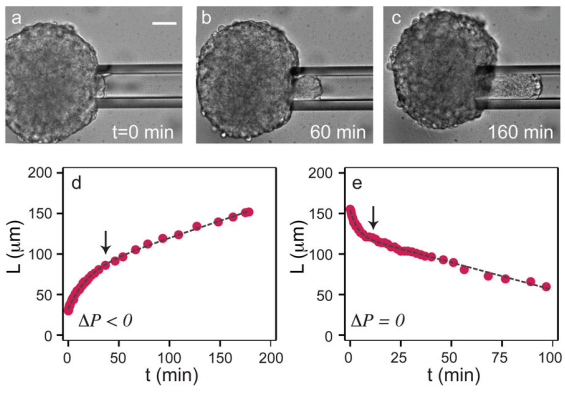


FIG. 1 (color online). Micropipette aspiration of spherical cellular aggregates. (a)–(c) Aspiration of an aggregate with $\Delta P = 1370$ (14 cm H_2O), $R_0 = 150$ μm, $R_p = 30$ μm, scale bar is 50 μm. (d) Aspiration and (e) retraction cycles for an aggregate at $\Delta P = 1180$ Pa, with $R_0 = 175$ μm, and $R_p = 35$ μm. Arrows indicate the transitions from elastic to viscous regimes. Dotted lines are fits to the experimental curves using the viscoelastic model (see text for details).

The total energy of a drop aspirated inside a nonadhesive pipette, "zero" wetting, is given by $\mathcal{F} = (4\pi R^2 + 2\pi R_p L)\gamma - \pi R_p^2 L \Delta P$ [22], where R and R_p are the radii of the drop and the pipette, respectively, and ΔP is the applied pressure, as shown schematically in Fig. 2(a). Considering volume conservation, the aspiration force is $f = \pi R_p^2(\Delta P - \Delta P_c)$, where the critical pressure to aspirate, ΔP_c, relates to the surface tension through the Laplace law: $\Delta P_c = 2\gamma(\frac{1}{R_p} - \frac{1}{R})$. Note that R is not constant, but can be approximated by the initial radius of the aggregate, R_0 for $R_p \ll R_0$. From scaling laws the aspiration force and the elastic deformation at short time, δ, are related by $\frac{f}{A_0} = CE\frac{\delta}{R_p}$, where $A_0 = \pi R_p^2$, E is the elastic modulus, and C is a geometrical factor $C \approx 1$ for our experimental conditions [15], leading to $f \approx \pi R_p E \delta$. At long times, f is balanced by the friction force due to the viscous flow into the orifice [23] and the slippage of the advancing tongue on the wall as: $f = 3\pi^2 \eta R_p \dot{L} + 2\pi k R_p L \dot{L}$, where η is the viscosity of the tissue, and k is the wall-tissue friction coefficient. We define $L_c = 3\pi\eta/2k$ as a characteristic length associated to the wall friction. In the limit of $L > L_c$ we have $L \sim t^{1/2}$, whereas for $L < L_c$ we find $L = \dot{L}_\infty t$, where $\dot{L}_\infty = f/3\pi^2\eta R_p$. We have estimated $k \approx 10^8$ N · s/m^3 from the advancement velocity of a completely aspirated aggregate, leading to

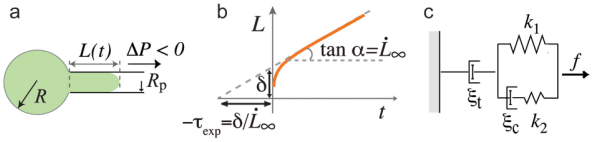


FIG. 2 (color online). Aspiration of a viscoelastic drop. (a) Schematic presentation of an aspirated drop. (b) Creep curve showing a fast elastic deformation, δ, followed by a viscous flow, $\dot{L}_\infty$. (c) Modified Maxwell model. The Kelvin body accounts for the initial elastic deformation, where k_1 is the spring constant related to the elasticity of the aggregate, k_2 accounts for the initial jump in $L(t)$, and ξ_c is a local friction coefficient, related to the raising time of the elastic deformation. The dashpot, denoted by ξ_t, represents the viscous dissipation of the flowing tissue.

$L_c \approx \eta/k \approx 2$ mm (see below for η). Therefore we can ignore the wall friction. To combine the elastic and viscous regimes, we use the modified Maxwell model depicted in Fig. 2(c). The total displacement $L(t)$ is given by:

$$L(t) = \frac{f}{k_1}\left(1 - \frac{k_2}{k_1 + k_2} e^{-t/\tau_c}\right) + \frac{f}{\xi_t} t, \qquad (1)$$

where $k_1 = \pi R_p E$, and $\xi_t = 3\pi^2 \eta R_p$. The first term characterizes the elastic regime with $\tau_c = \frac{\xi_c(k_1+k_2)}{k_1 k_2}$ being the raising time of the elastic deformation δ, and the second term characterizes the flow at constant velocity $\dot{L}_\infty$. The tissue relaxation time separating the elastic and viscous regimes is given by $\tau = \xi_t/k_1 = 3\pi\eta/E$.

The dashed lines in Figs. 1(d) and 1(e) are the adjustment of Eq. (1) to the data with four fitting parameters: $\delta = f/k_1$, $\dot{L}_\infty = f/\xi_t$, $\beta = k_2/(k_1 + k_2)$, and τ_c. The critical pressure is deduced from $\Delta P_c = \Delta P \dot{L}^r_\infty/(\dot{L}^r_\infty + \dot{L}^a_\infty)$, where $\dot{L}^a_\infty$ and $\dot{L}^r_\infty$ are the aspiration and the retraction flow rates, respectively. Using the values for ΔP_c, the surface tension, γ, is derived from the Laplace law. Figure 3(a) shows an increase in γ as the applied force is increased. By extrapolation, we obtain the surface tension of the aggregate at rest, $\gamma_0 \approx 6$ mN/m, comparable to previously obtained values for similar tissue types [2,9,24]. We also measured directly a lower bound for $\Delta P_c(\gamma_0)$ by finding the maximum pressure ($\approx$300–400 Pa for $R_p = 35$ μm) at which the aggregate does not penetrate into the pipette, leading to $\gamma_0 \sim$ 5–7 mN/m. The flow velocities of aggregates during aspiration and retraction are shown in Fig. 3(b) as a function of the applied stress, $\tilde{\sigma}$, where $\tilde{\sigma} = \Delta P - \Delta P_c$ for aspiration, and $\tilde{\sigma} = \Delta P_c$ for retraction. The observed linear relationship between $\dot{L}_\infty$ and $R_p\tilde{\sigma}$ shows that η stays constant for ΔP up to 3 kPa explored here, and no shear thinning effect is observed. The slope of the fitted line gives $\eta = 1.9 \pm 0.3 \times 10^5$ Pa. s, comparable to the values previously reported for aggregates of mouse embryonal carcinoma F9 cell lines ($\eta \approx 2 \times 10^5$ Pa. s) [9,25] and various chicken embryonic tissues [24,26]. Preliminary results on aggregates of the same cell lines with less intercellular cohesion have shown a similar but much faster aspiration dynamics, indicating a smaller viscosity for these aggregates (data not shown). In our analysis we have assumed that ΔP_c does not relax in the time scale of our experiment when $\Delta P = 0$. This assumption is justified, since the slopes of the fast retraction curves stay constant as seen in Fig. 1(e).

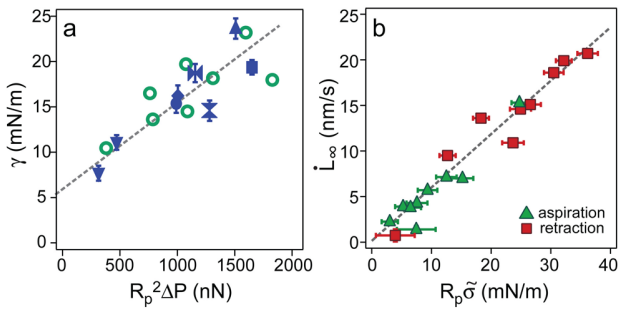


FIG. 3 (color online). Viscosity and surface tension of aspirated aggregates. (a) γ as a function of applied force $R_p^2\Delta P$. Filled symbols are obtained from the relationship between $\dot{L}^a_\infty$ and $\dot{L}^r_\infty$ and open symbols are obtained from $\dot{L}^a_\infty$ and using the measured value for η. The curve is presented to guide the eye. (b) Flow velocity $\dot{L}_\infty$ as a function of $R_p\tilde{\sigma}$, (slope equals to $1/3\pi\eta$).

As mentioned above, the relaxation time for a viscoelastic material to flow is $\tau \approx \eta/E$. This characteristic time can experimentally be evaluated from the creep curve as $\tau_{\text{exp}} = \delta/\dot{L}_\infty$ [Fig. 2(b)]. However, as can be seen from the curves on Figs. 1(d) and 1(e), the retraction of the tongue has a much faster dynamics, resulting in $\tau^a_{\text{exp}} \gg \tau^r_{\text{exp}}$. This is due to γ increasing from γ_0 (elastic regime) to γ (viscous regime) during the slow aspiration and not relaxing during the fast retraction. Taking these corrections into account, $\tau = \tau_{\text{exp}} \times f_{\text{visc}}/f_{\text{elastic}}$, leading to $\tau^a = \tau^a_{\text{exp}} \frac{\Delta P - \Delta P_c(\gamma)}{\Delta P - \Delta P_c(\gamma_0)}$, and $\tau^r = \tau^r_{\text{exp}} \frac{\Delta P_c(\gamma)}{\Delta P}$. Taking $\gamma_0 =$ 6 mN/m we obtain $\tau^a = 47 \pm 10$ min., and $\tau^r = 40 \pm 7$ min., resulting in an average value of $\bar{\tau} = 44 \pm 7$ min. We estimate an elastic modulus of $E = 3\pi\eta/\bar{\tau} \approx 700 \pm 100$ Pa for these aggregates, comparable to values reported for embryonic liver tissue [24]. The elastic local cell's relaxation time, τ_c, is 1 order of magnitude smaller than the tissue relaxation times. We systematically find $\tau^a_c \gg \tau^r_c$, showing that prestressed tissue has a faster elastic response.

We have characterized mechanical properties of tissue such as their surface tension, viscosity and elasticity using micropipette aspiration technique. We have found that the surface tension of the aggregate is stress dependent, suggesting that upon the application of a permanent external force, tissue cohesion is reinforced. Successive aspiration on the same aggregate validates our finding. As shown in Fig. 4(a), the elastic deformation of the second aspiration is smaller, indicating a larger initial γ_0. Another direct manifestation of the reinforcement of γ is shown in Fig. 4(b), when ΔP is decreased to a few times $\Delta P_c(\gamma_0)$, the aggregate relaxes instead of flowing.

The reinforcement of γ is a signature of an active response of the cells to mechanical forces [27,28] leading to cytoskeletal remodeling [29], which may involve stretch-activated membrane channels [30], stress fiber polymerization and tensing by Myosin II motors [31,32], and clustering of cadherins [33]. For tissues, it has also been shown that application of an external force with a 20 μm microneedle increases the tissue tension, leading to morphogenetic movements [34]. Protein labeling and cytoskeleton modifying drugs will be used to better understand the reinforcement mechanism at the cellular level. The micropipette aspiration method brings complementary features to the classical parallel plate compression technique, since instead of relaxing to equilibrium, the cells flowing into the pipette are continuously stretched. Moreover, this tech-

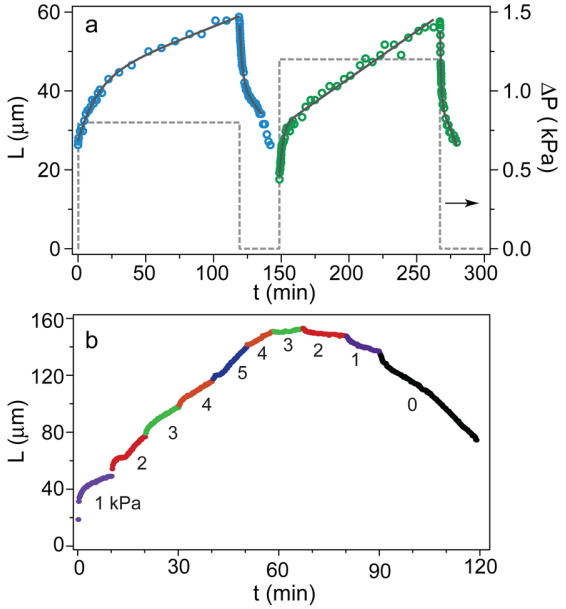


FIG. 4 (color online). Manifestation of surface tension augmentation. (a) Successive aspiration on the same aggregate. Dashed lines represent the pressure profile. The second aspiration shows a smaller elastic deformation in spite of the applied ΔP being larger. (b) Increasing and decreasing ΔP in steps. When ΔP is decreased to 3 kPa, the aggregate stops flowing, indicating that the surface tension has increased from its steady state value.

nique allows us to reach much higher stresses, up to a hundred times the aggregate's Laplace pressure.

How the surface tension and the viscoelastic properties of an aggregate depend on the properties of the subunits and on their interconnection remains an open question. Previous studies have measured the surface tension of aggregates as a function of the level of expression of intercellular binders (cadherin molecules) [3]. However, the relationship between the adhesion energy and the surface tension is still debated. We anticipate using the micropipette aspiration technique to relate the surface tension of aggregates to the cell-cell adhesion energy, which has been previously measured by one of us [21].

Complete aspiration of aggregates inside a pipette can also be used to apply high pressures ($\sim\gamma/R_p$) to cancerous tissue and thus investigate the validity of the homeostatic pressure model, which predicts that metastatic cells can only grow if the internal pressure of the aggregate is below a critical "homeostatic pressure" [35]. Combined with confocal microscopy, tissue relaxation under stress can be studied at microscopic level by probing the cellular rearrangements inside an aspirated aggregate. Compared to more conventional methods, the micropipette aspiration technique is easy to set up and can be applied to *in vivo* examination of biological systems, such as living tissue or drug treated tumors, and to other complex fluids, such as viscous pastes and foams.

We would like to thank D. Cuvelier for his help with the experimental setup, C. Clanet for useful discussions, and J. Elgeti and D. Gonzalez-Rodriguez for their critical reading of the manuscript. F. B. W. and S. D. would like to thank Curie PIC program for funding. The group belongs to the CNRS consortium CellTiss.

*brochard@curie.fr

[1] R. Gordon *et al.*, J. Theor. Biol. **37**, 43 (1972).
[2] R. A. Foty *et al.*, Phys. Rev. Lett. **72**, 2298 (1994).
[3] R. A. Foty and M. S. Steinberg, Dev. Biol. **278**, 255 (2005).
[4] R. A. Foty *et al.*, Development (Cambridge, U.K.) **122**, 1611 (1996).
[5] P. L. Ryan *et al.*, Proc. Natl. Acad. Sci. U.S.A. **98**, 4323 (2001).
[6] R. A. Foty and M. S. Steinberg, Int. J. Dev. Biol. **48**, 397 (2004).
[7] K. Jakab *et al.*, Tissue Eng. Part A **14**, 413 (2008).
[8] C. Norotte *et al.*, Europhys. Lett. **81**, 46003 (2008).
[9] A. Mgharbel *et al.*, HFSP J. **3**, 213 (2009).
[10] J. Mombach *et al.*, Physica (Amsterdam) **352A**, 525 (2005).
[11] H. M. Phillips and M. S. Steinberg, Biophys. J. **64**, 121 (1969).
[12] A. Kalantarian *et al.*, Biophys. J. **96**, 1606 (2009).
[13] M. Sato *et al.*, J. Biomech. Eng. **112**, 263 (1990).
[14] E. Evans *et al.*, Biophys. J. **56**, 151 (1989).
[15] T. Aoki *et al.*, Ann. Biomed. Eng. **25**, 581 (1997).
[16] J. T. Butcher *et al.*, Circ. Res. **100**, 1503 (2007).
[17] T. Ohashi *et al.*, J. Biomech. **38**, 2248 (2005).
[18] E. Washburn, Phys. Rev. **17**, 273 (1921).
[19] Y. S. Chu *et al.*, Phys. Rev. Lett. **94**, 028102 (2005).
[20] L. D. Landau and E. M. Lifshitz, *Course of Theoretical Physics*, Theory of Elasticity Vol. 7 (Elsevier Science, Oxford, UK, 1984), 3rd ed..
[21] Y. S. Chu *et al.*, J. Cell Biol. **167**, 1183 (2004).
[22] P. G. de Gennes *et al.*, *Capillarity and Wetting Phenomena: Drops, Bubbles, Pearls, Waves* (Springer, New York, 2004).
[23] Z. Dagan *et al.*, J. Fluid Mech. **115**, 505 (1982).
[24] G. Forgacs *et al.*, Biophys. J. **74**, 2227 (1998).
[25] P. Marmottant *et al.*, Proc. Natl. Acad. Sci. U.S.A. **106**, 17 271 (2009).
[26] K. Jakab *et al.*, Dev. Dyn. **237**, 2438 (2008).
[27] Y. Caia *et al.*, Curr. Opin. Cell Biol. **21**, 47 (2009).
[28] P. A. Janmey and D. A. Weitz, Trends Biochem. Sci. **29**, 364 (2004).
[29] N. Borghi and W. J. Nelson, Current Topics in Developmental Biology **89**, 1 (2009).
[30] F. Sbrana *et al.*, Am. J. Physiol., Cell Physiol. **295**, C160 (2008).
[31] O. Chaudhuri *et al.*, Nat. Methods **6**, 383 (2009).
[32] N. Desprat *et al.*, Biophys. J. **88**, 2224 (2005).
[33] H. Delanoë-Ayari *et al.*, Proc. Natl. Acad. Sci. U.S.A. **101**, 2229 (2004).
[34] P. A. Pouille *et al.*, Sci. Signal. **2**, ra16 (2009).
[35] M. Basan *et al.*, HFSP J. **3**, 265 (2009).

Bibliographie

[1] E. Dubois-Reymond. Untersuchungen über thierische electricität. *Berlin : G. Reimer*, 1848. 5

[2] D. Watson and F. Crick. Molecular structure of nucleic acids : A structure for deoxyribose nucleic acid. *Nature*, 171 :737–738, 1953. 5

[3] K.S. Cole and J.W. Moore. Potassium ion current in the squid giant axon. *Biophysical Journal*, 1 :1, 1960. 5

[4] D'Arcy W. Thompson. On growth and form. *Cambridge University Press*, 1917. 5, 6

[5] I.J. Fidler. The pathogenesis of cancer metastasis : The seed and soil hypothesis revisited. *Nat. Rev. Cancer*, 3 :453–458, 2003. 6, 149

[6] E. Evans and A. Yeung. Apparent viscosity and cortical tension of blood granulocytes determined by micropipet aspiration. *Biophys. J.*, 56 :151–160, 1989. 6, 44, 45, 73, 74, 87, 88, 144, 145, 146, 153

[7] R.M. Hochmuth. Micropipette aspiration of living cells. *J. of Biomech.*, 33 :15–22, 2000. 6, 74

[8] J.W. Prothero and A.C. Burton. The physics of blood flow in capillaries, ii the capillary resistance to flow. *Biophysical journal*, 2, 1962. 6

[9] D.F.J. Tees, P. Sundd, and D.J. Goetz. A flow chamber for capillary networks : leukocyte adhesion in capillary-sized ligand-coated micropipettes. *Principles of Cellular Engineering, Academic Press*, 2006. 6

[10] T. Johnny, M.S. Olufsen, and J.K. Larsen. Applied mathematical models in human physiology. *Edition Siam Philadelphia*, 2004. 6

[11] R. Fahraeus and T. Lindqvist. The viscosity of the blood in narrow capillary tubes. *Am. J. Physiol.*, 96 :562, 1931. 7

[12] E.M. Landis. Poiseuille's law and the capillary circulation. *Am. J. Physiol.*, 103 :432, 1933. 7

[13] H.H. Lipowsky, S. Kovalcheck, and B.W. Zweifach. The distribution of blood rheological parameters in the microcirculation of cat mesentery. *Circ Res*, 43 :738–749, 1978. 7

[14] O.S. Platt. The sickle syndrome. *Blood Principles and Practice of Hematology*, pages 1592–1700, 1995. 8

[15] M.S. Patterson and F. Kiemeneij. Coronary air embolism treated with aspiration catheter. *Heart*, 91, 2005. 8, 28

[16] M. Khan, D.H. Schmidt, T. Bajwa, and al. Coronary air embolism : incidence, severity, and suggested approaches to treatment. *Cathet. Cardiovasc. Diagn.*, 36 :313–8, 1995. 8, 28

[17] I. Doignon et al. Immediate neuroendocrine signaling after partial hepatectomy through acute portal hyperpressure and cholestasis. *Journal of Hepatology*, 54 :481–488, 2011. 8, 105, 142, 167

[18] K. Guevorkian, M-J. Colbert, M. Durth, S. Dufour, and F. Brochard-Wyart. Aspiration of biological viscoelastic drops. *Phys. Rev. Letters*, 104 :218101, 2010. 8, 74, 142, 155, 157, 162, 165, 167

[19] J.S. Rowlinson and B. Widom. Molecular theory of capillarity. *Clarendon press, Oxford*, 1984. 13

[20] J.L. Barrat and J.P. Hansen. Basic concepts for simple and complex liquids. *Cambridge University Press*, 2003. 13

[21] A.W. Adamson and A.P. Gast. Physical chemistry of surfaces. *Wiley-Interscience*, Sixth Edition, 1997. 14, 18, 20

[22] H. Bouasse. Capillarité et phénomènes superficiels. *Edition Delagrave, Paris*, 1924. 15, 20

[23] H. Poincaré. Capillarité. *G. Carré, Paris*, 1895. 15

[24] P. Aussillous and D. Quéré. Bubbles creeping in a viscous liquid along a slightly inclined plane. *Europhys. Lett.*, 59 :370, 2002. 15, 30

[25] B. Cabane and S. Henon. Liquides : Solutions, dispersions, émulsions, gels. *Editions Belin, collection échelles*, 2ème édition, 2007. 16

[26] T. Young. *Philos. Trans. Soc, London*, 95 :65, 1805. 16

[27] W. Zisman. in contact angle wettability and adhesion. *in Chemical series, Washington*, 43, 1964. 16

[28] W. Zisman J. Fox. *J. Colloid Interface Sci.*, 5 :514, 1950. 16

[29] P.G. de Gennes. *Rev. Mod. Phys.*, 57 :827, 1985. 17

[30] J.F. Joanny. Thèse. *Université Paris VI*, 1985. 17

[31] P.S. de Laplace. Traité de mécanique céleste. *Courcier, Paris*, 1805. 17

[32] R.J. Hooke. De potentia restitutiva. *J. Martyn, London*, 1678. 19, 115

[33] P. Oswald. Rhéophysique : Ou comment coule la matière. *Editions Belin, collection échelles*, 2005. 19, 20, 23, 87, 116, 125, 128

[34] P. Coullet, L. Mahadevan, and C.S. Riera. Hydrodynamical models for the chaotic dripping faucet. *J. Fluid Mech.*, 526 :1–17, 2005. 20

[35] X.D. Shi, M.P. Brenner, and S.R. Nagel. A cascade of structure in a drop falling from a faucet. *Science*, 265 :219, 1994. 21

[36] C.J. Van Oss. Interfacial forces in aqueous media. *Marcel Dekker, New York*, 1994. 22

[37] G.A. Donnan et al. Stroke. *The Lancet*, 371 :1612–1623, 2008. 28

[38] M.J. Jensen, G. Goranovic, and H. Bruus. The clogging pressure of bubbles in hydrophilic microchannel contractions. *J. Micromech. Microeng*, 14 :876–883, 2004. 28

[39] S.H. Park, T. Yamaguchi, and S. Nakao. Transportmechanism of deformable droplets in microfiltration of emulsions. *Chemical Engineering Science*, 56 :3539–3548, 2001. 28

[40] P.G. de Gennes. Wetting : statics and dynamics. *Rev. Mod. Phys.*, 57 :827–863, 1985. 32, 108, 149

[41] L. Mahadevan and Y. Pomeau. Rolling droplets. *Phys. Fluids*, 11 :2449–2453, 1999. 36

[42] P. Aussillous and D. Quere. Properties of liquid marbles. *Proc. R. Soc.*, 462 :973–999, 2006. 36, 38

[43] P. Aussillous. Les gouttes enrobées. *Thèse*, 2002. 37

[44] A. A. Mills. Newton's water clocks and the fluid mechanics of clepsydrae. *Notes Rec. R. Soc. Lond.*, 37 :35–61, 1982. 48

[45] C. Clanet. Clepsydrae, from galilei to torricelli. *Phys. Fluids*, 12 :2743–, 2000. 48

[46] Van Dyke. The electric network equivalent of piezoelectric resonator. *Phys. Rev.*, 25 :895, 1925. 48

[47] M. Prakasch and N. Gershenfeld. Microfluidic bubble logic. *Science*, 315 :832–835, 2007. 48

[48] M. Joanicot and A. Aldari. Droplet control for microfluidics. *Science*, 309 :887–888, 2005. 48

[49] J. Plateau. Statique expérimentale et théorique des liquides soumis aux seules forces moléculaires. *Gauthier-Villars, Paris*, 1873. 52, 66

[50] Lord Rayleigh. On the capillary phenomena of jets. appendix I. *Proc. R. Soc. Lond. A*, 1879. 52, 66, 68

[51] G.I. Taylor. The instability of liquid surfaces when accelerated in a direction perpendicular to their planes. *Proc. Roy. Soc., London*, 201 :192, 1950. 55, 66

[52] F. P. Bretherton. The motion of long bubbles in tubes. *J. Fluid Mech.*, 10 :166–188, 1961. 59, 70

[53] J. H. Snoeijer, J. Ziegler, B. Andreotti, M. Fermigier, and J. Eggers. Thick films of viscous fluid coating a plate withdrawn from a liquid reservoir. *Phys. Rev. Letters*, 100 :244502, 2008. 59

[54] P. G. Saffman and G. I. Taylor. The penetration of a fluid into a porous medium or hele-shaw cell containing a more viscous liquid. *Proc. R. Soc. A*, 245 :312–329, 1958. 59

[55] P. Aussillous and D. Quere. Quick deposition of a fluid on the wall of a tube. *Phys. Fluid*, 12 :2367–2371, 2000. 61

[56] F. Savart. Annales de chimie. 53 :337, 1833. 67

[57] J. Eggers. Nonlinear dynamics and breakup of free-surface flows. *Rev. Mod. Phys.*, 69 :865–930, 1997. 67

[58] S. Chandrasekhar. Hydrodynamic and hydromagnetic stability. *Dover*, 1961. 67

[59] V. Duclaux, C. Clanet, and D. Quéré. The effects of gravity on the capillary instability in tubes. *J. Fluid Mech.*, 556 :217–226, 2006. 67

[60] M. Fermigier, L. Limat, J.E. Wesfreid, and P. Boudinet. Two-dimensional patterns in rayleigh-taylor instability of a thin layer. *J. Fluid. Mech*, 236 :349–383, 1992. 68

[61] P.G. de Gennes, F. Brochard-Wyart, and D. Quéré. Gouttes, bulles, perles et ondes. *Editions Belin, collection échelles*, 2005. 68

[62] C. Clanet, P. Héraud, and G. Searby. On the motion of bubbles in vertical tubes of arbitrary cross-sections : some complements to the dumitrescu-taylor problem. *J. Fluid Mech.*, 519 :359–376, 2004. 69

[63] D.T. Dumitrescu. Strömung an einer luftblase im senkrechten rohr. *Z. Angew. Math. Mech.*, 23 :139–149, 1943. 69

[64] G.I. Taylor. Deposition of a viscous fluid on the wall of a tube. *J. Fluid Mech.*, 10 :161, 1961. 69

[65] D.A. Reinelt. The rate at which a long bubble rises in a vertical tube. *J. Fluid Mech.*, 175 :557–565, 1987. 70

[66] J.L. Drury and M. Dembo. Hydrodynamics of micropipette aspiration. *Biophysical Journal*, 76 :110–128, 1999. 74

[67] A. Mgharbel, H.D. Ayari, and J.P. Rieu. Measuring accurately liquid and tissue surface tension with a compression plate tensiometer. *HFSP Journal*, 3 :213–221, 2009. 74

[68] P. Marmottant et al. The role of fluctuations and stress on the effective viscosity of cell aggregates. *PNAS*, 106 :17271–17275, 2009. 74

[69] K. Piroird. Dynamiques "spéciales" de gouttes non-mouillantes. *Thèse*, 2011. 78, 85, 86, 89, 159

[70] Z. Dagan, S. Weinbaum, and R. Pfeffer. An infinite-series solution for the creeping motion through an orifice of finite length. *J. Fluid Mech.*, 115 :505–523, 1982. 84, 155

[71] R.A. Sampson. On stoke's current function. *Philos. Trans. R. Soc. London A*, 182 :449–518, 1891. 85

[72] F.C. Johansen. Flow through pipe orifices at low reynolds numbers. *Proc. R. Soc. Lond. A*, 126 :231–245, 1930. 86

[73] S. Philippon, G. Sutter, J. Dedourge, and A. Molinari. Etude expérimentale du frottement. *International Journal of Mechanical Production Systems Engineering, High Speed Machining*, pages 57–60, 2003. 94

[74] S. Rajagopalan and V. Prakash. A modified torsional kolsky bar for investigating dynamic friction. *Experimental Mech.*, 39 :295–303, 1999. 94

[75] M. Brun, A. Drezet, H. Mariette, N. Chevalier, J. C. Woehl, and S. Huant. Remote optical addressing of single nano-objects. *Europhysics Letters*, 64 :634, 2003. 94

[76] R. Taub. Liver regeneration : from myth to mechanism. *Nat. Rev. Mol. Cell Biol.*, 5 :836–847, 2004. 104

[77] E. Gonzales et al. Atp release after partial hepatectomy regulates liver regeneration in the rat. *Journal of Hepatology*, 52 :54–62, 2010. 104

[78] W.G. Li, X.Y. Luo, S.B. Chin, N.A. Hill, A.G. Johnson, and N.C. Bird. Non-newtonian bile flow in elastic cystic duct : One- and three-dimensional modeling. *Biomed.l and Life Sc.*, 36 :1893–1908, 2008. 105

[79] J. Bico and D. Quéré. Note : Falling slugs. *Journal of Colloid and Interface Science*, 243 :262–264, 2001. 105, 106

[80] OE. Jensen. Draining collars and lenses in liquid-lined vertical tubes. *J Colloid Interface Sci.*, 221 :38–49, 2000. 105

[81] S.I. Newton. Principia. 1687. 115

[82] W. Weber. *Ann. Phys. Chem.*, 34 :247, 1835. 116

[83] E.C. Bingham. The history of the society of rheology from 1924 to 1944. 1944. 116

[84] H.A. Barnes, J.F. Hutton, and K. Walters. An introduction to rheology. *Elsevier SC. publisher*, 1983. 116, 167

[85] R.G. Larson. The structure and rheology of complex fluids. *Oxford Univercity Press*, 1999. 116

[86] W. Ostwald. *Colloid*, 36 :99, 1925. 117

[87] J.E. Costa and R.L. Schuster. The formation and failure of natural dams. *GSA Bulletin*, 100 :1054–1068, 1988. 117

[88] E.C. Bingham. Fluidity and plasticity. *McGraw-Hill Book Co., New-York*, 1922. 117

[89] W. Herschel and R. Bulkley. *Koll.Z.*, 39 :291, 1939. 117, 127, 167

[90] J.C. Maxwell. On the dynamical theory of gases. *Phil. Trans. Roy. Soc., London*, 157 :49–88, 1867. 117

[91] The cambridge polymer group silly putty eggs. *Cambridge Polymer Group*, 2002. 117

[92] J.E. McKinney, H.V. Belcher, and R.S. Marvin. The dynamic compressibility of a rubber-sulfur vulcanizate and its relation to free volume. *Trans. Soc. Rheology*, 4 :347–362, 1960. 121

[93] H.A. Barnes. *J. non-Newt. Fl. Mech*, 70 :1, 1997. 121, 125

[94] A.A. Khan, H.M. Khan, and H. Delincee. *Food Control*, 16 :141–146, 2005. 124

[95] M. Villarini, G. Scassellati-Sforzolini, M. Moretti, and R. Pasquini. *Cell. Biol. Toxicol.*, 16 :285–292, 2000. 124

[96] V. C. Lopez, J. Hadgraft, and M. J. Snowden. *Int. J. Pharm.*, 292 :137–147, 2005. 124

[97] M. Boissiere, P.J. Meadows, R. Brayner, C. Helary, J. Livage, and T. Coradin. *J. Mater. Chem.*, 16 :1178–1182, 2006. 124

[98] M.T. Islam, N. Rodriguez-Hornedo, S. Ciotti, and C. Ackermann. *Pharm. Res.*, 21 :1192–1199, 2004. 124

[99] J.M. Piau. Carbopol gels : elastoviscoplastic and slippery glasses made of individual swollen sponges. meso and macroscopic properties, constitutive equations and scaling laws. *J. non-Newt. Fluid Mech.*, 144 :1–29, 2007. 124

[100] F.K. Oppong, L. Rubatat, B.J. Friskein, A.E. Bailey, and J.R. de Bruyn. Microrheology and structure of a yield-stress polymer gel. *Phys. Rev. E.*, 73, 2006. 124

[101] L.H. Luu. Impact de gouttes de fluides à seuil : rhéologie, splash et cratères. *Thèse*, 2011. 124

[102] M. Amoura, N. Zeraibi, and M. Gareche. Etude comparative de modèles rhéologiques : Application au carbopol 940. *AFM, Maison de la Mécanique*, 2007. 127

[103] M. Cloitre, R. Borrega, F. Monti, and L. Leiber. Glassy dynamics and flow properties of soft colloidal pastes. *Phys. Rev. Let.*, 90 :068303, 2003. 129

[104] A.R. Pries, T.W. Secomb, and P. Gaehtgens. Biophysical aspects of blood flow in the microvasculature. *Elsevier Sc., Cardiovascular Research*, 32 :654–667, 1996. 142

[105] H.M. Phillips and M.S. Steinberg. Embryonic tissues as elesticoviscous liquids. i. rapid and slow shape changes in centrifuged cell aggregates. *Cell Sci.*, 30 :1–20, 1978. 144, 146

[106] M.S. Steinberg. Specific cell ligands and the differential adhesion hypothesis : How do they fit together ? *Specificity of Embryologica Interactions, ed. D. G. Garrod*, pages 97–130, 1978. 144

[107] G.W. Schmid-Schonbein, K.L.P. Sung, H. Tozeren, R. Skalak, and S. Chien. Passive mechanical properties of human leukocytes. *Biophys. J.*, 36 :243–256, 1981. 146

[108] S. Chien, G.W. Schmid-Schonbein, K.L.P. Sung, E.A. Schmalzer, and R. Skalak. Viscoelastic properties of leukocytes. in white cell mechanics : Basic science and clinical aspects. *Alan R. Liss, Inc, New York*, pages 19–51, 1984. 146

[109] K.L.P. Sung, C. Dong, G.W. Schmid-Schonbein, S. Chien, and R. Skalak. Leukocyte relaxation properties. *Biophys. J.*, 54 :331–336, 1988. 146

[110] R.A. Foty, C.M. Pfleger, G. Forgacs, and M.S. Steinberg. Surface tensions of embryonic tissues predict their mutual envelopment behavior. *Development, The Company of Biologists Limited*, 122 :1611–1620, 1996. 146, 147, 148, 149

[111] M.S. Steinberg and M. Takeichi. Experimental specification of cell sorting, tissue spreading, and specific spatial patterning by quantitative differences in cadherin expression. *PNAS*, 91 :206–209, 1994. 147

[112] R. Gordon, N.S. Goel, M.S. Steinberg, and L.L. Wiseman. A rheological mechanism sufficient to explain the kinetics of cell sorting. *J. Theor. Biol.*, 37 :43–73, 1972. 146

[113] J. Frenkel. Viscous flow of crystalline bodies under the action of surface tension. *J. Phys.*, 9 :385–390, 1945. 146

[114] Marmottant et al. The role of fluctuations and stress on the effective viscosity of cell aggregates. *PNAS*, 106 :17271–17275, 2009. 147, 148, 157, 165

[115] J.P. Trinkaus and P.W. Groves. Differentiation in culture of mixed aggregates of dissociated tissue cells. *PNAS*, 41 :787–795, 1955. 149

[116] M.S. Steinberg. On the mechanism of tissue reconstruction by dissociated cells. III. free energy relations and the reorganization of fused heteronomic tissue fragments. *PNAS*, 48 :1769–1776, 1962. 149

[117] M.S. Steinberg. Reconstruction of tissues by dissociated cells. *Science*, 141 :401–408, 1963. 149

[118] M.T. Armstrong and P.B. Armstrong. Mechanisms of epibolic tissue spreading analyzed in a model morphogenetic system. *J. Cell Sci.*, 102 :373–385, 1992. 149

[119] S. Douezan, K. Guevorkian, R. Naouar, S. Dufour, D. Cuvelier, and F. Brochard-Wyart. Spreading dynamics and wetting transition of cellular aggregates. *PNAS*, 108 :7315–7320, 2011. 149, 150

[120] P.L. Ryan, R.A. Foty, J. Kohn, and M.S. Steinberg. Tissue spreading on implantable substrates is a competitive outcome of cell-cell vs. cell-substratum adhesivity. *PNAS*, 98 :4323–4327, 2001. 149, 151

[121] J. Bico, C. Marzolin, and D. Quéré. Pearl drops. *Europhys. Lett.*, 47 :220–226, 1999. 150

[122] P.G. de Gennes and A.M. Cazabat. Spreading of a stratified incompressible droplet. *CR Acad Sc.*, 2 :1601–1606, 1990. 150

[123] D. Cuvelier et al. The universal dynamics of cell spreading. *Curr. Biol.*, 17 :694–699, 2007. 150

[124] F. Michel and MER Shanahan. Kinetics of the jkr experiment. *CR Acad Sci Paris*, 2 :17–20, 1990. 150

[125] A.M. Cazabat, N. Fraysse, F. Heslot, and P. Carles. Spreading at the microscopic scale. *J. Phys. Chem.*, 94 :7581–7585, 1990. 150

[126] F. Brochard-Wyart, J.M. di Meglio, D. Quéré, and P.G. de Gennes. Spreading of nonvolatile liquids in a continuum picture. *Langmuir*, 7 :335–338, 1991. 150

[127] Y.S. Chu et al. Force measurements in e-cadherin-mediated cell doublets reveal rapid adhesion strengthened by actin cytoskeleton remodeling through rac and cdc42. *J. Cell Biol.*, 167 :1183–1194, 2004. 151

[128] K. Guevorkian and D. Gonzales-Rodriguez et al. Mechanosensitive shivering of model tissues under controlled aspiration. *PNAS*, 2011. 156

[129] R.A. Foty, G. Forgacs, C.M. Pfleger, and M.S. Steinberg. Liquid properties of embryonic tissues : Measurement of interfacial tensions. *Phys. Rev. Lett.*, 72 :2298–2301, 1994. 155, 165

[130] A. Mgharbel, H. Delanoe-Ayaria, and J.P. Rieub. Measuring accurately liquid and tissue surface tension with a compression plate tensiometer. *HFSP Journal*, 3 :213–221, 2009. 155, 157, 165

[131] G. Forgacs, R.A. Foty, Y. Shafrir, and M.S. Steinberg. Viscoelastic properties of living embryonic tissues : a quantitative study. *Biophys. J.*, 74 :2227–2234, 1998. 155, 158, 165

Resumé

Intéressés par la caractérisation d'objets biologiques de faibles volumes (bile, agrégats cellulaires), nous élaborons un rhéomètre par aspiration capillaire. Les propriétés physiques du fluide, aspiré à pression contrôlée, sont mesurées à partir de la déformation et de la dynamique du fluide dans le capillaire.

Nous étalonnons d'abord le rhéomètre avec des fluides Newtoniens. La pression critique liée à la déformation initiale de l'interface dans le capillaire, donne une mesure de sa tension de surface. Le profil d'avancée du fluide, en fonction de la pression d'aspiration, donne une mesure de sa viscosité. En aspirant à pression constante ou à pression variable (linéaire en temps), nous étendons le domaine aux viscosités allant de 10^{-3} (bile) à 10^5 $Pa.s$ (agrégats cellulaire), une gamme adéquate pour l'étude d'objets biologiques.

Nous utilisons ensuite ce dispositif pour caractériser certains fluides complexes. Nous choisissons le carbopol dont la contrainte évolue selon la loi d'Herschel-Bulkley. La pression critique d'aspiration donne une mesure de la tension de surface et de la contrainte seuil du carbopol. Aspiré à pression linéaire en temps, le carbopol entre à vitesse constante et nous en déduisons ses paramètres rhéologiques. Enfin, nous aspirons des agrégats cellulaires aux propriétés viscoélastiques. L'aspiration à pression constante donne une mesure de la viscosité de l'agrégat aux temps longs, tandis que l'aspiration à pression variable, donne une valeur de l'élasticité de l'agrégat.

Abstract

Interested in characterizing biological matters of small volumes (bile, cellular aggregates), we develop a capillary aspiration rheometer. We measure the physical properties of the fluid by its deformation and dynamics in the capillary according to the aspiration power.

We first test the system with Newtonian fluids. The critical pressure above which the fluid moves, is linked to the initial interface deformation in the capillary and gives a measurement of the surface tension. The displacement of the fluid corresponding to an imposed pressure gives a measurement of the viscosity η. Aspirating at constant pressure or at a variable pressure (linearly with time), we extend the domain of viscosities from 10^{-3} (bile) to 10^5 $Pa.s$ (cellular aggregates). This range is adequate for biological material.

Then we use the system to characterize different complex fluids. We choose the carbopol which stress follows the Herschel-Bulkley law. The critical pressure gives a measurement of the surface tension and minimal stress of carbopol. Aspirated at a pressure linear in time, the carbopol moves at constant velocity and we measure its rheological parameters. Finally, we aspirate cellular aggregates with viscoelastic properties. The aspiration at constant pressure gives a measurement of aggregates viscosity at large times, while the aspiration at variable pressure gives a measurement of the aggregates elasticity.