



**HAL**  
open science

## Evaluation d'une méthode d'imagerie X en microfluidique : cas du remplissage de microcanaux en forme de " T "

Alexandre Vabre, Samuel Legoupil, Erwan Manach, Olivier Gal, Stéphane Colin, Sandrine Geoffroy, Anne Marie Gué

### ► To cite this version:

Alexandre Vabre, Samuel Legoupil, Erwan Manach, Olivier Gal, Stéphane Colin, et al.. Evaluation d'une méthode d'imagerie X en microfluidique : cas du remplissage de microcanaux en forme de " T ". La Houille Blanche - Revue internationale de l'eau, 2006, 5, pp.33 - 39. 10.1051/lhb:2006082 . hal-01882154

**HAL Id: hal-01882154**

**<https://hal.science/hal-01882154v1>**

Submitted on 17 Oct 2023

**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.

# Evaluation d'une méthode d'imagerie X en microfluidique : cas du remplissage de microcanaux en forme de « T »

## *X-Ray imaging method evaluation in microfluidics: case of a «T» shaped microchannel filling*

Alexandre Vabre <sup>1</sup>, Samuel Legoupil, Erwan Manach, Olivier Gal

Laboratoire d'Intégration des Systèmes et des Technologies  
CEA Saclay

Stéphane Colin, Sandrine Geoffroy

Laboratoire de Génie Mécanique de Toulouse  
LGMT – INSA Toulouse

Anne-Marie Gué

Laboratoire d'Analyse et d'Architecture des Systèmes  
LAAS – CNRS Toulouse

*X-rays methods assessment in microfluidics: case of "T" shaped microchannels filling. Fluid flows within «T» or «Y» shaped microchannels are deeply studied in order to develop adapted modeling approaches and experimental techniques. Our technological choice lies on the attenuation measurement of X-ray in matter. The main advantage of this non-intrusive technique is to be implemented on medias opaque to visible light. Moreover, X-rays methods may achieve better spatial resolutions as compared to optical methods because of their much lower wavelength. In order to validate this X-ray method, measurements obtained by this technique are compared with direct measurements carried out on similar microchannels. Finally, experimental results are compared with a theoretical model.*

### I ■ INTRODUCTION

L'acquisition de données expérimentales dans les microsystèmes est de premier intérêt en vue de qualifier leur fonctionnement et de caler les modèles numériques (cf. Colin [2004], Lalonde [2001], Nguyen [2002] et Karniadakis [2000]). Des microcanaux de section rectangulaire ont été gravés au LAAS par une technique de DRIE (Deep Reactive Ion Etching). Ils sont fermés sur leur face supérieure par une plaque de verre fixée par collage anodique. La profondeur des microcanaux est 50 µm, la largeur selon les échantillons prenant la valeur de 20, 50 ou 100 µm. Des expériences de remplissage ont été menées par le LGMT et le CEA (voir la figure 1). Dans le cas du CEA, le fluide utilisé est de l'éthanol. Dans le cas du CEA, le fluide est de l'eau contenant un agent de contraste en très faible quantité.

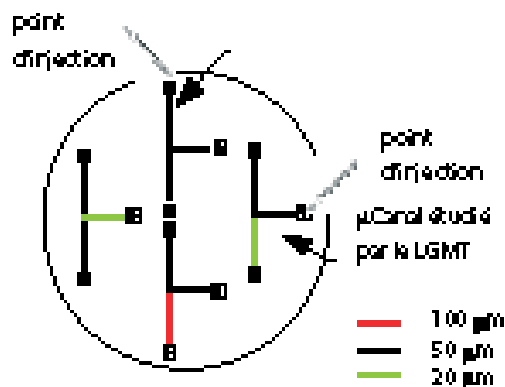


Figure 1 : Plaquette en silicium, support de quatre micro canaux connectés en « T » et en « Y ».

1. CEA Saclay, DRT/LIST, 91191 Gif sur Yvette cedex tél. : 33 (0)1 69 08 50 47 – fax : 33 (0)1 69 08 60 30 email : alexandre.vabre@cea.fr

II ■ REMPLISSAGE DU MICRO CANAL – CEA

Les rayons X sont classiquement utilisés pour l'analyse de matériaux (analyses élémentaire et structurale, la recherche de défauts). Dans ce domaine, des caractéristiques à l'échelle atomique peuvent être obtenues, sur des structures cristallines. On peut citer la diffraction X, la diffusion aux petits angles ou l'analyse par fluorescence X ou les méthodes d'absorption (cf. Barouch [2004] et Stutz [2002]).

Les performances accessibles aujourd'hui sont le résultat d'un effort continu de développements tirés par les domaines de l'imagerie médicale, des sciences des matériaux ou de la microélectronique. Les sources de rayons X sont caractérisées par une très bonne stabilité à des courants / tensions élevés, un foyer de dimension inférieure au micron. Par ailleurs les détecteurs de rayons X à haute résolution spatiale, faible bruit et forte fréquence d'acquisition sont maintenant disponibles à l'échelle du laboratoire.

La solution couramment retenue pour disposer d'un flux important de photons est l'utilisation d'un rayonnement synchrotron Baruchel [2000]. En outre, la monochromaticité et principalement la résolution spatiale accessible sont considérables. Notre choix porte sur l'utilisation d'équipements de laboratoire et donc d'utiliser un générateur de rayons X.

Les mesures ont été réalisées dans nos laboratoires et visent à évaluer la vitesse d'écoulement d'un fluide dans un microcanal en forme de « T ». Le banc expérimental a été adapté à la géométrie du microcanal, à l'énergie et à la fluence du générateur ainsi qu'aux paramètres du détecteur.

● II.1 Dispositif expérimental

Le banc expérimental est conçu en vue de réaliser des mesures des conditions de remplissage de microcanaux en forme de « T ». Ces mesures présentent d'importantes difficultés :

- le contraste est très faible entre les mesures dans le microcanal et le substrat (de l'ordre de 1 %),
- les vitesses d'écoulement sont relativement importantes (1 cm/s).

Des simulations par méthode de Monte Carlo (MCNP, Monte Carlo N-Particles, Los Alamos) ont été réalisées pour déterminer un compromis entre la géométrie optimale de mesures, l'énergie des rayons X pour avoir le meilleur contraste et les caractéristiques du détecteur.

Comme indiqué précédemment, nous avons choisi d'utiliser un générateur X microfoyer comme source de rayonnements. Ce générateur présente l'avantage de pouvoir réaliser un zoom géométrique en plaçant l'objet prêt du foyer du générateur tout en garantissant un flou limité dans l'image détectée. Deux facteurs de grossissement 5 et 20 ont été testés. La tension d'accélération du générateur utilisée au cours des essais est comprise entre 20 et 30 kV. La figure 2 présente un spectre pour 20 kV, on peut y observer un spectre continu en énergie.

Le principe de fonctionnement du détecteur est d'utiliser un convertisseur pixélisé (silicium) couplé à un CMOS. Les difficultés de mise en œuvre sont nombreuses en termes d'efficacité de détection et de résolution spatiale. Le détecteur Medipix2 utilisé dans la suite réalise une détection directe des photons dans un substrat semi-conducteur collé sur une puce pixélisée de comptage. Il présente une bonne efficacité de détection pour les basses énergies (voir

la figure 3). Une description complète de ce détecteur ainsi que de son logiciel d'acquisition sont disponibles sur le site internet de la collaboration Medipix2 (cf. Medipix2 [2002-2005]), et dans les références bibliographiques Llopart [2001] et Conti [2003].

Le banc expérimental est présenté ci-dessous figure 4.

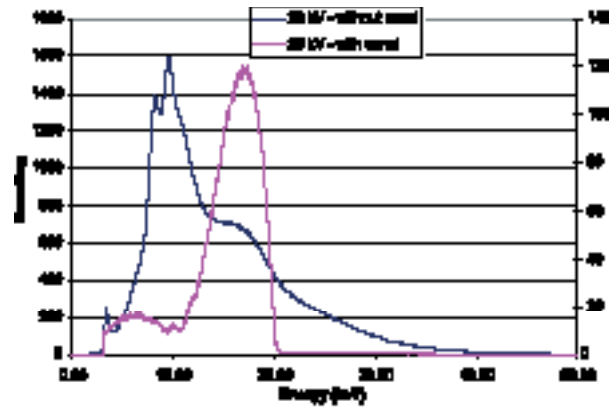


Figure 2 : Mesure du spectre d'émission du générateur (20 kV).

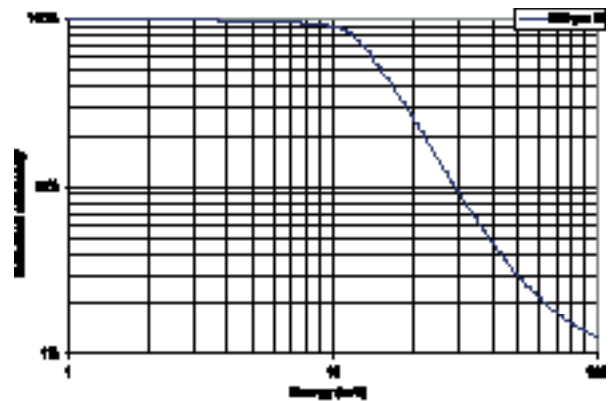


Figure 3 : Efficacité de détection du détecteur (silicium 300 µm).

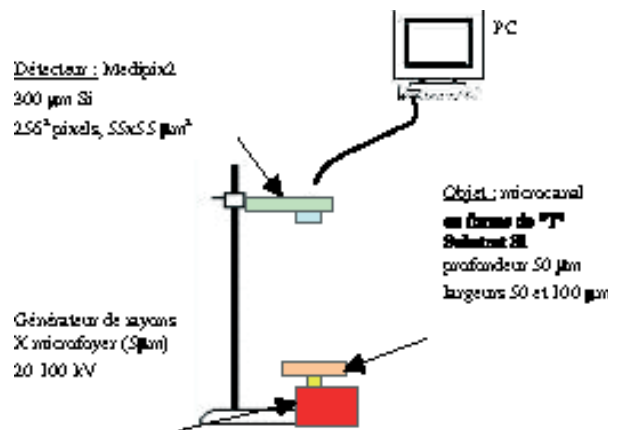


Figure 4 : Représentation du banc expérimental.

## ● II.2 Résultats et interprétation

La **résolution spatiale** dans les images qui suivent est définie par la LMH (largeur à mi-hauteur) d'une fonction gaussienne convoluée avec un objet « porte » qui s'ajuste de façon optimale avec les données expérimentales.

La **vitesse d'écoulement du fluide** est définie en comparant les positions à mi-hauteur de deux fronts successifs (voir la figure 9). Les fronts sont déterminés sur des tracés de profils des images mesurées. La distance entre deux fronts est alors déterminée. La vitesse d'écoulement est cette distance ramenée au temps total entre deux images.

Le **contraste** dans l'image est défini comme la variation du signal enregistré sur le détecteur entre la zone substrat et la zone microcanal.

Deux séries d'acquisition ont été réalisées. Les images en statique (sans écoulement) qui ont pour but d'évaluer les résolutions spatiales et les contrastes atteints sur le banc expérimental. Les images en dynamique (avec écoulement) qui ont pour but d'évaluer les vitesses d'écoulement du fluide dans les microcanaux. Pour les images en statique, les zooms 5 et 20 ont été testés. Pour les images en dynamique, seulement le zoom 5 a été testé pour garantir un champ d'observation suffisant du microcanal (2.8 x 2.8 mm<sup>2</sup>). En effet avec un zoom 20 la zone d'observation est beaucoup trop réduite (0.7 x 0.7 mm<sup>2</sup>). De plus un compromis entre la distance source / détecteur et fluence de photons a dû être réalisé, un facteur 16 est observé sur la valeur de la fluence entre les deux configurations de zoom.

### Images statiques

#### Zoom 20 (2.75 µm/pixel)

L'image obtenue avec le détecteur est présentée figure 5. Le profil correspondant, après rotation pour corriger l'inclinaison du canal et intégration sur 100 lignes, est présenté figure 6.

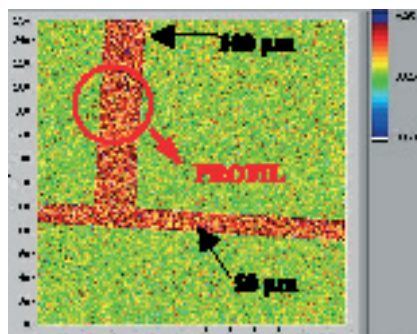


Figure 5 : Image Statique (zoom 20).

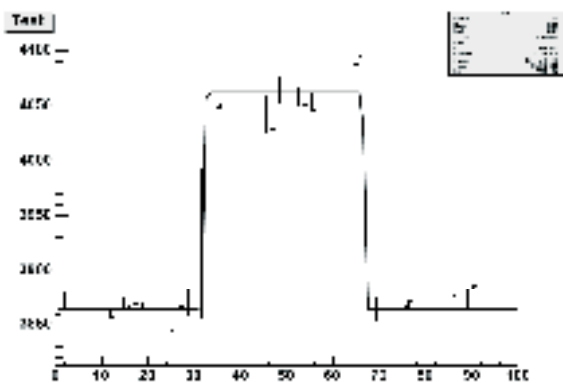


Figure 6 : Profil statique (zoom 20).

La largeur mesurée (à mi-contraste) est 102 µm et la résolution spatiale maximale obtenue, comme définie précédemment, est de 10 µm. Cette valeur est très acceptable pour la suite des expérimentations. Le résultat est très important, en effet, avec une taille de foyer de 5 µm pour le générateur de rayons X, il a été possible d'atteindre une résolution spatiale double. Le contraste mesuré entre le substrat et le microcanal vaut 5 %.

#### Zoom 5 (11 µm/pixel)

L'image obtenue avec le détecteur est présentée figure 7. Le profil correspondant, après rotation pour corriger l'inclinaison du canal et intégration sur 100 lignes, est présenté figure 8.

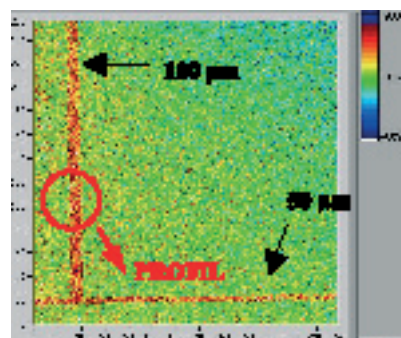


Figure 7 : Image Statique (zoom 5).

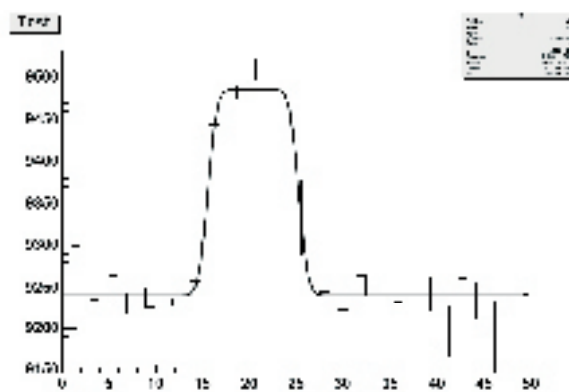


Figure 8 : Profil statique (zoom 5).

La largeur mesurée (à mi-contraste) est 110 µm et la résolution spatiale maximale obtenue, comme définie précédemment, est de 20 µm. Cette valeur est acceptable pour obtenir une bonne estimation de la vitesse d'écoulement du fluide. Le contraste mesuré entre le substrat et le microcanal vaut 2.5 %.

### Images dynamiques

Le microcanal de 100 µm est maintenant rempli par un fluide (eau + produit de contraste). Le fluide s'écoule dans la structure par pompage capillaire. Les mesures par rayons X sont présentées figure 9. Le rapport signal sur bruit est faible car le temps de mesure est très court (16 Hz avec 50 ms de temps mort sur le détecteur). Il est à noter qu'une telle valeur de temps mort est liée à un problème au cours de l'acquisition. Dans ces conditions, le temps de pose est de 10 ms par image. C'est le temps le plus court qu'il a été possible d'atteindre dans nos expériences à la fois en terme de flux d'émission du générateur de rayons X et de conditions de fonctionnement acceptables pour le détecteur Medipix2.

Les acquisitions ont été réalisées à 40 kV avec la puissance de fonctionnement maximale pour le générateur. Les conditions idéales en terme de contraste sont obtenues pour une tension de 20 kV, mais pour cette valeur la fluence de photons sur le détecteur est trop faible. Un compromis a donc été réalisé pour dégrader le contraste et dans le même temps augmenter le niveau du signal. Un ordre de grandeur est que pour une tension de 20 kV, le contraste vaut 6 % avec une atténuation de 70 % de la fluence de photons, tandis que pour une tension de 40 kV, le contraste vaut 3 % avec une atténuation de 40 %.

Les images obtenues au cours des acquisitions ont été filtrées pour permettre une meilleure lisibilité. Les images obtenues sont présentées figure 9.

Dans le but de déterminer les valeurs des vitesses d'écoulement du fluide, des profils ont été extraits des images précédentes le long des axes X et Y. Ces profils sont présentés figures 10 et 11.

A partir des graphes précédents, les vitesses d'écoulement mesurées dans les deux microcanaux (50 et 100  $\mu\text{m}$ ) sont du même ordre, la vitesse moyenne obtenue est 1.8 cm/s.

A partir des 4 fronts identifiés sur les images précédentes (voir figures 9, 10 et 11), le tracé de la position du ménisque  $s(t)$  a été établi (fig. 12).

### III ■ REMPLISSAGE DU MICRO CANAL – LGMT

#### ● III.1 Dispositif expérimental

Le dispositif expérimental (voir la figure 13) est composé de deux glissières :

— une glissière horizontale sur laquelle est fixée une plateforme accueillant les plaquettes et permettant de les faire coulisser sur le plan (x,y),

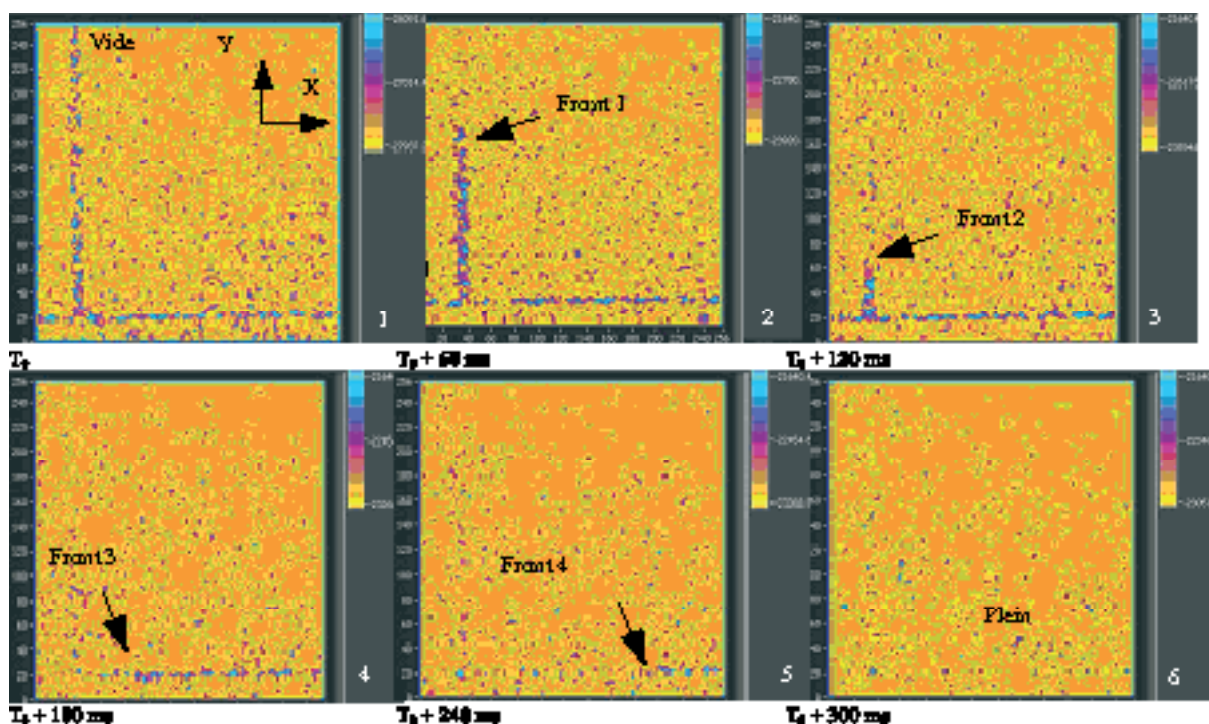


Figure 9 : Images de l'écoulement.

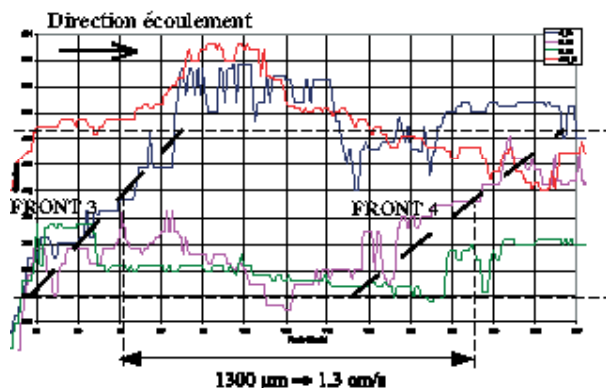


Figure 10 : Profils en X des fronts d'écoulement.

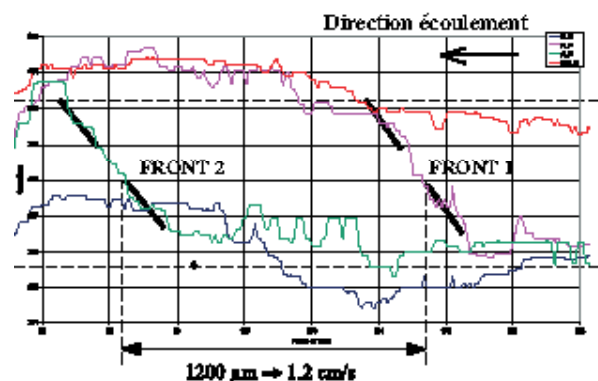


Figure 11 : Profils en Y des fronts d'écoulement.

— une glissière verticale sur laquelle est fixée la caméra et permettant de la faire coulisser sur le plan (y,z).

Un zoom similaire à ceux de microscopes est monté sur une caméra rapide et permet de suivre l'évolution du front de remplissage et son comportement au niveau des bifurcations. Deux caméras ont été utilisées : une caméra CCD (60 im/s) et une camera rapide APX Photon (2 000 im/s) prêtée par la plateforme FERMAT dans le cadre d'une collaboration avec le LGC. Les séquences acquises sont ensuite traitées avec le logiciel Image Pro Plus.

### ● III.2 Résultats expérimentaux

On présente sur la figure 14 le remplissage du micro canal de largeur 50µm-50µm-20µm. La séquence d'images a été acquise avec la caméra APX Photon (2 000 im/s).

Le traitement des images a été réalisé uniquement dans la zone de « pied » du « T » (branche de droite). Un total de 420 images est obtenu sur 210 ms.

La position du ménisque  $s(t)$  est représentée figure 15, l'origine étant prise au niveau du réservoir.

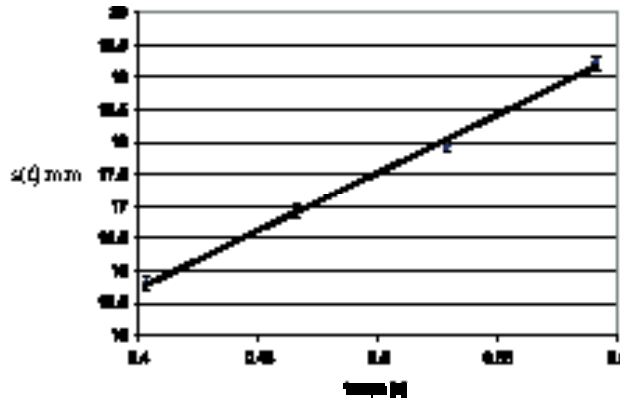
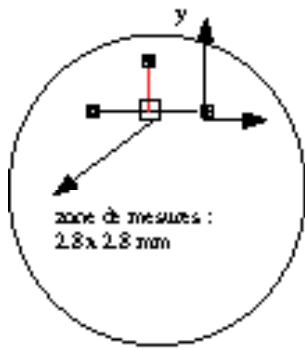


Figure 12 : Evolution de la position du ménisque au cours du temps.

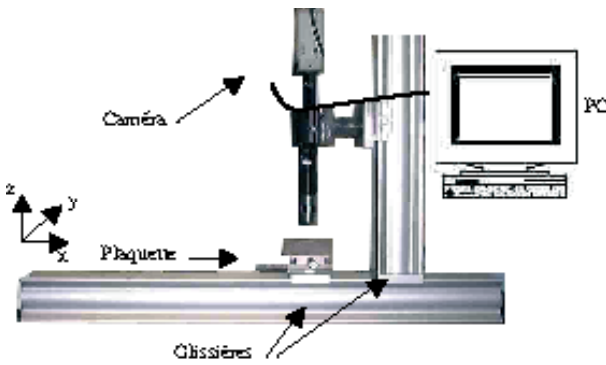


Figure 13 : dispositif expérimental.

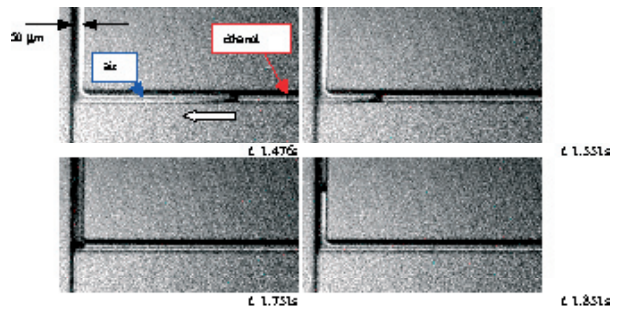


Figure 14 : Images obtenues avec la caméra APX Photon (512\*512 pixels<sup>2</sup>, 2 000 im/s).

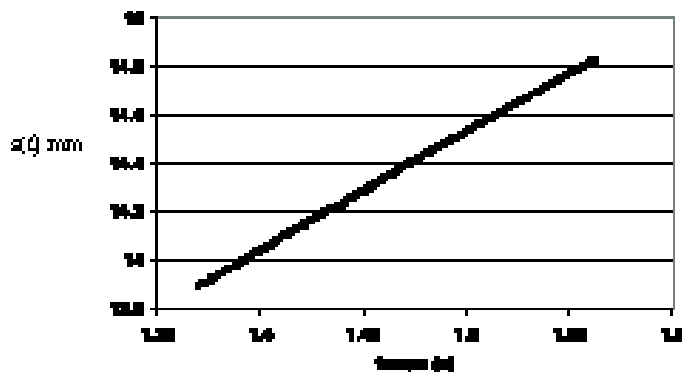
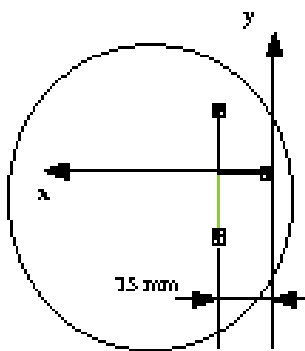


Figure 15 : Position du ménisque en fonction du temps avant l'intersection du micro canal (remplissage de la branche droite du « T »).

IV ■ THEORIE

Les résultats expérimentaux obtenus sont enfin confrontés à un modèle théorique, dérivé de celui proposé par Ichikawa [2003], avec certaines corrections, apportées notamment à la vitesse moyenne dans une section. D'après Stone [2004], cette vitesse vaut

$$\frac{ds}{dt} = s = C \frac{G b^3}{\mu} \quad (1)$$

avec :  $C = \frac{1}{12} \left( 1 - \frac{192 b^3}{\pi^3 w^3} \right)$  pour  $b = a = 20 \mu m$

où  $s(t)$  est la position du ménisque,  $G$  le gradient de pression et  $h$  et  $w$  respectivement la hauteur et largeur du canal.

En faisant un bilan de quantité de mouvement (cf. Ichikawa [2003]), on trouve alors :

$$\mu \frac{ds}{dt} = \sigma \cos \theta - \mu \frac{w}{h} s \quad (2)$$

où  $\sigma$  est la tension superficielle et  $\theta$  l'angle de contact. Le terme de droite est la variation de quantité de mouvement, celui de gauche la résultante des forces appliquées, l'une motrice liée à la capillarité, l'autre frein liée aux forces visqueuses.

Ce bilan quantifie cette compétition entre forces visqueuses et capillaires et permet de calculer l'évolution temporelle de l'interface liquide/gaz dans le microcanal.

En supposant  $s = 0$  et  $\dot{s} = 0$  à l'instant initial et en notant  $\alpha = \frac{2 \sigma \cos \theta}{\mu} (1 + \epsilon)$  et  $b = \frac{\mu}{w^2 \rho C \epsilon^2}$  (avec  $\epsilon = h/w$  le rapport de forme), la solution de cette équation différentielle est :

$$s = \frac{2 \sigma \cos \theta}{\mu} \left( 1 - \frac{1}{\sqrt{1 + \alpha t}} \right) \quad (3)$$

Comme  $b \gg a$  pour  $t > 0.1 s$ , on obtient l'expression simplifiée :

$$s = \sqrt{\frac{2 \alpha t}{b}} \quad (4)$$

La figure 16 représente la position théorique du ménisque en fonction de l'angle de contact pour un microcanal tel que  $h = w = 50 \mu m$  et avec de l'éthanol pour lequel  $\sigma = 2.41 \cdot 10^{-2} N.m$ .

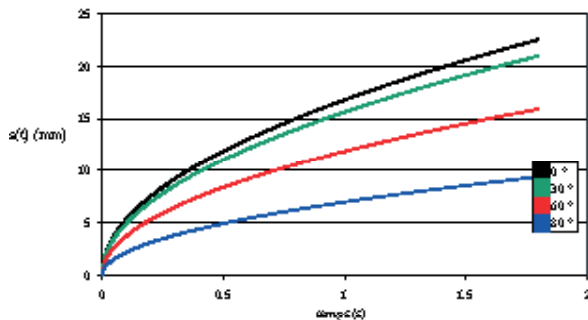


Figure 16 : Position théorique du ménisque en fonction du temps pour différents angles de contact.

V ■ COMPARAISON : THEORIE – EXPERIENCE : LGMT CEA

Pour les expériences réalisées au LGMT :  $h = w = 50 \mu m$  et  $\sigma = 2.4 \cdot 10^{-2} N.m$  (éthanol). Les résultats numériques et expérimentaux sont superposés pour un angle de contact  $\theta = 60^\circ$  (fig. 17).

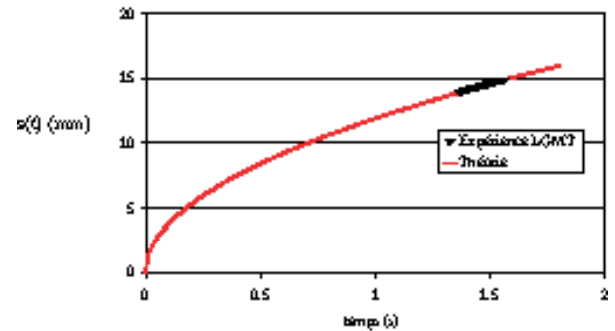


Figure 17 : Comparaison des positions théoriques ( $\theta = 60^\circ$ ) et expérimentales (LGMT) du ménisque en fonction du temps.

Pour les expériences réalisées au CEA :  $h = 50 \mu m$ ,  $w = 100 \mu m$  et  $\sigma = 7.4 \cdot 10^{-2} N.m$  (eau). Les résultats numériques et expérimentaux sont superposés pour un angle de contact  $\theta = 67^\circ$  (fig. 18).

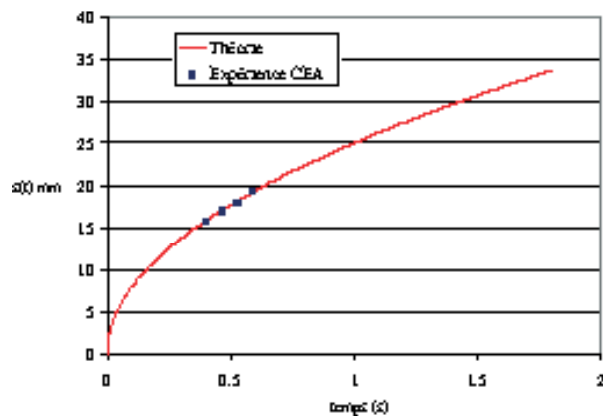


Figure 18 : Comparaison des positions théoriques ( $\theta = 67^\circ$ ) et expérimentales (CEA) du ménisque en fonction du temps.

On peut noter sur les figures 17 et 18 un bon accord entre théorie et expérience, avec des angles de contact de  $60^\circ$  et  $67^\circ$  pour l'éthanol et l'eau.

Par visualisation directe avec la caméra du LGMT, l'angle de contact  $\theta$  expérimental est évalué à  $60^\circ$ , (fig. 19).

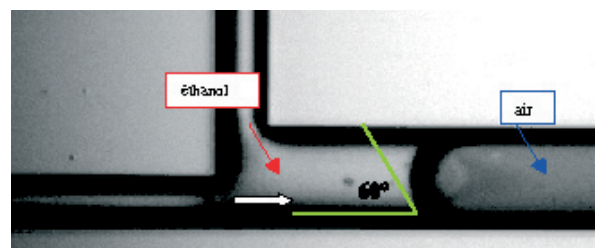


Figure 19 : Mesure de l'angle de contact.

## VI ■ CONCLUSION

Les résultats sont d'ores et déjà très encourageants. Il a été possible d'observer la vitesse d'écoulement dans un microcanal en forme de « T » par une méthode d'imagerie X.

Des paramètres de mesures importants du banc expérimental ont été estimés comme la résolution spatiale, le contraste dans les images et la vitesse maximale d'écoulement du fluide. Malgré cela, les mesures réalisées en dynamiques sont fortement bruitées et les fréquences d'acquisition atteintes ne sont pas suffisantes pour observer l'allure des ménisques. De plus, la résolution spatiale n'est également pas suffisante pour observer les fronts précurseurs.

Les perspectives de ces travaux préliminaires sont maintenant établies. Il apparaît nécessaire d'augmenter le niveau du signal mesuré. C'est maintenant possible avec les générateurs de rayons X de nouvelle génération, l'acquisition de ce type d'équipement est prévue pour 2005 au CEA. Une autre possibilité pour augmenter le signal mesuré par le détecteur est de diminuer l'épaisseur du substrat constitutif des microcanaux. Sur les microcanaux utilisés, l'épaisseur relativement importante du substrat a contribué à largement atténuer le signal. Aux énergies considérées (de l'ordre de 10 keV), le signal augmente d'un facteur 10 en divisant par 2 l'épaisseur de la plaque de verre de 1 mm recouvrant le substrat de silicium.

Un deuxième point à améliorer est la fréquence d'acquisition du détecteur. En effet, une fréquence d'acquisition de 16 Hz a été atteinte lors des expérimentations en dynamique ce qui est insuffisant. Il semble possible d'augmenter cette fréquence d'acquisition en reprenant la conception d'éléments électroniques et logiciels du système de mesures.

Les prochains essais seront effectués sur les mêmes échantillons, avec des fluides identiques au LGMT et au CEA, pour une confrontation directe.

## REFERENCES

[1] COLIN S. (2004). — «Microfluidique», Traité EGEM, Série Microsystèmes, Hermès, 392 p.

- [2] LALONDE P., COLIN S. & CAEN R. (2001). — «Mesure de débit de gaz dans les microsystèmes», *Mécanique et Industries*, vol. 2, n° 4, p. 355-362
- [3] NGUYEN N. T. & WERELEY S. T. (2002). — «Fundamentals and applications of Microfluidics», Artech House, Inc.
- [4] KARNIADAKIS G. E. & BESKOK A. (2000). — «Microflows», Springer
- [5] BAROUCH G., LEGOUPIL S., STUTZ B. & WOO R. — «Measurements within cloud cavitation by means of X-ray attenuation device», *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B*, Volume 213, January 2004, Pages 503-506
- [6] STUTZ B. & LEGOUPIL S. (2002). — «Measurements within cloud cavitation», 2002 ASME Fluids Engineering Division Summer Meeting, Montreal, Quebec, Canada, July 14-18
- [7] BARUCHEL J., BUFFIÈRE J.Y., MAIRE E., MERLE P. & PEIX G. (2000). — «X-ray Tomography in Material Science», HERMES Science Publications, Paris
- [8] Medipix2 WEBSITE available at: <http://medipix.web.cern.ch/MEDIPIX/>, 2002-2005
- [9] LLOPART X., CAMPBELL M., DINAPOLI R., SAN SEGUNDO D. & PERNIGOTTI E. «Medipix2, a 64k pixel readout chip with 55  $\mu\text{m}$  square elements working in single photon counting mode», *Proc. of the IEEE Nuclear Science Symposium and Medical Imaging Conference*, San Diego, California, November 4-10, 2001, M7-4, accepted for publication in *IEEE Trans.Nucl.Sci.*
- [10] CONTI M., MAIRINO M., METTIVIER G., MONTESI M.C. & RUSSO P. (2003). — «Preliminary test of Medisoft4: Control software for the Medipix2 readout chip», *IEEE Trans. on Nucl. Sci.*, vol. 50(4), pp. 869-877
- [11] ICHIKAWA N. & MAEDA R. (2003). — «Interface motion driven by capillary action in microchannel.» *Proceedings of the First International Conference on Microchannels and Minichannels*, Rochester, NY, USA
- [12] STONE H. A., STROOCK A. D., *et al.* (2004). — «Engineering flows in small devices: microfluidics towards a lab-on-a-chip.» *Ann. Rev. Fluid Mechanics* 36 : 381-411