



**HAL**  
open science

## Etude de la formation de gouttes par microPIV

Hélène Debas, Souhila Poncin, Caroline Gentric, Huai Zhi Li

► **To cite this version:**

Hélène Debas, Souhila Poncin, Caroline Gentric, Huai Zhi Li. Etude de la formation de gouttes par microPIV. CFM 2007 - 18ème Congrès Français de Mécanique, Aug 2007, Grenoble, France. hal-03362033

**HAL Id: hal-03362033**

**<https://hal.science/hal-03362033>**

Submitted on 1 Oct 2021

**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.

## Etude de la formation de gouttes par microPIV

Hélène DEBAS, Souhila PONCIN, Caroline GENTRIC et Huai Zhi LI

Laboratoire des Sciences du Génie Chimique, CNRS-ENSIC-INPL  
1 rue Grandville, BP 20451, 54001 Nancy Cedex, France  
[debas@ensic.inpl-nancy.fr](mailto:debas@ensic.inpl-nancy.fr)

### Résumé

*Le domaine de l'émulsification en micromélangeur a connu un grand essor ces dernières années. La communauté scientifique a globalement montré que, dans ce monde miniaturisé, les forces de surface prédominent sur les forces de volume, et réussi à expliquer qualitativement le mécanisme de formation de gouttelettes au sein de dispositifs microstructurés. Toutefois, une étude plus quantitative est primordiale. Notre travail porte sur la compréhension du mécanisme de formation de gouttelettes au sein de micromélangeurs. Dans un premier temps, une étude en écoulement monophasique nous permet de nous familiariser avec la détermination de champs de vitesse obtenus au sein d'un micromélangeur possédant une jonction en T, par un dispositif de micro PIV. Il est ensuite possible, par cette même méthode d'analyse optique, d'appréhender le mécanisme de formation de gouttelette en écoulement diphasique au sein de cette jonction, en fonction de la formulation utilisée.*

### Abstract

*Emulsification in micromixer has known a dramatic growth for these last years. The first studies about this subject are strictly qualitative and often limited to a simple observation of droplet formation. On the contrary, the aim of this paper is to offer a quantitative approach of the formation mechanism. Firstly, experiments with a single fluid allow to tackle the determination of flow field in a micromixer with a T-junction, thanks to a micro PIV device. Using two fluids flows, it is then possible to study the formation mechanism of droplet within this junction as a function of the formulation used.*

### Mots-clés :

**Champs de vitesse ; émulsification ; micromélangeurs.**

### 1 Introduction

Le domaine de l'émulsification en micromélangeur a connu un grand essor ces dernières années, conduisant à une évolution exponentielle du nombre d'articles sur ce sujet. De nombreux scientifiques ont pris conscience que ce secteur présentait de multiples avantages par rapport aux procédés d'émulsification classiques couramment utilisés (Batch ou continu), comme l'utilisation d'une quantité peu importante de réactifs et de temps.

Malgré les nombreuses études sur ce sujet, beaucoup de questions restent encore sans réponse. Dans ce monde miniaturisé, les forces prédominantes ne sont pas les mêmes que celles qui interviennent majoritairement dans le domaine macroscopique. Les forces d'inertie sont, par exemple, négligeables par rapport aux forces visqueuses et capillaires, ce qui n'est pas le cas dans la majorité des procédés d'émulsification actuellement utilisés, beaucoup plus étudiés.

De plus, l'influence de la paroi et notamment les interactions liquide-liquide ou liquide-paroi solide sont à prendre en considération du fait de la très faible taille de ce type de réacteur.

La mouillabilité des fluides à la paroi est, par exemple, un paramètre crucial qui va grandement influencer le régime d'écoulement.

Les paramètres physiques (taille des canaux, géométrie de la jonction du micromélangeur, rapport des débits des fluides utilisés) ne sont ainsi plus les seuls qu'il faut étudier pour expliquer le mécanisme de formation des gouttelettes. Les paramètres physicochimiques (présence ou non de tensioactif, concentration en tensioactif, rapport de viscosité des fluides) rentrent également en jeu et influencent grandement l'hydrodynamique et donc le résultat final. Récemment, Link *et al.* (2001) ont permis de montrer l'importance de l'utilisation du nombre capillaire  $Ca$ , rapport des forces visqueuses sur les forces capillaires. Toutefois, cette étude est purement qualitative et ne conduit de manière générale qu'à une visualisation de la formation de gouttelettes filles à partir de gouttelettes mères dans des micromélangeurs transparents en T. Afin de pouvoir déterminer le mécanisme de formation des gouttelettes (cisaillement et/ou élongation) en fonction de la géométrie du micromélangeur et de la formulation utilisés, une étude plus quantitative est primordiale.

Une méthode optique appelée micro PIV (Micro Velocimétrie par Images de Particules) permet de déterminer les champs de vitesse d'une phase, grâce à l'utilisation de particules traçantes, à l'échelle microscopique, contrairement à la méthode plus connue appelée PIV, utilisée uniquement dans le domaine macroscopique. Les études portant sur ce sujet se limitent en général à des systèmes monophasiques et il n'existe actuellement que peu de travaux concernant sur les systèmes diphasiques liquide-liquide au sein de micromélangeurs (Kim *et al.* (2004)). Sarrazin *et al.* (2006) ont, quant à eux, réalisé une étude en écoulement diphasique en traçant la phase dispersée d'une émulsion eau-dans-huile et ont observé les champs de vitesse au sein même des gouttelettes lors de leur progression dans un micromélangeur sans étudier la formation de ces gouttelettes.

Le but de ce travail est de mesurer les champs de vitesse d'une phase dispersée aqueuse au sein d'un micromélangeur transparent en PMMA possédant une jonction en T, lors de la formation d'une émulsion eau-dans-huile. Grâce à la technique sophistiquée de micro PIV servant à l'observation de phénomènes microscopiques, il est possible de comprendre le mécanisme de formation de gouttelettes d'eau (cisaillement et/ou élongation) pour une formulation donnée. Une première étude a lieu en écoulement monophasique. Une seconde étude, en écoulement diphasique, permet de comprendre comment se forment les gouttelettes au sein d'une phase continue, conduisant ainsi à une meilleure compréhension des phénomènes physiques de formation de gouttelettes.

## 2 Matériels et méthodes

Le micromélangeur utilisé pour cette étude, fabriqué en PMMA (Poly Méthacrylate de Méthyle), est constitué de trois branches de section rectangulaire, de 370 micromètres de largeur et de 500 micromètres de hauteur, se réunissant pour former une jonction en T. Le PMMA présente une excellente transparence, ce qui le positionne comme un matériau de choix pour la fabrication d'un dispositif micrométrique destiné à être analysé par méthode optique.

De l'eau distillée et de l'huile de silicone sont utilisées réciproquement comme phase aqueuse et organique. La quantité de tensioactif à ajouter à la phase aqueuse est choisie à partir de différents travaux répertoriés dans la littérature. Xu *et al.* (2006) ont montré que l'augmentation de la concentration en tensioactif (jusqu'à 1% w/w) entraîne la formation de gouttelettes, ce qui n'est pas le cas à des concentrations inférieures (en dessous de 0,05% w/w). A la vue de cette étude notamment, 1% de tensioactif est introduit dans la phase aqueuse (w/w), valeur très couramment utilisée dans le monde de la microfluidique. Le surfactant utilisé est un mélange (28%/72%) de Span 80 (HLB=4,3) et de Tween 80 (HLB=15), le tensioactif ainsi formé possède un HLB de 12. Les fluides, dont les propriétés physiques sont données tableau 1, sont initialement contenues dans des seringues. Ils sont introduits au sein du micromélangeur

par écoulement gravitaire. Toutes les expériences ont été conduites à une température constante de 293K.

TABLEAU 1- Propriétés des fluides utilisés

	Masse volumique (kg.m <sup>-3</sup> )	Viscosité (mPa.s)	Tension superficielle (mN.m <sup>-1</sup> )
Eau - 1% tensioactif	993	1,08	
Huile de silicone	960	8,7	23,5

L'écoulement au sein de ce micromélangeur est observé à l'aide d'un microscope inversé Leica utilisé en tant que méthode optique appelée micro PIV (Micro Vélocimétrie par Images de Particules). Cette technique, non intrusive, permet de déterminer les champs de vitesse d'un écoulement grâce à l'ensemencement de particules de traceur au sein d'un dispositif micrométrique. Cet appareillage est constitué de divers éléments dont plusieurs objectifs de grossissement ( $\times 10$ ,  $\times 40$ ,  $\times 63$ ), d'une caméra Flowsense Dantec, ainsi que d'un microstrobe émettant à une longueur d'onde de 530 nm servant à éclairer la zone à analyser. Les particules de traceur, en latex (Merck Estapor), sont introduites au sein du fluide à analyser. Le traceur doit être choisi de manière judicieuse, afin de suivre correctement le fluide à observer et de ne pas être sujet au mouvement brownien. Ainsi, nous avons décidé de travailler avec des particules hydrophiles de 0,88  $\mu\text{m}$  de diamètre possédant une masse volumique de 1,056 g/cm<sup>3</sup>, relativement proche de notre phase à ensemenecer.

### 3 Résultats et discussion

#### 3.1 Ecoulement monophasique

La réalisation d'une première étude en écoulement monophasique est indispensable afin de valider les mesures de champs de vitesse obtenus au sein du micromélangeur en T. De l'eau distillée, contenant des particules de traceur en latex, est introduite dans le dispositif microstructuré. Les champs de vitesse sont obtenus après avoir enregistré des paires d'image dans un logiciel de traitement (Flow Manager 4.6) et réalisé une corrélation croisée permettant de connaître les vitesses de notre fluide dans l'ensemble du micromélangeur. La figure 1 indique les profils de vitesse obtenus pour un débit total de 0,12 g/min, à différentes profondeurs (50, 90 et 250  $\mu\text{m}$ ). Cette expérience a été effectuée avec un temps d'éclairage de strobe de 100  $\mu\text{s}$ , une durée entre 2 images d'une même paire d'images de 100  $\mu\text{s}$ , et des régions d'interrogation de 32 par 64 pixels, respectivement dans les directions horizontale et verticale. Ces deux derniers paramètres doivent être choisis de manière pertinente. En effet, en fonction des conditions opératoires et en particulier du débit, il sera préférable de les diminuer ou de les augmenter afin que les particules de traceur ne sortent pas de la zone d'interrogation, ce qui fausserait notablement le résultat.

Cette figure nous permet de constater de manière expérimentale que la vitesse du fluide augmente lorsque l'on s'éloigne de la paroi, ce qui s'explique facilement par une diminution de l'importance des forces de frottement au détriment des forces inertielles. La vitesse du fluide est donc nulle à la paroi et maximale au centre.

Sur cette même figure sont représentés le profil de vitesse expérimental et le profil théorique correspondant, tous deux obtenus à une profondeur de 250  $\mu\text{m}$ . Cette étude nous permettra de valider, ou non, les mesures obtenues par microPIV. Dans le domaine de la microfluidique, l'écoulement est bien souvent laminaire, excepté dans certains cas particuliers (exemple des imprimantes à jet d'encre), induisant de faibles nombres de Reynolds, bien souvent inférieurs à 10. Pour un débit total de 0,12 g/min, le nombre de Reynolds dans notre

micromélangeur est de 4,6. Le régime d'écoulement est donc bien laminaire. La figure 1 nous permet donc de comparer le profil de vitesse obtenu expérimentalement et le profil de vitesse théorique en écoulement laminaire dans le cas d'une canalisation possédant une section rectangulaire (à une profondeur de 250  $\mu\text{m}$ ). L'écart entre les valeurs expérimentales et calculées par ce modèle peut notamment s'expliquer par un problème lié à la profondeur de champ.

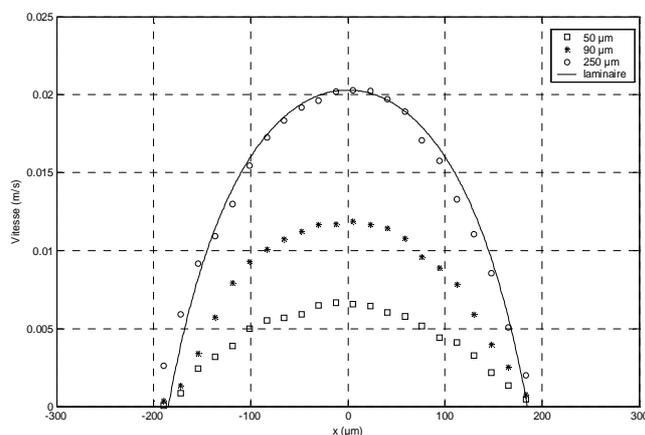


FIG. 1 – Profils de vitesse obtenus expérimentalement et théoriquement

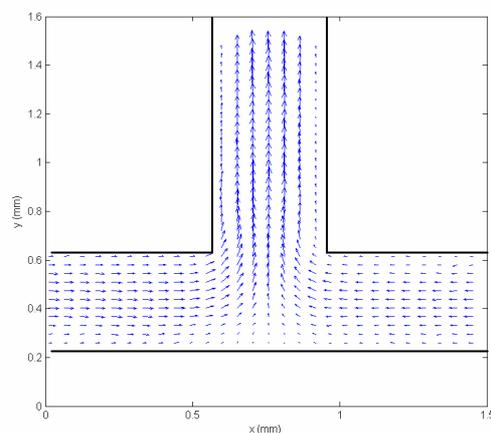


FIG. 2 – Champs de vitesse dans la jonction en T

La figure 2 représente les champs de vitesse obtenus dans la jonction en T en écoulement monophasique, en présence d'un débit total de 0,03 g/min, à une profondeur de 185  $\mu\text{m}$ . Les conditions de cette étude sont relativement similaires aux précédentes. La phase aqueuse, tracée par les particules de latex, est introduite par les deux canaux latéraux (horizontaux sur l'image). Ces deux courants d'eau sont ensuite mélangés à la jonction en T et sortent par l'intermédiaire du canal central (vertical sur l'image). Les sections des canaux étant strictement identiques, la vitesse du fluide dans le canal de sortie est égale à la somme des vitesses de ce même fluide dans les deux autres canaux, après établissement du régime. En effet, en fonction des débits de travail, une zone de l'impact des deux courants peut être observée lors de la jonction des deux branches.

A la vue de ces divers résultats, les mesures de champs de vitesse et donc ceux des profils de vitesse obtenus par microPIV peuvent aisément être validées.

### 3.2 Écoulement diphasique

Des émulsions huile-dans-eau ne peuvent être formées dans notre micromélangeur en T du fait du caractère hydrophobe du PMMA. En fait, les propriétés de mouillabilité sur la paroi des phases aqueuse et organique influencent directement le type d'émulsions générées ainsi que le mécanisme de formation des gouttelettes. Ainsi, si un des fluides ne mouille pas la paroi et que l'autre le mouille totalement, des gouttelettes du premier fluide dans le second vont être formées, et réciproquement. En présence d'une mouillabilité partielle des deux fluides, les gouttelettes formées adhèrent à la paroi ; les régimes d'écoulement obtenus sont alors peu reproductibles. Des traitements chimiques ou physiques seraient à envisager pour rendre le PMMA hydrophile, toutefois, dans le cadre de cette étude, nous avons choisi de générer des émulsions eau-dans-huile, en profitant du caractère hydrophobe du PMMA.

Xu *et al.* (2006) se sont intéressés à la visualisation et à l'explication des mécanismes de formation de gouttelettes dans le cadre d'émulsions huile-dans-eau, en se limitant toutefois à

des images obtenues par caméra CCD. Toutefois, cette étude reste relativement qualitative, une étude plus quantitative est indispensable afin de mieux comprendre ce mécanisme de formation.

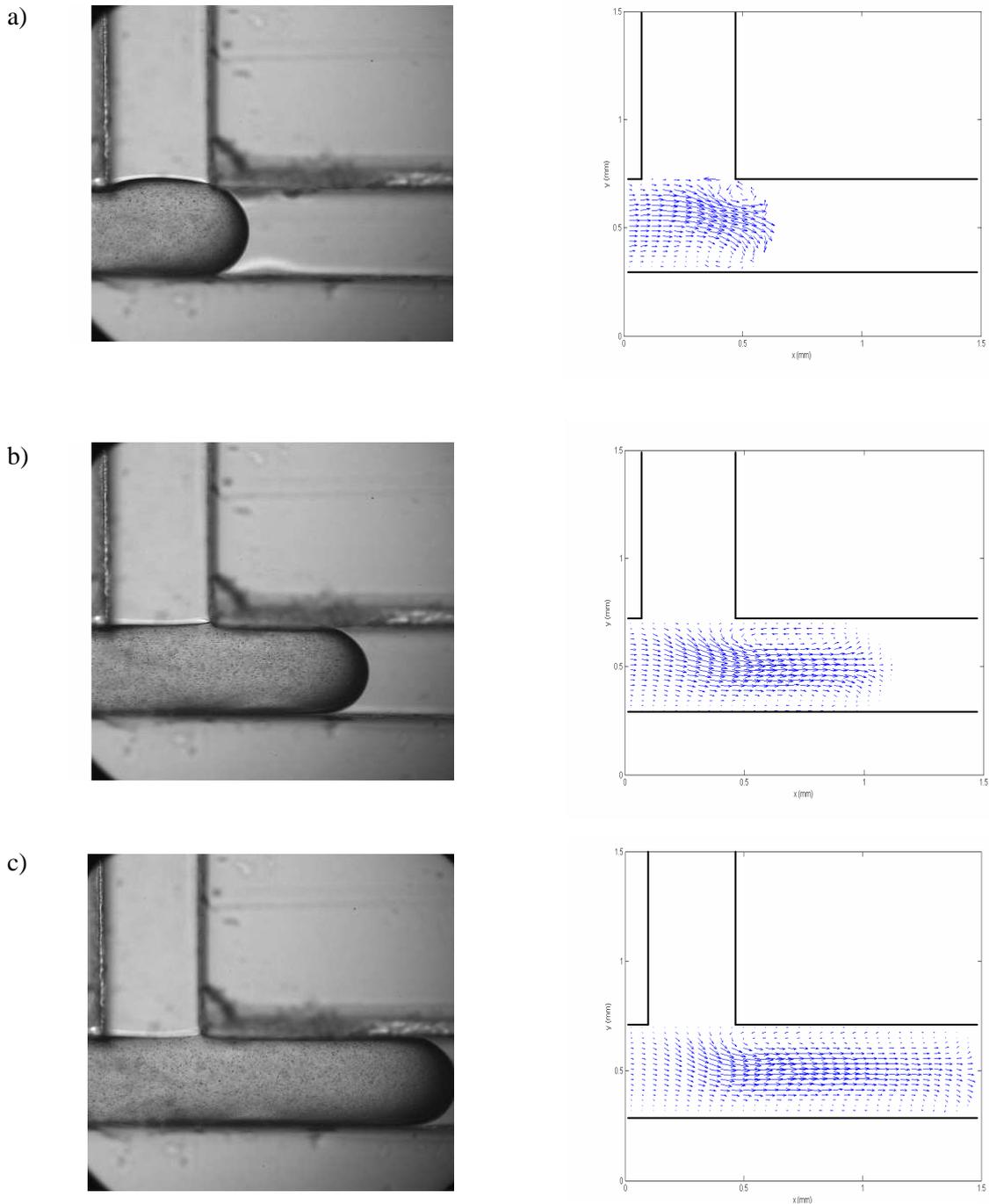


FIG. 3 – Visualisation de la formation de gouttelettes (à gauche) et représentation des champs de vitesse correspondants (à droite) pour un débit total de 0,06 g/min

La figure 3 nous permet de visualiser trois images successives lors de la formation d'une gouttelette d'eau dans notre phase organique. L'huile est introduite dans la branche supérieure (verticale sur l'image) tandis que la phase aqueuse, composée d'eau et surfactant, est introduite

dans la branche inférieure (horizontale et sur la partie gauche de l'image). Les trois champs de vitesse correspondants sont représentés sur cette même figure et sont obtenus dans des conditions similaires à celles utilisées lors de l'étude en écoulement monophasique.

Cette formation peut clairement être décomposée en trois phases (comme le décrivait l'étude de Xu *et al.* (2006)) : une première phase de pénétration de la phase dispersée dans le canal de sortie (a), ensuite une phase de diminution progressive de l'épaisseur du film d'eau (b et c), pour finir par une phase de détachement de la gouttelette, induisant une rétraction du restant de phase dispersée au sein de la jonction (a). Le mécanisme de formation des gouttelettes est en fait dû à un effet couplé de phénomènes d'élongation de la phase aqueuse et de cisaillement de la phase organique sur cette phase dispersée. Les champs de vitesse obtenus au sein de la phase aqueuse nous donnent des indications d'une grande importance. Que ce soit dans le cas des images a, b ou c, des vortex figurent dans la partie supérieure de la gouttelette ainsi que dans la partie inférieure, même si ceux-ci sont nettement moins marqués. Ces vortex sont dus à la présence de forces capillaires qui tendent de manière générale à augmenter la stabilité des interfaces. L'importance de ces boucles de recirculation sera plus ou moins marquée en fonction de la mouillabilité des fluides sur la paroi, de la viscosité des fluides ainsi que du surfactant utilisé. Les champs de vitesse obtenus peuvent ensuite nous permettre de déduire les contraintes de cisaillement imposées par la phase continue sur la phase dispersée.

#### 4 Conclusion

Les micromélangeurs constituent actuellement une alternative particulièrement prometteuse pour produire des gouttelettes monodisperses de diamètres donnés. Pourtant beaucoup d'études restent encore à réaliser, pour produire dans le futur, des émulsions à l'échelle industrielle par ce type de procédés. La parfaite compréhension du mécanisme de formation de gouttelettes reste aujourd'hui un enjeu majeur et pourrait permettre de produire des émulsions possédant les qualités exactes recherchées par les industriels (en terme de granulométrie et de taille de gouttelettes) en fonction de la formulation utilisée. Notre travail en écoulement monophasique nous a permis de valider les mesures de champs de vitesse obtenus au sein d'un micromélangeur en T, de section rectangulaire, par un dispositif de micro PIV. En introduisant des phases aqueuse et organique, une émulsion eau-dans-huile a ensuite été générée. Les champs de vitesse obtenus nous fournissent des informations cruciales quant au mécanisme de formation des gouttelettes. Les contraintes de cisaillement peuvent en être déduites et donner des informations qui ne figurent actuellement pas dans la littérature.

#### 5 Références

- Link, D.R., Anna, S.L., Weitz, D.A., Stone, H.A. 2004 Geometrically mediated breakup of drops in microfluidic devices. *Physical Review Letters*. **92**, 5, 054503-1-054503-4.
- Kim, B.J., Liu, Y.Z., Sung, H.J. 2004 Micro PIV measurement of two-fluid flow with different refractive indices. *Measurement Science and Technology*. **15**, 1097-1103.
- Sarrazin, F., Loubière, K., Prat, L., Gourdon, C., Bonometti, T., Magnaudet, J. 2006 Experimental and numerical study of droplets hydrodynamics in microchannels. *AIChE Journal*. **52**, 12, 4061-4070.
- Xu, J.H., Luo, G.S., Li, S.W., Chen, G.G. 2006 Shear force induced droplet formation in a microfluidic device by controlling wetting properties. *Lap Chip*. **6**, 131-136.