

Filtration et bouchage en milieu complexe

Yao JI
Milan LACASSIN
Hoai Phuong TRAN

Introduction

La filtration est un processus commun et important dans la science et l'industrie: récupération du pétrole, traitement des eaux, catalyse, chromatographie liquide et compréhension de la diffusion des polluants. L'étude des mécanismes de bouchage d'un milieu poreux par des particules solides micrométrique est un défi pour l'amélioration de ces applications. Le dispositif expérimental mis en place permet d'observer l'engorgement du réseau et de mesurer les temps de bouchage des canaux. Ces temps sont traités de manière statistique et comparés à des modèles probabilistes. Ces expériences permettent de déterminer un modèle cinétique de bouchage d'un réseau de canaux et de mettre en évidence la corrélation entre les canaux ainsi que les régions préférentielles de bouchage.

I. Dispositif expérimental



Figure 1: Dispositif expérimental.

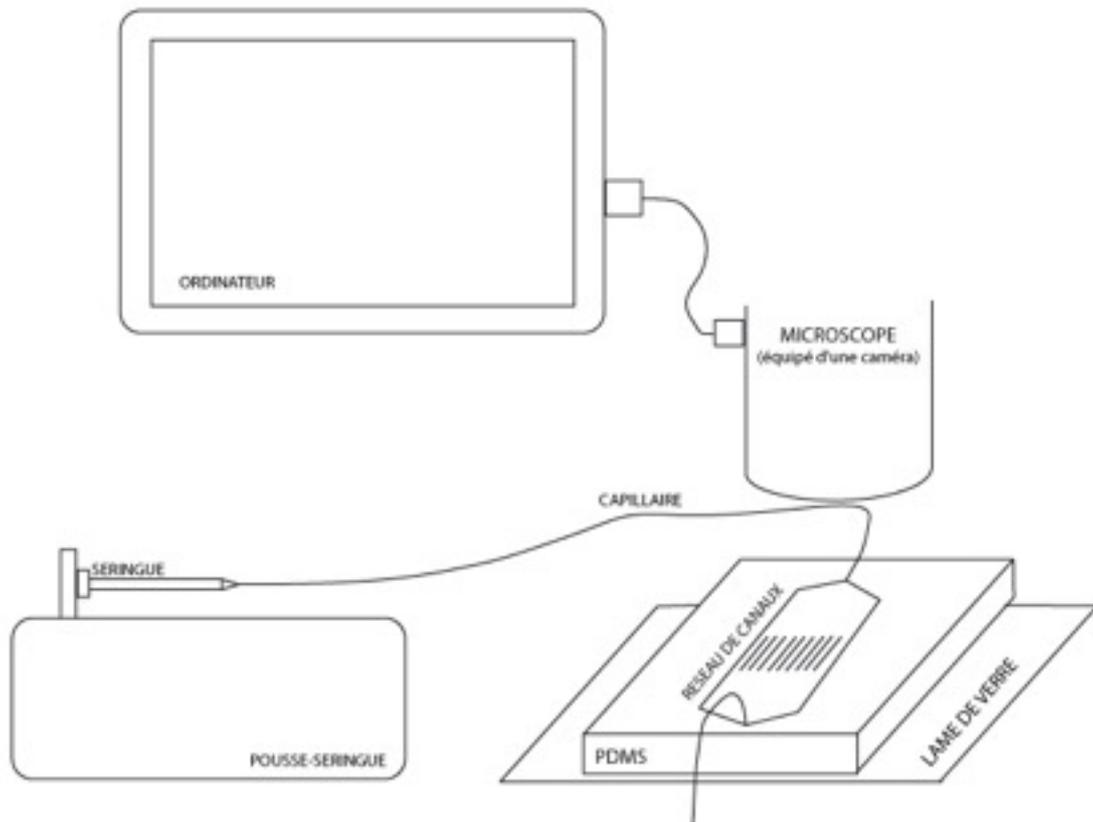


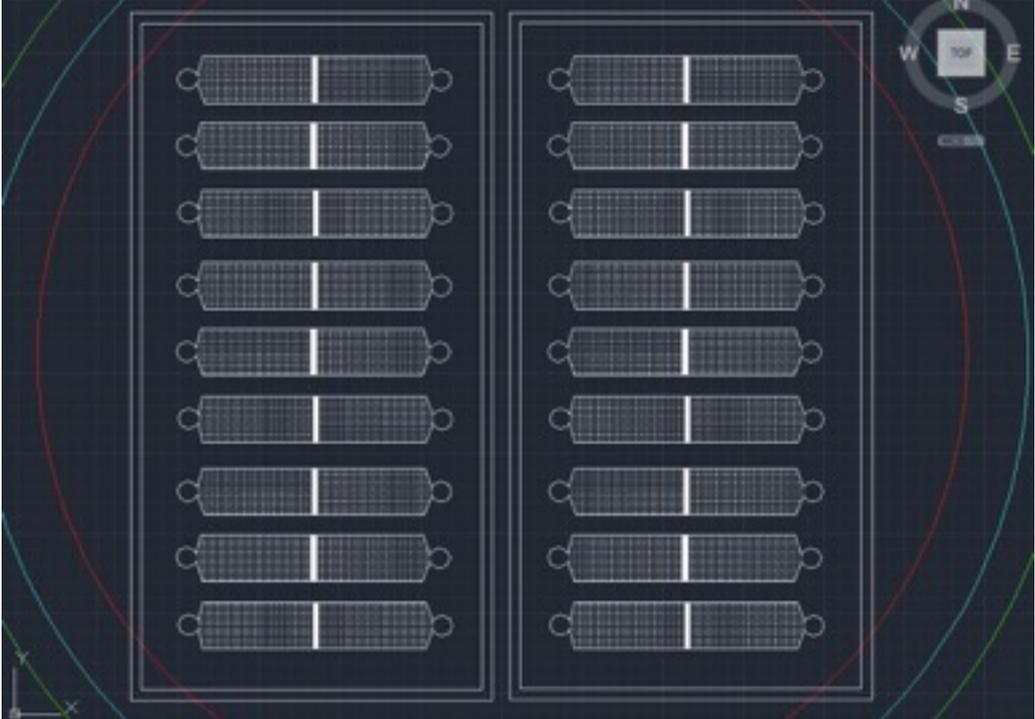
Figure 2: Schéma de principe.

I.1 Matériel

- Canaux rectilignes en PDMS sur plaque de verre. Trois dimensions différentes. Section: $(10\mu\text{m} ; 20\mu\text{m} ; 30\mu\text{m}) \times 20\mu\text{m}$. Ecart entre les canaux: Double de la largeur du canal.
- Pompe : *model no. AL-300, VOLTS/Hz 12 VDC, AMPERAGR 0.75*
- Seringues et capillaires : $0.4 \times 16\text{mm}$
- Solution colloïdale: Polybead® Polystyrene Blue Dyed Microspheres $3.00\mu\text{m}$. Ref: 17138-15
- Centrifugeuse: Clemessy
- Microscope: Motic 10X/0.25 Ph1
- Caméra: BASLER acA2040-90 μm
- Acquisition vidéo: Pylon

I.2 Design des canaux

a)



b)

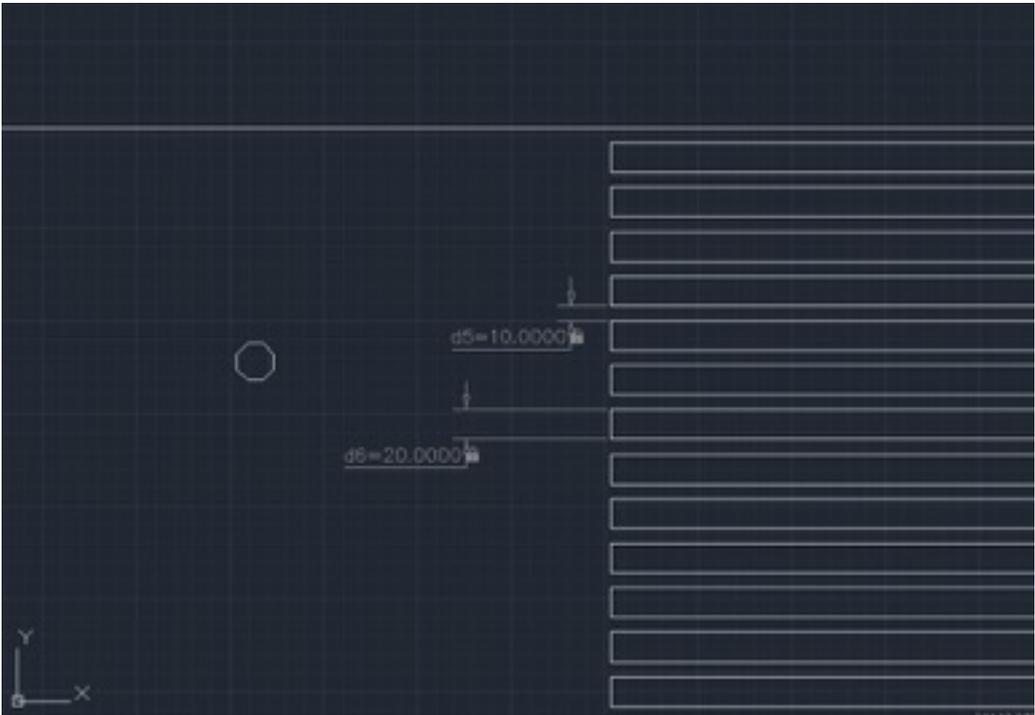


Figure 3: a) Design du Wafer sous AutoCAD. b) Canaux de largeur 10µm sous AutoCAD.

Le design des canaux est réalisé à l'aide du logiciel AutoCAD. Afin d'assurer le bon déroulement de l'étape suivante, la partie creuse et la partie pleine doivent être délimitées par des objet de type polyline fermés. Le design AutoCAD est envoyé à un imprimeur spécialisé qui réalise un masque plastique à partir de celui-ci.

I.3 Fabrication du wafer en silicium

L'elaboration de wafer: l'oxydation, l'implanlation ionique, le clivage, le nettoyage et collage.

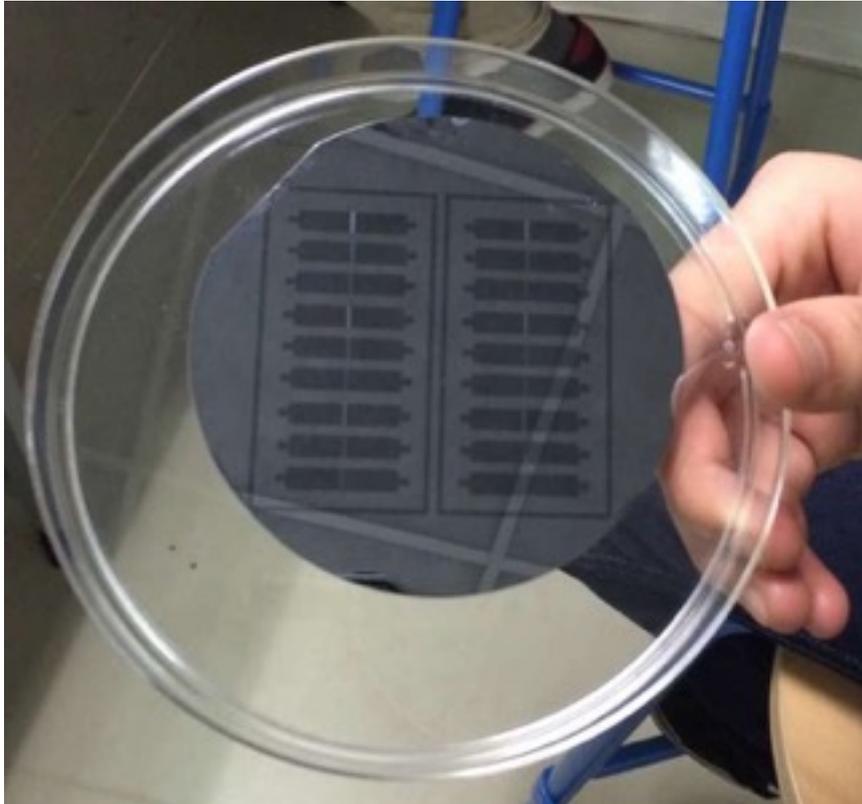


Figure 4: Wafer en silicium.

I.4 Fabrication des réseaux de canaux en PDMS

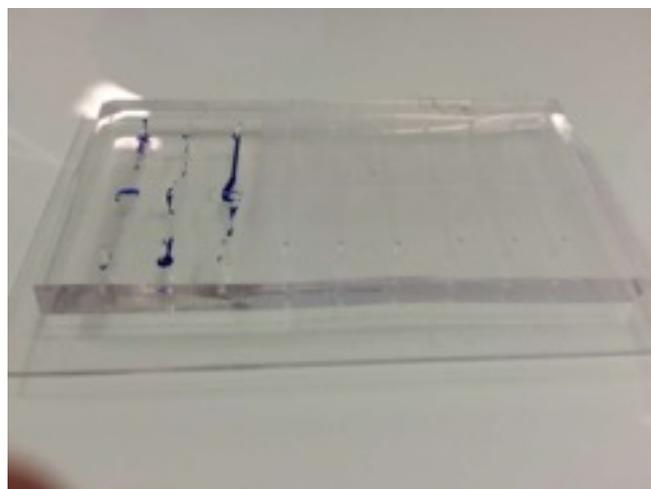


Figure 5: Série de réseaux de canaux en PDMS sur lame de verre.

Protocole de fabrication:

- Placer 50g PDMS liquide dans un récipient.
- Ajouter 5g un agent réticulant, et mélanger les deux.
- Déverser le mélange sur le wafer.
- Mettre dans le dessiccateur pour enlever les bulles dans le PDMS. Ouvrir la vanne du dessiccateur régulièrement pour casser les bulles.
- Mettre dans le four à 70°C pendant 2 heures.
- Décrocher le wafer, et coller du scotch sur la surface de canaux.
- Couper le surplus de PDMS autour des canaux.
- Piquer des trous du diamètre des capillaires à l'entrée et à la sortie des réseaux.
- Enlever le scotch et placer le PDMS avec une lame de verre dans l'appareil à plasma. Vérifier la propreté de la chambre.
- Suivre la notice d'utilisation de l'appareil (pompage, vidange de la chambre, génération du plasma).
- Placer le PDMS sur la lame de verre immédiatement après sortie de l'appareil.
- Vérifier le collage du PDMS sur le verre. Si nécessaire, appliquer délicatement une légère pression sur le PDMS avec le doigt en faisant attention à ne pas coller la partie supérieure des canaux.
- Protéger la surface du PDMS des poussières avec du scotch.

II. Protocole expérimental

II.1 Lavage des colloïdes

Les étapes suivantes sont réalisées trois fois:

- La solution colloïdale est placée dans des tubes de 2 μ L puis centrifugée à 9000 tr/min pendant 3 min.
- Le surnageant est prélevé à la pipette.
- Le tube est complété avec de l'eau milliQ à volume égal.
- La solution est fortement agitée.



Figure 6: Solution colloïdale dans des tubes de 2 μ L

II.2 Réalisation d'une vidéo d'engorgement d'un réseau de canaux

Voir la vidéo fournie.

III. Observations

- La probabilité de bouchage est la probabilité d'arrivée d'agrégats suffisamment gros pour boucher.
- Couplage hydrodynamique: Le débit influence le taux d'arrivée d'agrégats et la taille critique.
- Influence des canaux voisins: augmentation de la probabilité lorsqu'un voisin est bouché.
- Débouchage: Probabilité de débouchage lorsque la pression est forte.

IV. Traitement des vidéos et analyse statistique

II.3 Traitement des vidéos

- Ouvrir la séquence d'image par IMAGE J

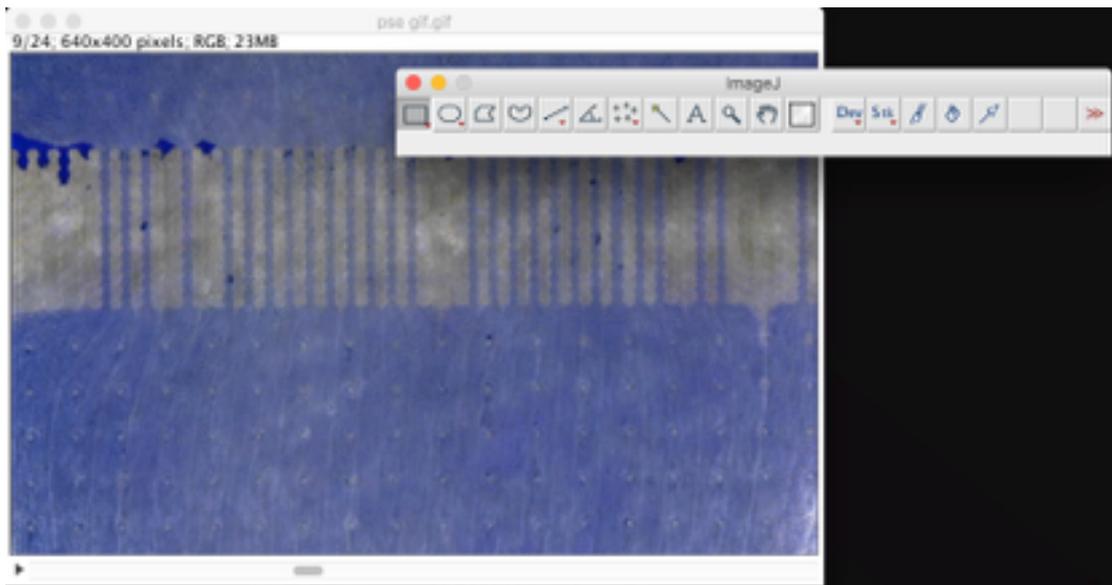


Figure 7: séquence d'image dans Image J

- Utiliser *Straight* pour tracer une ligne à la fin de canaux.

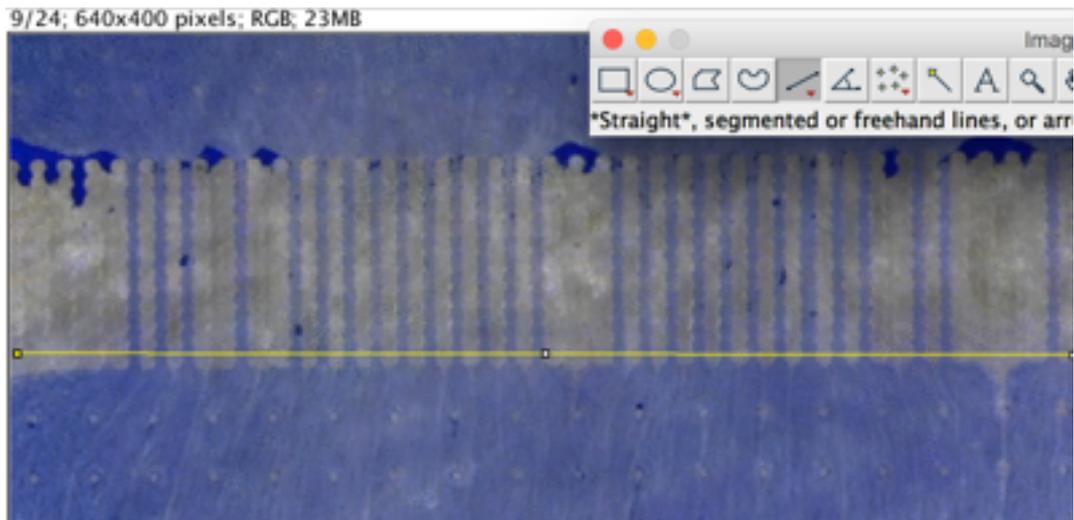


Figure 8: Straight dans image J

- Image-stacks-reslice, et on a l'image de chaque canal en fonction du temps.

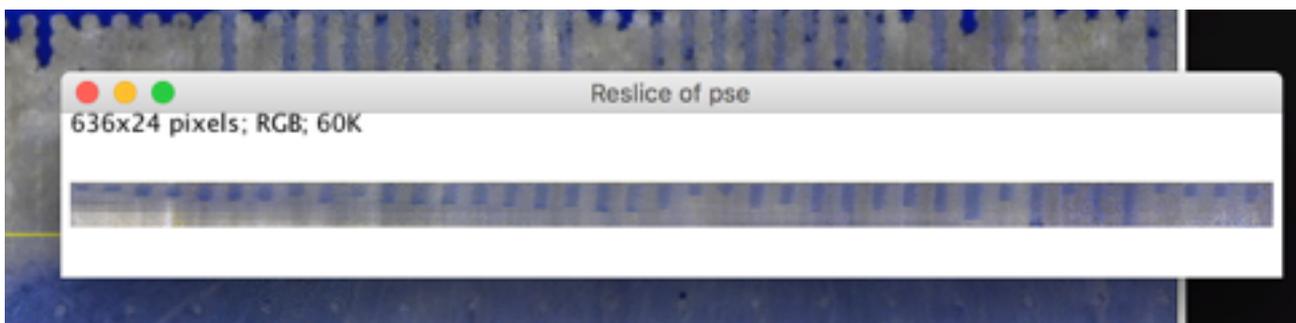


Figure 9: Reslice dans image J

- Utiliser Multipoint et marquer des points pour noter le temps de bouchage

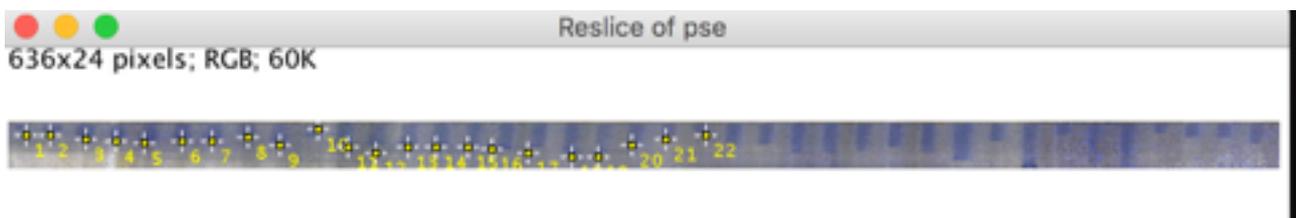


Figure 10: Multipoint dans image J

- Analyser l'image par *ctrl+m*.
- Les valeurs Y sont le temps de bouchage sur chaque canal.

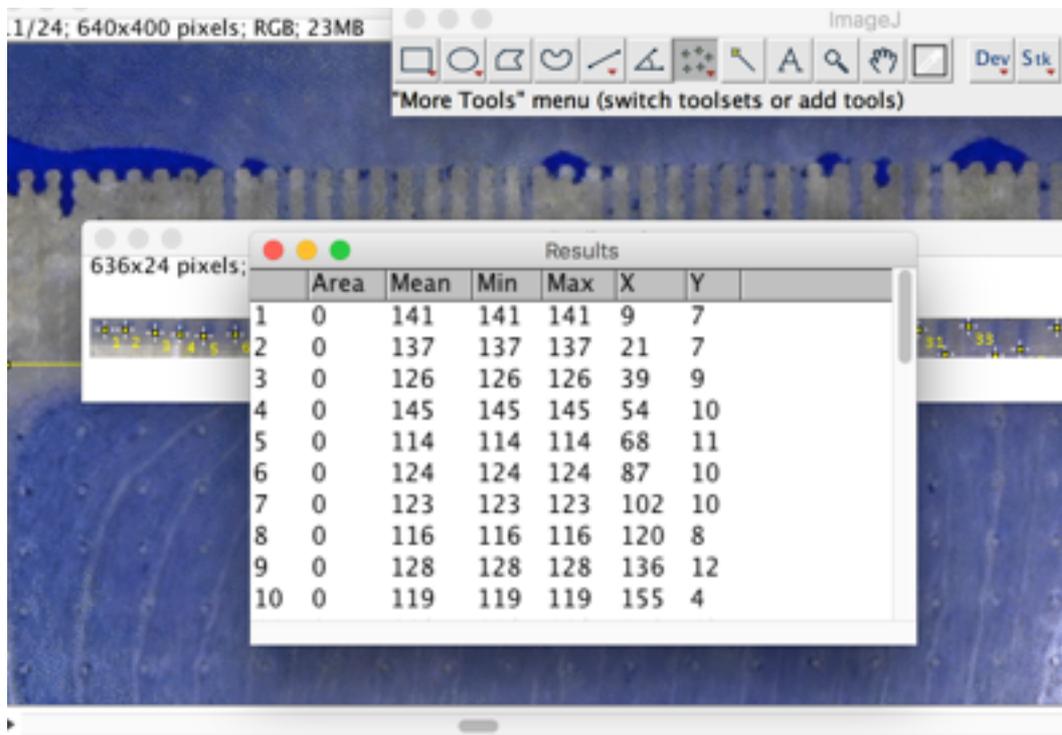


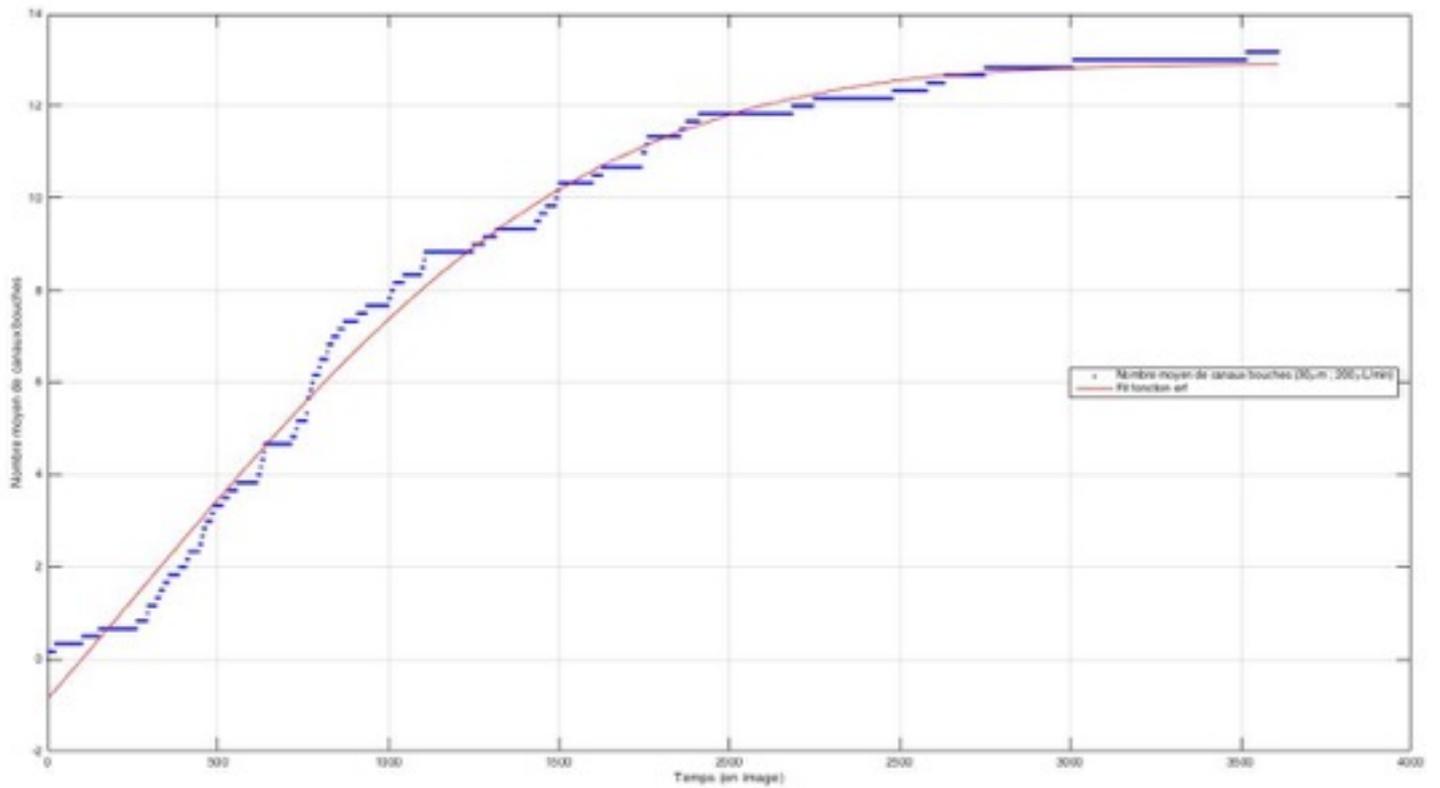
Figure 11: Analyse dans image J

II.3 Analyse statistique des temps de bouchage:

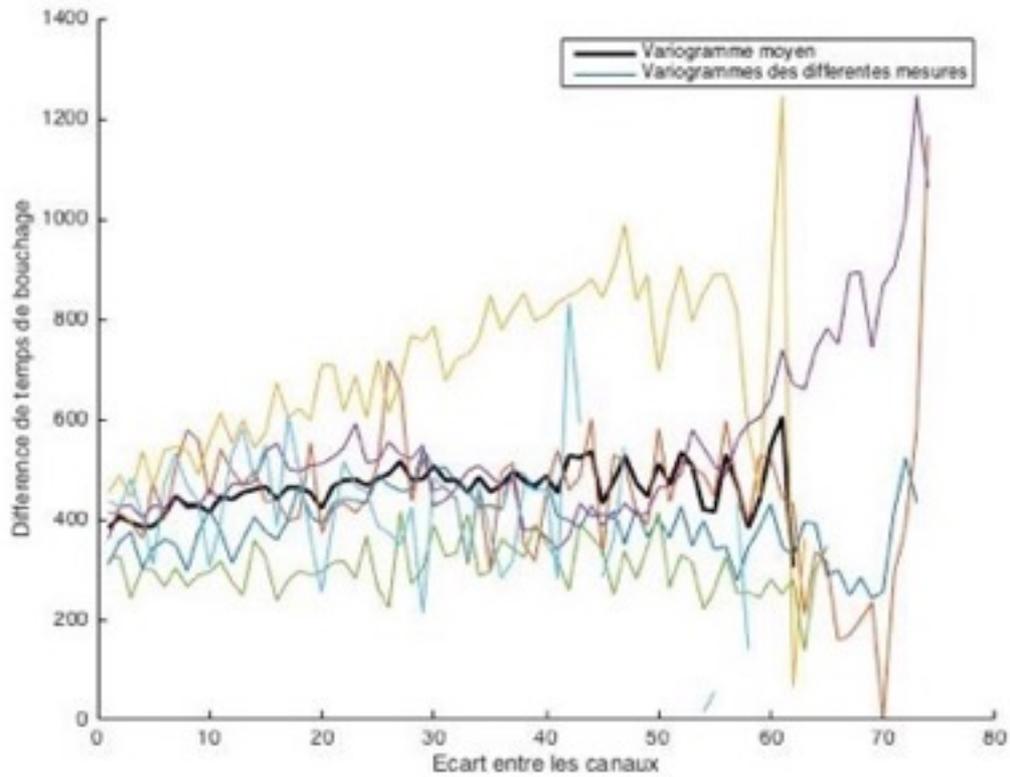
Utiliser matlab pour tracer le nombre de canaux bouchés en fonction du temps, et le variogramme.

V. Résultats

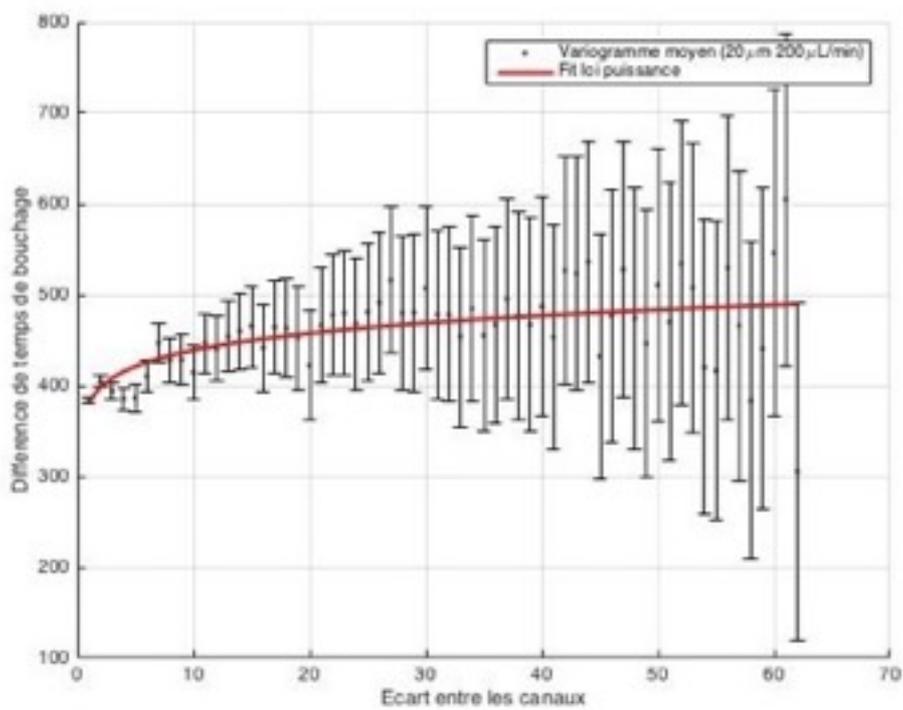
V.1 Analyse statistique des temps de bouchage:



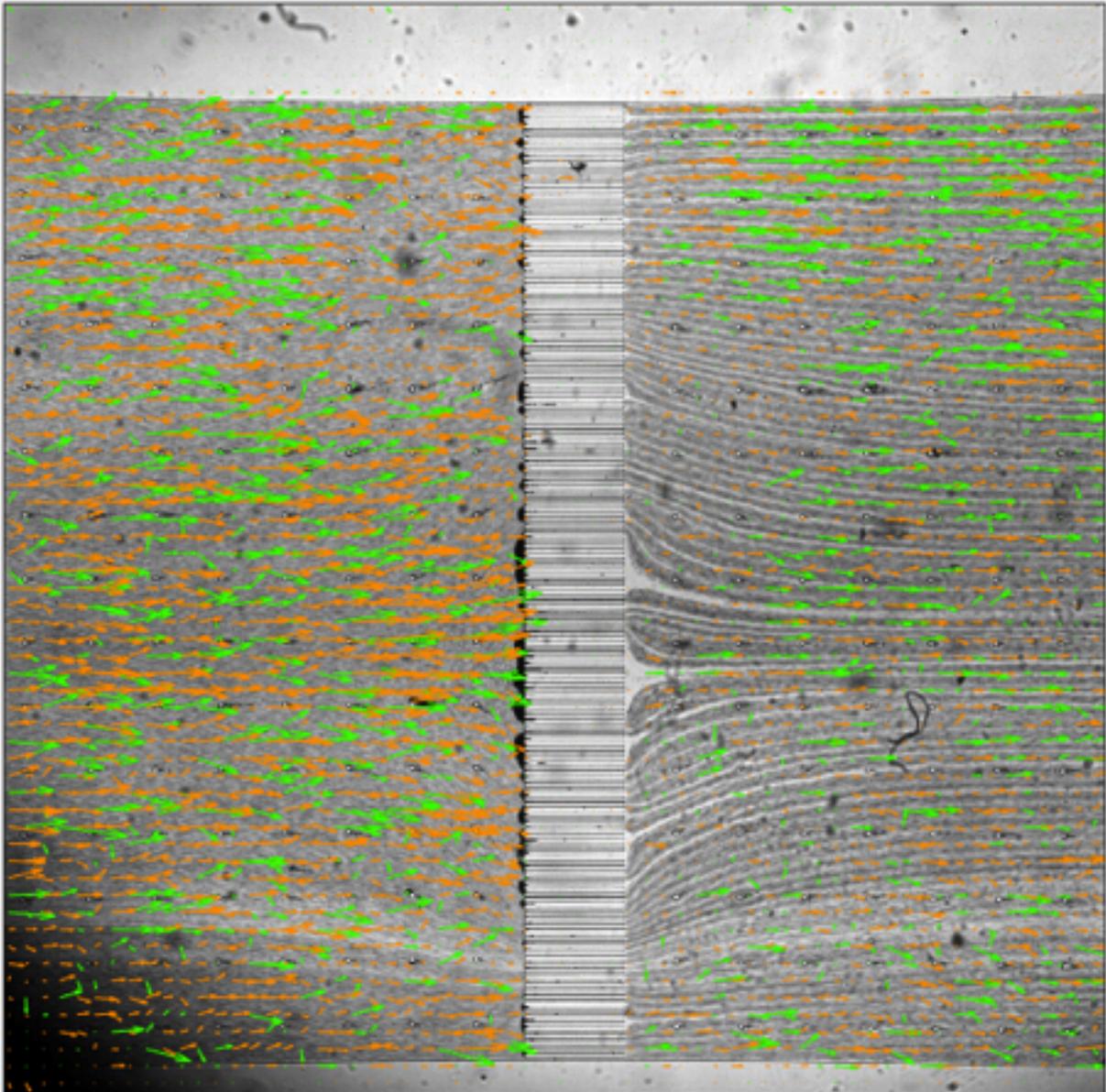
Moyennage du nombre de canaux bouchés en fonction du temps pour les différentes expériences et identification selon une fonction erreur ($A + B * \text{erf}(C*(t-t_0))$)



Calcul du variogramme (différence de temps de bouchage entre deux canaux en fonction de la distance les séparant) et moyennage sur les différentes expériences.



Identification selon une loi puissance. Caractéristique d'une corrélation entre les canaux sur environ 3 à 5 canaux de distance.



Essai de tracé du flux par PIVlab (Particle Image Velocimetry)

VI. Modèles probabilistes

Différents modèles probabilistes programmés sous Matlab. Ces différents modèles reposent sur des hypothèses sur la probabilité de bouchage des canaux au cours du temps.

Modèle 1:

Probabilité égale et constante pour l'ensemble des canaux. Les canaux sont indépendants.

Modèle 2:

Probabilité proportionnelle au débit dans un canal. Les canaux bouchés ont un débit nul. Le débit total est constant et équiréparti entre les canaux non bouchés. Chaque canal est dépendant de l'état global du réseau.

Modèle 3:

Probabilité initiale constante à laquelle s'ajoute une probabilité lorsqu'un canal voisin est bouché. Les canaux ne dépendent pas de l'état global du réseau mais seulement de l'état des canaux voisins.

Modèle 4:

Probabilité initiale proportionnelle au débit dans un canal à laquelle s'ajoute une probabilité lorsqu'un canal voisin est bouché. Les canaux bouchés ont un débit nul. Le débit total est constant et équiréparti entre les canaux non bouchés.

Modèle 5 (en cours):

Arrivée d'agrégats selon une distribution de taille normale. Bouchage si la taille de l'agrégat dépassent une taille critique dépendante du débit. Fréquence d'arrivée proportionnelle au débit dans le canal.

VII. Comparaison des résultats avec les modèles

En cours