

# Evaluation quantitative de l'adhérence de colles chirurgicales par la technique de gonflement-décollement

M. Braccini<sup>a</sup>, C. Bidan<sup>a</sup>, B. Perrin<sup>b</sup>, M. Dupeux<sup>a</sup>, L.K. Von Segesser<sup>b</sup>

a. SIMaP Grenoble-INP/CNRS/UJF, BP 75, 38402 - Saint Martin d'Hères

b. Service de Chirurgie Cardio-Vasculaire, CHUV-Lausanne, Suisse

## Résumé :

*L'adhérence de membranes de péricarde équin collées par un adhésif chirurgical a été mesurée par essai de gonflement-décollement, par injection d'eau distillée sous pression. La pression critique de décollement permet d'estimer une énergie de propagation de la fissure interfaciale. Les valeurs d'énergie d'adhérence mesurées sont faibles par rapport aux collages industriels, mais assez fiables pour permettre une comparaison entre différents adhésifs et une étude de l'effet des conditions de collage.*

## Abstract :

*The practical adhesion of equine pericardium membranes bonded with surgical glue has been measured by the bulge-and-blister technique under injection of pressurized distilled water. The value of the interfacial crack propagation energy can be estimated from the critical debonding pressure. The measured practical adhesion energies are weak with regards to those of engineering structural adhesives, but they are reliable enough to allow a comparison between different surgical glues and a study of the influence of the bonding experimental conditions.*

**Mots clefs :** adhérence, colles chirurgicales, gonflement-décollement.

## 1 Introduction

Après le succès toujours croissant des adhésifs structuraux dans le domaine industriel, des adhésifs ont également été développés dans le domaine chirurgical. Leurs applications vont des plaies cutanées à l'obturation des fuites liquides ou gazeuses dans les blessures, en passant par l'aide à la suture des plaies chirurgicales. Des compositions chimiques très diverses ont été mises sur le marché pour tenter de répondre aux deux objectifs essentiels de ces adhésifs spécifiques : i) le maintien du contact de deux plans de tissus biologiques *in vivo* par adhérence mécanique du film de colle interposé ; ii) l'aide à l'hémostase locale, en favorisant un processus de coagulation et de cicatrisation rapide [1].

Si la biocompatibilité de ces adhésifs présente évidemment toutes les garanties souhaitées, et si certaines d'entre-elles, spécialement formulées, apportent une aide réellement efficace à l'hémostase, force est de constater que la tenue mécanique qu'elles confèrent aux assemblages ainsi réalisés semble médiocre et au demeurant rarement évaluée jusqu'à présent. Cette carence dans leurs caractéristiques paraît en mesure d'entraver leur développement, à tel point que les professionnels de santé imaginent encore mal d'utiliser un adhésif autrement que comme simple complément à une suture filaire traditionnelle. Une meilleure caractérisation quantitative de l'adhérence de ces colles chirurgicales permettrait certainement d'étudier les mécanismes fondamentaux de leur interaction avec les tissus biologiques et d'améliorer leur formulation et/ou leurs conditions de mise en œuvre afin de progresser dans ce domaine.

L'objectif du présent travail est donc de mettre au point un protocole d'évaluation de l'adhérence de colles chirurgicales dans des conditions aussi représentatives que possible des modalités d'utilisation réelles, mais néanmoins assez reproductibles et maîtrisées pour en déduire des informations quantifiables sur l'influence des divers paramètres de mise en œuvre.

## 2 Procédure expérimentale utilisée

### 2.1 Essais de mesure d'adhérence

Pour atteindre les objectifs visés, l'essai d'adhérence par **gonflement-décollement de membrane** a été choisi. En effet, contrairement aux quelques essais déjà proposés pour quantifier l'adhérence des colles chirurgicales [2-4], il présente l'avantage de permettre une mesure fiable de l'énergie de propagation d'une fissure dans l'interface à tester dans des conditions de bonne stabilité mécanique. Cette énergie nécessaire pour créer une unité d'aire de fissure interfaciale (en joules par mètre-carré) est la grandeur physique la plus communément admise comme paramètre représentatif de l'adhérence mécanique des deux surfaces ainsi séparées.

Dans son principe [5], l'essai choisi consiste à injecter un fluide incompressible sous la face inférieure de la membrane à décoller au travers d'un orifice pratiqué dans le substrat sur lequel adhère cette membrane. Comme son nom le laisse penser, l'essai se déroule en deux étapes successives. Dans un premier temps (figure 1-a), le fluide progressivement injecté provoque une déflexion  $h$  de la membrane, la cloque ainsi produite suivant le contour de la « fenêtre » pratiquée dans le substrat ; pendant cette étape, la pression  $p$  du fluide, mesurée pendant l'injection, est une fonction croissante de la hauteur  $h$  de la cloque. Cette pression atteint à un moment donné une **valeur critique** suffisante pour amorcer un décolllement de la membrane sur les contours de la fenêtre (figure 1-b). Lorsque ce décolllement se propage, le volume de la cloque augmente rapidement, entraînant une chute de pression : ce changement de régime, nettement visible sur un graphe *pression x hauteur* (figure 1-c), marque le début de la phase de décolllement.

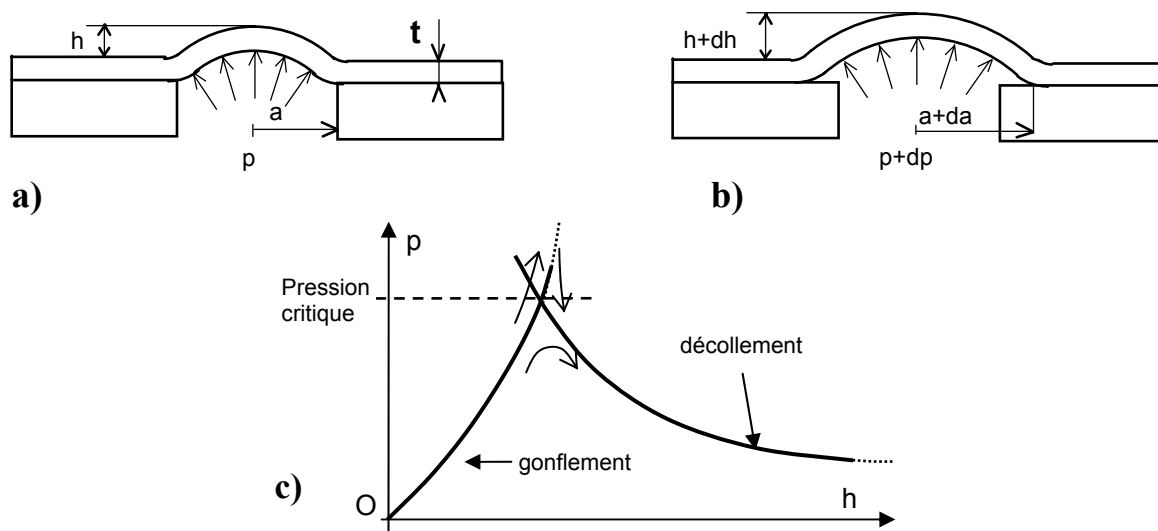


FIGURE 1 – Principe de l'essai de gonflement-décollement. **a)** étape de gonflement. **b)** étape de décolllement. **c)** graphe *pression x hauteur*.

Si la membrane décollée présente un comportement mécanique purement élastique linéaire et si la propagation de la fissure interfaciale a un caractère purement fragile, un arrêt de l'injection de liquide se traduit par un arrêt de l'avancée de la fissure. La courbe décroissante suivie par la pression lors du décolllement pendant l'injection d'un volume croissant de liquide répond alors à l'équation [6] :

$$C.p.h = G_{ic} \quad (1)$$

où  $C$  est une constante adimensionnelle voisine de 0,5 et  $G_{ic}$  représente l'énergie de propagation de la fissure interfaciale. Un simple ajustement numérique des points expérimentaux durant le décolllement permet donc de remonter à la valeur de cette énergie.

Ceci suppose évidemment que l'acquisition des altitudes successives de la cloque et des pressions correspondantes puisse être effectuée. Dans le dispositif utilisé (figure 2), la pression est mesurée en continu grâce à un manomètre électronique connecté à la chambre d'injection. De l'eau distillée est injectée à l'aide soit d'un piston à vis micrométrique, soit d'une micro-seringue motorisée. Un dispositif de profilométrie optique par projection de franges [7, 8] permet une acquisition rapide (en moins de 2 s) d'une image phasée de la surface de l'échantillon ; cette image est ensuite dépouillée à l'aide du logiciel *Fringe Analysis* [9] qui permet d'en déduire une carte complète du relief de l'échantillon.

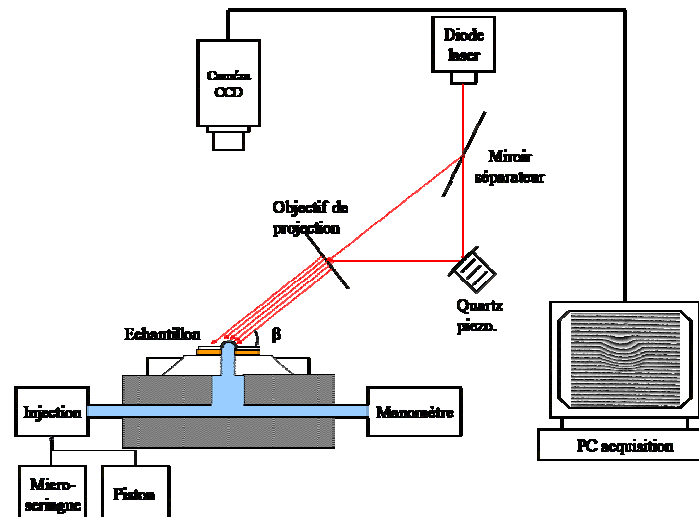


FIGURE 2 – Schéma d'ensemble du dispositif de gonflement-décollement et du système de profilométrie optique par projection de franges.

Ainsi, non seulement la hauteur maximale (précision en altitude estimée à  $\pm 5 \mu\text{m}$ ), mais également le contour complet (précision latérale estimée à  $\pm 100 \mu\text{m}$ ) de la cloque peuvent être connus à chaque instant de l'essai.

## 2.2 Préparation des échantillons

L'essai de gonflement-décollement nécessite de disposer d'échantillons sous forme de membranes minces souples, mais étanches et suffisamment résistantes à la tension biaxiale provoquée dans la cloque par la pression appliquée. Dans le cas présent, nous avons choisi le **péricarde équin** en tant que matériau modèle des tissus biologiques, en raison de sa disponibilité commerciale sous forme de panneaux de  $90 \times 140 \times 2 \text{ mm}$  (conservés dans une solution aqueuse appropriée), qui assure une bonne reproductibilité du matériau testé. Des disques de diamètre  $26 \text{ mm}$  sont découpés dans ces panneaux, essorés et collés sur les supports d'échantillons tronconiques à l'aide d'un adhésif structural à prise rapide du commerce, puis laissés sous presse pendant une durée d'au moins 30 minutes (figure 3). Cette première couche de péricarde est perforée en son centre, au droit de l'orifice d'injection. Cet orifice est ensuite obturé par un disque circulaire (diamètre  $6 \text{ mm}$ , épaisseur  $50 \mu\text{m}$ ) d'une fine membrane de polyéthylène qui a une double fonction : i) éviter la pénétration de colle dans l'orifice d'injection ; ii) constituer une zone circulaire peu adhérente bien définie pour faciliter l'amorçage du décollement lors de l'injection.

La colle chirurgicale à étudier est alors appliquée sur la surface de la première couche de péricarde, recouverte d'un second disque de péricarde, puis mise sous presse pour la durée de réticulation préconisée par le fabricant. Pendant l'injection, la pression de l'eau distillée provoque un gonflement de toute la région de la membrane supérieure de péricarde qui, à partir de la pression critique, se décolle progressivement de la membrane inférieure. Or, les premiers essais ont montré que cette membrane de péricarde humide présentait une très faible rigidité, de sorte que l'altitude et la forte courbure de la cloque obtenue posaient des problèmes de profilométrie.

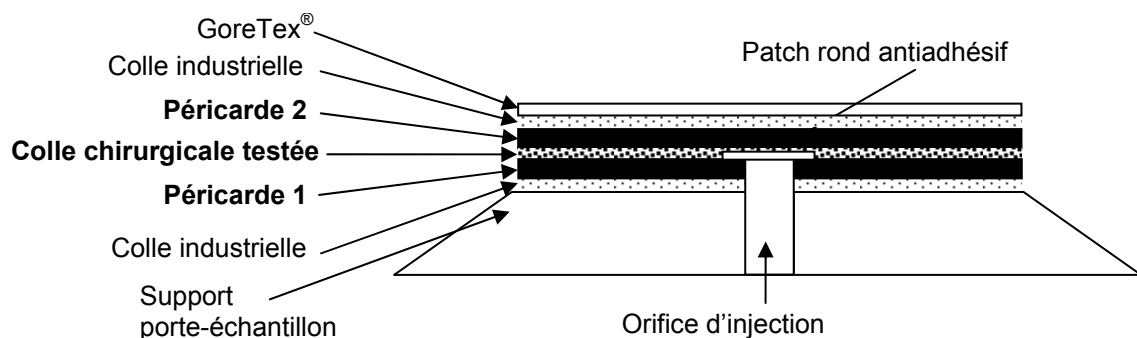


FIGURE 3 – Coupe schématique d'un échantillon de gonflement-décollement (diamètre  $26 \text{ mm}$  ; les épaisseurs des couches sont exagérées pour plus de clarté).

Il s'est donc avéré nécessaire de rigidifier la membrane supérieure en y superposant, à l'aide d'un adhésif industriel, une fine membrane de Goretex®. Cette adjonction, si elle modifie le comportement au gonflement, n'a cependant pas d'influence sur le bilan énergétique du décollement de l'interface entre les deux membranes de péricarde (ce qui constitue l'un des multiples avantages de cet essai d'adhérence).

### 3 Résultats

#### 3.1 Comportement et courbes obtenues

La figure 4 montre un exemple de courbe de gonflement et décollement *pression x hauteur* obtenue avec la colle chirurgicale la plus fréquemment testée lors de cette étude ; elle est illustrée par les images des contours de cloque acquises en différents points particuliers de la courbe.

Dès les premiers essais, un comportement inattendu s'est manifesté sous la forme d'une **relaxation** spontanée de pression en cas d'arrêt momentané de l'injection (par exemple de a à b, de c à d, de e à f sur la figure 4). Pour autant, pendant ces épisodes de chute de pression, le contour de la cloque n'évolue pas significativement, ce qui signifie qu'aucun décollement ne se produit, qui pourrait justifier une augmentation de volume comme dans le cas idéal d'une membrane élastique. Cette relaxation, due à une augmentation progressive d'altitude de la cloque à périmètre constant et sans injection supplémentaire, dénote donc un **comportement visqueux** du péricarde constituant la membrane (déformation progressive au cours du temps). Le volume injecté demeurant constant pendant ces phases, l'accroissement de volume de la cloque est nécessairement alimenté par un transfert minime d'eau depuis la capacité que constitue le bloc de gonflement (figure 2).

Ce n'est que lors du trajet g-h-i-j, toujours après arrêt de l'injection, que le contour de la cloque s'agrandit, témoignant d'une progression de la fissure de décollement des deux membranes de péricarde. Cette poursuite de la progression de la fissure même lorsque la pression chute à des valeurs très faibles est caractéristique de conditions dites de **propagation sous-critique**.

Ces deux effets de déformation visqueuse et de propagation sous-critique doivent être pris en compte pour l'analyse des courbes obtenues. C'est leur action simultanée qui explique que le décollement se poursuive même en l'absence d'injection et que la courbe de décollement s'écarte rapidement de l'hyperbole  $C.p.h = 2,50 \text{ J/m}^2$  reportée sur le graphe de la figure 4 à l'endroit où le début du décollement est observé.

Une dernière particularité à signaler concerne le contour souvent irrégulier de la cloque lors de son décollement, qui traduit l'hétérogénéité de l'adhérence du collage réalisé – y compris sur un même échantillon – en dépit de toutes les précautions prises pour assurer sa réalisation dans des conditions maîtrisées et reproductibles.

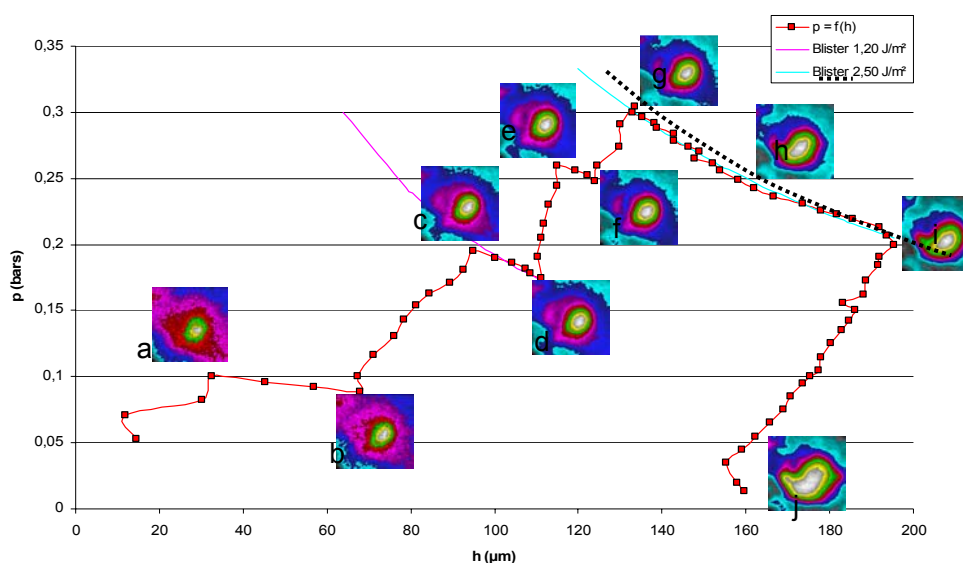


FIGURE 4 – Exemple de courbe de gonflement-décollement de deux membranes de péricarde équin assemblées avec la colle chirurgicale Dermabond®. Les incrustations représentent les images des contours de la cloque en différents points particuliers.

### 3.2 Valeurs d'énergies d'adhérence

Compte tenu de la présence du phénomène de propagation sous-critique évoqué ci-dessus, nous avons décidé de prendre comme caractéristique d'adhérence la valeur d'énergie de propagation correspondant au **début du décollement** de chaque échantillon. Ce sont ces valeurs que nous utiliserons dans la suite comme résultats dans le cadre de cette étude. Encore convient-il de les évaluer de la manière la plus exacte possible. Or, la relaxation visqueuse de la membrane de péricarde dissipe une partie de l'énergie mécanique apportée à l'échantillon sans pour autant contribuer à la propagation de la fissure de décollement puisque seule l'énergie élastique, restituable, est susceptible d'être libérée pour être motrice lors de cette propagation. Sur un graphe comme celui de la figure 4, la relaxation sans décollement se traduit par des décalages du point critique de début de décollement vers la droite, vers des valeurs de plus en plus élevées de l'altitude de la cloque : en conséquence, l'hyperbole passant par les points de début de décollement correspond à une valeur **surestimée** de l'énergie de propagation. Une manière graphique simple de corriger cette dissipation d'énergie consiste à retrancher à l'abscisse des points de la courbe de décollement toutes les variations d'altitude éventuelles pendant des périodes de relaxation, comme si la montée en pression lors du gonflement s'était effectuée de manière monotone [10]. Le début du décollement coïncide alors avec une hyperbole plus proche de l'origine, correspondant à une énergie de propagation corrigée plus faible.

La figure 5 montre les résultats ainsi corrigés obtenus pour 25 échantillons réalisés avec une même colle chirurgicale (Dermabond®). La forte dispersion de ces résultats n'est cependant pas totalement aléatoire puisqu'ils vérifient une statistique de Weibull (figure 5-b), ce qui traduit bien la forte dépendance de l'adhérence à la présence et à la taille de régions à très faible tenue mécanique dans les surfaces collées.

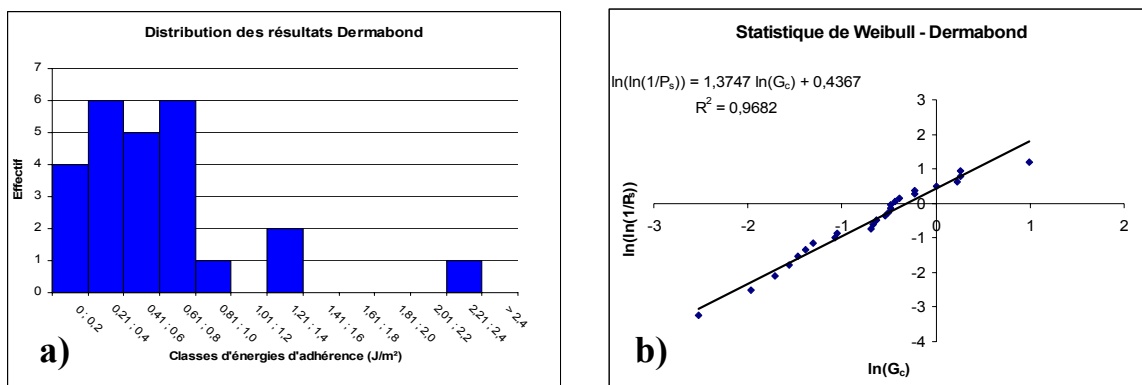


FIGURE 5 – Résultats de 25 échantillons testés avec la colle chirurgicale Dermabond®. **a)** Histogramme de distribution des énergies d'adhérence corrigées ; valeur moyenne :  $G_c = 0,66 \text{ J/m}^2$  ; écart-type :  $e = 0,55 \text{ J/m}^2$ . **b)** Diagramme de Weibull de la probabilité de survie  $P_s$  en fonction de l'énergie de propagation de fissure  $G_c$ .

Les essais effectués selon le même protocole avec d'autres nuances de colles chirurgicales (Omnex®, Coseal®) ou avec un adhésif industriel (cyanoacrylate Loctite®), ont conduit à des valeurs moyennes d'énergie d'adhérence du même ordre de grandeur.

## 4 Discussion

Le comportement visco-élastique des membranes de péricarde équin n'est pas très étonnant en lui-même pour un tissu organique, surtout en présence d'eau distillée susceptible d'imprégner ce tissu dans un état plus ou moins avancé de dessiccation au début de l'essai. Diverses approches théoriques sont en cours d'exploration pour tenir compte de ce comportement visqueux qui se manifeste tant pendant le décollement que pendant le gonflement. Sur un plan purement expérimental, il est envisagé d'utiliser pour la pressurisation non plus de l'eau distillée, mais un fluide à haut poids moléculaire moins susceptible d'imprégner le péricarde. Il semble néanmoins improbable de réussir à éviter complètement le comportement visco-élastique intrinsèque aux tissus biologiques.

Cette particularité explique probablement aussi en partie les effets de propagation sous-critique des fissures de décollement : les mécanismes de décohésion en pointe de fissure pour un collage de tels matériaux sont probablement très éloignés de ce qu'ils sont pour un collage structural à caractère essentiellement fragile, où un critère de rupture de type « Griffith » s'appliquerait. Dans les matériaux de structure, on observe classiquement des effets de propagation sous-critique de fissures par exemple dans certaines conditions de corrosion sous contrainte, notamment dans les céramiques et les verres minéraux [11] : dans de telles

situations, il s'avère que la propagation de la fissure est conditionnée autant par l'action en pointe de fissure d'un fluide agressif, que par la valeur du facteur d'intensité de contrainte appliqué. Quelques observations préliminaires au M.E.B. de coupes transversales *post mortem* d'échantillons décollés ont été effectuées pour disposer des premiers éléments de réponse sur cette question. Il apparaît que la fissure de décollement suit généralement l'interface entre la couche de colle chirurgicale et la couche supérieure de péricarde. Elle s'accompagne de fréquents délaminages partiels de la couche de péricarde elle-même. Les cavités interfaciales voisines de la pointe de fissure révèlent des faciès complexes de fibres issues de la couche de péricarde enrobées dans la couche d'adhésif (figure 6).

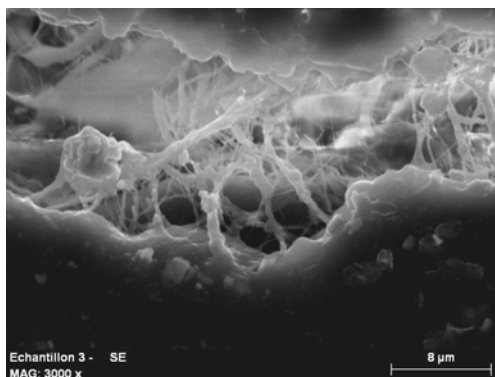


FIGURE 6 – Cavité en pointe de fissure interfaciale entre la couche de colle chirurgicale (Dermabond®) en bas et la membrane de péricarde en haut. On observe des ligaments résiduels constitués de fibres imprégnées d'adhésif (observation MEB *post mortem* sur coupe transversale d'échantillon après essai).

Les valeurs d'énergie d'adhérence mesurées, de l'ordre de  $1 \text{ J/m}^2$  pour toutes les colles, sont faibles si on les compare aux valeurs mesurables pour les collages structuraux couramment effectués dans l'industrie : dans ces collages, l'énergie d'adhérence atteint couramment plusieurs dizaines de joules par mètre carré, voire plus si des mécanismes dissipatifs intenses (comme la plasticité dans la couche de colle ou dans l'un ou l'autre des matériaux assemblés) sont mis en œuvre lors du décollement. Visiblement, la responsabilité de cette faible résistance mécanique n'incombe pas aux adhésifs chirurgicaux eux-mêmes puisque, comme nous l'avons vérifié, des collages de péricarde effectués avec une colle structurale industrielle ne fournissent pas de meilleurs résultats. C'est donc vraisemblablement la nature même des liaisons chimiques constituées entre l'adhésif et le tissu du péricarde qui est à incriminer, et la qualité de cette adhésion – au sens physico-chimique du terme – qui est à améliorer. Plusieurs pistes sont envisageables pour cela [12], dont la procédure d'essai mise en place permettra de vérifier quantitativement l'efficacité.

## References

- [1] Jackson M., Fibrin sealants in surgical practice: An overview. *The American Journal of Surgery*, 182, 1S–7S, 2001.
- [2] Bresnahan K, Howell J, Wizorek J., Comparison of Tensile Strength of Cyanoacrylate Tissue Adhesive Closure of Lacerations Versus Suture Closure, *Annals of emergency medicine*, 11, 2-5, 1995.
- [3] Ninana L, Monahanb J, Stroshinea R, Wilkerb J, Ninan R et al. Adhesive strength of marine mussel extracts on porcine skin, *Biomaterials*, 24, 4091–4099, 2003.
- [4] Shapiro A.J., Tensile strength of wound closure with cyanoacrylate glue, *Am. Surg.*, 67(11), 1113-1115, 2001.
- [5] Dupeux M., Mesure des énergies de rupture interfaciale : problématique et exemples de résultats d'essais de gonflement-décollement. *Mécanique et Industries*, 5, 441-450, 2004.
- [6] Jensen H.M., The blister test for interface toughness measurement, *Eng. Fract. Mech.*, 40, 475-486 (1991)
- [7] K.J. Gasvik, *Optical Metrology*, ISBN 0-471-95528-0 (1995).
- [8] S. H. Wang, C. J. Tay, C. G. Quan, H. M. Shang, Investigation of membrane deformation by a fringe projection method. *Applied Optics*, V.22, N°1, 101-107, 2002.
- [9] "Fringe Analysis 2.5 ®". HOLO 3, 7 rue du Général Cassagnou, F 68300 – Saint Louis (France).
- [10] Lee C-Y., Dupeux M., Tuan W-H., Influence of firing temperature on interface adhesion between screen-printed Ag film and BaTiO<sub>3</sub> substrate. *Mat. Sci. Eng. A*, 467, 125-131, 2007.
- [11] J.M Haussonne, C. Carry, P. Bowen, J. Barton, *Céramiques et verres ; Traité des matériaux*, Vol. 16, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Lausanne (Suisse), 2005.
- [12] Perrin B., Dupeux M., Vergnat M., von Segesser L.K., Dans quelles directions aller pour améliorer les colles chirurgicales ? Communication aux Journées d'Automne de la Société Française de Chirurgie Thoracique et Cardio-Vasculaire, Paris (France), 12-13 Décembre 2008.