PREPARATION ET CARACTERISATION DES SURFACES D'EBULLITION

Ce chapitre présente les échantillons qui servent de support aux surfaces étudiées dans le cadre de cette thèse. Dans un premier temps, la géométrie de cet échantillon est décrite et justifiée. Ensuite, la méthode de préparation et de caractérisation des surfaces est détaillée. Enfin, les échantillons adaptés à l'étude des phénomènes par plasmon de surface sont présentés.

2.1. Géométrie des échantillons d'essai

Le phénomène d'ébullition nucléée est étudié sur des échantillons ayant une base géométrique similaire mais des états de surface différents. Il s'agit de disques de diamètre 80 mm et d'épaisseur 5 mm (Figure 2.1 a). Une géométrie circulaire a été choisie pour des raisons de symétrie et les dimensions sont contraintes par les techniques de réalisation des surfaces. La zone d'étude, comportant les différents états de surface étudiés, est un disque de 25,4 mm situé au centre de l'échantillon sur sa face avant. L'échantillon est chauffé sur sa face arrière par une résistance électrique de même diamètre.

Dans les échantillons utilisés habituellement pour l'étude de l'ébullition, les premières bulles apparaissent généralement à la périphérie des échantillons. La présence d'interstices à la jonction de la surface métallique avec le matériau isolant environnant et la faible mouillabilité des fluides avec les isolants utilisés (Téflon, Nylon, colles pour combler les interstices, etc.) constituent des facteurs très favorables à l'apparition des bulles à la périphérie de la zone d'étude. C'est pourquoi, afin éviter la formation de ces bulles parasites, une rainure annulaire a été réalisée en face arrière de l'échantillon dont le diamètre interne correspond au diamètre de la zone d'étude (25,4 mm). La profondeur de cette rainure est de l'ordre de 4,8 mm et sa largeur de 5 mm ou 10 mm en fonction des échantillons. Cette rainure permet de limiter les transferts de chaleur vers la périphérie de l'échantillon et donc l'activation de bulles parasites. Les deux épaisseurs différentes des rainures sont dues aux spécificités des deux bancs d'essais du projet NUCLEI, l'un en conditions cryogéniques et l'autre en conditions ambiantes.

L'épaisseur de métal d'environ 0,2 mm séparant la zone d'étude de la périphérie de l'échantillon a été choisie de manière à conserver la résistance mécanique de l'échantillon tout en limitant au maximum les pertes thermiques vers la périphérie et maintenir celle-ci à une température proche de la température de saturation, donc à une surchauffe insuffisante pour générer des bulles.

Enfin, chaque échantillon comporte une micro-rainure linéaire (longueur : 25,4 mm, largeur 300 µm et profondeur 500 µm) traversant la zone centrale en face arrière afin d'insérer un thermocouple de type K pour la mesure de température de l'échantillon sous la zone d'études (Figure 2.1 a).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2017LYSEI057/these.pdf
© [M. Al Masri], [2017], INSA Lyon, tous droits réservés

Afin d'évaluer la répartition de la température à la surface de l'échantillon, un modèle numérique axisymétrique a été développé sous COMSOL Mutiphysics 5. Les conditions aux limites introduites sont conformes aux conditions expérimentales. Sur la face inférieure, un flux thermique est imposé dans la zone centrale (10 W/cm²), la périphérie de la face inférieure étant isolée. Sur la face supérieure, un coefficient d'échange par convection naturelle de 500 W/m²K est imposé sur la périphérie du système et un coefficient d'échange par ébullition de 1500 W/m²K au centre de l'échantillon avec une température de saturation du fluide de 60 °C. Ces valeurs sont estimées à partir de valeurs expérimentales pour des conditions d'ébullition peu développée. La figure 2.1(b) présente le résultat obtenu pour un flux thermique de 10 W/cm². La température de la partie centrale est homogène, elle décroît très rapidement vers la température de saturation du fluide après la rainure en direction de la périphérie de l'échantillon, ce qui permet d'éviter la formation de bulles parasites. La différence de température entre la partie centrale et celle de la partie latérale est d'environ 30 K, ce qui permet d'éviter le phénomène d'ébullition en dehors de la zone centrale de l'échantillon.

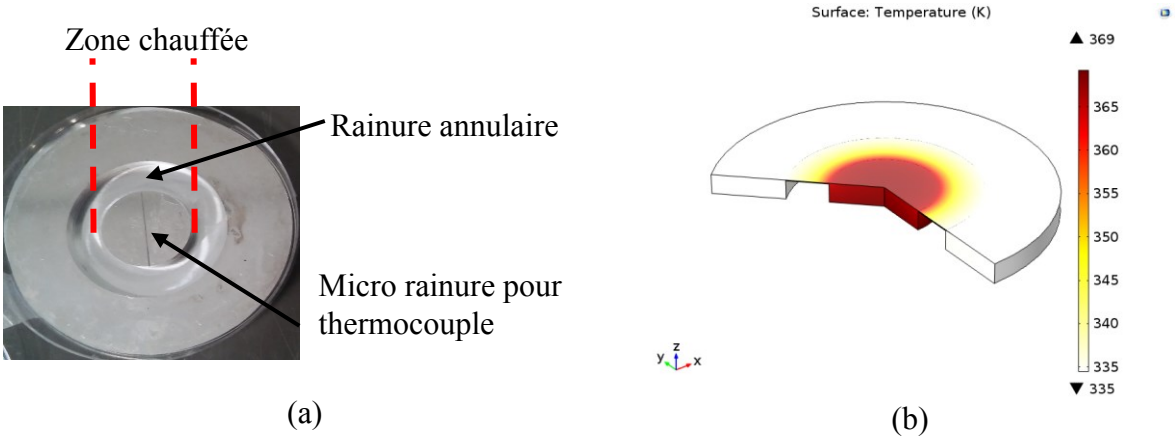


Figure 2.1 : *a) Vue de la face arrière de l'échantillon ; b) Champ de température de l'échantillon dans les conditions de l'expérience*

2.2. Polissage des échantillons

Tous les échantillons sont polis mécaniquement à l'aide d'une polisseuse de type Lamplan MM 8400 présentée sur la figure 2.2. Le plateau de rodage NEW LAM® est utilisé avec différents abrasifs à base de diamant ou de silice. Dès la mise en rotation du plateau, sous l'effet combiné du poids de la pièce et de la charge des vérins, les grains se déplacent en produisant une action abrasive.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2017LYSEI057/these.pdf
© [M. Al Masri], [2017], INSA Lyon, tous droits réservés

Figure 2.2 : *Polisseuse et outils de polissage*

Les surfaces les plus lisses sont obtenues à l'aide de la polisseuse, en respectant une procédure bien précise. Tout d'abord, la surface doit être dégrossie. Cela est réalisé à l'aide d'un fluide abrasif chargé de particules de diamant de 15 µm (Bio DIAMANT de NEOLAP®). La durée de cette première étape dépend de l'état initial de la surface (minimum 5 min, maximum 1 heure). La deuxième étape, consiste à supprimer les rayures. Pour cela un support de polissage constitué d'un tissu de fibres naturelles tissées en satin extra fin est collé sur le plateau rotatif de la polisseuse. Des liquides abrasifs de type Bio DIAMAND de NEOLAP®, chargés respectivement de grains de diamant de 6 µm, puis de 3 µm sont utilisés. Pour chaque taille de grain un nouveau tissu vierge est utilisé. La durée de cette étape varie entre 5 min et 10 min selon l'état de la surface. Au cours de cette étape des contrôles visuels permettent de vérifier l'état de la surface. Lorsque l'état de la surface apparaît satisfaisant (aspect miroir, sans rayures visibles) la dernière étape est abordée. A cette fin, une solution aqueuse contenant une suspension de grains de silice nanométriques, non agglomérés par stabilisation en milieu alcalin est réalisée. Ce liquide est utilisé avec un support de polissage adapté (Fibres en viscose longues flockées tendres) afin d'obtenir les polissages de meilleure finition obtenus au cours de cette thèse (rugosités de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres).

Pour obtenir des surfaces de qualité intermédiaire, la dernière étape est supprimée et remplacée par un polissage à base de grains de diamants de différents diamètres (2 µm, 1 µm ou 0,75 µm) suivant le niveau de rugosité désiré.

Après le polissage, les surfaces sont nettoyées avec de l'acétone dans un bain à ultrasons pendant 15 min. Un contrôle final de l'état de surface est réalisé à l'aide d'un examen méticuleux au microscope confocal, ce qui permet aussi de caractériser la surface. Si l'état de surface n'est pas satisfaisant, la procédure de polissage est renouvelée à partir de la dernière étape.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2017LYSEI057/these.pdf
© [M. Al Masri], [2017], INSA Lyon, tous droits réservés

2.3. Chimie de surface des échantillons et fluide

Les échantillons de base sont réalisés en aluminium de type Au4G, qui est le matériau utilisé pour réaliser les échangeurs d'Air liquide. La nature de l'échantillon est donc également une contrainte liée au projet NUCLEI puisque les mêmes échantillons doivent être testés également dans les conditions de l'application. Cette contrainte limite également le choix du fluide de travail, puisque peu de fluides sont compatibles chimiquement avec l'aluminium. Le fluide le plus adapté pour cette étude en conditions ambiantes est l'acétone qui au-delà de sa compatibilité chimique avec l'aluminium présente une température de saturation basse à la pression de 1 bar (~56 °C) ce qui facilite grandement l'étude expérimentale. Par ailleurs, il possède l'avantage, par rapport à l'eau, de ne pas dissoudre de grandes quantités d'air, ce qui est un avantage majeur pour l'étude du déclenchement de l'ébullition. En effet, il ne faut pas que les germes d'air dissout amorcent la nucléation. D'autre part, l'acétone est stable chimiquement et disponible dans le commerce en très grande pureté (> 99,98 %).

Certaines surfaces ont été recouvertes par une couche mince, soit d'aluminium ultra pur (entre 300 nm et 500 nm d'épaisseur), soit d'oxyde de cérium CeO_2 (300 nm), soit d'hydrocarbure amorphe aCH (680 nm), soit de carbure de silicium amorphe aSiCH (540 nm). Ces revêtements ont été réalisés par le partenaire IREIS (groupe HEF) du projet NUCLEI dans le but d'étudier l'influence de la mouillabilité de la surface sur le phénomène d'ébullition. Deux techniques ont été utilisées pour obtenir les revêtements : la procédure de dépôt en phase vapeur (appelée méthode PVD) et la procédure de dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma (appelée méthode PECVD ou PACVD).

La méthode PVD a été utilisée pour réaliser les couches d'aluminium pur et les couches de CeO_2. Les couches minces d'aluminium ont été déposées par pulvérisation d'une cible d'aluminium 1050 sous argon et polarisation sous une tension continue de 50 Volts. L'échantillon relié à la masse constituant l'anode et la cible d'aluminium portée à un potentiel de - 50 volts, constituant la cathode. Les couches minces d'oxyde de cérium ont été obtenues par pulvérisation cathodique magnétron Haute Fréquence (RF ou Radio-Frequency) sous oxygène d'une cible de Cérium. Il n'y a pas eu de polarisation des échantillons pour ces dépôts.

La méthode PVD a été utilisée pour réaliser les couches d'hydrocarbure amorphe aCH et de carbure de silicium amorphe aSiCH (a = amorphe). La couche aSiCH a été élaborée à partir d'un précurseur TMS (Tetra Methyl Silane, $Si(CH_3)_4$) et la couche aCH a été élaborée à partir d'un précurseur acétylène (C_2H_2). Dans les deux cas, les substrats (les échantillons Au4G) étaient polarisés par une tension DC pulsée à 250 kHz de 35 Volt.

Pour déterminer le caractère mouillant ou non du fluide, l'angle de contact d'une goutte posée sur la surface est mesuré (méthode de la goutte sessile). Pour cela une goutte de fluide (eau déminéralisée ou acétone pur) est déposée sur la surface à l'aide d'une seringue. L'angle de contact solide/liquide est mesuré à l'aide des images prise par une caméra rapide. Le milieu environnant est l'air ambiant. Dans le cas de l'acétone, l'évaporation est rapide : la mesure doit donc être réalisée durant les premières millisecondes, après que la goutte versée par la seringue se soit stabilisée sur la surface. Le tableau 2.1 présente l'angle de contact pour les différents revêtements avec l'acétone et l'eau.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2017LYSEI057/these.pdf
© [M. Al Masri], [2017], INSA Lyon, tous droits réservés

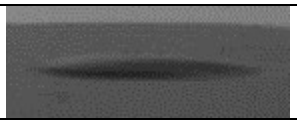
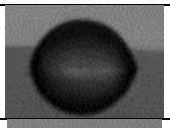
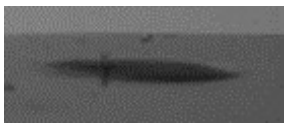
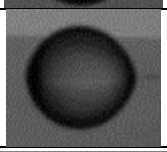
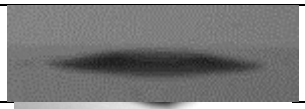
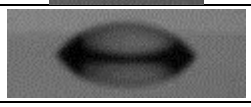
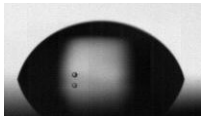
Dépôt	Acétone	Angle de contact avec l'acétone	Eau	Angle de contact avec l'eau
aCH		13°		82°
aSiCH		12°		79°
Au4G/ Nano réseau		15°		51°
CeO_2		21°		70

Tableau 2.1 : *Angle de contact pour différents dépôts avec l'acétone et l'eau*

Que ce soit pour l'eau ou l'acétone, aucun angle de contact supérieur à 90° n'a été mesuré. Cependant, pour l'eau, les angles de contacts sont compris entre 50° et 80° ; les gouttes ont exactement la forme d'une portion de sphère et l'angle de contact est facilement mesurable. Dans le cas de l'acétone, les surfaces sont beaucoup plus mouillantes car la goutte s'étale sur la surface, son contour est irrégulier, pas toujours circulaire, l'angle de contact n'est pas facilement mesurable et il peut varier légèrement le long du contour. Les valeurs d'angles données dans le tableau, comprises entre 12° et 20°, sont donc des valeurs moyennes assez approximatives. Cependant, elles permettent de constater que l'acétone est toujours très mouillant pour tous ces revêtements. L'étude de l'influence de la nature chimique de la surface (mouillante ou non mouillante) initialement prévue dans cette thèse, n'a donc pas pu être réalisée. Seule l'étude de l'influence de la topographie de la surface est menée.

2.4. Caractérisation des surfaces

2.4.1. Mesures au microscope confocal

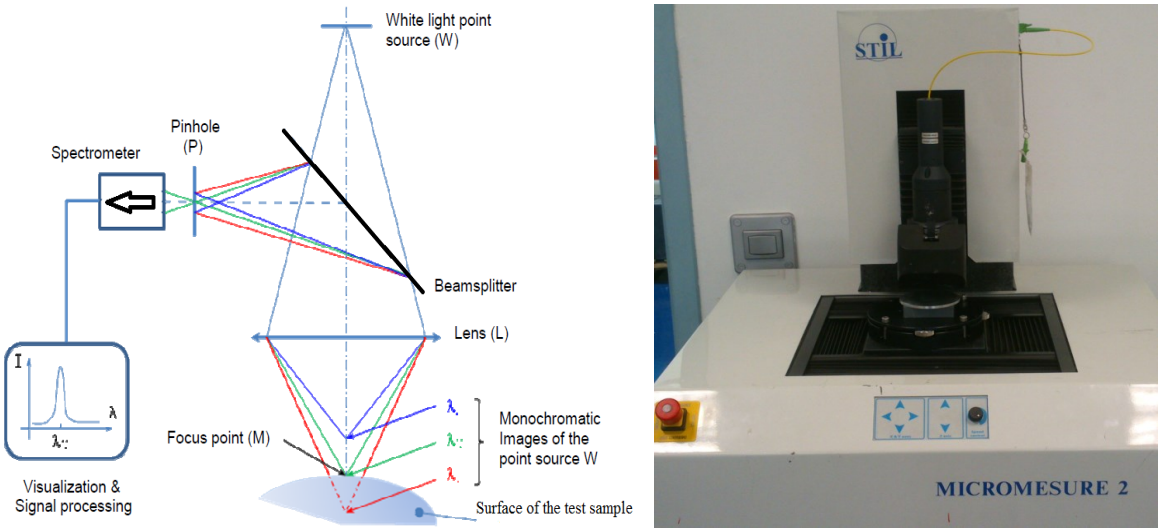
La microscopie confocale permet une mesure non intrusive du profil de la surface. Un faisceau lumineux cylindrique émis pour une source ponctuelle de lumière blanche traverse une lentille à aberrations chromatiques axiales. Après la traversée de la lentille, la lumière blanche converge le long d'une ligne constituée d'un continuum de points monochromatiques répartis le long de l'axe optique. Ces différents points constituent des images monochromatiques de la source.

Si une interface est présente dans l'espace de mesure, elle réfléchit la lumière reçue. Une analyse spectrométrique de la lumière réfléchie permet de reconstituer la forme du profil de la surface (figure 2.3 a). Le pic de l'énergie lumineuse reçue sur le spectromètre correspond à l'image monochromatique ponctuelle de la source en coïncidence avec l'interface. Ce principe de mesure non intrusif permet de déterminer avec une très grande précision le profil d'une surface.

Le microscope confocal utilisé a été développé par la société STIL SA. Il s'agit de la station de mesure MICROMESURE2 associée au contrôleur CHR 150. La lentille à aberrations chromatiques contrôlées est montée dans un crayon optique fixé sur une table motorisée suivant

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2017LYSEI057/these.pdf
© [M. Al Masri], [2017], INSA Lyon, tous droits réservés

la direction verticale *z*. Le champ de mesure est de 350 µm et la distance de travail du crayon est de 12,7 mm. La précision de la mesure en altitude est de 60 nm. Le diamètre du faisceau lumineux est égal à 3 µm. L'acquisition des profils est effectuée grâce au logiciel SurfaceMap, développé par la société STIL SA. La détermination des paramètres de rugosité de chaque surface peut être réalisée à l'aide du logiciel commercial SPIP.



(a) (b)

Figure 2.3 : *Microscopie confocale : (a) Schéma de principe (b) Photo du système*

2.4.2. Détermination de l'état de surface

Un balayage de la surface est effectué sur un grand nombre de lignes (750 lignes distantes de 20 µm) afin d'obtenir une vision globale de l'état de la surface. Le pas de déplacement du capteur est de 5 µm selon x (direction de la ligne de balayage), 20 µm selon y (distance entre 2 lignes) comme montre la figure 2.4. Ainsi, il y a toujours la probabilité qu'un défaut soit présent entre 2 lignes, c'est une vraie limite de cette série de mesure. Quelques échantillons ont été balayés avec un pas selon x de 5 µm et y de 5 µm, mais leur temps de balayage est autour de 15 h. Pour optimiser le temps nécessaire pour la préparation et la caractérisation des échantillons (polissage, nettoyage et analyse par microscope confocal), pour un grand nombre d'échantillons (proche 100), le pas selon y a été augmenté jusqu'à 20 µm ; le temps nécessaire pour balayer la zone d'étude est alors autour de 1 h 30.

Le logiciel SPIP donne les paramètres de profils à partir de ces mesures (Ra, RMS, etc.) sur chacune des lignes et sur la surface totale balayée. Cependant, le logiciel détermine ces paramètres par rapport à une altitude moyenne ce qui suppose que la surface soit parfaitement plane. Dans le cas où la surface n'est pas parfaitement plane (cas réel), une correction doit être réalisée pour obtenir les vrais paramètres caractéristiques de la rugosité de la surface.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2017LYSEI057/these.pdf
© [M. Al Masri], [2017], INSA Lyon, tous droits réservés

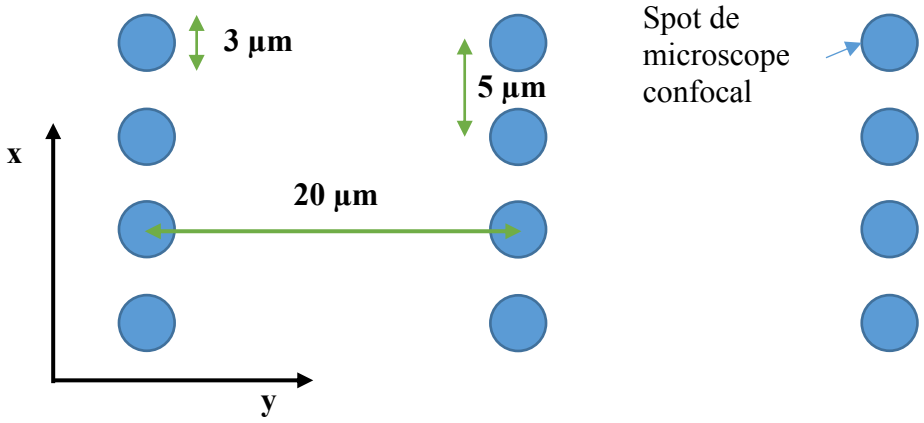


Figure 2.4 : *Carte de balayage*

Pour cela une analyse a été faite à l'aide du logiciel MATLAB en suivant la procédure suivante :

1. Les données numériques des profils obtenus avec le microscope confocal sont importées dans l'espace de travail de Matlab.
2. Pour chaque profil, les coordonnées de la position moyenne du profil sont déterminées à l'aide de polynômes d'ordre 6. Ce profil moyen est défini comme niveau de référence (altitude z = 0). Ceci permet de rendre la surface « plane » numériquement.
3. Pour chaque point de mesure, les écarts d'altitude avec le niveau de référence sont déterminés. Le profil de la surface est reconstitué sur une surface fictive plane idéale.
4. A partir de ces écarts, les vrais paramètres caractéristiques de surface (RMS, etc.) sont alors calculés, d'abord pour chacune des lignes, ensuite pour toute la surface balayée.
5. Enfin, l'histogramme de la répartition des « creux » et des « pics » par rapport à ce niveau moyen est tracé, ce qui permet d'avoir une vision synthétique et plus complète de l'état de la surface.

Cette procédure a permis de caractériser l'état de surface de chacun des échantillons. Par exemple, la figure 2.5 (a) représente le profil (échantillon noté S_{Ld7}) obtenu sur une ligne d'un échantillon poli. Ce relevé nous montre que la surface n'est pas parfaitement plane, la ligne moyenne des rugosités obtenue par lissage à l'aide d'un polynôme d'ordre 6 (en rouge sur la figure) n'est pas horizontale. Sur une ligne de longueur 16 mm, le défaut de planéité (écart entre les cotes maximale et minimale de la ligne rouge) n'est que de 1 µm. Globalement, la planéité de la surface est donc satisfaisante car elle atteint les limites des performances du matériel de polissage. Cependant cet écart est du même ordre de grandeur que la taille des rugosités, une correction doit donc être effectuée. La figure 2.5 (b) représente le profil fictif obtenu en rendant la surface plane. Le niveau zéro est donné par la position du polynôme d'interpolation (représenté en rouge sur la figure). Sur cet échantillon, qui correspond à une surface rugueuse, la taille des rugosités (écart avec la ligne rouge) varie entre – 2 µm (creux) et + 2 µm (crêtes). Le RMS calculé à partir d'un profil non corrigé donne une valeur incorrecte car les écarts sont calculés à partir du niveau moyen de la surface non plane.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2017LYSEI057/these.pdf
© [M. Al Masri], [2017], INSA Lyon, tous droits réservés

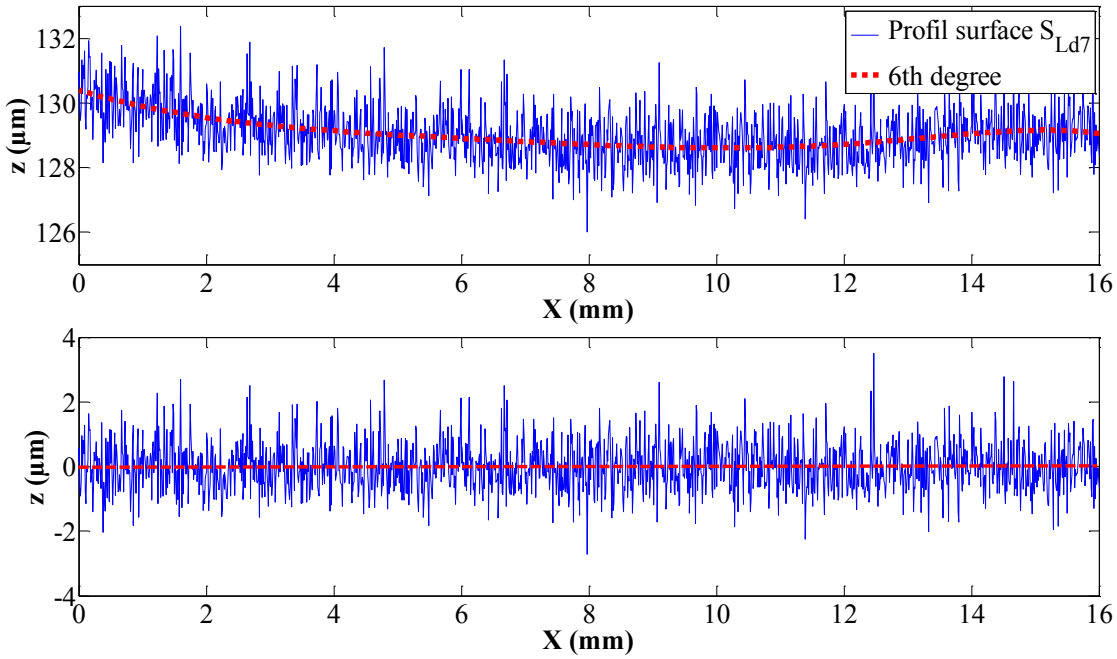


Figure 2.5 : *Exemple de profil avant et après correction numérique de la planéité*

Une autre correction majeure est apportée pour déterminer correctement le paramètre RMS. Mchale et Garimella (2013) et Jones et al. (2009) ont montré que la mesure des paramètres moyens de rugosité (Ra et RMS) est insuffisante pour caractériser le rôle de la surface dans l'ébullition. L'analyse au microscope confocal révèle, en effet, la présence de défauts, sur certains échantillons que plusieurs polissages successifs n'ont pu éliminer. Ces défauts sont constitués d'orifices de grand diamètre (de l'ordre de 5 µm, distance entre deux centres de spots lumineux consécutifs) et de grande profondeur (figure 2.6). Il est donc probable qu'ils préexistaient au sein même de l'élément en aluminium. Comme la présence de sites favorise l'ébullition, il nous a paru intéressant de réaliser des essais avec ces échantillons pour les comparer avec les surfaces sans imperfections. Cependant, la présence de telles imperfections fausse la détermination des paramètres caractéristiques. Pour calculer les grandeurs comme le RMS, nous avons éliminé les mesures de hauteurs liées aux imperfections. Ainsi, les échantillons sont caractérisés à la fois par leur RMS en absence d'imperfections et par le nombre d'imperfections que ceux-ci possèdent. Le RMS non corrigé donne une idée très imparfaite de l'état moyen de la surface, et cela même si le nombre de défauts est faible. Par exemple, la surface S_{Ld1+} possède 10 défauts et a un RMS non corrigé égal à 1100 nm. La valeur corrigée du RMS chute à 95 nm lorsque les défauts ne sont pas pris en compte, ce qui montre la nécessité de séparer les deux caractéristiques de l'état de surface.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2017LYSEI057/these.pdf
© [M. Al Masri], [2017], INSA Lyon, tous droits réservés

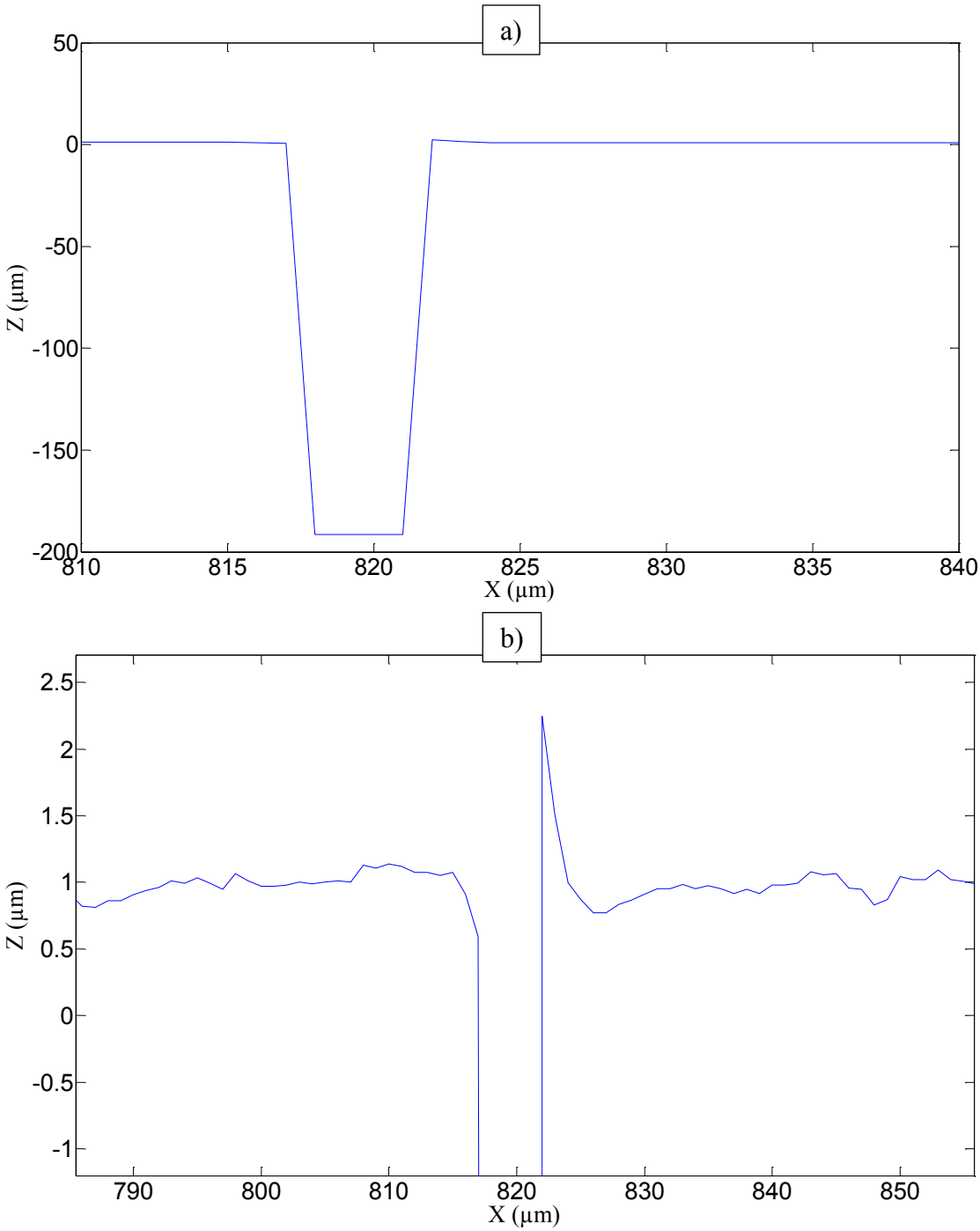


Figure 2.6 : *Exemple d'un défaut détecté, a) vue globale, b) vue zoomée*

2.4.3. Bilans des échantillons d'essais

Plus d'une centaine d'échantillons en aluminium Au4G ont été fabriqués par l'atelier du CETHIL et l'atelier du LHC. La phase de polissage est longue ; parfois elle doit être répétée à plusieurs reprises afin de parvenir à l'état de surface désiré. A chaque polissage, l'état de surface est vérifié d'abord visuellement, puis au microscope confocal lorsque la surface à l'aspect d'un miroir, sans défauts apparents. Durant la procédure de polissage, quelques échantillons se percent du fait de la finesse de l'épaisseur de métal séparant le fond de la rainure et la face supérieure. La nécessité de limiter les pertes thermiques nous a conduits à réaliser une épaisseur

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2017LYSEI057/these.pdf
© [M. Al Masri], [2017], INSA Lyon, tous droits réservés

très fine, mais cette finesse affecte la robustesse de l'échantillon. Les autres difficultés rencontrées sont liées à l'environnement, car les procédures n'ont pas été effectuées dans une salle blanche (présence de poussières), à la technique de polissage utilisant un plateau rotatif (les particules de métal arrachées peuvent, après rotation, revenir sous la surface et y créer des nouvelles rayures) et à la qualité du métal qui peut comporter des défauts dans son volume (micro espaces vides).

Un nombre limité d'échantillon (20 parmi 100) a été réussi. Initialement, nous les avons caractérisés sous le nom de surfaces « nano lisses sans défauts », « lisses avec défauts » et surfaces « rugueuses ». Nous avons choisi d'appeler nano lisses les surfaces dont le RMS est inférieur à 60 nm (limite de résolution du microscope), lisses des surfaces dont le RMS est inférieur à 1 µm et rugueuse les surfaces dont le RMS est supérieur à 1 µm. A ce stade, cette dénomination est arbitraire. Une classification incluant des limites bien définies ne pourra être proposée qu'à partir de l'étude du comportement des surfaces lorsqu'un nombre suffisant d'essais auront été effectués dans différentes conditions (mouillabilité, pression, etc.).

Le tableau 2.2 donne les caractéristiques des échantillons réalisés. La largeur W de la rainure en face arrière, le RMS, le nombre de défauts et une estimation de leur rayon sont présentés. Sur le nom de 3 échantillons, le symbole + indique que la surface a été recouverte après polissage d'une couche d'aluminium ultra pur.

Selon le type d'études présentées en chapitre 4, un histogramme des altitudes regroupant les échantillons comparés est présenté (figures 2.7, 2.8 et 2.9). Ces histogrammes montrent une distribution d'altitudes plutôt symétrique avec anomalie dans la partie positive qui correspond à la présence de poussière. Cependant, les échantillons sont nettoyés à l'acétone avant de commencer le test d'ébullition, ce qui permet de supprimer ces poussières. Les échantillons regroupés sur chacune des figures sont les suivants :

- La figure 2.7 regroupe trois types d'échantillons : S_{N1} (nano lisse sans défaut), S_{Ld1+}, S_{Ld2} et S_{Ld3} (lisse avec défauts) et S_{R1} (rugueuse).
- La figure 2.8 présente cinq surfaces dont la rugosité varie d'une surface à autre dans le but d'étudier l'effet de rugosité sur le transfert thermique par ébullition nucléée.
- La figure 2.9 montre les altitudes pour la surface $S_{L,aCH1}$ avant et après dépôt. Les courbes sont presque confondues, sauf une anomalie dans la partie avant dépôt (présence de poussières) qui a bien été nettoyée avant la procédure de dépôt. La figure présente également les altitudes mesurées pour la surface $S_{L,aSiCH}$ (dépôt aSiCH). Pour réaliser ce dernier profil, un pas de balayage deux fois plus fin a été utilisé selon les deux directions avec le microscope confocal (pas selon x = 3 µm, pas selon y = 5 µm).

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2017LYSEI057/these.pdf
© [M. Al Masri], [2017], INSA Lyon, tous droits réservés

N°	W (mm)	RMS (filtré total) nm	Numéro de défauts	Rayon de défaut µm	Nature de l'échantillon
S_{N1}	5	< 60 nm	-	-	Nano lisse sans défaut
S_{N1+}	5				
S_{N2+}	5				
S_{N3}	10				
S_{Ld1+}	10	95	10	5 à 25	Lisse avec défaut
S_{Ld2}	5	145	21	5 à 25	
S_{Ld3}	5	196	23	5 à 25	
S_{Ld4}	5	231	5		
S_{Ld5}	5	365	2		
S_{Ld6}	5	740	2	10	
S_{Ld7}	5	758	19		
S_{R1}	5	5166	360	5 à 40	Rugueuse
S_{NR1}	10	< 60 nm	-	-	Nano structurée (réseau)
S_{NR2}	10				
S_{NR3}	10				
$S_{L,aCH1}$	5	120	11		Lisse avec défaut, revêtement aCH
$S_{L,aCH2}$	5	162	1		
$S_{L,aSiCH}$	5	457	11	-	Lisse avec défaut, revêtement aSiCH
S_{C1}	10	-	18	7 à 20	Lisse avec cavités artificielles
S_{C2}	10	-	54	7 à 16	

Tableau 2.2 : *Caractéristiques de l'état des surfaces d'essais*

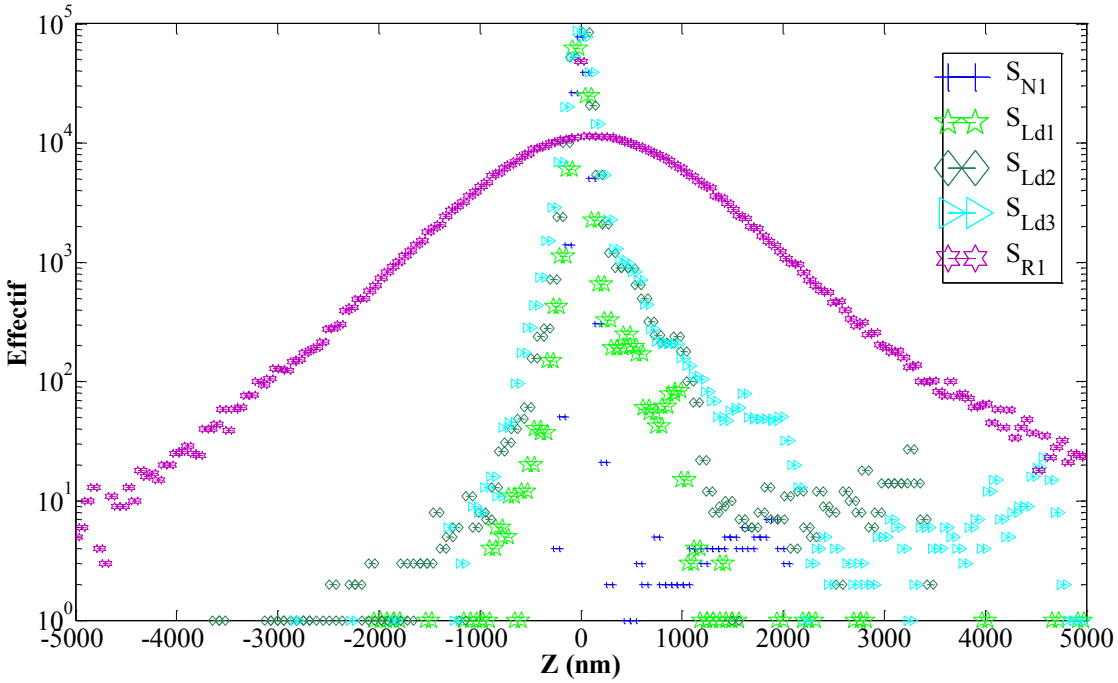


Figure 2.7 : *Histogramme d'altitudes corrigées pour trois types d'échantillons : ultra lisse sans ou avec défauts et rugueux*

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2017LYSEI057/these.pdf
© [M. Al Masri], [2017], INSA Lyon, tous droits réservés

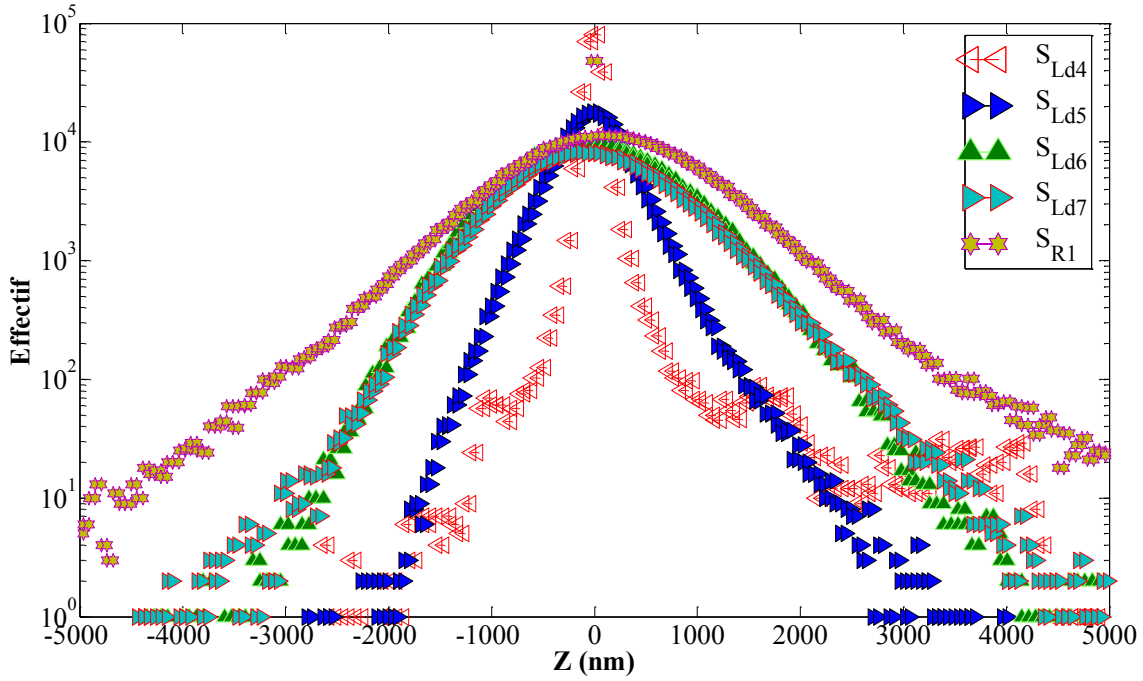


Figure 2.8 : *Histogramme d'altitudes corrigées pour six surfaces de rugosités différentes*

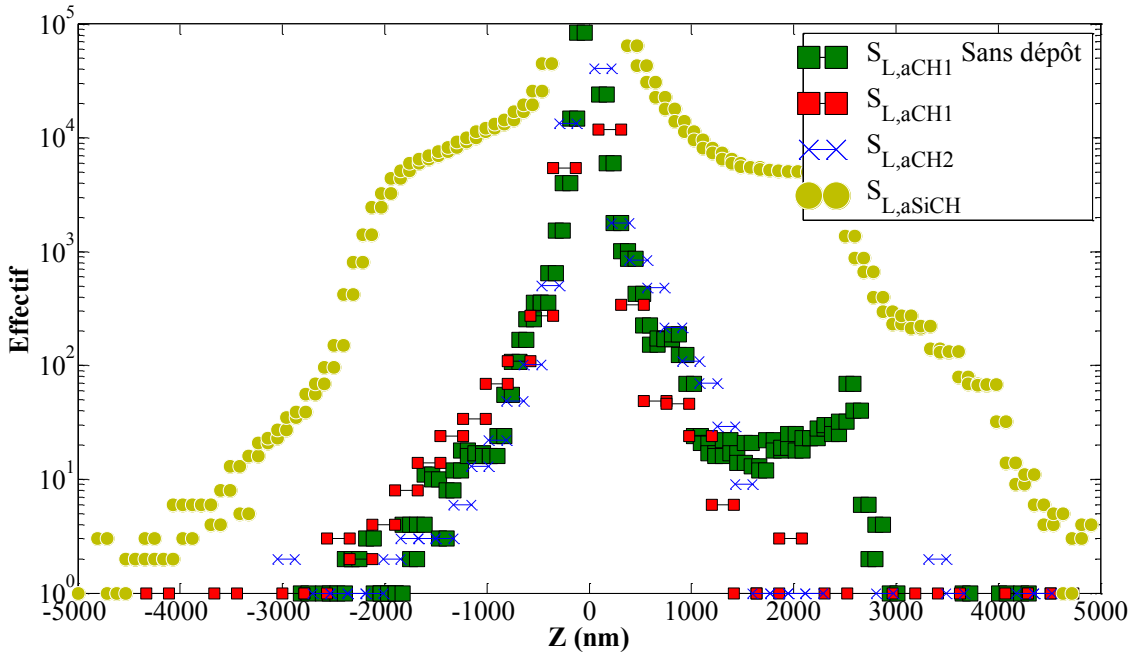


Figure 2.9 : *Histogramme d'altitudes corrigées pour deux surfaces avec dépôt chimique aCH et aSiCH*

2.5. Echantillons avec cavité artificielle

Des cavités artificielles ont été fabriquées par Manutech sur des surfaces Au4G nano lisses dont le RMS est de l'ordre de 60 nm. Un Laser femto seconde a été utilisé pour percer les trous dans les échantillons. La figure 2.10 présente la cartographie des cavités sur les deux échantillons S_{C1} (18 cavités) et S_{C2} (58 cavités) repérés à l'aide du microscope confocal dans la

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2017LYSEI057/these.pdf
© [M. Al Masri], [2017], INSA Lyon, tous droits réservés

zone d'étude. Une analyse précise des cavités est menée avec le microscope confocal, après localisation les coordonnées (x,y) de chaque cavité. Le mode de balayage pas à pas asservi en z est utilisé pour obtenir la forme complète de la cavité. Le pas selon x et y est de 2 µm. Pour l'échantillon S_{C1}, une analyse complète pour toutes les cavités a été menée, ce qui a représenté plusieurs jours de mesures pour 18 cavités avec le microscope confocal (voir annexe 10). La figure 2.11 montre un exemple de géométrie 3D d'une cavité artificielle. La profondeur des cavités varie entre 7 µm et 20 µm. Les ouvertures des cavités ont une forme assez quelconque comme le montre la figure 2.12, les diamètres variant entre 10 µm et 20 µm. Les cavités de l'échantillon S_{C2} sont assez similaires à celle de l'échantillon S_{C1}. Deux cavités ont une profondeur supérieure à 30 µm et une ouverture d'environ 15 µm.

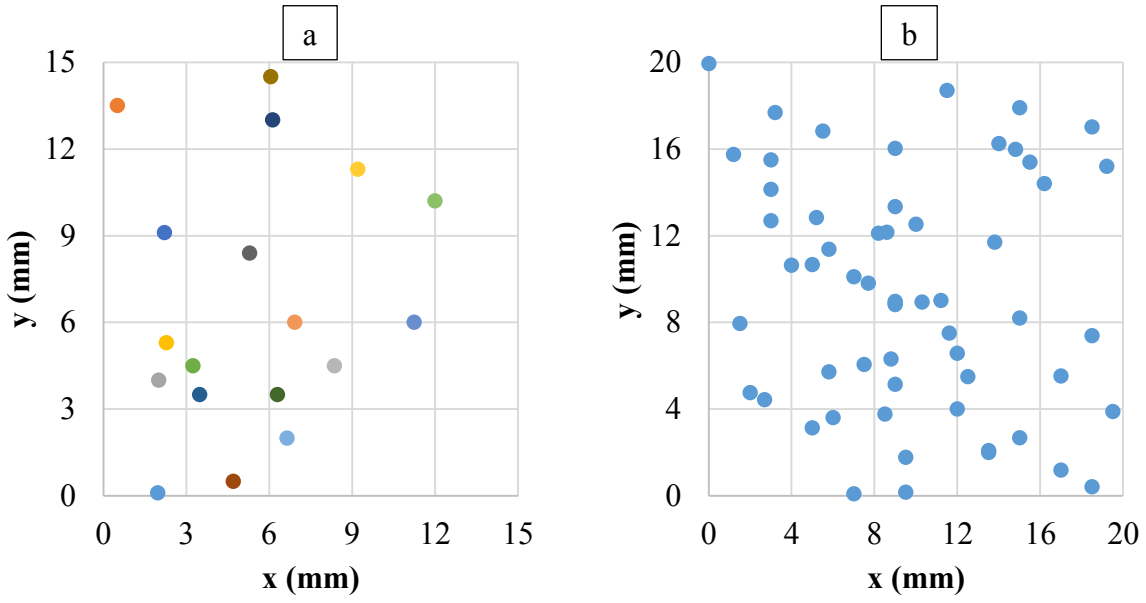


Figure 2.10 : *Distribution des cavités ; a) échantillon S_{C1} b) échantillon S_{C2}*

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2017LYSEI057/these.pdf
© [M. Al Masri], [2017], INSA Lyon, tous droits réservés

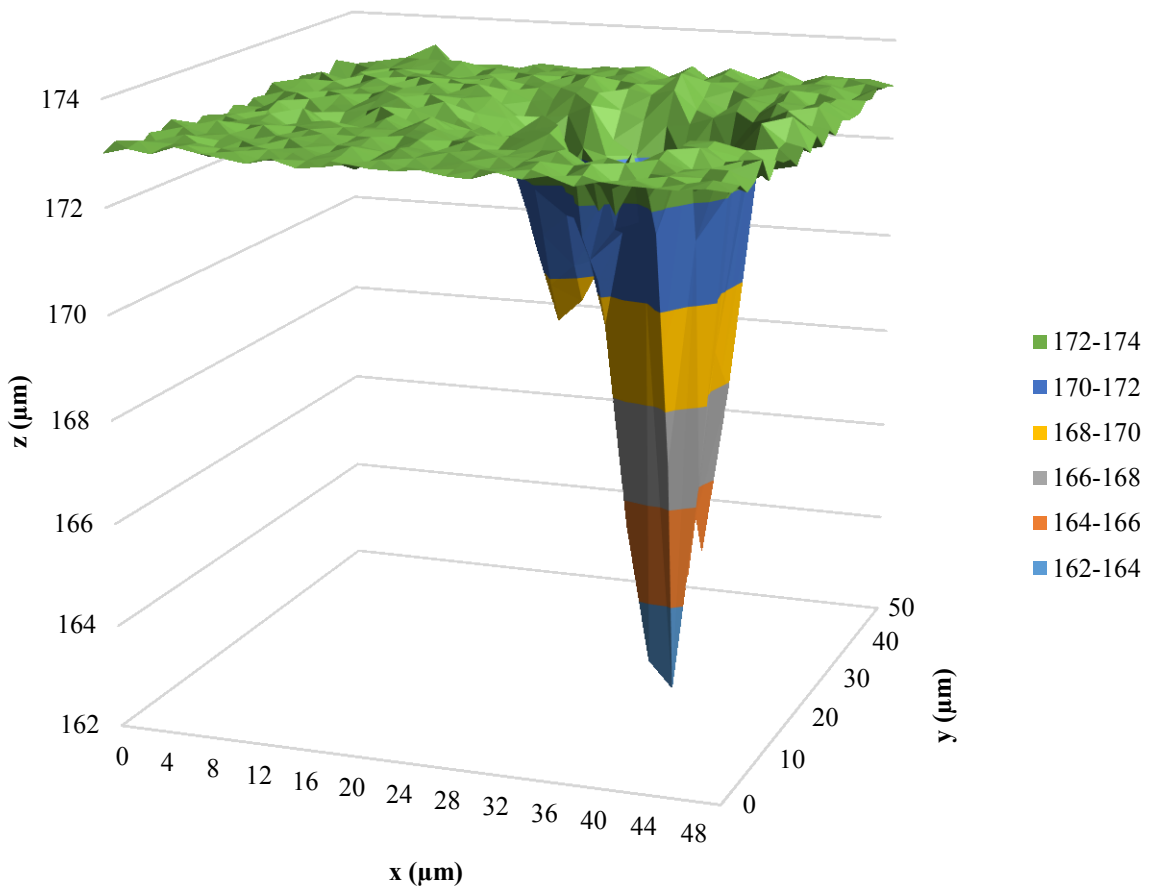


Figure 2.11 : *Exemple de la forme d'une cavité réalisée sur l'échantillon* S_{C1}

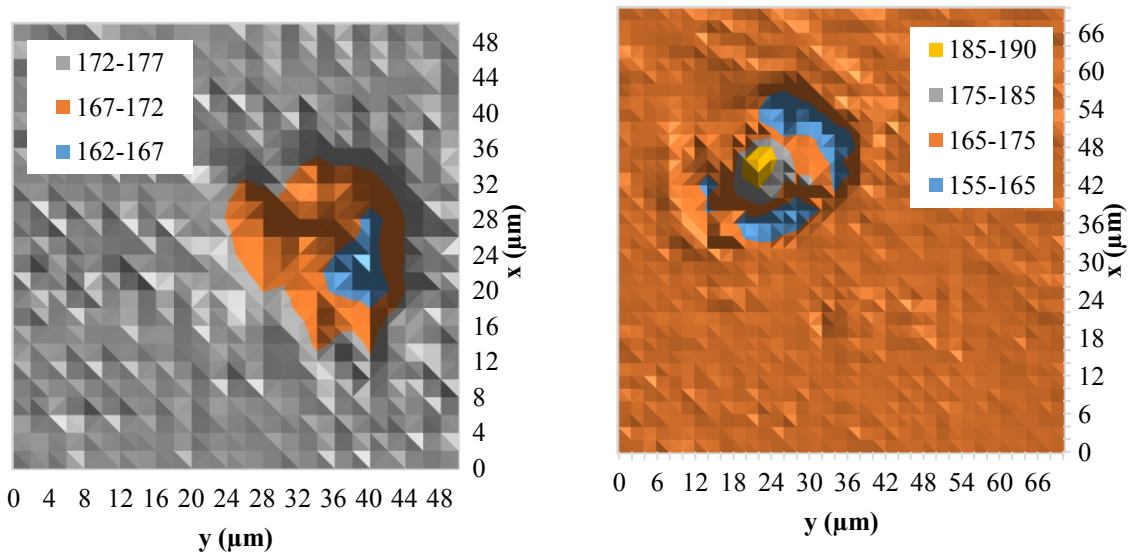


Figure 2.12 : *Exemple d'ouverture d'une cavité*

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2017LYSEI057/these.pdf
© [M. Al Masri], [2017], INSA Lyon, tous droits réservés

2.6. Echantillons avec réseaux de diffraction

Après polissage et vérification de l'état nanométrique de la surface, quelques échantillons ultra-lisses et sans défauts sont sélectionnés afin d'y graver un réseau périodique sur la zone d'ébullition. Ces réseaux seront utilisés pour les mesures par plasmon de surface.

Deux techniques ont été utilisées : aluminium gravé directement sur la surface ou dépôt d'aluminium sur un réseau de résine gravé.

2.6.1. Aluminium gravé

Cette technique consiste à recouvrir certaines parties de la surface par une couche périodique de résine. Les zones d'aluminium non protégées sont gravées par attaque chimique. A la fin du procédé, la résine est éliminée. Deux techniques de gravure ont été utilisées : la gravure humide (par voie chimique) et la gravure sèche. La gravure humide se réalise par attaque chimique à l'aide de solutions liquides qui réagissent avec le matériau à éliminer uniquement et pas avec la résine utilisée. Dans le cas de l'aluminium, les produits chimiques utilisés sont : HNO_3, CH_3COOH, H_3PO_4 et H_2O. Les étapes sont indiquées sur la figure 2.13. L'échantillon est d'abord poli et nettoyé, la surface doit être ultra-lisse et sans défauts. La deuxième étape consiste à recouvrir la surface d'un dépôt d'aluminium pur. Cela est réalisé par le partenaire IREIS du projet. Les étapes suivantes sont réalisées par le laboratoire Hubert Curien. Durant la troisième étape, une résine est déposée sur la couche d'aluminium. L'étape 4 consiste en une attaque locale de la résine, par insolation périodique (interférences lumineuses) selon un réseau périodique utilisant un masque. La longueur d'onde de la lumière utilisée pour réaliser les interférences est de 442 nm. A la cinquième étape, le dépôt d'aluminium pur est attaqué par les produits chimiques dans le but de réaliser la gravure périodique. Puis, la surface est rincée, nettoyée et les traces sont éliminées.

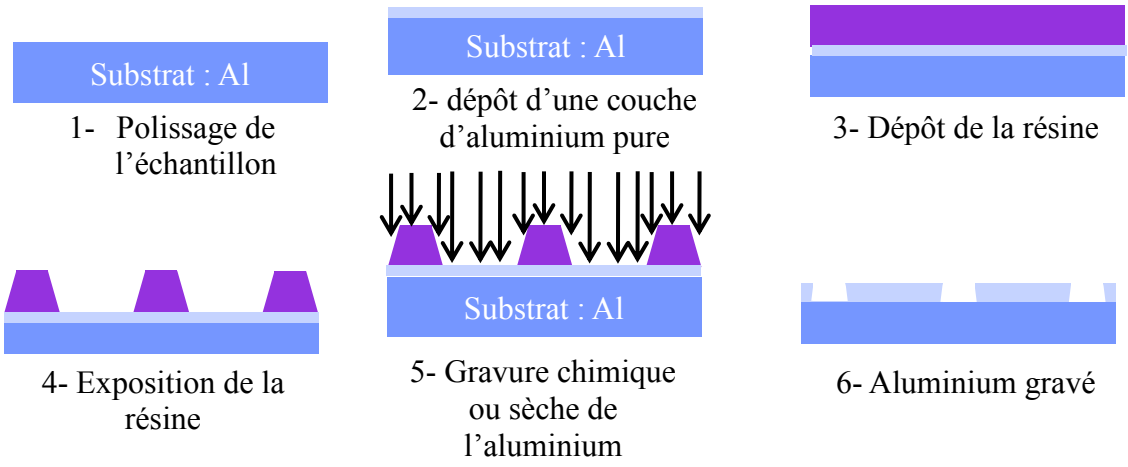


Figure 2.13 : *Les étapes de fabrication du réseau sur l'aluminium*

L'état du réseau est vérifié à l'aide d'un microscope électronique à balayage (SEM) du laboratoire Hubert Curien. La figure 2.14 donne un exemple de résultat obtenu. L'anisotropie de la gravure est causée par l'aspect inhomogène de la résine.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2017LYSEI057/these.pdf
© [M. Al Masri], [2017], INSA Lyon, tous droits réservés

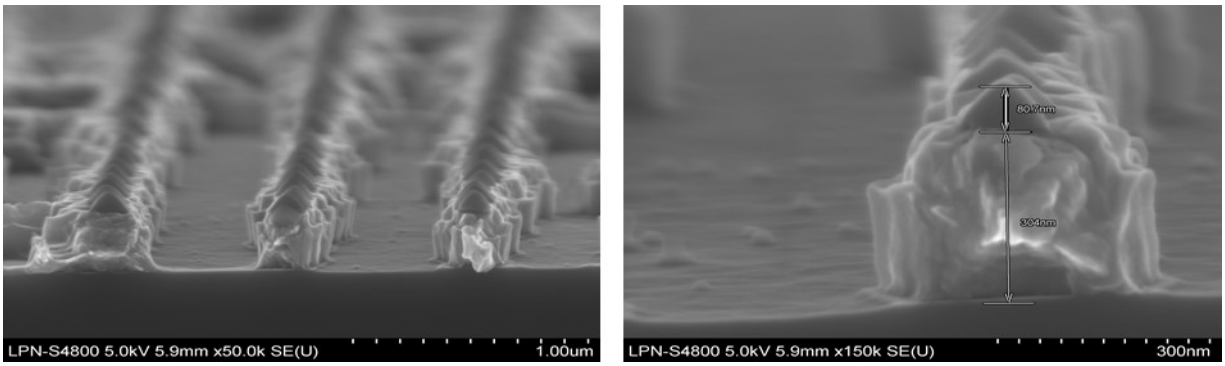


Figure 2.14 : *Caractérisation du réseau fabriqué par voie sèche*

2.6.2. Dépôt d'aluminium sur résine

Cette méthode consiste à réaliser un réseau périodique à l'aide d'une résine déposée sur l'échantillon, puis à recouvrir l'ensemble par un dépôt d'aluminium pur. Cette technique a pour inconvénient d'insérer des fines couches d'isolant entre l'échantillon et la surface. Mais, elle permet de réaliser des réseaux très réguliers, sans défauts, avec une couche d'aluminium pur très homogène. La présence de résine n'a pas d'incidence sur le signal plasmon.

Là encore, deux techniques ont été testées. Les deux premières étapes (polissage et dépôt d'aluminium pur) sont identiques à celles de la technique « aluminium gravé ».

Dans la première technique (figure 2.15), une fine couche de résine est déposée sur la surface (étape 3). Un réseau est gravé sur la résine par photolithographie (étape 4). Enfin une fine couche d'aluminium est déposée sur le réseau ainsi formé (étape 5). Le dépôt d'aluminium ne change pas ni la nano structure, ni la rugosité.

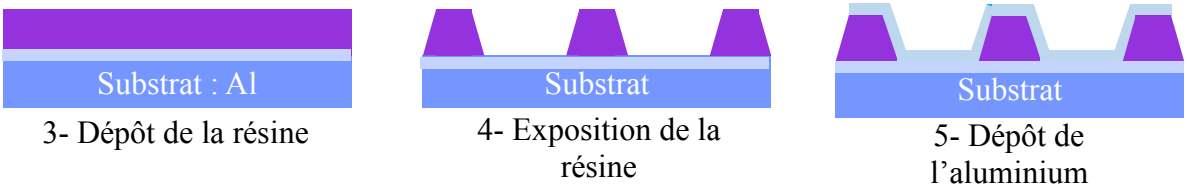


Figure 2.15 : *Fabrication de réseau sur la résine par photolithographie*

La deuxième technique, appelée nano impression (figure 2.16) diffère pour l'étape 4 qui consiste à graver le réseau sur l'échantillon recouvert de la résine, à l'aide d'un moule (figure 2.14). La figure 2.17 montre l'état de surface du moule et un profil de surface. Ce moule a une période de 760 nm et une profondeur de 50 nm. On obtient ainsi un réseau en résine sur la surface métallique (étape 5). L'étape finale 6 consiste à recouvrir le réseau par un dépôt d'aluminium pur.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2017LYSEI057/these.pdf
© [M. Al Masri], [2017], INSA Lyon, tous droits réservés

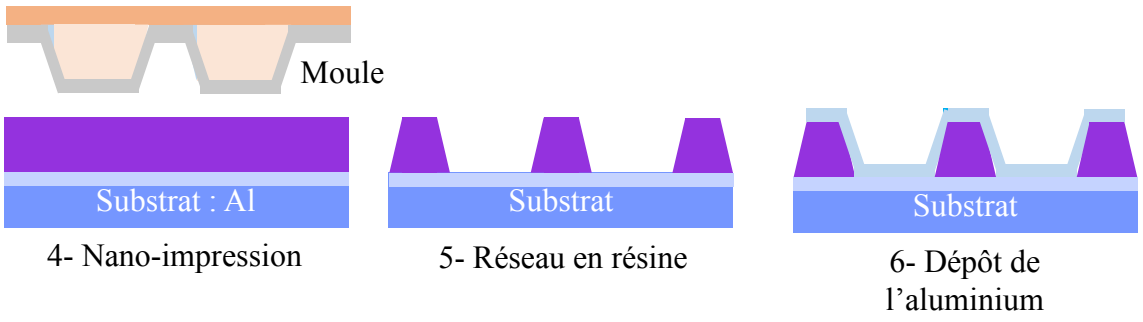


Figure 2.16 : *Fabrication de réseau sur la résine par nano-impression*

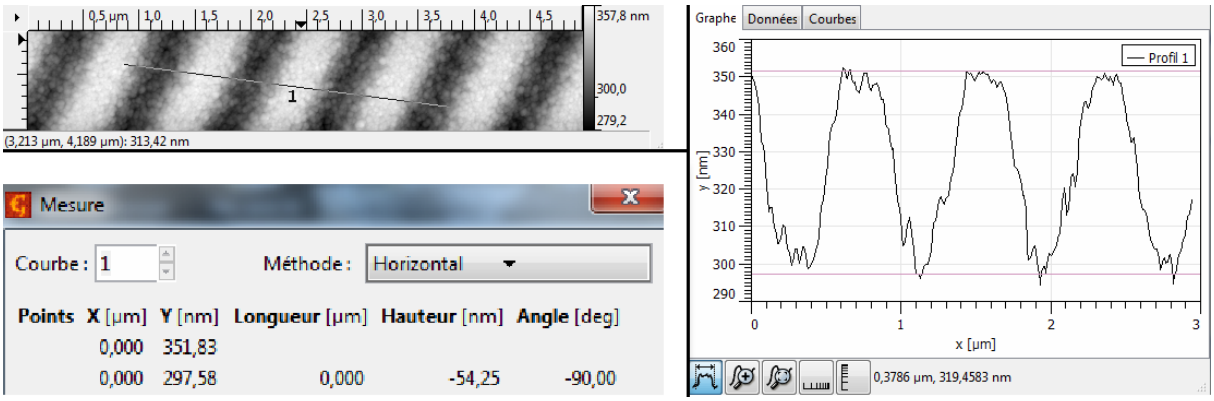


Figure 2.17 : *Caractérisation du moule utilisé lors de la procédure de nano-impression*

Dans ce projet, beaucoup d'essais ont été réalisés par les 4 méthodes décrites ci-dessus, afin d'obtenir un réseau idéal sans défauts et homogène. Les échantillons contenant des défauts lors de la fabrication (tels que par exemple, l'échantillon de la figure 2.18) ne sont pas présentés dans ce mémoire. La dernière technique, utilisant un moule, a permis de réaliser trois échantillons idéaux d'un point de vue optique et état de surface (réseau homogène et sans défaut local). Ces échantillons ont été dénommés S_{NR1}, S_{NR2} et S_{NR3}.

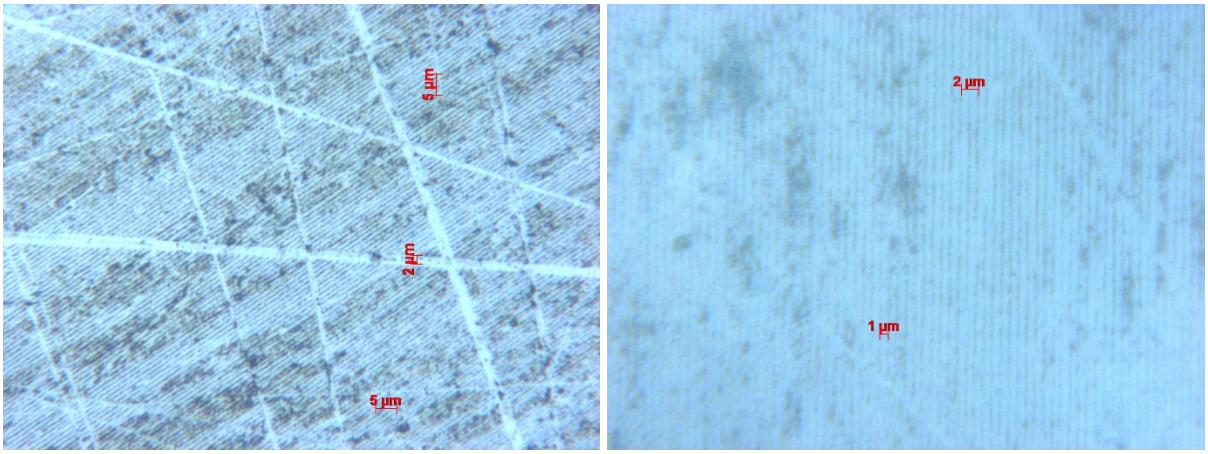


Figure 2.18 : *Photo par microscope optique, 50 X à gauche et 100 X à droite*

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2017LYSEI057/these.pdf
© [M. Al Masri], [2017], INSA Lyon, tous droits réservés

2.6.3. Caractérisation des réseaux

Les échantillons utilisés pour graver les réseaux, ont initialement une surface ultra lisse avec un RMS (filtré) inférieur à 60 nm. Après sa fabrication, le nano-réseau est caractérisé à l'aide d'un microscope à force atomique (le microscope confocal ne permet pas une telle mesure car la limite de résolution verticale de ce microscope est de l'ordre de la profondeur du réseau). Comme le montre la figure 2.19 (voir annexe 10 pour les autres échantillons), les réseaux sont homogènes, périodiques, et très réguliers. La période est de 760 nm et la profondeur varie entre 50 à 70 nm (figure 2.20).

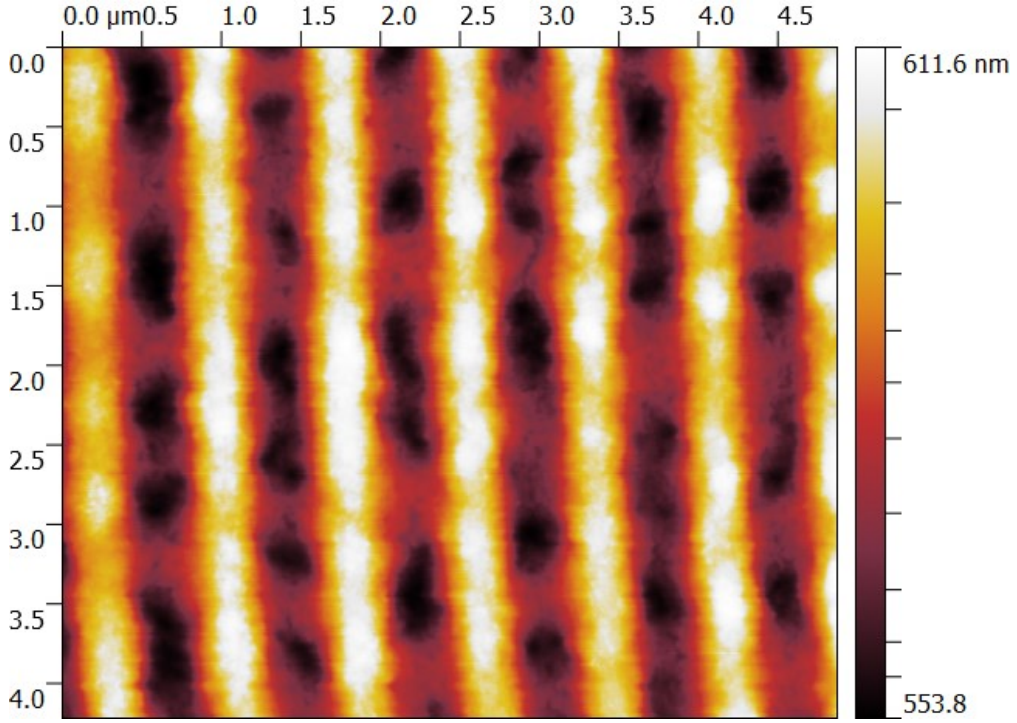


Figure 2.19 : *Caractérisation de réseau par AFM pour la surface S_{NR1}*

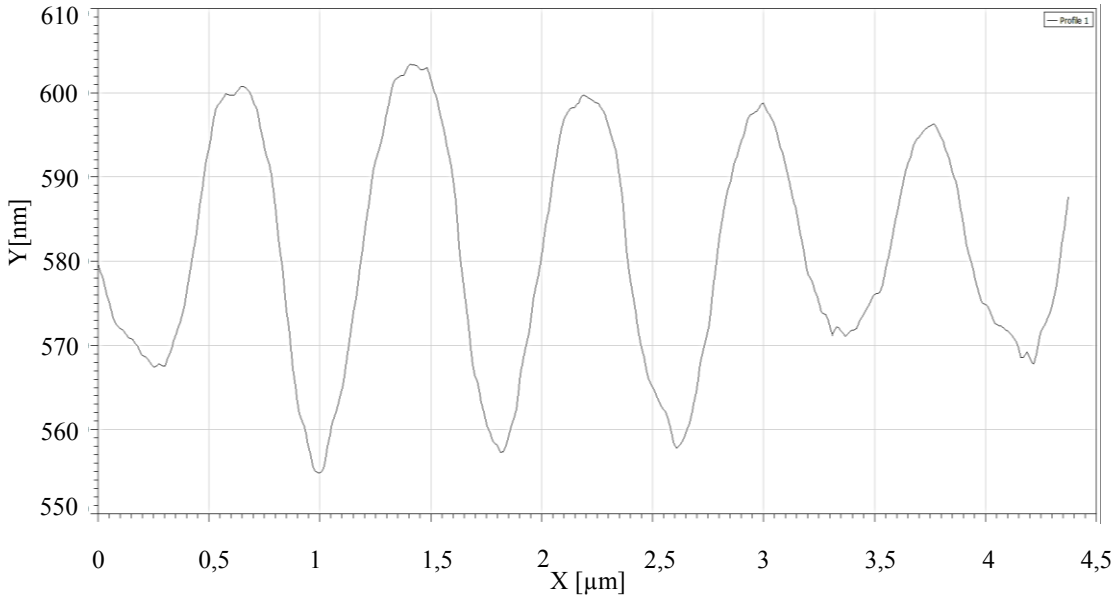


Figure 2.20 : *Exemple de profil de la surface avec nanoréseau mesuré par AFM*

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2017LYSEI057/these.pdf
© [M. Al Masri], [2017], INSA Lyon, tous droits réservés

2.7. Conclusion

Des échantillons adaptés pour l'étude du déclenchement de l'ébullition ont été réalisés. Pour cela, la géométrie des échantillons a été conçue pour éviter la formation de bulles parasites à la périphérie. Une procédure de polissage a été définie pour réaliser des surfaces ultra-lisses de rugosité contrôlées. Cependant, des défauts préexistant au sein du métal AU4G, qui n'ont pas pu être éliminés, sont parfois apparus. L'influence de ces défauts sur l'ébullition sera donc étudiée car ces défauts jouent un grand rôle dans l'ébullition. Une procédure précise d'analyse de l'état de la surface a été définie. Un balayage fin, de la zone soumise à l'ébullition a été réalisé, à l'aide d'un microscope confocal. La méthode de balayage a permis de détecter et de préciser les défauts de la surface. D'autres contrôles de surfaces ont été réalisés avec le microscope électronique à balayage (SEM) du laboratoire Hubert Curien. Les paramètres caractéristiques globaux de l'état de surface (RMS, etc.) ont été déterminés. Pour obtenir des valeurs non faussées, la planéité de la surface a été corrigée numériquement, et les défauts ont été soustraits. Pour obtenir une vue synthétique de la dispersion de la rugosité, des histogrammes de niveau des pics et des creux ont été tracés. Environ une centaine d'échantillons a été réalisée, à la fois au CETHIL et au laboratoire Hubert Curien.

Afin d'étudier l'influence de la mouillabilité sur l'ébullition, certains échantillons ont été recouverts d'une couche nanométrique d'aluminium ultra pur, d'oxyde de cérium, d'hydrocarbure amorphe ou de carbure de silicium amorphe, par le laboratoire IREIS de HEF. Cependant, des mesures d'angle de contact (méthode de la goutte sessile) n'ont révélé aucune modification significative de la mouillabilité : avec le fluide utilisé pour les essais (acétone) les surfaces demeurent toujours mouillantes.

Pour réaliser les mesures par plasmon de surfaces, des réseaux de diffraction monodimensionnels doivent être gravés sur la surface. Quatre méthodes de gravure ont été testées afin d'obtenir des réseaux réguliers. La méthode de dépôt par résine utilisant un moule (nano-impression) a été retenue : elle permet d'obtenir un réseau satisfaisant avec les caractéristiques attendues. La gravure a été assurée par le laboratoire Hubert Curien.

Cette thèse est accessible à l'adresse : http://theses.insa-lyon.fr/publication/2017LYSEI057/these.pdf
© [M. Al Masri], [2017], INSA Lyon, tous droits réservés