

# Méthodes acoustiques hautes fréquences pour la caractérisation du mouillage de surfaces texturées et pour le suivi d'évaporation en gouttes

J. Carlier - M. Toubal – P. Campistron - B. Nongaillard /  
V. Thomy

IEMN

13/10/16 - SFT



# Sommaire

- **1. Développement de structures non mouillantes**
- **2. Caractérisation acoustique haute fréquence du mouillage de surfaces texturées**
  - 2.a Caractérisation acoustique haute fréquence
  - 2.b. Caractérisation du mouillage / structures micrométriques
  - 2.c. Caractérisation du mouillage de structures nanométriques
- **3. Autres caractérisations d'interfaces**
  - 3.a. Caractérisation acoustique haute fréquence d'interfaces solide / solide
  - 3.b Suivi de concentration de mélanges binaires sur surfaces lisses
- **Conclusion / Potentialités**



- 1. Développement de structures non mouillantes



# Surfaces super non-mouillantes naturelles

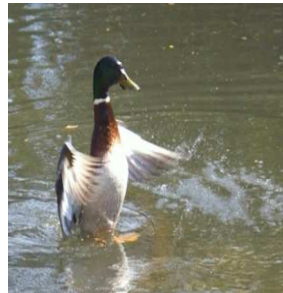
## Les surfaces non-mouillantes :

- Limitent fortement l'adhésion des liquides et l'adsorption non spécifique
- De nombreux exemples dans la nature : feuilles, plumes, insectes, ...

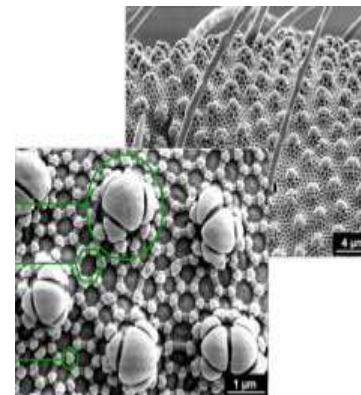
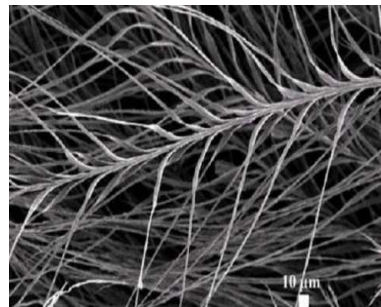
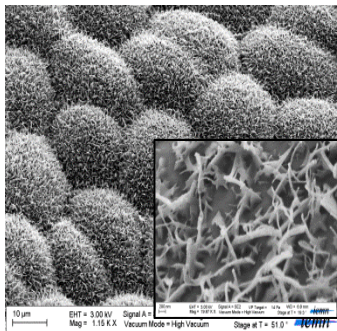
*Feuille de Lotus*



*Plumes de canard [1]*

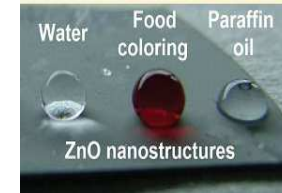


*Collembole [2]*

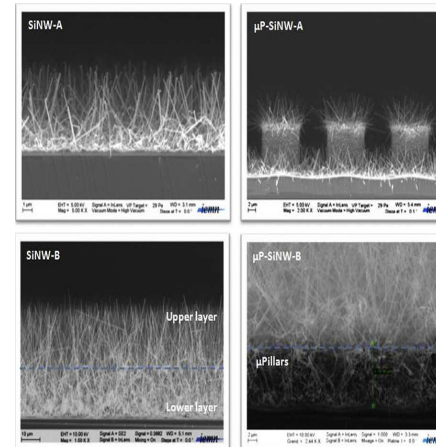
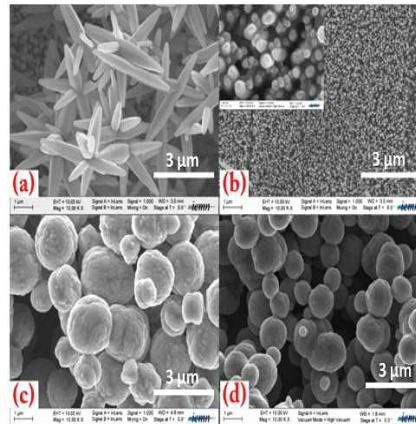
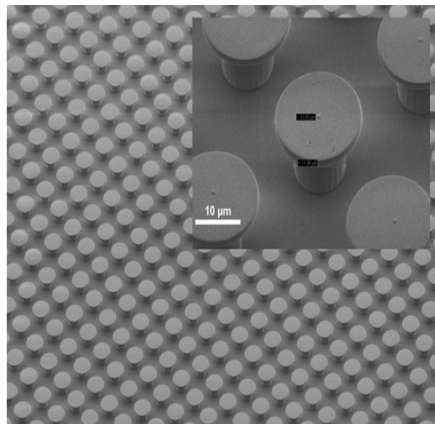


**Propriétés attribuées à leur rugosité multi-échelle (micro / nano)**

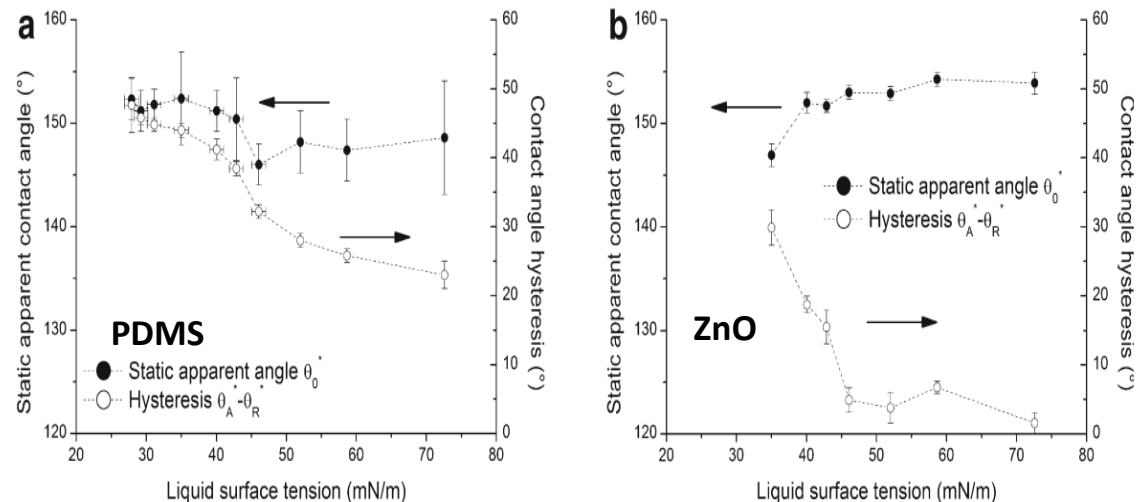
# Caractérisation du mouillage sur surfaces texturées



Développements technologiques à l'IEMN : surfaces polymère, dépôt ou croissance de NPs (Si, ZnO, Cu, Gr, ...)



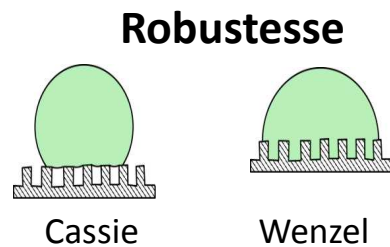
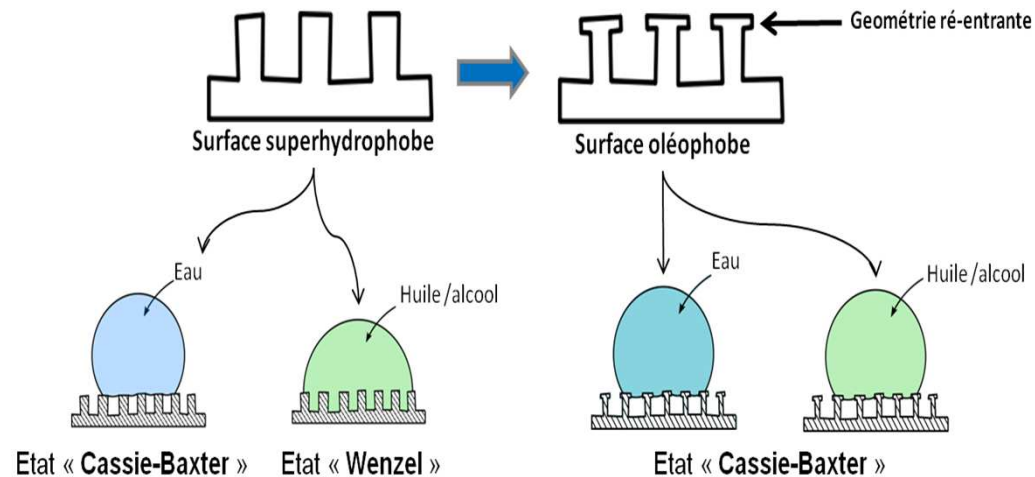
Caractérisation des propriétés de mouillage (statique, dynamique, implémentation dans des LoC)



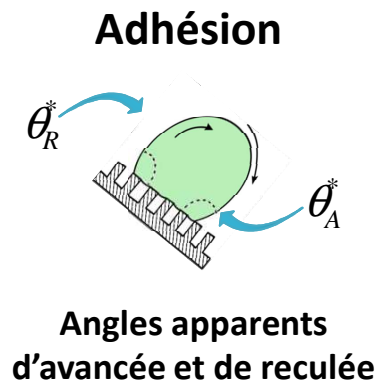


# Caractérisation du mouillage sur surfaces texturées

Différents états de mouillage :  
angles de contact statique et dynamique

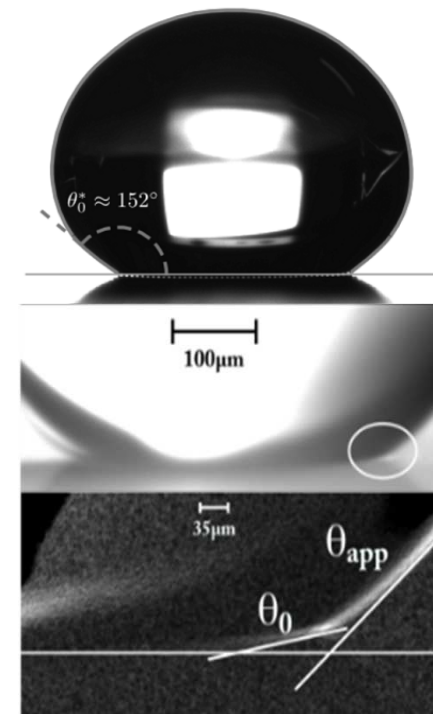


Pression ↗



Choi et al., J. of Coll. And Interf. Science, 2009-

Goniométrie : Méthode de caractérisation usuelle

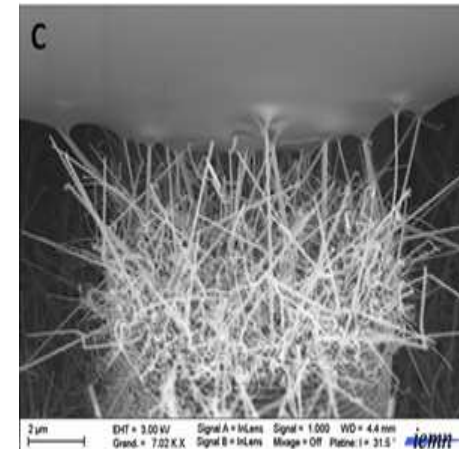
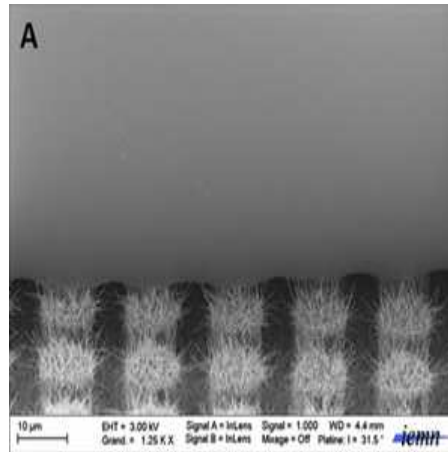
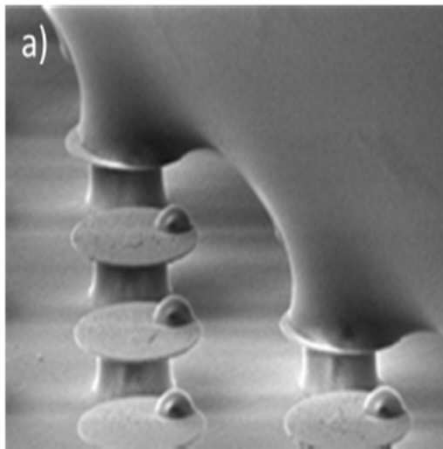


- Caractérisation du mouillage à partir d'images optiques
- Vue macroscopique d'un phénomène aux échelles nano
  - Focalisation jusqu'à des échelles de l'ordre de 10µm
  - Limitation à la ligne triple (périphérie de la goutte)

# Techniques avancées pour la caractérisation du mouillage

Imagerie de la géométrie 3D de l'interface liquid / solide / air

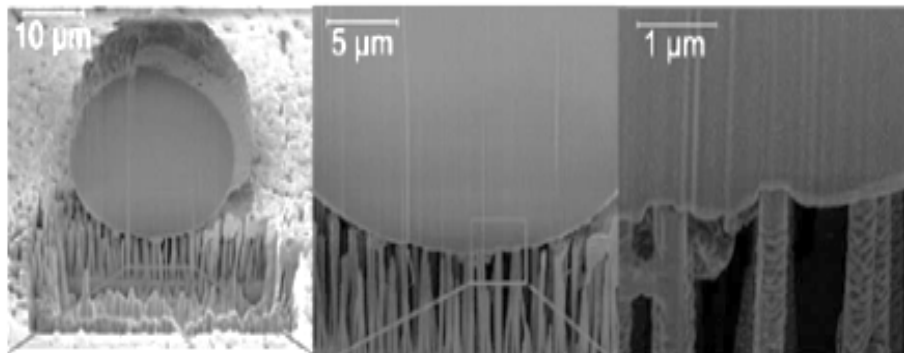
Microscope électronique à balayage (MEB) de goutte de polymère réticulé (IEMN)



IEMN / Dufour et al, *Small*, 8, 1229-1236, 2012 IEMN / T.P.N. Nguyen et al. / *Journal of Colloid and Interface Science* 416 (2014) 280–

288

Imagerie Cryo-FIB/MEB (MIT)



Autres méthodes :

- Microscope confocal
- Mesure de la réflectance optique

*Papadopoulos et al. PNAS, 2013*

*Xu et al., ACS Nano, 2014*



IEMN  
Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie  
UMR CNRS 6520

*Rykaczewski et al. ACS Nano, 2012*

- 2. Caractérisation acoustique haute fréquence du mouillage de surfaces texturées



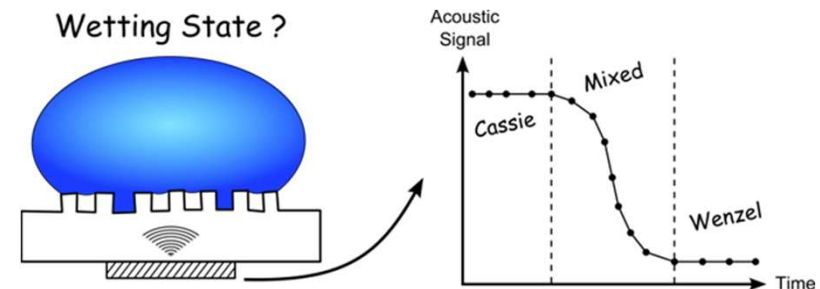


# Caractérisation acoustique haute fréquence d'interfaces et de fluides

- **Caractérisation acoustique** : transmission en milieu opaque
- **Ondes longitudinales @ 500 MHz – 5 GHz (intégration des transducteurs piézo sur silicium)**
- $\lambda_{Si} : 1,4 \mu\text{m @ 5 GHz}$
- Contraste d'impédance mécanique air / solides ou liquides -> **Détection d'épaisseurs d'air nanométriques** aux interfaces

## Applications :

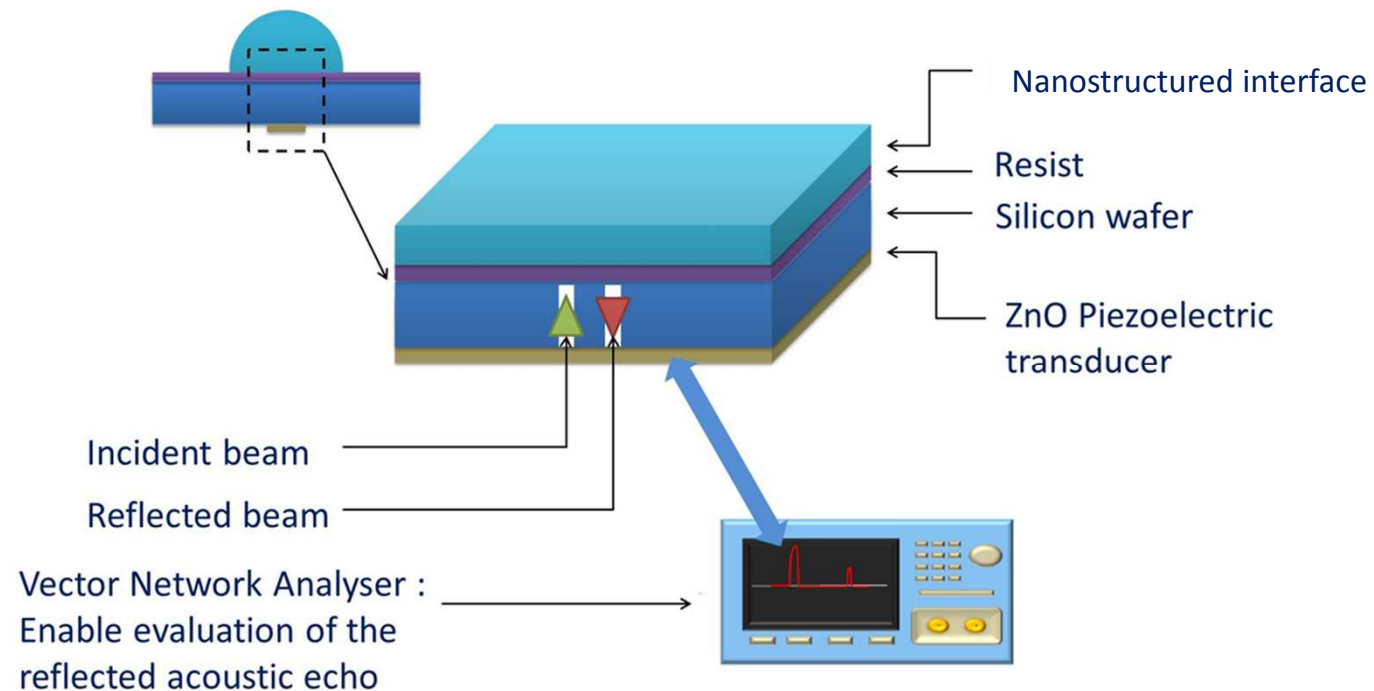
- **Caractérisation d'interfaces** :
  - mouillabilité
  - stabilité d'interfaces
  - suivi de concentration de mélanges binaires
  - sédimentation de nanoparticules



## 2.a Caractérisation acoustique haute fréquence d'interfaces

Caractérisation du mouillage de structures micrométriques et nanométriques par réflectométrie acoustique haute fréquence

Collaboration  
avec BioMEMS  
(V. Thomy)

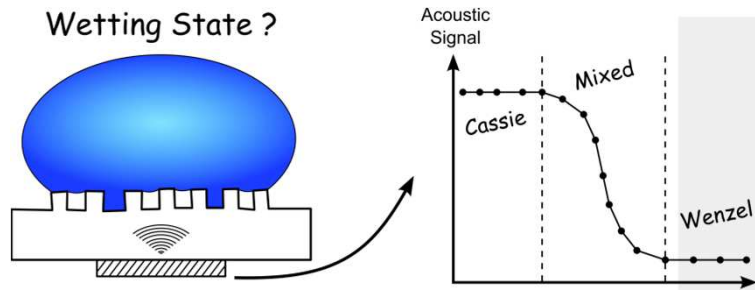


*Saad et al, J. Appl. Phys., 112, 10 (2012)*

*Dufour et al, Langmuir, 29, 43 (2013)*

- Excitation : frequency sweep signal equivalent to a temporal impulse by Inverse Fourier Transform

# Méthode acoustique – Principe de mesure



Langmuir, 29, 43 (2013) 13129-13134 / IEMN

Mesure du coefficient de réflexion *électrique* (sur le transducteur piézoélectrique)



Mesure du coefficient de réflexion *acoustique*

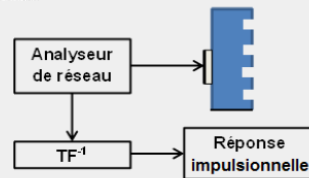


Détermination de l'état de mouillage

## Méthode d'analyse fréquentielle

Excitation : signal harmonique de fréquence variable qui par la  $TF^{-1}$  est équivalent à une excitation impulsionnelle.

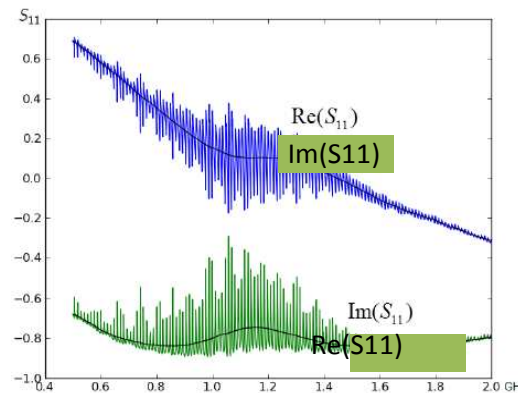
Structure :



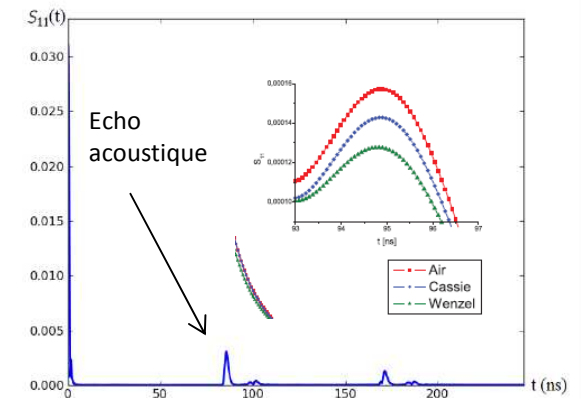
$$S_{11} = \frac{U_r}{U_i}$$

Rapport entre le signal électrique réfléchi et le signal électrique incident

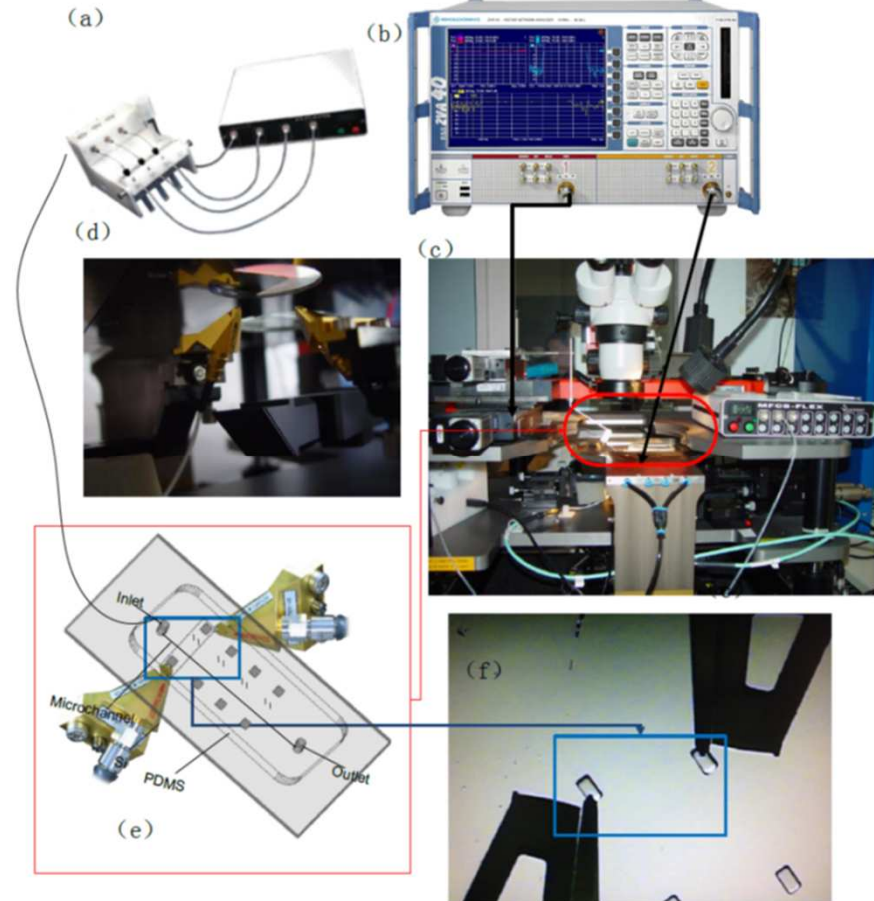
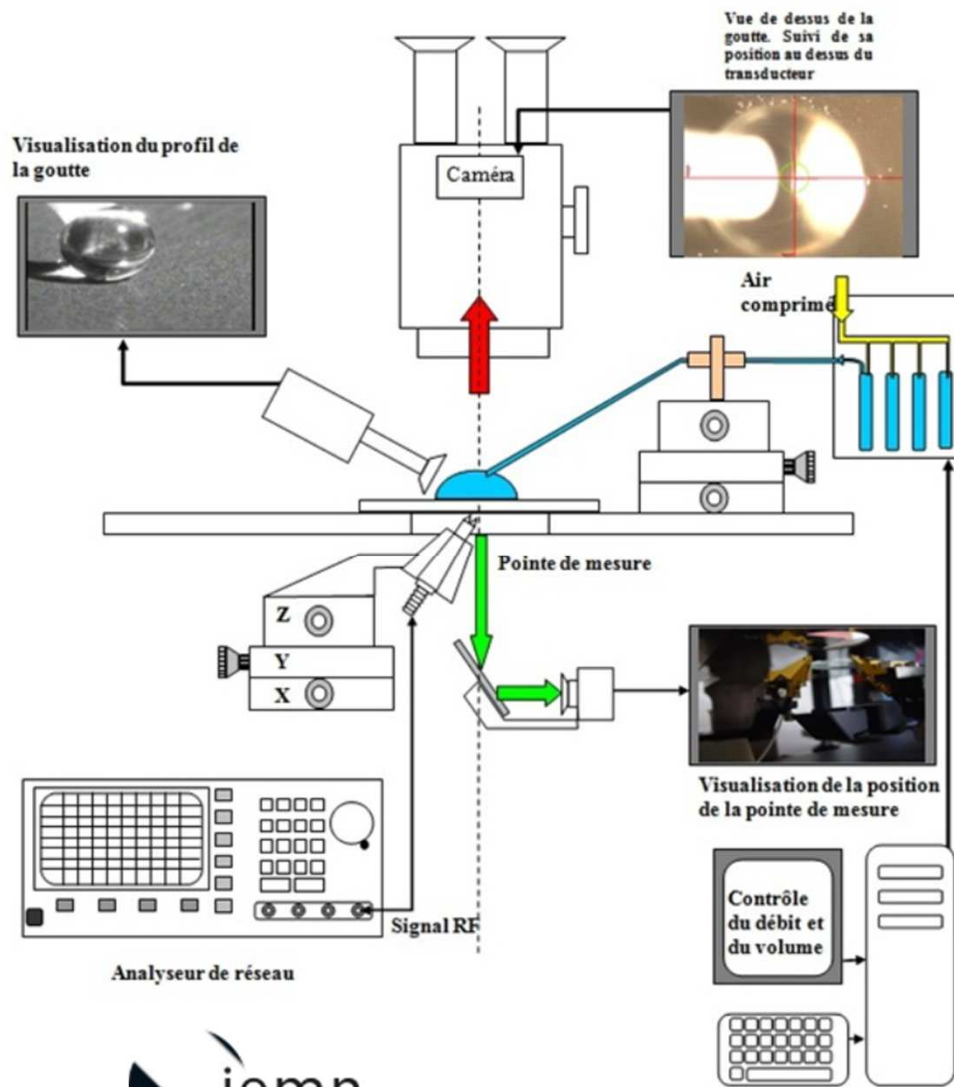
$S_{11}$  dans le domaine fréquentiel



$S_{11}$  dans le domaine temporel



# Méthode acoustique – Banc de mesure



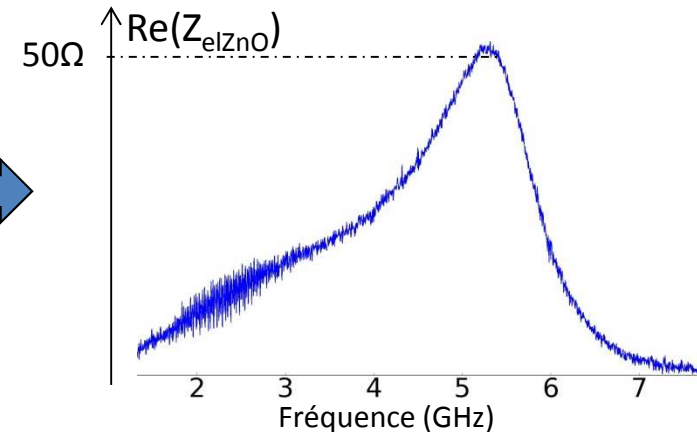
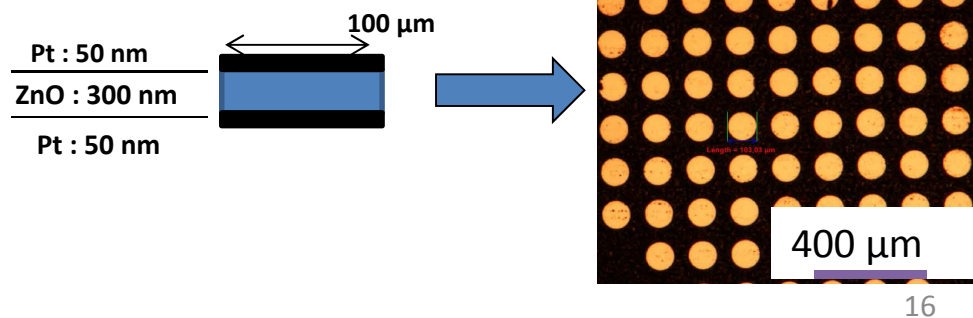
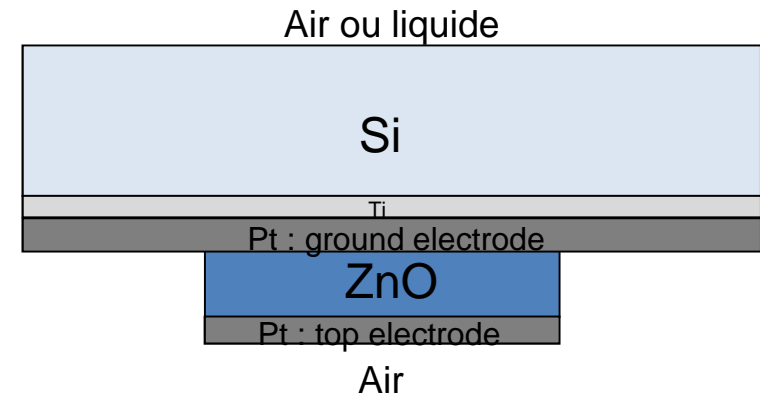
Banc de caractérisation électrique sous pointe en face arrière + contrôle microfluidique

➔ Suivi des échos acoustiques aux interfaces

# Développement et intégration de transducteurs hautes fréquences

- Intégration des transducteurs ultrasonores microfabriqués en face arrière du substrat
- Dimensionnement des transducteurs :  
Épaisseurs des matériaux → fréquence désirée  
Largeur du transducteur → partie réelle de l'impédance électrique proche de  $50\Omega$

- Structure des transducteurs :



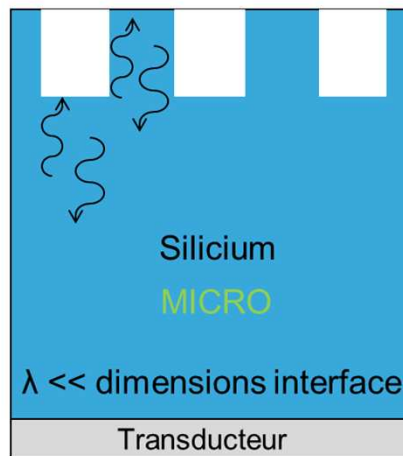
Transducteurs fonctionnant à une fréquence centrale de 5 GHz



# Méthode acoustique: Différences d'approche Micro / Nano

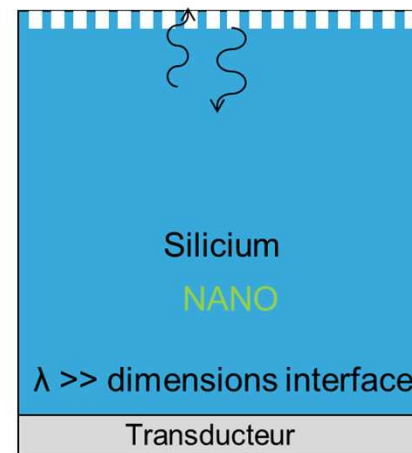
- Méthode par réflectométrie HF
- Grand contraste d'impédance acoustique ( $Z_{\text{Si}} \sim 10^5 Z_{\text{air}}$  et  $Z_{\text{Si}} \sim 10 Z_{\text{eau}}$ )
- Diamètre du transducteur : centaine de microns
- Surface scannée  $\sim$  Aire du transducteur

1 Ghz dans Si : longueur d'onde  $\lambda = 8 \mu\text{m}$



L'onde peut se propager dans les structures et « voit » deux interfaces

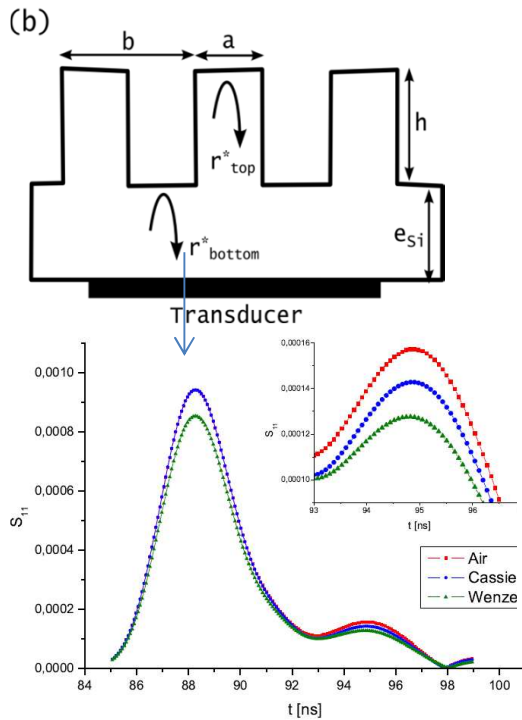
**2 échos pour surfaces hautes et basses**



L'onde ne « voit » plus qu'une seule interface : une seule réflexion ( $\lambda$  trop grand par rapport à la taille des motifs)

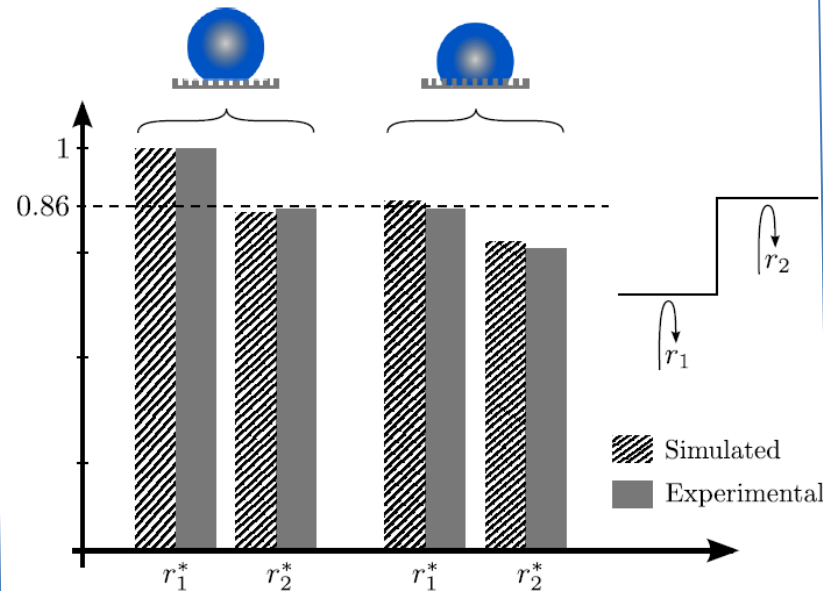
**1 écho : surfaces hautes et basses non séparées**

## 2.b. Caractérisation du mouillage / structures micrométriques



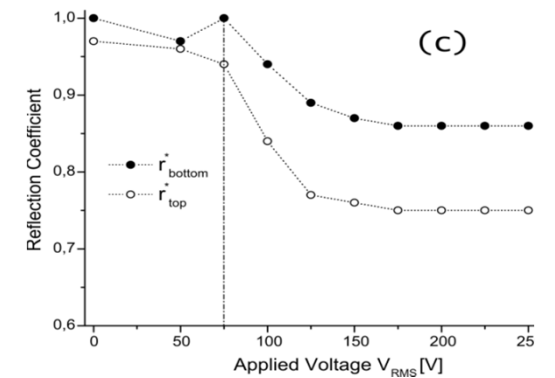
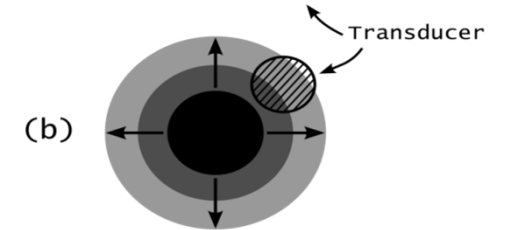
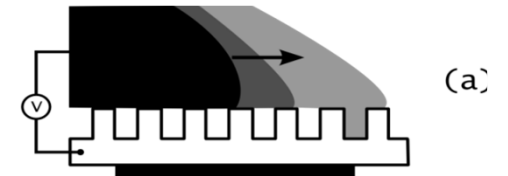
Echo 1 : surface basse  
Echo 2 : surface haute

Surface traitée hydrophobe      Surface NON traitée hydrophobe



Coefficient de réflexion des échos acoustiques 1 et 2 en fonction de l'état de mouillage

Saad et al, *J. Appl. Phys.*, 112, 10 (2012)  
Dufour et al, *Langmuir*, 29, 43 (2013)



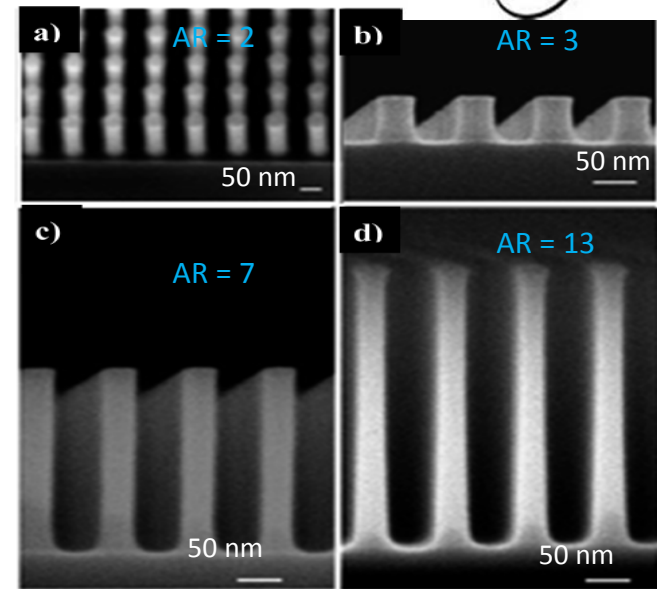
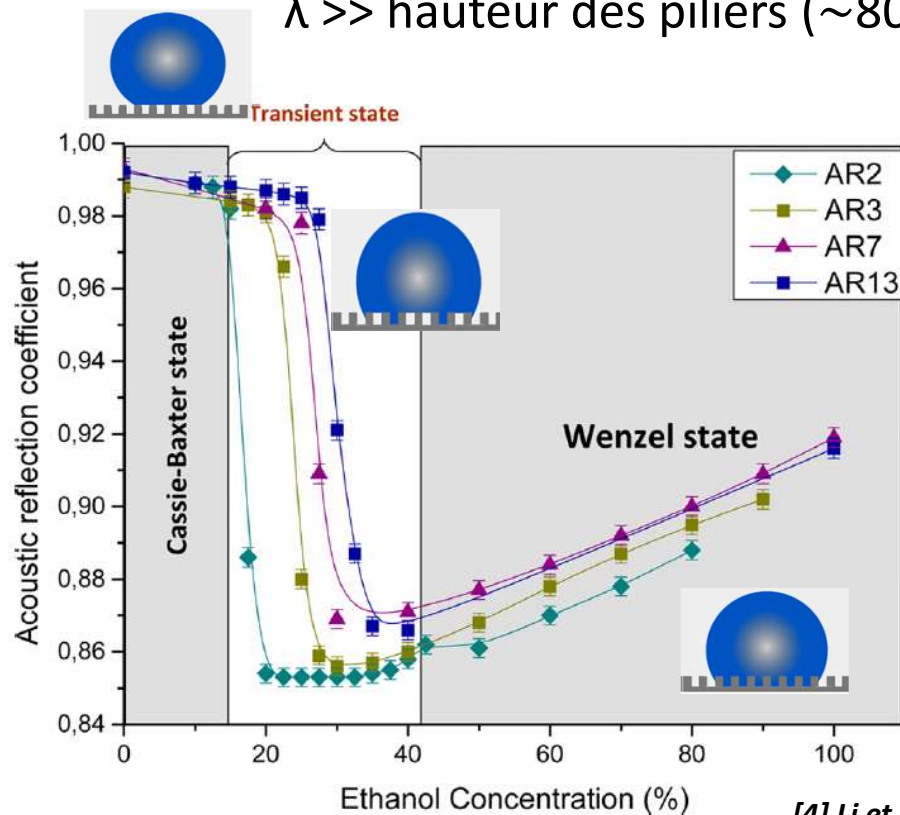
Suivi de la transition Cassie vers Wenzel obtenue par EWOD

# 2.c. Caractérisation du mouillage de structures nanométriques



Traitement hydrophobe (PFTS) des nanopilier desSillicium

$\lambda \gg$  hauteur des piliers ( $\sim 80$  à  $400$  nm)



La mesure du coefficient de réflexion acoustique permet de déterminer l'état de mouillage

[4] Li et al, Langmuir, (2014) IEMN / IMEC collaboration



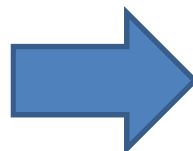
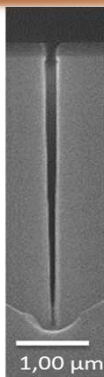
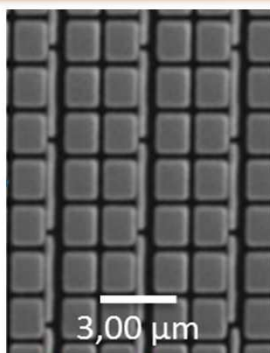
Collaboration STMicroelectronics / Laboratoire commun / Nano2017  
Optimisation Techno CMOS 14 nm



# Caractérisation à 5 GHz du mouillage de composants à haut rapport d'aspect



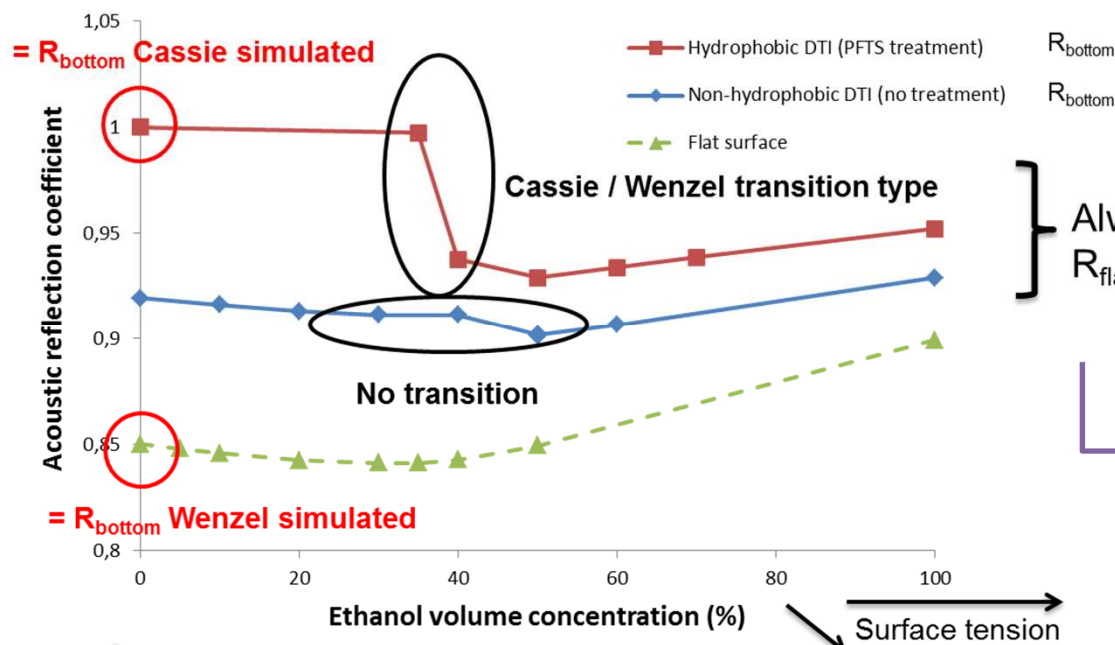
**DTI :**  
isolation  
entre pixels  
d'un capteur  
imageur



Good sensor



Image sensor affected by a high number of white pixels



Always higher than  $R_{flat}$ : air presence

Forme en V des tranchées



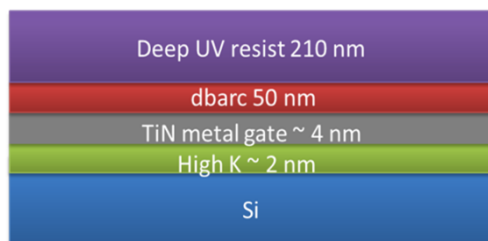
- 3. Autres caractérisations d'interfaces



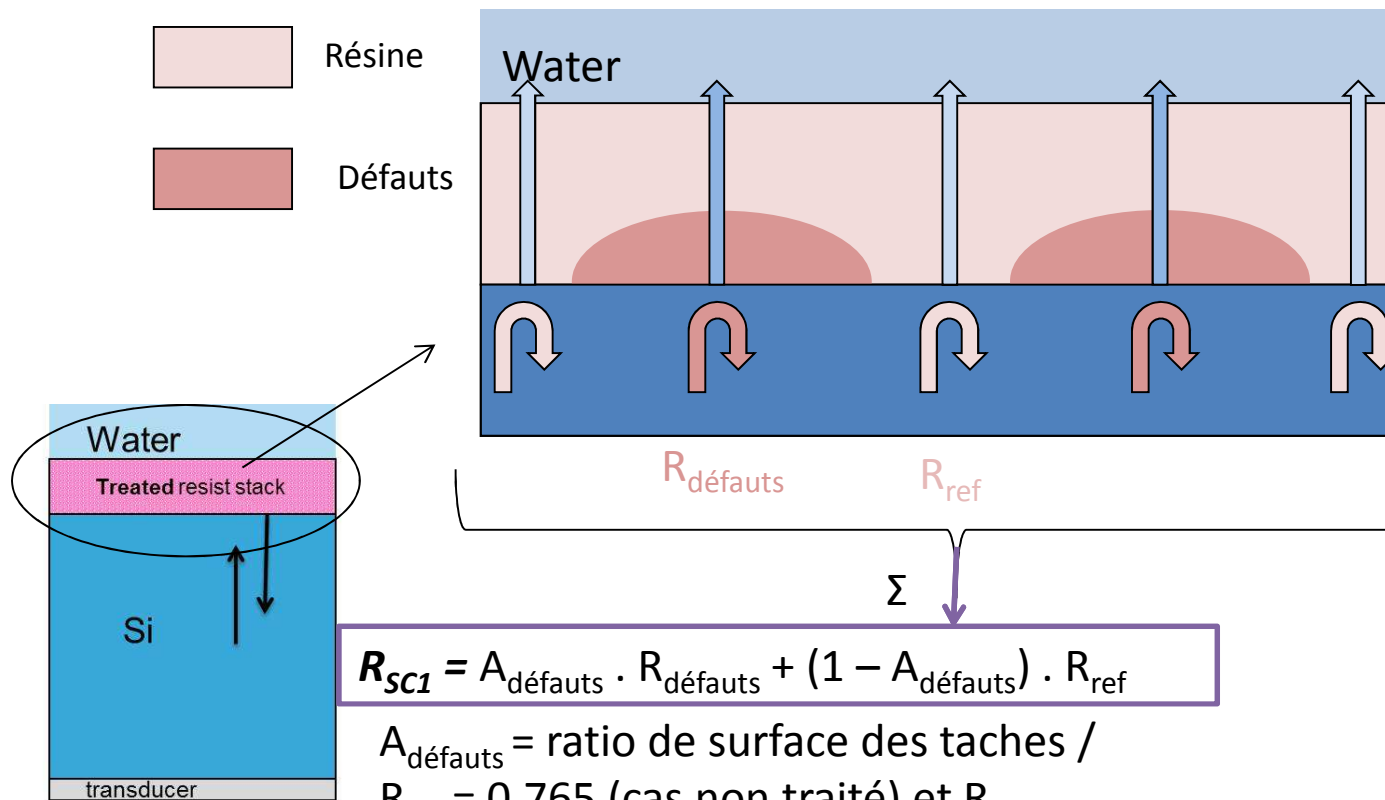
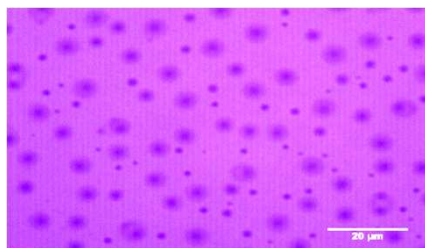


# 3.a. Caractérisation acoustique haute fréquence d'interfaces – Solide / solide

Suivi de la dégradation d'interface résine / substrat



Nettoyage par voie humide



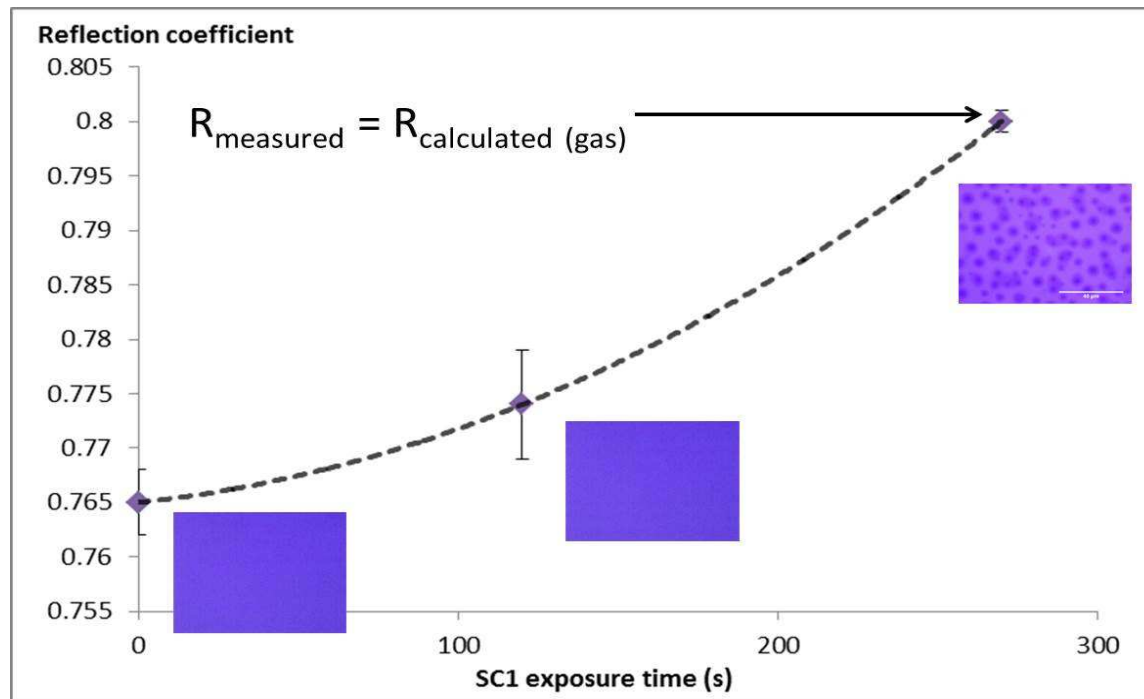
$$R_{SC1} = A_{\text{défauts}} \cdot R_{\text{défauts}} + (1 - A_{\text{défauts}}) \cdot R_{\text{ref}}$$

$A_{\text{défauts}}$  = ratio de surface des taches /  
 $R_{\text{ref}} = 0.765$  (cas non traité) et  $R_{\text{défauts}}$  dépend de la nature des taches

- Calcul du coefficient de réflexion acoustique d'une surface traitée chimiquement en fonction de la surface de taches visibles optiquement

# Evolution du coefficient de réflexion acoustique en fonction de la densité de bulle d'air

- Coefficient de réflexion acoustique augmente avec la densité de taches



- Cohérence entre coefficient théorique (dépendant de la surface de taches et mesures)
- Coefficient de réflexion supérieur au cas de la surface de référence alors que les taches ne sont pas visibles

*C. Virgilio et al, ECS Trans., 2015*



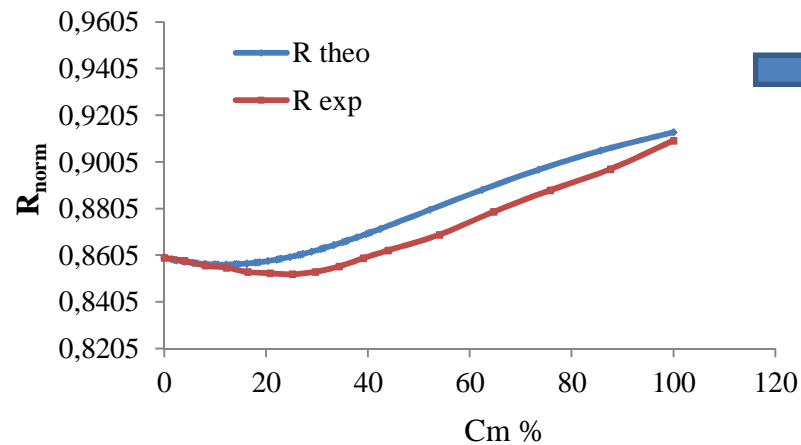
UMI CNRS 8520

- Les taches correspondent à l'apparition de bulles d'air dans la résine

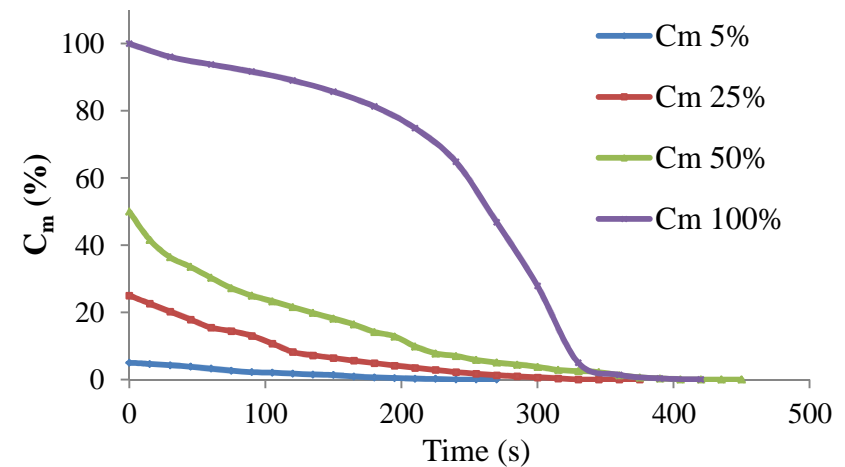
- Elles sont détectables avant l'apparition de taches visibles optiquement

# 3.b Suivi de concentration de mélanges binaires en goutte sur surfaces lisses

Calibration du coefficient de réflexion acoustique en fonction de la concentration

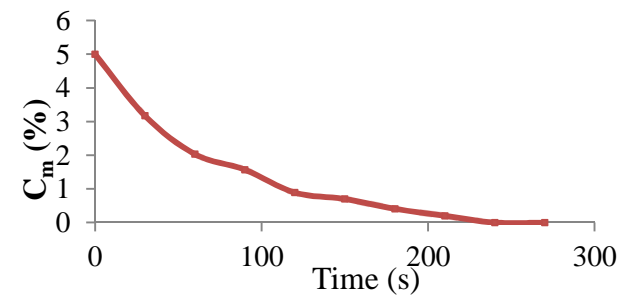


Suivi de la concentration en éthanol



*J. Carlier et al, ICU 2015*  
*P. Chen et al, Langmuir 2016*

Suivi de la concentration de mélanges binaires pour des liquides 'self-wetting' mélange 1-butanol/eau (5 wt%)



# Conclusion

## Méthode de caractérisation acoustique haute fréquence d'interfaces

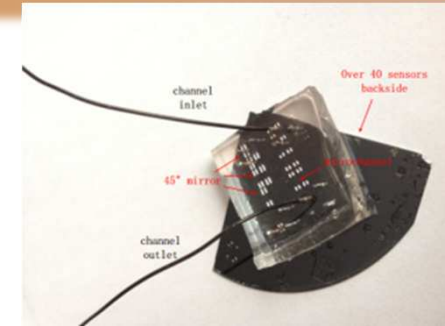
- **Caractérisation acoustique** temps réel in situ du mouillage (cinétique de mouillage ou état du mouillage en fonction de la tension de surface)
  - Surfaces microtexturées et surfaces nanotexturées
- Suivi d'interfaces lors de traitement humide
- Suivi de concentration de mélanges binaires

## Potentialités

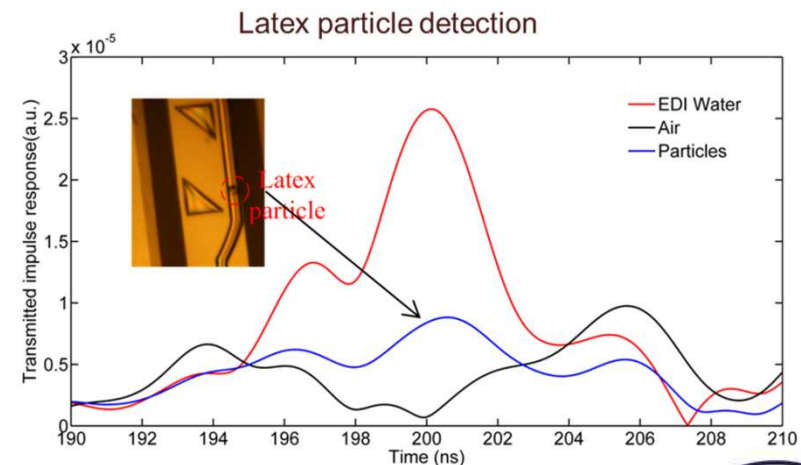
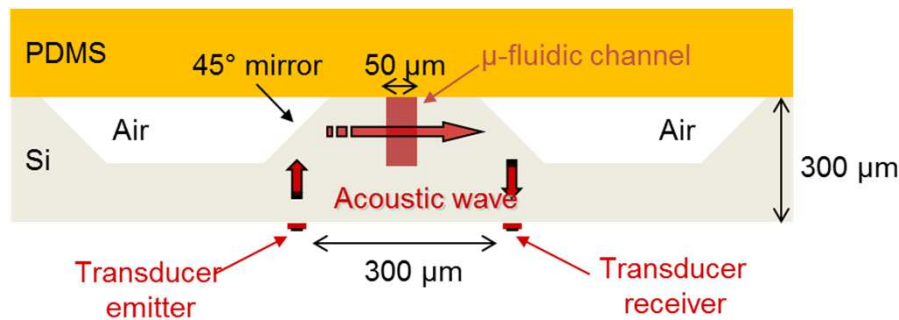
- Mesure en canal microfluidique
- Suivi du mouillage de nanofluides pour l'optimisation des échanges de chaleur dans les caloducs ainsi que de la sédimentation des NPs

# Caractérisation acoustique en canal microfluidique

Caractérisation sur de faibles volumes  
Possibilité de travailler en transmission, et/ou en ondes focalisées



## Design pour mesures en transmission



## Resultats

- Guidage acoustique haute fréquence
- Détection de particules individuelles micrométriques
- Evaluation locale de la température en microcanal