

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

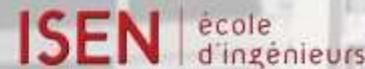


Sommaire

- **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, ...

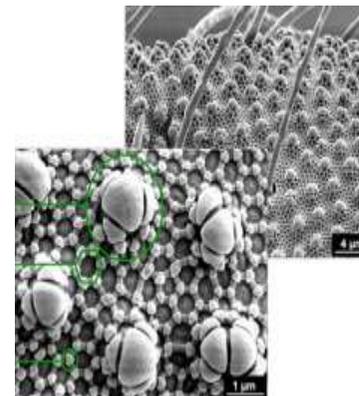
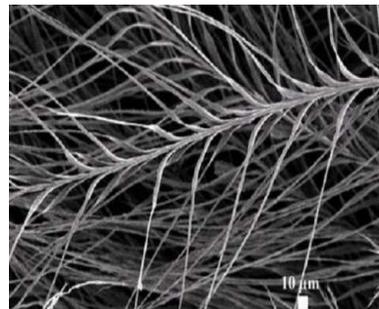
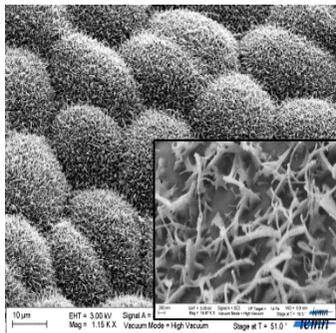
Feuille de Lotus



Plumes de canard [1]

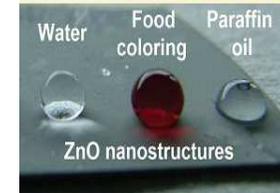


Collembole [2]

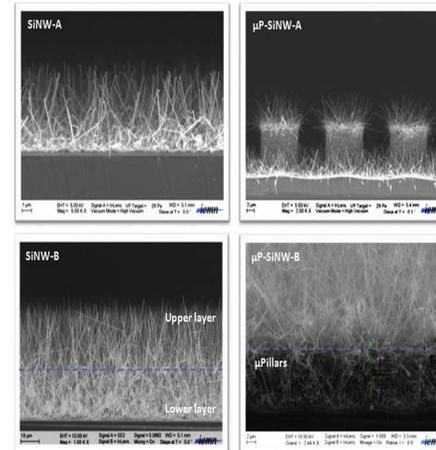
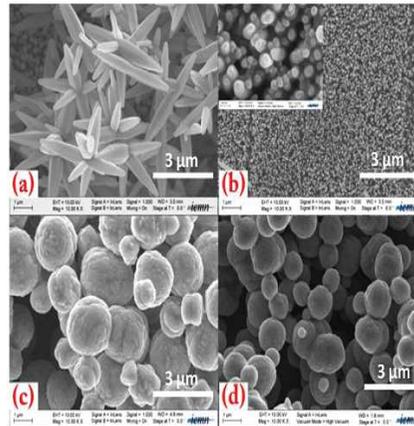
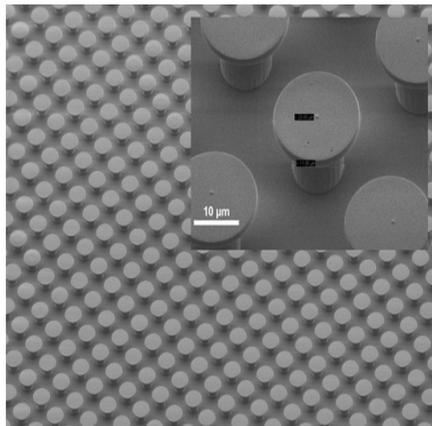


Propriétés attribuées à leur rugosité multi-échelle (micro / nano)

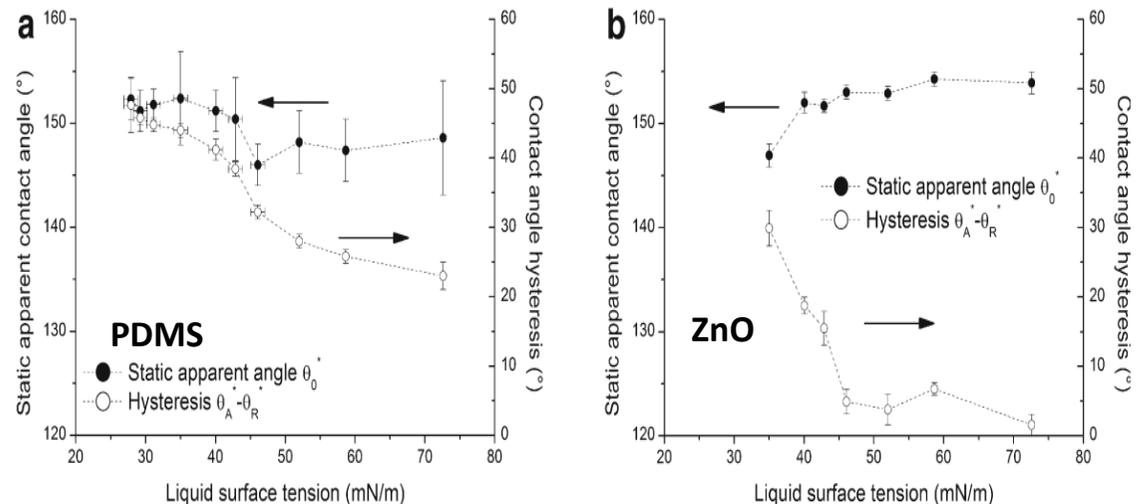
Caractérisation du mouillage sur surfaces texturées



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

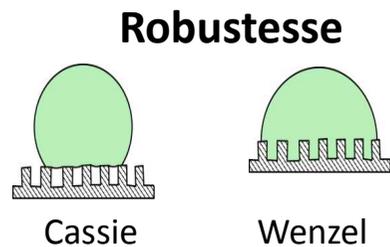
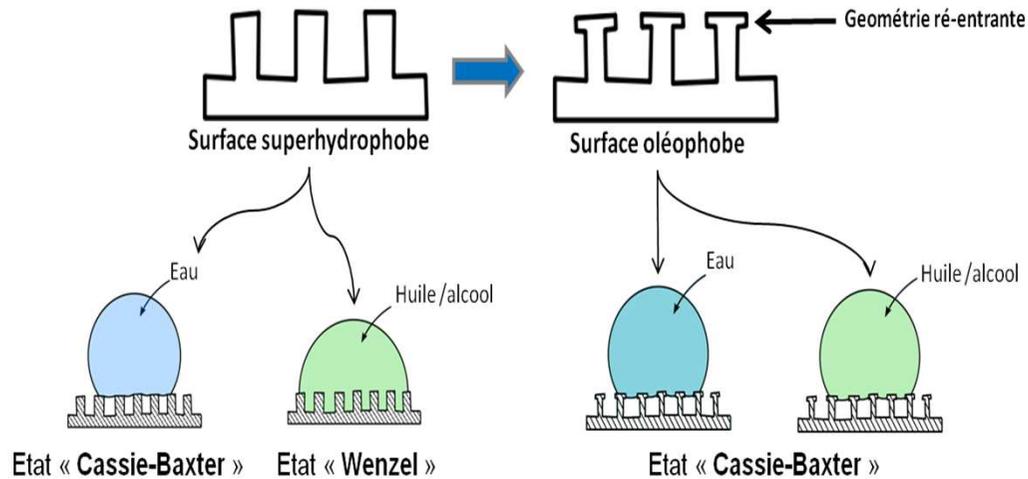


Caractérisation des propriétés de mouillage (statique, dynamique, implémentation dans des LoC)

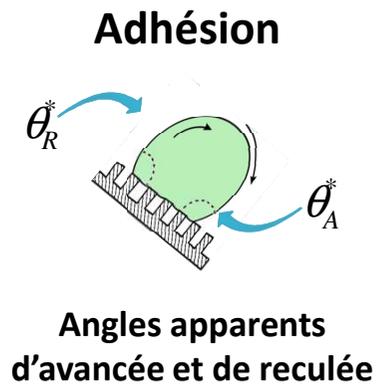


Caractérisation du mouillage sur surfaces texturées

Différents états de mouillage :
angles de contact statique et dynamique

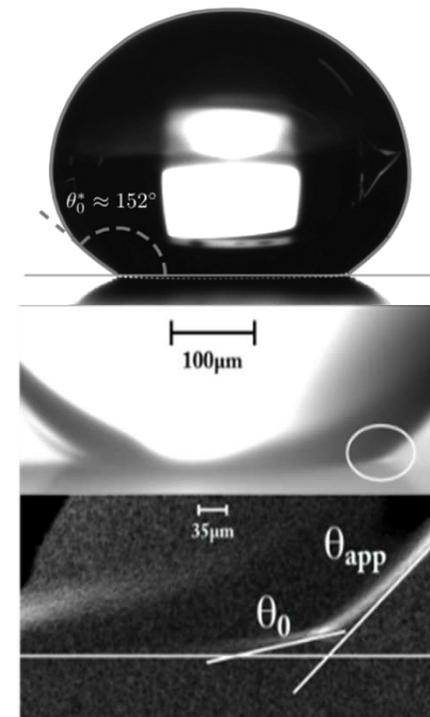


Pression ↗



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

Goniométrie : Méthode de caractérisation usuelle

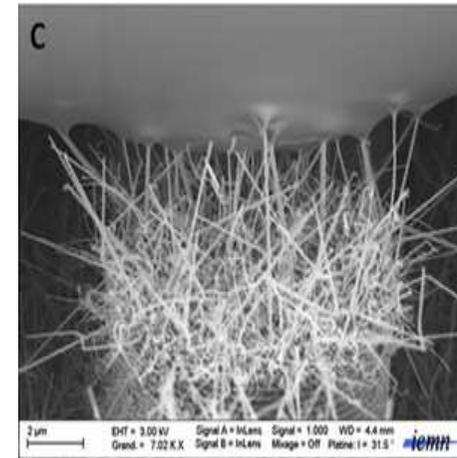
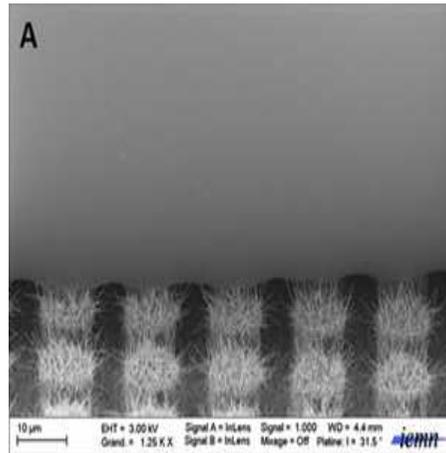
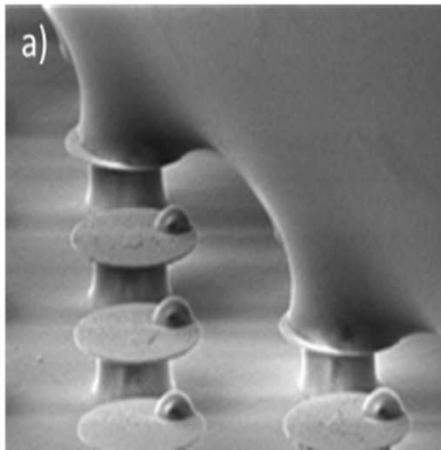


- Caractérisation du mouillage à partir d'images optiques
- Vue macroscopique d'un phénomène aux échelles nano
 - Focalisation jusqu'à des échelles de l'ordre de 10µm
 - Limitation à la ligne triple (périphérie de la goutte)

Techniques avancées pour la caractérisation du mouillage

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

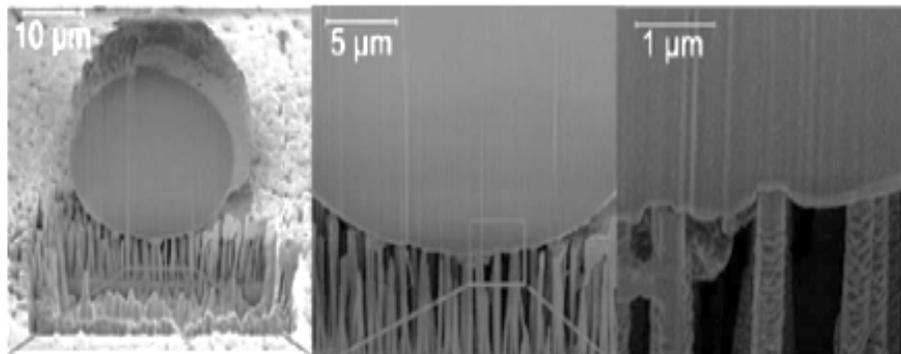
Microscope électronique à balayage (MEB) de goutte de polymère réticulé (IEMN)



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 :

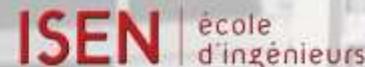
- Microscope confocal
- Mesure de la réflectance optique

Papadopoulos et al. PNAS, 2013

Xu et al., ACS Nano, 2014



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

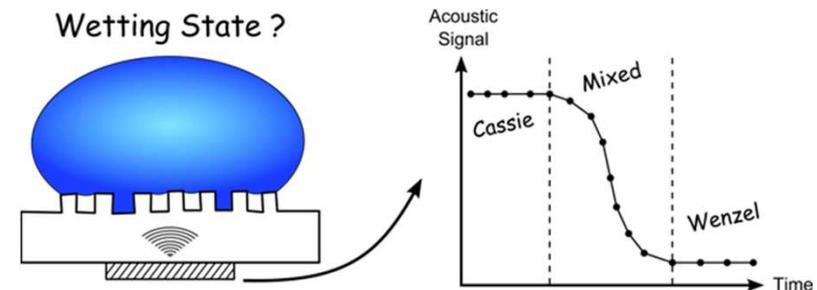


Caractérisation acoustique haute fréquence d'interfaces et de fluides

- **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 :

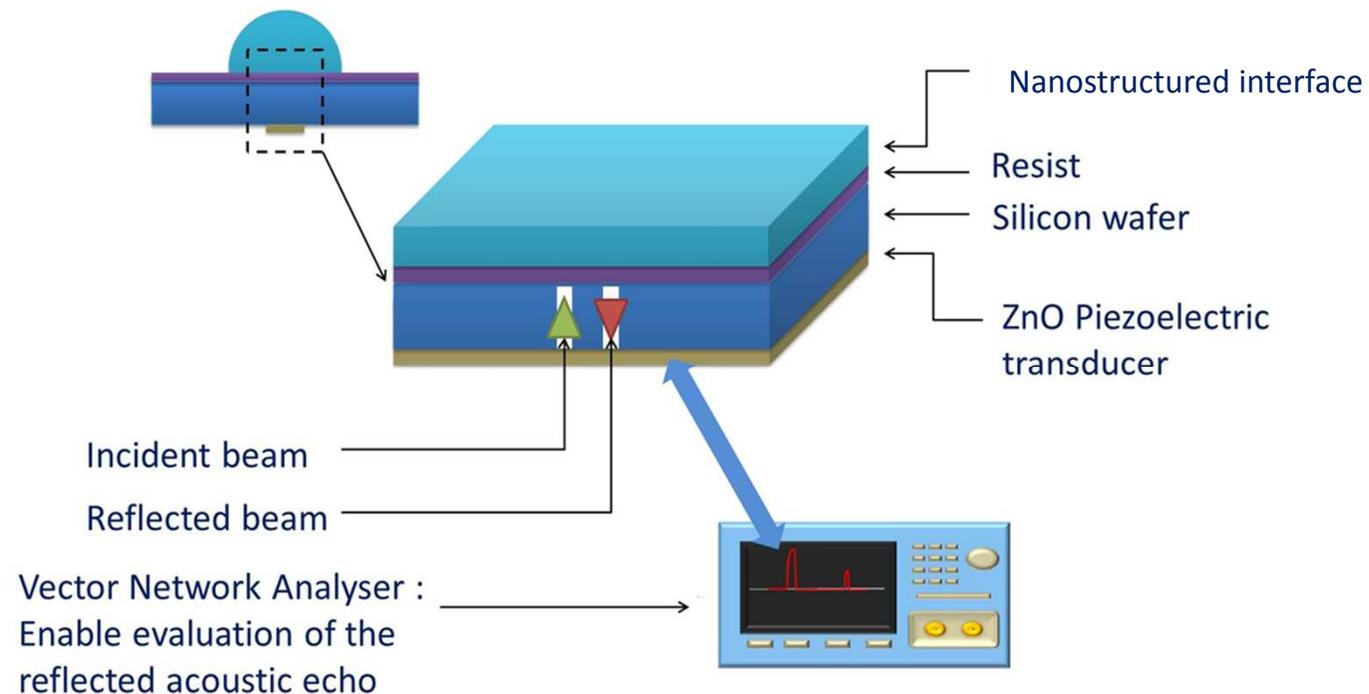
- **Caractérisation d'interfaces** :
 - mouillabilité
 - stabilité d'interfaces
 - suivi de concentration de mélanges binaires
 - sédimentation de nanoparticules



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)

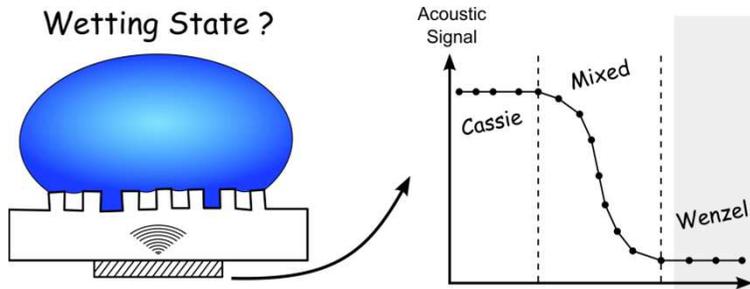


Saad et al, J. Appl. Phys., 112, 10 (2012)

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*

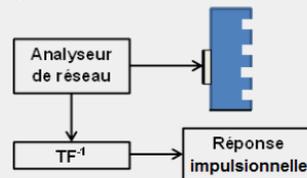


Détermination de l'état de mouillage

Méthode d'analyse fréquentielle

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

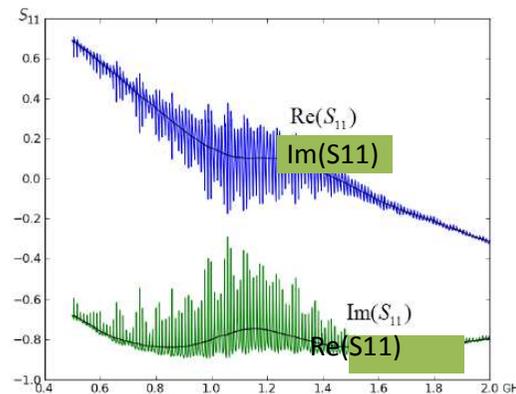
Structure :



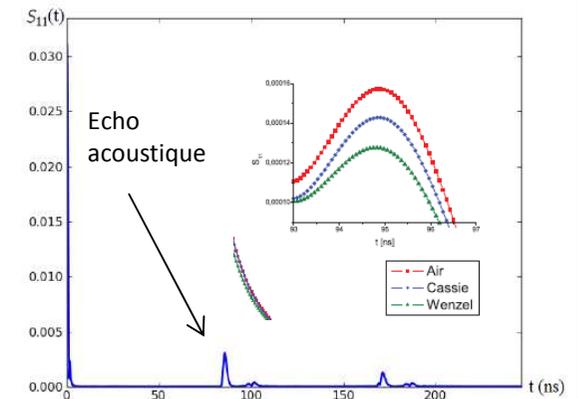
$$S_{11} = \frac{U_r}{U_i}$$

Rapport entre le signal électrique réfléchi et le signal électrique incident

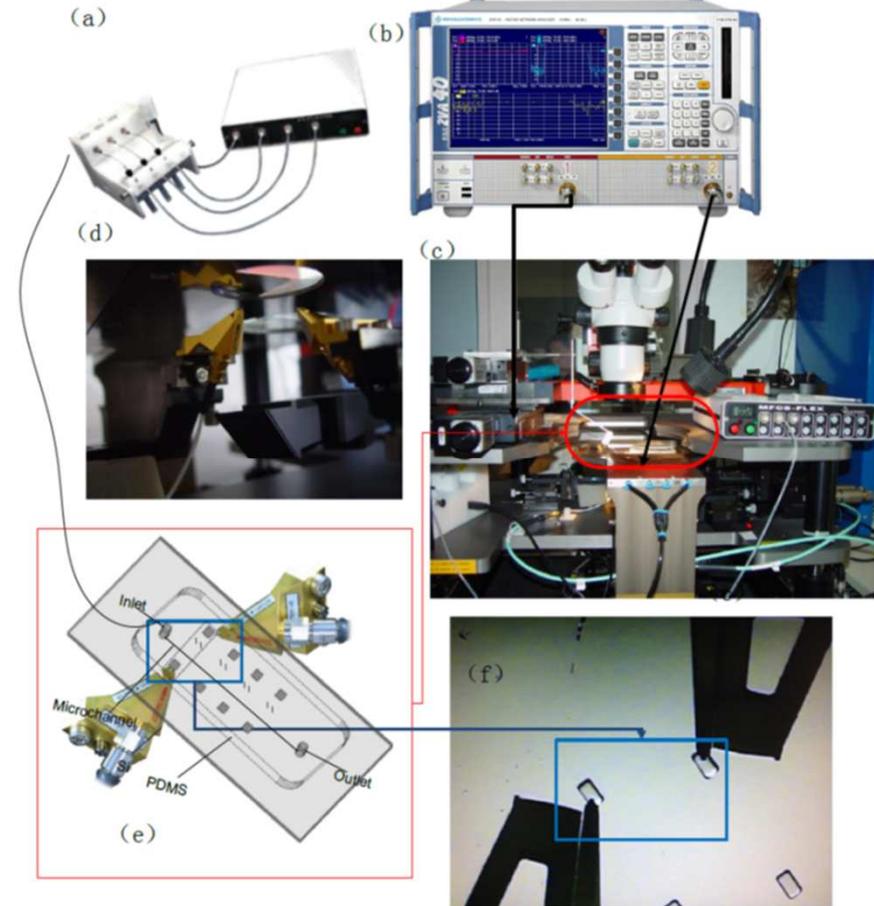
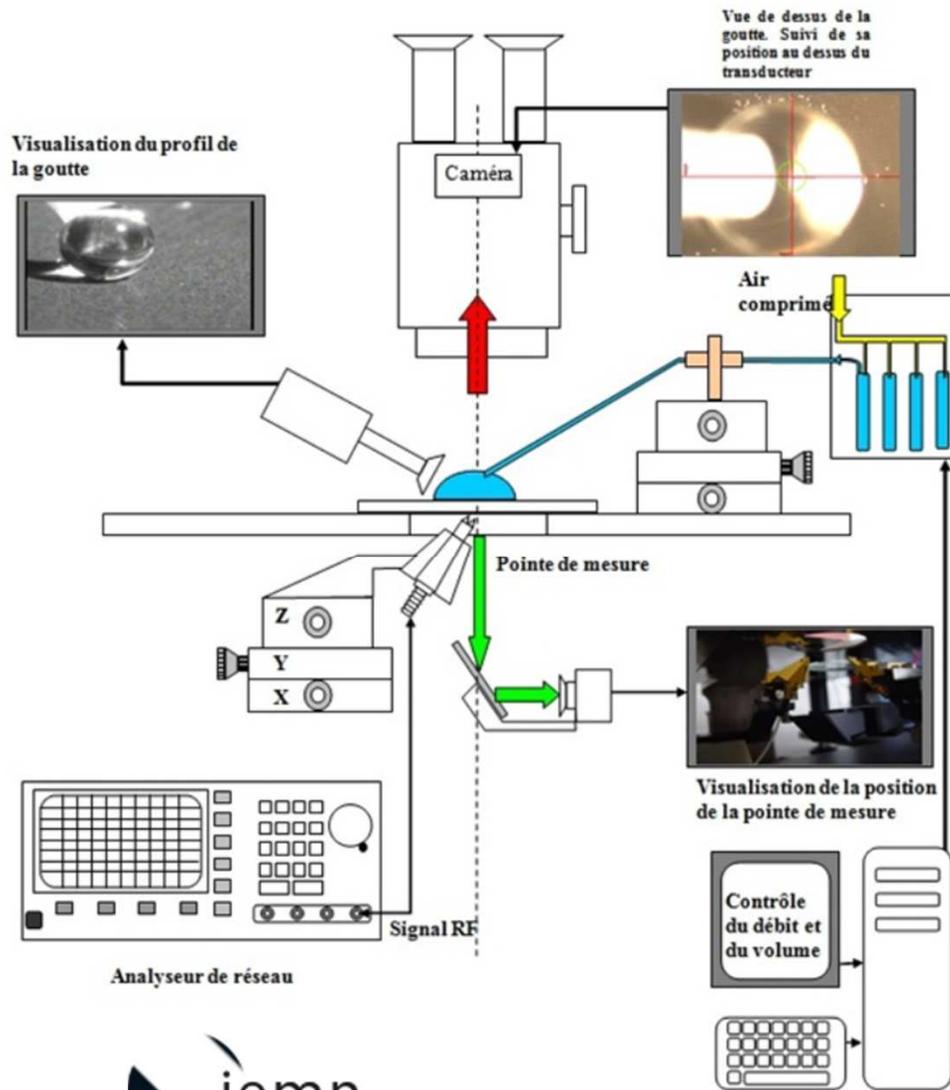
S_{11} dans le domaine fréquentiel



S_{11} dans le domaine temporel



Méthode acoustique – Banc de mesure



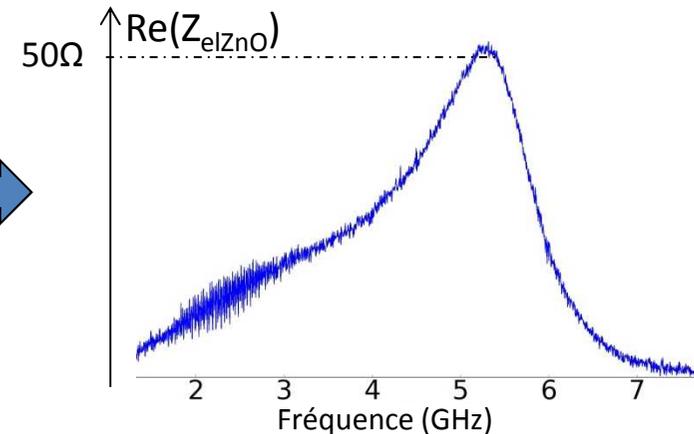
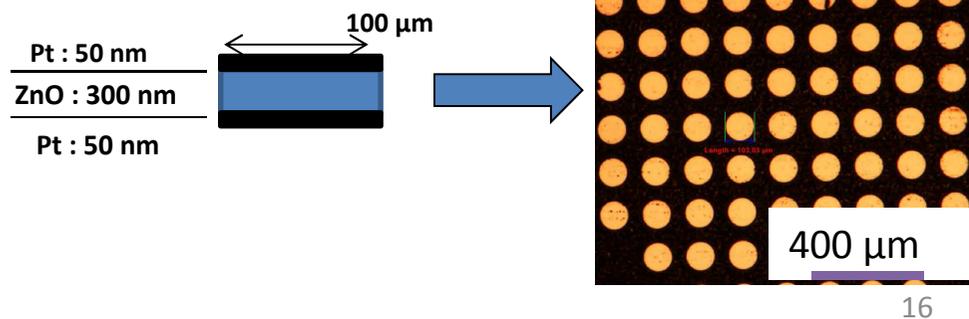
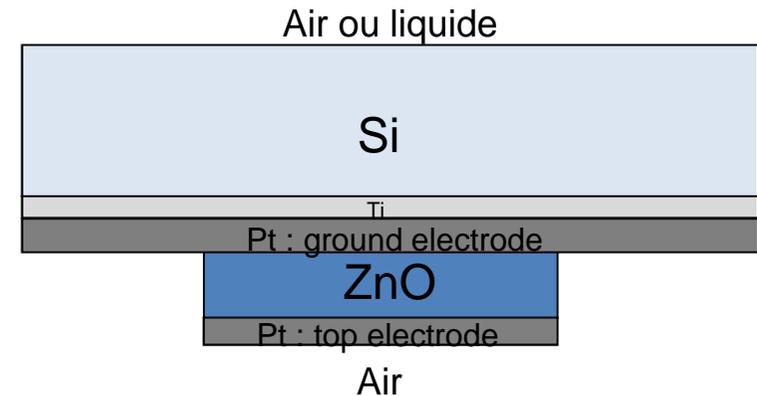
Banc de caractérisation électrique sous pointe en face arrière + contrôle microfluidique

➡ 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 50Ω

- Structure des transducteurs :

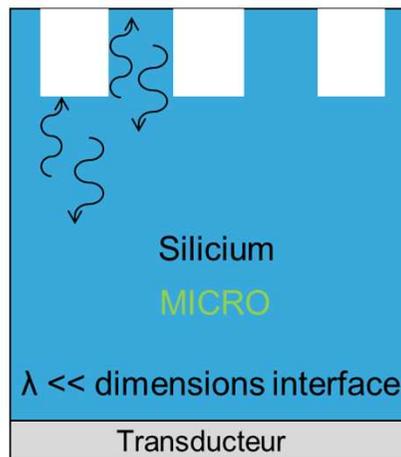


Transducteurs fonctionnant à une fréquence centrale de 5 GHz

Méthode acoustique: Différences d'approche Micro / Nano

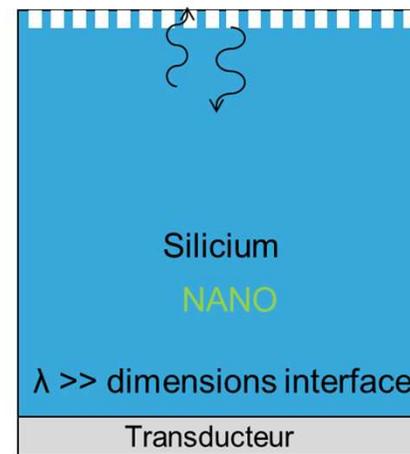
- Méthode par réflectométrie HF
- Grand contraste d'impédance acoustique ($Z_{Si} \sim 10^5 Z_{air}$ et $Z_{Si} \sim 10 Z_{eau}$)
- Diamètre du transducteur : centaine de microns
- Surface scannée \sim Aire du transducteur

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



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

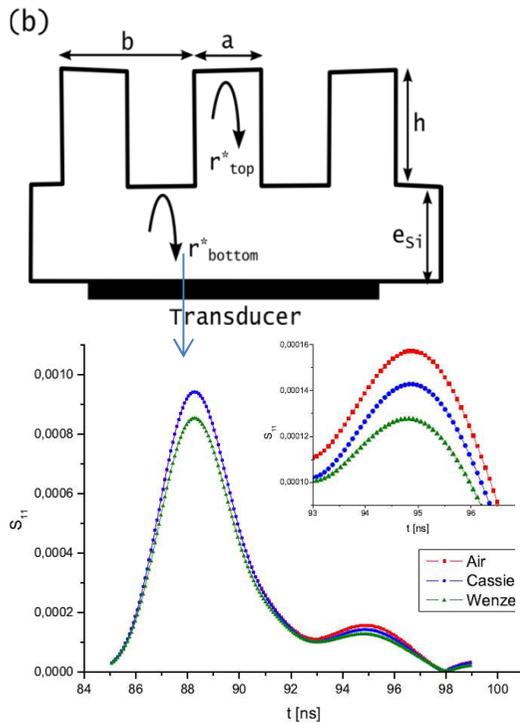
2 échos pour surfaces hautes et basses



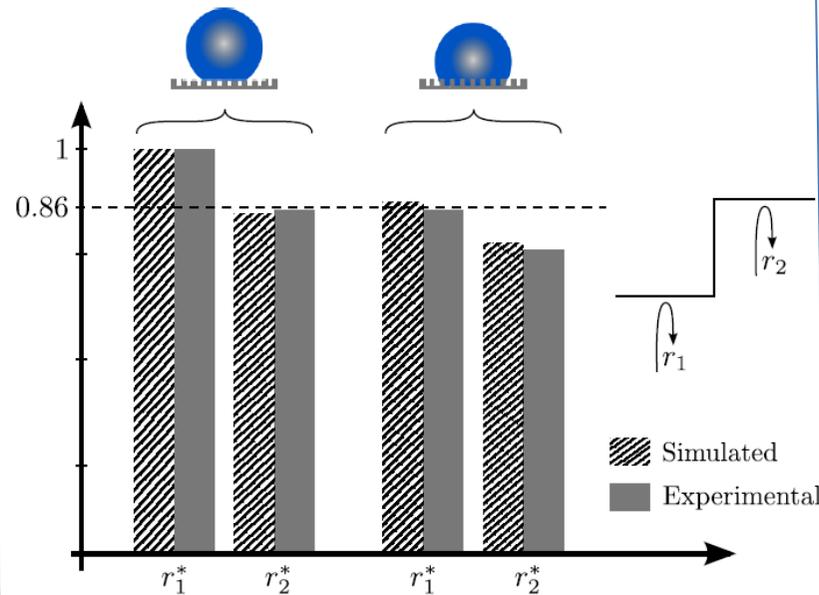
L'onde ne « voit » plus qu'une seule interface : une seule réflexion (λ trop grand par rapport à la taille des motifs)

1 écho : surfaces hautes et basses non séparées

2.b. Caractérisation du mouillage / structures micrométriques

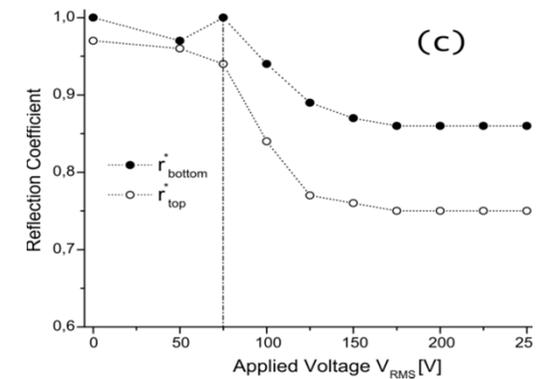
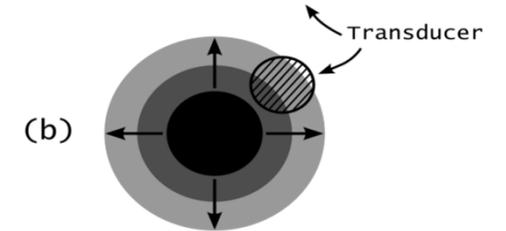
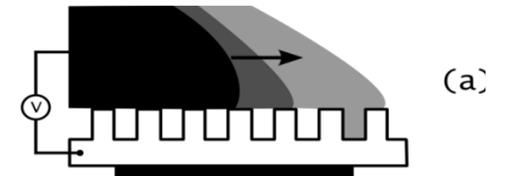


Surface traitée hydrophobe Surface NON traitée hydrophobe



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)



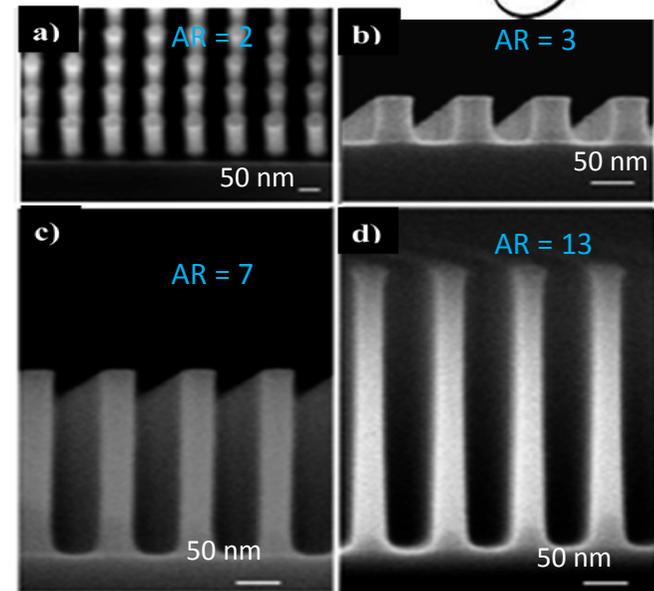
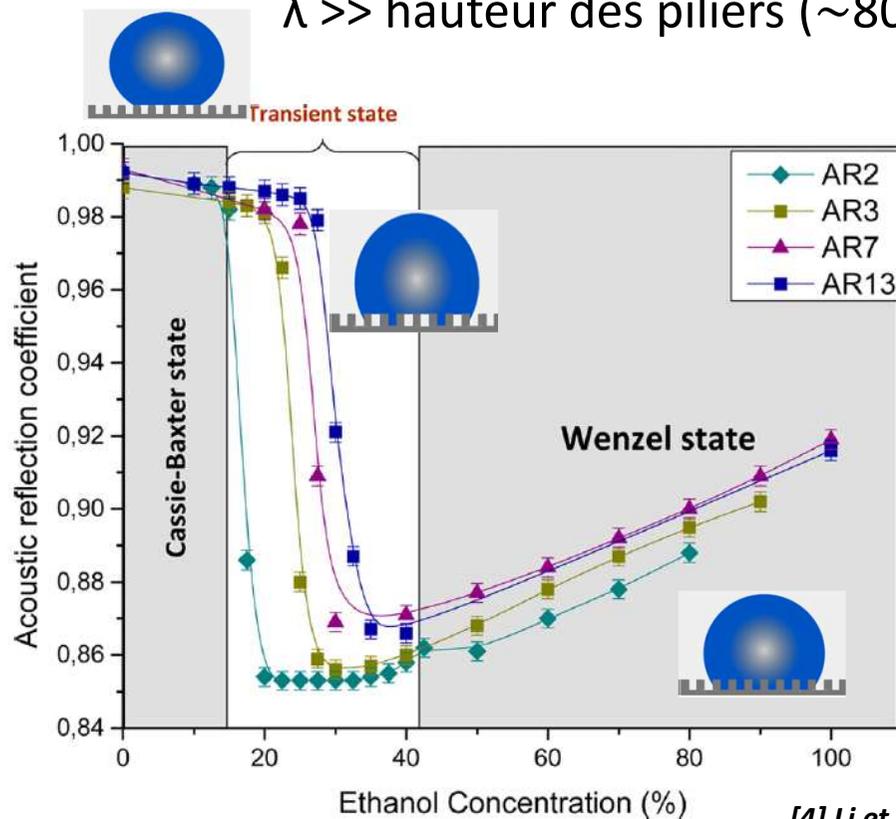
Suivi de la transition Cassie vers Wenzel obtenue par EWOD

2.c. Caractérisation du mouillage de structures nanométriques



Traitement hydrophobe (PFTS) des nanopilier desSillicium

$\lambda \gg$ hauteur des piliers (~ 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



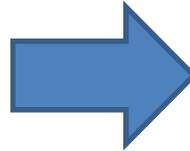
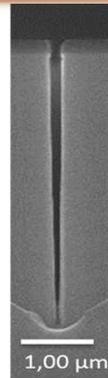
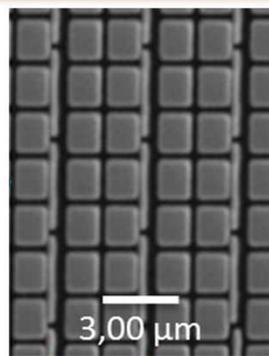
Collaboration STMicroelectronics / Laboratoire commun / Nano2017
Optimisation Techno CMOS 14 nm



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



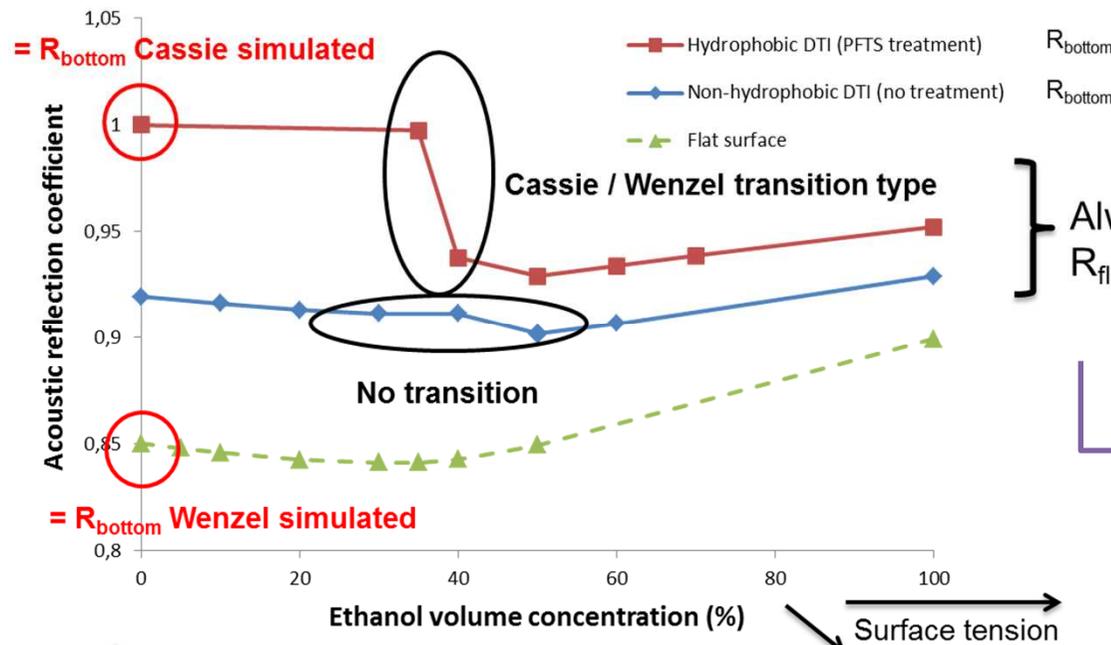
DTI :
isolation
entre pixels
d'un capteur
imageur



Good sensor

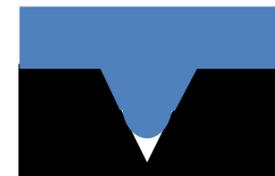


Image sensor affected by a high number of white pixels



Always higher than R_{flat} : air presence

Forme en V des tranchées



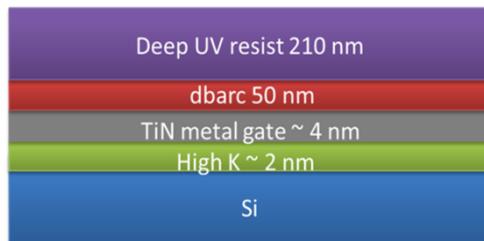
C. Virgilio et al, ICU, 2016

- 3. Autres caractérisations d'interfaces

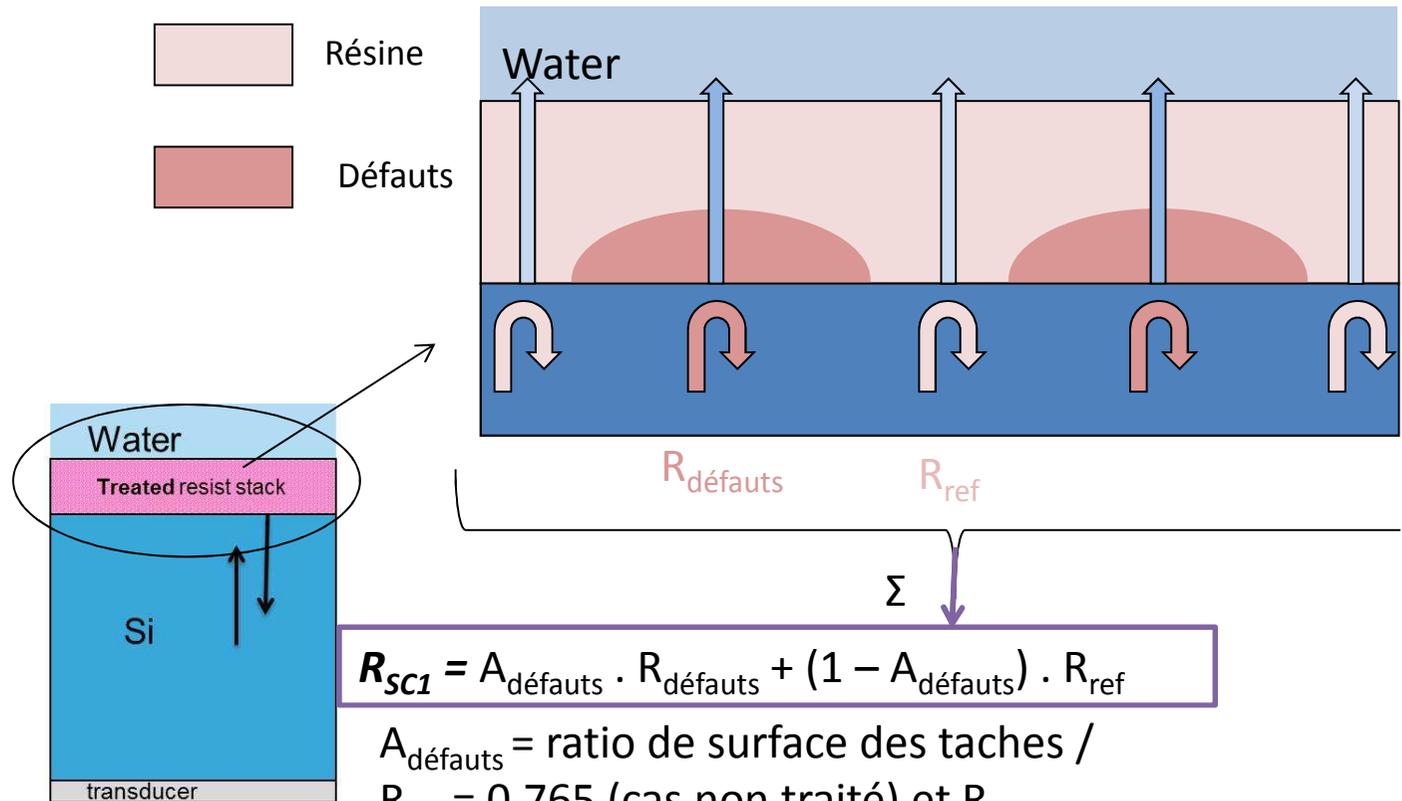
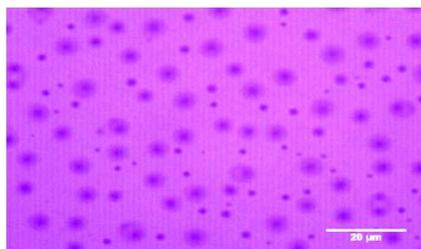


3.a. Caractérisation acoustique haute fréquence d'interfaces – Solide / solide

Suivi de la dégradation d'interface résine / substrat



Nettoyage par voie humide



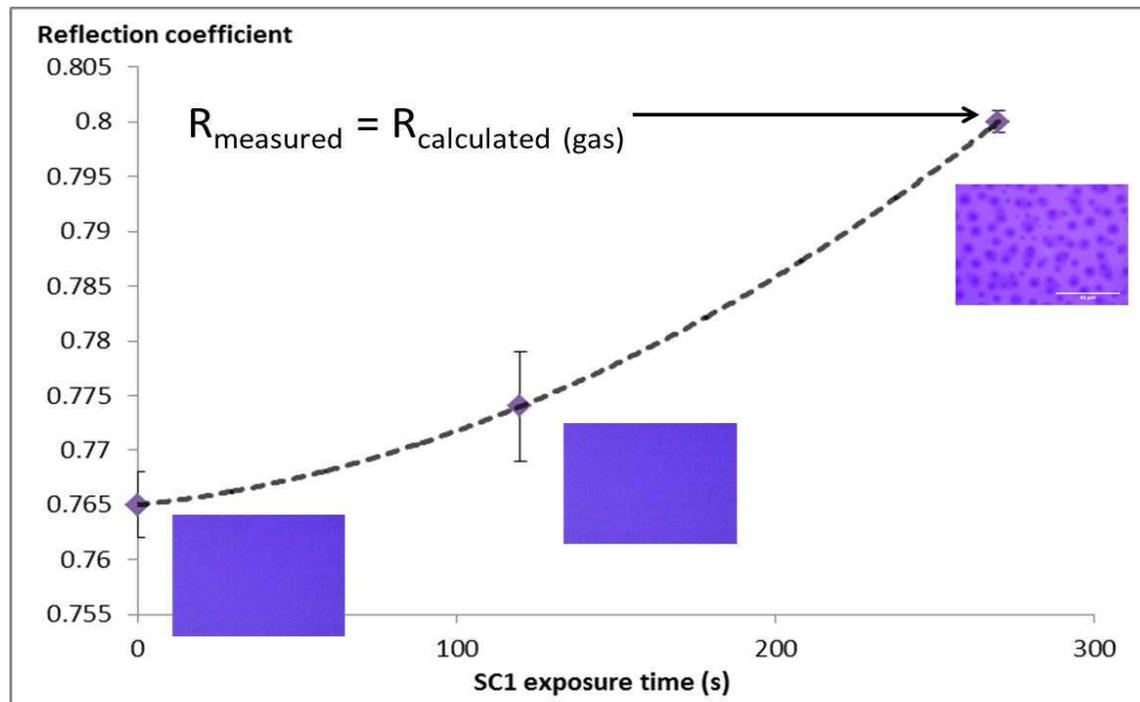
$$R_{SC1} = A_{\text{défauts}} \cdot R_{\text{défauts}} + (1 - A_{\text{défauts}}) \cdot R_{\text{ref}}$$

$A_{\text{défauts}}$ = 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

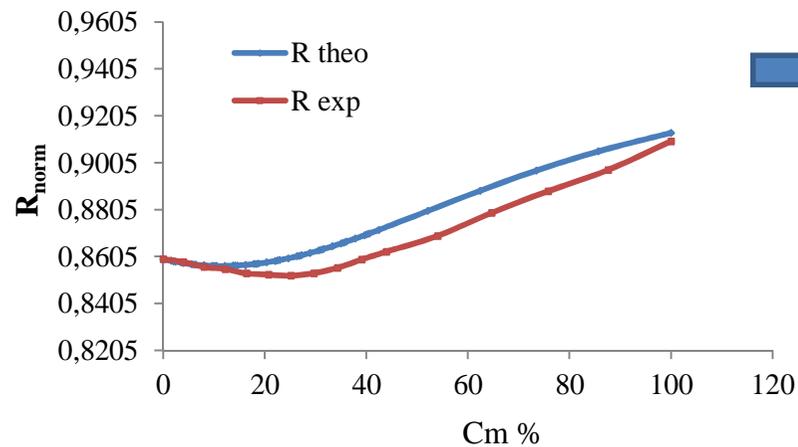
C. Virgilio et al, ECS Trans., 2015



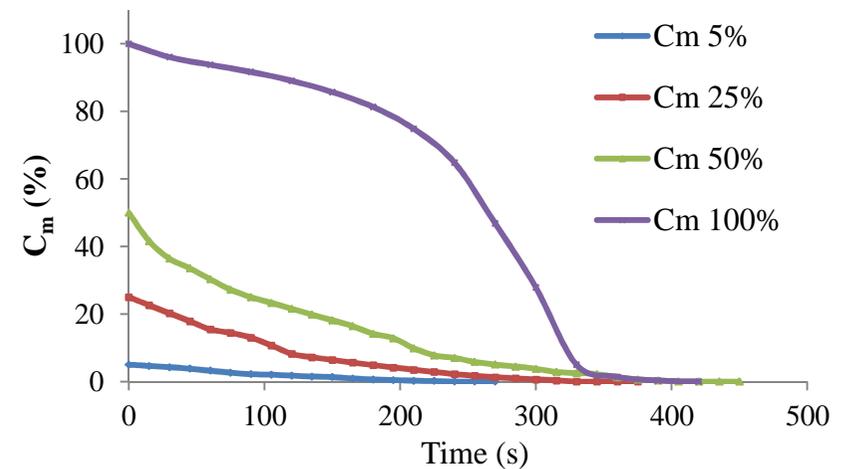
- Les taches correspondent à l'apparition de bulles d'air dans la résine
- Elles sont détectables avant l'apparition de taches visibles optiquement

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

Calibration du coefficient de réflexion acoustique en fonction de la concentration

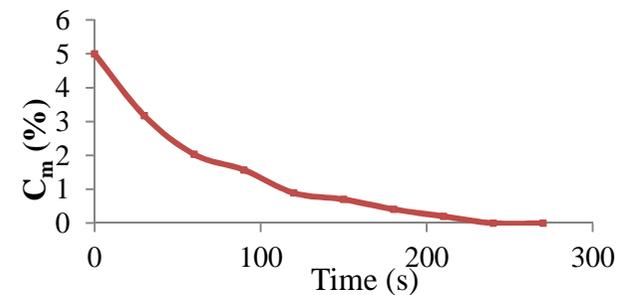


Suivi de la concentration en éthanol



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

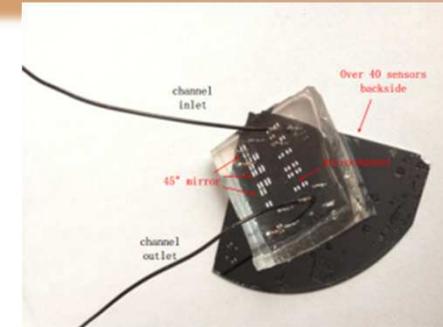
- **Caractérisation acoustique** temps réel in situ du mouillage (cinétique de mouillage ou état du mouillage en fonction de la tension de surface)
 - Surfaces microtexturées et surfaces nanotexturées
- Suivi d'interfaces lors de traitement humide
- Suivi de concentration de mélanges binaires

Potentialités

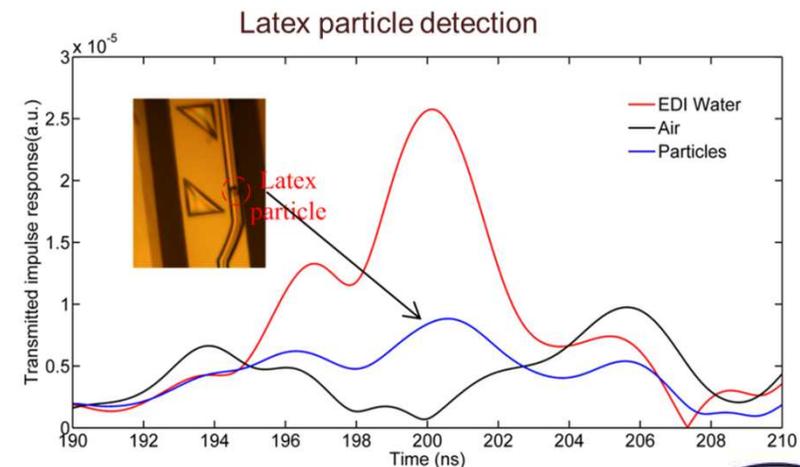
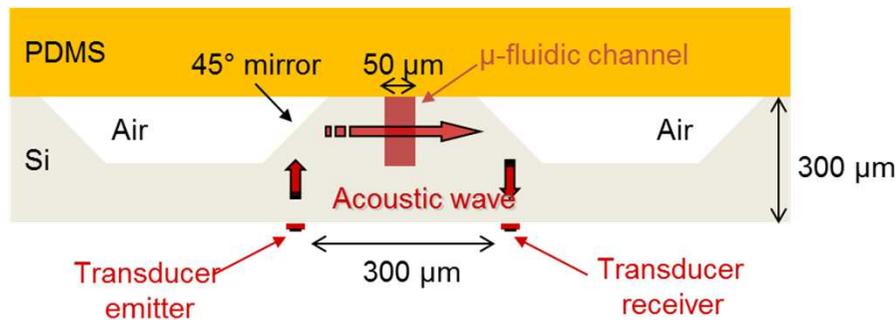
- Mesure en canal microfluidique
- Suivi du mouillage de nanofluides pour l'optimisation des échanges de chaleur dans les caloducs ainsi que de la sédimentation des NPs

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