



HAL
open science

Dynamique de films minces en présence d'un ménisque : films supportés et caténoïdes

Alice Etienne-Simonetti

► **To cite this version:**

Alice Etienne-Simonetti. Dynamique de films minces en présence d'un ménisque : films supportés et caténoïdes. Dynamique des Fluides [physics.flu-dyn]. Université Paris-Saclay, 2024. Français. NNT : 2024UPASP148 . tel-04913827

HAL Id: tel-04913827

<https://theses.hal.science/tel-04913827v1>

Submitted on 27 Jan 2025

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Dynamique de films minces en
présence d'un ménisque : films
supportés et caténoïdes

*Thin film dynamics with a meniscus : coated films and
catenoids*

Thèse de doctorat de l'université Paris-Saclay

École doctorale n° 564 : physique en Île-de-France (PIF)
Spécialité de doctorat : Physique
Graduate School : Physique. Référent : Faculté des sciences d'Orsay

Thèse préparée dans l'unité de recherche **Laboratoire de Physique des Solides (Université Paris-Saclay, CNRS)**, sous la direction de **Emmanuelle RIO**, professeure, la co-direction de **Isabelle CANTAT**, professeure, et le co-encadrement de **Frédéric RESTAGNO**, directeur de recherches

Thèse soutenue à Paris-Saclay, le 27 novembre 2024, par

Alice ETIENNE-SIMONETTI

Composition du jury

Membres du jury avec voix délibérative

Frédéric MOISY Professeur, Université Paris-Saclay	Président
Anne-Laure BIANCE Directrice de recherche, Université Lyon 1	Rapportrice & Examinatrice
Benoit SCHEID Professor, Université Libre de Bruxelles	Rapporteur & Examineur
Jacco SNOEIJER Professor, University of Twente	Examineur

Titre : Dynamique de films minces en présence d'un ménisque : films supportés et caténoïdes
Mots clés : Film mince, drainage, ménisque, succion capillaire, pincement, lubrification

Résumé : Cette thèse porte sur la dynamique de films liquides minces libres ou supportés en présence d'un ménisque.

Pour les films supportés, un film d'huile silicone d'une dizaine de micromètres est déposé sur un wafer et perturbé par une fibre de verre cylindrique verticale. La fibre crée un ménisque qui aspire le liquide et engendre un creux dans le film, appelé pincement, qui se propage. Le pincement se creuse puis se remplit et donc passe par un minimum temporel d'épaisseur. Ce minimum temporel d'épaisseur est piloté par l'ascension du ménisque sur la fibre. Nous prédisons la valeur de ce minimum et le temps auquel il est atteint en supposant qu'il a lieu lorsque le ménisque arrive à l'équilibre et que le liquide nécessaire pour former le ménisque provient intégralement du pincement. Pour des films d'épaisseur de l'ordre du micromètre, le pincement est si fin qu'il forme un film de Newton, à savoir

un film d'épaisseur constante en temps, d'une dizaine de nanomètres. L'épaisseur initiale critique pour l'apparition du film de Newton est donnée par la même loi d'échelle que précédemment.

Pour étudier des films libres, nous immergeons un anneau dans un bain de solution savonneuse puis l'extrayons pour former une caténoïde. Nous mesurons le profil d'épaisseur de la caténoïde au cours du temps afin d'étudier son drainage. La description de la forme de la caténoïde en contact avec le bain nécessite l'introduction d'une tension de ligne. Le drainage est contrôlé par la régénération marginale au niveau du ménisque en bas du film comme pour les bulles de surface, contrairement aux films plans où la régénération marginale aux ménisques latéraux domine. Nous étudions également le temps de vie des caténoïdes pendant leur génération. Elles rompent parce qu'elles sont trop étendues, comme les films plans.

Title : Thin film dynamics with a meniscus : coated films and catenoids

Keywords : Thin film, drainage, meniscus, capillary suction, groove, lubrication

Abstract : This thesis deals with the dynamics of free or supported thin liquid films in the presence of a meniscus.

For supported films, a ten-micrometer film of silicone oil is deposited on a wafer and disturbed by a vertical cylindrical glass fiber. The fiber creates a meniscus which sucks in the liquid and creates a hollow in the film, called a groove, which propagates. The groove deepens, then fills, and thus passes through a temporal minimum of thickness. This temporal thickness minimum is driven by the meniscus's ascent on the fiber. We predict the value of this minimum and the time at which it is reached by assuming that it occurs when the meniscus reaches equilibrium and that the liquid required to form the meniscus comes entirely from the pinch. For micrometer-thick films, the groove is so thin that it forms a Newton film, i.e. a film

of constant thickness over time, of around ten nanometers. The critical initial thickness for the Newton film to appear is given by the same scaling law as above.

To study free films, we immerse a ring in a bath of soapy solution, then extract it, to form a catenoid. We measure the catenoid's thickness profile over time to study its drainage. Describing the shape of the catenoid in contact with the bath requires the introduction of a line tension. Drainage is controlled by marginal regeneration at the meniscus at the bottom of the film as with surface bubbles, unlike planar films where marginal regeneration at the lateral menisci dominates. We also study the lifetime of catenoids during their generation. They rupture because they are too extended, like planar films.

Remerciements

Tout d'abord je remercie les membres du jury pour avoir lu mon manuscrit et pour notre discussion au cours de ma soutenance. Je remercie particulièrement Frédéric Moisy qui m'a enseigné avec passion la mécanique des fluides.

Je remercie également mes encadrants : Manue et Fred j'ai beaucoup appris auprès de vous et aussi beaucoup grandi personnellement et professionnellement. Je suis toujours ressortie de nos réunions remotivée à faire plein de choses. Je pense que vous m'avez permis de faire une transition plus douce dans le monde du travail.

Fred merci d'avoir fait attention à moi, en passant dire au revoir, en en profitant pour raconter ce qui te passe par la tête.

Manue tu es inspirante, de par ton engagement social, écologique (qui a rencontré le mien et nous a amenés avec Alexis à mettre deux jours en train pour aller à Cracovie), ta présence et ta capacité à tout gérer, malgré la montagne de chose à gérer.

Isabelle merci pour ton enthousiasme pour les résultats qu'on te montrait et ton humilité lors de nos discussions scientifiques qui m'ont fait comprendre que c'est toujours utile de poser des questions.

Je n'oublierai jamais cette journée à Rennes où après avoir dormi chez Isabelle (et très bien mangé!) on a essayé environ mille lois d'échelles différentes jusqu'à enfin trouver la bonne!

Je remercie les non-permanents du labo que j'ai toujours eu plaisir à croiser aux cookies clubs, week-ends non-permanents, pots de thèse, dans le couloir *etc* : Delphine, Matteo, Baptiste, Ansgar, Marina, Antoine C. qui a été adopté inofficiellement dans l'équipe, Andrea que j'ai eu plaisir à voir plus souvent maintenant qu'il est dans l'équipe, Sara, Camille, Banan, Malo, Florian, Jaime, Aurélien, Gauthier, Greis, Kika, Reda...

Des mercis particuliers à :

Antoine F. que je remercie de m'avoir introduite aux origamis modulaires même si c'était avec du papier moche.

Malar avec qui on a tout de suite été proches. Thank you for being here for me and for always passing by my office to share some news.

Théo qui m'a toujours accueillie avec le sourire à Rennes.

Gabrielle avec qui ça a été un plaisir de collaborer (c'est toujours plus sympa de manipuler à deux!) et dont j'admire la persévérance face à ces manip d'autant plus difficiles à cause du toluène!

Mes camarades de bureau : Anniina, Adam, Tatiana et Salomé, c'était bien moins chouette quand j'étais toute seule dans mon bureau!

Je remercie les stagiaires de chez MMOI : Adam, Myriam, Bruno, Cesar, Santiago, Amine, Momo, Bryan, Manal qui ont mis de l'ambiance dans l'équipe et regarni les rangs de la team cantine.

Je remercie particulièrement les stagiaires avec qui j'ai travaillé, Lilian et Marius, qui ont fait de belles images et produit de belles données.

Je remercie également les thésards de l'équipe MMOI :

Salomé qui n'a jamais manqué une occasion d'apporter des petites pâtisseries au bureau surtout pour me donner une occasion de me détendre pendant la rédaction.

Victor qui est une constante de bonne humeur, de blagues et de tunnels avec qui j'ai été heureuse de réfléchir à Scheludko et de transmettre mes connaissances sur la caméra hyperspectrale. On retiendra les 27 cm!

Théophile qui teste ses modèles sur moi, est mon fournisseur officiel de chocolat blanc et prend en charge l'animation de la pause café.

Marion avec qui c'était chouette de partager mes goûts en matière de photographie et dont j'ai bénéficié du soutien moral pour apprendre à envoyer des piques à Théophile, Alice avec qui on a partagé un prénom, Andrea dont ça a été un plaisir de voir la progression fulgurante en français, et Elissa pour les mesures à l'ellipso et dont j'ai été heureuse d'être la fournisseuse officielle de badge!

Merci aux permanents de MMOI : Christophe sur qui je sais que je peux compter si je cherche un poste dans l'industrie, Anniina qui prenaient souvent des nouvelles, François pour la technique le jour de ma soutenance, Sandrine pour son authenticité et son franc-parler qui nous amusent bien, Laura pour les nombreux déménagements de ma manip. Merci à la team cantine de m'avoir toujours attendue jusqu'à ce que Victor remette en question mon titre de la plus lente. Je le laisse reprendre la main!

Je remercie également les anciens thésards et postdoc de chez MMOI : Marina de qui j'ai hérité des films de savon, Chiara, Marie, Julian, Shailesh, Elina qui nous a beaucoup gâtés en pâtisseries, Suzanne qui m'a toujours fait rêver avec ses voyages, Tiago et Alexis qui m'a beaucoup aidée au cours de mon stage quand je cherchais des choses pour monter ma manip et que je ne connaissais pas encore bien le labo.

Merci à l'équipe en général qui a été là quand j'avais besoin de parler.

Je remercie ma famille et mes amis ainsi que Baptiste et Simeon d'avoir été à mes côtés.

Table des matières

1	Introduction	1
1.1	Films minces suspendus et supportés	2
1.2	Pincement	4
1.2.1	Drainage dans les films de savon : régénération marginale	4
1.2.2	Drainage dans les films supportés	6
1.3	Description théorique du pincement	8
1.4	Questions ouvertes/enjeux	12
I	Films déposés	13
2	État de l'art	17
2.1	Ménisque	17
2.1.1	Profil du ménisque	17
2.1.2	Volume et courbure du ménisque à l'équilibre	19
2.1.3	Dynamique d'ascension du ménisque	21
2.2	Perturbation du film en présence d'un ménisque	21
2.2.1	Pincement	22
2.2.2	Nivellement capillaire	25
3	Dispositif expérimental	30
3.1	Création du système étudié	30
3.2	Caméra hyperspectrale	32
3.2.1	Diagrammes spatio-temporels	33
3.3	Interférences en couche mince	35
3.3.1	Mesure d'épaisseurs élevées	36
3.3.2	Mesure de faibles épaisseurs	38
4	Largeur du pincement	43
4.1	Mesure	43
4.2	Interprétation	44
5	Épaisseur du pincement	47
5.1	Observations	47
5.2	Minimum temporel d'épaisseur du pincement	49
5.3	Temps pour atteindre le minimum d'épaisseur du pincement	53
5.3.1	Mesure	53
5.3.2	Interprétation	53
6	Formation du ménisque	56
6.1	Largeur du ménisque	56
6.2	Temps d'équilibre du ménisque	58

6.2.1	Mesure	58
6.2.2	Interprétation	58
6.3	Courbure du ménisque	59
7	Film de Newton	62
7.1	Observations	62
7.1.1	Diagramme de phase	63
7.1.2	Temps pour atteindre le minimum d'épaisseur et créer un film de Newton	65
7.2	Interprétation	65
7.2.1	Épaisseur initiale critique	65
7.2.2	Temps pour atteindre le minimum d'épaisseur pour l'épaisseur initiale critique	68
8	Position du pincement	69
	Conclusion et perspectives	73
II	Films de savon caténoïdaux	77
9	État de l'art	81
9.1	Génération des films	81
9.2	Drainage dans les films de savon	84
9.3	Rupture	88
9.4	Caténoïde	88
10	Dispositif expérimental	91
10.1	Création de la caténoïde	91
10.2	Mesure d'épaisseur	91
10.3	Mesure de l'altitude sur la caténoïde	92
10.4	Observations qualitatives	93
11	Forme de la caténoïde	96
11.1	Visualisations	96
11.2	Forme d'un diabololoïde - introduction d'une tension de ligne	97
11.3	Théorème de décoration avec tension de ligne sur des caténoïdes	99
12	Épaisseur des caténoïdes	103
12.1	Profils d'épaisseur	103
12.2	Épaisseur initiale	104
12.3	Drainage du film d'une caténoïde	105
12.3.1	Courbes de drainage	105
12.3.2	Modèle	107
12.3.3	Comparaison avec le drainage des films plans verticaux et des bulles de surface	110

13 Rupture	112
13.1 Données	112
13.2 Modèle pour la longueur de rupture	113
Conclusion et perspectives	116
Conclusion Générale	118

Chapitre 1

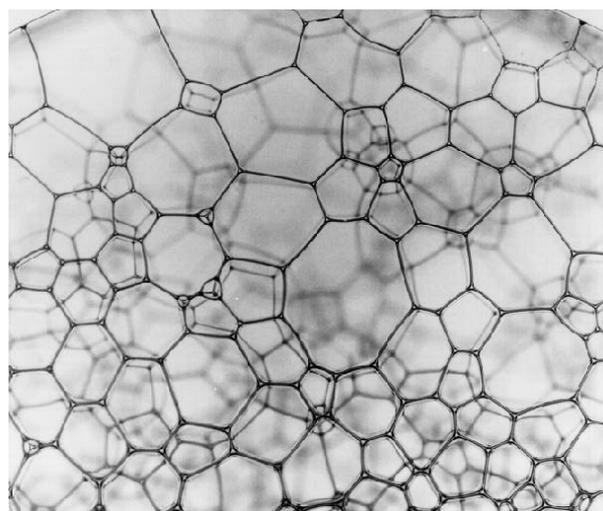
Introduction

Table des matières

1.1	Films minces suspendus et supportés	2
1.2	Pincement	4
1.2.1	Drainage dans les films de savon : régénération marginale . .	4
1.2.2	Drainage dans les films supportés	6
1.3	Description théorique du pincement	8
1.4	Questions ouvertes/enjeux	12



(a)



(b)

Figure 1.1 – (a) Photographie d'une couche d'huile sur une flaque d'eau sur la chaussée. (b) Photographie d'une mousse aqueuse [1].

On rencontre des films minces dans notre quotidien. Il peut s'agir d'une couche d'huile sur une flaque d'eau (Fig. 1.1a) que l'on voit grâce aux interférences, des films des bulles de savon dans la mousse de la vaisselle (Fig. 1.1b) ou encore du revêtement anti-reflet sur des lunettes. Dans le cas de la mousse de savon, on veut en général qu'elle se maintienne, c'est-à-dire que les bulles n'éclatent pas. Les bulles éclatent lorsque les films de chacune des bulles sont trop fins. Ainsi, afin de prévoir la stabilité de la mousse que l'on crée, c'est-à-dire si elle va se maintenir ou s'écrouler, il faut s'intéresser entre autres à la dynamique des films qui constituent les bulles de la mousse.

Dans le cas de la couche anti-reflet sur les lunettes, le film est solide, comme c'est le cas également pour la peinture qui recouvre un mur ou le vernis appliqué sur une chaussure par exemple. Cependant, le film a été déposé sous forme liquide et il a ensuite séché pour

devenir solide; c'est ce qu'on appelle le revêtement par voie liquide. Le fait que le film soit liquide lors du dépôt amène un certain nombre de contraintes. En effet, lorsqu'il est liquide, le film peut continuer à s'écouler et adopter une forme qui n'était pas souhaitée. C'est le cas par exemple lorsqu'une poussière tombe sur le film encore liquide. Elle peut alors perturber la surface du film et nuire aux propriétés que l'on souhaite conférer au revêtement que l'on crée, comme son uniformité, sa transparence *etc.* En effet, un ménisque va se former sur la poussière et il sera connecté au film mince. L'objet de cette thèse est d'étudier la dynamique des films liquides minces en présence d'un ménisque. C'est aussi le cas des films des bulles. Dans la figure 1.1b, la mousse est plutôt sèche donc les bulles ne sont pas sphériques contrairement à une mousse humide et elles consistent plutôt en des films plans reliés entre eux par des ménisques. Dans le cas des films de savon connectés à des ménisques comme dans le cas d'un film sur une surface connecté au ménisque créé par une poussière, une zone de fine épaisseur va apparaître entre le ménisque et le film, que l'on appelle le pincement. Le pincement va avoir un impact sur l'écoulement de liquide au sein du film ce qui en retour va avoir un impact sur la perturbation créée par la poussière et sur la durée de vie de la mousse.

Dans cette introduction nous allons aborder les films minces de façon générale, qu'ils soient déposés sur des surfaces ou libres. Nous introduirons le pincement qui constitue le cœur de cette thèse. Afin d'introduire le pincement, nous ferons un rapide état de l'art du drainage dans les films minces, c'est-à-dire un écoulement qui amincit le film. Nous aborderons en détails la description théorique du pincement issue de la littérature. Puis nous finirons sur les questions ouvertes liées au drainage et au pincement et comment nous allons essayer d'y répondre dans cette thèse.

1.1 Films minces suspendus et supportés

Nous nous intéressons à des films liquides minces, déposés sur une surface ou suspendus dans l'air. Les films sont des objets qui présentent un grand rapport d'aspect puisqu'ils sont de fine épaisseur, c'est-à-dire inférieure à un millimètre.

Ces films sont constitués de liquide dont l'écoulement est régi par les lois de l'hydrodynamique. L'équation de Navier-Stokes correspond à la conservation de la quantité de mouvement pour les fluides. Elle fait intervenir la vitesse \vec{v} du fluide, la pression p du fluide, la masse volumique ρ du fluide, la viscosité dynamique η du fluide et \vec{g} l'accélération de pesanteur :

$$\rho \left(\frac{\partial \vec{v}}{\partial t} + (\vec{v} \cdot \vec{\nabla}) \vec{v} \right) = -\vec{\nabla} p + \rho \vec{g} + \eta \nabla^2 \vec{v} \quad (1.1)$$

Pour des objets minces comme les films, on peut dire que la dimension dans l'épaisseur est beaucoup plus petite que dans la longueur ou la largeur. Les dérivées par rapport à la coordonnée de l'épaisseur reviennent en ordre de grandeur à diviser par l'ordre de grandeur de l'épaisseur du film, qui est très petite. Cela signifie que les dérivées par rapport à la coordonnée de l'épaisseur sont beaucoup plus grandes que celles par rapport aux autres coordonnées. Ainsi cela revient à dire que les grandeurs ne varient que dans l'épaisseur de l'écoulement.

Dans un film que l'on suppose invariant dans la profondeur schématisé sur la figure 1.2,



Figure 1.2 – Schéma du film

l'équation de conservation de la masse s'écrit :

$$\frac{\partial v_x}{\partial x} + \frac{\partial v_y}{\partial y} = 0. \quad (1.2)$$

avec v_x et v_y les composantes horizontale et verticale de la vitesse. En écrivant cette équation en ordre de grandeur, avec U_x et U_y les ordres de grandeurs respectifs de v_x et v_y , et e et L les ordres de grandeurs respectifs des dimensions verticale et horizontale du film, on trouve pour la composante verticale de la vitesse :

$$U_y = \frac{e}{L} U_x \ll U_x. \quad (1.3)$$

Ainsi la composante verticale de la vitesse peut être négligée devant la composante horizontale.

En utilisant ces hypothèses, et en négligeant les termes qui peuvent l'être, on obtient l'équation de lubrification :

$$\eta \frac{\partial^2 v_x}{\partial y^2} = \frac{\partial p}{\partial x} \quad (1.4)$$

$$\frac{\partial p}{\partial y} = 0 \quad (1.5)$$

Les films ont un grand rapport surface sur volume donc les effets de surface sont à prendre en compte. En particulier, il faut prendre en compte la tension de surface γ qui est une énergie par unité de surface qui résulte de l'excès d'énergie de l'interface par rapport au volume. Ainsi, le système tend à minimiser sa surface afin de minimiser son énergie. La tension de surface se manifeste sous la forme d'une force qui fait qu'un film plan par exemple tire sur son périmètre afin de minimiser sa surface. Au niveau de l'interface, la loi de Laplace relie le saut de pression de part et d'autre de l'interface à la courbure de l'interface *via* la tension de surface :

$$p - P_0 = \gamma \frac{\partial^2 h}{\partial x^2} \quad (1.6)$$

où h est l'épaisseur du film et P_0 la pression de l'air.

Si l'on se place dans le cas d'un film déposé sur une surface, on a une condition aux limites de vitesse nulle au niveau de la surface. De plus, on suppose une condition de contrainte nulle avec l'air. Ainsi, en combinant les équations 1.4, 1.5 et 1.6, et en intégrant, on obtient un profil de vitesse de Poiseuille :

$$v_x(y) = -\frac{\gamma}{\eta} \frac{\partial^3 h}{\partial x^3} y \left(\frac{y}{2} - h \right). \quad (1.7)$$

A partir de ce profil de vitesse on peut déterminer le débit :

$$Q(x) = \int_{y=0}^{y=h} v_x(y) dy = \frac{\gamma}{\eta} \frac{1}{3} \frac{\partial^3 h}{\partial x^3} h^3. \quad (1.8)$$

La conservation de la masse sur un petit volume de contrôle s'écrit :

$$\frac{\partial h}{\partial t} - \frac{\partial Q}{\partial x} = 0. \quad (1.9)$$

En combinant les deux équations précédentes on obtient l'équation des films minces :

$$\frac{\partial h}{\partial t} = \frac{\gamma}{3\eta} \frac{\partial}{\partial x} \left(h^3 \frac{\partial^3 h}{\partial x^3} \right). \quad (1.10)$$

qui est une équation aux dérivées partielles non linéaire sur l'épaisseur du film et qui régit la dynamique des films minces dont il sera question dans ce manuscrit. Pour les films de savon il faut tenir compte de la contrainte interfaciale qui dépend de la nature des tensioactifs utilisés.

1.2 Pincement

On s'intéresse au pincement c'est-à-dire la zone de faible épaisseur qui apparaît lorsqu'un ménisque est connecté à un film mince. Ce pincement joue un grand rôle dans le drainage des films.

1.2.1 Drainage dans les films de savon : régénération marginale

Dans un film, le drainage est l'écoulement qui provoque un amincissement du film. La littérature sur le drainage des films de savon est marquée par les travaux pionniers de Mysels, Shinoda et Frankel [3]. Ils ont mis en évidence deux différents types de drainage : un drainage lent pour des films dont ils qualifient les interfaces de "rigides" et un drainage rapide pour des interfaces "mobiles". En particulier, dans le cas des interfaces mobiles, ils observent ce qu'ils nomment "régénération marginale" qui se caractérise par des petits éléments de film circulaires de couleur différente du film qui les entoure et qui remontent vers le haut du film (Fig. 7.1b). Ces éléments de régénération marginale sont observables sur une bulle de surface sur la figure 1.3 ou sur un film vertical plan. Ce sont des éléments de film d'épaisseur plus faible que le reste du film, qui sont créés au niveau des ménisques (au pied de la bulle pour la bulle de surface et au niveau des ménisques latéraux et inférieur pour le film plan vertical) et montent vers le haut de la bulle par flottabilité [4]. C'est bien la gravité qui pilote leur détachement du ménisque étant donné qu'ils ne se détachent pas dans des films horizontaux [5].

Dans leur travaux, Mysels *et al.* [3] supposent que les interfaces (mobiles ou rigides) sont rendues incompressibles par la présence des tensioactifs ce qui impose une conservation de la surface de l'interface. Ainsi, pour chaque portion de film fin éjecté des ménisques, il y a la même surface de film plus épais qui est absorbée par les ménisques. C'est la *régénération marginale* : le film épais est régénéré sous forme de film mince au niveau des bords du film, les ménisques. En somme, le film perd de l'épaisseur puisqu'une surface de film de grande

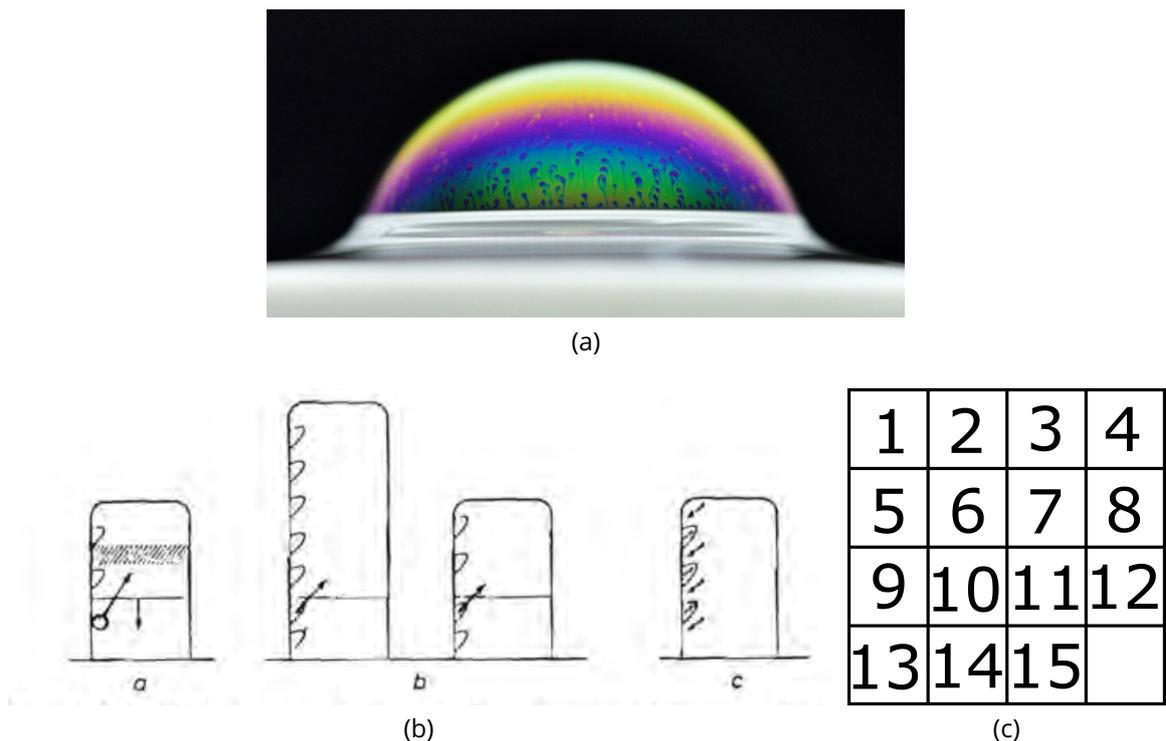


Figure 1.3 – (a) Photographie d’une bulle de surface sur laquelle on peut voir des *patches* de régénération marginale [2]. (b) Schéma des échanges entre zones de film fin et zones de film épais au niveau du ménisque latéral d’un film vertical. [3] (c) Jeu de taquin

épaisseur est remplacée par la même surface de film de petite épaisseur. Ce mécanisme est analogue au jeu de taquin illustré sur la figure 1.3c (*sliding puzzle* en anglais) [5]. Il est crucial de comprendre la régénération marginale étant donné qu’elle contrôle l’amincissement progressif du film *via* l’écoulement de liquide, c’est-à-dire son drainage. Nous entrerons plus en détail dans l’état de l’art sur le drainage des films de savon dans le chapitre 9.

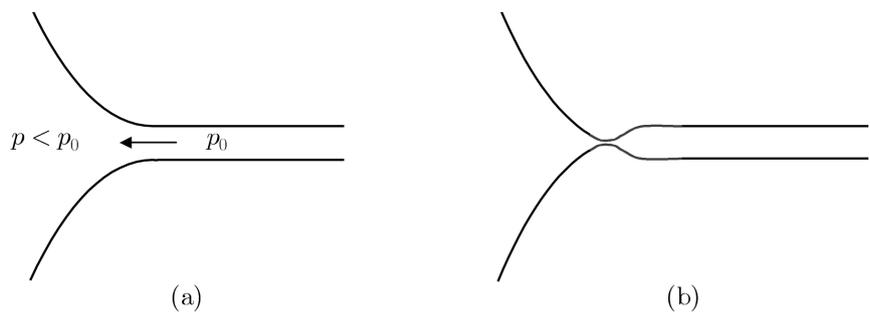


Figure 1.4 – Schéma de l’apparition du pincement : le ménisque est en sous-pression par rapport au film central donc le ménisque aspire du liquide venant du film central ce qui engendre une zone de faible épaisseur entre le ménisque et le film central. (Aradian *et al.* [8])

Les éléments de régénération marginale sont issus d’une zone de faible épaisseur appelée *pincement* (*marginal pinching* ou *groove* en anglais), située entre le ménisque et le film, le

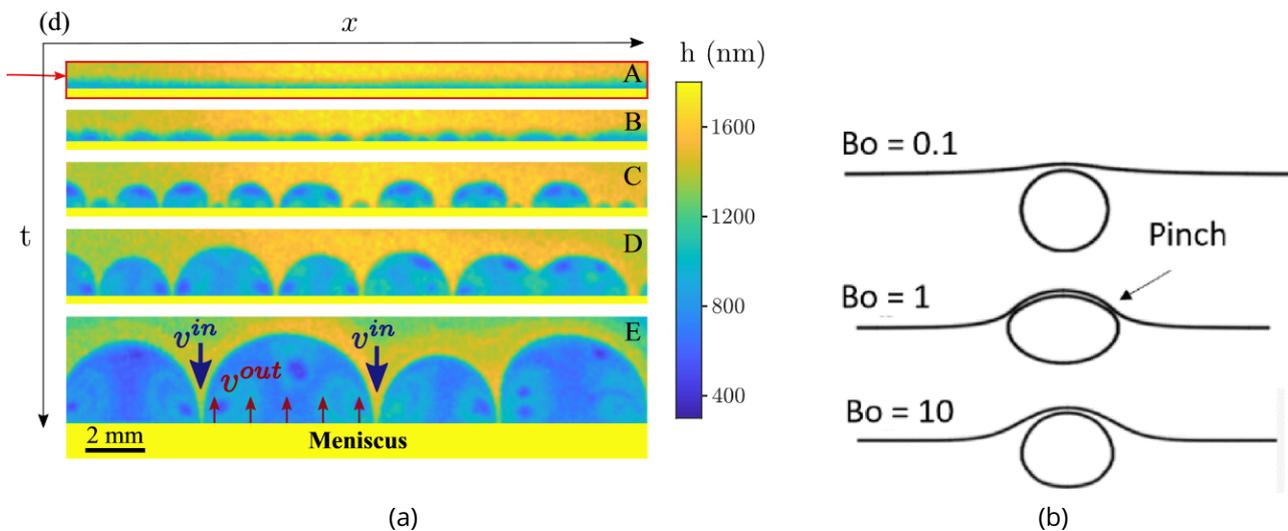


Figure 1.5 – (a) Cartes d'épaisseur le long du ménisque dans des films de savon horizontaux. [5] (b) Profils de l'interface d'un bain avec une bulle de surface résultant de simulations numériques. Dans le cas où se forme un film au-dessus de la bulle, il y a un pincement entre le film et le ménisque avec le bain, appelé *pinch* sur la figure. [7]

long du ménisque. Ce pincement est dû au fait que le ménisque est en dépression et donc aspire du liquide venant du film. La pression étant contrôlée uniquement par la courbure, il n'y a pas d'écoulement dans la partie plate du film. L'aspiration du ménisque n'est donc transmise qu'au voisinage du ménisque, au fur et à mesure que le film est déformé par l'aspiration et acquiert une courbure. Un pincement localisé près du ménisque est donc créé (Fig. 1.4). Le pincement a été observé expérimentalement dans des films de savon horizontaux (Fig. 1.5aA) et numériquement pour des bulles de surface (Fig. 1.5b). Dans les films de savon, le pincement se déstabilise [5, 9] (Fig. 1.5aA-B) et donne naissance à ces *patches* de faible épaisseur. Lorsque le film est déposé sur une surface, le pincement ne se déstabilise pas et il peut être étudié. L'étude du pincement dans un film déposé sur une surface sera l'objet de la partie I de ce manuscrit.

1.2.2 Drainage dans les films supportés

Le pincement n'est pas cantonné uniquement aux films de savon suspendus, mais est aussi observable pour des films déposés sur des surfaces, comme c'est le cas généralement dans de nombreuses problématiques de revêtement (*coating* en anglais). En effet, l'objectif d'un revêtement est de conférer des propriétés à une surface (couche de vernis par exemple), ce qui peut amener à des contraintes importantes concernant l'homogénéité du revêtement. Les sources d'inhomogénéités peuvent intervenir à tout moment du processus de revêtement : à l'étape de dépôt du revêtement peut apparaître par exemple l'instabilité de l'imprimeur au cours du roll-coating qui crée des rainures transversales au mouvement des rouleaux; au cours du séchage peuvent avoir lieu des instabilités liées à l'évaporation qui deshomogénéisent le film [12, 13]; il peut aussi y avoir contamination du revêtement par des particules qui se déposent sur le film et qui vont engendrer des défauts. C'est cette dernière situation qui nous intéresse. En effet, une particule, de poussière par exemple, tombant sur un film liquide, va se voir entourée d'un ménisque et ce ménisque sera en

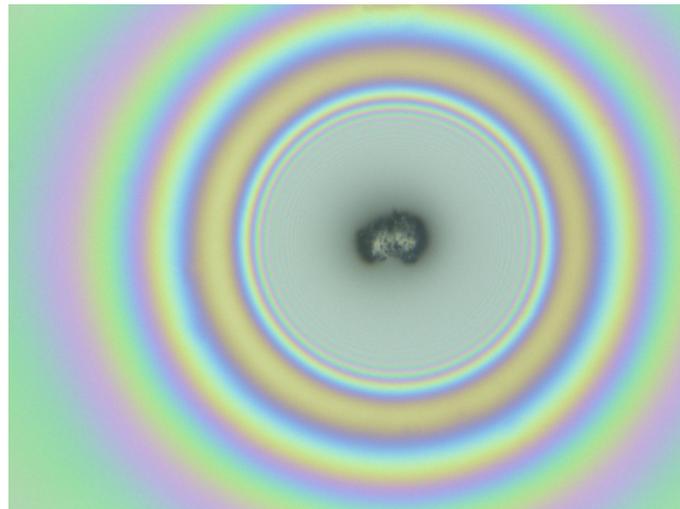


Figure 1.6 – Photographie au microscope d’une poussière sur un film d’huile silicone. La taille de la poussière est d’une dizaine de micromètres.

contact avec le film mince du revêtement. Cette situation est similaire au cas des films de savon suspendus : un pincement va se créer entre le ménisque et le film mince et il va s’élargir et se creuser au cours du temps, détériorant l’homogénéité du revêtement. On peut voir la perturbation de la surface du film créée par une poussière sur la figure 1.6 *via* les franges d’interférence.

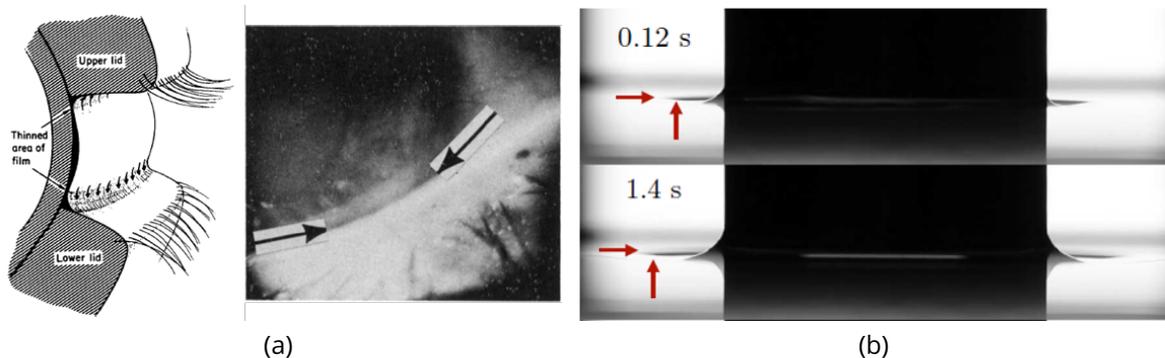


Figure 1.7 – (a) Schéma du film de larme d’un œil entre les ménisques des paupières inférieure et supérieure; photographie d’un œil proche d’une paupière (en bas), dans lequel on a mis de la fluorescéine. La fluorescéine révèle une ligne foncée signalée par les flèches, où l’épaisseur est donc plus faible : c’est le pincement. [10] (b) Photographie du pincement au voisinage d’une fibre métallique de 5 mm de diamètre en contact avec un film d’huile silicone de 300 μm d’épaisseur. [11]

Le pincement a été observé au sein des films lacrymaux qui recouvrent les yeux. En effet, des ménisques sont présents au niveau des paupières et un pincement se forme le long des paupières; il s’agit du trait noir sur la figure 1.7a.

Le pincement a aussi été mis en évidence expérimentalement au cours de travaux étudiant la perturbation produite par le dépôt d’un objet sur un film mince d’huile silicone comme une goutte d’eau [14], une sphère en verre [15] ou une fibre métallique [11] (Fig. 1.7b). Nous

verrons ces expériences plus en détails dans le chapitre 2.

1.3 Description théorique du pincement

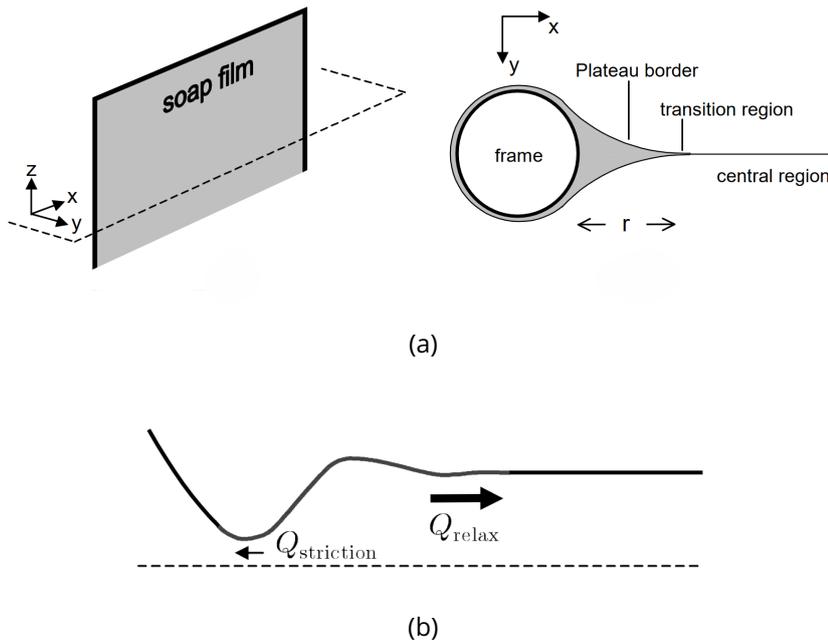


Figure 1.8 – (a) (gauche) Schéma d'un film de savon créé à l'aide d'un cadre. (droite) Vue en coupe horizontale du film de savon. Trois régions sont définies : (à partir du cadre) le bord de Plateau, la région de transition puis la région centrale du film. (b) Schéma des écoulements : l'écoulement de striction passe par le pincement et fait gonfler le ménisque, il est de faible amplitude par rapport à l'écoulement de relaxation qui, lui, est dirigé vers le centre du film et tend à aplanir la bosse.

Aradian, Raphaël et de Gennes [8] ont étudié le pincement théoriquement. Ils se placent dans la configuration d'un film de savon dont ils supposent la vitesse nulle aux interfaces (Fig. 1.8a). Ils séparent la section horizontale du film en trois zones : la bordure de Plateau qui est le ménisque qui se forme sur le cadre, la zone centrale où le film est plat, et la zone de transition (ou de striction) entre les deux, où apparaîtra le pincement (Fig. 1.8a droite). Ils utilisent une méthode asymptotique en résolvant l'équation de la lubrification séparément dans la zone centrale et dans la zone de striction en cherchant des solutions auto-similaires. Ils font des raccords asymptotiques entre les solutions de la bordure de Plateau et de la zone de striction d'une part et entre la zone de striction et la zone centrale d'autre part. Dans le vocabulaire des méthodes asymptotiques, la zone centrale est la zone "externe" car les dimensions typiques sont grandes contrairement à la zone de striction dite zone "interne" où les dimensions typiques sont petites. C'est le cas par exemple pour les débits illustrés sur la figure 1.8b : dans la zone de striction, le débit $Q_{\text{striction}}$ va vers le ménisque et est beaucoup plus petit que le débit de relaxation Q_{relax} de la zone centrale qui va vers le centre du film.

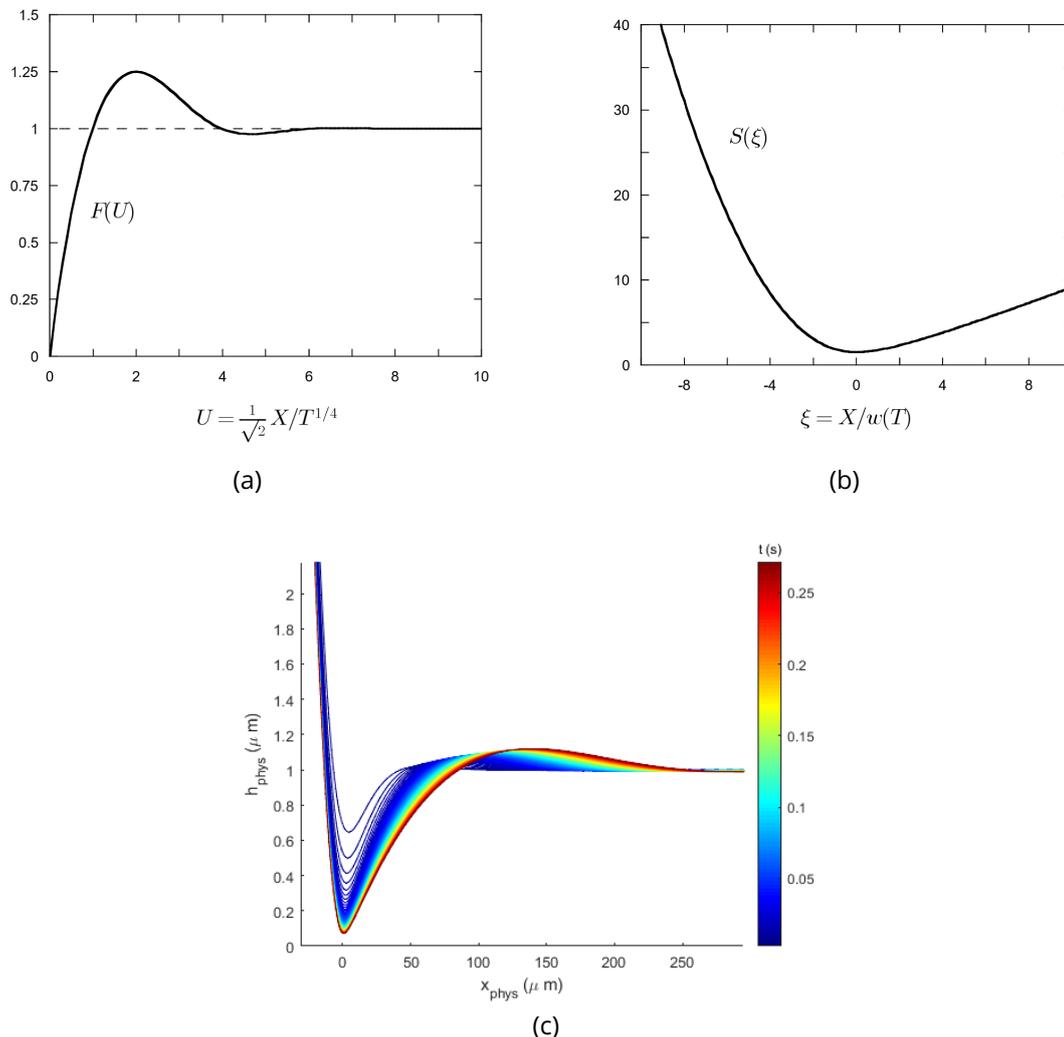


Figure 1.9 – Profils de la solution de l'équation de la lubrification dans (a) la zone centrale et dans (b) la zone de striction. (c) Profils de l'interface au cours du temps, issus d'une simulation numérique de l'équation de lubrification dans la configuration d'Aradian *et al.* à partir d'un code d'Isabelle Cantat qui discrétise l'équation avec des différences finies. L'épaisseur initiale est $1 \mu\text{m}$, la viscosité est $1 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ et la tension de surface 40 mN/m .

Ils obtiennent les profils adimensionnés décrits par les fonctions résolues numériquement $F(U)$ pour la région centrale (Fig. 1.9a) et $S(\xi)$ pour la région de striction (Fig.1.9b). Pour le profil dans la zone de striction on voit un minimum qui est le pincement; à gauche du pincement, le profil se raccorde au bord de Plateau, et à droite le profil rejoint la zone centrale. Dans la zone centrale, on part du pincement situé en $U = 0$ et asymptotiquement petit par rapport aux échelles de la zone centrale, puis on rejoint le film plat en passant par une oscillation de vague capillaire qui relaxe vers le film plat. Ainsi si l'on se place dans la zone centrale, la zone de striction est asymptotiquement située en $U = 0$. De même, si l'on se place dans la zone de striction, la zone centrale est asymptotiquement située en $\xi \rightarrow \infty$. La coordonnée horizontale adimensionnée dans la zone centrale est $U = x/w$, avec w (l chez Aradian *et al.*) la distance entre le pincement, situé en $U = 0$, et le retour au film

plat, où $F(U) = 1$, que l'on appellera dans la suite *largeur du pincement* et qui est illustrée sur la figure 1.10. Dans la zone de striction, la coordonnée horizontale adimensionnée est $\xi = x/w_g$, avec w_g (w chez Aradian *et al.*) la largeur du fond du pincement et r le rayon de courbure du ménisque, illustrés sur la figure 1.10. w_g est une longueur caractéristique de la zone de striction, qui est bien différente de la largeur du pincement w qui elle est une longueur caractéristique de la zone centrale. w_g est liée au rayon de courbure au fond du pincement. Si l'on juxtapose les solutions des deux régions on voit que la courbure dans la région de striction est positive alors que celle au début de la région centrale est négative. La délimitation entre les deux régions se fait au niveau de ce point d'inflexion et w_g est la largeur caractéristique du pincement mesurée au fond du pincement c'est-à-dire avant ce point d'inflexion.

On a tracé sur la figure 1.9c plusieurs profils au cours du temps obtenus en simulant numériquement l'équation de lubrification grâce à un code d'Isabelle Cantat. On voit qu'au cours du temps le pincement se creuse, et la zone perturbée (où le film n'est pas plat) s'élargit. La forme des solutions analytiques qu'Aradian *et al.* obtiennent impose que le raccord entre la bordure de Plateau et la zone de striction soit un raccord parabolique et que le raccord entre la zone de striction et la zone centrale soit un raccord linéaire. Ces raccords donnent des expressions pour deux longueurs caractéristiques de la zone de striction qui sont l'épaisseur du pincement h_g (h chez Aradian *et al.*) et la largeur du fond du pincement w_g (w chez Aradian *et al.*) comme définies sur la figure 1.10. Ces dimensions, puisqu'elles sont caractéristiques de la zone interne, sont de très faible valeur par rapport aux longueurs caractéristiques de la zone externe. Ils obtiennent également une expression d'une longueur caractéristique de la zone externe du problème, w (l chez Aradian *et al.*), la distance entre le début de la zone centrale (la striction) et le retour au film plat.

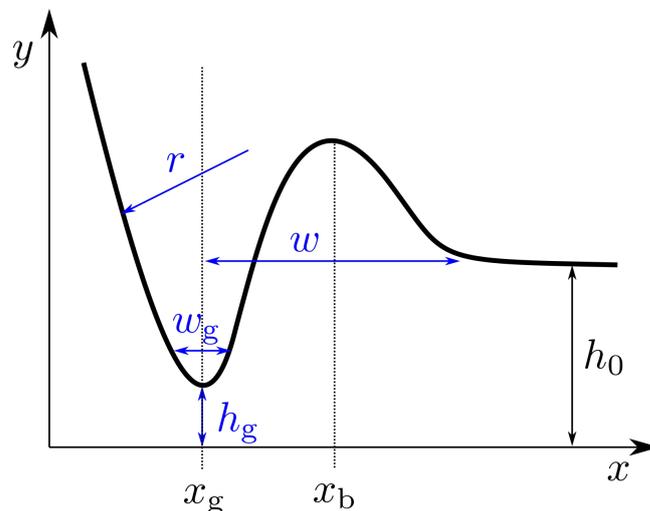


Figure 1.10 – Schéma des longueurs caractéristiques du pincement.

Nous proposons de retrouver les expressions des différentes longueurs caractéristiques du pincement par une analyse en loi d'échelle. On utilise les notations définies sur le schéma de la figure 1.10. On considère l'écoulement de relaxation illustré sur la figure 1.8b par le débit Q_{relax} , qui a lieu depuis le pincement vers le centre du film, issu de la différence de pression due à la courbure au niveau de la bosse qui se fait sur une échelle w . L'équation de la lubrification en loi d'échelle pour cet écoulement s'écrit :

$$\eta \frac{V}{h_0^2} \sim \frac{1}{w} \frac{\gamma h_0}{w^2}, \quad (1.11)$$

avec h_0 l'épaisseur initiale du film.

Cet écoulement élargit le creux et emmène du liquide vers le centre du film. Le volume du creux s'écrit wh_0 . Le débit à l'endroit où le film est plat s'écrit : Vh_0 . La conservation du débit s'écrit donc :

$$Q_{\text{relax}} = Vh_0 = \frac{wh_0}{t} \quad (1.12)$$

En combinant les deux équations précédentes, on obtient une loi d'échelle pour la largeur du pincement w :

$$w \sim \left(\frac{\gamma}{\eta} h_0^3 t \right)^{1/4} \quad (1.13)$$

Il s'agit de la longueur que l'on retrouve dans l'adimensionnement de la coordonnée horizontale dans la région centrale (Fig. 1.9a). Le pincement s'élargit donc au cours du temps, ce que l'on voit sur la figure 1.9c. Il est d'autant plus large à un instant que l'épaisseur initiale du film est grande. En effet, si l'épaisseur initiale du film est grande, les débits seront plus grands donc à temps fixé w sera plus grand.

On utilise les conditions de raccords d'Aradian *et al.* qui sont issues des raccords asymptotiques entre la région de transition/striction et le bord de Plateau d'une part et la région de transition/striction et le film plat d'autre part. Pour le raccord entre la région de striction et le bord de Plateau, les profils doivent être paraboliques donc cela donne une condition d'identité des échelles de courbure :

$$\frac{h_g}{w_g^2} \sim \mathcal{C} \quad (1.14)$$

où \mathcal{C} est la courbure du ménisque.

Pour le raccord entre la région de striction et le film plat, les profils doivent être linéaires donc cela donne une condition d'identité des échelles de pente :

$$\frac{h_g}{w_g} \sim \frac{h_0}{w} \quad (1.15)$$

En combinant ces deux équations précédentes on obtient une loi d'échelle pour la largeur du fond du pincement (c'est-à-dire de la striction de la zone interne) :

$$w_g \sim \frac{1}{\mathcal{C}} \left(\frac{\eta}{\gamma} h_0 \frac{1}{t} \right)^{1/4} \quad (1.16)$$

Il s'agit de la longueur utilisée dans l'adimensionnement de la coordonnée horizontale dans la région de striction (Fig. 1.9b). Cette distance décroît en fonction du temps ce qui signifie que le fond du pincement est de plus en plus étroit (ce qui ne se voit pas sur la figure 1.9c). En associant la loi d'échelle pour la largeur du fond du pincement (Eq. 1.16) et la condition de raccord entre le pincement et le ménisque (Eq. 1.14), on obtient une loi d'échelle sur l'épaisseur du pincement :

$$h_g \sim \frac{1}{\mathcal{C}} \left(\frac{\eta}{\gamma} h_0 \frac{1}{t} \right)^{1/2} \quad (1.17)$$

Ainsi l'épaisseur du pincement décroît en fonction du temps, ce qui correspond à ce que l'on voit sur la figure 1.9c. A temps fixé, l'épaisseur du pincement croît avec l'épaisseur initiale du film; en effet, si l'on part d'un film plus épais, on mettra plus de temps à atteindre une faible épaisseur de pincement qu'avec un film initialement fin. On remarque également que l'épaisseur du pincement est inversement proportionnelle à la courbure : plus la courbure est petite, plus l'aspiration exercée par le ménisque sera grande donc plus l'épaisseur du pincement sera faible.

Finalement le pincement est très bien décrit par Aradian *et al.*, à une dimension, avec un ménisque de courbure constante et une vitesse nulle à l'interface.

1.4 Questions ouvertes/enjeux

Hormis la largeur du pincement w qui a déjà été étudiée comme nous le verrons au chapitre 2, les autres longueurs caractéristiques décrites par Aradian n'ont pas été mesurées expérimentalement, à savoir l'épaisseur du pincement h_g et la largeur au fond du pincement w_g .

De plus le lien entre le pincement et le drainage dans les films de savon n'est pas encore complètement élucidé. Nous verrons la littérature en rapport avec cette question plus en détail dans le chapitre 9. En outre, le drainage *via* la régénération marginale sur les bords latéraux d'un film plan n'est pas complètement résolu.

Ainsi, **dans une première partie** nous allons nous pencher sur l'étude du pincement stabilisé. Le pincement sera stabilisé grâce à la présence d'une surface solide sur laquelle est déposé un film liquide mince. Le ménisque sera créé au moyen d'une fibre verticale traversant le film et faisant contact avec la surface. Nous mesurerons des profils d'épaisseur autour du pincement au moyen d'une caméra hyperspectrale. Ainsi nous étudierons l'évolution temporelle de différentes longueurs caractéristiques comme la position du pincement, la largeur du pincement, l'épaisseur du pincement et la largeur du ménisque.

Dans une seconde partie nous étudierons le drainage de films de savon en forme de caténoïde, géométrie choisie pour simplifier le drainage par rapport à des films plans, grâce à l'absence de bords latéraux. Nous nous pencherons sur la forme de la caténoïde en contact avec un bain, puis nous mesurerons l'épaisseur de la caténoïde à différentes hauteurs sur la caténoïde et au cours du temps pour nous intéresser au profil d'épaisseur et au drainage. Nous étudierons également la rupture des caténoïdes.

Première partie

Films déposés

Table des matières

2	État de l'art	17
2.1	Ménisque	17
2.1.1	Profil du ménisque	17
2.1.2	Volume et courbure du ménisque à l'équilibre	19
2.1.3	Dynamique d'ascension du ménisque	21
2.2	Perturbation du film en présence d'un ménisque	21
2.2.1	Pincement	22
2.2.2	Nivellement capillaire	25
3	Dispositif expérimental	30
3.1	Création du système étudié	30
3.2	Caméra hyperspectrale	32
3.2.1	Diagrammes spatio-temporels	33
3.3	Interférences en couche mince	35
3.3.1	Mesure d'épaisseurs élevées	36
3.3.2	Mesure de faibles épaisseurs	38
4	Largeur du pincement	43
4.1	Mesure	43
4.2	Interprétation	44
5	Épaisseur du pincement	47
5.1	Observations	47
5.2	Minimum temporel d'épaisseur du pincement	49
5.3	Temps pour atteindre le minimum d'épaisseur du pincement	53
5.3.1	Mesure	53
5.3.2	Interprétation	53
6	Formation du ménisque	56
6.1	Largeur du ménisque	56
6.2	Temps d'équilibre du ménisque	58

6.2.1	Mesure	58
6.2.2	Interprétation	58
6.3	Courbure du ménisque	59
7	Film de Newton	62
7.1	Observations	62
7.1.1	Diagramme de phase	63
7.1.2	Temps pour atteindre le minimum d'épaisseur et créer un film de Newton	65
7.2	Interprétation	65
7.2.1	Épaisseur initiale critique	65
7.2.2	Temps pour atteindre le minimum d'épaisseur pour l'épaisseur initiale critique	68
8	Position du pincement	69
	Conclusion et perspectives	73

Chapitre 2

État de l'art

Dans cette première partie qui constitue la part la plus importante de cette thèse, nous allons nous intéresser à la dynamique du pincement dans des films minces supportés. Dans ce chapitre nous ferons une revue de l'état de l'art des ingrédients nécessaires pour étudier le pincement dans un film mince supporté en présence d'un ménisque. Nous verrons d'abord ce qui a trait au ménisque sur une fibre cylindrique. Puis nous aborderons la littérature de la perturbation du film par le ménisque qui est constituée du pincement et du nivellement capillaire. Nous verrons le nivellement capillaire dans le cadre d'un simple gradient d'épaisseur et dans le cadre d'un gradient d'épaisseur dû au pincement.

2.1 Ménisque

Nous allons passer en revue la littérature à propos du ménisque sur une fibre, sa dynamique d'ascension et sa forme statique. On suppose que le liquide mouille complètement la fibre.

2.1.1 Profil du ménisque

Les profils du ménisque statique s'obtiennent à partir de l'équation de Young-Laplace qui vient de l'équation de l'hydrostatique où la pression est obtenue à partir de la loi de Laplace qui fait intervenir la courbure du ménisque. La courbure du ménisque contient deux termes. Le premier terme provient du profil du ménisque et donc de la courbure dans le plan (r, y) (voir Fig. 2.1). Il s'agit de la définition de la courbure d'une courbe décrite par une fonction $y(r) : \mathcal{C} = \frac{y''}{(1+y'^2)^{3/2}}$. Le deuxième terme provient de la courbure de la fibre donc correspond à la courbure dans le plan orthogonal au plan (r, y) et contenant la normale à l'interface. Le rayon de courbure s'écrit $R_2 = \frac{r}{\cos \alpha} = \frac{r\sqrt{1+y'^2}}{y'}$. Cela mène à l'expression de la courbure totale du ménisque en un point de l'interface :

$$\mathcal{C} = \frac{y''}{(1+y'^2)^{3/2}} + \frac{y'}{r\sqrt{1+y'^2}}, \quad (2.1)$$

où le premier terme est positif alors que le deuxième terme est négatif.

En combinant l'équation de l'hydrostatique et la loi de Laplace, on obtient :

$$p - P_0 = \gamma \mathcal{C} = \rho g y, \quad (2.2)$$

où p est la pression dans le ménisque, P_0 est la pression de l'air et par conséquent également la pression du film plat, ρ est la masse volumique du liquide, g l'accélération de la pesanteur. Dans ce cas, le ménisque est à l'équilibre avec le film plat car on a bien $p(y=0) = P_0$. En combinant les équations 2.1 et 2.2 on obtient l'équation de Young-Laplace :

$$y'' = (1+y'^2) \left(\frac{\rho g}{\gamma} y (1+y'^2)^{1/2} - \frac{y'}{r} \right). \quad (2.3)$$

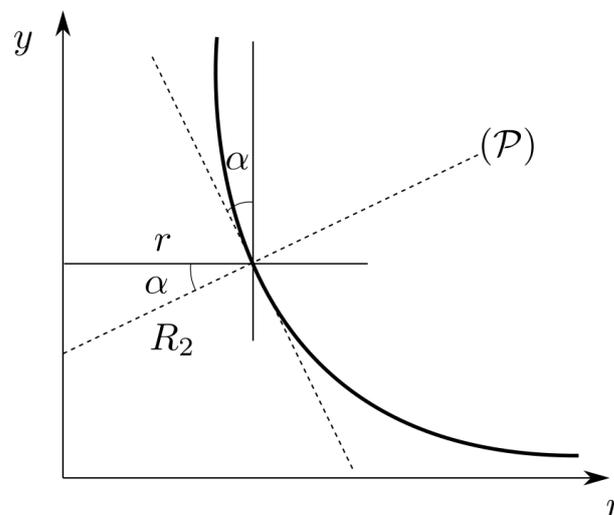


Figure 2.1 – Schéma du ménisque. α est l'angle local de la courbe avec l'horizontale. R_2 est le rayon de courbure dans le plan (\mathcal{P}) .

James [16] a résolu le profil du ménisque statique dans le cas d'une fibre dont le rayon est plus petit que la longueur capillaire $l_c = \sqrt{\frac{\gamma}{\rho g}}$. Il résout l'équation de Young-Laplace avec gravité en utilisant des méthodes asymptotiques entre une zone proche fibre et une zone loin de la fibre. Il obtient le profil d'épaisseur du ménisque :

$$h^J(r) = r_f \left[\ln \left(\frac{2r}{r + \sqrt{r^2 - r_f^2}} \right) + K_0 \left(\frac{r}{l_c} \right) \right] \quad (2.4)$$

avec K_0 une fonction de Bessel modifiée de deuxième espèce. Le terme logarithmique correspond à la partie proche de la fibre et le terme en K_0 à la partie loin de la fibre. Le profil est tracé sur la figure 2.2. C'est un résultat quasi-exact pour un ménisque à l'équilibre avec un film, mais difficile à établir.

Des solutions approchées plus simples peuvent être obtenues lorsque la gravité est négligeable. Orr *et al.* [17] résolvent l'équation de Young-Laplace pour des systèmes à petit nombre de Bond donc sans gravité, c'est-à-dire que la courbure est uniforme sur tout le ménisque. Ils exhibent une famille de courbes, dont chacune est déterminée par sa courbure, et que nous avons tracées sur la figure 2.2. Dans notre cas, le ménisque est en dépression donc la courbure est une constante négative. Les valeurs des courbures tracées vont de -15.10^3 m^{-1} pour le plus petit ménisque à -20 m^{-1} pour le plus grand. Ces profils peuvent servir à modéliser le ménisque à temps courts, car il est encore petit donc la gravité est négligeable et il n'est pas encore à l'équilibre avec le film. En effet, on voit qu'on ne retrouve pas exactement le profil de James pour des petites courbures même si la forme du profil est proche.

Lorsque le ménisque atteint son équilibre, cela signifie qu'il est en équilibre avec le film ; il n'est plus en dépression par rapport au film, il y a une continuité de pression entre le ménisque et le film. La courbure est alors nulle et il est possible de trouver une solution analytique du profil. Il s'agit de résoudre l'équation $\mathcal{C} = 0$ où \mathcal{C} est donnée par l'équation 2.10. On peut intégrer cette équation avec la condition aux limites de mouillage total $y'(r =$

$r_f) = \infty$ qui devient simplement :

$$\frac{r}{\sqrt{1 + r'(y)^2}} = r_f. \quad (2.5)$$

Cette équation est connue sous le nom d'équation de la chaînette. La solution de cette équation est une portion de caténoïde, comme le mentionnent Quéré et Di Meglio [18] :

$$y(r) = r_f \cosh^{-1} \left(\frac{r}{r_f} \right) \quad (2.6)$$

Il faut cependant "couper" cette expression à la longueur capillaire à cause de la divergence pour $r \rightarrow \infty$. Ce profil est aussi tracé sur la figure 2.2. On voit que l'approximation de Quéré et di Meglio est en effet en accord avec le profil de James proche de la fibre mais que la gravité doit être prise en compte quand on s'éloigne de la fibre et ce même pour des fibres petites devant la longueur capillaire.

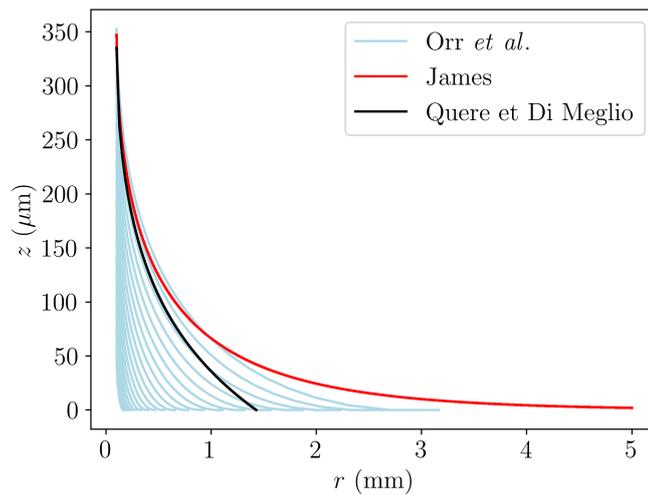


Figure 2.2 – Profils d'épaisseur du ménisque statique de de Orr *et al.*, James et Quéré et Di Meglio pour une fibre de rayon $100 \mu\text{m}$. Pour Orr *et al.*, les valeurs des courbures vont de -15.10^3 m^{-1} pour le plus petit ménisque à -20 m^{-1} pour le plus grand.

2.1.2 Volume et courbure du ménisque à l'équilibre

On cherche une loi d'échelle pour le volume du ménisque statique. En reprenant l'équation 2.4 du profil d'épaisseur du ménisque statique de James, loin de la fibre ($r \gg r_f$) le comportement asymptotique est :

$$h^J \sim r_f K_0(r/l_c) \sim r_f e^{-r/l_c}. \quad (2.7)$$

On suppose que le volume du ménisque est dominé par ce comportement à grande distance. Pour le vérifier, on trace sur la figure 2.3b le volume du ménisque calculé numériquement avec l'expression de la solution complète de James en fonction de sa loi d'échelle, pour trois rayons de fibre différents. On voit que le volume du ménisque varie comme $r_f l_c^2$.

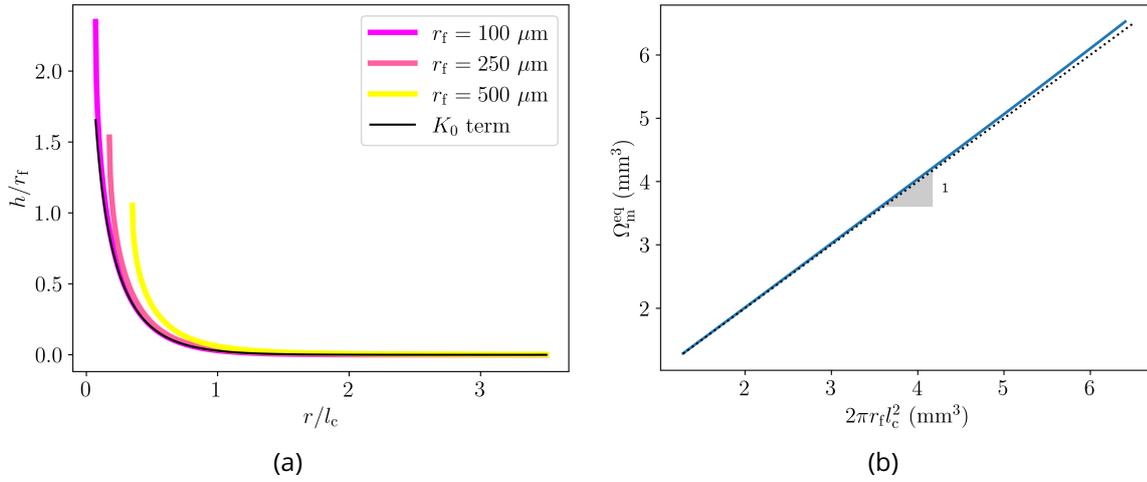


Figure 2.3 – (a) Profil adimensionné du ménisque de James, pour différents rayons de fibre. En noir est tracé le terme en K_0 qui correspond à la solution loin de la fibre. Il est identique pour les trois rayons de fibre étant donné que les axes sont normalisés. (b) Volume du ménisque en fonction de l'équation 2.9, en faisant varier r_f entre $100 \mu\text{m}$ et $500 \mu\text{m}$. Le volume du ménisque est calculé numériquement avec l'expression de la solution complète de James. La droite en pointillés est une droite linéaire de pente 1.

Or, si l'on calcule le volume du ménisque avec uniquement le terme loin de la fibre :

$$\Omega_m^{\text{eq}} = 2\pi \int_{r=0}^{\infty} r dr \int_{z=0}^{h=r_f K_0(r/l_c)} dz. \quad (2.8)$$

Puisque $\int_0^{\infty} x K_0(x) dx = 1$, on obtient :

$$\Omega_m^{\text{eq}} = 2\pi r_f l_c^2. \quad (2.9)$$

Ainsi, nous avons montré que le volume du ménisque statique varie comme la prédiction pour le volume calculé seulement avec le terme loin de la fibre. Ainsi le volume du ménisque statique est bien dominé par le terme loin de la fibre.

Par ailleurs, une loi d'échelle pour la courbure du ménisque statique s'obtient à partir de l'équation 2.7 du profil du ménisque statique en dérivant deux fois sa forme exponentielle :

$$\frac{1}{r_{rz,\text{eq}}} \sim \frac{r_f}{l_c^2}. \quad (2.10)$$

Nous utiliserons les relations 2.9 et 2.10 par la suite.

2.1.3 Dynamique d'ascension du ménisque

L'équilibre du ménisque décrit précédemment est atteint après une ascension dynamique. Clanet et Quéré [19] étudient la dynamique d'ascension visqueuse ou inertielle d'un ménisque sur une fibre de petit ou grand rayon à partir d'un bain de liquide. Ils utilisent des huiles silicones de viscosités allant de 1 à 12500 mPa.s et de l'hexane afin d'explorer une large gamme d'ascensions visqueuses ou inertielles. Pour ce qui est de l'ascension visqueuse sur une fibre qui est le cas qui nous intéresse, ils montrent expérimentalement que l'ascension est quasi-statique. Ainsi il est possible d'utiliser une équation de profil statique, en remplaçant l'angle de contact statique par l'angle de contact dynamique θ résultant de l'intégration de la loi de Tanner, qui s'écrit en géométrie axisymétrique :

$$\frac{d\theta}{dt} = -\frac{\theta^3}{f(\theta, Bo)}, \quad (2.11)$$

avec Bo le nombre de Bond, f qui est une fonction connue analytiquement, et la condition initiale $\theta(t=0) = \pi/2$. Pour l'équation du profil statique, ils prennent le terme proche fibre du profil de James [16] (Eq. 2.7), en \ln . En intégrant la loi de Tanner et en injectant le résultat dans ce profil statique, ils obtiennent un bon accord avec leurs données expérimentales.

Guo *et al.* [20] montrent également que les profils dynamiques expérimentaux d'un ménisque se formant au pied d'une fibre traversant un film de savon (Fig. 2.4a) sont bien décrits par des profils statiques. Ils utilisent des ajustements du profil du ménisque-caténoïde statique de Quéré et Di Meglio [18] (Fig. 2.4).

Comme nous l'avons évoqué précédemment, l'Estimé [11] étudie une fibre verticale de rayon 5 mm en contact avec un bain ou un film d'huile silicone. Ils s'intéressent à l'évolution temporelle de la hauteur de liquide sur la fibre pour laquelle ils proposent des lois d'échelles. Ils mettent au point un modèle qui suppose que le liquide nécessaire pour former le ménisque provient du pincement *via* un écoulement de lubrification forcé par un gradient de pression, soit gravitaire au niveau du retour au film plat, soit capillaire dû à la courbure du ménisque. La figure 2.5 montre que pour les films de liquide l'ascension est d'abord capillaire ($t^{1/8}$) puis gravitaire ($t^{1/4}$) alors qu'elle est uniquement gravitaire pour des bains de liquide.

2.2 Perturbation du film en présence d'un ménisque

Tant que le ménisque n'est pas à l'équilibre, il exerce une succion capillaire sur le film et, comme le prédisent Aradian *et al.* [8], cela crée un pincement qui se creuse au cours du temps. Le raccord entre le pincement et le film plat se fait *via* une vague visco-capillaire qui, quant à elle, s'aplanit : c'est un processus de nivellement capillaire. On utilise le terme de visco-capillaire pour faire la distinction entre cet écoulement de film mince, où la capillarité et la viscosité dominent, et les vagues gravito-capillaires. Nous allons passer en revue la littérature sur le pincement puis sur le nivellement capillaire.

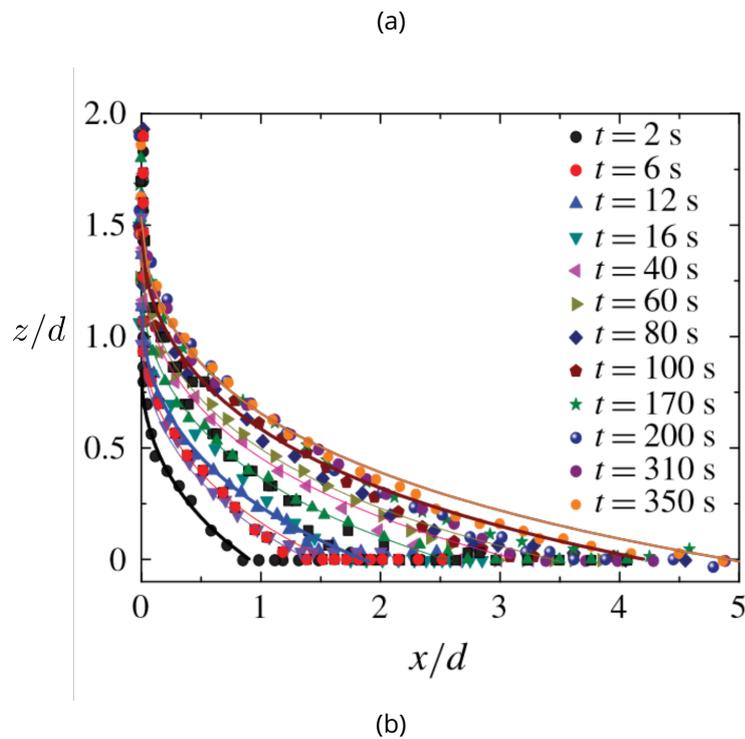
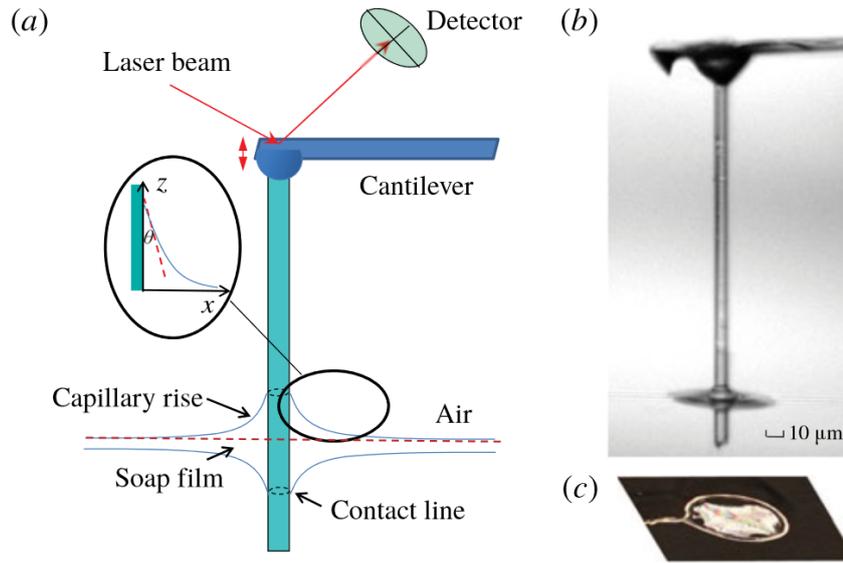


Figure 2.4 – (a) Schéma du dispositif expérimental : une fibre traverse un film de savon, (b) Profils du ménisque à plusieurs instants. Les lignes pleines sont des ajustements du profil du ménisque-caténoïde de Quéré et Di Meglio [18], avec deux paramètres d’ajustement : la hauteur du ménisque sur la fibre et le rayon de la fibre tenant compte des conditions de mouillage. [20]

2.2.1 Pincement

Le pincement a déjà été mis en évidence et mesuré expérimentalement dans la littérature. Gros *et al.* [5], par exemple, ont observé le pincement dans des films de savons horizontaux

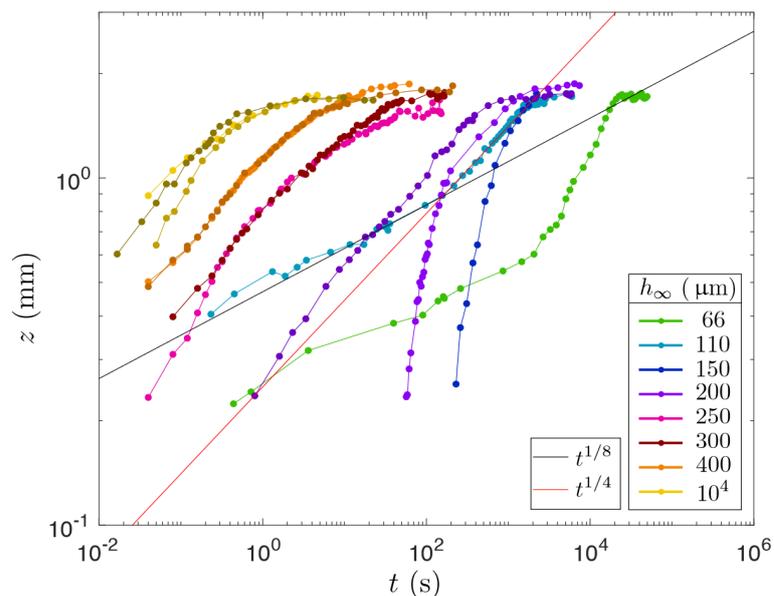


Figure 2.5 – Évolution temporelle de la hauteur du ménisque sur la fibre, en échelle double logarithmique, pour différentes épaisseurs initiales h_{∞} . [11]

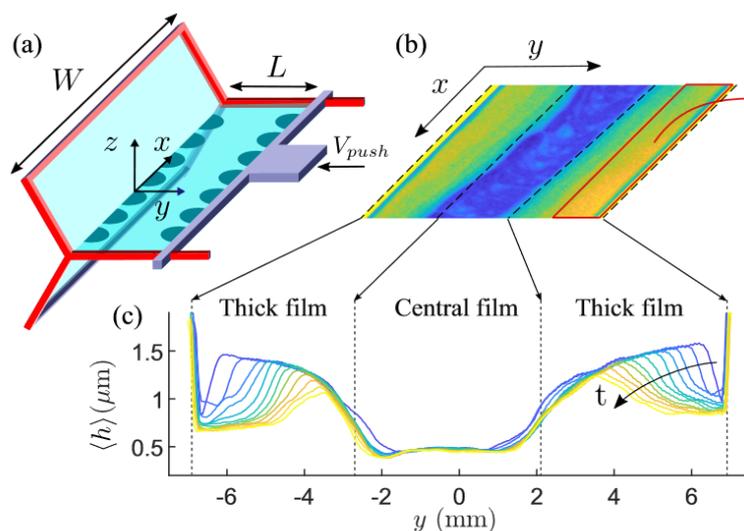


Figure 2.6 – Schéma du dispositif expérimental, carte d'épaisseur du film, profils d'épaisseur à plusieurs instants [5]

(Fig. 2.6). Ils trempent un cadre dans une solution savonneuse puis tirent sur le film horizontal à l'aide d'un moteur. Ils mesurent l'épaisseur dans la largeur du film à l'aide d'une caméra hyperspectrale dont le fonctionnement est décrit dans la section 3. Sur les profils d'épaisseur, dans la partie "film épais", on voit un pincement très proche du ménisque.

De même, Delance *et al.* [21] ont observé le pincement dans des films d'une émulsion ternaire de PDMS, cyclopentanol et décane suspendus à l'horizontale dans le cas d'un dispositif de Thin Film Pressure Balance (équilibre de pression dans un film fin) (Fig. 2.7). Ils mesurent l'épaisseur en faisant correspondre les valeurs d'intensité des triplets RGB (pour décrire la

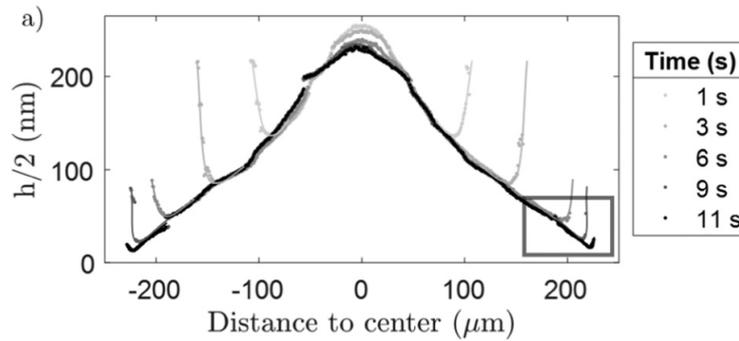


Figure 2.7 – Profils d'épaisseur à différents instants [21]

couleur d'un pixel) expérimentaux et théoriques. On voit de nouveau un pincement proche du ménisque.

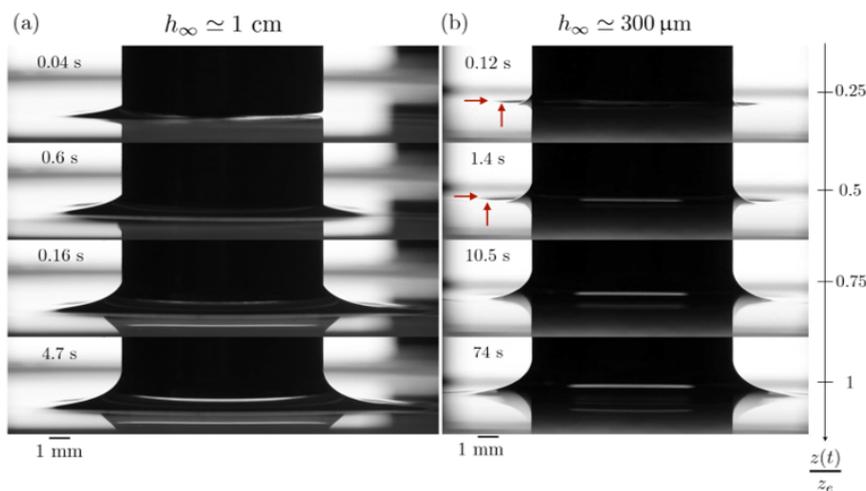


Figure 2.8 – Photographie de côté d'une tige métallique de rayon 5 mm en contact avec à gauche un bain d'huile silicone d'épaisseur 1 cm et à droite un film d'huile silicone d'épaisseur $300 \mu\text{m}$. Les flèches rouges indiquent un creux proche du ménisque. [11]

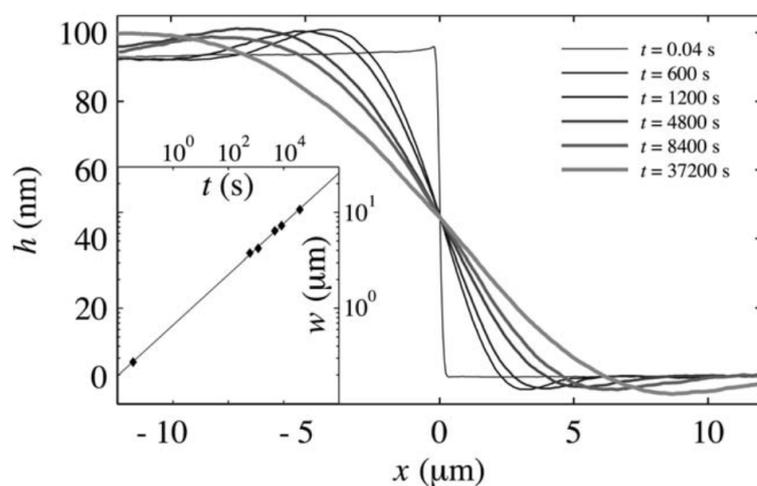
En présence d'un substrat, ce pincement a par exemple été observé par Garcia *et al.* [15] qui étudient la perturbation créée par une bille de verre de rayon 1.5 mm, posée sur un film d'huile silicone de viscosité 1 Pa.s (Fig. 2.12) ou, dans le cadre de l'impression à jet d'encre, par Hack *et al.* [14] qui ont étudié des gouttes d'eau de rayon $45 \mu\text{m}$ posées sur des films d'huile silicone de viscosité 1 Pa.s (Fig. 2.11a et 2.11b). Dans les deux cas ils mesurent l'épaisseur par DHM (Microscopie Digitale Holographique) qui permet de mesurer uniquement des épaisseurs relatives et non absolues.

Le pincement a aussi été mis en évidence chez L'Estimé *et al.* [11] qui mettent en contact une tige métallique de 5 mm de rayon avec un bain d'huile silicone dont l'épaisseur de liquide est variée. Sur la figure 2.8, à gauche on suit la dynamique d'ascension du ménisque lorsque la tige est en contact avec un bain d'huile d'épaisseur 1 cm et à droite pour un film d'huile d'épaisseur $300 \mu\text{m}$. Dans le second cas, on voit un creux dans le film d'huile au pied du ménisque au début de l'expérience, puis il disparaît. En revanche, ils n'observent pas de

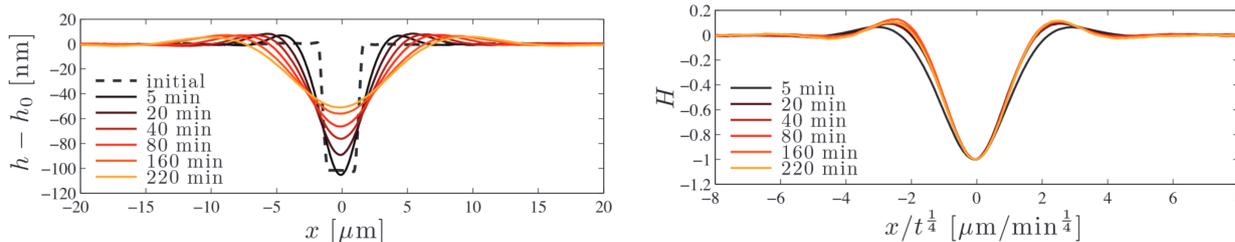
creux pour l'expérience avec le bain d'huile. Ainsi il existe une épaisseur critique de liquide sous laquelle un pincement apparaît puis se résorbe.

Cependant, dans ces expériences, il n'a pas été possible de mesurer quantitativement le profil d'épaisseur du pincement observé sur un substrat. En effet, les mesures sont soit indirectes (L'Estimé) soit ne donnent qu'une variation d'épaisseur et pas une épaisseur absolue (Hack *et al.*, Garcia *et al.*). Les auteurs se sont concentrés sur la quantification de la position du pincement et de l'évolution de la largeur du nivellement capillaire dû à la différence d'épaisseur induite par la création du pincement.

2.2.2 Nivellement capillaire



(a)



(b)

Figure 2.9 – (a) Profils d'épaisseur d'une marche de polymère après différentes durées de cuisson codées en nuances de gris. (insert) Évolution temporelle de la largeur de la marche en échelle logarithmique. [22] (b) Profils d'épaisseur d'une tranchée de polymère après différentes durées de recuit codées en couleur, à gauche en grandeurs brutes et à droite en grandeurs normalisées [23]. L'axe vertical est normalisé par la profondeur de la tranchée.

Un écoulement de nivellement capillaire est un écoulement de film mince causé par une différence d'épaisseur. Cet écoulement engendre un aplatissement du profil, qui gomme peu à peu la différence d'épaisseur. Dans notre système, la différence d'épaisseur est créée par l'apparition du pincement qui est une zone fine et qui se raccorde au film plat plus épais, loin du ménisque.

Plus généralement, on rencontre des écoulements de nivellement capillaire dans le cadre de films de marche de polymères [22] et de tranchées de polymères [23]. Dans les deux cas, le polymère est solide à température ambiante puis il est chauffé au-dessus de sa température de transition vitreuse pendant une durée contrôlée où il est liquide et s'écoule. Ils mesurent les profils d'épaisseurs après différentes durées de recuit. Les déformations imposées à l'instant initial (marche, tranchée) relaxent au fur et à mesure du recuit du système. Dans le cas de la marche de polymère, ils mesurent la largeur w de la zone de transition entre les deux différentes épaisseurs initiales. Ils montrent que w varie en $t^{1/4}$ (Fig. 2.9a). Dans le cas de la tranchée, on voit que lorsqu'ils tracent les profils en fonction de $x/t^{1/4}$ (Fig. 2.9b), les courbes se superposent, ce qui signifie que les échelles de longueur horizontales évoluent en $t^{1/4}$. Cette loi de puissance, qui est observée de façon systématique, comme on va le voir, est en accord avec la loi d'échelle $w \sim \left(\frac{\gamma}{\eta} h_0^3 t\right)^{1/4}$ (Eq. 1.13) qui provient de l'analyse en loi d'échelle de l'équation de lubrification comme nous l'avons vue dans l'introduction (partie 1).

Dans le cadre de l'impression à jet d'encre [25], Lakshman *et al.* [24] étudient des gouttes d'eau rebondissant sur des films d'huile silicone. La goutte d'eau crée une déformation qui consiste en un creux suivi d'une bosse et qui se nivelle au cours du temps (Fig. 2.10a). Là encore, ils montrent que la largeur de la déformation croît en $t^{1/4}$ (Fig. 2.10b). Ils montrent également que l'amplitude verticale de la déformation décroît en $t^{-1/2}$ (Fig. 2.10c) comme prédit théoriquement par Benzaquen *et al.* [26] et montré expérimentalement également par Backholm *et al.* [27] sur des films solides de polystyrène présentant des creux cylindriques, dont la relaxation est déclenchée par le passage au-dessus de la température de transition vitreuse.

Dans ces systèmes, le nivellement capillaire s'applique sur un film présentant un simple gradient d'épaisseur. Le film présentant un gradient d'épaisseur peut aussi être relié à un ménisque qui est à l'origine du gradient d'épaisseur *via* la création du pincement.

Hack *et al.* [14] par exemple montrent que, pour une goutte d'eau sur un film d'huile silicone, la position du pincement, qui se trouve au pied du ménisque sur la goutte, suit la loi d'échelle de w (Fig. 2.11c).

Garcia *et al.* [15] montrent quant à eux que, pour une bille de verre sur un film d'huile silicone, c'est la largeur du pincement au pied du ménisque sur la bille de verre, c'est-à-dire la distance entre le minimum et le maximum d'épaisseur, qui suit la loi d'échelle de w (Fig. 2.13).

Finalement, on voit que le pincement, prédit théoriquement par Aradian *et al.*, est observé dans de nombreuses situations expérimentales mais que des mesures précises de profils d'épaisseur et de leur évolution au cours du temps ne sont pas disponibles dans la littérature. Au contraire, le nivellement capillaire, observé en présence ou non d'un ménisque a une dynamique généralement bien décrite par la loi d'échelle de w (Eq. 1.13). Toutefois, la distance à laquelle cette loi d'échelle s'applique n'est pas tout à fait claire. Il s'agit, selon les expériences, de la position du pincement ou de la distance w entre le minimum et le maximum alors que dans la prédiction théorique, la longueur concernée est w .

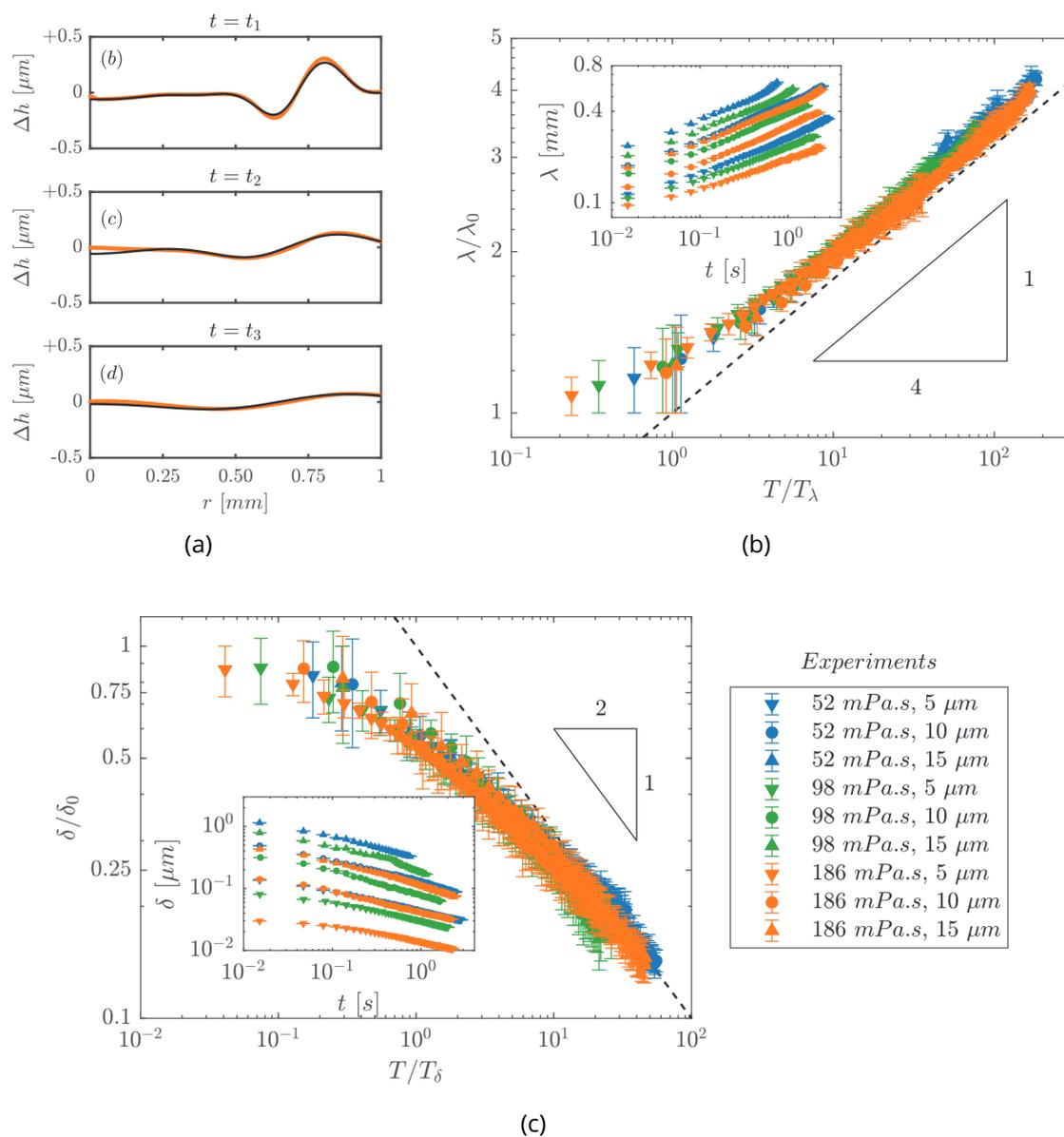


Figure 2.10 – (a) Profils d'épaisseur en orange et théoriques en noir à plusieurs instants (b) Évolution temporelle normalisée de la largeur de la déformation. La légende est la même que la figure du dessous. (c) Évolution temporelle normalisée de l'amplitude verticale de la déformation. T_λ et T_δ sont utilisés pour prendre en compte le fait que le régime de loi de puissance asymptotique n'est pas atteint dès le début de l'expérience. [24]

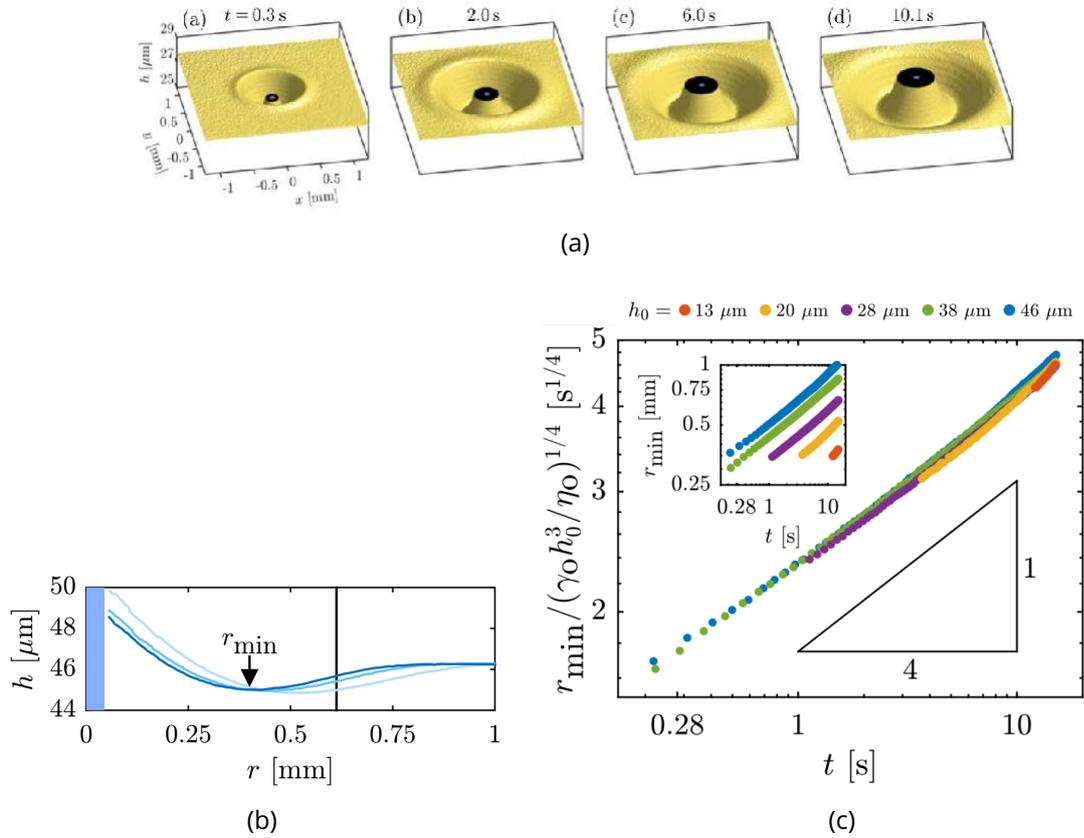


Figure 2.11 – (a) Cartes d'épaisseur de la déformation à plusieurs instants, le disque noir correspond au haut du ménisque où les gradients d'épaisseur sont trop importants pour mesurer l'épaisseur (b) profils d'épaisseur à plusieurs instants, (c) évolution temporelle de la position du pincement adimensionnée, pour différentes épaisseurs initiales [14].

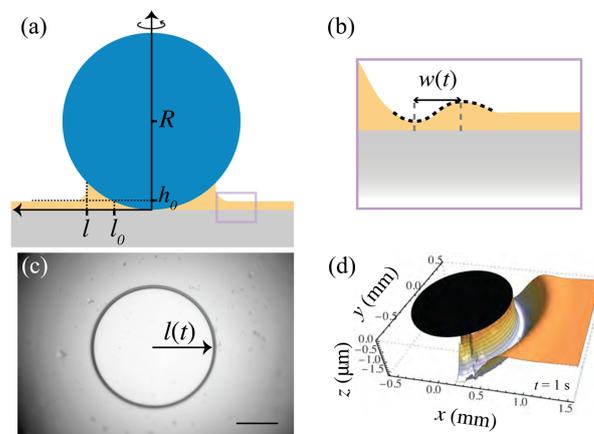


Figure 2.12 – (a) Schéma du dispositif expérimental, (d) carte d'épaisseur de la perturbation, le disque noir illustre la zone où l'épaisseur ne peut pas être calculée à cause de gradients d'épaisseur trop importants.

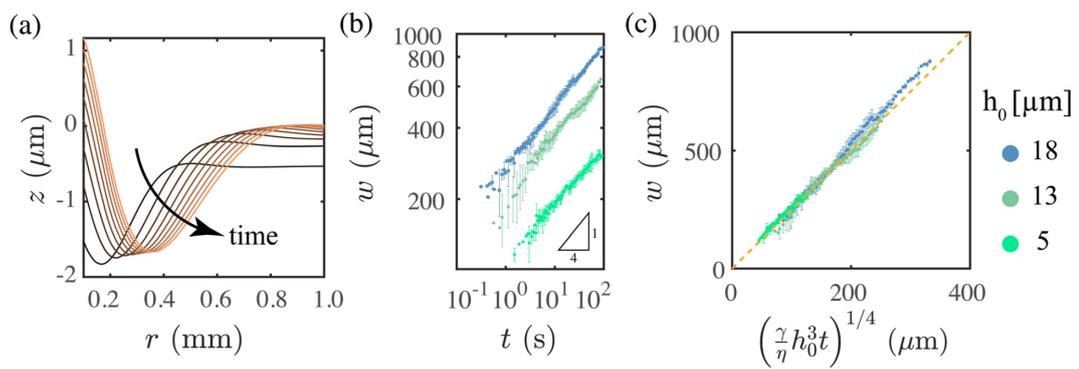


Figure 2.13 – (a) Profils d'épaisseurs à plusieurs instants, (b) évolution en échelle logarithmique de la largeur du pincement, (c) largeur du pincement en fonction de la loi d'échelle [15].

Chapitre 3

Dispositif expérimental

Dans ce chapitre nous allons introduire les motivations et le dispositif expérimental. Afin d'étudier le pincement qui se crée à proximité d'un ménisque, j'ai mis au point une expérience permettant de fabriquer un film d'épaisseur contrôlée et de créer, *via* un ménisque, une perturbation locale de l'épaisseur du film. Un enjeu est de mesurer l'évolution du profil d'épaisseur autour de la perturbation au cours du temps.

3.1 Création du système étudié

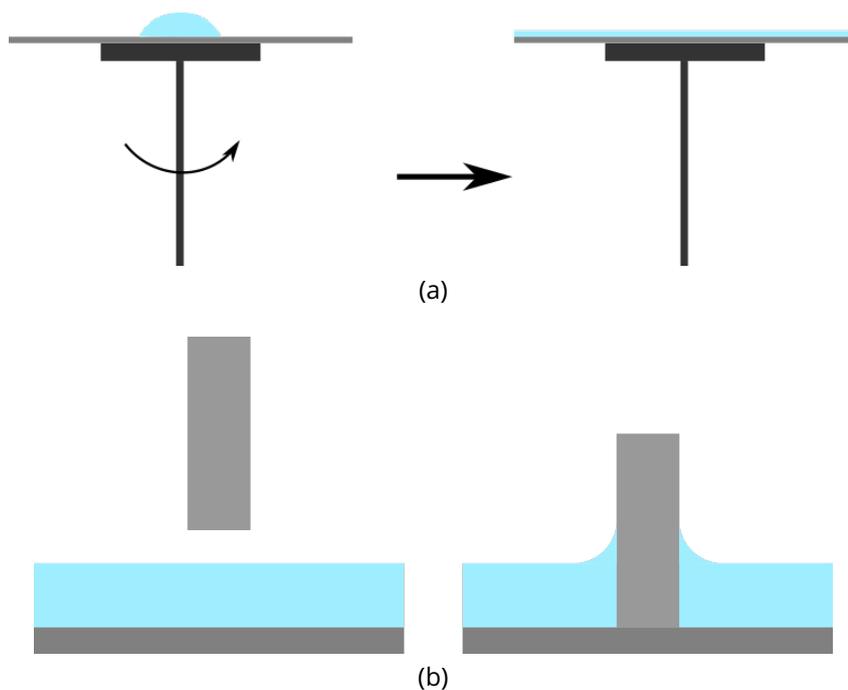


Figure 3.1 – (a) Schéma d'enduction centrifuge. (b) Schéma du contact avec la tige.

Afin de créer un film mince d'épaisseur homogène et contrôlée, on dépose par spin-coating (enduction centrifuge en français, Polos Spin 150i) un film d'huile silicone (HMS301 Gelest de viscosité 30 mPa.S et une autre huile de viscosité 3 mPa.S) sur un wafer de silicium de diamètre 76 mm. Le spin-coating consiste à déposer du liquide sur un support horizontal, le mettre en rotation pour que la centrifugation étale le liquide et permette d'obtenir un film d'épaisseur homogène. On explore des vitesses de rotation allant de 400 rpm à 2000 rpm et des durées de rotations allant de 6 s à 30 s. Afin d'éviter la contamination par des poussières qui nuiraient à l'homogénéité du film, le spin-coating se fait en salle grise. Entre deux expériences, le wafer est nettoyé en enlevant l'huile à l'aide d'une serviette en papier puis en soufflant du diazote comprimé afin d'enlever les poussières. La serviette ne permet

Dispositif expérimental

pas d'enlever l'intégralité de l'huile silicone, ainsi il reste toujours une couche d'huile silicone d'épaisseur 6 nm mesurée à l'ellipsomètre. Il s'agit probablement d'une couche adsorbée. Nous avons privilégié cette méthode plutôt que des bains successifs d'acétone et isopropanol car ceux-ci laissaient des traces sur le wafer qui conduisaient ensuite à un film très peu homogène à la sortie du spin-coater.

Cette taille de wafers par rapport à des wafers de 51 mm de diamètre permet de garantir une plus grande surface de film homogène. En effet, la centrifugation crée un bourrelet de liquide au bord du wafer qui, en relaxant, deshomogénéise le film. Cette deshomogénéisation est à l'origine de difficultés expérimentales, en particulier de difficulté de reproductibilité à temps long. Nous verrons par la suite que c'est probablement ce qui explique que les expériences dévient des lois d'échelle à temps longs.

Pour perturber le film de façon contrôlée, j'ai commencé par utiliser une fibre horizontale, dans le but d'obtenir un ménisque similaire au cas de figure d'Aradian *et al.* [8]. Il s'est avéré que le pincement se développe d'abord sous la fibre et qu'il ne devient visible qu'à temps très long. Nous n'avons pas utilisé une sphère comme proposé par Hack *et al.* [14], par exemple, pour la même raison mais aussi parce qu'il serait plus compliqué de déposer une sphère puis de régler sa position par rapport à la caméra. On choisit une fibre de verre cylindrique pleine (Hilgenberg 100 μm , 250 μm et 500 μm de diamètre) que l'on met en contact verticalement avec le wafer, en maintenant la fibre fixe et en approchant le wafer avec un support élévateur jusqu'au contact. Afin d'éviter la contamination par les poussières de l'air environnant au cours de l'expérience, le wafer est préalablement couvert d'un couvercle de boîte de pétri en plastique troué pour laisser passer la fibre. Cette solution a également l'avantage de moins pâtir de l'inhomogénéité du film causée par la relaxation des bourrelets dus au spin-coating étant donné que la surface de contact entre la tige et le film est plus faible. La fibre est fixée et est donc correctement positionnée par rapport à la caméra pour une série d'expériences. La fibre de rayon 100 μm flambe lors du contact ce qui permet de maintenir le point de contact avec le wafer malgré les éventuelles vibrations dans l'environnement. Ce flambage n'a pas d'impact sur l'axisymétrie de la perturbation. En revanche, pour les fibres de rayon 250 μm et 500 μm , la perturbation n'est pas tout à fait axisymétrique. Cela est peut-être dû au fait que les extrémités des tiges ne sont pas tout à fait plates, ce qui a d'autant plus d'effet sur l'axisymétrie de la perturbation que la tige a un grand diamètre. On mesure l'épaisseur du film par interférométrie, à l'aide d'une caméra hyperspectrale (Pika L, Resonon) qui capte les rayons réfléchis sur le film. On éclaire le film en lumière blanche (Dolan-Jenner Fiber-Lite Mi-LED) et on peut observer à l'œil nu les interférences de couche mince résultantes (Fig. 3.2). La figure 3.2 est une photographie du film dont on voit les couleurs dues aux interférences. On voit la fibre en contact avec le film et le ménisque qui en résulte en noir. On voit le reflet de la fibre sous le ménisque étant donné que le wafer est réfléchissant. Des cercles colorés concentriques se développent autour de la fibre, ce qui montre bien qu'on obtient une perturbation axi-symétrique. À grande distance de la fibre, on voit que les franges sont de plus en plus éloignées les unes des autres car on rejoint un film homogène. Enfin, on voit un cercle de couleurs beaucoup plus vives proche de la fibre (à une distance de l'ordre du diamètre de la fibre) : il s'agit du pincement.

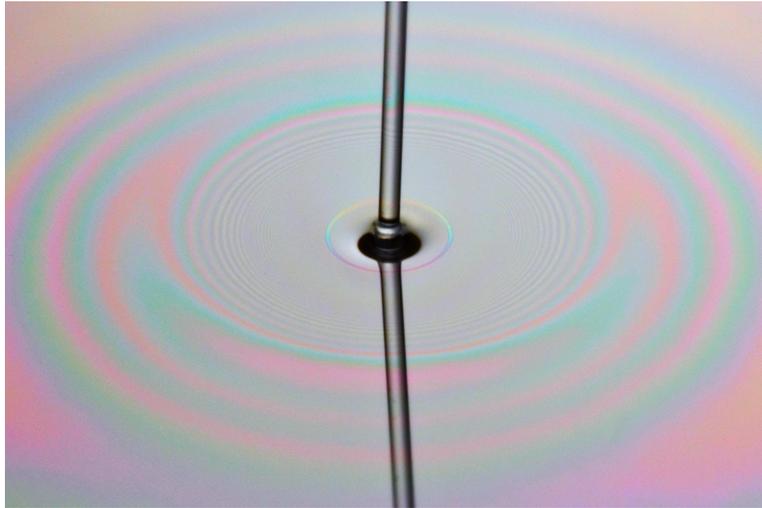


Figure 3.2 – Photographie du film d'huile silicone vu du dessus. On distingue un cercle coloré – le pincement – autour de la fibre (250 μm de rayon) qui est en contact avec le wafer. On peut distinguer également le ménisque autour de la fibre. Le wafer étant réfléchissant, on voit également le reflet de la fibre.

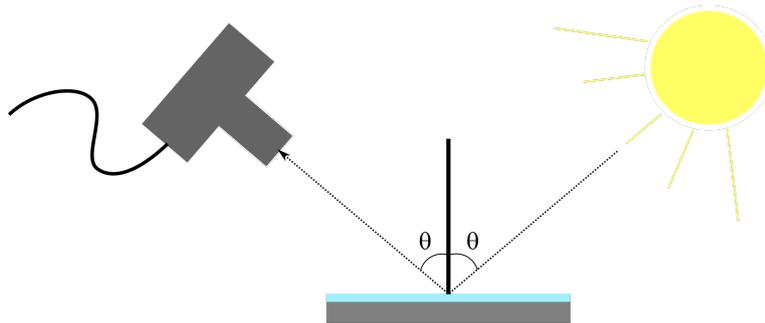


Figure 3.3 – Schéma du dispositif expérimental. Une tige est déposée verticalement sur un wafer sur lequel a été déposé un film d'huile silicone. Une caméra hyperspectrale reçoit la réflexion d'une LED sur le film.

3.2 Caméra hyperspectrale

Une caméra hyperspectrale est constituée d'un objectif (Basler), d'une caméra d'acquisition linéaire (Basler) et entre les deux, d'un bloc hyperspectral. La lumière rentre dans ce bloc à travers une fente puis est décomposée et les différentes intensités résultantes pour différentes longueurs d'onde sont captées. Ainsi, la caméra hyperspectrale reçoit la lumière provenant d'une ligne physique et non pas d'une surface. En somme, on peut assimiler une caméra hyperspectrale à une ligne de spectromètres. Ainsi, les données issues de la caméra hyperspectrale sont des datacubes de l'intensité de la lumière captée en espace, temps et longueur d'onde. La résolution spatiale du dispositif le long de la ligne mesurée vaut $5 \mu\text{m}/\text{px}$.

On extrait l'épaisseur du film à partir des spectres à l'aide du module python *oospectro* [28].

3.2.1 Diagrammes spatio-temporels

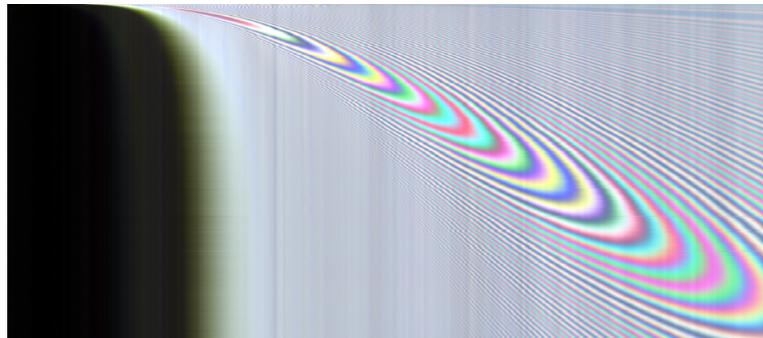


Figure 3.4 – Diagramme spatio-temporel des couleurs du film, issu de la caméra hyperspectrale. L'axe vertical est le temps, qui va de haut en bas, et l'axe horizontal l'espace. L'intervalle de temps représenté sur le diagramme est de 4 h et sa largeur spatiale est 4 mm. Le centre de la tige est positionné à gauche. De gauche à droite on voit successivement : une zone noire qui correspond au ménisque, une zone grise où les spectres ne sont pas résolus car l'épaisseur varie trop rapidement en espace par rapport à la résolution spatiale de la caméra ($5 \mu\text{m}/\text{px}$), une ligne de couleurs qui se succèdent en forme de U, qui correspond au pincement et finalement une zone où se succèdent les franges d'interférences, presque rectilignes.

Le logiciel d'acquisition de la caméra hyperspectrale (Resonon) construit des diagrammes spatio-temporels (Fig. 3.4) des couleurs du film à partir des datacubes de données d'intensité de lumière. L'axe vertical est le temps, qui va de haut en bas, et l'axe horizontal l'espace. Les couleurs sont des couleurs RVB reconstruites à partir des spectres donc elles correspondent aux couleurs réelles du film. Le milieu de la fibre est situé à gauche. La zone noire correspond à la fibre et au ménisque. En effet, le ménisque étant très courbé, les rayons réfléchis sur celui-ci n'atteignent pas la caméra donc il apparaît noir. On peut supposer que le bord de la zone noire correspond à un endroit où la pente du ménisque atteint une valeur critique au-dessus de laquelle la caméra ne reçoit pas la lumière réfléchi sur le ménisque. Ainsi, le bord de la zone noire donne une bonne idée de la taille latérale du ménisque. À droite de la zone noire il y a une zone grise où les interférences ne sont pas résolues car l'épaisseur varie trop rapidement en espace. Encore à droite on atteint une ligne où les franges se succèdent en forme de U : c'est le pincement. En effet, il se détache du reste du diagramme spatio-temporel car c'est un minimum donc l'épaisseur varie moins au niveau du minimum donc les franges sont plus larges. À droite du pincement, on voit les franges qui se succèdent en lignes.

À temps courts (fig. 3.5) on peut voir en plus du pincement, la présence d'une bosse. Il s'agit d'une zone semblable au pincement, loin de la fibre qui cette fois-ci n'est pas un minimum mais un maximum.

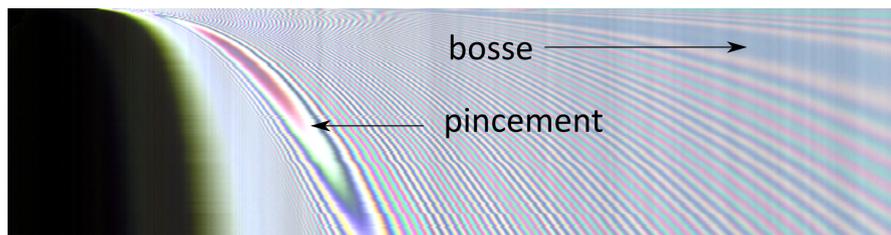


Figure 3.5 – Zoom sur les temps courts du diagramme spatio-temporel précédent. L'intervalle de temps représenté sur le diagramme est de 30 min. La largeur est de 4 mm.

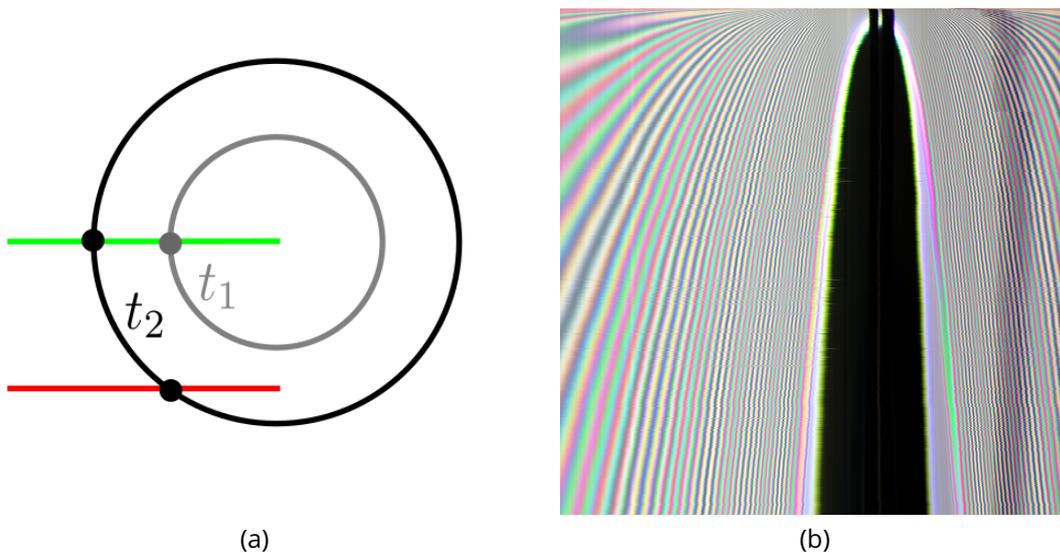


Figure 3.6 – (a) Schéma du dispositif expérimental si la fibre est mal réglée : les cercles représentent la position du pincement en différents instants, la droite rouge est la ligne de la caméra mal réglée et la droite verte est la ligne de la caméra bien réglée. A t_1 la caméra rouge ne voit pas encore le pincement, il n'apparaît qu'à t_2 . (b) Diagramme spatio-temporel d'une expérience où la tige était mal réglée. On voit que les franges commencent au début du diagramme ce qui indique que le contact a été fait entre la fibre et le film, alors que le pincement et le ménisque (noir) n'apparaissent que plus tard (instant qui correspond à t_2 sur la figure (a)).

Position de la fibre Le réglage de la position relative de la tige et de la caméra est délicat. Il faut régler la tige et la caméra de sorte que la ligne que la caméra visualise intersecte le plan de contact entre la fibre et le wafer afin qu'elle soit un rayon du système. En pratique on fixe l'angle et la position de la caméra qui ne vont pas bouger pour plusieurs expériences. On positionne un wafer nu entre la caméra et la lumière à une hauteur fixe. Ensuite on règle la position et l'angle de la LED de sorte à ce que la caméra reçoive la plus grande intensité lumineuse réfléchiée sur le wafer. On fixe la fibre sur une platine de translation verticale que l'on règle de sorte à ce que la fibre soit en contact avec le wafer. On ajuste la position de la fibre en avant et en arrière à l'aide d'une platine horizontale afin que la caméra soit au point sur la fibre. On règle la hauteur de la fibre de sorte qu'elle apparaisse tout juste à la caméra, c'est-à-dire que la fibre disparaît presque immédiatement du champ de la caméra si on la remonte. Ainsi, on s'assure de viser le bas de la tige avec la caméra.

Si la fibre n'est pas réglée de cette façon, la ligne que la caméra visualise ne sera pas un rayon du système mais une corde comme on le voit sur le schéma de la figure 3.6a. Ainsi, on ne suit pas un point radialement, c'est-à-dire qu'on ne suit pas le même point sur le cercle de la perturbation. Les diagrammes spatio-temporels ressemblent à celui de la figure 3.6b : de haut en bas on voit la tige, la perturbation a déjà commencé dès le début du diagramme, puis le pincement apparaît, puis le ménisque alors que le pincement et le ménisque devrait apparaître en même temps et dès le début du diagramme.

3.3 Interférences en couche mince

La caméra hyperspectrale permet donc d'obtenir des spectres $I(\lambda)$ le long d'une ligne. Il s'agit maintenant d'extraire l'épaisseur des films à partir de ces spectres. Nous procédons par interférométrie avec deux méthodes différentes selon que les épaisseurs sont supérieures à 450 nm ou inférieures à 130 nm.

En effet, un film liquide mince au sein duquel apparaît un pincement est un film mince d'épaisseur variable qui produit des interférences lorsqu'il est éclairé. La figure 3.7a explique la formation de ces interférences : un rayon incident dans l'air atteint le dioptre air/film et est décomposé en un rayon transmis et un rayon réfléchi ; la partie transmise est réfléchi sur le dioptre film/solide puis transmise au niveau du dioptre air/film. Cependant, les deux dioptres ne sont pas parallèles et cela a pour conséquence que les deux rayons issus du rayon incident se croisent et interfèrent au voisinage du film mince. Ces interférences donnent lieu à des franges qui sont colorées lorsque le film est éclairé en lumière blanche. Ce sont ces franges que l'on observe sur une bulle de savon ou sur une couche d'essence à la surface d'une flaqué d'eau. Ces franges sont appelées franges d'égale épaisseur, car chaque frange correspond à une épaisseur donnée.

Le cas d'un film mince d'épaisseur variable peut être approximé par un film mince d'épaisseur constante (Fig. 3.7b) pourvu que l'épaisseur soit faiblement variable. Nous menons donc les calculs dans le cas d'un film mince d'épaisseur constante.

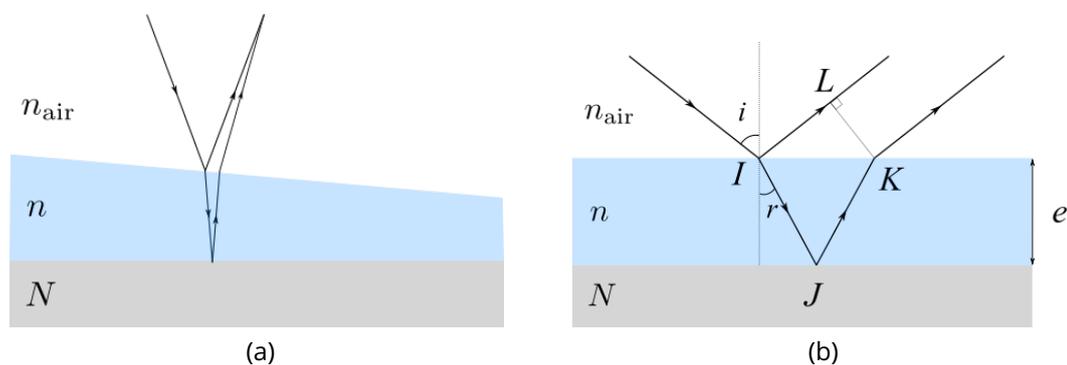


Figure 3.7 – Schéma du trajet d'un rayon lumineux dans le cas d'un film mince (a) d'épaisseur variable et (b) d'épaisseur constante.

3.3.1 Mesure d'épaisseurs élevées

Calcul de la différence de marche Pour mesurer l'épaisseur, on utilise le module *oospectro* [28] qui est basé sur la formule de la différence de marche entre deux rayons successivement réfléchis sur la couche mince.

En utilisant les notations du schéma de la figure 3.7b, la différence de marche entre deux rayons réfléchis successifs s'exprime comme :

$$\delta = n(IJ + JK) - n_{\text{air}}IL \quad (3.1)$$

avec n et n_{air} les indices de réfraction de la couche mince et de l'air. $n = 1,52045$ pour de l'huile silicone. Après un peu de trigonométrie, on obtient :

$$\delta = 2ne \cos r \quad (3.2)$$

qui s'écrit également en fonction de l'angle i du rayon incident avec la normale au dioptre, en utilisant la relation de Snell-Descartes :

$$\delta = 2e\sqrt{n^2 - \sin^2 i} \quad (3.3)$$

Par définition, on peut relier l'ordre d'interférence p à la différence de marche et à la longueur d'onde :

$$p = \frac{\delta}{\lambda} \quad (3.4)$$

En combinant cette dernière équation et l'expression de la différence de marche (Eq. 3.3), on arrive à :

$$\frac{1}{\lambda} = \frac{1}{2ne \cos r} p \quad (3.5)$$

soit, pour l'épaisseur :

$$e = \frac{p}{1/\lambda} \frac{1}{2n \cos r} \quad (3.6)$$

ou, en fonction de l'angle d'incidence i :

$$e = \frac{p}{1/\lambda} \frac{1}{2\sqrt{n^2 - \sin^2 i}} \quad (3.7)$$

Traitement *via oospectro* *Oospectro* détecte les extrema des spectres, c'est-à-dire les longueurs d'ondes où ont lieu les interférences constructives et destructives. On a plusieurs options afin d'optimiser la détection d'extrema : on peut jouer sur la distance entre deux extrema consécutifs et l'amplitude entre les extrema. On peut également pré-traiter les spectres en les filtrant avec un filtre Savitzky-Golay (filtre proposé sur Spectronon pour lisser les spectres). *Oospectro* fait une régression affine entre l'inverse des longueurs d'ondes des extrema et l'occurrence (numéro) de l'extremum. L'occurrence est reliée à l'ordre d'interférence p de sorte qu'elle vaut $2p$ plus ou moins une constante. Ainsi, nous avons accès à l'épaisseur à partir de la pente de cette régression.

Par exemple, sur la figure 3.8a, on voit que le lissage n'est pas optimal. *Oospectro* détecte alors de nombreux extrema intermédiaires qui ne correspondent pas aux interférences

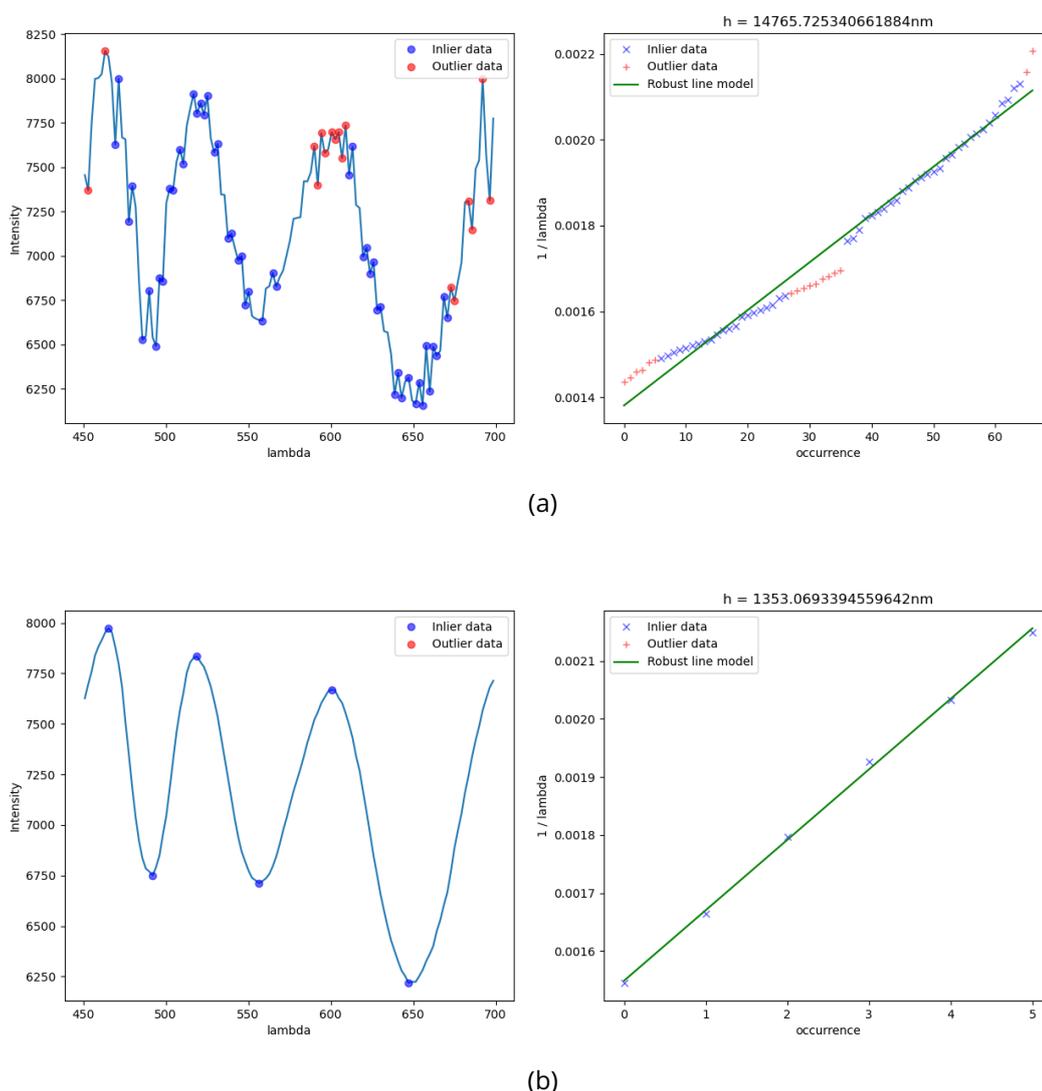


Figure 3.8 – Exemples de spectres traités avec *oospectro* : (a) un spectre brut, (b) le même spectre lissé avec un filtre Savitzky-Golay. A gauche on voit le spectre avec les points caractérisés en tant qu'*inliers* ou *outliers* ce qui permet de vérifier que les extrema sont bien détectés. A droite on voit la régression linéaire et au-dessus du graphe, l'épaisseur calculée. L'épaisseur mesurée pour (a) le spectre brut est $14\ \mu\text{m}$ et pour (b) le spectre lissé $1\ \mu\text{m}$.

constructives et destructives et mesure une épaisseur de $14.8\ \mu\text{m}$. En lissant les données, on obtient le spectre de la figure 3.8b où seulement les extrema des interférences sont détectés et pour lequel une épaisseur de $1.4\ \mu\text{m}$ est mesurée. Cela montre que le lissage est important.

Dans le module est implémentée une méthode de régression linéaire plus robuste : la méthode *ransac*. Cette méthode permet de caractériser les points en tant que *inliers* et *outliers*. Les outliers ne sont pas pris en compte dans la régression linéaire. Afin de caractériser les points en *inliers* ou *outliers*, le code fait une régression linéaire avec tous les sous-ensembles des points des données. Le sous-ensemble choisi est celui qui optimise la régression linéaire. Tous les points qui n'ont pas été pris en compte dans ce sous-ensemble pour faire

la régression linéaire sont catégorisés en tant qu'*outliers*. Un point d'attention est nécessaire cependant : étant donné la façon dont est codé l'algorithme, il ne faut pas qu'il y ait d'*outliers* au milieu de l'ensemble des points étant donné qu'ils sont tout de même comptés vis à vis de leur occurrence ; ainsi s'ils sont au milieu de l'ensemble, ils vont décaler la droite expérimentale et donc fausser la régression.

Limites dans la mesure d'épaisseur La gamme d'épaisseurs mesurable avec *oospectro* est limitée par la détection des extrema. La limite supérieure est fixée par la résolution spectrale de la caméra : si les oscillations ne sont pas résolues, on ne pourra pas détecter correctement les extrema. La résolution spectrale est de 2 nm et l'épaisseur maximale mesurable est de 20 μm. La limite inférieure est fixée par le fait qu'il faille au moins deux points pour construire une régression linéaire. Ainsi, l'épaisseur minimale que l'on peut mesurer dépend de la gamme de longueurs d'onde de la lampe utilisée : plus la gamme est grande, plus on peut voir d'oscillations. Notre LED fournit une intensité suffisante sur une gamme de 450 nm à 700 nm. Cela nous limite à une épaisseur de 450 nm.

3.3.2 Mesure de faibles épaisseurs

Afin de mesurer des plus faibles épaisseurs on utilise la renormalisation de Scheludko qui consiste à se placer dans le cas où l'on peut directement inverser la relation de l'intensité réfléchie en fonction de l'épaisseur $I_r(h)$. Il suffit de considérer des épaisseurs et des gammes de longueurs d'onde pour lesquelles le spectre de la lumière réfléchie est bijectif donc monotone. On propose de retrouver l'expression de l'intensité réfléchie en fonction de l'épaisseur du film $I_r(h)$.

Calcul de l'intensité réfléchie Le calcul de l'intensité réfléchie (ou transmise) par une lame se fait plus souvent pour une lame en contact avec de l'air des deux côtés (deux indices optiques différents seulement) (voir paragraphe *interférence à ondes multiples* des ouvrages d'optique [29]). Le cas d'une lame déposée sur un solide et baignant dans l'air (trois indices optiques différents) correspond au problème classique de la couche antireflet et se retrouve souvent dans les ouvrages d'optique [29]. Le calcul complet n'est pas souvent donné donc nous le présentons ici.

On considère r_i (resp. r'_i) le coefficient de réflexion en amplitude (non pas en intensité) pour une réflexion produite sur le dioptre i , pour des rayons lumineux incidents allant de haut en bas (resp. de bas en haut). Il en va de même pour les coefficients de transmission en amplitude t_1, t'_1, t_2 et t'_2 . Ces différents coefficients s'écrivent :

$$r_1 = \frac{1 - n}{1 + n}, \quad r'_1 = \frac{n - 1}{1 + n} = -r_1 \quad (3.8)$$

$$r_2 = \frac{n - N}{n + N}, \quad r'_2 = \frac{n - N}{n + N} = -r_2 \quad (3.9)$$

$$t_1 = \frac{2}{1 + n}, \quad t'_1 = \frac{2n}{1 + n} \quad (3.10)$$

où $N = 3,4777$ est l'indice de réfraction du wafer.

Comme le montre le schéma de la figure 3.9, l'amplitude de l'onde lumineuse est divisée une première fois au niveau du dioptre 1 air/film en une onde réfléchie (amplitude multipliée

Dispositif expérimental

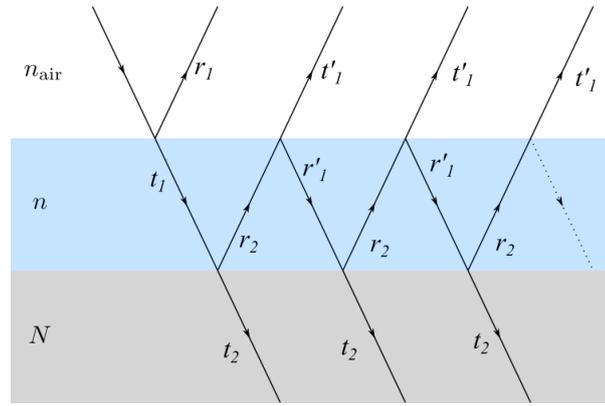


Figure 3.9 – Schéma des coefficients de réflexion et de transmission en amplitude appliqués au rayon lumineux dus à l'effet de la lame et du solide

par r_1) et une onde transmise (amplitude multipliée par t_1). Ensuite la partie transmise dans le film est de nouveau divisée au niveau du dioptre 2 film/solide en une partie réfléchie (amplitude multipliée par r_2 car nous sommes maintenant au niveau du dioptre 2) et une partie transmise (t_2). La partie réfléchie est maintenant à nouveau réfléchie sur le dioptre 1 avec r'_1 car le rayon va de bas en haut et transmise dans l'air avec t'_1 .

On s'intéresse au rayonnement réfléchi par le système donc cela correspond aux rayons dont l'amplitude aura été multipliée par $r_1, t_1 r_2 t'_1, t_1 r_2 [r'_1 r_2] t'_1, t_1 r_2 [r'_1 r_2]^2 t'_1$ etc.

Il faut également tenir compte du déphasage ϕ entre deux rayons réfléchis successifs, lié à la différence de marche due à l'épaisseur de la couche mince qui ajoute un facteur $e^{i\phi}$ à chaque aller-retour dans la couche mince.

Ainsi, en notant A_i l'amplitude du rayon incident, et en considérant une infinité de rayons réfléchis (interférences à n ondes), la somme de ces amplitudes réfléchies s'écrit :

$$A_r = r_1 A_i + t_1 r_2 t'_1 e^{i\phi} A_i + t_1 r_2 [r'_1 r_2] t'_1 e^{2i\phi} A_i + t_1 r_2 [r'_1 r_2]^2 t'_1 e^{3i\phi} A_i + \dots \quad (3.11)$$

que l'on peut factoriser en :

$$\frac{A_r}{A_i} = r_1 + t_1 r_2 t'_1 e^{i\phi} \left(\sum_{j=0}^{\infty} (r'_1 r_2)^j e^{ij\phi} \right) \quad (3.12)$$

On peut remarquer que t_1, t'_1 et r_1 sont reliés par $t_1 t'_1 = 1 - r_1^2$, ou le retrouver à l'aide de bilans d'énergie sur le dioptre 1 pour des rayons incidents descendant et montant ($1 = r_1^2 + n t_1^2$ et $n = t_1'^2 + n r_1'^2$).

En calculant la série géométrique, on obtient :

$$\frac{A_r}{A_i} = r_1 + \frac{(1 - r_1^2) r_2 e^{i\phi}}{1 + r_1 r_2 e^{i\phi}} \quad (3.13)$$

En multipliant par le complexe conjugué afin d'obtenir l'intensité, il vient :

$$\frac{I_r}{I_0} = \frac{r_1^2 + r_2^2 + 2r_1 r_2 \cos \phi}{1 + r_1^2 r_2^2 + 2r_1 r_2 \cos \phi} \quad (3.14)$$

En utilisant $\cos \phi = \cos^2(\phi/2) - \sin^2(\phi/2)$, on peut écrire :

$$\frac{I_r}{I_0} = \frac{(r_1 + r_2)^2 - 4r_1r_2 \sin^2(\frac{\phi}{2})}{(1 + r_1r_2)^2 - 4r_1r_2 \sin^2(\frac{\phi}{2})} \quad (3.15)$$

Renormalisation de Scheludko On peut appliquer la renormalisation de Scheludko sur des spectres monotones donc qui sont situés entre une interférence constructive et une interférence destructive donc qui ne présentent pas d'extrema locaux. Cela revient à s'intéresser à des spectres où l'ordre d'interférence vaut 0.

La condition sur l'ordre d'interférence p est donc $p < 0.5$ ce qui, en reprenant l'équation 3.5 reliant l'épaisseur, la longueur d'onde et l'ordre d'interférence, nous amène à :

$$e < \frac{\lambda}{4n \cos r} \quad (3.16)$$

Cette relation nous apprend que nous pouvons uniquement mesurer des épaisseurs plus faibles qu'une épaisseur maximale qui est proportionnelle à la longueur d'onde. Ainsi, pour une longueur d'onde de 450 nm, on peut mesurer des épaisseurs de 0 nm à 85 nm alors qu'une longueur d'onde de 700 nm nous permet de mesurer des épaisseurs jusqu'à 130 nm. Nous verrons plus tard que cette méthode nécessite de prendre en compte non pas une seule longueur d'onde mais plusieurs. Ainsi, sachant que les spectres que nous étudions sont sur une gamme de longueurs d'onde entre 450 nm et 700 nm, il faudra parfois ne considérer que les plus grandes longueurs d'onde de nos spectres afin de mesurer certaines épaisseurs.

Afin de repousser les limites des épaisseurs que l'on peut mesurer avec cette méthode, il faudrait que le spectre de la source de lumière soit non nul pour des longueurs d'ondes plus grandes que 700 nm car nous sommes limités par la borne supérieure de la gamme de longueurs d'onde des spectres que nous étudions.

Étant donné que l'on ne peut pas avoir accès expérimentalement à l'intensité I_0 du rayon incident, Scheludko [30] propose d'introduire :

$$\Delta = \frac{I_r - I_r^{\min}}{I_r^{\max} - I_r^{\min}} \quad \text{où} \quad I_r^{\min} = I_r(\phi = 0) \quad \text{et} \quad I_r^{\max} = I_r(\phi = \pi) \quad (3.17)$$

En réalité I_r^{\min} et I_r^{\max} , qui représentent finalement les intensités minimale et maximale obtenues lors d'interférences destructives et constructives, ne sont pas tout le temps accessibles sur le spectre en question qui n'atteint pas obligatoirement une interférence constructive ou destructive. On va donc chercher ces valeurs à d'autres instants dont les spectres présentent une interférence ou s'en rapprochent. En pratique, on regarde tous les spectres en un point d'espace au cours du temps et on prend le maximum et le minimum de toutes ces intensités mesurées.

Ainsi, en injectant I_r (Eq. 3.14), I_r^{\min} et I_r^{\max} dans Δ , et en isolant $\sin^2(\phi/2)$, il vient :

$$\sin^2(\phi/2) = \frac{\Delta}{1 - \frac{4r_1r_2}{(1+r_1r_2)^2}(1 - \Delta)} \quad (3.18)$$

Or, le déphasage s'écrit :

$$\phi = \frac{2\pi\delta}{\lambda} \quad (3.19)$$

Dispositif expérimental

En reprenant l'expression de la différence de marche obtenue au paragraphe précédent (équation 3.3), on a le déphasage :

$$\phi = \frac{4\pi n h \cos r}{\lambda} \quad (3.20)$$

En combinant les équations 3.18 et 3.20, on peut extraire l'épaisseur :

$$h = \frac{\lambda}{2\pi n \cos r} \arcsin \left(\sqrt{\frac{\Delta}{1 - \frac{4r_1 r_2}{(1-r_1 r_2)^2} (1 - \Delta)}} \right) \quad (3.21)$$

Finalement, nous avons inversé la relation $I_r(h)$ ce qui nous a permis de pouvoir estimer l'épaisseur en fonction de l'intensité mesurée et des maxima et minima d'intensité en longueurs d'onde et en temps.

On obtient donc une valeur d'épaisseur en un point d'espace et de temps, pour toutes longueurs d'onde. On peut donc moyenner sur les longueurs d'onde pour obtenir une valeur d'épaisseur plus précise.

Nous avons écrit qu'il fallait se placer avant la première interférence pour utiliser cette méthode. En théorie, on peut se placer entre n'importe quelles interférences successives, pourvu que l'on connaisse l'ordre d'interférence. Ainsi, on peut inverser la relation $I_r(h)$, calculer l'épaisseur (dont le résultat sera compris entre 0 et $\frac{\lambda}{4n \cos r}$) puis ajouter l'épaisseur qui correspond à l'ordre d'interférence [31].

Profils A l'aide de la caméra hyperspectrale, on peut reconstruire des profils d'épaisseur comme on trace sur la figure 3.10. A gauche le ménisque n'est pas résolu car il est trop pentu. On voit apparaître le pincement au pied du ménisque. On voit qu'au cours du temps le pincement se propage en s'éloignant de la fibre et il remonte.

On peut estimer la précision de notre mesure d'épaisseur à partir des variations d'épaisseur sur les profils calculés. On obtient une précision de 20 nm.

A partir de ces diagrammes spatio-temporels, et en calculant leur épaisseur, on peut mesurer (Fig. 3.11) la position du pincement r_g , l'épaisseur du pincement h_g , la largeur du ménisque r_m , la position de la bosse r_b , et la largeur du pincement w au cours du temps t dont l'origine est prise au moment du contact entre la fibre et le wafer.

L'objet des prochains chapitres est d'étudier chacune de ces grandeurs.

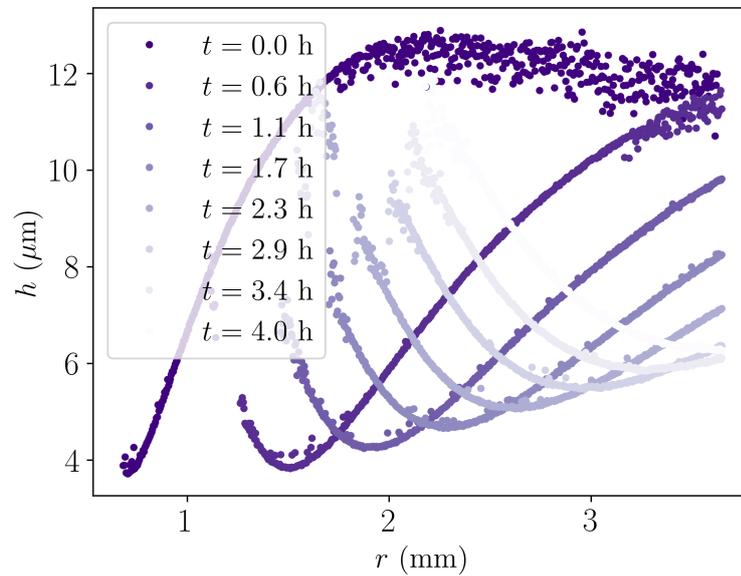


Figure 3.10 – Profils d'épaisseur typiques : épaisseur du film en fonction de la position. Il n'y a pas de points à petit r étant donné que la résolution spatiale de la caméra hyperspectrale est trop faible et le ménisque trop pentu. Au pied du ménisque se trouve un minimum d'épaisseur, le pincement, puis l'épaisseur augmente pour rejoindre le film plat d'épaisseur h_0 .

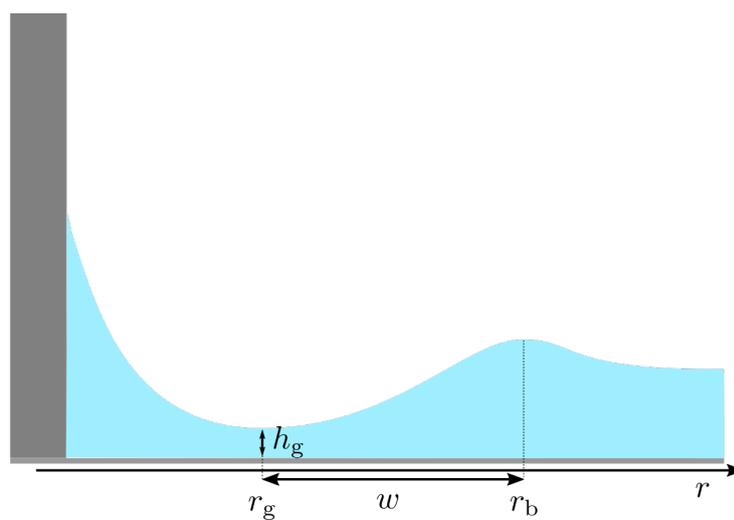


Figure 3.11 – Schéma des notations utilisées : h_g est l'épaisseur du pincement, r_g la position du pincement, r_b la position de la bosse, et w la distance entre le pincement et la bosse.

Chapitre 4

Largeur du pincement

Dans ce chapitre nous allons nous intéresser à la largeur du pincement w , c'est-à-dire la distance entre le minimum et le maximum d'épaisseur. Comme vu précédemment (sections 1.3 et 2.2.2), cette grandeur a été largement étudiée dans la littérature, pour différents systèmes, et elle est bien comprise et prédite théoriquement. Le modèle théorique suppose qu'il s'agit d'un écoulement de lubrification forcé par un gradient de pression capillaire dû à la courbure de l'interface entre le minimum et le maximum d'épaisseur. Nous allons d'abord présenter nos mesures puis les comparer à la loi d'échelle de l'équation 1.13.

4.1 Mesure

On mesure la largeur du pincement w sur les diagrammes spatio-temporels en relevant à la main la distance entre le milieu des bandes colorées du pincement et de la bosse. Pour cela, on utilise les diagrammes spatio-temporels, comme celui de la figure 3.5, sur lequel on voit à la fois le pincement et la bosse. Nos mesures s'arrêtent lorsque la bosse sort du champ de la caméra. On trace l'évolution temporelle de w sur la figure 4.1. On voit que la

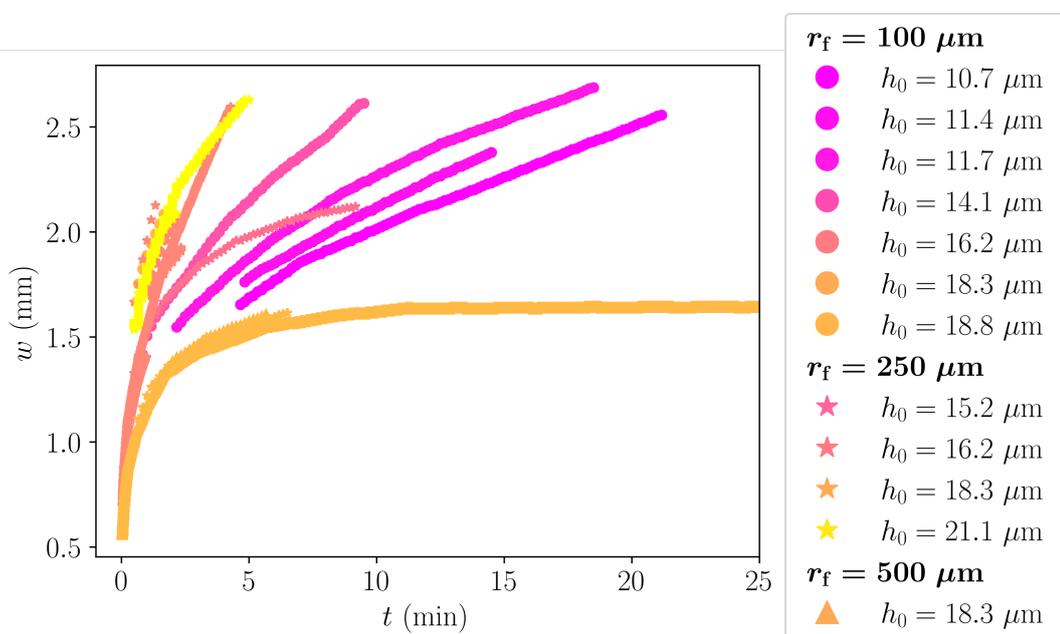


Figure 4.1 – Évolution temporelle de la largeur du pincement w , pour différentes épaisseurs initiales h_0 et rayons de fibre r_f .

largeur du pincement augmente avec le temps. Les données pour $r_f = 100 \mu\text{m}$ sont ordonnées (voir figure 4.2), c'est-à-dire que la largeur du pincement augmente avec l'épaisseur initiale du film. En revanche, ce n'est pas le cas pour la fibre de rayon $r_f = 250 \mu\text{m}$. Cela

s'explique probablement par le fait que la déformation de surface n'est pas parfaitement axisymétrique pour cette fibre.

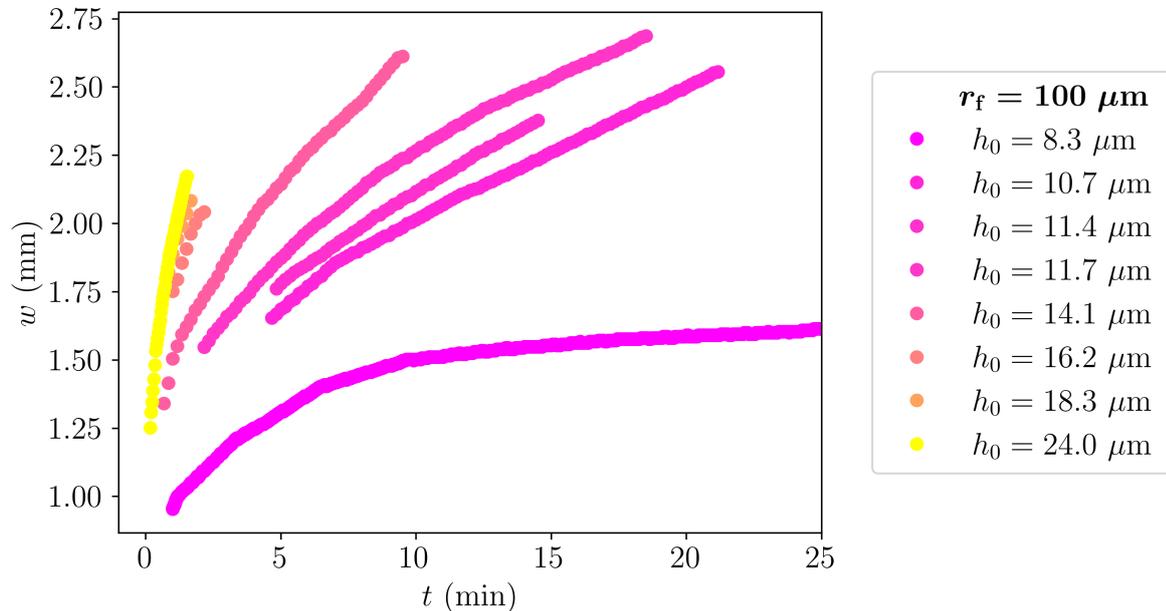


Figure 4.2 – Évolution temporelle de la largeur du pincement w , pour différentes épaisseurs initiales h_0 et pour un rayon de fibre $r_f = 100 \mu\text{m}$.

4.2 Interprétation

On teste la loi d'échelle $w \sim \left(\frac{\gamma}{\eta} h_0^3 t\right)^{1/4}$ (Eq. 1.13).

On étudie la variation en temps en traçant sur la figure 4.3 l'évolution temporelle de w en échelle double logarithmique. On voit que les données suivent l'évolution en $t^{1/4}$ sauf pour une expérience, à temps longs, ce qui est probablement dû à la deshomogénéisation du film à temps long. En effet, comme expliqué dans le chapitre 3, les inhomogénéités initialement localisées, qu'elles soient dues à des poussières ou au bourrelet extérieur créé lors du spin-coating, s'étendent au cours du temps. Elles peuvent donner lieu à un revêtement très inhomogène à temps long.

Pour la variation en h_0 , on trace sur la figure 4.4 w en fonction de h_0 , en échelle double logarithmique, pour $r_f = 100 \mu\text{m}$ à gauche et $r_f = 250 \mu\text{m}$ à droite. On voit que pour $r_f = 100 \mu\text{m}$, à temps fixé, c'est à dire à couleur constante, les points suivent une droite de pente $3/4$. C'est également le cas pour $r_f = 250 \mu\text{m}$ sauf pour $h_0 = 18 \mu\text{m}$. On en conclut que w varie raisonnablement bien en $h_0^{3/4}$. Il n'y a pas de figure pour $r_f = 500 \mu\text{m}$ car nous n'avons pas fait varier h_0 pour cette fibre.

On teste la loi d'échelle complète en traçant w en fonction de sa loi d'échelle sur la figure 4.5. Nos données se rassemblent approximativement sur une courbe maîtresse, avec une certaine dispersion. Celle-ci est représentée par le secteur gris, centré autour de la droite pointillée dont la pente est la moyenne des pentes des ajustements des courbes de chaque expérience, qui vaut 2.2. Le secteur gris s'étend jusqu'à plus ou moins l'écart-type de ces

Largeur du pincement

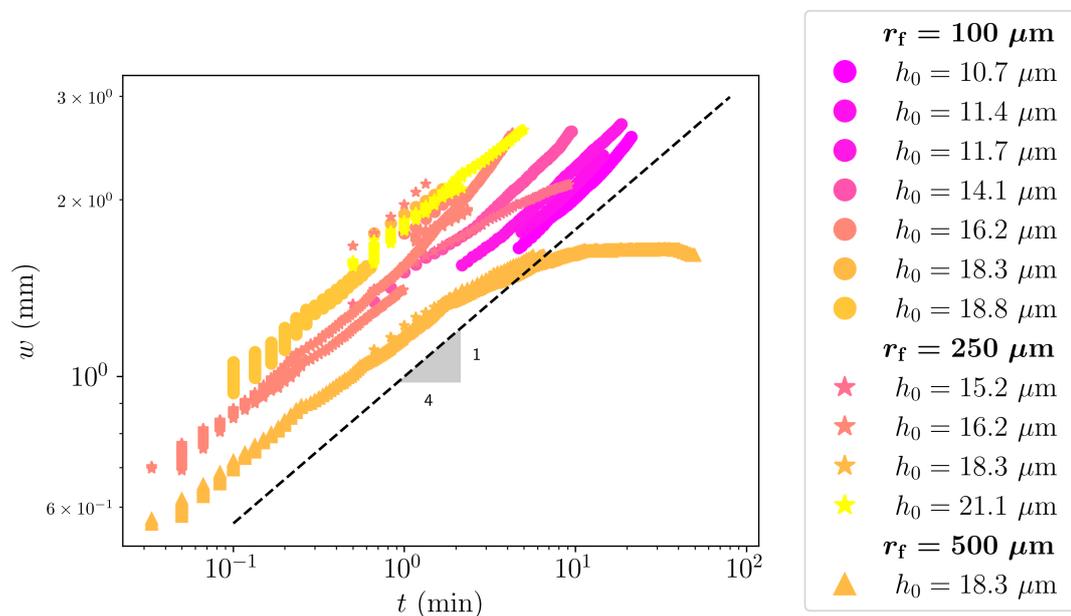


Figure 4.3 – Évolution temporelle de la largeur du pincement w , en échelle double logarithmique, pour différentes épaisseurs initiales h_0 et pour différents rayons de fibre r_f . La droite en pointillés a une pente de 1/4.

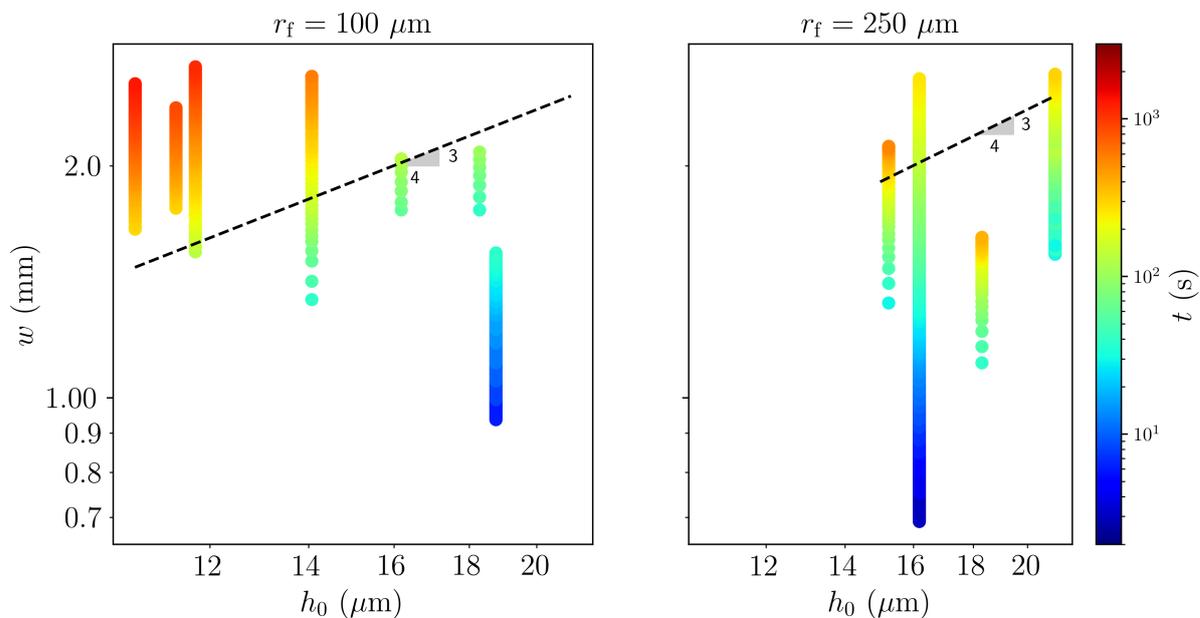


Figure 4.4 – Largeur du pincement w en fonction de l'épaisseur initiale h_0 , pour une fibre de rayon $r_f = 100 \mu\text{m}$ à gauche et $r_f = 250 \mu\text{m}$ à droite. Le temps est codé en couleurs. Les droites en pointillés sont de pente 3/4.

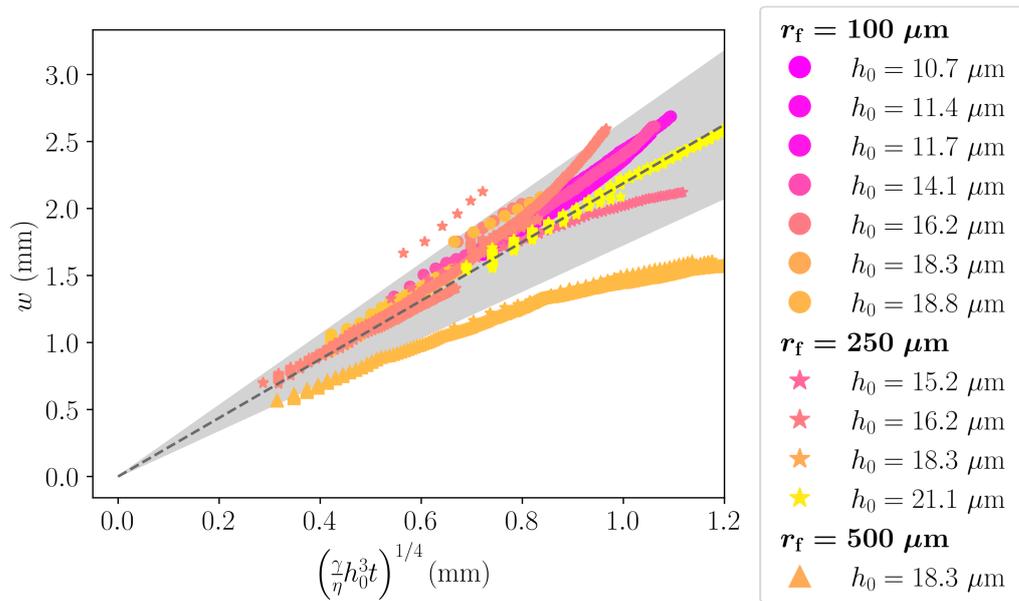


Figure 4.5 – Largeur du pincement w en fonction de sa loi d'échelle, pour différentes épaisseurs initiales h_0 et rayons de fibre r_f . Les différents points pour un couple (h_0, r_f) correspondent à différents instants. La ligne en pointillés correspond à la moyenne des pentes des ajustements des courbes de chaque expérience, qui vaut 2.2. Les limites de la zone grise correspondent à pente de la ligne en pointillés plus ou moins l'écart-type de toutes les pentes des ajustements des courbes, soit 2.2 ± 0.45 .

pentés. La dispersion vient des expériences réalisées avec des fibres de rayon $r_f = 250 - 500 \mu\text{m}$ pour lesquelles l'axisymétrie de la perturbation de surface n'est pas parfaite. De plus, certaines expériences dévient de la courbe maîtresse à temps longs à cause de la deshomogénéisation du film.

Conclusion

Finalement, nous avons montré que, malgré le bruit des mesures, la largeur du pincement w autour d'une fibre suit la prédiction théorique d'un écoulement de nivellement capillaire c'est-à-dire un écoulement de lubrification dû à un gradient de pression capillaire, maintes fois rencontré dans la littérature pour différents systèmes. Nous utiliserons ce résultat par la suite.

Chapitre 5

Épaisseur du pincement

Dans ce chapitre nous allons étudier l'évolution temporelle de l'épaisseur du pincement h_g . Nous mettrons en évidence que le pincement atteint un minimum temporel, dont nous mesurerons la valeur ainsi que le temps nécessaire pour atteindre ce minimum. Nous proposerons un modèle théorique dont nous tirerons des lois d'échelle pour le minimum d'épaisseur et pour le temps pour l'atteindre. Ce chapitre, couplé au chapitre 7, a donné lieu à une publication dans la revue *Soft Matter* [32].

5.1 Observations

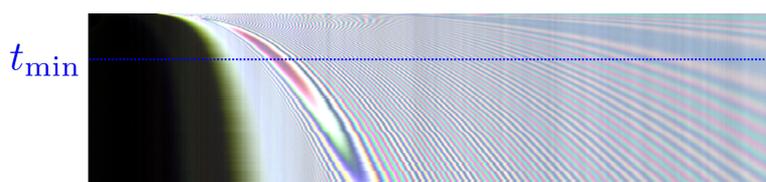


Figure 5.1 – Zoom sur les temps courts du diagramme spatio-temporel de la figure 3.4. Le diagramme représente une durée de 30 min et une largeur de 4 mm. Le temps auquel est atteint le minimum d'épaisseur du pincement t_{\min} est indiqué en bleu.

En regardant un diagramme spatio-temporel à temps courts comme sur la figure 5.1, au niveau du pincement, on voit que la succession temporelle des couleurs n'est pas monotone : on passe du blanc au rose puis de nouveau au blanc. Cela signifie que la variation d'épaisseur n'est pas monotone donc il s'agit d'un extremum.

On trace sur la figure 5.2 les profils d'épaisseur à temps courts. On remarque effectivement qu'au cours du temps le pincement commence par se creuser puis remonte ce qui signifie qu'il passe par un minimum. On peut mettre en évidence ce minimum en traçant l'épaisseur du pincement h_g en fonction du temps sur la figure 5.3. On voit que le pincement se creuse rapidement, puis remonte plus lentement. Afin de s'intéresser à la dynamique de montée et de descente du pincement, on trace sur la figure 5.4 l'évolution temporelle de l'épaisseur du pincement en échelle double logarithmique. On voit que l'épaisseur du pincement h_g augmente avec l'épaisseur initiale du film et diminue avec le rayon de la fibre. Toutes les courbes ne commencent pas à des temps très courts mais la courbe pour $r_f = 250 \mu\text{m}$, qui elle commence à des temps plus courts que les autres, montre que la descente du pincement est compatible avec une loi de puissance en $t^{-1/4}$. Sur la même courbe $r_f = 250 \mu\text{m}$ et sur les deux courbes pour h_0 faible et $r_f = 100 \mu\text{m}$, on voit que la remontée est compatible avec une loi de puissance en $t^{1/2}$. La loi d'échelle d'Aradian *et al.* [8] $h_g \sim \frac{1}{c} \left(\frac{\eta}{\gamma} h_0 \frac{1}{t} \right)^{1/2}$ prévoit une évolution de la descente du pincement en $t^{-1/2}$ ce qui ne correspond pas à nos expériences. On l'explique par le fait que cette loi d'échelle fait intervenir la courbure du mé-

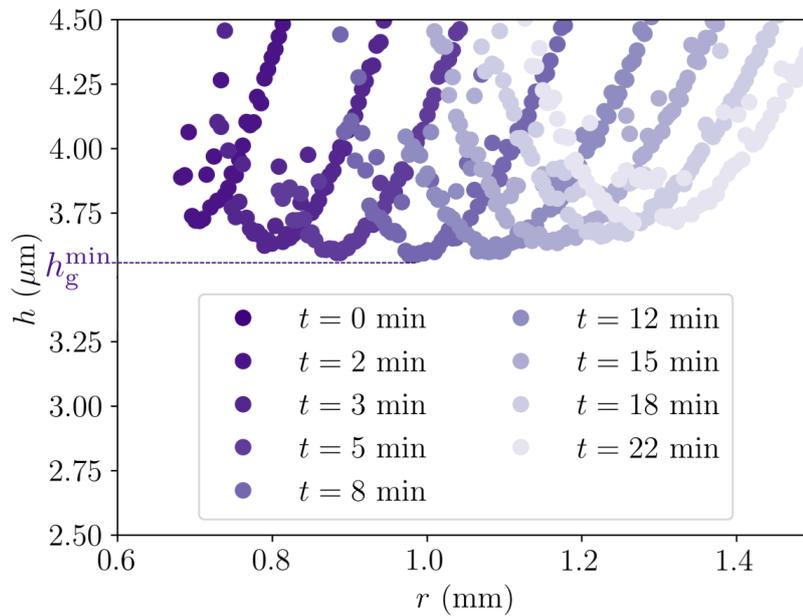


Figure 5.2 – Profils d'épaisseur à temps courts. On voit que le pincement se creuse puis remonte. Il passe donc par un minimum temporel d'épaisseur noté h_g^{\min} .

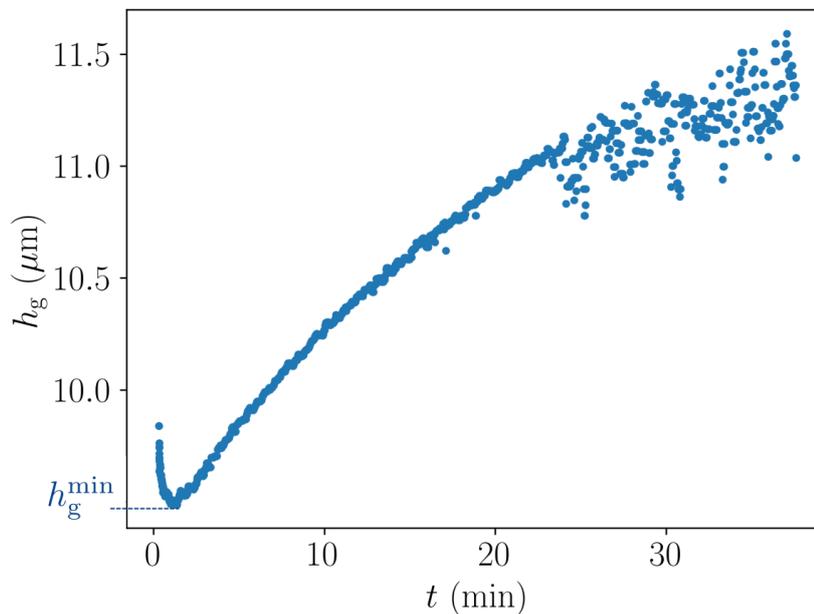


Figure 5.3 – Évolution temporelle de l'épaisseur du pincement h_g , pour une épaisseur initiale $h_0 = 24 \mu\text{m}$ et un rayon de fibre $r_{\mu\text{m}} = 100 \mu\text{m}$. L'épaisseur du pincement h_g passe par un minimum h_g^{\min} .

nisque et Aradian *et al.* [8] considèrent que la courbure dans leur problème est constante car elle est fixée par la courbure du cadre avec lequel est fabriqué le film de savon. Dans notre système, le ménisque grandit au cours du temps et sa courbure dépend du temps. Nous étudierons la courbure du ménisque dans le chapitre suivant (section 6.3) et verrons que la loi d'échelle d'Aradian *et al.* [8] pour h_g est finalement compatible avec nos données.

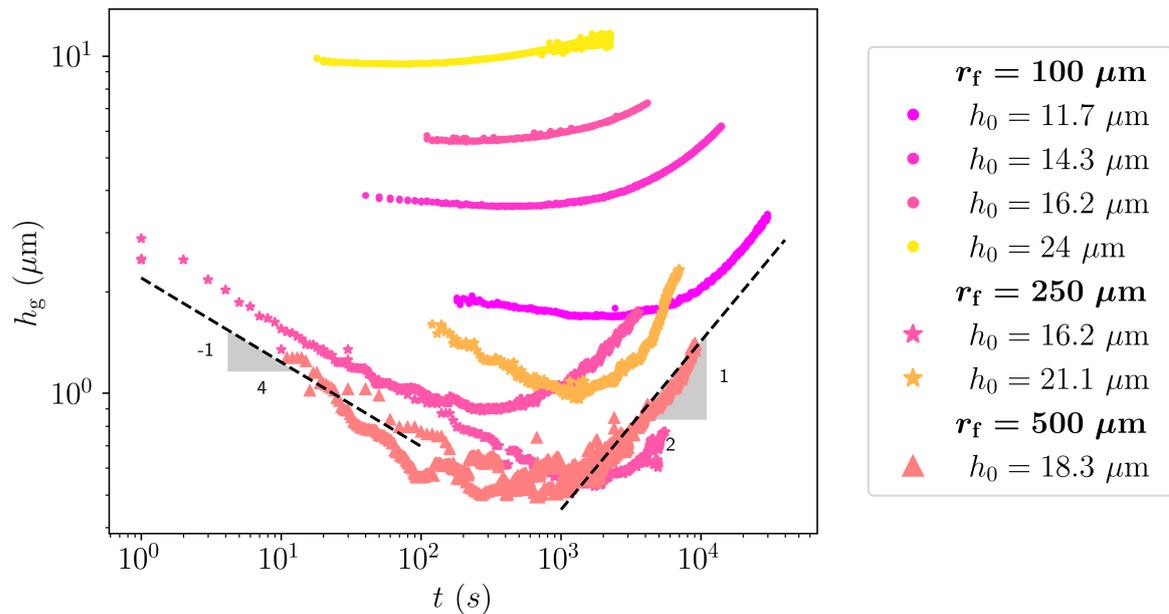


Figure 5.4 – Évolution temporelle de l'épaisseur du fond du pincement h_g en échelle double logarithmique, pour plusieurs épaisseur initiales h_0 et rayons de fibre r_f .

Pour ce qui est de la dynamique de remontée du pincement, nous avons vu dans l'introduction au chapitre 2 que l'amplitude de la déformation évolue en $t^{-1/2}$. Cependant il n'est pas évident de faire le lien entre l'amplitude de la déformation et ce que nous mesurons à savoir l'épaisseur du pincement.

5.2 Minimum temporel d'épaisseur du pincement

Pour comprendre la dynamique du pincement et expliquer qu'il passe par un minimum temporel d'épaisseur, il faut se pencher sur la dynamique du ménisque. Lorsque la fibre est plongée dans le liquide et rentre en contact avec le wafer, un petit volume de liquide (1000 fois plus petit que le volume du ménisque statique) est déplacé et forme un petit ménisque sur la fibre. Le ménisque est en dépression par rapport au film plat donc il aspire du liquide et grossit progressivement. Étant donné que le film est fin, les débits sont faibles et l'écoulement d'aspiration reste localisé; le ménisque ne peut aller chercher de liquide loin. Cet effet a pour conséquence la création d'un creux, le pincement [8].

La dépression dans le ménisque dépend de sa courbure : plus le ménisque est courbé, plus il aspire. Au cours du temps, la courbure du ménisque diminue et l'aspiration aussi. Ainsi, à l'équilibre du ménisque, l'aspiration qu'il exerce est très faible. Finalement, l'aspiration par le ménisque crée et creuse le pincement *via* un écoulement vers le ménisque, et pendant ce temps il y a un écoulement de relaxation vers le film plat qui a pour effet de niveler l'interface donc de faire remonter le pincement. L'épaisseur du pincement dépend donc de la compétition entre l'aspiration du ménisque et le nivellement capillaire de relaxation. Puisque l'aspiration du ménisque diminue au cours du temps, on peut faire l'hypothèse que le temps auquel le nivellement commence à dominer cette aspiration varie comme le temps pour atteindre l'équilibre du ménisque. De plus, on suppose que le liquide nécessaire pour

former le ménisque provient intégralement du pincement.

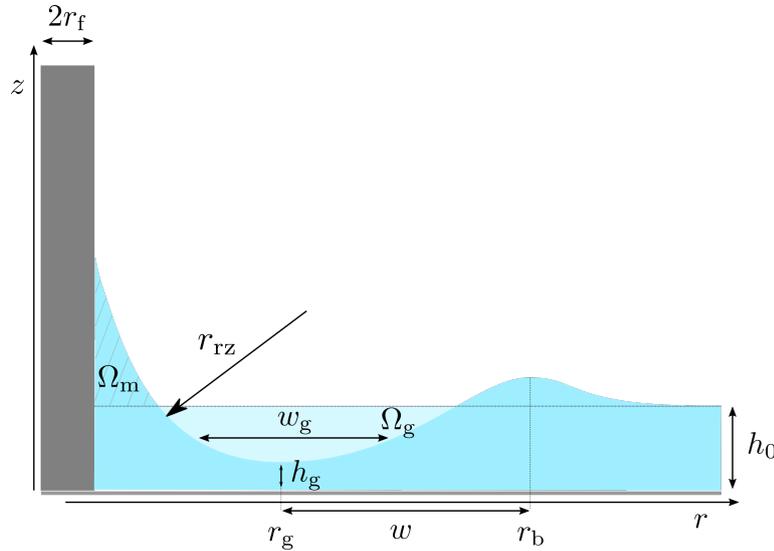


Figure 5.5 – Schéma des notations utilisées : r_f est le rayon de la fibre, h_0 l'épaisseur initiale du film, h_g l'épaisseur du pincement, r_g la position du pincement, r_b la position de la bosse, w la distance entre le pincement et la bosse, w_g la largeur au fond du pincement, qui est reliée au rayon de courbure du pincement, Ω_m est le volume du ménisque, Ω_g le volume du creux du pincement, r_{rz} le rayon de courbure du ménisque dans le plan (r, z) .

Les notations utilisées pour décrire quantitativement ce mécanisme sont données sur la figure 5.5 et les grandeurs évaluées au moment du minimum temporel d'épaisseur du pincement sont écrites X_{\min} ou X^{\min} . On écrit la conservation de volume entre le volume du ménisque à l'équilibre et le volume du pincement lorsqu'il est à son minimum temporel d'épaisseur :

$$\Omega_m^{\text{eq}} \sim \Omega_g^{\min}. \quad (5.1)$$

Nous avons montré dans l'introduction que le volume du ménisque à l'équilibre s'écrit :

$$\Omega_m^{\text{eq}} \sim r_f l_c^2. \quad (5.2)$$

Le volume du pincement quand le pincement est à son minimum temporel s'écrit :

$$\Omega_g^{\min} \sim \pi \left((r_b^{\min})^2 - (r_g^{\min})^2 \right) (h_0 - h_g^{\min}). \quad (5.3)$$

On suppose que le pincement est très profond ce qui permet d'écrire $h_0 - h_g^{\min} \sim h_0$. On suppose également que $r_b^{\min} \sim w_{\min}$. On peut alors écrire :

$$\Omega_g^{\min} \sim h_0 w_{\min}^2. \quad (5.4)$$

Ainsi, la conservation du volume entre le volume du ménisque à l'équilibre et le volume du pincement lorsqu'il est à son minimum temporel d'épaisseur donne une loi d'échelle sur la valeur de w lorsque le pincement atteint son minimum d'épaisseur :

$$w_{\min} \sim l_c \left(\frac{r_f}{h_0} \right)^{1/2}. \quad (5.5)$$

Épaisseur du pincement

Nous n'avons accès expérimentalement à w qu'à temps courts étant donné que la bosse sort rapidement du champ de la caméra comme on le voit sur le diagramme spatio-temporel de la figure 5.1. Cela nous empêche de vérifier expérimentalement l'équation 5.5. Cependant, nous pouvons mesurer l'épaisseur du pincement lorsqu'il atteint son minimum temporel. Afin de construire une loi d'échelle pour le minimum temporel d'épaisseur du pincement h_g^{\min} , on se base sur les conditions de raccords asymptotiques, valables à chaque instant, issues de Aradian *et al.* [8]. Ces conditions s'expriment sous la forme de l'identité des échelles de courbure entre le profil du ménisque et du pincement :

$$\frac{h_g}{w_g^2} \sim \frac{1}{r_{rz}}, \quad (5.6)$$

avec r_{rz} le rayon de courbure du ménisque dans le plan (r, z) et w_g la largeur du fond du pincement, et de l'identité des échelles de pentes entre le profil du pincement et le raccord au film plat :

$$\frac{h_g}{w_g} \sim \frac{h_0}{w}. \quad (5.7)$$

En combinant ces deux conditions, on obtient :

$$h_g \sim r_{rz} \left(\frac{h_0}{w} \right)^2. \quad (5.8)$$

Comme nous l'avons vu dans l'introduction (section 2.1), la courbure du ménisque à l'équilibre s'écrit : $\frac{1}{r_{rz,eq}} \sim \frac{r_f}{l_c^2}$ (Eq. 2.10). Ainsi, nous pouvons écrire l'équation 5.8 à l'équilibre pour exprimer le minimum temporel d'épaisseur du pincement :

$$h_g^{\min} \sim \frac{h_0^2 l_c^2}{w_{\min}^2 r_f}. \quad (5.9)$$

Et en combinant avec l'équation 5.5 :

$$h_g^{\min} \sim \frac{h_0^3}{r_f^2}. \quad (5.10)$$

Ainsi h_g^{\min} augmente avec h_0 et diminue avec r_f . Cela se comprend puisque, à rayon de fibre constant, le volume du ménisque à l'équilibre est fixé, donc si l'on part d'une grande épaisseur initiale et qu'on enlève le même volume de liquide, on va obtenir un h_g^{\min} plus grand que si l'on était parti d'une faible épaisseur initiale. D'autre part, à épaisseur initiale constante, si le rayon de la fibre est plus faible, le volume d'équilibre du ménisque sera plus faible, donc le pincement sera moins creusé pour fournir du liquide au ménisque, donc h_g^{\min} sera plus grand.

On commence par tester la dépendance en h_0 sur la figure 5.6 en traçant h_g^{\min} en fonction de h_0 en échelle double logarithmique. Les données pour des rayons de fibre $r_f = 100 \mu\text{m}$ et $r_f = 250 \mu\text{m}$ sont compatibles avec la variation en h_0^3 .

On teste la loi d'échelle sur la figure 5.7 en traçant les données de h_g^{\min} en fonction de sa loi d'échelle, pour différentes épaisseurs initiales h_0 et différents rayons de fibre r_f . Les points se rassemblent sur une droite donc les données expérimentales sont bien décrites par la loi d'échelle. Le pré-facteur est de 14, ce qui confirme que notre modèle permet de capturer les principaux ingrédients physiques du problème.

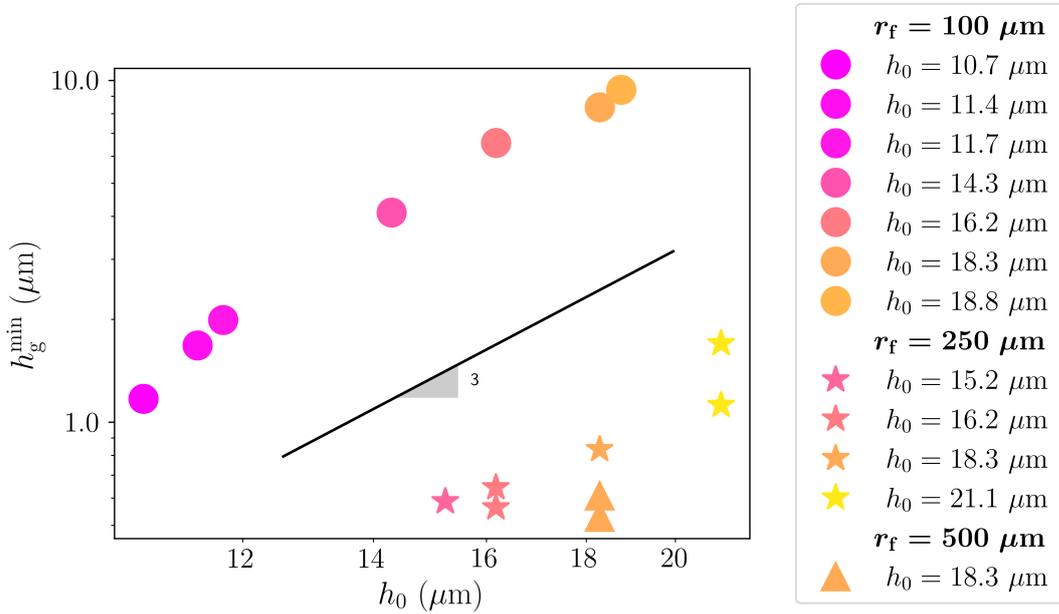


Figure 5.6 – Minimum temporel d'épaisseur du pincement en fonction de l'épaisseur initiale du film, en échelle double logarithmique.

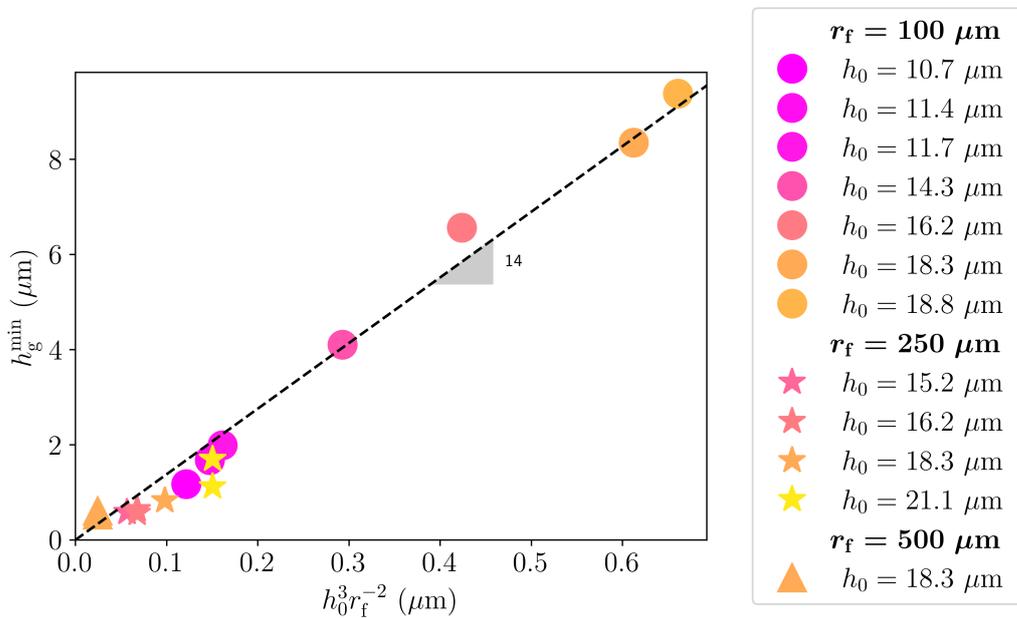


Figure 5.7 – Épaisseur temporelle minimale du pincement h_g^{min} en fonction de sa loi d'échelle, pour différentes épaisseurs initiales h_0 et rayons de fibre r_f . Les données se rassemblent sur une droite. Les barres d'erreur verticales dues à la précision sur la mesure d'épaisseur sont plus petites que la taille des points. La ligne en pointillés est un ajustement linéaire des données, de pente 14.

5.3 Temps pour atteindre le minimum d'épaisseur du pincement

Dans cette partie nous nous intéressons au temps nécessaire pour atteindre le minimum d'épaisseur du pincement. Nous présentons les mesures puis une loi d'échelle qui découle du modèle discuté dans la partie précédente sur le minimum d'épaisseur du pincement.

5.3.1 Mesure

On mesure le temps t_{\min} pour atteindre le minimum d'épaisseur du pincement en déterminant à quel instant est atteint le minimum d'épaisseur sur les courbes $h_g(t)$. Les barres d'erreurs sont estimées en prenant la largeur en temps sur laquelle on estime le minimum d'épaisseur. Ces barres d'erreur peuvent être assez importantes car les courbes $h_g(t)$ sont relativement plates au niveau du minimum.

5.3.2 Interprétation

On peut obtenir une loi d'échelle sur le temps t_{\min} nécessaire pour atteindre ce minimum temporel d'épaisseur du pincement. On combine la loi d'échelle pour w_{\min} (Eq. 5.5) issue de la conservation de volume entre le ménisque et le pincement et la loi d'échelle pour w discutée dans l'introduction 1.3 (Eq. 1.13), issue de l'équation de lubrification, valable à tous temps. La combinaison de ces deux lois d'échelle nous permet d'écrire :

$$t_{\min} \sim \frac{\eta r_f^2 l_c^4}{\gamma h_0^5}. \quad (5.11)$$

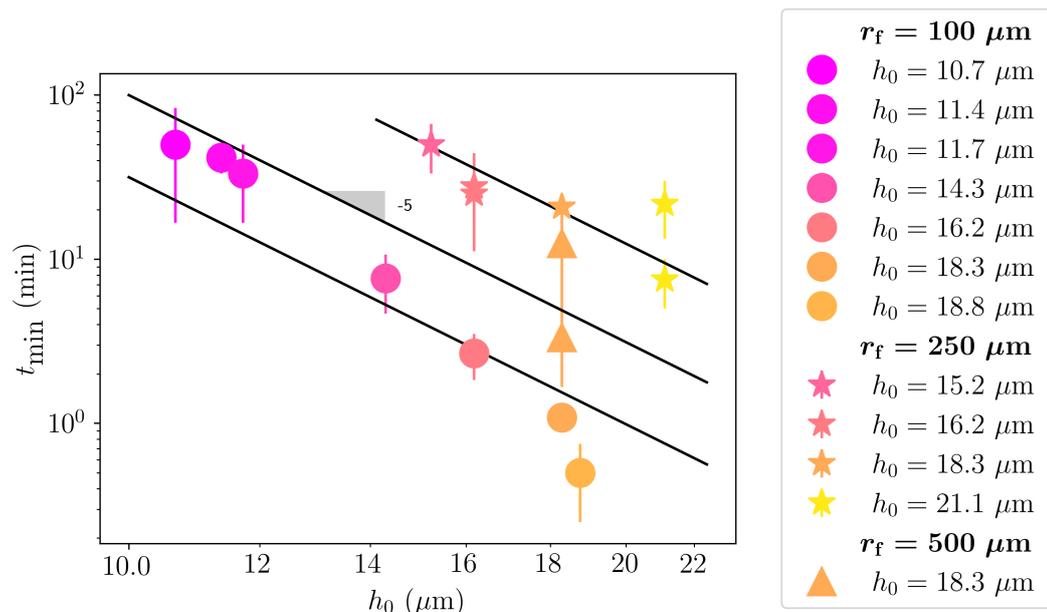


Figure 5.8 – Temps t_{\min} pour atteindre le minimum temporel d'épaisseur du pincement en fonction de l'épaisseur initiale du film, pour différentes épaisseurs initiales h_0 et rayons de fibre r_f , en échelle double logarithmique. Les droites noires ont une pente de -5 .

Vérifions tout d'abord la dépendance en h_0 . On trace sur la figure 5.8 t_{\min} en fonction de h_0 en échelle double logarithmique. On voit que la puissance -5 est compatible avec les données pour $r_f = 250 \mu\text{m}$ (étoiles). En revanche, les données pour $r_f = 100 \mu\text{m}$ correspondent moins bien à cette puissance.

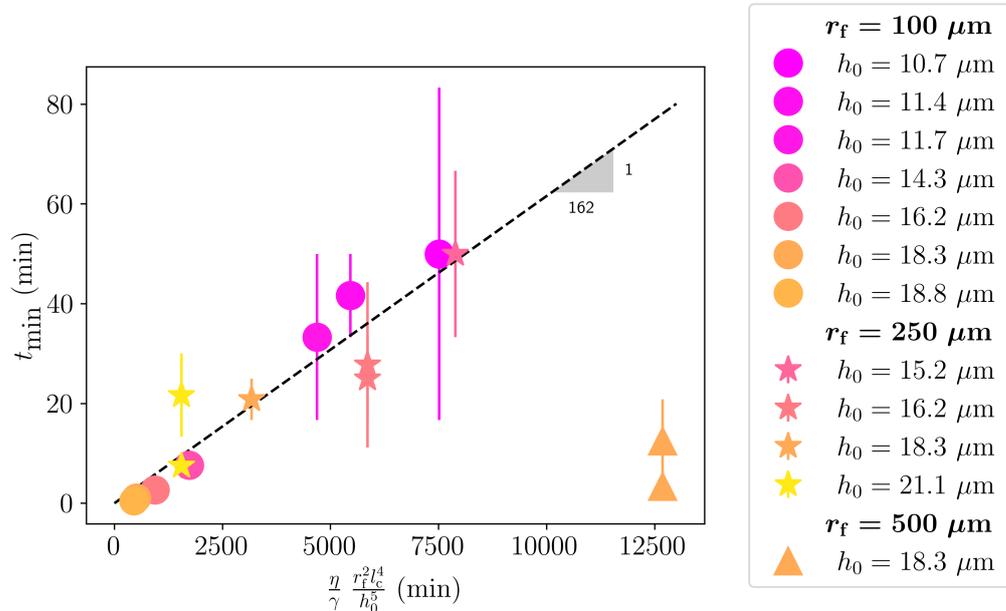


Figure 5.9 – Temps t_{\min} pour atteindre le minimum temporel d'épaisseur du pincement en fonction de sa loi d'échelle, pour différentes épaisseurs initiales h_0 et rayons de fibre r_f . Les données se positionnent majoritairement selon une droite, sauf les données pour $r_f = 500 \mu\text{m}$. La droite en pointillés est un ajustement linéaire des données, excepté $r_f = 500 \mu\text{m}$. La pente vaut $1/162$.

On teste la loi d'échelle complète en traçant sur la figure 5.9 t_{\min} en fonction de sa loi d'échelle. On voit que les points pour $r_f = 100 \mu\text{m}$ et $r_f = 250 \mu\text{m}$ s'alignent sur une droite. Le préfacteur de $1/162$ est probablement issu des approximations faites sur les volumes. En revanche les points pour $r_f = 500 \mu\text{m}$ ne suivent pas du tout cette tendance. Nous l'expliquons par le fait que ce rayon de tige se rapproche de la longueur capillaire ($l_c = 1.4 \text{ mm}$) donc l'expression du volume du ménisque statique de l'équation 2.9 et par conséquent la loi d'échelle pour t_{\min} ne sont plus valides.

Conclusion

Finalement nous avons mis en évidence un minimum temporel d'épaisseur du pincement. L'amincissement du pincement semble évoluer en $t^{-1/4}$ et son épaissement en $t^{1/2}$ mais cela n'est pas corroboré par suffisamment de données. Le minimum du pincement est gouverné par la quantité cumulée de liquide transféré du pincement vers le ménisque au moment où le ménisque atteint son équilibre. Les données expérimentales du minimum temporel d'épaisseur du pincement et du temps pour l'atteindre sont bien décrites par les lois d'échelles issues de ce modèle, sauf pour la fibre de rayon $r_f = 500 \mu\text{m}$ qui est comparable

Épaisseur du pincement

à la longueur capillaire donc pour laquelle la séparation d'échelle utilisée pour exprimer le volume du ménisque statique n'est plus valable.

Chapitre 6

Formation du ménisque

On a vu précédemment que le ménisque contrôle l'écoulement à l'origine du pincement. En particulier, le passage par un minimum est lié au fait que le ménisque atteint sa taille d'équilibre, ce qui arrête la succion exercée sur le film. Dans ce chapitre nous allons donc mesurer l'évolution temporelle de la largeur du ménisque et en déduire son temps d'équilibre et l'évolution temporelle de sa courbure. Nous comparerons le temps d'équilibre du ménisque et le temps pour atteindre le minimum d'épaisseur du pincement t_{\min} . Nous déduirons de l'évolution temporelle de la courbure du ménisque l'accord entre les mesures expérimentales de l'épaisseur du pincement pendant qu'il se creuse et la loi d'échelle d'Ara-dian *et al.*.

6.1 Largeur du ménisque

On mesure la largeur du ménisque en mesurant sur les diagrammes spatio-temporels (Fig. 3.4 par exemple) la largeur de la zone noire après avoir binarisé les images en utilisant toujours le même seuil. On reporte les résultats de l'évolution temporelle de la largeur du ménisque pour une fibre de rayon $r_f = 100 \mu\text{m}$ sur la figure 6.1.

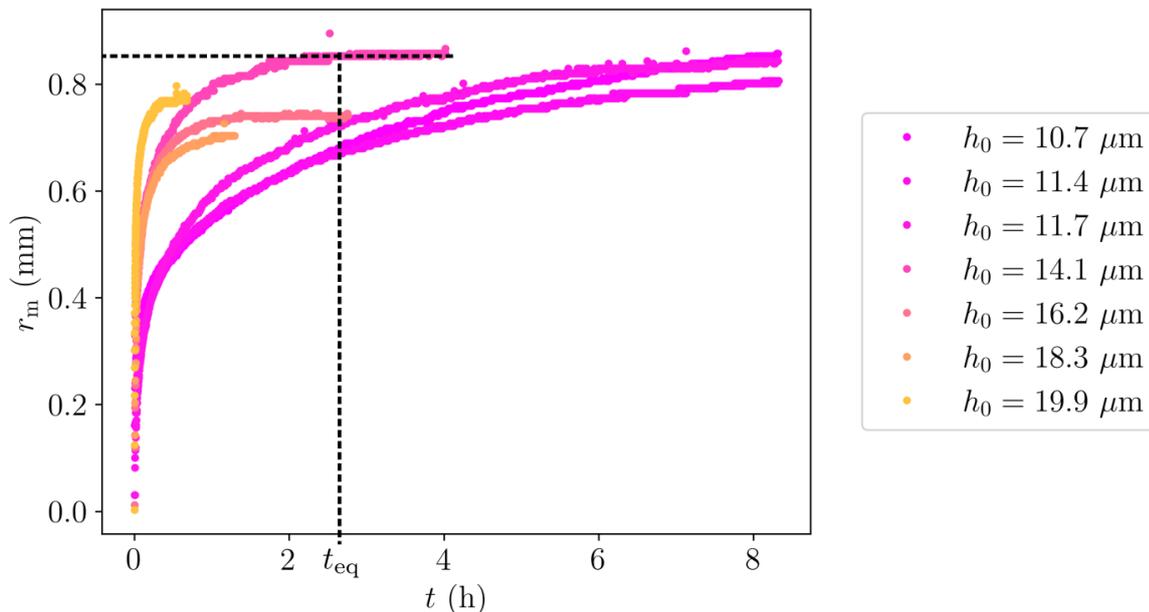


Figure 6.1 – Évolution temporelle de la largeur de la zone noire pour une fibre de rayon $r_f = 100 \mu\text{m}$. Le temps d'équilibre du ménisque t_{eq} tel qu'il est mesuré est indiqué pour une expérience.

On voit que la largeur du ménisque augmente rapidement puis de plus en plus lentement

Formation du ménisque

jusqu'à saturer vers une valeur d'équilibre. En effet, au début de son ascension, le ménisque a une forte courbure, ce qui entraîne une forte aspiration du liquide. De plus, le pincement n'est pas encore très creusé donc il autorise des débits plus grands qu'à temps long. Ainsi, au début, la largeur du ménisque augmente rapidement. Peu à peu, le ménisque grossit, sa courbure diminue, l'aspiration de liquide diminue et le pincement est de plus en plus creusé donc le grossissement du ménisque est de moins en moins rapide. Cette valeur d'équilibre est atteinte entre 30 min et 8 h. On retiendra que le temps d'équilibre du ménisque est de l'ordre de l'heure.

On remarque que les courbes ne sont pas ordonnées verticalement en fonction de l'épaisseur initiale h_0 . Cela peut être dû à la binarisation des diagrammes spatio-temporels : le seuil de binarisation n'a pas été varié mais l'intensité lumineuse des diagrammes peut varier entre deux expériences si la lampe a été bougée ou son intensité modifiée, si la tige a été déplacée etc. Ainsi, on peut estimer une incertitude sur la largeur du ménisque de l'ordre de $200 \mu\text{m}$.

Sur la figure 6.2 on trace l'évolution temporelle de la largeur du ménisque en échelle double logarithmique. Il n'y a pas de loi d'échelle claire mais les faibles épaisseurs semblent suivre une évolution en $t^{1/4}$.

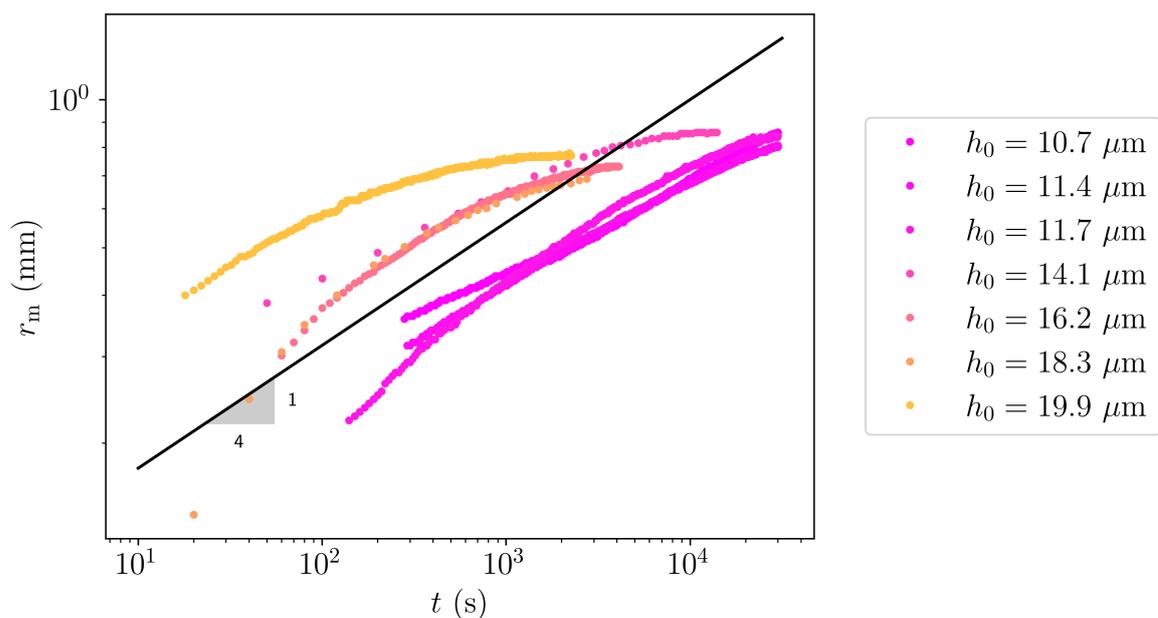


Figure 6.2 – Largeur de la zone noire associée au ménisque, en fonction du temps pour une fibre de rayon $r_f = 100 \mu\text{m}$ et plusieurs épaisseurs initiales h_0 , en échelle double logarithmique. La droite noire est une loi de puissance $1/4$ dont le pré-facteur est choisi de façon *ad hoc*.

6.2 Temps d'équilibre du ménisque

6.2.1 Mesure

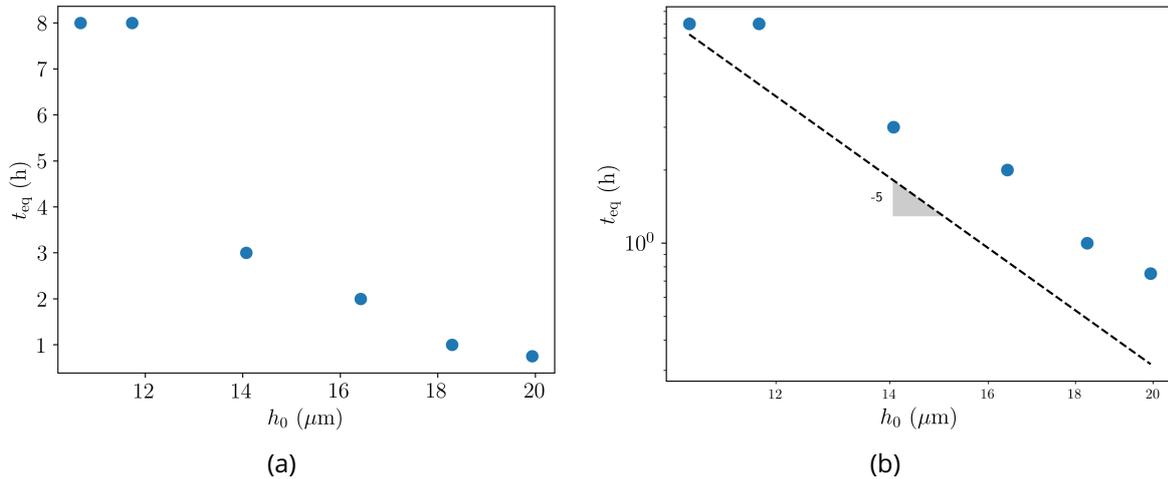


Figure 6.3 – Temps d'équilibre du ménisque en fonction de l'épaisseur initiale du film, pour une fibre de rayon $r_f = 100 \mu\text{m}$ (a) en échelle linéaire et (b) en échelle logarithmique. La droite en pointillés est une loi de puissance -5 dont le pré-facteur est choisi de façon *ad hoc*.

On estime le temps d'équilibre du ménisque en relevant à la main le temps à partir duquel la largeur du ménisque sature comme illustré sur la figure 6.1. On reporte ces mesures en fonction de l'épaisseur initiale du film sur la figure 6.3a. Les données montrent que plus l'épaisseur initiale est grande, plus l'équilibre est atteint rapidement. En effet, la forme d'équilibre du ménisque étant indépendante de h_0 , si l'épaisseur initiale est plus grande, les débits des écoulements sont donc plus grands et la dynamique pour aller à l'équilibre est plus courte.

6.2.2 Interprétation

On peut utiliser la loi d'échelle pour le temps nécessaire pour atteindre le minimum d'épaisseur du pincement t_{min} (Eq. 5.11) étant donné que celle-ci a été construite en supposant que le minimum d'épaisseur du pincement est atteint en même temps que l'équilibre du ménisque. On teste la dépendance en h_0 sur la figure 6.3b. Les données sont compatibles avec une évolution en h_0^{-5} . On teste l'ordre de grandeur de la loi d'échelle sur la figure 6.4a en traçant le temps d'équilibre expérimental en fonction de l'équation 5.11. Les données suivent approximativement une droite linéaire de pente 0.08. Ainsi, on peut dire que le temps d'équilibre du ménisque est en accord avec la loi d'échelle pour le temps pour atteindre le minimum d'épaisseur du pincement. Ainsi, si l'on trace le temps d'équilibre du ménisque t_{eq} en fonction du temps pour atteindre le minimum d'épaisseur du pincement t_{min} (Fig. 6.4b), il est cohérent de retrouver de nouveau un comportement approximativement linéaire. Finalement t_{eq} est environ 10 fois plus grand que t_{min} ce qui signifie que l'équilibre du ménisque arrive bien après le minimum du pincement mais les deux varient

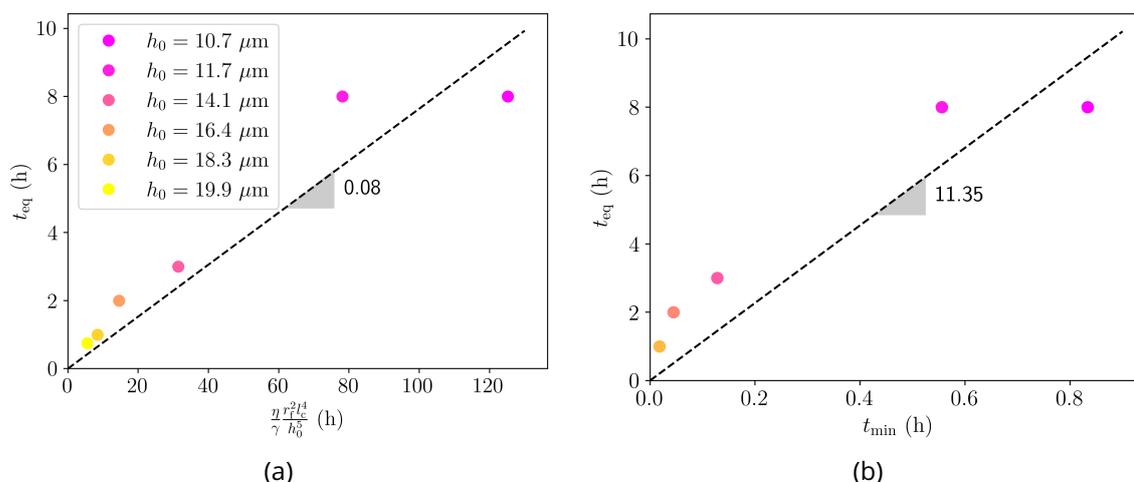


Figure 6.4 – Temps d'équilibre du ménisque en fonction (a) de son expression en loi d'échelle et (b) du temps pour atteindre le minimum d'épaisseur du pincement t_{min} , pour une fibre de rayon $r_f = 100 \mu\text{m}$. La légende est la même entre les deux figures. Les droites en pointillés sont des ajustements linéaires des données.

tout de même de façon similaire. Cela conforte notre modèle du chapitre 5 sur le minimum d'épaisseur du pincement et explique le petit préfacteur entre t_{min} et sa loi d'échelle obtenu sur la figure 5.9.

6.3 Courbure du ménisque

Nous avons vu dans le chapitre 5 sur l'épaisseur du pincement qu'il nous manque la dynamique de la courbure du ménisque pendant l'amincissement du pincement afin de vérifier si la loi d'échelle sur l'épaisseur du pincement d'Aradian *et al.* [8] correspond à nos données. A l'aide des diagrammes spatio-temporels nous ne pouvons mesurer que la largeur du pincement. En revanche, comme nous l'avons vu dans l'introduction (section 2.1), l'ascension visqueuse d'un ménisque est quasi-statique ce qui autorise à modéliser le ménisque par un ménisque statique dans le sens où il vérifie l'équation de Young-Laplace. De plus, Orr *et al.* [17] proposent une famille de profils de ménisque solution de l'équation de Young-Laplace, sans gravité, à courbure constante, déterminés chacun entièrement par leur courbure (Fig. 2.2). Ces profils peuvent être utilisés pour les temps courts où la gravité est négligeable. Dans notre cas, le ménisque n'est pas encore à l'équilibre donc il est encore en dépression et il faut donc choisir une courbure négative. A partir de la mesure de la largeur du ménisque, on peut trouver quel profil de ménisque de Orr *et al.* a cette largeur. Une fois le profil de ménisque correspondant trouvé, on calcule la courbure en z/r_m^2 avec z la hauteur du ménisque et r_m sa largeur. On trace sur la figure 6.5 l'évolution temporelle de la courbure. On s'intéresse aux temps courts étant donné que l'on cherche une loi de puissance pour la courbure du ménisque avant d'avoir atteint le minimum d'épaisseur du pincement donc bien avant l'équilibre du ménisque. Il ne semble pas y avoir de loi de puissance claire mais la courbure semble suivre une évolution en $t^{-1/4}$ pour les faibles épaisseurs initiales. Cette loi de puissance de l'évolution temporelle de la courbure du ménisque nous permet

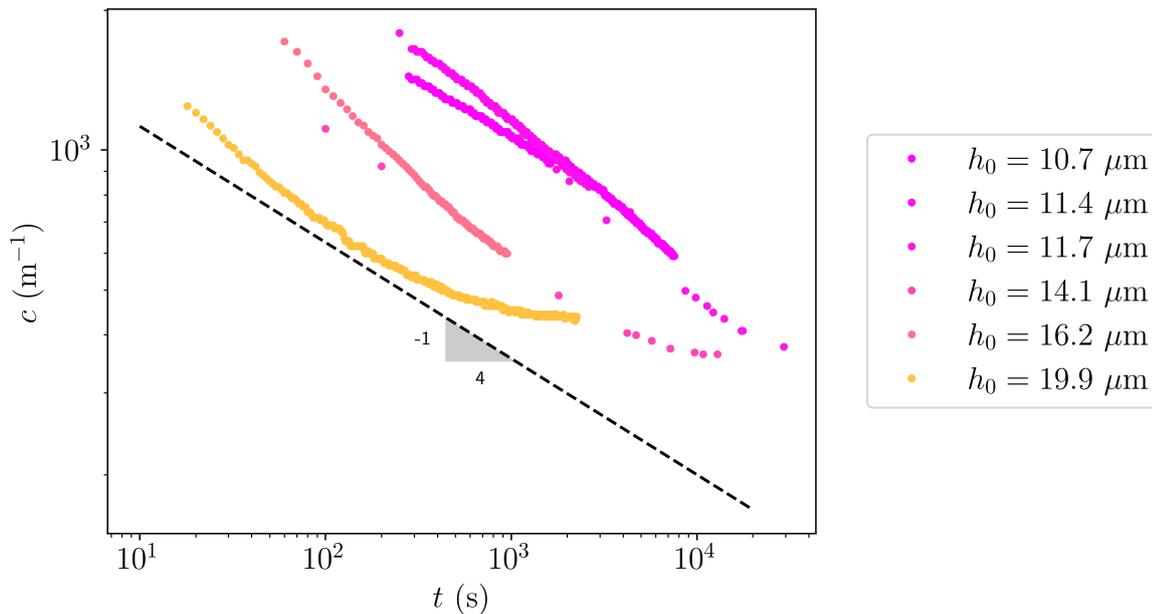


Figure 6.5 – Évolution temporelle de la courbure du ménisque pour plusieurs épaisseurs initiales h_0 , pour une fibre de rayon $r_f = 100 \mu\text{m}$. La droite en pointillés, de pente $-1/4$, est un guide pour l'œil.

de déterminer celle de l'épaisseur du pincement pendant son amincissement. En effet, en injectant la loi de puissance en $t^{1/4}$ pour la courbure du ménisque dans la loi d'échelle d'Ara-dian *et al.* $h_g \sim \frac{1}{c} \left(\frac{\eta}{\gamma} h_0 \frac{1}{t} \right)^{1/2}$, on obtient $h_g \sim t^{-1/4}$. Nous avons vu sur la figure 5.4 que cette puissance est en accord avec les données expérimentales pour l'amincissement du pincement pour une seule épaisseur initiale pour un rayon de fibre de $250 \mu\text{m}$. Or, pour cette expérience en particulier, la loi de puissance de la courbure du ménisque n'a pas été vérifiée. En effet, pour $r_f = 100 \mu\text{m}$, la gamme de temps explorée est trop restreinte. Il faut donc être prudent, au vu de la faible quantité de données, avec l'accord entre les expériences et la théorie pour l'évolution de l'épaisseur du pincement en $t^{-1/4}$ durant l'amincissement du pincement.

Conclusion

Pour une fibre de rayon $100 \mu\text{m}$, nous avons mesuré la largeur du ménisque sur les diagrammes spatio-temporels *via* la zone noire qui ne réfléchit pas la lumière vers la caméra. Nous avons extrait le temps d'équilibre du ménisque, qui diminue avec l'épaisseur initiale. Nous avons montré que t_{eq} varie comme le temps pour atteindre le minimum d'épaisseur du pincement t_{min} , même s'il est environ 10 fois plus grand. Ainsi la loi d'échelle de t_{min} correspond également à t_{eq} .

De plus, nous avons estimé la courbure du ménisque en combinant la mesure de la largeur du ménisque et les profils des ménisques sans gravité de Orr *et al.* [17]. A temps court, pour les épaisseurs initiales les plus faibles ($10 - 14 \mu\text{m}$), la courbure du ménisque évolue en $t^{-1/4}$ ce qui nous permet de prédire l'évolution temporelle de l'épaisseur du pincement h_g

Formation du ménisque

en $t^{-1/4}$ au cours de son amincissement, en accord avec une expérience. Il faudrait conforter cet accord avec plus de données mais cela voudrait dire que l'épaisseur du pincement est bien décrite par le modèle d'Aradian *et al.* [8] à savoir un écoulement de lubrification dû au gradient de pression de Laplace à droite du pincement entre le pincement et le film plat (loi d'échelle de w) avec les conditions de raccordement des solutions de chaque côté du pincement (cf section 1.3). Pour les épaisseurs initiales les plus grandes ($20 \mu\text{m}$), la dynamique est manifestement plus complexe.

Chapitre 7

Film de Newton

Dans ce chapitre nous étudions le même système que précédemment mais avec des épaisseurs initiales de l'ordre du micromètre plutôt que la dizaine de micromètres. Nous montrons qu'un film d'épaisseur constante de quelques nanomètres apparaît proche du ménisque et s'élargit. Nous proposons d'utiliser la loi d'échelle établie précédemment pour le minimum d'épaisseur du pincement afin de prédire l'épaisseur initiale critique pour observer ce film très fin. Ce chapitre, couplé au chapitre 5, a donné lieu à une publication dans la revue *Soft Matter* [32].

7.1 Observations

En explorant des épaisseurs initiales micrométriques, les diagrammes spatio-temporels sont significativement différents de ceux obtenus précédemment. Sur la figure 7.1, on montre trois diagrammes spatio-temporels obtenus pour une huile de viscosité de 3 mPa.s (V3). Nous avons choisi cette viscosité car les épaisseurs initiales étant très faibles, la dynamique est très longue. En effet, t_{\min} peut être de l'ordre de la semaine pour $\eta = 30$ mPa.s (V30) alors qu'il reste de l'ordre de la journée pour $\eta = 3$ mPa.s. On remarque sur les deux premiers diagrammes que la frange d'interférences la plus proche du ménisque (noir) s'élargit à partir d'un certain instant. Sur le premier la frange est beige alors qu'elle est bleue sur le deuxième. Sur le troisième, au début, on voit le pincement, qui est un peu séparé du ménisque, puis la frange du pincement s'élargit. En mesurant l'épaisseur du pincement, on se rend compte qu'il commence par s'épaissir, puis s'affine, puis la frange s'élargit. En réalité il y a également un pincement dans le deuxième, mais il est très proche du ménisque donc on ne voit pas très précisément ses couleurs sur le diagramme spatio-temporel et on ne peut pas mesurer son épaisseur tout du long.

On peut mesurer l'épaisseur au niveau de ces franges élargies. Dans ces franges, les épaisseurs sont très fines si bien que les spectres consistent en moins d'une oscillation et sont même monotones. On utilise la méthode de Scheludko présentée dans le chapitre 3 et qui consiste à inverser la relation $I_r(h)$ de l'intensité réfléchie en fonction de l'épaisseur puisque les spectres sont monotones. On obtient des épaisseurs de l'ordre de 10 nm. On appelle cette zone d'épaisseur constante *film de Newton* en référence aux films noirs de Newton dans les films de savon. Les films noirs de Newton sont des films de moins de 100 nm d'épaisseur, qui sont stabilisés par la répulsion de van der Waals. Une description complète de la dynamique de ces films nécessiterait donc d'ajouter aux équations de l'hydrodynamique la prise en compte des interactions entre les interfaces.

Une hypothèse pour l'apparition du film de Newton serait qu'il apparaît lorsque le pincement est suffisamment fin pour atteindre une épaisseur h_{vdW} à laquelle les forces intermoléculaires répulsives rentrent en jeu. La répulsion équilibrerait alors l'aspiration capillaire ce qui aurait pour conséquence une épaisseur constante en temps.

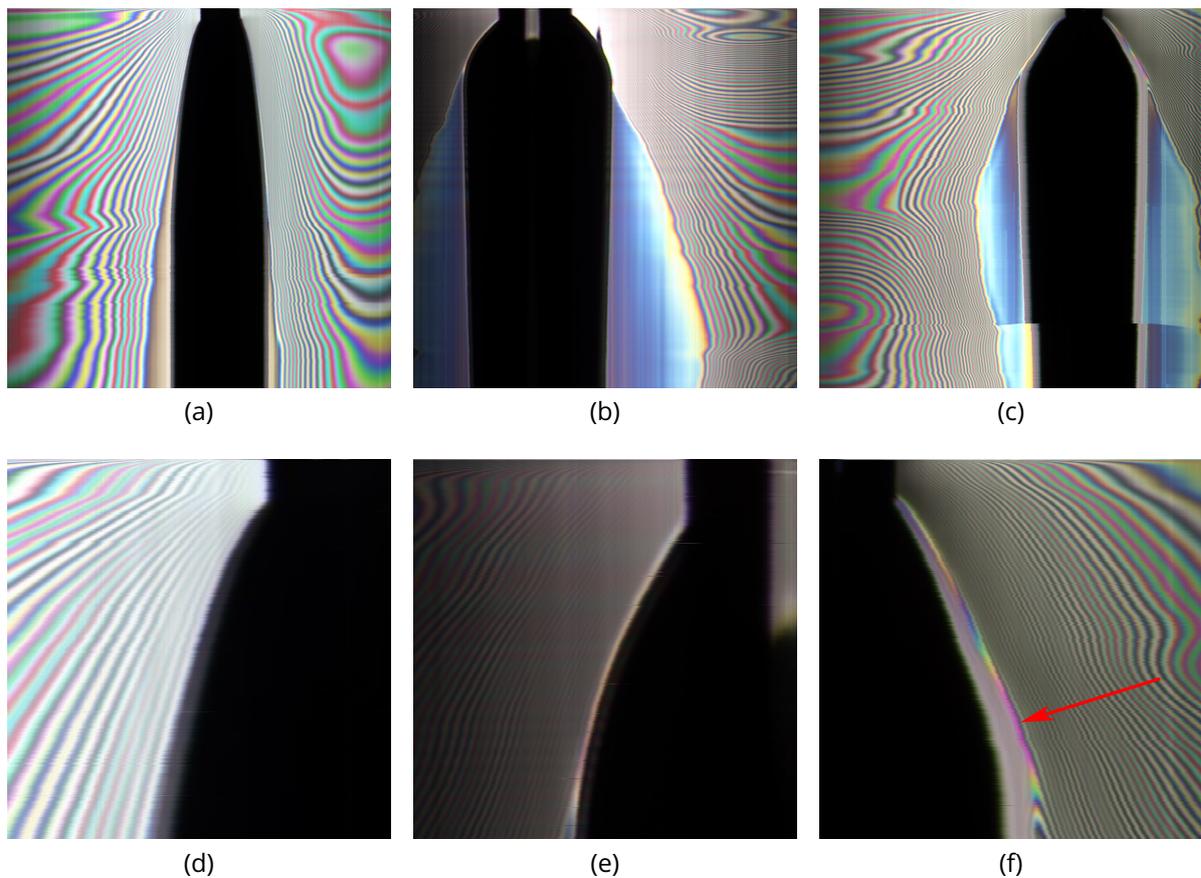


Figure 7.1 – (a), (b), (c) : diagrammes spatio-temporels des couleurs du film, issus de la caméra hyperspectrale. Chaque diagramme représente une durée de 28 h et une largeur de 4.5 mm. (a) $e_0 = 5.0 \mu\text{m}$, $r_f = 250 \mu\text{m}$: sur les côtés du ménisque (en noir), on voit apparaître une zone beige qui s'élargit. (b) $e_0 = 9.6 \mu\text{m}$, $r_f = 500 \mu\text{m}$: le pincement apparaît, très proche du ménisque, puis commence une zone bleue qui s'élargit. (c) $e_0 = 7.4 \mu\text{m}$, $r_f = 250 \mu\text{m}$: le pincement apparaît et est détaché du ménisque puis commence une zone bleue qui s'élargit. Ces trois expériences ont été réalisées avec une huile de viscosité $\eta = 3 \text{ mPa.s}$. (d), (e), (f) : agrandissements respectifs des diagrammes spatio-temporels situés au-dessus. Les rapports d'aspects des images ne sont pas conservés. (d) on ne voit pas la bande colorée du pincement. (e) on voit la bande colorée du pincement mais on ne peut pas mesurer l'épaisseur. (f) on voit la bande colorée du pincement qui présente un "aller-retour" dans les couleurs : vert-jaune-rose-jaune-vert qui dénote un extremum dans l'épaisseur, ici un maximum, au niveau du rose, indiqué par la flèche.

7.1.1 Diagramme de phase

Nous avons donc construit un diagramme de phase en utilisant le critère suivant. On note d'un point vert les situations où le film de Newton apparaît avant le minimum d'épaisseur du pincement. Cela correspond à notre hypothèse du pincement qui s'amincit suffisamment avant de remonter, c'est-à-dire qu'il s'amincit jusqu'à ce que les interfaces interagissent et qu'un film de Newton apparaisse. Dans les cas où il n'y a pas de film de Newton avant le minimum d'épaisseur du pincement, le point est noté en rouge.

Cependant il n'est pas toujours possible de mesurer l'épaisseur du pincement sachant que

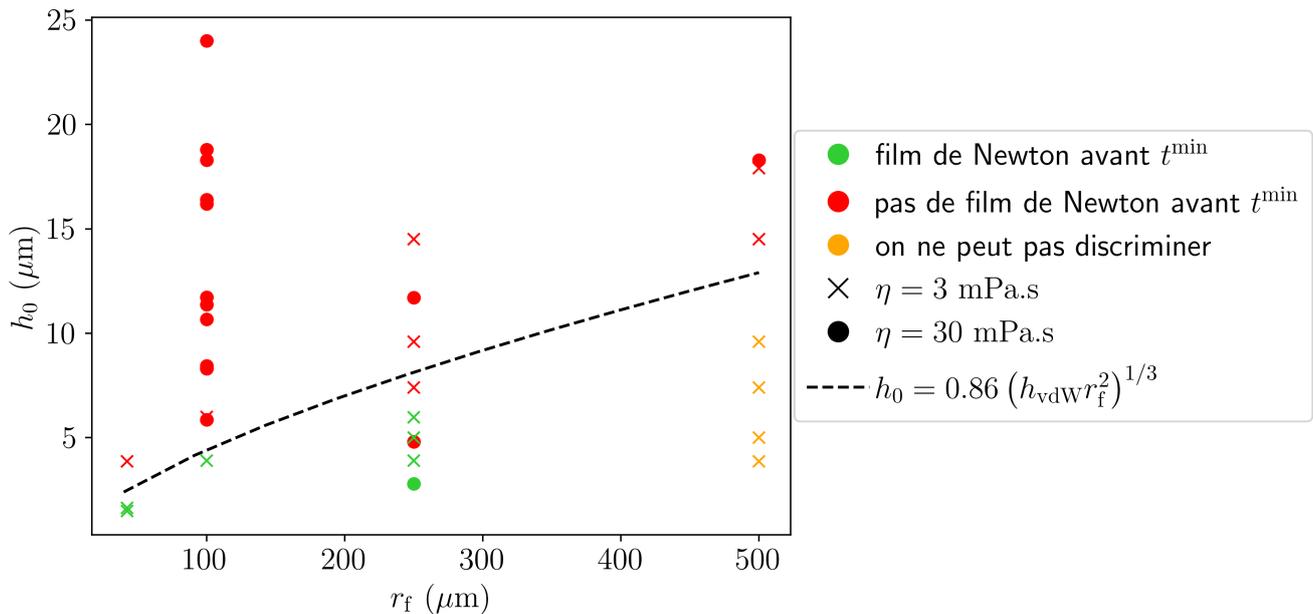


Figure 7.2 – Diagramme de phase du film discriminant entre les situations où le film de Newton apparaît avant le minimum d'épaisseur du pincement (*i.e.* avant t_{\min} , en vert) ou s'il n'y a pas de film de Newton avant t_{\min} (rouge). Les points orange correspondent aux expériences pour $r_f = 500 \mu\text{m}$ où t_{\min} ne peut pas être mesuré sur le diagramme spatio-temporel. Les paramètres variés sont l'épaisseur initiale du film h_0 , le rayon de la fibre r_f et la viscosité η . La courbe en pointillés correspond à la loi d'échelle de l'équation 7.1 avec le coefficient obtenu par l'ajustement fait sur la figure 7.5.

plus le film est fin plus le pincement est étroit et proche du ménisque, ce qui est le cas de la figure 7.1d où on ne voit pas la bande colorée du pincement. Dans ce cas, on compare le temps expérimental d'apparition du film de Newton avec le temps théorique pour atteindre le minimum d'épaisseur du pincement. Afin d'estimer ce t_{\min} théorique, on utilise la loi d'échelle de l'équation 5.11 que nous avons validée pour l'huile de viscosité 30 mPa.s, et le coefficient déterminé sur la figure 5.9. La loi d'échelle de t_{\min} n'est pas valide pour $r_f = 500 \mu\text{m}$ donc si l'on ne peut pas mesurer l'épaisseur, on ne peut pas discriminer entre les deux cas et les points seront en orange.

Pour certains films épais, on peut voir que le pincement remonte avant que le film de Newton apparaisse auquel cas cela ne correspond pas à notre description. C'est le cas de l'expérience de la figure 7.1c dont l'agrandissement sur la figure 7.1f montre que les couleurs du pincement font un aller-retour (vert-jaune-rose-jaune-vert) donc qu'il y a un extremum (ici maximum) d'épaisseur au niveau du rose. Nous avons observé ce phénomène uniquement pour l'huile V3. Cela peut être dû à l'évaporation de l'huile. En effet, les huiles de faibles viscosité sont souvent constituées de mélanges de chaînes de polymère de différentes longueurs, et les courtes chaînes s'évaporent. Nous avons mesuré la vitesse d'évaporation en mesurant l'amincissement d'un film au cours du temps sans déposer de tige. Pour l'huile V3 on obtient 90 nm/h et 75 nm/h pour l'huile V30. Ces deux vitesses d'évaporation étant proches, on peut penser qu'il peut se passer le même phénomène pour l'huile V30. Dans ce sens, le pincement aurait sa dynamique d'amincissement puis d'épaississement, sans être descendu jusqu'à une épaisseur suffisamment fine pour qu'un film de Newton appa-

raisse, puis l'amincissement dû à l'évaporation dominerait l'épaississement du pincement donc celui-ci s'amincirait de nouveau. Ainsi, dans ce cas de figure, on voit un film de Newton mais il n'est pas dû au fait que le pincement atteigne une épaisseur si fine que les forces de répulsion entrent en jeu mais au fait que l'épaisseur diminue à temps long à cause de l'évaporation. Ces points seront en rouge sur le diagramme de phase.

On trace le diagramme de phase sur la figure 7.2. On voit sur le diagramme que les points pour lesquels le film de Newton apparaît avant t_{\min} sont regroupés à faible épaisseur. Pour $\eta = 3 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ nous avons des transitions entre les deux phases pour tous les rayons de fibre testés sauf pour $r_f = 500 \mu\text{m}$ où il n'y a soit pas de film de Newton avant que l'on mesure que le pincement remonte ou où l'on ne peut pas mesurer l'épaisseur du pincement. Pour $\eta = 30 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, nous n'avons qu'une expérience où un film de Newton apparaît, ce qui nous donne une transition pour $r_f = 250 \mu\text{m}$. On peut alors déterminer une épaisseur initiale critique h_0^* entre la plus faible épaisseur initiale pour laquelle il n'y a pas de film de Newton avant t_{\min} et la plus grande épaisseur initiale pour laquelle on obtient un film de Newton avant t_{\min} .

7.1.2 Temps pour atteindre le minimum d'épaisseur et créer un film de Newton

On peut également mesurer le temps d'apparition du film de Newton t_{Newton} . On le trace en fonction de l'épaisseur initiale pour une fibre de rayon $r_f = 500 \mu\text{m}$ sur la figure 7.3. Les deux points correspondent à t_{Newton} mesuré à gauche et à droite de la fibre sur un même diagramme spatio-temporel. On voit qu'il y a de grands écarts entre la mesure à gauche et la mesure à droite : presque plus de 1 h. Cela est dû au fait que la perturbation du film par la fibre n'est pas axisymétrique pour la fibre de $500 \mu\text{m}$ de rayon. On voit également qu'il n'y a pas de tendance claire pour l'évolution de t_{Newton} avec h_0 . Cela s'explique probablement par le fait que les fibres ne sont pas toujours bien positionnées donc les échelles de temps ne sont pas toujours correctes car l'on vise une corde plutôt qu'un rayon du système (cf chapitre 3).

7.2 Interprétation

Le film de Newton apparaîtra si le minimum temporel d'épaisseur du pincement h_g^{\min} atteint une épaisseur h_{vdW} pour laquelle la pression de disjonction commence à avoir un effet *via* les interactions intermoléculaires.

7.2.1 Épaisseur initiale critique

On peut donc obtenir un critère sur l'épaisseur initiale du film pour que le film de Newton apparaisse en utilisant la loi d'échelle de h_g^{\min} (Eq. 5.10) et en remplaçant h_g^{\min} par h_{vdW} . On obtient l'épaisseur initiale critique pour atteindre le film de Newton h_0^* :

$$h_0^* \sim (h_{\text{vdW}} r_f^2)^{1/3} \quad (7.1)$$

Étant donné que h_g^{\min} croît avec h_0 d'après l'équation 5.10, toute épaisseur inférieure à h_0^* provoquera un h_g^{\min} inférieur à h_{vdW} donc un film de Newton.

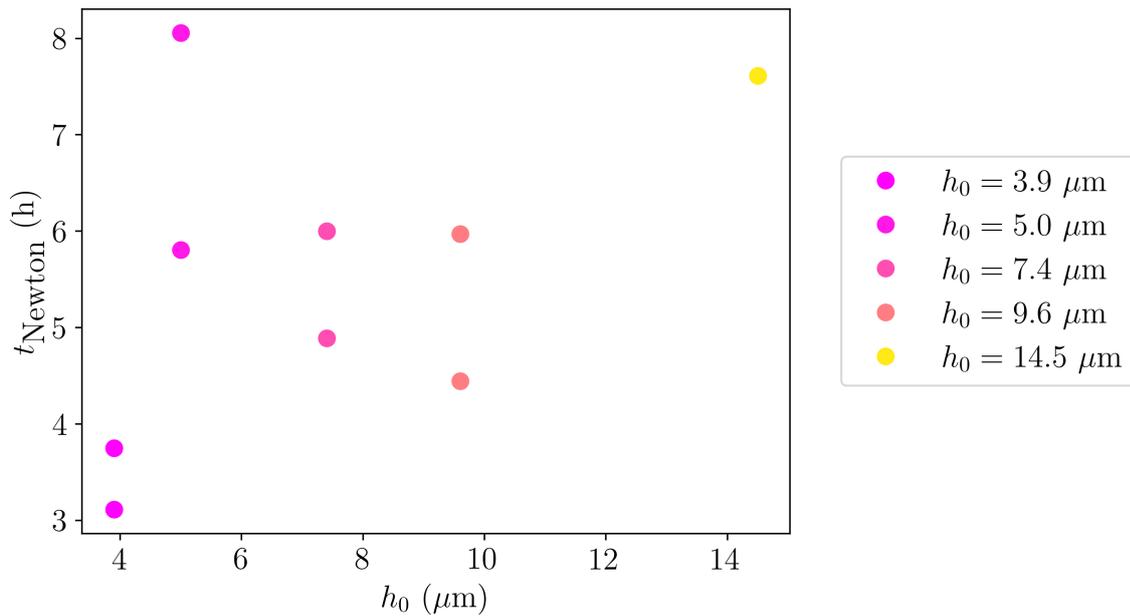


Figure 7.3 – Instant d'apparition du film de Newton en fonction de l'épaisseur initiale du film, pour une fibre de rayon $500 \mu\text{m}$ et une viscosité $\eta = 3 \text{ mPa}\cdot\text{s}$. Pour chaque épaisseur initiale, il y a deux points qui correspondent à t_{Newton} mesuré à droite et à gauche de la fibre sur un même diagramme spatio-temporel.

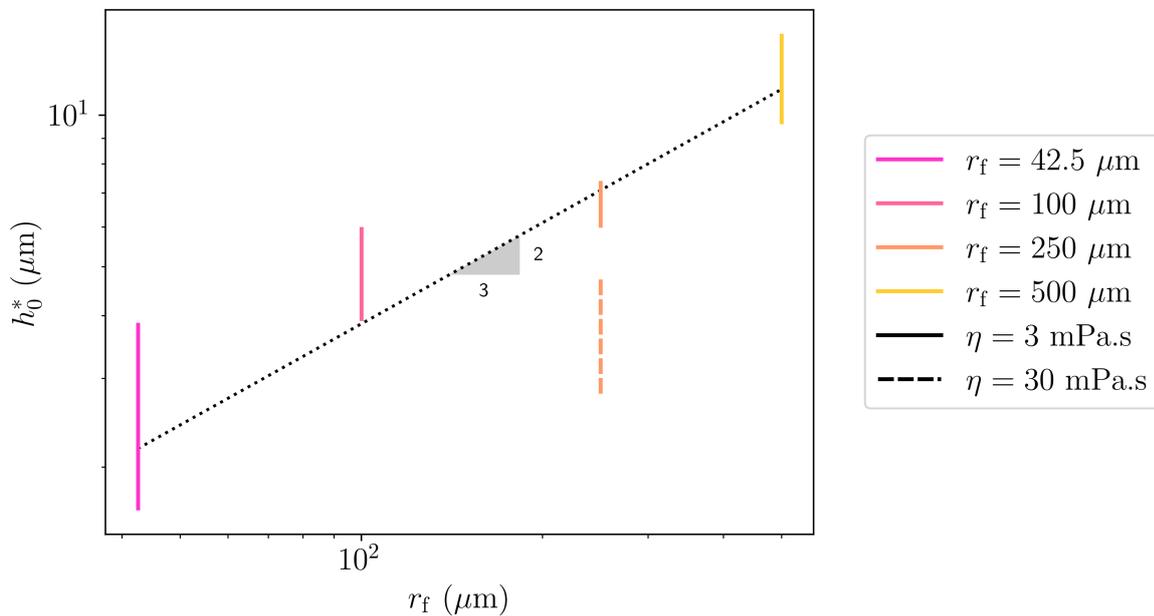


Figure 7.4 – Épaisseur initiale critique en fonction du rayon de la fibre pour une viscosité de $3 \text{ mPa}\cdot\text{s}$. Le bas des barres tracées correspond à l'épaisseur initiale maximale pour laquelle on voit un film de Newton avant t_{min} et le haut des barres correspond à l'épaisseur initiale minimale pour laquelle on ne voit pas de film de Newton avant t_{min} . La barre de dessous pour $r_f = 250 \mu\text{m}$ correspond à une viscosité de $30 \text{ mPa}\cdot\text{s}$. La droite en pointillés a pour pente $2/3$ et un pré-facteur *ad hoc*.

Film de Newton

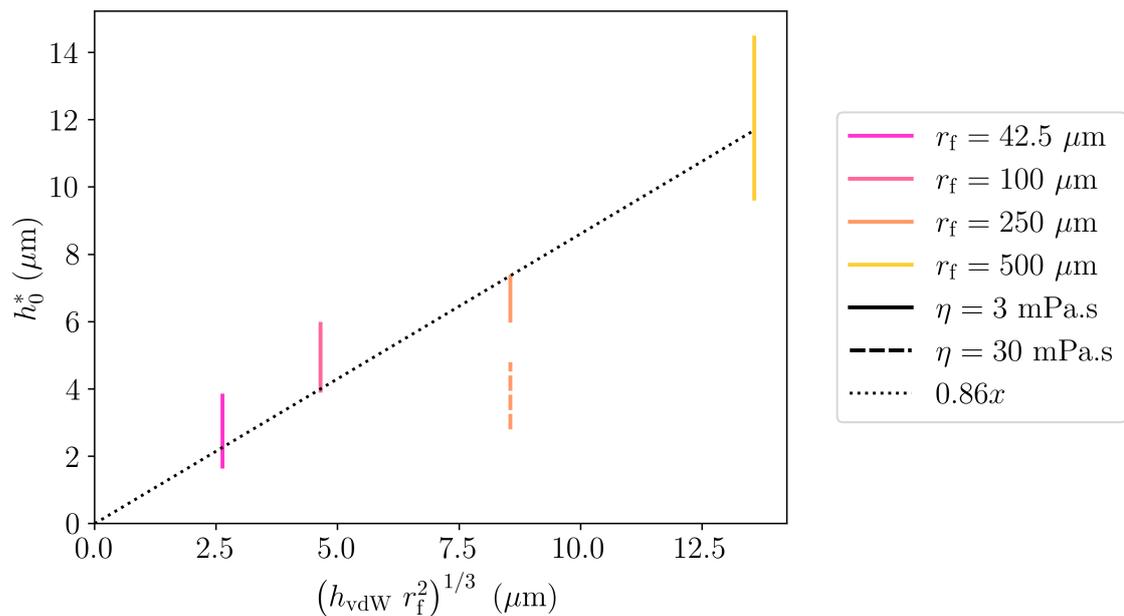


Figure 7.5 – Épaisseur critique h_0^* pour atteindre le film de Newton en fonction de la loi d'échelle de l'équation 7.1. Le bas des barres tracées correspond à l'épaisseur initiale maximale pour laquelle on voit un film de Newton avant t_{\min} et le haut des barres correspond à l'épaisseur initiale minimale pour laquelle on ne voit pas de film de Newton avant t_{\min} . La droite en pointillés est un ajustement pour les données de $\eta = 3$ mPa.s sans $r_f = 500$ μm .

On teste la dépendance en r_f sur la figure 7.4. Pour représenter h_0^* , on trace des barres dont le bas correspond à l'épaisseur initiale maximale pour laquelle on voit un film de Newton avant t_{\min} et le haut correspond à l'épaisseur initiale minimale pour laquelle on ne voit pas de film de Newton avant t_{\min} . On voit que pour $\eta = 30$ mPa.s, h_0^* est plus basse que pour $\eta = 3$ mPa.s mais on ne peut rien conclure étant donné qu'il n'y a qu'une seule expérience où un film de Newton apparaît pour $\eta = 30$ mPa.s. On voit que la variation en $r_f^{2/3}$ correspond aux données si l'on fait exception de $\eta = 30$ mPa.s.

On teste la loi d'échelle complète sur la figure 7.5. Les données pour $\eta = 3$ mPa.s sont compatibles avec un ajustement linéaire de pente 0.86 ce qui valide notre modèle. On trace la loi d'échelle avec ce coefficient sur le diagramme de phase (Fig. 7.2) et l'on voit que cela correspond bien à la démarcation entre les cas où il y a (vert) ou il n'y a pas (rouge) de film de Newton avant t_{\min} .

Il faudrait plus de données pour $\eta = 30$ mPa.s afin de déterminer si le modèle est compatible avec cette viscosité.

7.2.2 Temps pour atteindre le minimum d'épaisseur pour l'épaisseur initiale critique

On peut chercher une expression pour le temps t_{\min}^* nécessaire pour atteindre le minimum temporel d'épaisseur du pincement pour l'épaisseur initiale critique h_0^* qui est tel que $t_{\min}^* = t_{\min}(h_0^*)$. En combinant les équations 5.11 et 7.1, on obtient :

$$t_{\min}^* = \frac{\eta}{\gamma} r_f^{-4/3} l_c^4 h_{\text{vdW}}^{-5/3} \quad (7.2)$$

Puisque t_{\min} décroît avec h_0 d'après l'équation 5.11, et que h_0^* est l'épaisseur maximale pour avoir un film de Newton, cela signifie que t_{\min}^* est le temps minimal à attendre pour atteindre un film de Newton pour une huile et une fibre données. Pour h_0 inférieur à h_0^* , le temps t_{\min} sera supérieur à t_{\min}^* .

Conclusion

Finalement, nous avons mis en évidence, pour des épaisseurs initiales de l'ordre du micromètre, un film d'épaisseur constante en temps de l'ordre de 10 nm, proche du ménisque, et qui s'élargit, que nous appelons film de Newton. Nous supposons que ce film est issu du pincement qui s'est affiné jusqu'à atteindre une épaisseur à laquelle les forces de répulsion intermoléculaires ne sont plus négligeables. Nous avons mesuré le temps pour atteindre ce film de Newton mais il ne présente pas de tendance claire en fonction de l'épaisseur initiale du film. Afin de prédire une épaisseur initiale critique sous laquelle le film de Newton apparaît, nous utilisons la loi d'échelle établie dans le chapitre précédent sur le minimum d'épaisseur du pincement en supposant que ce minimum vaut l'épaisseur du film de Newton observé, à savoir de l'ordre de 10 nm. Cette loi d'échelle est en accord avec les expériences.

Chapitre 8

Position du pincement

Dans ce chapitre nous revenons sur des films d'épaisseurs initiales de l'ordre d'une dizaine de micromètres pour étudier la position du pincement au cours du temps.

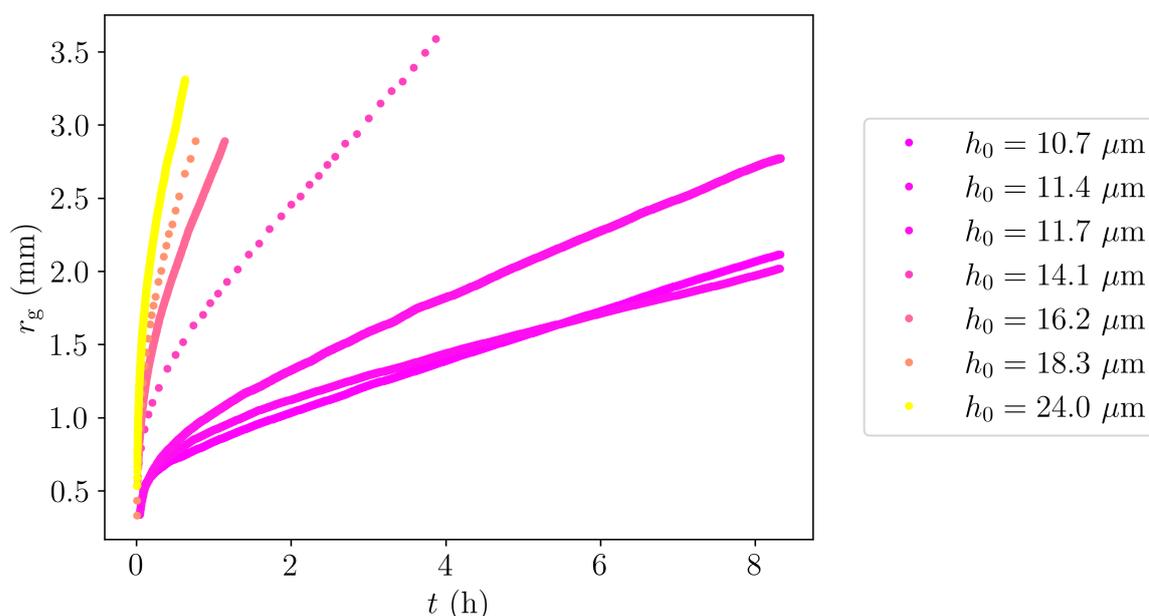


Figure 8.1 – Évolution temporelle de la position du pincement, pour une fibre de rayon $r_f = 100 \mu\text{m}$ et plusieurs épaisseurs initiales de film h_0 .

On mesure la position du pincement r_g pour la fibre de rayon $100 \mu\text{m}$ sur les diagrammes spatio-temporels en faisant passer une ligne segmentée au milieu de la bande colorée du pincement. On trace sur la figure 8.1 l'évolution temporelle de r_g . On voit que r_g augmente avec le temps, c'est-à-dire que le pincement s'éloigne de la fibre, et que r_g augmente avec l'épaisseur initiale du film h_0 . Cela se comprend car plus l'épaisseur initiale est élevée, plus les débits sont grands, plus le pincement peut se propager rapidement.

Sur la figure 8.2, on trace l'évolution temporelle de la position du pincement en échelle double logarithmique. Il n'y a pas de loi de puissance claire mais les plus grandes épaisseurs ($16 - 24 \mu\text{m}$) évoluent en $t^{1/4}$.

On peut se demander ce qui contrôle la propagation du pincement. Tout d'abord Aradian *et al.* [8] ne font pas de prédiction de la position du pincement étant donné que le pincement est pris comme référence entre les deux zones raccordées asymptotiquement. Une première option serait que le pincement suive une propagation capillaire ce qui correspond à la loi d'échelle pour w mentionnée dans l'introduction (Eq. 1.13 qui évolue en $t^{1/4}$) comme c'est le cas chez Hack *et al.* [14]. Or, la figure 8.3 montre que la loi d'échelle de w ne décrit pas bien nos mesures de la position du pincement. Cela se comprend car notre système et celui de Hack *et al.* ne sont pas les mêmes. En effet ils étudient une goutte d'eau de rayon

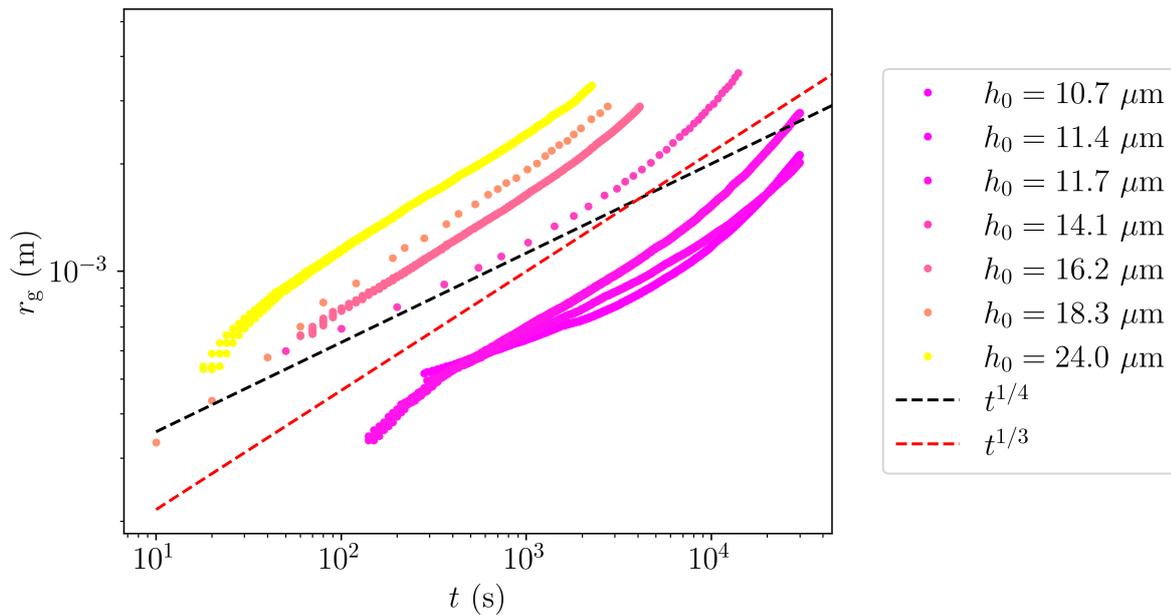


Figure 8.2 – Évolution temporelle de la position du pincement, en échelle logarithmique, pour une fibre de rayon $r_f = 100 \mu\text{m}$ et plusieurs épaisseurs initiales de film h_0 , en échelle double logarithmique.

45 μm sur un film d'huile silicone d'épaisseur initiale de 13–46 μm . Les échelles de longueurs sont comparables aux nôtres mais les géométries sont différentes entre un ménisque sur une sphère et un ménisque sur un cylindre vertical. De plus les conditions de mouillage ne sont pas les mêmes entre un ménisque d'huile sur de l'eau et sur du verre. Toutes ces raisons peuvent avoir un effet sur la forme du ménisque donc sur son aspiration ainsi que sur sa dynamique d'ascension, ce qui aura un impact sur la position du pincement. De plus, il peut sembler étonnant que pour Hack *et al.* [14] la loi d'échelle de w décrit la position du pincement. En effet, cette loi d'échelle ne prend pas en compte le ménisque et donc ne concernerait que la partie droite de la perturbation, à droite du pincement, où se fait l'écoulement de relaxation vers l'extérieur et non la partie à gauche du pincement dont les écoulements sont dominés par le ménisque. Finalement, dans notre cas, le pincement ne se propage pas comme une vague visco-capillaire.

Une autre option serait que la propagation du pincement soit dominée par le grossissement du ménisque : le pincement serait advecté par le ménisque qui grossit donc qui le pousse. Ainsi, la position du pincement et la largeur du ménisque seraient corrélées. Pour tester cette hypothèse, on trace sur la figure 8.4 la largeur du ménisque en fonction de la position du pincement. On voit que les deux longueurs sont corrélées à temps courts même si la valeur de r_m est plus faible que celle de r_g . Rappelons que r_m est la zone qui apparaît en noir sur les diagrammes spatio-temporels. Il ne serait donc pas étonnant qu'elle ne donne pas exactement la largeur du ménisque mais une taille un peu plus faible. Ainsi les deux longueurs sont corrélées mais nous n'avons pas trouvé de loi de puissance claire pour la largeur du ménisque (chapitre 6) et nous avons vu qu'il n'y en a pas non plus pour la position du pincement. A temps longs, la position du ménisque sature étant donné que le ménisque arrive à l'équilibre alors que le pincement continue de se propager. Ils sont alors découplés. On pourrait penser qu'une fois que le pincement est découplé du ménisque, il

Position du pincement

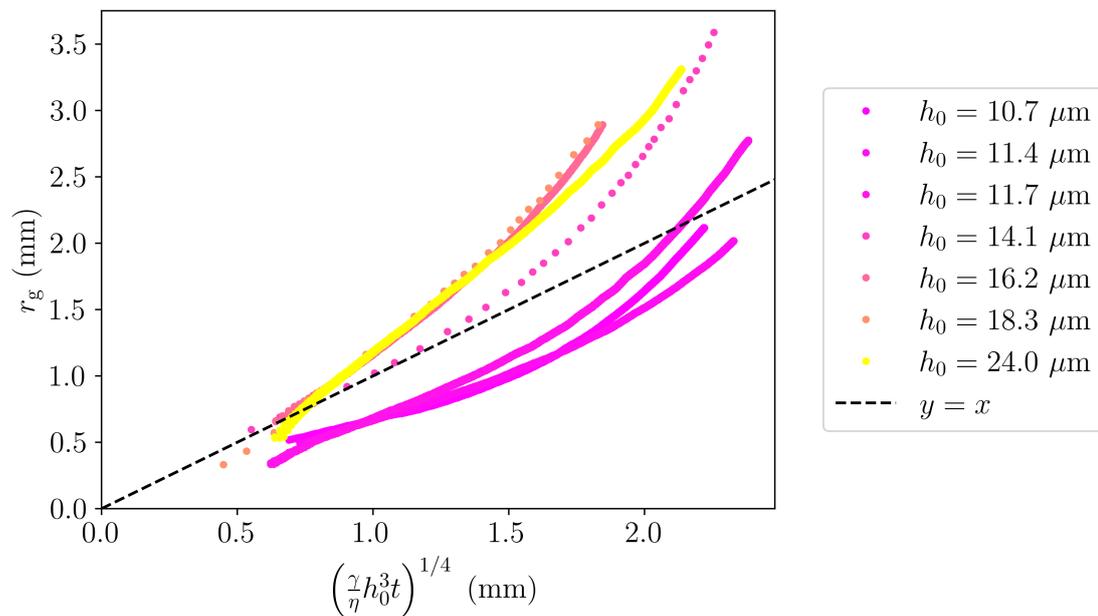


Figure 8.3 – Position du pincement en fonction de la loi d'échelle de w (Eq. 1.13), pour une fibre de rayon $r_f = 100 \mu\text{m}$ et plusieurs épaisseurs initiales de film h_0 .

se propagerait en $t^{1/4}$ comme une vague visco-capillaire. Ce n'est pas le cas comme on l'a vu sur la figure 8.2 où à temps longs le pincement se propage en $t^{1/3}$ ou avec une puissance plus élevée.

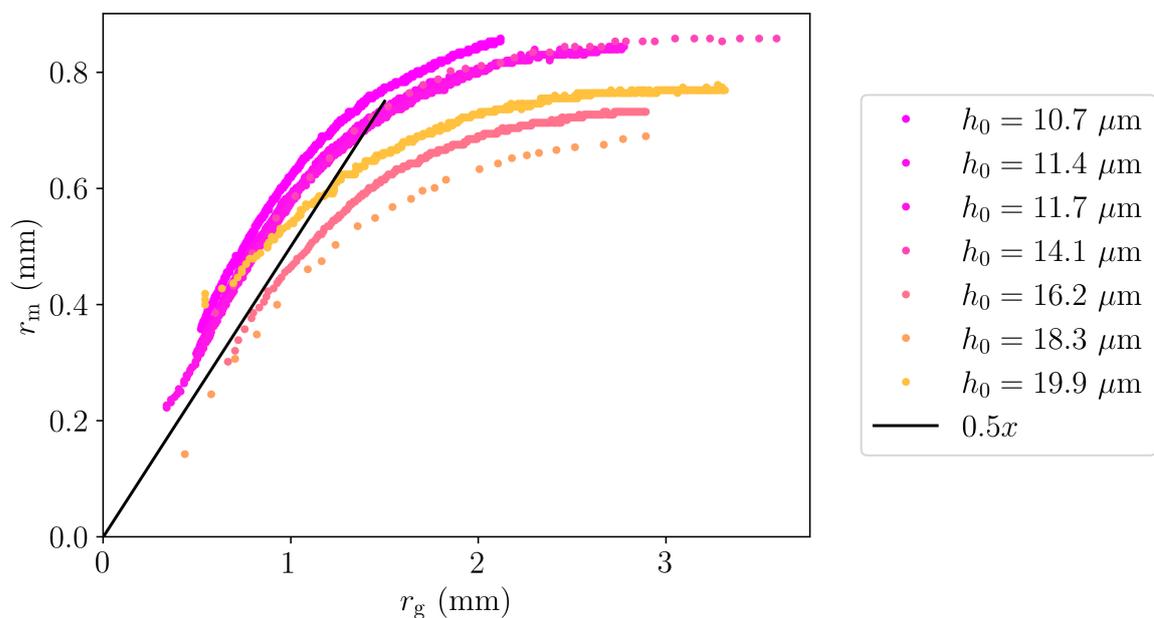


Figure 8.4 – Position du pincement en fonction de la largeur du ménisque. La pente de la droite noire a été choisie à la main.

Finalemment nous avons mesuré la position du pincement sur les diagrammes spatio-temporels pour la fibre de rayon $100 \mu\text{m}$. Nous avons montré que le pincement s'éloigne de la fibre, et ce plus rapidement pour les grandes épaisseurs initiales. L'évolution temporelle de la position du pincement ne semble pas suivre de loi de puissance claire. Cependant les plus grandes épaisseurs testées semblent évoluer en $t^{1/3}$. La loi d'échelle pour w ne décrit pas la position du pincement donc le pincement ne se propage pas comme une vague visco-capillaire. La largeur du ménisque et la position du pincement sont corrélées à temps courts puis la largeur du ménisque sature car il a atteint l'équilibre et le pincement continue de se propager. Ainsi on peut dire que jusqu'à l'équilibre du ménisque, le pincement est simplement translaté par la croissance du ménisque. Afin de proposer un modèle pour la dynamique de la position du pincement avant et après l'équilibre du ménisque, il faudrait avoir une meilleure idée des débits en présence pour écrire la conservation de la masse.

Conclusion et perspectives

Conclusion

Dans cette partie sur le pincement, nous avons mesuré des profils d'épaisseurs du pincement généré par un ménisque relié à un film fin. Pour ce faire, nous avons fabriqué un ménisque à l'aide d'une fibre de verre verticale et utilisé une caméra hyperspectrale pour obtenir la dynamique des profils d'épaisseur du film sur un rayon de la fibre.

A partir de ces mesures d'épaisseur nous avons pu étudier la **largeur du pincement** w , c'est-à-dire la distance entre le pincement et la bosse. Nous avons montré que la largeur du pincement suit la loi d'échelle maintenant classique de la littérature, basée sur un écoulement de lubrification dû à la courbure entre le pincement et le film plat.

Nous avons mesuré l'**épaisseur du pincement** h_g au cours du temps et montré qu'il atteint un minimum temporel h_g^{\min} . Au cours de la descente, l'épaisseur du pincement semble évoluer en $t^{-1/4}$ mais cela n'est pas corroboré par suffisamment de données. Cette loi de puissance ne correspond pas à la prédiction d'Aradian *et al.* [8], faite dans le cadre d'une courbure constante ce qui n'est pas le cas dans notre système. Au cours de la remontée du pincement, son épaisseur semble évoluer en $t^{1/2}$ mais encore une fois les données sont peu nombreuses.

Nous avons mesuré l'**épaisseur atteinte par le pincement à son minimum temporel** h_g^{\min} ainsi que le temps t_{\min} auquel il est atteint pour différentes épaisseurs de films et tailles de fibre. Les mesures sont en accord avec un modèle qui suppose que le minimum est atteint lorsque le ménisque atteint sa forme d'équilibre.

Nous avons mesuré la **largeur du ménisque** r_m au cours du temps pour une fibre de rayon $100 \mu\text{m}$ sans pouvoir mettre en évidence de loi de puissance pour l'évolution temporelle. La largeur du ménisque augmente au cours du temps jusqu'à saturer lorsque le ménisque arrive à l'équilibre. Nous avons mesuré le temps d'équilibre du ménisque t_{eq} et montré qu'il varie comme le temps pour atteindre le minimum d'épaisseur du pincement t_{\min} , même s'il est environ 10 fois plus grand, ce qui conforte notre modèle pour le minimum d'épaisseur du pincement. A partir de l'évolution temporelle de la largeur du ménisque, nous avons déduit l'évolution temporelle de la courbure du ménisque à l'aide des profils théoriques du ménisque proposés par Orr *et al.* [17]. La courbure du ménisque évolue en $t^{-1/4}$ pour certaines épaisseurs initiales. Si on injecte cette loi de puissance dans la loi d'échelle d'Aradian *et al.* pour l'épaisseur du pincement h_g , on obtient une évolution en $t^{-1/4}$. Cette loi de puissance est en accord avec les données expérimentales pour l'amincissement du pincement qui sont cependant en quantité trop limitée pour affirmer ce résultat.

En étudiant des films plus minces, c'est-à-dire de l'ordre de grandeur de $1 \mu\text{m}$ plutôt que $10 \mu\text{m}$, nous avons mis en évidence l'apparition d'un film très mince proche du ménisque, de l'ordre de 10nm , qui reste d'épaisseur constante au cours du temps et qui s'élargit. Nous supposons qu'il s'agit d'un équivalent au **film de Newton** dans les films de savon qui résultent de la compétition du drainage et des forces répulsives qui ne sont plus négligeables à ces épaisseurs. Nous prédisons l'épaisseur initiale critique h_0^* en-dessous de laquelle ce film de Newton apparaît, en accord avec les expériences.

Nous avons étudié la **position du pincement** r_g pour une fibre de rayon $100 \mu\text{m}$ sur des films d'épaisseur initiale de l'ordre de $10 \mu\text{m}$. Le pincement s'éloigne de la fibre et ce plus rapidement pour des grandes épaisseurs initiales. L'évolution temporelle de la position du pincement ne semble pas suivre de loi de puissance claire mais les plus grandes épaisseurs initiales étudiées semble suivre une évolution en $t^{1/3}$. Contrairement à Hack *et al.* [14], la loi d'échelle de w ne décrit pas la position du pincement, ce qui est probablement dû aux différences de systèmes. Ainsi le pincement ne se propage pas comme une vague visco-capillaire. En revanche, la position du pincement et la largeur du ménisque r_m varient de façon similaire avant que le ménisque n'atteigne son équilibre. Finalement, jusqu'à l'équilibre du ménisque, le pincement est simplement translaté par la croissance du ménisque.

Perspectives

Ce travail contient un certain nombre de questions non résolues. Voici donc quelques perspectives dans la continuité de ce travail.

Dynamique

La dynamique de construction du ménisque reste incomprise. Une difficulté pour caractériser cette dynamique est de bien comprendre les flux de liquide depuis le pincement vers le film plat d'une part et le ménisque d'autre part. Pour étudier les écoulements en présence, il est utile de s'intéresser aux débits. Il est possible de calculer le débit à partir des profils d'épaisseur expérimentaux :

$$Q(x, t) = \frac{\gamma}{3\eta} \frac{\partial^3 h(x, t)}{\partial x^3} h^3(x, t). \quad (8.1)$$

Un exemple de ce calcul est proposé sur la figure 8.5. Le profil d'épaisseur à un instant y est tracé en bleu. Comme le débit est obtenu grâce à l'équation 8.1, il nécessite le calcul de la dérivée troisième du profil d'épaisseur. La dérivée numérique des données expérimentales étant très bruitée, on interpole le profil à l'aide d'une *spline via* la fonction *splrep* de la bibliothèque *SciPy* de python que l'on dérive numériquement pour pouvoir calculer le débit Q qui est tracé en rouge. On observe que le débit est faible autour du pincement, ce qui est une hypothèse d'Aradian. Par ailleurs, le débit est négatif (la droite $Q = 0$ est matérialisée par la ligne horizontale en pointillés rouge) donc l'écoulement est vers le ménisque pour une position inférieure à x de l'ordre de $2,5 \text{ mm}$ et positif, donc l'écoulement vers le film, pour des positions plus éloignées de la fibre. Cela donne déjà une idée de la dynamique. Pour autant, il faut faire attention aux extrémités de la courbe du débit étant donnés les possibles effets de bord de l'interpolation. En effet, l'interpolation peut sembler retranscrire le profil d'épaisseur mais injecter des petites variations d'épaisseur qui n'ont pas lieu d'être et qui faussent d'autant plus les dérivées du profil donc le débit. Une perspective de ce travail serait donc de faire une véritable étude des débits, par exemple en les comparant à des simulations numériques.

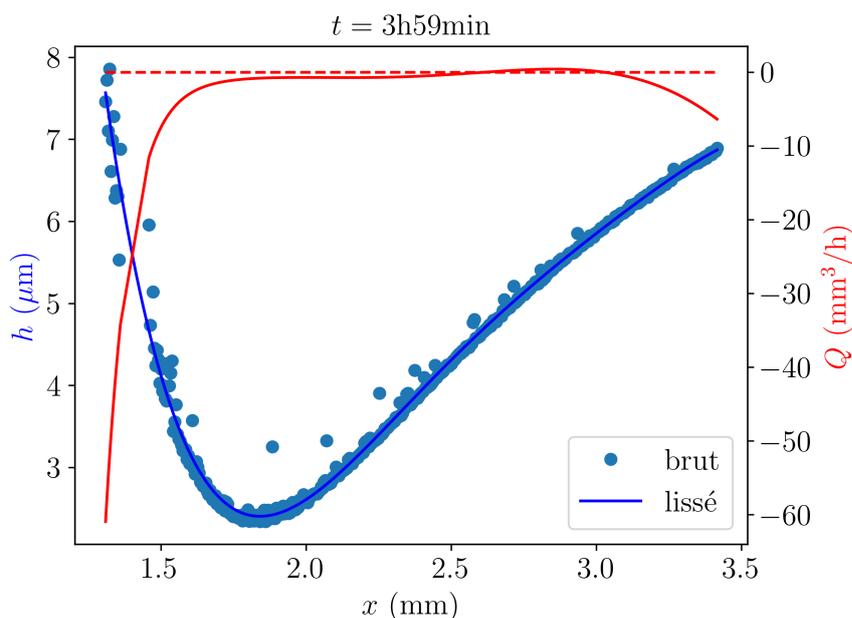


Figure 8.5 – Profil d'épaisseur en bleu et profil du débit en rouge pour un film de viscosité $\eta = 30 \text{ mPa}\cdot\text{s}$, d'épaisseur initiale $h_0 = 12 \mu\text{m}$, perturbé par une fibre de rayon $r_f = 500 \mu\text{m}$, à $t = 3 \text{ h } 59 \text{ min}$. La droite rouge en pointillés correspond à $Q = 0$. Le débit est obtenu à partir du profil d'épaisseur à l'aide de l'équation 8.1. Le profil d'épaisseur expérimental (points) est préalablement lissé et interpolé à l'aide de la fonction *splrep* de python (courbe continue bleue).

Caractériser le film de Newton

D'autres perspectives concernent le film de Newton qui pourrait être d'avantage caractérisé. Il faudrait mesurer son épaisseur afin de déterminer si elle correspond bien à une compétition entre les forces d'interactions moléculaires et le drainage du film. Il serait possible de mesurer sa largeur et sa vitesse d'élargissement et la comparer à la vitesse de rétraction lors du démoillage par exemple. On pourrait se pencher sur les causes de son élargissement. En effet, le film de Newton est si fin que l'aspiration du ménisque est totalement bloquée. Entre le film de Newton et le film plat, le nivellement capillaire doit toujours avoir lieu mais manifestement il n'épaissit pas de nouveau le film de Newton comme on pourrait s'y attendre. Une piste pourrait être un mécanisme dû à l'évaporation du type "effet de pointe" à la frontière entre le film épais et le film de Newton mais ce genre d'effet dépend fortement de la géométrie. Il faut aussi tenir compte du fait que la tension de surface dans le film de Newton est plus faible à cause de la pression de disjonction, ce qui crée un gradient de tension de surface entre le film de Newton et le film extérieur. Ainsi, cette question est assez complexe et mérite qu'on s'y intéresse.

Evaporation

Nous avons vu que l'huile silicone de faible viscosité $\eta = 3 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ s'évapore et que cela amène des comportements particuliers. En effet, il serait intéressant d'étudier la question de la perturbation de la surface d'un film fin en présence d'un liquide qui s'évapore pour se rapprocher d'avantage de la problématique industrielle. En effet, dans l'industrie du revêtement par exemple, les films liquides sont évaporés afin de créer un revêtement solide.

Gabrielle di Mauro, doctorante encadrée par Laurence Talini et François Lequeux à SVI (Surface du Verre et Interfaces), laboratoire mixte Saint-Gobain et le CNRS, travaillent avec ces systèmes. Ils étudient le séchage d'un film d'une solution de polystyrène dans du toluène d'épaisseur autour de $100 \mu\text{m}$ en présence d'une bille de rayon submillimétrique. A SVI ils peuvent étudier le profil d'épaisseur statique, une fois que le film a séché, à l'aide d'un profilomètre optique. Ils observent des caractéristiques communes à nos résultats : un pincement, une bosse.

Afin d'étudier la dynamique des profils d'épaisseur, Gabrielle di Mauro est venue au laboratoire en effectuer la mesure, avec la caméra hyperspectrale. La caméra hyperspectrale ne permet pas d'utiliser des billes car on ne peut pas les déposer de manière suffisamment contrôlée pour que la caméra soit bien réglée sur la bille. Nous utilisons donc des fibres. Les expériences doivent avoir lieu sous hotte à cause de la toxicité du toluène. Cela entraîne des problèmes expérimentaux, notamment les courants d'air de la hotte font bouger les fibres fines (sous $100 \mu\text{m}$ de rayon) ce qui empêche de déposer la tige à la bonne position sur le wafer. L'évolution des profils d'épaisseur obtenus est difficile à interpréter étant donné que le séchage fait varier la viscosité en espace, qui en retour induit des écoulement complexes à prédire. C'est l'objet de la thèse de Gabrielle di Mauro de mieux comprendre cette dynamique affectée par l'évaporation.

Deuxième partie

Films de savon caténoïdaux

Table des matières

9	État de l'art	81
9.1	Génération des films	81
9.2	Drainage dans les films de savon	84
9.3	Rupture	88
9.4	Caténoïde	88
10	Dispositif expérimental	91
10.1	Création de la caténoïde	91
10.2	Mesure d'épaisseur	91
10.3	Mesure de l'altitude sur la caténoïde	92
10.4	Observations qualitatives	93
11	Forme de la caténoïde	96
11.1	Visualisations	96
11.2	Forme d'un diabololoïde - introduction d'une tension de ligne	97
11.3	Théorème de décoration avec tension de ligne sur des caténoïdes	99
12	Épaisseur des caténoïdes	103
12.1	Profils d'épaisseur	103
12.2	Épaisseur initiale	104
12.3	Drainage du film d'une caténoïde	105
12.3.1	Courbes de drainage	105
12.3.2	Modèle	107
12.3.3	Comparaison avec le drainage des films plans verticaux et des bulles de surface	110
13	Rupture	112
13.1	Données	112
13.2	Modèle pour la longueur de rupture	113
	Conclusion et perspectives	116
	Conclusion Générale	118

Chapitre 9

État de l'art

Cette partie sera consacrée à l'étude de films de savon en forme de caténoïde en contact avec un bain. Comme expliqué dans l'introduction, s'il s'agit apparemment d'une situation très différente du pincement dans les films supportés étudié dans la première partie, elle présente en réalité un point commun d'importance : la connexion entre un film mince et un ménisque. Dans ce chapitre nous allons faire une revue de la littérature sur la génération, le drainage et la rupture des films de savon, avant d'introduire la caténoïde. Finalement, nous aborderons les questions sur lesquelles la configuration spécifique de la caténoïde peut permettre d'avancer.

9.1 Génération des films

Dans cette thèse, nous allons étudier la dynamique d'une caténoïde générée à partir d'un bain. La génération de films plans verticaux à partir d'un bain a été étudiée dans la littérature.

Saulnier *et al.* [33] ont observé deux zones dans les films de savons générés à partir d'un bain. Sur la figure 9.1a, on voit une partie supérieure où l'épaisseur est stratifiée comme le montrent les franges d'épaisseurs qui se succèdent, et une partie inférieure où l'épaisseur est homogène, comme schématisé sur la figure 9.1b.

Le mécanisme à l'origine de ces deux différentes zones au cours de la génération d'un film hors d'un bain a été introduit par Seiwert *et al.* [34] qui étudiaient des films horizontaux déjà générés puis soumis à une extension. Ils ont proposé le mécanisme suivant : lors de la génération des films de savon, le film commence par avoir une réponse élastique et par s'étendre ; en réaction à cette extension, le film tire sur ses extrémités et extrait un film plus épais depuis les ménisques.

De nombreuses études ont montré que cette partie inférieure de film homogène respecte la loi de Frankel [35-41] c'est-à-dire que l'épaisseur dépend de la vitesse de tirage V via le nombre capillaire $Ca = \eta V / \gamma$ tel que :

$$h_0 = 1.86 l_c Ca^{2/3}. \quad (9.1)$$

Seiwert *et al.* [42] et Champougny *et al.* [43] ont étendu ce résultat à la limite d'interfaces compressibles en introduisant une vitesse de surface différente de la vitesse de tirage. Il faut alors prendre en compte la capacité de l'interface à s'étendre à travers le paramètre $\Lambda = \frac{E}{\gamma Ca^{2/3}}$ qui fait intervenir l'élasticité de surface E . La loi de Frankel dans la limite d'interfaces compressibles s'écrit alors :

$$h_0 = \frac{1.86}{2} l_c Ca^{2/3} \alpha(\Lambda) \quad (9.2)$$

avec α une fonction obtenue numériquement. Ce modèle décrit bien leurs données pour différentes concentrations en tensioactifs donc différentes élasticités de surface (Fig. 9.2).

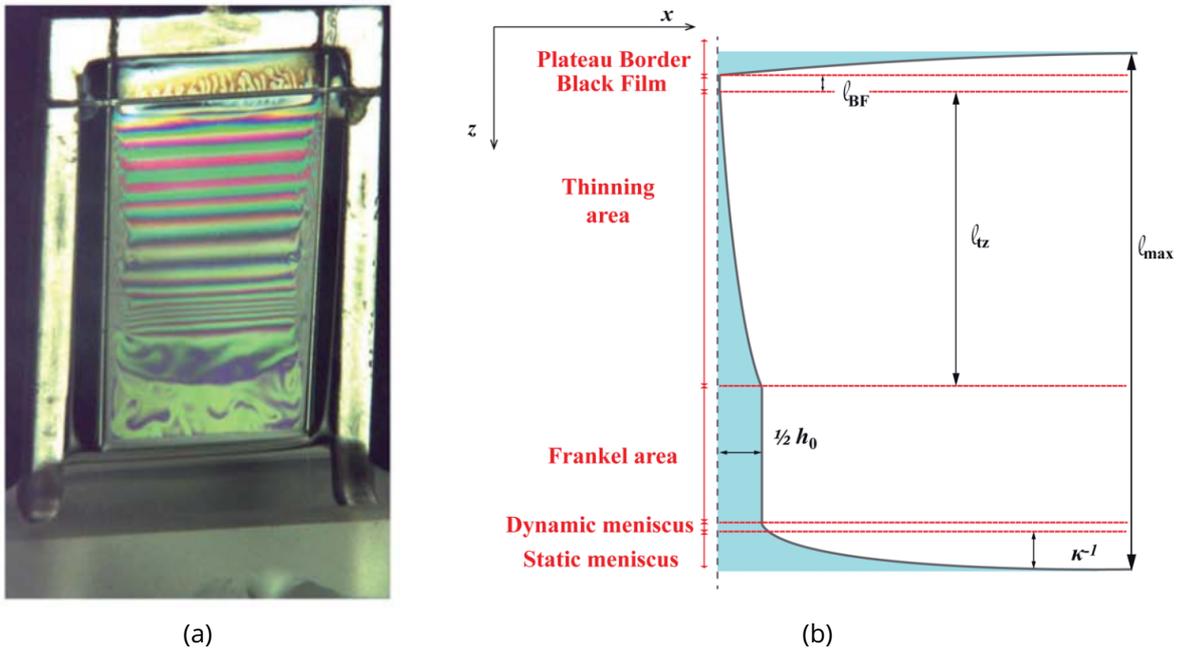


Figure 9.1 – (a) Photographie d'un film de savon vertical au cours de sa génération. On voit une partie supérieure où l'épaisseur est stratifiée comme le montrent les franges d'épaisseur, et une partie inférieure où l'épaisseur est homogène. (b) Schéma du film : dans la partie supérieure l'épaisseur diminue et dans la partie inférieure l'épaisseur est constante, c'est le film de Frankel. (Saulnier *et al.* [33])

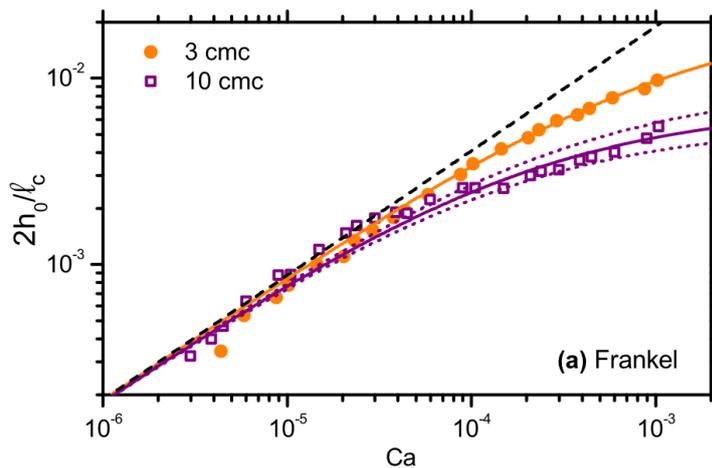


Figure 9.2 – Épaisseur initiale du film normalisée en fonction du nombre capillaire $Ca = \eta V / \gamma$. La droite en pointillés correspond au modèle de Frankel pour interfaces incompressibles et les courbes pleines correspondent à des ajustements du modèle de Frankel pour interfaces compressibles (Champougny *et al.* [43])

Pasquet *et al.* [44] montrent que la partie stratifiée des films de savon a un profil d'épaisseur exponentiel. Ils étudient des films de savon géants de 2 mètres de hauteur en mesurant l'épaisseur du film en un point par interférométrie, à l'aide d'un spectromètre. Ils montrent

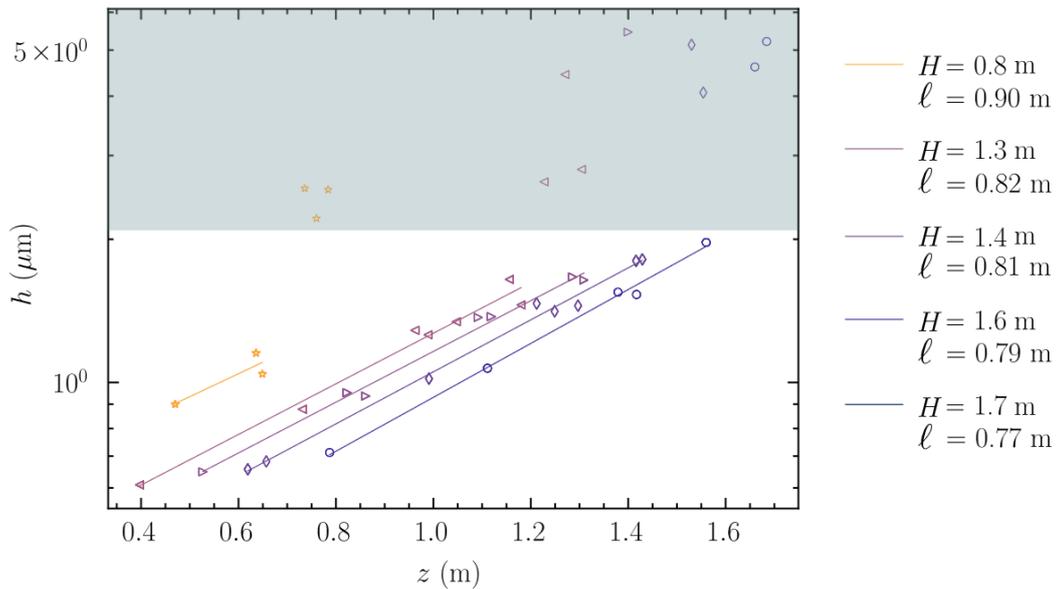


Figure 9.3 – Profils d'épaisseurs à différents instants qui correspondent à différentes longueurs H du film généré à cet instant. l est un paramètre ajustable qui correspond à la longueur du film à l'équilibre l_0 de l'équation 12.1 (Pasquet *et al.* [44]).

que les profils d'épaisseur sont exponentiels (Fig. 9.3). Ils mettent au point un modèle en utilisant l'équilibre mécanique du film qui se traduit par le fait que le gradient de tension de surface au sein du film équilibre le poids du film en tout point [45, 46] :

$$2 \frac{\partial \gamma}{\partial z} = -\rho g h. \quad (9.3)$$

La tension de surface varie lorsque le film est étendu ; elle est reliée à la variation d'épaisseur d'un élément de film étendu *via* l'élasticité de surface E :

$$\gamma = \gamma_0 + E \left(1 - \frac{h}{h_0} \right). \quad (9.4)$$

En injectant cette équation dans l'équation 9.3, on obtient une équation différentielle sur h qui donne un profil d'épaisseur exponentiel :

$$h(z) = h(H) e^{(z-H)/l_0}, \quad (9.5)$$

avec H la hauteur totale du film, et $l_0 = \frac{2E}{\rho g h_0}$ et h_0 la longueur et l'épaisseur du film dans son état de référence, c'est-à-dire au repos, sans être étendu. Ils ont montré que la longueur l_0 , qu'ils obtiennent en ajustant les profils d'épaisseur (Fig. 9.3), ne dépend pas du temps, ce qui signifie que l'état de référence du film est constant au cours du temps. Ils ont également montré que la partie supérieure des films centimétriques étudiés précédemment par Saulnier *et al.* a un profil d'épaisseur exponentiel [47].

C'est en réponse à cette extension, et tout au long de la génération, que le film relaxe en extrayant des films de Frankel des ménisques. Il s'agit des ménisques latéraux pour les films géants (Fig. 9.4) et du ménisque inférieur pour des films centimétriques comme nous l'avons vu sur la figure 9.1a.

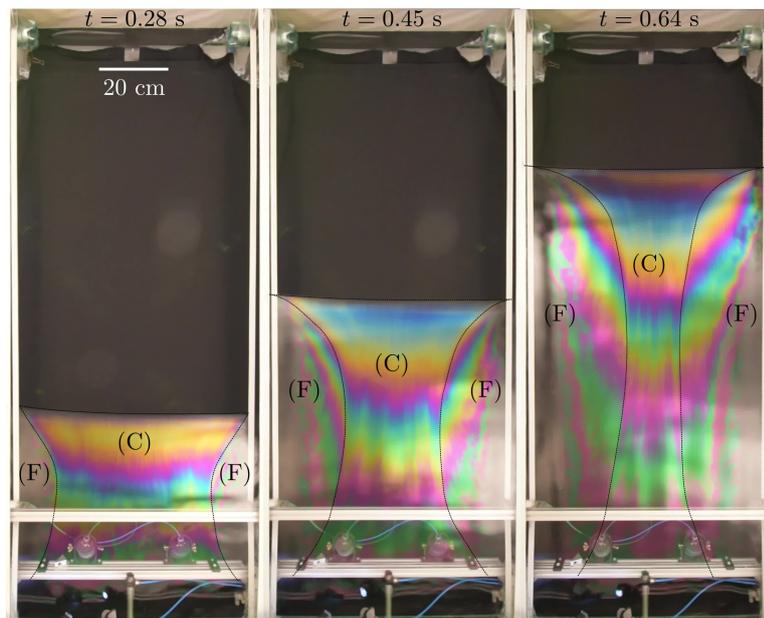


Figure 9.4 – Photographie d'un film géant au cours de sa génération. De chaque côté du film central (C) sont extraits depuis les ménisques des films de Frankel (F), plus épais. (Pasquet *et al.* [44])

9.2 Drainage dans les films de savon

Nous avons vu dans l'introduction (section 1) que Mysels *et al.* ont proposé le mécanisme de régénération marginale pour expliquer le drainage dans les films de savon "mobiles". Ce mécanisme repose sur l'hypothèse d'incompressibilité (donc d'inextensibilité) des interfaces. Cette hypothèse est compatible avec le champ de vitesse mesuré dans Seiwert *et al.* [6]. En effet, ils photo-blanchissent des portions de films d'un film de savon vertical et suivent ainsi l'écoulement (Fig. 9.5). Ils calculent la divergence de l'écoulement et montrent que les deux termes sont du même ordre de grandeur et opposés ce qui leur permet de conclure que l'écoulement est incompressible. Cela signifie que la surface se conserve.

Ainsi, un élément de film ne peut pas s'étendre pour s'affiner et participer à l'amincissement général du film. Il doit y avoir une réorganisation des éléments de films de différentes épaisseurs afin que les éléments épais soient absorbés puis régénérés au niveau des ménisques en éléments plus fins (régénération marginale). Gros *et al.* [5] ont proposé d'appeler cette réorganisation le jeu de taquin : les éléments fins créés au niveau des ménisques montent et les éléments épais descendent vers les ménisques, par flottabilité.

Dans le cas de films plans verticaux (Fig. 9.6), les *patches* de régénération marginale sont visibles au niveau du ménisque entre le film et le bain et également au niveau des ménisques latéraux où les *patches* remontent au sein de "gouttières" bien plus vite qu'au pied du film ce qui indique une plus grande contribution au drainage [3, 48].

Pour les bulles de surface, il n'y a pas de ménisque latéral et Miguet *et al.* [49] ont montré que c'est bien ce jeu de taquin qui contrôle l'amincissement du film. Ils montrent que l'amincissement de bulles de surface mesuré en tant que variation d'épaisseur dh/dt correspond à l'amincissement dû à la régénération marginale (Fig. 9.7). Ce dernier est mesuré *via* la vitesse de montée des *patches* générés au niveau du ménisque.

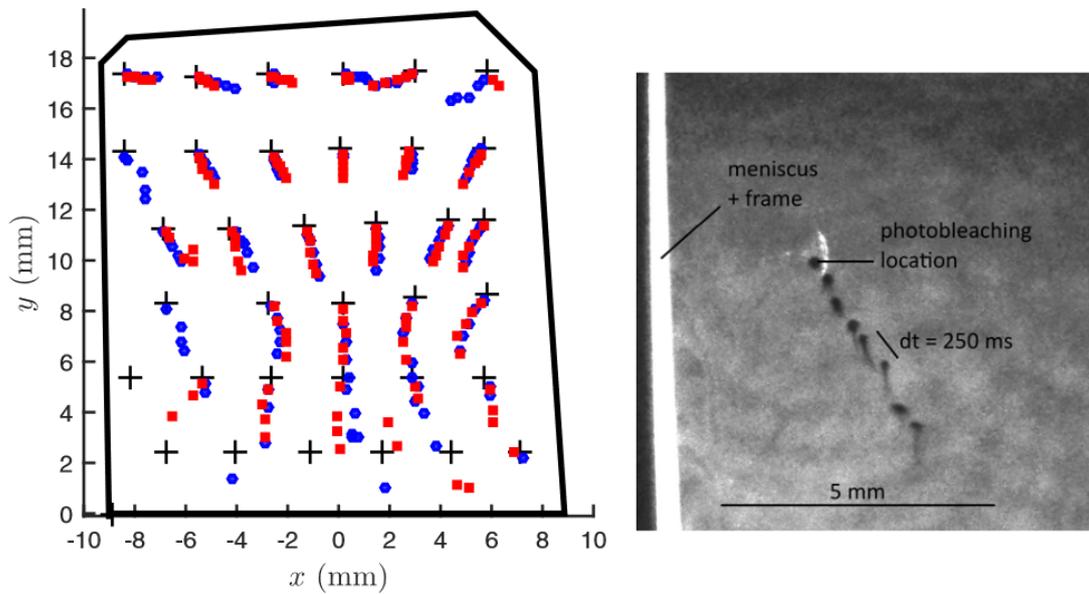


Figure 9.5 – (gauche) Cartographie des trajectoires des points photo-blanchis (droite) Photographie du film : les points forcés sont les points photo-blanchis (Seiwert *et al.* [6])

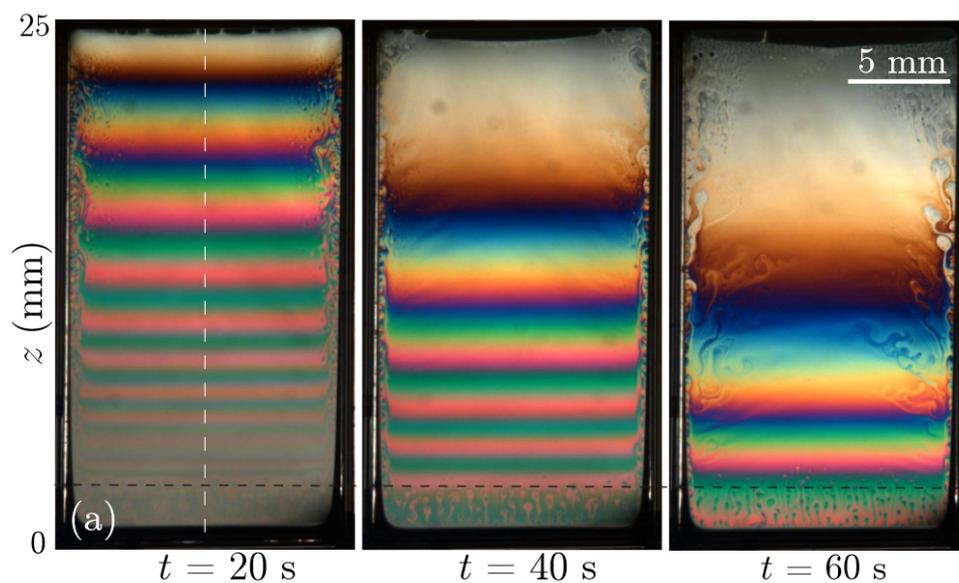


Figure 9.6 – Photographies d'un film plan au cours du temps. On voit la régénération marginale au niveau des bords inférieurs et latéraux du film (Monier *et al.* [48]).

Miguet *et al.* [50] ont réussi à prédire l'amincissement de bulles de surface. Ils génèrent des bulles de savon de taille millimétrique à la surface d'un bain et étudient le drainage de la bulle en mesurant l'épaisseur à son sommet en absence d'évaporation. Ils adaptent un modèle pour le drainage issu de Lhuissier et Villermaux [51] qui suppose que le débit d'amincissement est limité par l'écoulement de Poiseuille qui a lieu dans le pincement au pied de la bulle. Ils obtiennent une vitesse au niveau du pincement qui s'écrit :

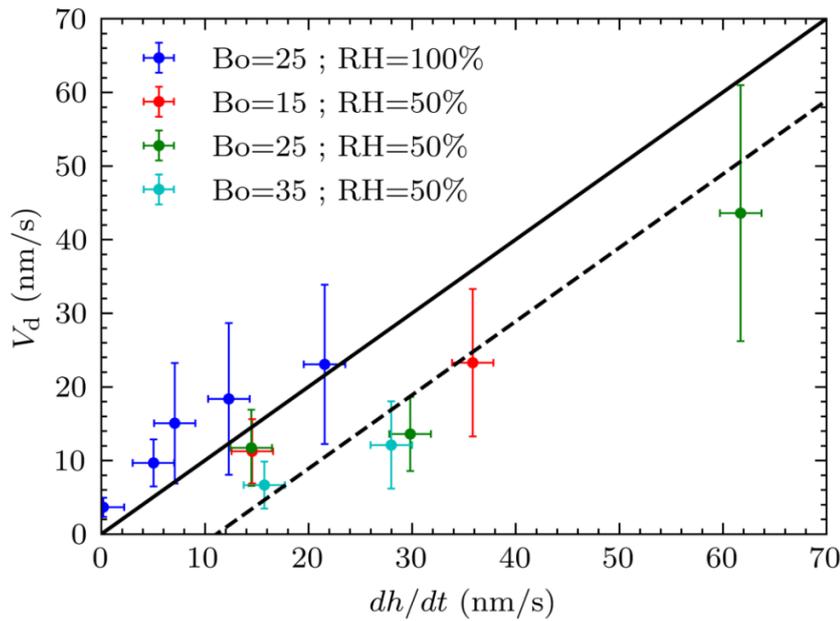


Figure 9.7 – Taux d’amincissement issu de la vitesse de montée des *patches* en fonction du taux d’amincissement extrait des courbes de drainage (Miguet *al.* [49])

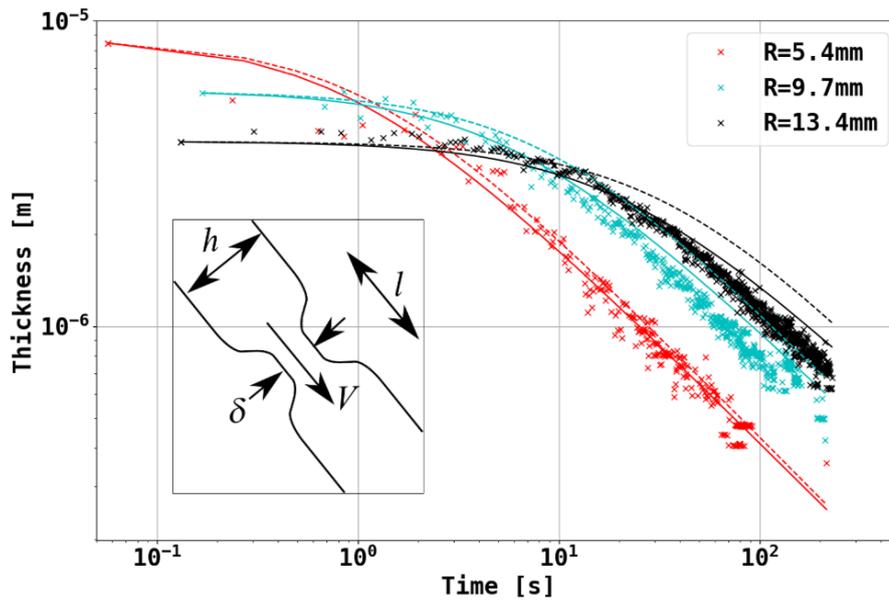


Figure 9.8 – Évolution temporelle de l’épaisseur au sommet d’une bulle de surface, pour différents rayons de la bulle, à 100 % d’humidité. Les courbes pleines correspondent au modèle faisant intervenir l’équation 9.6. (Miguet *et al.* [50])

$$V \sim \frac{\gamma}{\eta} \left(\frac{h}{R} \right)^{3/2}, \quad (9.6)$$

avec R le rayon de la bulle et h l’épaisseur du film de la bulle supposée uniforme. Ce modèle décrit bien leurs données pour l’épaisseur au sommet de la bulle pour des expériences sans

évaporation (Fig. 9.8). Le modèle de Lhuissier et Villermaux [51] décrit également bien les données de Poulain *et al.* [52].

Gros *et al.* [5] écrivent un modèle pour la vitesse V^{in} de rentrée des éléments de film épais dans le ménisque qu'ils écrivent :

$$V^{\text{in}} = \frac{\gamma}{\eta} \left(\frac{\lambda h^{\text{in}}}{2r_m} \right)^{3/2} \mathcal{F}(\xi), \quad (9.7)$$

avec h^{in} l'épaisseur de l'élément de film qui rentre dans le ménisque, donc qui correspond à h chez Miguet *et al.*, r_m le rayon du ménisque, λ un paramètre *ad hoc* et \mathcal{F} une fonction déterminée de ξ la fraction de la longueur du ménisque en contact avec les *patches* de régénération marginale. Leur modèle donne la même loi d'échelle pour la sortie de zones minces du ménisque.

Ainsi, suprenamment, ils trouvent la même loi de puissance en $h^{3/2}$ que Lhuissier et Villermaux en ne supposant pas un écoulement de Poiseuille dans le pincement. En effet, il n'est pas garanti que l'écoulement dans le pincement soit un écoulement de Poiseuille car la vitesse de surface peut être non nulle. Une interprétation pour expliquer cette même loi de puissance obtenue par deux approches *a priori* incompatibles serait que le drainage des bulles n'est pas limité par l'écoulement de Poiseuille à travers le pincement mais bien par l'entrée et la sortie de zones d'épaisseurs différentes dans le ménisque et qu'il s'avère que les deux lois d'échelle sont identiques.

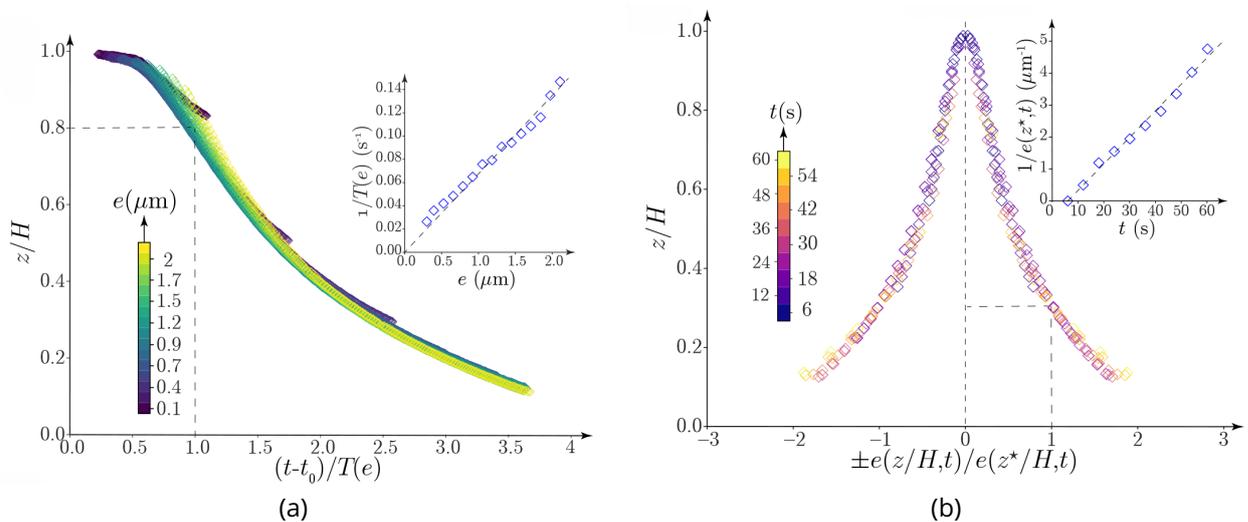


Figure 9.9 – (a) Positions de descente de différentes franges d'iso-épaisseur adimensionnées et (b) profils d'épaisseurs adimensionnés. H est la hauteur du film. (Monier *et al.* [48])

Monier *et al.* [48] montrent que le drainage de films de savon verticaux est auto-similaire (Fig. 9.9) ce qui permet d'universaliser l'étude de l'épaisseur des films de savon même en utilisant différentes approches expérimentales (profils d'épaisseur, épaisseur en un point au cours du temps, suivi des franges d'iso-épaisseur).

9.3 Rupture

La rupture des bulles de surface une fois générées a lieu lorsque le drainage et l'évaporation ont aminci le film jusqu'à ce qu'il soit trop fin. En effet, après avoir validé leur modèle

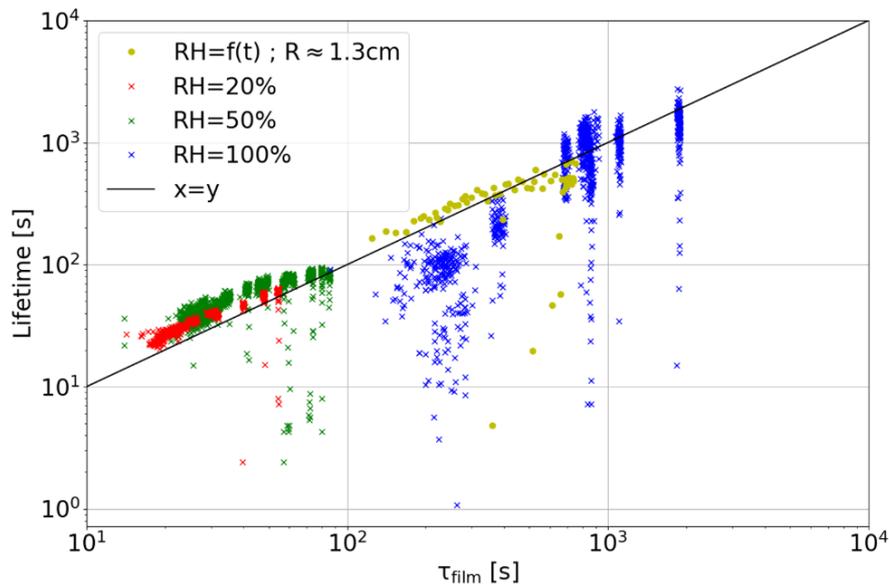


Figure 9.10 – Temps de vie expérimental de bulles de surfaces en fonction du temps de vie prédit à partir du drainage (Miguet *et al.* [50])

de drainage, Miguet *et al.* [50] ont montré que les temps de vie correspondent au temps nécessaire pour drainer le film d'une épaisseur de $10 \mu\text{m}$ à une épaisseur de 10 nm avec ce même modèle en prenant en compte l'évaporation (Fig. 9.10).

La rupture des films pendant leur génération a été étudiée par Saulnier *et al.* [33] et Champougny *et al.* [53]. Ils ont montré que la longueur du film au moment de la rupture L^* augmente avec la vitesse de tirage du film et l'humidité relative (Fig. 9.11) mais sans proposer de modèle.

9.4 Caténoïde

Par rapport à cette revue de la littérature concernant la dynamique des films plans verticaux et des bulles de surface, le fait d'étudier des caténoïdes présente un avantage dans le sens où les caténoïdes sont des films sans bords latéraux ce qui permet de simplifier le drainage en supprimant les "gouttières" des ménisques latéraux.

En effet, la caténoïde est une solution de surface minimale que l'on peut observer en faisant un film de savon entre deux anneaux et en faisant attention à ce qu'il n'y ait pas de films circulaires au niveau des anneaux (Fig. 9.12a). Dans ce cas la caténoïde est en contact avec de l'air à la même pression en tout point. D'après la loi de Laplace, la courbure est donnée par le saut de pression entre l'air et la solution savonneuse. Ce saut de pression doit être égal de part et d'autre de la caténoïde. Or, de part et d'autre de la caténoïdes, le saut de

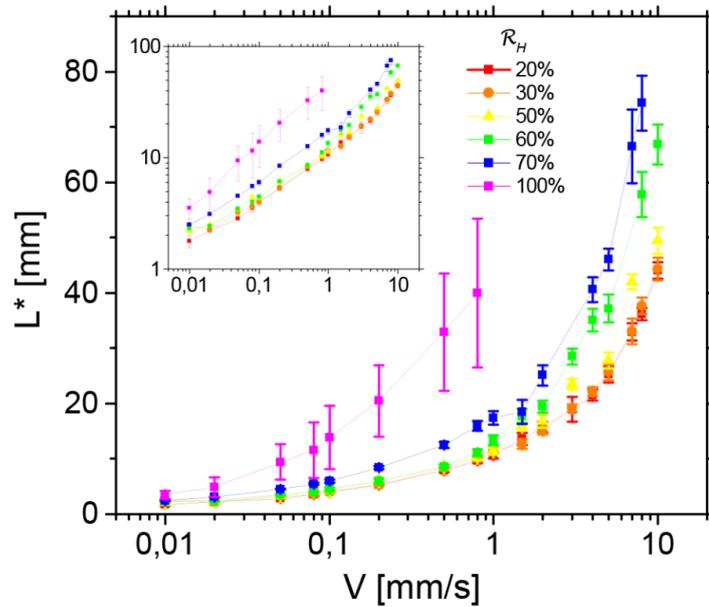


Figure 9.11 – Longueur d'un film vertical plan de TTAB à 4 cmc à la rupture en fonction de la vitesse de génération, pour différentes humidité relatives R_H codées en couleurs. (Champouigny *et al.* [53])

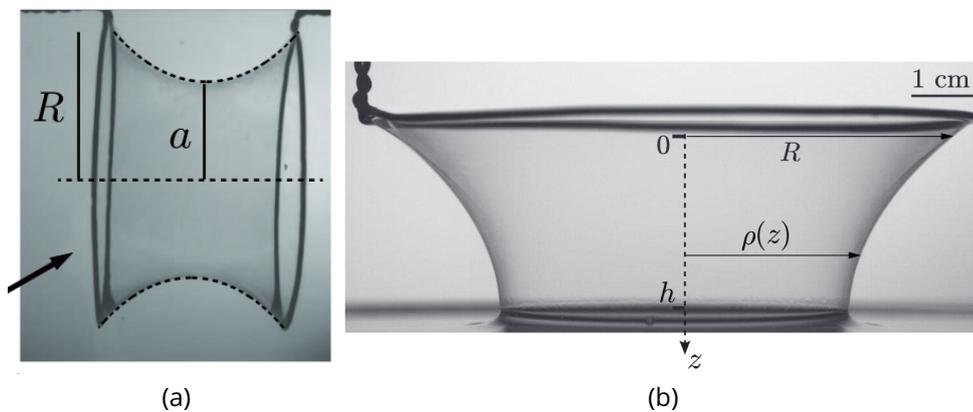


Figure 9.12 – Photographies d'une caténoïde entre deux anneaux circulaires et d'une caténoïde semi-symétrique en contact avec un bain de liquide (Salkin *et al.*) [54]

pression a la même valeur absolue mais est opposé. Ainsi la seule solution est que le saut de pression soit nul donc la courbure nulle également.

Cette condition mène à la forme de la caténoïde qui est la surface de révolution obtenue à partir d'une courbe de chaînette :

$$r = a \cosh\left(\frac{z}{a}\right), \quad (9.8)$$

avec les notations de la figure 9.12a.

Salkin *et al.* [54] étudient différentes formes de caténoïdes et montrent que la caténoïde en contact avec un bain est une demi-caténoïde comme on le voit sur la figure 9.12b. C'est cette configuration qui nous intéresse.

Ainsi la caténoïde va nous permettre de bénéficier d'une nouvelle géométrie pour simplifier l'étude du drainage et pour tester des modèles déjà appliqués à des films plans verticaux ou des bulles de surface. Parmi les questions qui restent ouvertes, nous avons vu que deux modèles coïncident pour le drainage et que ce qui détermine la longueur du film à la rupture n'est pas compris.

Ainsi nous allons commencer par décrire le dispositif expérimental. Nous verrons ensuite que la forme de la caténoïde en contact avec un bain n'est pas si simple. Puis nous aborderons la génération et le drainage des caténoïdes à travers des mesures d'épaisseur au cours du temps et le long de la caténoïde pour enfin étudier la rupture.

Chapitre 10

Dispositif expérimental

Dans ce chapitre nous allons présenter le dispositif expérimental qui nous permet de générer des caténoïdes et d'étudier leur forme, leur drainage et leur stabilité.

10.1 Création de la caténoïde

Le dispositif expérimental est repris des doctorantes et doctorants précédents dans l'équipe [55], et avait jusque là été utilisé pour générer des films rectangulaires verticaux. Le dispositif expérimental (Figs. 10.1 et 10.2) consiste en un anneau horizontal de section circulaire réalisé à l'imprimante 3D fixé à un capteur de force et un réservoir de liquide savonneux placé sur plateforme mobile que l'on fait monter jusqu'à ce que l'anneau plonge dans le liquide. Le liquide savonneux est une solution de TTAB (bromure de tétradécyltriméthylammonium, Sigma Aldrich) dont la concentration est deux fois la concentration micellaire critique (cmc). On choisit une concentration supérieure à la cmc pour ne pas avoir d'effet d'adsorption/désorption de tensioactifs. On abaisse ensuite le réservoir à une vitesse typique de 1 mm/s afin de générer une caténoïde. Le capteur de force permet de détecter la rupture du film et donc d'automatiser la génération de films. Cela est particulièrement utile pour l'étude de la rupture des films, où il est nécessaire d'avoir un grand nombre de répétitions pour avoir une bonne statistique.

On se place à 100 % d'humidité pour ne pas avoir d'évaporation afin d'étudier uniquement l'effet du drainage sur l'amincissement du film. On atteint 100 % d'humidité à l'aide d'un brumisateur pour bébé dont la brume est envoyée dans la boîte entourant le dispositif expérimental. On veille à ce que le nuage de condensation qui se forme au bas de la boîte n'atteigne pas le film de sorte que le film ne soit pas "nourri" par la condensation ce qui fausserait son amincissement.

10.2 Mesure d'épaisseur

On mesure l'épaisseur à l'aide d'un spectromètre (Ocean Optics). L'épaisseur est traitée à l'aide du module python *oospectro* [28]. Afin de détecter les interférences, la lumière émise par le spectromètre doit revenir sur le spectromètre. Il faut donc toujours orienter le spectromètre de sorte qu'il soit perpendiculaire à l'interface. Dans le cas de films plans c'est relativement aisé mais cela devient tout de suite plus compliqué pour l'interface courbe d'une caténoïde. On peut déplacer le spectromètre en x , y et z . Il est de plus monté sur un goniomètre pour pouvoir varier son inclinaison. Pour varier l'altitude, on procède de proche en proche. Par exemple, on règle le spectromètre perpendiculaire à la caténoïde en bas du film. Ensuite, on va déplacer légèrement le spectromètre dans la direction verticale et régler le goniomètre pour que le rayon incident soit perpendiculaire à l'interface. Heureusement, cela se voit assez facilement puisque c'est la seule position à laquelle on détecte des inter-

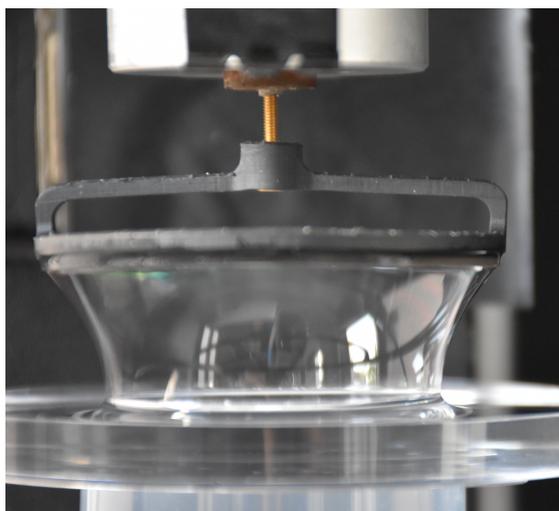


Figure 10.1 – Photographie d'une caténoïde générée à partir d'un bain de liquide savonneux.

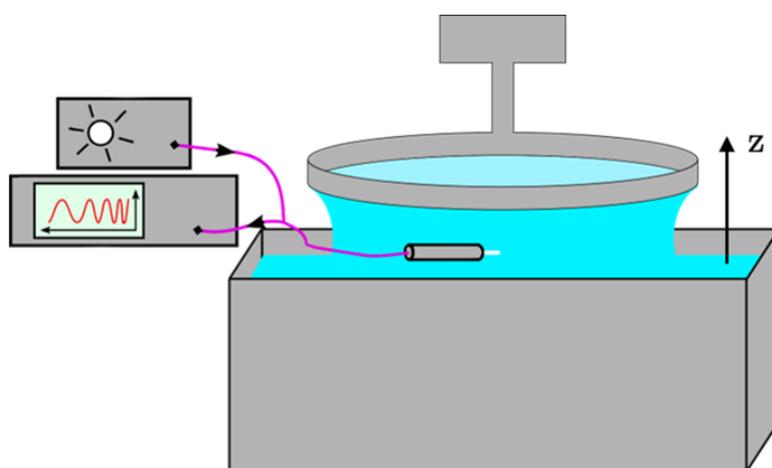


Figure 10.2 – Schéma du dispositif expérimental : la caténoïde est créée sur un anneau fixe grâce à une cuve mobile de liquide savonneux. Un spectromètre vise la caténoïde et mesure son épaisseur.

férences. Une fois la position du spectromètre réglée, il reste à déterminer à quelle position sur la caténoïde il pointe, ce qui est l'objet du prochain paragraphe.

10.3 Mesure de l'altitude sur la caténoïde

Afin de mesurer des profils d'épaisseur de la caténoïde, il faut pouvoir mesurer l'altitude sur la caténoïde. Celle-ci est mesurée à partir de l'altitude sur un morceau de papier millimétré disposé verticalement, au niveau de la caténoïde, en face du spectromètre. La trace du rayon lumineux sur le papier millimétré (point noir sur la figure 10.3) est visible et on peut déterminer son altitude grâce aux graduations. On obtient l'altitude sur la caténoïde à l'aide d'un code qui prend l'altitude sur le papier millimétré et qui retrouve le point d'intersection du faisceau du spectromètre avec la caténoïde tel que ce faisceau soit perpendiculaire à la

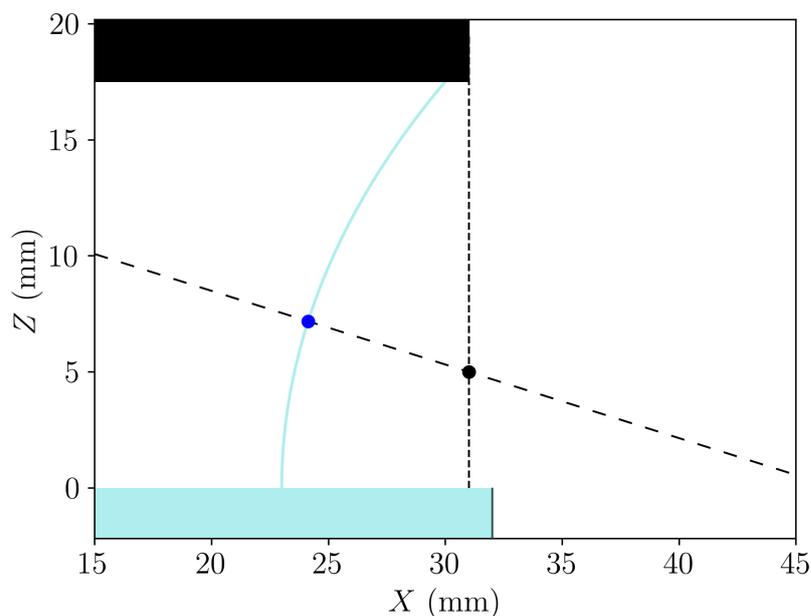


Figure 10.3 – Schéma de la mesure de l'altitude sur la caténoïde. La ligne en pointillés verticale représente le morceau de papier millimétré et la ligne en pointillés inclinée est l'axe du spectromètre. Le point noir est le point de lumière du spectromètre sur le papier millimétré et le point bleu est le point visé sur la caténoïde dont on veut connaître l'altitude.

caténoïde (Fig. 10.3). Pour ce faire on utilise un modèle de caténoïde adapté de sorte qu'il corresponde à la forme de la caténoïde expérimentale (cf chapitre 11).

10.4 Observations qualitatives

Sur la figure 10.4 on voit des photographies du film de la caténoïde au cours du temps. Le haut de la photographie correspond au bas de l'anneau (gris foncé en haut à gauche) et en bas de la photographie on voit le ménisque en gris foncé. À 0.1 s (Fig. 10.4a), les franges sont horizontales, l'épaisseur est stratifiée horizontalement. À 2.8 s (Fig. 10.4b), on voit des éléments qui viennent du bas et qui montent sous forme circulaire, qui sont les *patches* de régénération marginale, et des canaux qui viennent du haut et qui descendent. À 6.5 s, (Fig. 10.4c), on voit des éléments circulaires qui viennent du bas et qui montent, mais rien qui vient du haut. À 100.4 s (Fig. 10.4d), on voit des *patches* de régénération marginale qui viennent du bas et d'autres éléments circulaires qui descendent, relié au ménisque du haut par des canaux. Ainsi les *patches* de régénération marginale ne sont pas visibles dès le début de la génération, et les canaux venant du ménisque du haut ne sont pas toujours présents. Tout ceci indique une dynamique de réorganisation des zones d'épaisseur différentes très complexe. Ces *patches* bleus sont probablement dus à un surplus de liquide au niveau de l'anneau qui crée la caténoïde. Nous n'avons pas réussi à imprimer à l'imprimante 3D des anneaux suffisamment fins pour qu'il n'y ait pas ce surplus de liquide. Nous plongeons donc l'anneau le moins possible à chaque expérience pour faire en sorte que la quantité de liquide en surplus soit similaire.

Il s'avère que les différents *patches* et canaux ne sont pas problématiques pour la me-

sure d'épaisseur comme nous le verrons plus tard dans les données. En effet, les couleurs peuvent être très différentes mais assez proches en épaisseur. Il peut y avoir aussi peu que 25 nm d'écart entre deux couleurs successives ce qui ne représente pas un grand écart au vu de la résolution sur notre mesure d'épaisseur qui est d'environ 20 nm.

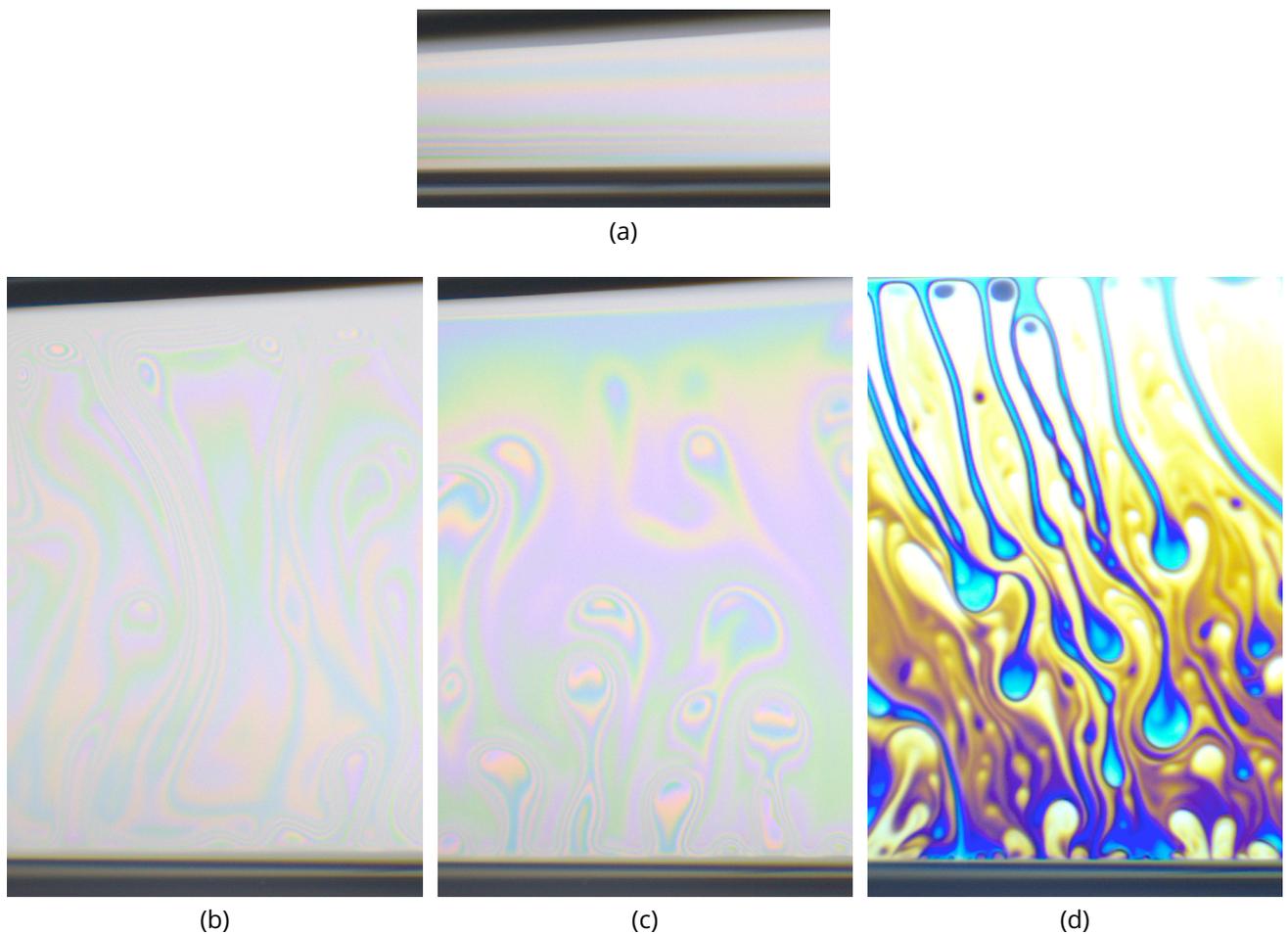


Figure 10.4 – Photographies d’une caténoïde au cours du temps : (a) 0.1 s, (b) 2.8 s, (c) 6.5 s, (d) 100.4 s après le début de la génération de la caténoïde. Sur la première photographie, la caténoïde est en cours de génération. Le haut de la photographie correspond au bas de l’anneau (gris foncé en haut à gauche) et en bas de la photographie on voit le ménisque avec le bain en gris foncé. La hauteur de la caténoïde est de 7 mm et elle est générée à une vitesse de 2.5 mm/s. Sur les trois premières photographies, il y a moins de contraste car le film est plus épais et non pas parce que les conditions d’éclairage et de visualisation ont été changées.

Chapitre 11

Forme de la caténoïde

Comme nous l'avons vu dans la partie précédente, il est nécessaire de connaître la forme exacte de la caténoïde afin de savoir à quelle hauteur sur la caténoïde on mesure l'épaisseur. Dans ce chapitre nous allons donc étudier la forme de la caténoïde en contact avec un bain en adaptant un modèle de la littérature à notre système.

11.1 Visualisations

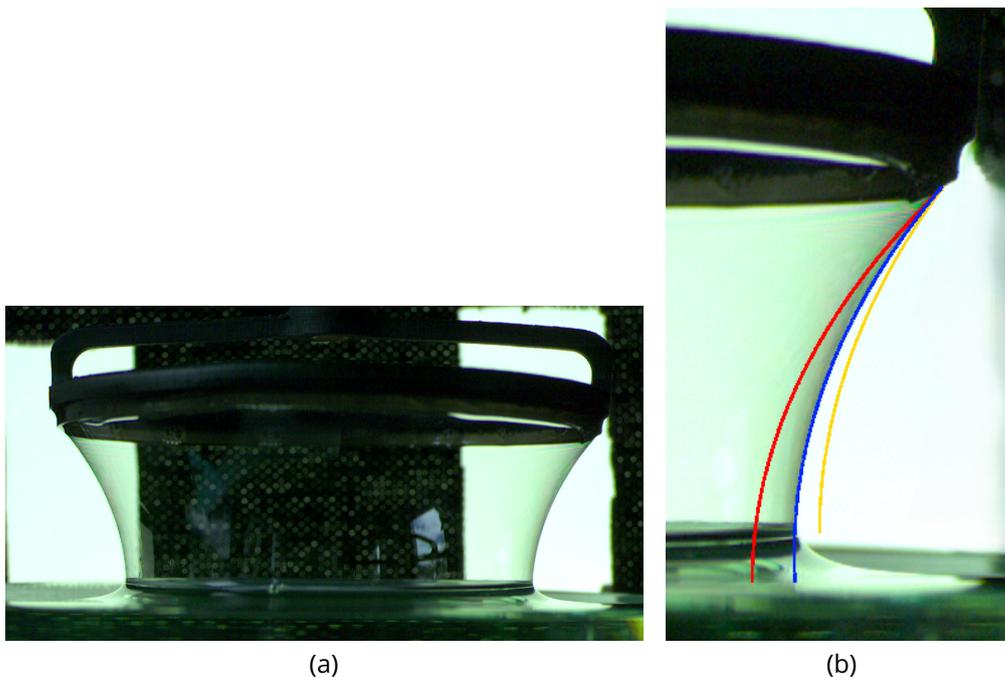


Figure 11.1 – (a) Photographie d'une caténoïde. (b) Zoom sur l'interface à droite de la caténoïde. En rouge est tracé un modèle de demi-caténoïde de hauteur égale à la distance entre l'anneau et le bain, et en jaune une demi-caténoïde de hauteur égale à la distance entre l'anneau et le haut du ménisque. La ligne bleue est un ajustement de l'interface de la caténoïde, en fixant le rayon du cercle supérieur et en gardant la hauteur de la caténoïde libre.

La figure 11.1a est une photographie du film créé par un anneau plongé dans une solution savonneuse. La forme de ce film ressemble à la traditionnelle demi-caténoïde, et on voit le ménisque au pied de la caténoïde.

Sur la figure 11.1b on trace en rouge une demi-caténoïde (c'est-à-dire qui s'arrête en bas à la tangente verticale) dont le rayon supérieur est celui de l'anneau, et dont la hauteur est

Forme de la caténoïde

la distance entre l'anneau et le bain. Cette courbe n'est pas compatible avec l'interface de notre film contrairement à ce que l'on aurait pu penser.

On peut alors penser que la demi-caténoïde commence en haut du ménisque. On définit le haut du ménisque comme la limite foncée où l'on voit le liquide du ménisque à l'intérieur de la caténoïde. On trace une demi-caténoïde dont le rayon supérieur est toujours celui de l'anneau, et cette fois ayant une hauteur égale à la distance entre l'anneau et le haut du ménisque. On obtient la courbe jaune qui ne correspond pas non plus à l'interface de notre film.

Afin d'obtenir une correspondance avec l'interface du film, nous ajustons les points de l'interface avec un modèle de demi-caténoïde dont le rayon supérieur est fixé et la hauteur est libre. On obtient une demi-caténoïde dont la tangente verticale est située entre le haut du ménisque et le bain. On peut prolonger la demi-caténoïde avec l'équation 9.8 de la caténoïde pour que l'interface aille jusqu'au bain. On obtient alors la courbe bleue. Ainsi, au niveau du bain, la caténoïde ajustée fait un angle non nul avec la verticale.

11.2 Forme d'un diabololoïde - introduction d'une tension de ligne

Géminard *et al.* [56] se sont intéressés à un problème similaire : une caténoïde séparée en deux par un film horizontal (Fig. 11.2a), autrement dit un diabololoïde [54]. Sans gravité et sans tension de ligne, le diabololoïde devrait être symétrique haut-bas avec un angle de 120° entre le film du haut et le film du bas. Cependant, ce n'est pas tout à fait la forme observée expérimentalement. Géminard *et al.* [56] ont montré que le poids du liquide du bord de Plateau (intersection entre le film central et les films latéraux) et la tension de ligne sur le bord de Plateau peuvent effectivement déformer la caténoïde.

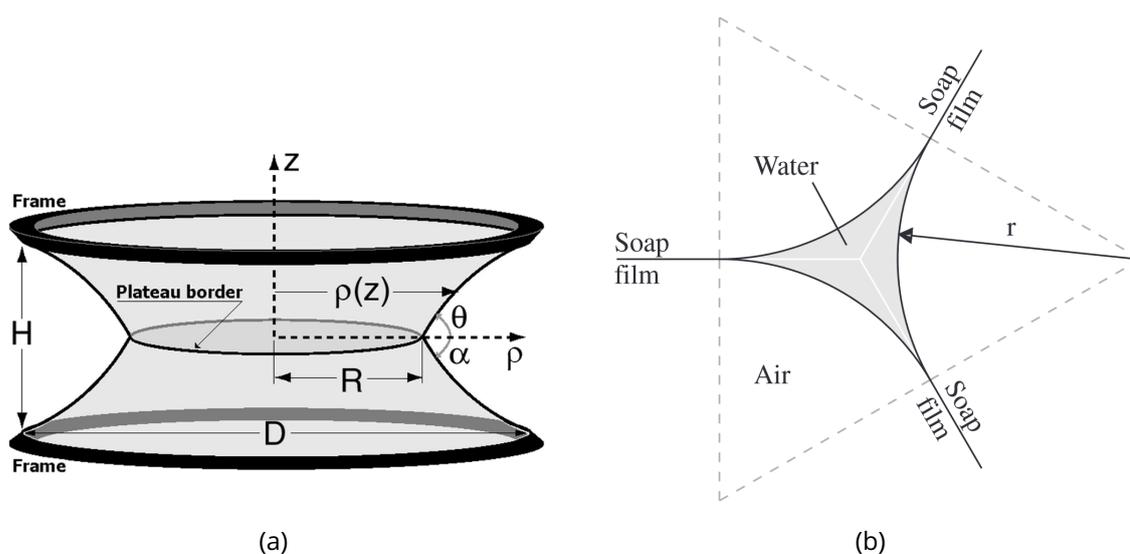


Figure 11.2 – (a) Schéma du diabololoïde (b) Schéma du bord de Plateau [56]

Ils cherchent à faire un bilan de forces à l'équilibre sur le liquide du bord de Plateau afin de déterminer les angles θ et α entre les parties supérieure et inférieure et l'horizontale

(Fig. 11.2a). Ils se placent en 2D donc étudient une section du bord de Plateau entre le film central et les parties haute et basse de la caténoïde (Fig. 11.2b). La démonstration repose sur le théorème de décoration [57]. La "décoration" fait ici référence au liquide du bord de Plateau (Fig. 11.3). Selon le théorème de décoration, ils font un bilan de forces à l'équilibre sur le squelette (système sans décoration) du bord de Plateau déformé avec des angles θ et α différents. Ils prennent en compte la contribution du poids de la "décoration" comme ponctuelle au niveau de l'intersection des trois films. Une fois la forme du squelette déformé déterminée grâce au bilan de forces, il est nécessaire d'ajouter la "décoration" qui correspond au liquide du bord de Plateau afin d'obtenir la forme réelle du diaboloid. Les auteurs montrent qu'une autre force à prendre en compte dans le bilan de forces est la force par unité de longueur qui agit sur le bord de Plateau. Il s'agit donc d'une tension de ligne, définie comme la variation d'énergie quand on fait varier le périmètre du contour considéré, ici le bord de Plateau, à volume fixé. Cette tension de ligne s'applique sur le périmètre du bord de Plateau. Elle s'écrit :

$$T = \frac{\partial l \Delta \epsilon_S}{\partial l} \Big|_V \quad (11.1)$$

avec l le périmètre du bord de Plateau et ϵ_S la différence d'énergie de surface par unité de

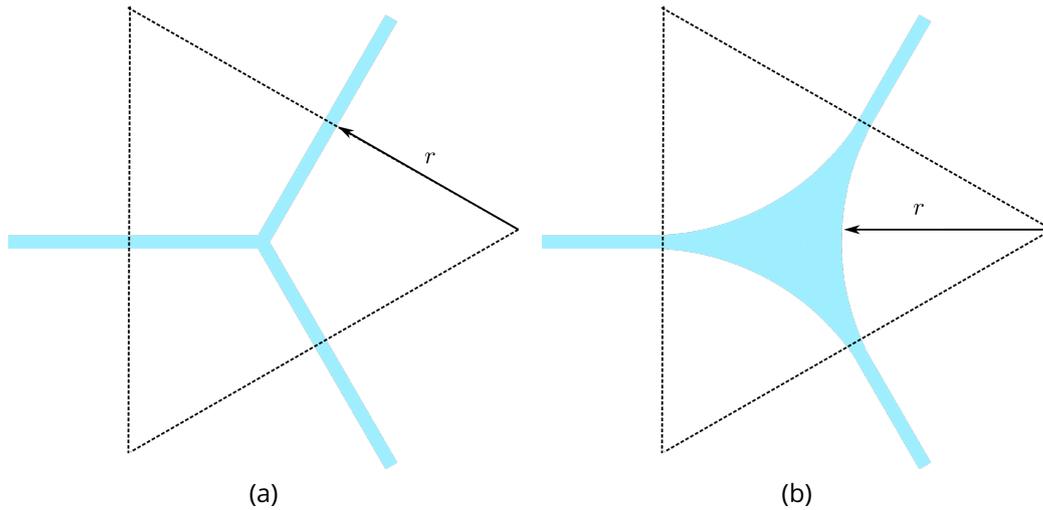


Figure 11.3 – Schéma du système de Géminard *et al.* (a) sans et (b) avec décoration. r est le rayon de courbure du bord de Plateau.

longueur, entre l'état décoré et l'état non décoré d'une surface de contrôle triangulaire de côté $2r$ avec r le rayon de courbure du bord de Plateau (Fig. 11.3) qui s'écrit :

$$\Delta \epsilon_S = \epsilon_{S,avecdeco} - \epsilon_{S,sansdeco} = \gamma(\pi - 2\sqrt{3})r < 0. \quad (11.2)$$

L'énergie de surface étant négative, la décoration est rentable énergétiquement. Pour calculer T , il faut prendre en compte que $\Delta \epsilon_S$ dépend de r et que r et l sont liés car le volume $V \sim lr^2$ est fixé ce qui implique que $\frac{\partial r}{\partial l} = -\frac{r}{2l}$. On obtient :

$$T = \Delta \epsilon_S + \gamma(\pi - 2\sqrt{3})l \frac{\partial r}{\partial l} = \frac{\Delta \epsilon_S}{2}. \quad (11.3)$$

Le premier terme de la tension est issu du gain énergétique dû à l'augmentation du périmètre du bord de Plateau et le second à la perte énergétique due à l'assèchement du bord

Forme de la caténoïde

de Plateau. Finalement, la tension de ligne est négative ce qui signifie qu'elle tend à agrandir le périmètre du bord de Plateau.

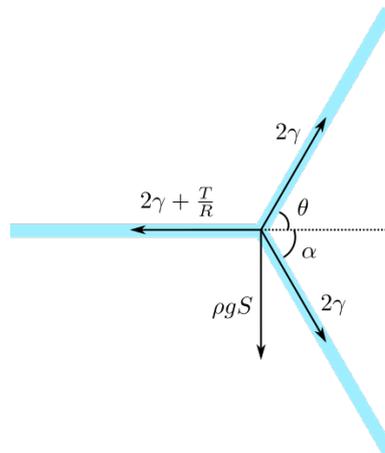


Figure 11.4 – Schéma des forces s'exerçant sur le bord de Plateau, T est dessinée comme si elle était positive.

On peut maintenant écrire le bilan de forces à l'équilibre, sur le bord de Plateau (Fig. 11.6b) projeté sur la verticale et l'horizontale :

$$\cos \theta + \cos \alpha = 1 + \frac{T}{2\gamma R} \quad (11.4)$$

$$\sin \theta + \sin \alpha = \frac{\rho g S}{2\gamma} \quad (11.5)$$

avec $S = (\sqrt{3} - \pi/2)r^2$ la surface du bord de Plateau et T/R l'équivalent en tension de surface de la tension de ligne qui s'applique sur un rayon R du film central. A partir de ces équations, Géminard *et al.* obtiennent une expression pour l'angle $\theta - \alpha$ et montre qu'il n'est pas égal à 120° qui aurait été le cas sans prendre en compte la gravité ni la tension de ligne. Ces prédictions correspondent bien à la forme des diaboloides qu'ils observent.

11.3 Théorème de décoration avec tension de ligne sur des caténoïdes

Nous raisonnons à deux dimensions comme Géminard *et al.* [56]. On cherche à comparer les énergies de surface dans les configurations avec et sans décoration. On représente schématiquement le ménisque au pied de la caténoïde sans décoration sur la figure 11.5a et avec décoration sur la figure 11.5b. Pour simplifier, on modélise le ménisque par deux arcs de cercle de rayon r alors qu'en réalité sa forme est donnée par la forme d'un ménisque statique. Dans le cas sans décoration, l'énergie de surface par unité de longueur est $4\gamma r$: $2\gamma r$ pour l'interface horizontale et $2\gamma r$ pour l'interface verticale. Avec décoration il s'agit de l'énergie de surface par unité de longueur associée aux deux quarts de cercle de l'interface donc $\gamma\pi r$. Ainsi la différence d'énergie de surface par unité de longueur, entre l'état décoré et l'état non-décoré est :

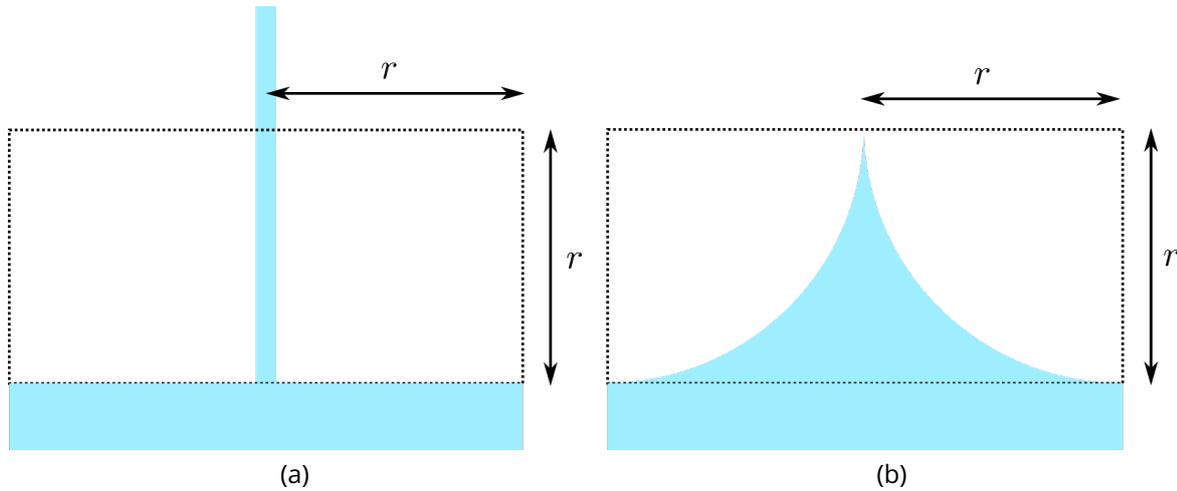


Figure 11.5 – Schéma de notre système, (a) sans décoration et (b) avec décoration.

$$\Delta\epsilon_S = \gamma(\pi - 4)r < 0 \quad (11.6)$$

Ainsi, comme dans le cas du diabololoïde, la décoration est rentable énergétiquement. On écrit la tension de surface sans fixer le volume du ménisque, contrairement à Géminard *et al.*, étant donné que le ménisque est en contact avec un bain donc il peut gagner ou céder du liquide :

$$T = \frac{\partial l \Delta\epsilon_S(r)}{\partial l} = \Delta\epsilon_S \quad (11.7)$$

car r et l sont a priori indépendants.

On obtient donc à nouveau une tension de ligne négative, qui tend à agrandir le périmètre du ménisque.

Afin d'écrire le bilan de forces sur le ménisque, on a besoin de connaître le squelette de l'interface déformé. Ce squelette, schématisé sur la figure 11.6a, correspond à la caténoïde que nous avons ajustée sur notre photographie et prolongée jusqu'au bain de liquide sur la figure 11.1b.

On fait un bilan de forces sur le ménisque à l'équilibre (voir Figure 11.6b). Sur l'horizontale on obtient :

$$\gamma + \frac{T}{R} + 2\gamma \sin \alpha = \gamma \quad (11.8)$$

Sur la verticale :

$$2\gamma \cos \alpha = \rho g S \quad (11.9)$$

Avec S l'aire de la section du ménisque approximée par des arcs de cercles qui s'écrit $S = 2r^2 - \frac{\pi r^2}{2}$.

En combinant les cinq précédentes équations, on obtient une expression pour l'angle α :

$$\sin \alpha = \sqrt{(4 - \pi) \cos \alpha} \frac{l_c}{R} \quad (11.10)$$

En supposant $\alpha \ll 1$, on obtient :

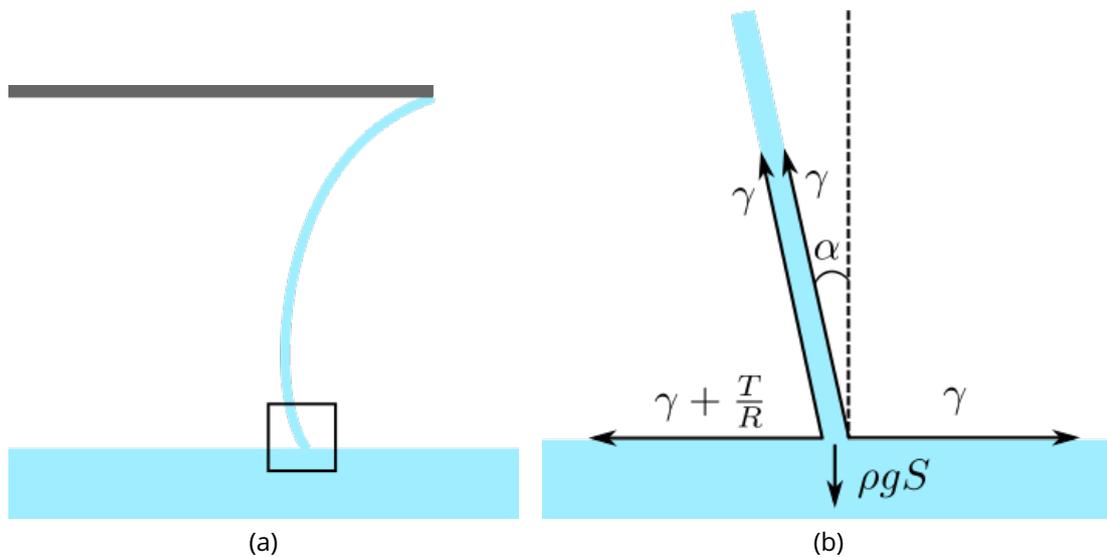


Figure 11.6 – (a) Schéma du squelette de la caténoïde. (b) Zoom sur le carré noir de la figure de gauche : schéma des forces s'appliquant sur le ménisque. (T est dessinée comme positive)

$$\alpha \sim \sqrt{4 - \pi \frac{l_c}{R}} \quad (11.11)$$

Pour tester cette prédiction sur nos expériences, il faut mesurer l'angle α . Pour ce faire, on prolonge les caténoïdes ajustées avec nos données jusqu'au bain, comme on l'a fait avec la courbe bleue sur la figure 11.1b, et on mesure l'angle que fait cette courbe avec la verticale au niveau du bain. On trace sur la figure 11.7 les angles expérimentaux en fonction de l'équation 11.11 pour différents diamètres. On voit que l'angle au pied de la caténoïde est bien prédit par ce modèle issu du théorème de décoration et prenant en compte la tension de ligne qui s'applique sur le ménisque et son poids. On attribue le préfacteur à l'approximation sur la forme du ménisque. Pour aller plus loin, il faudrait reprendre le calcul en utilisant la forme du ménisque statique pour le calcul de la section du ménisque.

Conclusion

Finalement, nous avons montré que le film que nous créons n'est pas exactement une demi-caténoïde, ni entre l'anneau et le bain, ni entre l'anneau et le haut du ménisque. En effet, la forme de la caténoïde découle de l'équilibre des forces s'exerçant sur le ménisque entre la caténoïde et le bain de liquide. Nous avons vu qu'il fallait prendre en compte la force de tension de ligne et la gravité qui ici tendent à élargir le rayon de contact entre la caténoïde et le bain. Ainsi, la caténoïde réelle a un rayon de contact avec le bain plus grand qu'une semi-caténoïde entre l'anneau et le bain. Pour obtenir la forme réelle de l'interface, il faut ensuite ajouter un ménisque statique.

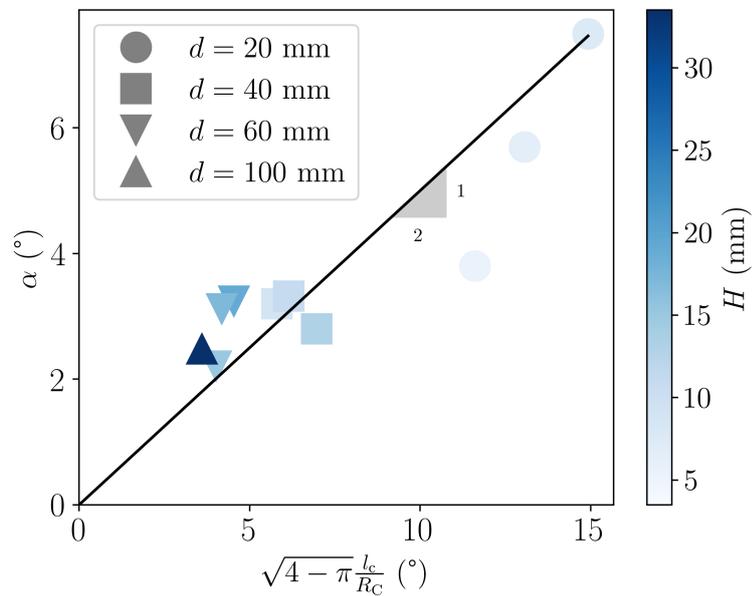


Figure 11.7 – Angles α en fonction de la loi d'échelle de l'équation 11.11, pour des caténoïdes de différentes hauteurs H codées en couleurs et faites à partir d'anneaux de différents diamètres d codés avec différents marqueurs. L'anneau de diamètre 100 mm correspond à la figure 9.12b issue de Salkin *et al.*.

Chapitre 12

Épaisseur des caténoïdes

Dans ce chapitre nous allons nous intéresser à l'épaisseur des caténoïdes. Ce chapitre résulte des stages de Marius Cordier et Lilian Esnault, étudiants de L3 de l'Université Paris-Saclay. On mesure l'épaisseur à différentes altitudes sur la caténoïde, au cours du temps. On commencera par s'intéresser à la génération des caténoïdes à travers les profils d'épaisseur et l'épaisseur initiale que nous confrontons à des modèles de la littérature. Ensuite, nous étudierons leur drainage *via* leur amincissement au cours du temps en adaptant un modèle de la littérature aux caténoïdes.

12.1 Profils d'épaisseur

Tout d'abord, on s'intéresse aux profils d'épaisseur. On trace sur la figure 12.1 l'épaisseur de la caténoïde en fonction de l'altitude sur la caténoïde (mesurée à partir du bain), en échelle logarithmique pour l'épaisseur et linéaire pour l'altitude et ce à différents instants, codés en couleur. On voit qu'aux basses altitudes (à gauche), l'épaisseur est constante, puis, aux hautes altitudes l'épaisseur diminue avec l'altitude.

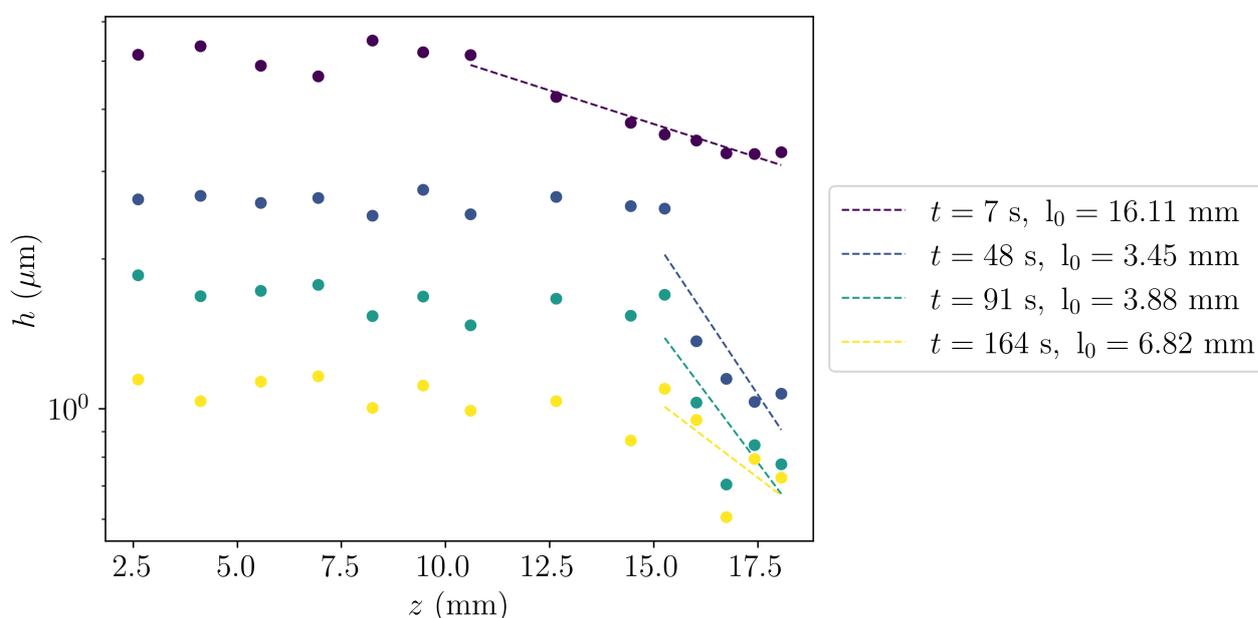


Figure 12.1 – Profils d'épaisseur à différents instants codés en couleurs, pour une caténoïde de hauteur 19 mm, générée avec un anneau de diamètre 6 cm. L'axe des ordonnées est en échelle logarithmique. Les droites en pointillés sont des ajustements de l'équation 12.1. Le paramètre ajustable est l_0 , dont les valeurs sont données dans la légende.

Ces profils correspondent à ce que nous avons vu dans l'introduction : l'anneau emporte un

certain volume de liquide du bain, volume qui est ensuite étendu lorsque que la plateforme s'éloigne de l'anneau. Ce film en extension est dû à l'équilibre entre le gradient de tension de surface et le poids du film et exhibe donc un profil exponentiel. Pendant cette extension, le film relaxe son extension en extrayant des films de Frankel des ménisques qui l'entourent, ici en particulier de celui qui est au pied de la caténoïde.

Sur la figure 12.1, on ajuste les points où l'épaisseur décroît avec le modèle exponentiel de Pasquet *et al.* [44] :

$$h(z) = h(H)e^{(z-H)/l_0}, \tag{12.1}$$

avec H la hauteur totale du film, et $l_0 = \frac{2E}{\rho gh_0}$ et h_0 la longueur et l'épaisseur à l'équilibre du film, c'est-à-dire s'il n'était pas étendu. l_0 est le paramètre d'ajustement dont les valeurs obtenues sont écrites dans la légende. On utilise le modèle de Pasquet *et al.* bien qu'il soit écrit pour des films plans verticaux car on suppose que les caténoïdes ne sont pas très courbées donc qu'elles peuvent être assimilées au premier ordre à des films cylindriques. A $t = 7$ s, le haut du film correspond bien à l'ajustement affine donc le profil est bien exponentiel. Plus tard, étant donné le peu de points pour faire les ajustements à $t = 48, 91, 164$ s, on ne peut rien conclure.

12.2 Épaisseur initiale

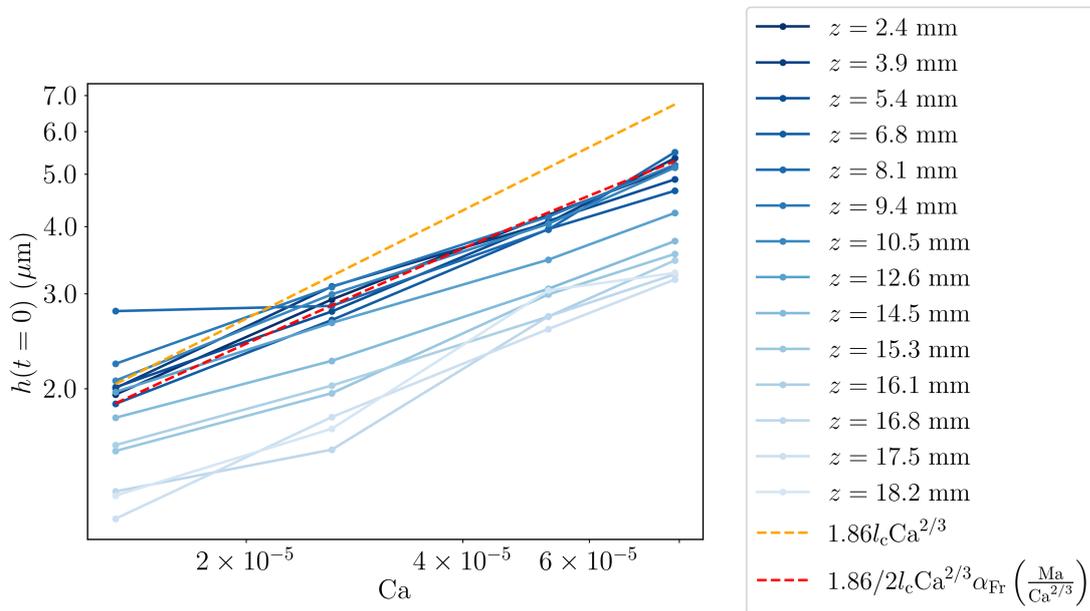


Figure 12.2 – Épaisseur initiale (à la fin de la génération) en fonction du nombre capillaire, à différentes altitudes sur la caténoïde (mesurées à partir du bain), pour une caténoïde de hauteur 19 mm créée par un anneau de diamètre 6 cm. Les vitesses de tirage sont 0,5, 1, 2 et 3 mm/s. Les durées de génération correspondantes sont 6, 10, 19 et 38 s. La courbe orange correspond au modèle de Frankel avec interface incompressible. La courbe rouge correspond au modèle de Frankel avec interface compressible, avec l'élasticité de surface $E = 0.4$ mN/m.

Afin de vérifier si la partie constante est bien un film de Frankel, on peut s'intéresser à l'épaisseur en bas du film, mesurée à temps court, dès que la caténoïde est générée. Sur les profils d'épaisseur de la figure 12.1, cela correspond aux épaisseurs observées pour une altitude inférieure à 10 mm sur la courbe violette, mesurée à 7 s. Sur la figure 12.2, on trace cette épaisseur initiale en fonction du nombre capillaire $Ca = V\eta/\gamma$ avec V la vitesse de génération de la caténoïde, à plusieurs altitudes codées en couleur. On voit qu'en bas de la caténoïde (bleu foncé), les courbes sont superposées, de $z = 2$ mm à $z = 8$ mm environ. A plus grande altitude, l'épaisseur diminue, en accord avec l'épaisseur plus mince en haut du film observée sur la figure 12.1. En orange on a tracé le modèle de Frankel dans la limite incompressible et en rouge le modèle de Frankel dans la limite compressible (cf section 9.1). On a choisi l'élasticité de surface $E = 0.4$ mN/m dans le modèle de Frankel compressible pour que la courbe rouge se superpose aux courbes bleu foncé. L'incertitude pour que la courbe rouge reste superposée au groupe de courbes bleu foncé est de 0.1 mN/m. On voit que le modèle de Frankel compressible correspond à nos données contrairement au modèle avec interface incompressible. En effet, pour des films plans verticaux, le modèle avec interface incompressible est adapté pour de faibles vitesses de tirage et le modèle avec interface compressible pour des grandes vitesses de tirage avec une transition attendue pour un nombre capillaire $Ca = \left(\frac{E}{\gamma}\right)^{3/2}$ [43]. Dans notre cas, cela donne une transition théorique attendue pour $Ca = 1.2 \cdot 10^{-6}$. Les courbes bleu foncé sont bien décrites par le modèle de Frankel avec interfaces compressibles et la valeur obtenue pour l'élasticité de surface $E = 0.4 \pm 0.1$ mN/m est proche de ce que l'on trouve dans la littérature pour des systèmes proches : Pasquet *et al.* [58] trouvent 0.08 mN/m pour des bulles de surface de TTAB à 2 cmc, mais l'ajustement a été fait avec la loi d'échelle du modèle de Frankel à interfaces compressibles et pas avec le modèle complet comme ici; et Champougny *et al.* [43] trouvent 0.5 mN/m pour des films plans verticaux de $C_{12}E_6$ à 3 cmc avec le modèle complet.

Ainsi nous concluons que la partie inférieure du film, d'épaisseur constante, est bien un film de Frankel, comme dans le cas des films plans verticaux (cf section 9.1).

12.3 Drainage du film d'une caténoïde

Dans cette partie nous allons étudier le drainage des caténoïdes une fois générées. Nous allons mesurer l'amincissement des caténoïdes au cours du temps. Nous confrontons les données à un modèle théorique venant de la littérature, que nous avons adapté aux caténoïdes.

12.3.1 Courbes de drainage

On trace sur la figure 12.3 l'évolution de l'épaisseur du film en fonction du temps, aussi appelée *courbe de drainage*, à différentes altitudes sur la caténoïde et pour trois anneaux de différents diamètres : 2 cm, 4 cm et 6 cm. La vitesse de tirage est de 3 mm/s. Les caténoïdes sont de hauteurs respectives 7 mm, 13 mm, 19 mm ce qui correspond à la hauteur maximale de la caténoïde pour chacun des anneaux. Pour la caténoïde de diamètre 2 cm, nous n'avons pu mesurer le profil d'épaisseur à une altitude seulement étant donné la petite hauteur de cette caténoïde. On voit que pour chaque anneau les courbes sont superposées sauf

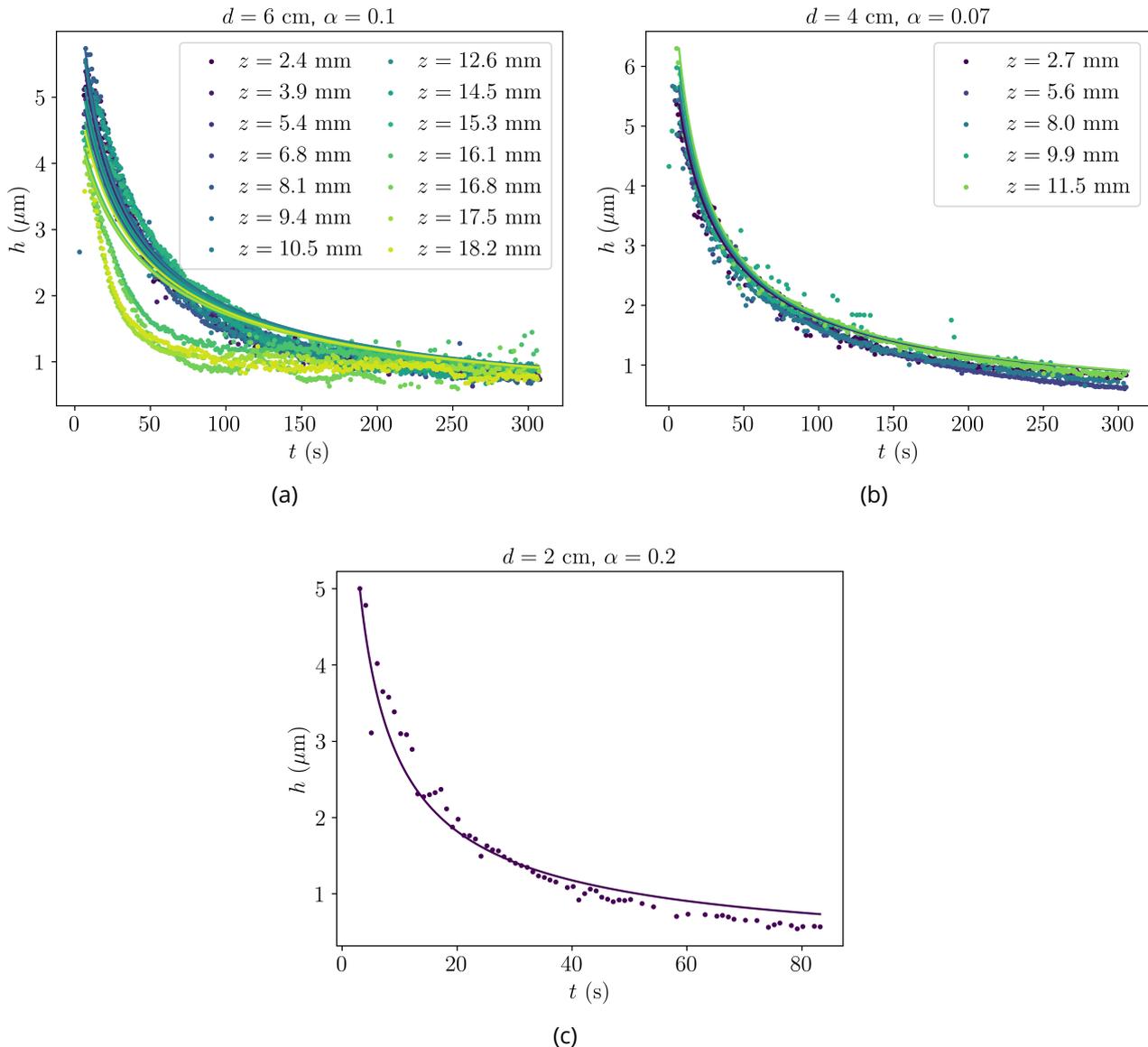


Figure 12.3 – Courbes de drainage : évolution de l'épaisseur de la caténoïde en fonction du temps, à différentes altitudes z codées en couleur, pour des anneaux de (a) 6 cm de diamètre et 19 mm de hauteur, (b) 4 cm de diamètre et 13 mm de hauteur et (c) 2 cm de diamètre et 7 mm de hauteur. La vitesse de tirage est de 3 mm/s. Les courbes pleines sont les solutions de l'équation 12.10 avec comme conditions initiales la première valeur d'épaisseur pour chaque altitude et avec le coefficient α choisi à la main écrit dans le titre de chaque figure.

pour l'anneau de diamètre 6 cm pour lequel les courbes en haut de la caténoïde ont une épaisseur plus faible. En dessous d'une altitude $z = 16 \text{ mm}$, qui représente 84 % de la hauteur de la caténoïde, les courbes sont toutes superposées. Pour les hautes altitudes, le drainage est plus rapide. Pour l'anneau de diamètre 4 cm, les courbes sont superposées jusqu'à la plus haute altitude mesurable, de 11,5 mm qui représente 88 % de la hauteur de la caténoïde. Ainsi pour l'anneau de diamètre 6 cm, les courbes ne sont plus superposées à partir d'une altitude relative comparable à celle pour laquelle on ne peut plus mesurer

l'épaisseur pour l'anneau de diamètre 4 cm.

12.3.2 Modèle

On adapte le modèle de Lhuissier et Villermaux [51] développé pour décrire le drainage des bulles de surface. Les notations sont définies sur la figure 12.4. Comme dans les bulles

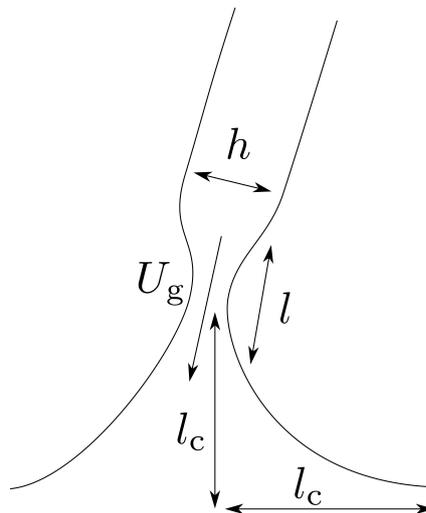


Figure 12.4 – Schéma du bas de la caténoïde : h est l'épaisseur du film de la caténoïde, U_g est la vitesse d'écoulement dans le pincement, l est la largeur du pincement, le ménisque est de hauteur et de largeur l_c .

de surface, il y a un pincement au pied de la caténoïde qui limite le débit de drainage du film. On écrit l'écoulement de lubrification dans ce pincement d'épaisseur h , créé par une différence de pression due à la courbure du ménisque au pied de la caténoïde. Le terme visqueux s'écrit :

$$\eta \frac{U_g}{h^2}, \quad (12.2)$$

avec U_g la vitesse dans le pincement. Pour le terme de pression capillaire, il faut additionner le terme dû à l'axisymétrie de la caténoïde et celui dû au ménisque, dans le plan radial. Le rayon de courbure dû à l'axisymétrie est environ de l'ordre de grandeur du rayon de l'anneau, donc de l'ordre du centimètre. Le rayon de courbure dans le plan radial est l_c car il s'agit d'un ménisque sur un cylindre de rayon plus grand que la longueur capillaire donc assimilable à un ménisque sur un plan. Ainsi c'est la courbure dans le plan radial qui domine, donc $1/l_c$. De plus, la variation de courbure entre le ménisque et le pincement se fait sur une distance qui est la largeur du pincement l . Le terme de gradient de pression capillaire s'écrit donc :

$$\frac{1}{l} \frac{\gamma}{l_c}. \quad (12.3)$$

Afin d'exprimer l , on utilise de nouveau le raccord de courbure d'Aradian *et al.* [8] au niveau du pincement, entre la courbure dans le pincement et la courbure du ménisque au pied de la caténoïde. La courbure du pincement est de l'ordre de l'épaisseur de la caténoïde à son pied divisée par la largeur du pincement au carré : $\frac{h(z=0)}{l^2}$. Comme vu précédemment,

la courbure du ménisque est d'ordre $1/l_c$. Le raccord des courbures donne donc :

$$\frac{h(z=0)}{l^2} \sim \frac{1}{l_c}, \quad (12.4)$$

d'où :

$$l \sim \sqrt{h(z=0)l_c}. \quad (12.5)$$

Pour une épaisseur $h = 1 \mu\text{m}$, le terme capillaire dans l'équation de lubrification est de l'ordre de 10^5 alors que le terme gravitaire est de l'ordre de 10^4 . Pour toute épaisseur inférieure à $1 \mu\text{m}$, le terme capillaire est plus grand que 10^5 donc on peut dire que durant tout le drainage de la caténoïde, le terme capillaire domine le terme gravitaire.

Ainsi, l'équation de lubrification s'écrit en loi d'échelle :

$$\eta \frac{U_g}{h^2} \sim \frac{1}{l} \frac{\gamma}{l_c}. \quad (12.6)$$

La conservation de la masse sur un petit élément de volume du film de la caténoïde s'écrit, pour tout z :

$$\frac{\partial(U R h)}{\partial z} = -\frac{\partial h}{\partial t} R, \quad (12.7)$$

où U est la vitesse d'écoulement dans le film, que l'on peut réécrire en loi d'échelle :

$$\frac{U_g h}{H} \sim \frac{\partial h}{\partial t}, \quad (12.8)$$

avec H la hauteur de la caténoïde et en prenant U_g comme ordre de grandeur de U . En combinant les équations 12.6, 12.5 et 12.8, on obtient :

$$\frac{\partial h}{\partial t} = -\frac{h}{H} \frac{\gamma}{\eta} \left(\frac{h}{l_c}\right)^{3/2}. \quad (12.9)$$

Étant donné que cette équation est issue de lois d'échelle (Eqs. 12.6 et 12.8), on ajoute un coefficient multiplicateur α tel que l'équation intégrée soit :

$$\frac{\partial h}{\partial t} = -\alpha \frac{h}{H} \frac{\gamma}{\eta} \left(\frac{h}{l_c}\right)^{3/2}. \quad (12.10)$$

Il s'agit d'une équation différentielle ordinaire d'ordre 1, non linéaire. On peut l'intégrer avec la bibliothèque *odeint* sur python. La valeur de α est choisie à la main. Sur les figures 12.3 en échelle linéaire et 12.5 en échelle logarithmique, les courbes pleines sont les solutions de l'équation 12.10 obtenues en résolvant numériquement l'équation et en prenant comme condition initiale $h(t=0)$ la valeur de la première épaisseur expérimentale à chaque altitude. Le coefficient α choisi est écrit sur le titre de chaque courbe. On voit qu'en échelle linéaire et logarithmique, pour les trois anneaux, les courbes théoriques correspondent bien aux courbes expérimentales. En revanche, elles ne décrivent pas bien les courbes à haute altitude pour l'anneau de diamètre 6 cm. Ceci peut être dû au fait que l'épaisseur et le rayon de la caténoïde commencent à varier fortement avec l'altitude dans cette zone.

Épaisseur des caténoïdes

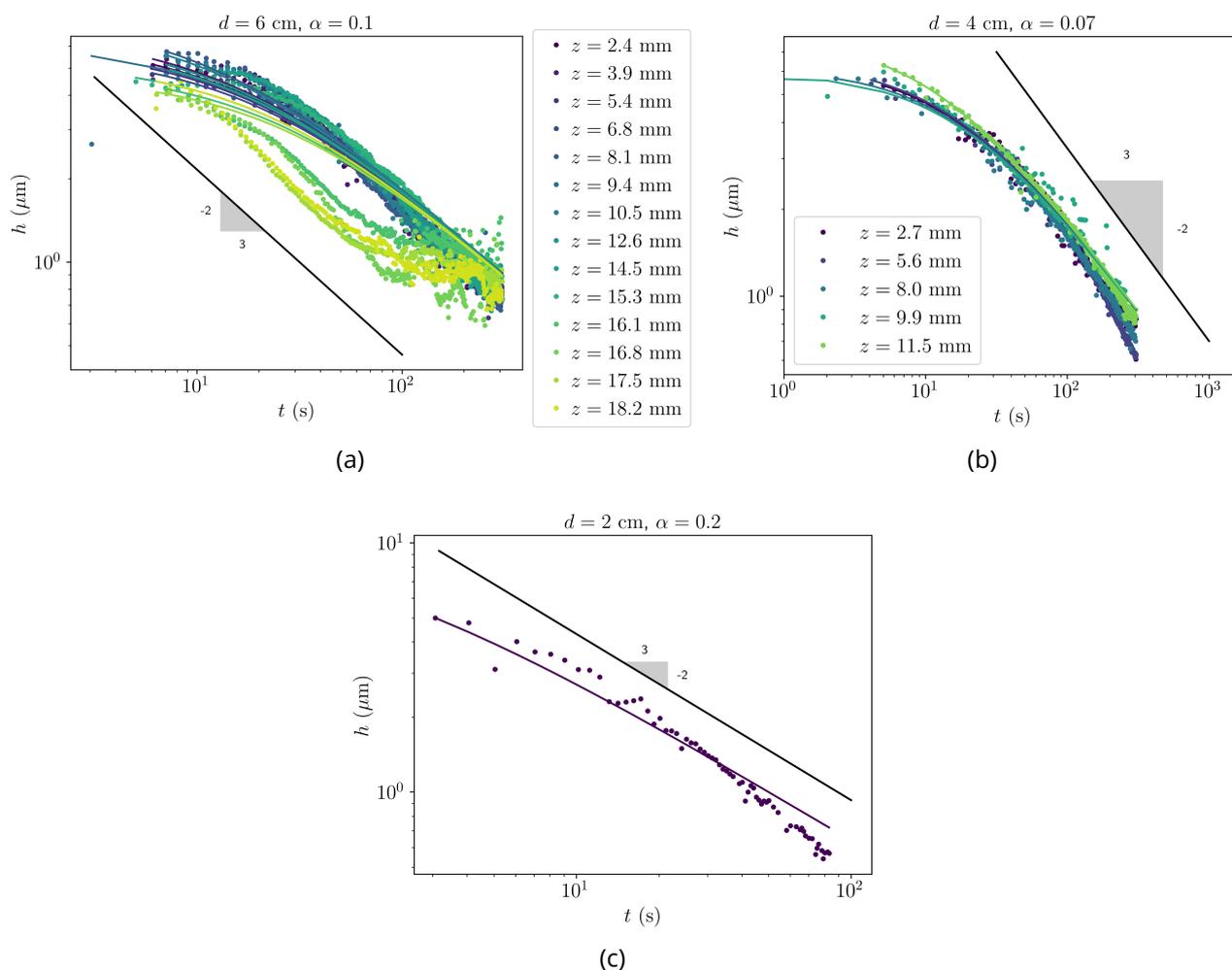


Figure 12.5 – Profils d'épaisseur à différentes altitudes z codées en couleur, en échelle double logarithmique, pour des anneaux de (a) 6 cm de diamètre et 19 mm de hauteur, (b) 4 cm de diamètre et 13 mm de hauteur et (c) 2 cm de diamètre et 7 mm de hauteur. La vitesse de tirage est de 3 mm/s. Les courbes pleines sont les solutions de l'équation 12.10 avec comme conditions initiales la première valeur d'épaisseur pour chaque altitude et avec le coefficient α choisi à la main écrit dans le titre de chaque figure.

On peut aussi écrire l'équation 12.10 en loi d'échelle :

$$h \sim l_c \left(\frac{\eta H}{\gamma t} \right)^{2/3}. \quad (12.11)$$

On teste l'évolution en $t^{-2/3}$ en traçant en échelle double logarithmique l'évolution temporelle de l'épaisseur pour les trois anneaux sur la figure 12.5. On voit que pour le bas de la caténoïde avec l'anneau de 60 mm et pour l'anneau de 40 mm, les données sont compatibles avec une évolution en $t^{-2/3}$, à temps longs. En revanche, en haut de la caténoïde avec l'anneau de 60 mm et pour l'anneau de 20 mm, les données ne semblent pas suivre de loi d'échelle.

12.3.3 Comparaison avec le drainage des films plans verticaux et des bulles de surface

On compare sur la figure 12.6 le drainage d'une caténoïde, d'une bulle de surface [50] et d'un film plan vertical [53], de tailles et de concentrations en TTAB similaires, tous en contact avec un bain. On voit que les courbes de drainage de la bulle de surface et de la caténoïde se superposent presque. En particulier, leurs temps de vie sont similaires car elles durent environ 300 s contrairement au film plan qui dure moins de 50 s. Ainsi, la bulle de surface et la caténoïde drainent beaucoup moins vite que le film plan. Ce n'est pas étonnant sachant que la bulle de surface et la caténoïde n'ont pas de bord latéral et nous avons vu dans l'introduction que les bords sont le lieu d'une remontée rapide des *patches* de régénération marginale donc d'un drainage rapide, qui l'emporte sur le drainage au niveau du ménisque avec le bain. Pour la bulle de surface et la caténoïde, il n'y a que le drainage au niveau du ménisque avec le bain.

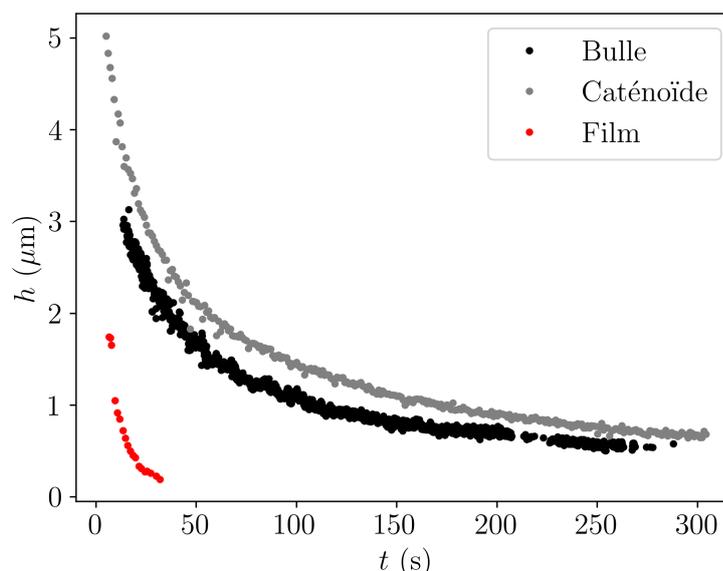


Figure 12.6 – Courbes de drainage à 100 % d'humidité d'une caténoïde à 2 cmc de TTAB créée avec un anneau de 2 cm de diamètre, d'une bulle de surface à 5 cmc de TTAB de rayon 1 cm [50], et d'un film plan à 4 cmc de TTAB de largeur 2 cm [53].

Conclusion

Finalement nous avons montré que les profils d'épaisseur des caténoïdes sont semblables à ce qui a été montré pour les films plans verticaux : une partie supérieure exponentielle qui résulte de l'extension du film initial et une partie inférieure constante qui est un film de Frankel extrait lors de la relaxation du film en tension. Nous avons montré que les données de l'épaisseur initiale de la caténoïde, après la génération, sont compatibles avec le modèle de Frankel avec interface compressible, ce qui était attendu pour notre gamme de vitesses de génération.

Pour ce qui est du drainage, nous avons montré que pour les anneaux de diamètre 4 et 6 cm, les courbes de drainage à différentes altitudes (évolution temporelle de l'épaisseur) sont superposées sauf à haute altitude pour l'anneau de diamètre 6 cm où le drainage est plus rapide. Pour les gammes d'altitudes où les courbes de drainage sont superposées, le drainage ne dépend donc pas de l'altitude. Le modèle adapté de Lhuissier et Villermaux [51] aux caténoïdes décrit bien le drainage là où les courbes de drainage sont superposées. C'est probablement parce que le rayon de la caténoïde varie d'avantage avec l'altitude en haut de la caténoïde. Ainsi, le drainage des caténoïdes, comme le drainage des bulles de surface, est bien décrit *via* l'écoulement de Poiseuille dans le pincement qui limite le débit de drainage. En revanche, nous avons vu dans l'état de l'art qu'il est plus probable qu'il s'agisse d'un écoulement dû à l'entrée des portions de films épais dans le ménisque plutôt que d'un écoulement de Poiseuille dans le pincement qui cependant donnent la même loi de puissance pour la vitesse de l'écoulement en fonction de l'épaisseur du film.

En comparant le drainage d'une caténoïde, d'une bulle de surface et d'un film plan vertical, tous en contact avec un bain, on voit que la caténoïde et la bulle de surface drainent de façon similaire sur des durées similaire contrairement au drainage du film plan qui est plus rapide. Cela s'explique par l'absence de bord latéral pour les caténoïdes et les bulles de surface, contrairement au film plan où le drainage des bords latéraux domine le drainage au niveau du ménisque avec le bain.

Chapitre 13

Rupture

Dans ce chapitre, nous allons étudier la rupture des caténoïdes pendant leur génération. Nous proposons un modèle de rupture basé sur l'extension de la caténoïde. Ce chapitre résulte du stage de Lilian Esnault, étudiant de L3.

13.1 Données

On s'intéresse à la stabilité des films caténoïdaux c'est-à-dire leur rupture. On mesure le temps de vie des caténoïdes, dans le cas où elles cassent pendant leur génération. Un capteur de force permet de détecter automatiquement la rupture du film et de générer une nouvelle caténoïde. On fait varier le diamètre de l'anneau qui crée la caténoïde et la vitesse de génération de la caténoïde.

On trace sur la figure 13.1 la hauteur de la caténoïde, c'est-à-dire la distance entre l'anneau et le bain, au moment de la rupture en fonction de la vitesse de génération pour les trois anneaux de diamètres différents.

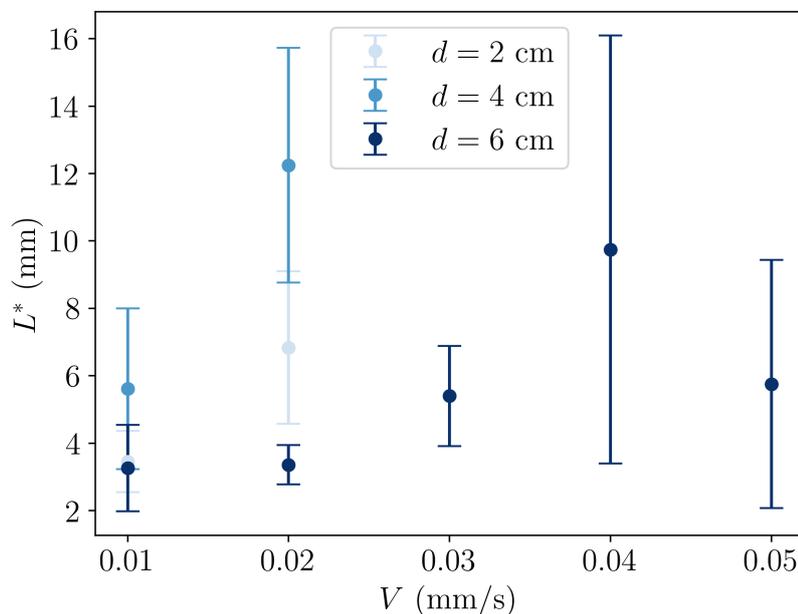


Figure 13.1 – Longueur du film à la rupture en fonction de la vitesse de génération, pour des anneaux de différents diamètres d codés en couleurs. Les points correspondent à la longueur moyennée sur au moins 25 expériences. Les barres d'erreurs correspondent à l'écart-type des données.

Les points correspondent à la longueur moyennée sur au moins 25 expériences. Les barres d'erreurs correspondent à l'écart-type des données. On voit que la longueur à la rupture

L^* augmente avec la vitesse de génération comme l'observent Champougny *et al.* [53] avec des films plans verticaux comme vu dans l'introduction. Pour les diamètres $d = 2$ cm et $d = 4$ cm, la gamme de vitesse est limitée à cause de l'instabilité de la caténoïde. En effet, la hauteur de la caténoïde augmente au fur et à mesure de sa génération. Cependant, il existe une hauteur critique pour laquelle la caténoïde se déstabilise pour devenir un film de savon circulaire sur l'anneau, c'est l'instabilité de la caténoïde. Cette hauteur critique augmente avec le diamètre supérieur de la caténoïde, ici fixé par le diamètre de l'anneau. Ainsi, la hauteur critique est plus petite pour les diamètres 2 et 4 cm, donc pour des vitesses plus grandes que 0.02 mm/s, les caténoïdes atteignent leur hauteur critique avant d'avoir rompu.

13.2 Modèle pour la longueur de rupture

On propose d'écrire le modèle pour des films plans verticaux et de l'appliquer à la caténoïde ce qui fait l'hypothèse d'une forme cylindrique. En pratique, mesurer la hauteur entre l'anneau et le bain ou la longueur curviligne le long de la caténoïde n'a pas de grand impact sur les données au vu des barres d'erreurs (Fig. 13.1). En principe, ce calcul pourrait être réécrit pour une caténoïde. Lors de sa génération, le film de savon est généré selon le scénario suivant. Tout d'abord, une petite quantité de liquide est entraînée par le cadre ou l'anneau. Cette petite quantité de liquide a une section $h_0 \times L_0$ où h_0 est l'épaisseur du film initial et L_0 sa hauteur (Fig. 13.2). Dans la suite, on prend $L_0 = l_c$ car la petite quantité de liquide entraînée est issue du ménisque créé par le cadre en contact avec le bain.

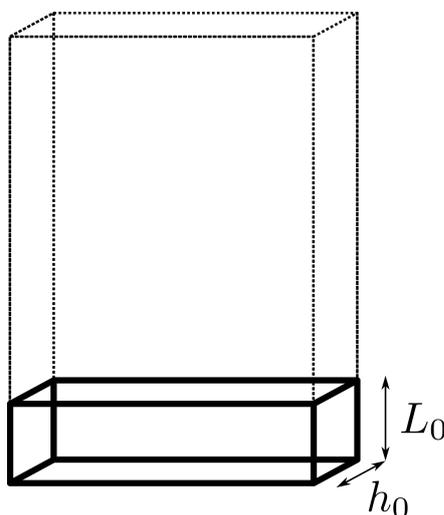


Figure 13.2 – Schéma du petit paquet de liquide initial d'épaisseur h_0 et de hauteur L_0 pour un film rectangulaire.

Un scénario possible est donc le suivant. Lors de sa génération, le haut du film est sous tension et se stratifie sous gravité. En tout temps, sa forme est donnée par une exponentielle et le film est toujours plus mince en haut. Au cours de la génération, cette partie sous tension s'allonge et le film s'amincit en haut, jusqu'à atteindre une épaisseur critique à laquelle le film va casser. On appelle h^* cette épaisseur. Dans la suite, on la prendra égale à 100 nm,

distance à laquelle les interfaces commencent à interagir *via* des forces intermoléculaires et donc à se fragiliser.

On écrit donc la conservation du volume entre le début de la génération et l'instant t :

$$h_0 L_0 = \int_0^L h(z) dz, \quad (13.1)$$

ce qui, associé à l'équation 12.1 permet d'écrire :

$$h_0 L_0 = h(L) l_0 \left(\exp\left(\frac{L}{l_0}\right) - 1 \right) \quad (13.2)$$

avec $h(L) = h(0) \exp\left(\frac{-L}{l_0}\right)$. Par ailleurs, à la rupture, on a $L = L^*$ et $h(0) = h^*$. On peut donc écrire :

$$h_0 L_0 = h^* l_0 \left(\exp\left(\frac{L^*}{l_0}\right) - 1 \right) \sim h^* L^* \quad (13.3)$$

pour $L \ll l_0$. Cette approximation est assez grossière dans notre cas puisque l_0 vaut 1.6 cm à $t = 7$ s (Fig. 12.1). On a donc l_0 de l'ordre de $2L^*$. Dans un premier temps nous proposons malgré tout de l'appliquer car elle permet de simplifier l_0 .

D'après la figure 13.1, la longueur à la rupture doit varier avec la vitesse de génération de la caténoïde. Une façon de faire apparaître la vitesse est d'utiliser la loi de Frankel pour l'expression de h_0 :

$$h_0 = 1.86 l_c \text{Ca}^{2/3}. \quad (13.4)$$

Cependant, rien ne justifie que l'épaisseur de la petite quantité de liquide entraînée au début de la génération suive la loi de Frankel. On obtient finalement une loi d'échelle pour la variation de L^* avec la vitesse de génération du film :

$$L^* \sim \frac{h_0 L_0}{h^*} \sim \frac{l_c^2 \text{Ca}^{2/3}}{h^*}. \quad (13.5)$$

On teste la dépendance en Ca avec nos données sur la figure 13.3a et avec les données de Champougny *et al.* [53] pour des films plans verticaux sur la figure 13.3c. On voit que dans les deux cas une puissance $2/3$ est compatible mais dans notre cas ce n'est pas significatif étant données les grandes barres d'incertitudes et la petite gamme de nombres capillaires sondée. Pour les données sur les films plans, on voit que les puissances des différentes courbes, et en particulier de la courbe à $\text{RH} = 100\%$, sont comprises entre $1/2$ et $2/3$ ce qui est compatible avec le modèle mais ne permet pas d'affirmer sa validité. La loi d'échelle complète est testée sur les figures 13.3b et 13.3d. L^* dépend linéairement de $l_c^2 \text{Ca}^{2/3} / h^*$ avec des pentes entre $3/2$ et $1/4$ donc proches de 1 pour Champougny *et al.* et une pente proche de 1 pour nos données. Cet accord qualitatif laisse penser que nous suivons la bonne piste. Pour confirmer la validité du modèle, il faudrait mieux comprendre le mécanisme d'entraînement initial du film liquide, avant son extension.

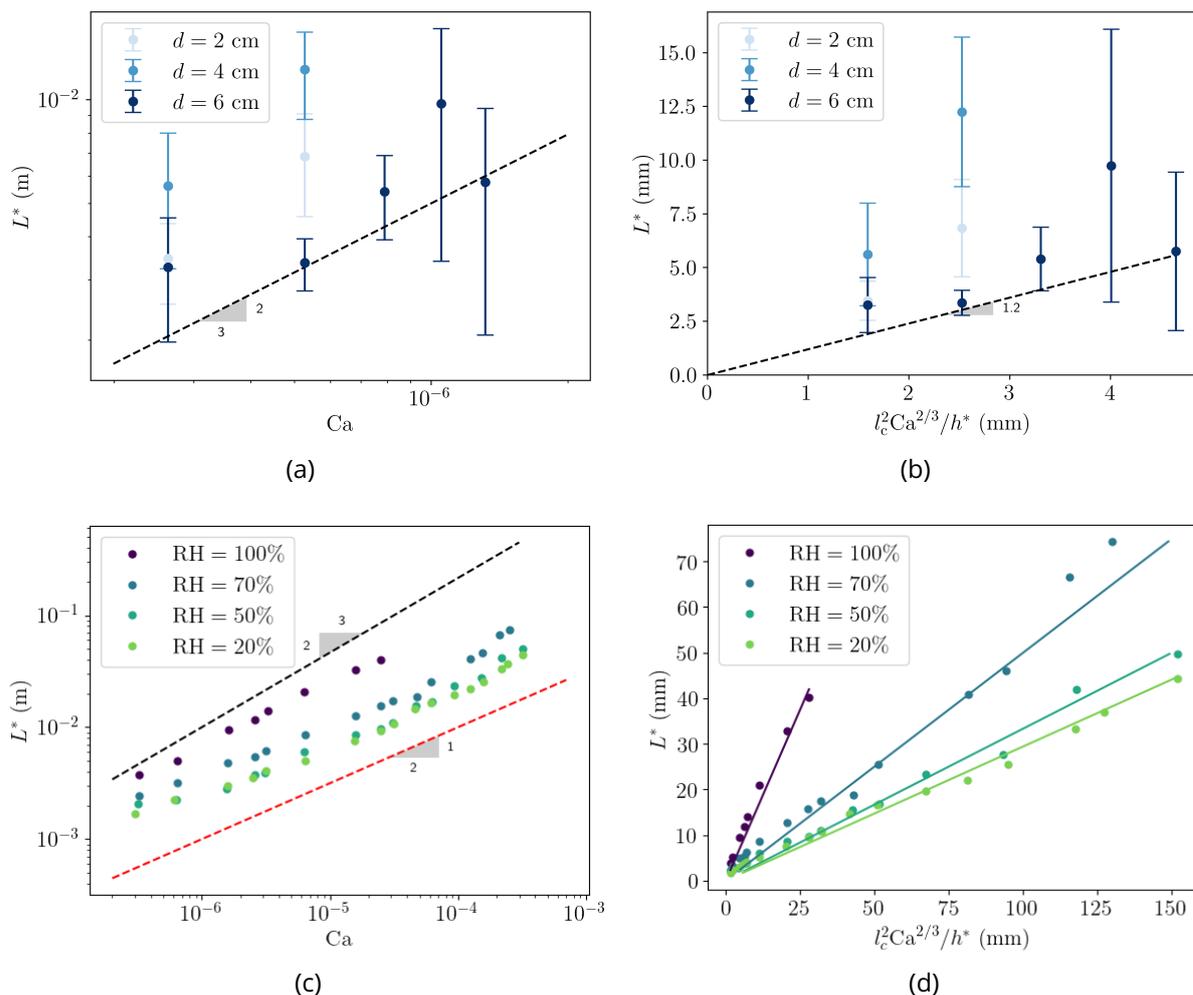


Figure 13.3 – Longueur à la rupture en fonction du nombre capillaire en échelle logarithmique (a) pour des caténoïdes, pour différents diamètres d’anneau codés en couleur et (c) pour des films plans verticaux de TTAB à une concentration de 4 cmc et différentes humidités relatives RH codés en couleurs [53]. Longueur à la rupture en fonction de la prédiction $l_c^2 Ca^{2/3} / h^*$ (b) pour des caténoïdes et (d) pour des films plans verticaux de TTAB. Les pentes des droites ont été choisies à la main et sont comprises entre 3/2 et 1/4 pour (d).

Conclusion

Finalement, nous avons retrouvé le résultat de la littérature pour les films plans verticaux à savoir que la longueur de la caténoïde au moment de sa rupture augmente avec la vitesse de génération de la caténoïde.

Nous avons élaboré un modèle basé sur l’extension de la petite quantité de liquide entraînée par le cadre/anneau au début de la génération. Quand l’extension a aminci le film/la caténoïde jusqu’à une épaisseur de l’ordre de 100 nm, celui-ci rompt. On suppose que l’épaisseur de cette petite quantité de liquide est donnée par la loi de Frankel ce qui n’est pas justifié mais qui donne un modèle qui décrit approximativement les données expérimentales.

Conclusion et perspectives

Conclusion

Finalement dans cette partie sur les caténoïdes, nous avons étudié leur forme, leur drainage et leur stabilité.

Tout d'abord, nous avons montré que la caténoïde créée entre un anneau et un bain n'est pas une semi-caténoïde ni entre l'anneau et le bain ni entre l'anneau et le haut du ménisque. À l'aide du théorème de décoration et en prenant en compte la tension de ligne agissant sur le ménisque au pied de la caténoïde et le poids du ménisque, nous avons montré que la caténoïde a un plus grand rayon de contact avec le bain que s'il s'agissait d'une semi-caténoïde entre l'anneau et le bain.

Dans un second temps, nous avons mesuré des profils d'épaisseur des caténoïdes au cours du temps. Ils correspondent à ce qui a été observé pour des films plans verticaux à savoir une partie supérieure en extension donc avec un profil exponentiel qui vient de l'équilibre entre le gradient de tension et le poids du film et une partie inférieure qui est un film de Frankel extrait du ménisque inférieur lors de la relaxation du film supérieur en extension. Ensuite, nous avons étudié le drainage de la caténoïde en mesurant son amincissement au cours du temps. L'épaisseur et l'évolution de l'épaisseur sont similaires sur les 90 % bas de la caténoïde. Nous avons adapté un modèle de drainage écrit pour des bulles de surface : l'écoulement du liquide dans le film de la caténoïde est limité par le débit autorisé au niveau du pincement. Ce modèle décrit bien les données sauf pour les 10 % du haut de la caténoïde. En comparant les courbes de drainage entre une bulle de surface, une caténoïde et un film plan de tailles similaires, on voit qu'une bulle et une caténoïde drainent sur la même échelle de temps alors que le drainage du film plan est plus rapide. En effet, contrairement à la bulle et la caténoïde, le film plan possède des ménisques latéraux en contact avec le cadre, qui sont le lieu de remontée rapide d'éléments de régénération marginale ce qui domine le drainage au niveau du ménisque avec le bain.

Enfin, nous avons mesuré les temps de vie des caténoïdes qui rompent pendant leur génération. Nous avons élaboré un modèle supposant qu'au début de la génération, un petit paquet de liquide est entraîné par l'anneau avec un processus de Frankel. Ensuite ce petit paquet est étendu jusqu'à ce qu'il soit trop fin et casse. Ce modèle décrit nos données et les données de Champougny *et al.* [53] sur des films plans verticaux de façon approximative. Le fait que les caténoïdes et les films plans verticaux aient les mêmes mécanismes de rupture alors qu'ils n'ont pas les mêmes mécanismes de drainage indique que la rupture n'est pas dépendante du drainage au premier ordre. Cela renforce notre approche théorique de la rupture *via* l'extension du film.

Perspectives

Pour la rupture nous avons vu que le modèle supposant que l'on étend un petit paquet de liquide initialement entraîné est compatible avec nos données. Cependant une perspective serait de mieux définir ce paquet de liquide initial, en particulier savoir ce qui fixe son épaisseur h_0 .

Une autre perspective concerne la dynamique complexe des films que l'on voit sur les photographies de la figure 10.4. Il s'agira d'identifier les raisons pour lesquelles la régénération marginale n'apparaît pas dès le début et pourquoi il y a des canaux de liquide qui descendent au début et à la fin de la vie de la caténoïde mais pas entre les deux.

Conclusion Générale

Finalement au cours de cette thèse nous nous sommes intéressés à la dynamique de films liquides minces supportés et suspendus en présence d'un ménisque.

Dans une première partie nous avons étudié des films minces supportés. L'enjeu est de comprendre par exemple la perturbation créée par une poussière qui tombe sur un revêtement liquide voué à se solidifier pour conférer des propriétés spécifiques à une surface. Nous avons étudié expérimentalement un film d'huile silicone déposé au spin-coater sur un wafer et sur lequel était déposée verticalement une fibre cylindrique. Un ménisque se forme sur la fibre et un pincement apparaît entre le ménisque et le film. En effet, le ménisque sur une fibre est en dépression et aspire le liquide du film localement ce qui crée un creux au pied du ménisque.

Nous avons suivi la dynamique de ce pincement en mesurant des profils d'épaisseur sur un rayon du système à l'aide d'une caméra hyperspectrale. Nous avons tout d'abord mesuré la largeur du pincement, c'est-à-dire la distance entre le pincement et la bosse de la vague visco-capillaire, pour différentes épaisseurs initiales et rayons de fibre. Nous avons montré que cette largeur suit une loi d'échelle plusieurs fois utilisée dans la littérature, et qui est construite à partir de l'équation de lubrification pour l'écoulement de relaxation qui élargit le pincement et qui est dirigé vers le centre du film.

Nous avons également mesuré l'épaisseur du pincement, ce qui, à notre connaissance, n'avait jamais été entrepris car les autres études de la littérature ont utilisé des méthodes de mesure d'épaisseur relative et non absolue. Nous avons mis en évidence, que le pincement se creuse selon une loi de puissance $t^{-1/4}$, atteint un minimum puis remonte en $t^{1/2}$. Le minimum est robuste mais les lois de puissance ne sont pas confirmées par suffisamment de données. L'évolution de l'épaisseur du pincement en $t^{-1/4}$ est compatible avec une loi d'échelle de la littérature écrite pour une courbure du ménisque constante mais en injectant l'évolution en $t^{-1/4}$ que l'on trouve pour la courbure du ménisque. Celle-ci est évaluée à partir de la largeur mesurée du ménisque et de profils théoriques du ménisque. Pour la remontée du pincement, il faudrait étudier non pas l'épaisseur du film mais la profondeur du creux pour laquelle une loi d'échelle est proposée dans la littérature dans le contexte de nivellement de creux ou de vagues visco-capillaires.

Le résultat majeur de cette thèse est la prédiction de lois d'échelle pour la valeur du minimum d'épaisseur et du temps auquel il est atteint qui correspondent aux données expérimentales pour différentes épaisseurs initiales et rayons de fibre. Le modèle que nous avons élaboré suppose que le liquide nécessaire pour former le ménisque vient du pincement et que le minimum du pincement est atteint lorsque le ménisque atteint son équilibre. En effet, au début de son ascension, le ménisque est fortement courbé donc son aspiration est forte et le pincement se creuse. L'aspiration par le ménisque est en compétition avec le nivellement capillaire qui tend à aplanir la perturbation créée par le ménisque. Au cours de l'ascension du ménisque, son aspiration diminue car sa courbure diminue. Ainsi l'aspiration du ménisque domine le nivellement capillaire et le pincement se creuse jusqu'à ce que l'aspiration ne soit plus assez forte car le ménisque atteint son équilibre et alors le pincement remonte. Nous avons mesuré que le temps d'équilibre du ménisque varie linéairement avec le temps pour atteindre le minimum du pincement et qu'il est dix fois plus

grand, ce qui valide notre hypothèse.

Nous avons également mis en évidence l'apparition d'un film très fin, d'une dizaine de nanomètres, et qui s'élargit, pour une épaisseur initiale critique de l'ordre du micromètre. Nous avons appelé ce film très mince un film de Newton par analogie avec les films de savon. Nous supposons que ce film de Newton est dû au pincement qui s'est tant aminci que le film atteint une épaisseur à laquelle les forces intermoléculaires répulsives entrent en jeu et empêchent le film de s'amincir d'avantage. En reprenant la loi d'échelle obtenue pour le minimum d'épaisseur du pincement et en fixant ce minimum à 10 nm, nous obtenons une prédiction pour l'épaisseur initiale critique. Cette prédiction est en accord avec un diagramme de phase qui distingue entre les cas où le film de Newton apparaît ou non, pour trois rayons de fibre différents. Le mécanisme d'élargissement de ce film de Newton n'est pas encore compris. Il faudrait également étudier l'évaporation qui peut jouer un rôle.

Nous avons montré que la position du pincement et la largeur du ménisque sont corrélées jusqu'à ce que le ménisque atteigne son équilibre. Cependant ces deux longueurs ne semblent pas suivre de loi d'échelle. Afin de proposer un modèle théorique pour ces deux longueurs pendant qu'elles sont couplées, il faudrait étudier d'avantage les écoulements qui ont lieu entre le ménisque et le pincement, à l'aide de simulations numériques par exemple.

Dans une deuxième partie nous avons étudié des films de savon caténoïdaux générés en extrayant un anneau centimétrique d'un bain de solution savonneuse à des vitesses de l'ordre de 1 mm/s. Cette géométrie est motivée par l'absence de ménisques latéraux ce qui restreint le drainage au ménisque inférieur qui est moins complexe que sur les bords latéraux. Nous cherchons à mesurer l'épaisseur de la caténoïde pour mesurer le drainage et faire le lien avec le pincement au pied de la caténoïde. En effet, le pincement se déstabilise et donne lieu à la régénération marginale qui consiste en l'absorption d'éléments de film épais venant du film par le ménisque et en l'éjection par le ménisque d'éléments fins qui remontent au sein du film par flottabilité. Cette réorganisation d'épaisseur contrôle le drainage.

Nous avons mesuré l'épaisseur au cours du temps et à différentes hauteurs sur la caténoïde à l'aide d'un spectromètre incliné de sorte à ce qu'il soit perpendiculaire à l'interface au point de mesure. La mesure d'épaisseur est délicate et fastidieuse du fait de la forme de l'interface car entre deux hauteurs de mesure, il faut ajuster l'angle du spectromètre pour retrouver les interférences. Afin de savoir quelle hauteur sur la caténoïde on vise, on reporte la hauteur que vise le spectromètre sur un plan vertical placé devant la caténoïde puis on retrouve la hauteur sur la caténoïde par le calcul en sachant le profil exact de l'interface. Cependant, le profil de l'interface n'est pas une demi-caténoïde comme on aurait pu s'y attendre. Nous avons montré pour plusieurs anneaux de diamètres différents et différentes hauteurs totales de caténoïdes que la tension de ligne qui s'exerce sur le ménisque au pied de la caténoïde et le poids du ménisque déforment la demi-caténoïde attendue en élargissant le périmètre du ménisque car cela est plus favorable énergétiquement.

Nous avons alors pu mesurer l'évolution temporelle de l'épaisseur à différentes hauteurs sur la caténoïde après la génération pour différents diamètres d'anneaux. Ces courbes de drainage sont bien prédites par un modèle de la littérature décrivant l'écoulement dans le pincement qui est équivalent à un autre modèle de la littérature décrivant la rentrée et la sortie de patches de régénération marginale au niveau du ménisque. Seules des courbes de drainage pour des hauteurs très proches de l'anneau ne sont pas bien décrites par le modèle, probablement à cause de la forte courbure de la caténoïde dans le plan radial à

ces hauteurs.

Nous avons également analysé les profils d'épaisseur à temps court pour un anneau et une hauteur de caténoïde mais en variant la vitesse de génération afin d'explorer la génération des caténoïdes. Les profils mettent en évidence une zone d'épaisseur constante au bas du film qui correspond à un modèle de film de Frankel avec interfaces compressibles car les vitesses de génération sont assez élevées par rapport à l'élasticité du film. Le haut du film a un profil exponentiel qui correspond à un film en extension du fait de son propre poids, qui est équilibré par un gradient de tension de surface, à chaque hauteur sur la caténoïde. Finalement, des résultats préliminaires ont été obtenus sur la rupture des caténoïdes pendant leur génération. En effet, les données pour des anneaux de diamètres différents sont compatibles, avec de grandes barres d'erreur, avec un modèle supposant qu'un petit paquet de liquide est entraîné par l'anneau puis étendu jusqu'à ce que son épaisseur atteigne une centaine de nanomètres et qu'il rompe. Une perspective de ce travail est de mieux décrire expérimentalement et théoriquement ce petit paquet de liquide initialement entraîné.

Bibliographie

- [1] Isabelle Cantat, Sylvie Cohen-Addad, Florence Elias, François Graner, Reinhard Höhler, Olivier Pitois, Florence Rouyer et Arnaud Saint-Jalmes. *Les Mousses : structure et dynamique*. 2010.
- [2] Jonas Miguet, Florence Rouyer et Emmanuelle Rio. "The Life of a Surface Bubble". In : *Molecules* 26.5 (2021). doi : [10.3390/molecules26051317](https://doi.org/10.3390/molecules26051317).
- [3] Karol J Mysels, Kozo Shinoda et Stanley Frankel. *Soap films : Studies of their thinning and a bibliography*. 1959.
- [4] N. Adami et H. Caps. "Capillary-driven two-dimensional buoyancy in vertical soap films". In : *Europhysics Letters* 106.4 (2014), p. 46001. doi : [10.1209/0295-5075/106/46001](https://doi.org/10.1209/0295-5075/106/46001).
- [5] Alice Gros, Adrien Bussonnière, Sanjiban Nath et Isabelle Cantat. "Marginal regeneration in a horizontal film : Instability growth law in the nonlinear regime". In : *Phys. Rev. Fluids* 6 (2 2021), p. 024004. doi : [10.1103/PhysRevFluids.6.024004](https://doi.org/10.1103/PhysRevFluids.6.024004).
- [6] Jacopo Seiwert, Ronan Kervil, Soniraks Nou et Isabelle Cantat. "Velocity Field in a Vertical Foam Film". In : *Phys. Rev. Lett.* 118 (4 2017), p. 048001. doi : [10.1103/PhysRevLett.118.048001](https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.118.048001).
- [7] Omer Atasi, Dominique Legendre, Benoit Haut, Roberto Zenit et Benoit Scheid. "Lifetime of Surface Bubbles in Surfactant Solutions". In : *Langmuir* 36.27 (2020), p. 7749-7764. doi : [10.1021/acs.langmuir.9b03597](https://doi.org/10.1021/acs.langmuir.9b03597).
- [8] Achod Aradian, Elie Raphael et P-G De Gennes. "Marginal pinching" in soap films". In : *Europhysics Letters* 55.6 (2001), p. 834.
- [9] Corentin Trégouët et Isabelle Cantat. "Instability of the one-dimensional thickness profile at the edge of a horizontal foam film and its Plateau border". In : *Physical Review Fluids* 6.11 (2021), p. 114005. doi : [10.1103/PhysRevFluids.6.114005](https://doi.org/10.1103/PhysRevFluids.6.114005).
- [10] James E Mcdonald et Stephen Brubaker. "Meniscus-induced thinning of tear films". In : *American journal of ophthalmology* 72.1 (1971), p. 139-146.
- [11] Manon l'Estimé. "Dynamique d'adhésion : ménisques, films et ponts". Thèse de doct. Sorbonne université, 2021.
- [12] Quentin Magdelaine-Guillot de Suduiraut. "Hydrodynamique des films liquides hétérogènes". Thèse de doct. Sorbonne université, 2019.
- [13] Clément Robert. "Hydrodynamique de films liquides ornés de tensioactifs". Thèse de doct. Sorbonne université, 2022.
- [14] M. A. Hack, M. Costalonga, T. Segers, S. Karpitschka, H. Wijshoff et J. H. Snoeijer. "Printing wet-on-wet : Attraction and repulsion of drops on a viscous film". In : *Applied Physics Letters* 113.18 (2018), p. 183701.
- [15] Diana Garcia-Gonzalez, Michiel A Hack, Michael Kappl, Hans-Jürgen Butt et Jacco H Snoeijer. "Drawing liquid bridges from a thin viscous film". In : *Soft matter* 19.6 (2023), p. 1241-1248.

-
- [16] David F James. "The meniscus on the outside of a small circular cylinder". In : *Journal of Fluid Mechanics* 63.4 (1974), p. 657-664.
- [17] F. M. Orr, L. E. Scriven et A. P. Rivas. "Pendular rings between solids : meniscus properties and capillary force". In : *Journal of Fluid Mechanics* 67.4 (1975), p. 723-742. doi : [10.1017/S0022112075000572](https://doi.org/10.1017/S0022112075000572).
- [18] David Quéré et Jean-Marc Di Meglio. "The meniscus on a fibre". In : *Advances in Colloid and Interface Science* 48 (1994), p. 141-150.
- [19] Christophe Clanet et David Quéré. "Onset of menisci". In : *Journal of Fluid Mechanics* 460 (2002), p. 131-149. doi : [10.1017/S002211200200808X](https://doi.org/10.1017/S002211200200808X).
- [20] Shuo Guo, Xianmin Xu, Tiezheng Qian, Yana Di, Masao Doi et Penger Tong. "Onset of thin film meniscus along a fibre". In : *Journal of Fluid Mechanics* 865 (2019), p. 650-680.
- [21] Léa Delance, Enric Santanach-Carreras, Nicolas Passade-Boupat, François Lequeux, Laurence Talini et Emilie Verneuil. "How emulsified droplets induce the bursting of suspended films of liquid mixtures". In : *Soft Matter* 20.27 (2024), p. 5407-5416. doi : [10.1039/D4SM00240G](https://doi.org/10.1039/D4SM00240G).
- [22] Joshua D. McGraw, Nicholas M. Jago et Kari Dalnoki-Veress. "Capillary levelling as a probe of thin film polymer rheology". In : *Soft Matter* 7.17 (2011), p. 7832. doi : [10.1039/c1sm05261f](https://doi.org/10.1039/c1sm05261f).
- [23] Oliver Bäumchen, Michael Benzaquen, Thomas Salez, Joshua D. McGraw, Matilda Backholm, Paul Fowler, Elie Raphaël et Kari Dalnoki-Veress. "Relaxation and intermediate asymptotics of a rectangular trench in a viscous film". In : *Physical Review E* 88.3 (2013), p. 035001. doi : [10.1103/PhysRevE.88.035001](https://doi.org/10.1103/PhysRevE.88.035001).
- [24] Srinath Lakshman, Walter Tewes, Kirsten Harth, Jacco H Snoeijer et Detlef Lohse. "Deformation and relaxation of viscous thin films under bouncing drops". In : *Journal of fluid mechanics* 920 (2021), A3.
- [25] Detlef Lohse. "Fundamental fluid dynamics challenges in inkjet printing". In : *Annual review of fluid mechanics* 54 (2022), p. 349-382.
- [26] Michael Benzaquen, Mark Ilton, Michael V. Massa, Thomas Salez, Paul Fowler, Elie Raphaël et Kari Dalnoki-Veress. "Symmetry plays a key role in the erasing of patterned surface features". In : *Applied Physics Letters* 107.5 (2015), p. 053103. doi : [10.1063/1.4927599](https://doi.org/10.1063/1.4927599).
- [27] Matilda Backholm, Michael Benzaquen, Thomas Salez, Elie Raphaël et Kari Dalnoki-Veress. "Capillary levelling of a cylindrical hole in a viscous film". In : *Soft Matter* 10.15 (2014), p. 2550-2558. doi : [10.1039/C3SM52940A](https://doi.org/10.1039/C3SM52940A).
- [28] François Boulogne. *oospectro*. <https://oospectro.readthedocs.io/en/latest/>.
- [29] Pérez José-Philippe. 4e édition entièrement refondue et augmentée. Enseignement de la physique. Paris; Milan; Barcelone, 1994. isbn : 2-225-84270-1.
- [30] A Sheludko. "Thin liquid films". In : *Advances in colloid and interface science* 1.4 (1967), p. 391-464.
- [31] Thibaut Gaillard. "Ecoulements confinés à haut et bas Reynolds : génération millifluidique de mousse et drainage de films minces de copolymères". Theses. Université Paris Saclay (COMUE), 2016.

Bibliographie

- [32] Alice Etienne-Simonetti, Frédéric Restagno, Isabelle Cantat et Emmanuelle Rio. "Hydrodynamic thinning of a coating film induced by a small solid defect : evidence of a time–minimum thickness". In : *Soft Matter* 20.38 (2024), p. 7715-7722. doi : [10.1039/D4SM00292J](https://doi.org/10.1039/D4SM00292J).
- [33] Laurie Saulnier, Lorène Champougny, Gaël Bastien, Frédéric Restagno, Dominique Langevin et Emmanuelle Rio. "A study of generation and rupture of soap films". In : *Soft Matter* 10.16 (2014), p. 2899. doi : [10.1039/c3sm52433g](https://doi.org/10.1039/c3sm52433g).
- [34] Jacopo Seiwert, Martin Monloubou, Benjamin Dollet et Isabelle Cantat. "Extension of a Suspended Soap Film : A Homogeneous Dilatation Followed by New Film Extraction". In : *Physical Review Letters* 111.9 (2013), p. 094501.
- [35] Ernst A Van Nierop, Benoit Scheid et Howard A Stone. "On the thickness of soap films : an alternative to Frankel's law". In : *Journal of fluid mechanics* 602 (2008), p. 119-127.
- [36] Eric A Adelizzi et Sandra M Troian. "Interfacial slip in entrained soap films containing associating hydrosoluble polymer". In : *Langmuir* 20.18 (2004), p. 7482-7492.
- [37] Steffen Berg, Eric A Adelizzi et Sandra M Troian. "Experimental study of entrainment and drainage flows in microscale soap films". In : *Langmuir* 21.9 (2005), p. 3867-3876.
- [38] Robijn Bruinsma, Jean Marc Di Meglio, David Quéré et Sylvie Cohen-Addad. "Formation of soap films from polymer solutions". In : *Langmuir* 8.12 (1992), p. 3161-3167.
- [39] Sylvie Cohen-Addad et Jean-Marc di Meglio. "Stabilization of aqueous foam by hydro-soluble polymers. 2. Role of polymer/surfactant interactions". In : *Langmuir* 10.3 (1994), p. 773-778.
- [40] Karol J Mysels et Michael C Cox. "An experimental test of Frankel's law of film thickness". In : *Journal of Colloid Science* 17.2 (1962), p. 136-145.
- [41] Laurie Saulnier, Frédéric Restagno, Jérôme Delacotte, Dominique Langevin et Emmanuelle Rio. "What is the mechanism of soap film entrainment?" In : *Langmuir* 27.22 (2011), p. 13406-13409.
- [42] Jacopo Seiwert, Benjamin Dollet et Isabelle Cantat. "Theoretical study of the generation of soap films : role of interfacial visco-elasticity". In : *Journal of fluid mechanics* 739 (2014), p. 124-142.
- [43] Lorène Champougny, Benoit Scheid, Frédéric Restagno, Jan Vermant et Emmanuelle Rio. "Surfactant-induced rigidity of interfaces : a unified approach to free and dip-coated films". In : *Soft Matter* 11.14 (2015), p. 2758-2770. doi : [10.1039/C4SM02661F](https://doi.org/10.1039/C4SM02661F).
- [44] Marina Pasquet, Frédéric Restagno, Isabelle Cantat et Emmanuelle Rio. "Thickness profiles of giant soap films". In : *Phys. Rev. Fluids* 8 (3 2023), p. 034001. doi : [10.1103/PhysRevFluids.8.034001](https://doi.org/10.1103/PhysRevFluids.8.034001).
- [45] Emmie H Lucassen-Reynders. *Anionic surfactants : physical chemistry of surfactant action*. T. 11. 1981.
- [46] Pierre-Gilles de Gennes. "'Young' soap films". In : *Langmuir* 17.8 (2001), p. 2416-2419.
- [47] Marina Pasquet. "Stabilité d'objets savonneux : mousses humides, bulles de surface et films géants". Thèse de doct. Université Paris-Saclay, 2021.

-
- [48] Antoine Monier, François-Xavier Gauci, Cyrille Claudet, Franck Celestini, Christophe Brouzet et Christophe Raufaste. "Self-similar and Universal Dynamics in Drainage of Mobile Soap Films". In : arXiv :2401.03931 (2024).
- [49] Jonas Miguet, Marina Pasquet, Florence Rouyer, Yuan Fang et Emmanuelle Rio. "Marginal regeneration-induced drainage of surface bubbles". In : *Physical Review Fluids* 6.10 (2021), p. L101601.
- [50] Jonas Miguet, Marina Pasquet, Florence Rouyer, Yuan Fang et Emmanuelle Rio. "Stability of big surface bubbles : impact of evaporation and bubble size". In : *Soft Matter* 16 (4 2020), p. 1082-1090. doi : [10.1039/C9SM01490J](https://doi.org/10.1039/C9SM01490J).
- [51] H. Lhuissier et E. Villermaux. "Bursting bubble aerosols". In : *Journal of Fluid Mechanics* 696 (2012), p. 5-44. doi : [10.1017/jfm.2011.418](https://doi.org/10.1017/jfm.2011.418).
- [52] S. Poulain et L. Bourouiba. "Biosurfactants Change the Thinning of Contaminated Bubbles at Bacteria-Laden Water Interfaces". In : *Phys. Rev. Lett.* 121 (20 2018), p. 204502. doi : [10.1103/PhysRevLett.121.204502](https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.121.204502).
- [53] Lorène Champougny, Jonas Miguet, Robin Henaff, Frédéric Restagno, François Boulogne et Emmanuelle Rio. "Influence of Evaporation on Soap Film Rupture". In : *Langmuir* 34.10 (2018), p. 3221-3227. doi : [10.1021/acs.langmuir.7b04235](https://doi.org/10.1021/acs.langmuir.7b04235).
- [54] Louis Salkin, Alexandre Schmit, Pascal Panizza et Laurent Courbin. "Influence of boundary conditions on the existence and stability of minimal surfaces of revolution made of soap films". In : *American Journal of Physics* 82 (2014), p. 839. doi : [10.1119/1.4879541](https://doi.org/10.1119/1.4879541).
- [55] Laurie Saulnier, Frédéric Restagno, Jérôme Delacotte, Dominique Langevin et Emmanuelle Rio. "What Is the Mechanism of Soap Film Entrainment?" In : *Langmuir* 27.22 (2011), p. 13406-13409. doi : [10.1021/la202233f](https://doi.org/10.1021/la202233f).
- [56] J.-C. Géminard, A. Żywocinski, F. Caillier et P. Oswald. "Observation of negative line tensions from Plateau border regions in dry foam films". In : *Philosophical Magazine Letters* 84.3 (2004), p. 199-204. doi : [10.1080/0950083010001646707](https://doi.org/10.1080/0950083010001646707).
- [57] Denis Weaire. "The equilibrium structure of soap froths : inversion and decoration". In : *Philosophical magazine letters* 79.7 (1999), p. 491-495.
- [58] Marina Pasquet, François Boulogne, Julien Sant-Anna, Frédéric Restagno et Emmanuelle Rio. "The impact of physical-chemistry on film thinning in surface bubbles". In : *Soft Matter* 18.24 (2022), p. 4536-4542. doi : [10.1039/D2SM00157H](https://doi.org/10.1039/D2SM00157H).