

Protocole et Méthodes : Etude de l'effet Marangoni thermique

Apolline Fauchet, Flora-Maud Le Menn, Noémie Tezier

Table des matières

1	Matériel	2
2	Manipulations	3
2.1	Marangoni tension de surface	3
2.2	Marangoni thermique (fer à souder)	3
2.3	Marangoni thermique (laser)	3
2.4	Programme d'étude de la déformation	4
2.5	Etude du démouillage	6
3	Annexes	7
3.1	Huiles de silicones et leurs caractéristiques	7
3.2	Tableau des volumes	7
3.3	Dispositif expérimental pour Marangoni thermique	8
3.4	Récapitulatif des vitesses (spin coating)	8
3.5	Etude du démouillage	9
4	Bibliographie	10

1 Matériel

Marangoni tension de surface

crystalliseur	5 €
cannelle	1 €
pipette pasteur	1000 unités = 50 €
liquide vaisselle	1 €
eau	

Marangoni thermique (fer à souder)

boite de pétri	10 €
potence	20 €
fer à souder	20 €
particules de nylon	1kg = 300 €
huile végétale	1 €
cannelle	1 €
glycérol	100mL = 50 €
eau	

Marangoni thermique (laser)

boite de pétri (diamètre = 10cm)	10 €
support élévateur	50 €
montage adapté à la caméra	fait main
cylindre creux (diamètre extérieur = 8cm, hauteur = 13cm)	fait main
plaque bleue (verre)	
laser rouge ($\lambda = 655\text{nm}$, $P = 2.5\text{W}$)	3000 €
lentille convergente (f10)	
polariseurs	
lunettes protectrices (190-400 + 633 + 662-835nm OD5+, 625-850nm OD4+)	
cartons de protection	
plaque éclairante	30 €
papier millimétré	2 €
caméra BASLER	500 €
objectif NAVITAR (7000 zoom)	400 €
2 alimentations stabilisées	
4 béchers 10mL	4 €
4 pipettes 1mL	1 €
4 pipette 10 mL	2 €
spin coater	20000 €
balance de précision (0.1 mg)	70 €
huiles de silicone (voir annexe 1)	200 € pour 4 η différentes
Pylon Viewer	
Matlab	licence = 2000 €
programme Matlab d'étude de la déformation	fait main

Etude du démouillage

montage précédent	
Image J	
Exel	

2 Manipulations

2.1 Marangoni tension de surface

- Remplir le cristalliseur d'eau.
- Soudrer la surface de cannelle.
- Avec une pipette pasteur, prélever une goutte de liquide vaisselle et la faire tomber au centre du cristalliseur.

On observe alors que les particules de cannelle se déplacent vers la périphérie du cristalliseur, emportées par l'écoulement de Marangoni provoqué par la brusque diminution de tension de surface au centre.



2.2 Marangoni thermique (fer à souder)

- Remplir la boîte de pétri d'eau.
- Soudrer la surface de particules de Nylon.
- Fixer le fer à souder à la potence et le chauffer au maximum de sa puissance.
- Approcher la pointe du fer de la surface de l'eau.

Si vous essayez de regarder la déformation d'un fin film d'eau sous l'effet Marangoni thermique, vous n'observerez pas de creux à l'œil nu que vous chauffiez au fer à souder ou au laser. Si vous voulez observer le mouvement à l'aide de particules de cannelle vous ne les verrez pas bouger. En effet de par sa grande capacité thermique il est difficile d'échauffer de l'eau. Le mouvement même du phénomène est moindre. Il est présent mais difficilement visible à l'œil nu.

Pour l'observer il faut utiliser des particules suffisamment petite et légère pour qu'elles soient emportées par l'eau et non contournées comme des obstacles. Nous vous conseillons donc d'utiliser des particules de nylon fines. Vous pouvez ainsi les voir s'écarter du centre du point de chauffage.

2.3 Marangoni thermique (laser)

- Remplir la boîte de pétri contenant la plaque de verre d'huile de silicone (cf tableau)
- Poser la boîte de pétri sur le cylindre, allumer la plaque éclairante et régler le zoom et la profondeur de champ de la caméra pour observer au mieux la déformation
- Lancer l'acquisition et le laser.
- Arrêter l'acquisition lorsque la déformation n'évolue plus.

Pour toutes les huiles, il faut attendre que la surface soit bien plane avant de commencer l'acquisition, pour les huiles les plus visqueuses cela prend plus de temps.

Pour les huiles très visqueuses ($\eta = 200$ et 1000 mPa.s) il faut utiliser un spin coater pour faire de fines couches.

- Peser la plaque de verre.
- Mettre la plaque de verre bleu dans le spin coater et établir le vide
- Déposer de l'huile au centre de la plaque à l'aide d'une seringue 1mL.
- Lancer le programme du spin coater.
- Arrêter le vide, retirer le surplus d'huile de la plaque et la repeser.
- Faire l'expérience : on observe un démouillage.

Pour chaque expérience avec le spin coater, on obtient la hauteur de liquide en pesant la masse d'huile déposée sur la plaque et en considérant que la surface est parfaitement plane. C'est une approximation, car en réalité il y a un surplus de liquide sur les bords de la plaque, mais elle nous suffit pour notre approche.

Chaque expérience est enregistrée, les résultats sont séparés en deux analyses : les expériences avec démouillage sont étudiées sur ImageJ pour visualiser l'évolution du rayon de démouillage, les expériences avec apparition d'un creux sont étudiées avec le programme Matlab pour visualiser la profondeur du creux. L'épaisseur limite pour le démouillage semble être 0.7mm, mais elle n'a pas pu être déterminée précisément.

2.4 Programme d'étude de la déformation

Détail de la série d'image obtenue pour une expérience

Images sous format .tiff enregistrées dans un même dossier, on enregistre deux images par seconde.

deplacement_f, script sous Matlab

but : calculer la profondeur du creux sur une expérience en fonction du nombre d'itérations pour différents pas de récurrence.

entrée : série d'images filmant la formation du creux, nombre d'images de la série, matrice contenant les pas de récurrences que l'on veut utiliser.

sortie : un tableau de cellule unique contenant les matrices des profondeurs en fonction du nombre d'itérations pour tous les pas de récurrence demandés.

principe : On découpe l'image en petites zones toutes de même taille. On travaille ensuite successivement sur chaque petite zone jusqu'à avoir traité l'image entière. Pour chaque zone on cherche à retrouver de combien de pixels le motif contenu dans la zone s'est déplacé dans l'image suivante. Pour cela on effectue le produit de corrélation de la zone avec la zone correspondante dans l'image d'après élargie de 5 pixels (déplacement max) sur tous les bords. On repère ensuite le maximum de corrélation sur la zone. On calcule l'écart entre le centre de l'image de corrélation (déplacement 0) et la position du maximum de corrélation pour en déduire de combien de pixels le motif s'est décalé selon les deux axes.

On effectue cette opération sur toute la série d'images. Pour atténuer le bruit de fond on ne traite pas toutes les images de la série mais seulement 1 sur n, où n correspond au pas de récurrence.

A chaque itération on ajoute le nouveau déplacement calculé à la somme des déplacements précédents. On obtient donc à la fin le déplacement pour chaque itération et le déplacement total.

On remonte alors à la hauteur de la surface d'huile en différents points de l'image grâce à un calcul optique. On peut ainsi modéliser en 3D le creux et en calculer la profondeur (minimum de la surface) pour chaque itération.

PROBLÈMES LIÉS AU QUADRILLAGE PÉRIODIQUE :

- deuxième pic : comme le quadrillage est périodique le produit de corrélation peut donner deux maxima locaux : un maximum correspond au motif ciblé et l'autre correspond à la réapparition du motif même partiellement sur un bord de l'image. Par les effets de contraste de la photo il est alors possible que ce soit le maximum correspondant à la réapparition du motif qui soit le plus élevé. La recherche du maximum global ne donnera donc pas le bon pic. Pour pallier ce problème on recherche également le deuxième pic sur l'image du produit de corrélation (on met à zéros les pixels correspondant au premier pic et on cherche le nouveau maximum). On choisit alors le pic qui correspond au déplacement le plus faible (tout en vérifiant qu'il s'agit d'un réel pic dont l'amplitude est au moins égale à 5/6 de l'amplitude max et non pas de bruit)

- limite du déplacement max : Le déplacement max définit de combien de pixels la petite zone est agrandie dans l'image suivante afin de faire le produit de corrélation. Or la périodicité du quadrillage impose une limite à cet élargissement afin d'éviter de retrouver la répétition du motif cherché. La périodicité du quadrillage est d'environ 18 pixels, le déplacement max ne doit donc pas être supérieur à 18. On choisit ici un déplacement max égal à 5 pixels

utilité de la récurrence : On comprend alors que le programme ne peut pas calculer de grand champ de déformation à cause de la périodicité du quadrillage. Pour pallier ce problème on décide d'effectuer une récurrence sur l'ensemble des images de la série, à chaque récurrence on ajoute le déplacement nouvellement calculé à la somme des déplacements précédents. Ainsi au lieu de calculer le déplacement uniquement entre l'image initiale du quadrillage non déformé et l'image finale du quadrillage très déformé, on calcule de petites déformations entre les images successives du film.

utilité du pas de récurrence : En sommant toutes les déformations image après image on observe l'apparition d'instabilités : au lieu d'avoir une déformation qui augmente image après image, celle-ci augmente par endroit ou diminue trop brusquement. Cela est dû au bruit de fond de l'image. Le socle du montage n'est pas tout à fait stable et ses mouvements font bouger légèrement l'image et induisent un déplacement supplémentaire, positif ou négatif. Afin de diminuer le bruit de fond on introduit un pas de récurrence. Au lieu de calculer la déformation sur toutes les images de la série on ne prend qu'une image sur n , n étant le pas de récurrence. Il faut donc choisir un pas de récurrence assez élevé pour diminuer le bruit de fond. Cependant il ne faut pas prendre un pas trop élevé car alors la déformation calculée entre deux images deviendrait trop importante par rapport au pas du quadrillage.

bruit d'intégration : L'intégration fait apparaître un bruit numérique se manifestant par une oscillation discontinue de la surface de l'huile. Pour retrouver une surface lisse on filtre le résultat par un filtre bwfilter dont on optimise expérimentalement les paramètres.

untitled, script sous Matlab

but : Tracer la profondeur en fonction du temps pour tous les pas de récurrence sur un seul graphique.

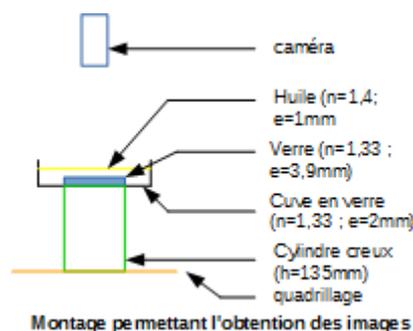
entrées : Un fichier unique contenant les matrices des profondeurs en fonction du nombre d'itération pour tous les pas de récurrence demandés sortie : un graphe de la profondeur en fonction du temps pour tous les pas de récurrence.

principe : Chargement des matrices de chaque pas de récurrence, création d'un tableau contenant les valeurs en abscisse (temps) pour chaque pas de récurrence et utilisation de la fonction plot.

Principe du calcul optique

On utilise la méthode décrite dans l'article *A synthetic Schlieren method for the measurement of the topography of a liquid interface* (cf Bibliographie) ainsi que la fonction surfheight qui en découle. La fonction surfheight prend en paramètre :

- les tableaux des déplacements
- la hauteur équivalente correspondant à $h_p = h_{huile} + (n_{huile}/n_{verre}) h_{verre} + (n_{huile}/n_{air})h_{air}$, ce qui donne ici $h_p=196,2$ mm.
- la distance surface-caméra (ici 183,1 mm)
- l'indice du liquide (ici 1,4 pour l'huile)



Guide d'utilisation du programme

1. Copier les deux scripts matlab dans un dossier contenant uniquement la série d'image
2. Modifier dans le script "deplacement_f" :
 - le déplacement maximal que l'on va calculer entre deux images. Il ne doit pas dépasser 18 pixels. On l'a ici fixé à 5 pixels pour toutes les analyses (facultatif)
 - la liste des pas de récurrence avec lesquels on veut analyser les images. On analysera alors une image sur n , n étant le pas de récurrence. On le fait varier ici de 3 à 20 le nombre d'images dans la série
 - on peut également faire varier les critères pour la recherche du second maxima du produit de corrélation : la largeur de la zone mise à zéros autour du premier pic et le critère d'intensité du second pic (facultatif)
3. Lancer le script "deplacement_f"
4. Charger le tableau de cellule nommé "resultats" enregistré à l'issue du programme
5. Utiliser le script "untitled" pour tracer toutes les profondeurs sur un même graphe (on pourra modifier légèrement le script en fonction des pas de récurrence choisis)

2.5 Etude du démouillage

Lorsqu'on étudie l'effet Marangoni thermique sur un film très mince (épaisseur de plus en plus mince quand la viscosité augmente) on peut observer un phénomène de démouillage après observation d'un creux. Le montage expérimental est similaire à celui d'une expérience classique sans démouillage.

L'acquisition, elle, se poursuit jusqu'à l'observation d'une croissante très lente du rayon de fluide démouillé. (gradient de température faible \rightarrow croissance lente presque invisible à l'œil nu) La mesure du rayon de démouillage au cours du temps s'effectue à l'aide du logiciel ImageJ.

Sur une image intermédiaire du trou on trace un diamètre du cercle que l'on prolonge sur la largeur de l'image. A l'aide de l'option Reslice on peut placer côte à côte sur une même image cette même rangée de pixels sélectionnée automatiquement sur toutes les images de la séquence acquise. L'ouverture du rayon est donc visible sur un seul plan. Il suffit ensuite de convertir la bordure (ligne de contraste délimitée par le rayon démouillé) en coordonnée XY exploitable sur des logiciels de calcul. Dans notre cas nous avons utilisé Excel. Les coordonnées des pixels sont converties en valeur numérique par règle de 3 sur les échelles. (acquisition de deux images par seconde pour le temps et mesure en nombre de pixels d'un cm sur la feuille de papier millimétré non déformé sur un coin de l'image) Il ne reste alors plus qu'à tracer le rayon en fonction du temps. Voir le résultat dans l'annexe.

3 Annexes

3.1 Huiles de silicones et leurs caractéristiques

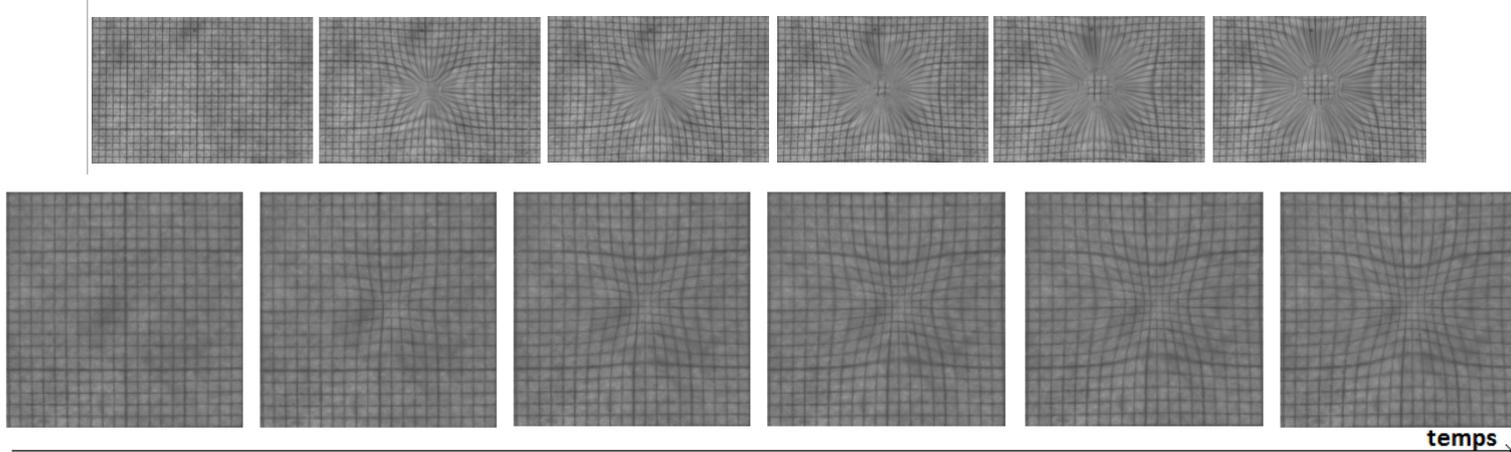
η (mPa.s)	masse volumique (kg.m-3)	conductivité thermique (W.m-1.K-1)	diffusivité thermique (m2.s-1)
20	950	0.14	9.04 E-8
100	965	0.16	11.4 E-8
200	970	0.16	11 E-8
1000	970	0.16	11.2 E-8

3.2 Tableau des volumes

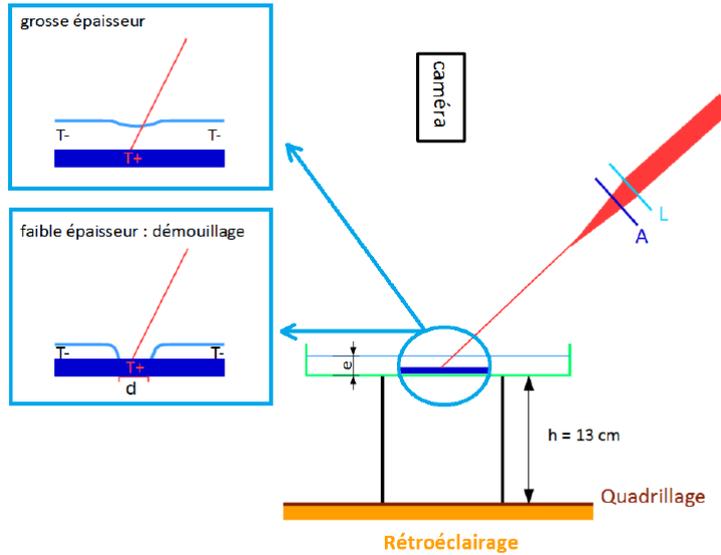
Avec une boîte de Pétri de 9.6 cm de diamètre, voici un tableau reliant le volume d'huile à verser en fonction de l'épaisseur désirée pour la couche. Ces volumes sont calculés sans plaque bleue absorbante. Pour réaliser l'expérience avec la plaque bleue, nous devons rajouter un volume de 17.7 mL à chaque fois (volume nécessaire à arriver à la hauteur de la plaque, de $5.15 \times 5.15 \times 0.385$ cm³)

h (mm)	V (mL)
0.2	0.72
0.4	2.9
0.6	4.3
0.8	5.8
1	7.2
1.2	8.7
1.4	10.1
1.6	11.6
1.8	13.0
2	14.5

Voici l'exemple de manipulations avec et sans démouillage :



3.3 Dispositif expérimental pour Marangoni thermique



Le laser qui chauffe la couche d'huile de silicone est focalisé par une lentille $f = 10$ (L) et atténué par 2 atténuateurs croisés (A).

3.4 Récapitulatif des vitesses (spin coating)

Pour les grandes η , pour avoir une fine épaisseur uniforme sur la plaque, il faut utiliser un spin coater. Voici les vitesses et durées utilisées dans notre cas.

s.s : spin speed (rpm)

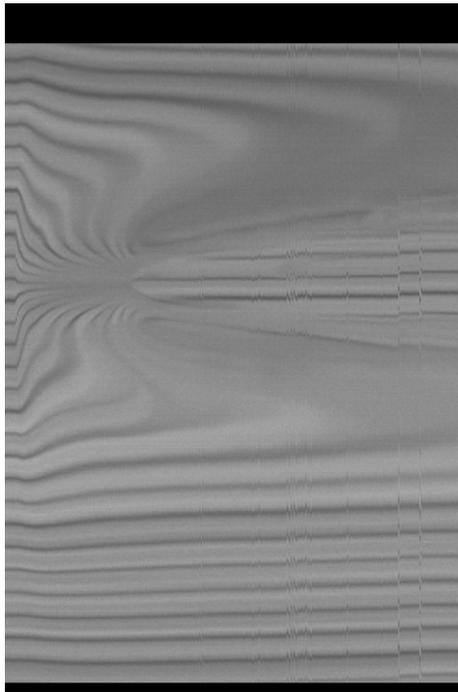
s.a : spin acceleration (rpm.s⁻¹)

s.t : spin time (s)

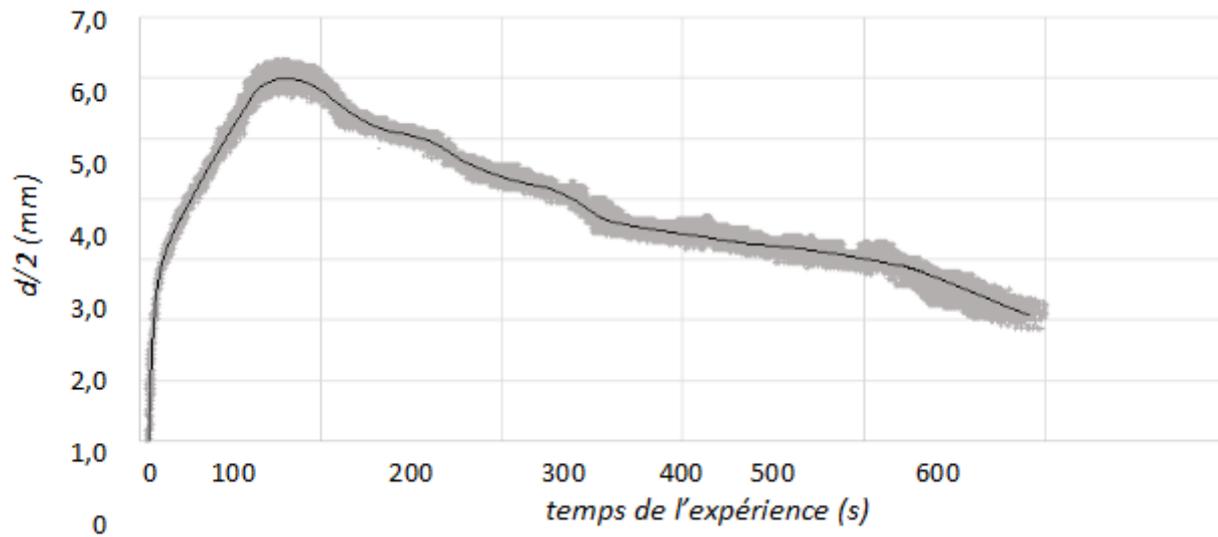
η (mPa.s)	s.s	s.a	s.t	e (μm)
200	100	20	50	283
200	200	40	50	137
200	600	120	30	63.6
200	800	120	30	38.5
200	1000	200	50	29.9
1000	200	40	100	192
1000	800	160	50	76.1
1000	1000	200	50	57.6

3.5 Etude du démoillage

Etape intermédiaire : Reslice d'image J



Extraction de l'évolution du rayon :



Exemple de courbe obtenue pour une expérience de démoillage puis mouillage à l'arrêt du chauffage pour un film d'huile ($\eta = 20$ mPa.s et $e = 0.2$ mm).

4 Bibliographie

Pour la compréhension globale du phénomène :

Sébastien Le Roux

Effet Marangoni aux interfaces fluides

Université Rennes I, thèse préparée à l'unité de recherche UMR 6251 Insitut de Physique de Rennes (IPR) UFR Sciences et Propriétés de la Matière (SPM)

Pour le calcul optique utilisé dans le montage expérimental :

Frédéric Moisy, Marc Rabaud, Kévin Salsac

"A synthetic Schlieren method for the measurement of the topography of a liquid interface"

Exp Fluids (2009) 46 :1021–1036 DOI 10.1007/s00348-008-0608-z