Cette thèse a pour but d'apporter des éléments de compréhension de l'influence de la topographie et de la chimie de surface sur le déclenchement et le phénomène de l'ébullition. Nous avons donc choisi de travailler avec des surfaces métalliques simples telles que les surfaces polies miroirs. Bien que ces surfaces constituent des surfaces de référence pour l'ébullition, elles sont très mal connues : dans la littérature il n'existe qu'un nombre extrêmement restreint de travaux sur l'ébullition sur des surfaces ultra-lisses.

Dans ce chapitre nous présentons les résultats expérimentaux obtenus à l'aide du banc d'essais d'ébullition pour les différents échantillons présentés dans le chapitre 2, tableau 2.2. Des courbes d'ébullition sont tracées à flux thermiques croissant et décroissant. L'aspect de l'ébullition (taille, densité de bulle, etc.) est visualisé à l'aide de la caméra rapide. La formation du premier noyau de vapeur est également suivie et analysée avec la caméra. Les résultats obtenus avec les différents états de surface sont comparés.

Les essais sont en général réalisés loin du flux critique car le banc d'essais n'a pas été prévu pour ces conditions extrêmes. Cependant, quelques résultats, obtenus à la fin de cette thèse sont présentés également dans ce chapitre.

4.1. Comparaison de l'ébullition pour les différents types de surfaces

Ce paragraphe présente les courbes d'ébullition pour différents types de surfaces. L'étude de la nucléation n'est pas présentée ici, mais dans le paragraphe suivant.

4.1.1. Ebullition sur une surface nano lisse sans défauts

Ce sont des surfaces dont le RMS est inférieur à 60 nm (échantillons S_{N1} , S_{N1+} , S_{N2+} , S_{N3} dans le tableau 2.2). Les courbes d'ébullition obtenues pour ces quatre surfaces ont une allure tout à fait similaire. Ainsi, seules les courbes d'ébullition obtenues à flux de chaleur croissant et décroissant avec l'échantillon S_{N2+} sont présentées. La figure 4.1 présente les courbes d'ébullition brutes et la figure 4.2 les courbes d'ébullition corrigées. Quatre essais similaires ont été réalisés : les courbes se superposent, ce qui montre la reproductibilité de l'expérience. A faible densité surfacique de flux thermique, les échanges s'effectuent par convection naturelle. La température de la paroi s'élève linéairement. La surchauffe nécessaire pour amorcer le déclenchement est très élevée et donne lieu à une ébullition explosive (voir section 4.2). L'ébullition apparait pour une surchauffe comprise entre 70 K et 90 K selon le test de répétabilité et pour un flux thermique mesuré de l'ordre de 12 à 15 Wcm⁻² (figure 4.1). Après le déclenchement de l'ébullition, la surchauffe de la paroi décroit brutalement à une valeur comprise entre 35 K et 40 K, car les échanges thermiques entre la paroi et le fluide sont très élevés.



Figure 4.1 : Courbe typique d'ébullition obtenue sur une surface ultra-lisse (échantillon S_{N2+})



Figure 4.2 : Courbe typique d'ébullition corrigée obtenue sur une surface ultra-lisse (S_{N2+})

Au déclenchement de l'ébullition, malgré une ébullition forte dans la zone d'étude (photo a, figure 4.1), on constate une faible différence des performances thermiques entre la zone de convection naturelle et la zone d'ébullition sur les courbes non corrigées (coefficient d'échange augmenté d'un facteur 2). Ces dernières représentent en effet la densité de flux de chaleur mesurée φ_m en fonction de la surchauffe ($T_m - T_{sat}$). Elles sont une image du flux de chaleur dissipé sur l'ensemble de la surface de l'échantillon. Au contraire, les courbes corrigées (figure 4.2) représentent la densité de flux réellement dissipée dans la zone d'étude q - sans prendre en compte les pertes vers la périphérie de l'échantillon - en fonction de la surchauffe.

On constate clairement en comparant les figures 4.1 et 4.2 qu'en régime de convection naturelle, la densité de flux dissipée dans la zone d'étude est beaucoup plus faible que la densité de flux mesurée. Cela est dû aux pertes thermiques vers la périphérie de l'échantillon, la zone d'étude ne représentant que 10% de la surface totale de l'échantillon. Ainsi, en fin de régime de convection naturelle, la densité de flux dissipée dans la zone d'étude est comprise entre 3,5 et 4,5 Wcm⁻² alors que la densité de flux mesurée est de l'ordre de 12 à 15 Wcm⁻². Au déclenchement de l'ébullition, la part de la densité de flux dissipée dans la zone d'étude augmente fortement pour atteindre environ 11 Wcm⁻². Comme les échanges sur l'ailette continuent à se faire par convection naturelle, les échanges thermiques dans la partie centrale de l'échantillon sont bien plus intenses que sur sa périphérie. En situation d'ébullition, la chaleur fournie par la résistance est donc principalement orientée vers la zone centrale. La valeur de la densité de flux thermique atteinte est proche de celle fournie par la résistance, ce qui montre que les pertes sur l'ailette ont fortement été réduites. Ainsi, les courbes corrigées présentent une hystérésis beaucoup plus importante que les courbes non corrigées qui prennent également en compte les transferts vers la périphérie de l'échantillon. Les courbes d'ébullition présentées dans la suite de ce chapitre seront donc systématiquement corrigées par le modèle numérique pour faciliter l'interprétation des résultats.

A partir d'une densité surfacique de flux thermique q égale à 12 W/cm², les essais sont réalisés à flux décroissant (flèche rouge sur la figure 4.2). La courbe d'ébullition se superpose à celle tracée à flux croissant jusqu'au niveau du flux thermique correspond au détachement de la première bulle (8 à 11 Wcm⁻² suivant les tests). Au-delà, la courbe se poursuit par continuité. Les surchauffes de paroi sont bien plus faibles à flux décroissant qu'à flux croissant car l'ébullition persiste même pour les densités de flux très faibles. Pour q = 4 W/cm² la baisse de surchauffe, est de 50-60 K (par rapport à celle obtenue à flux croissant, en convection naturelle). La courbe d'ébullition présente donc un phénomène d'hystérésis qui traduit un mode d'échange de chaleur différent : par convection naturelle avant le déclenchement, par ébullition à flux décroissant. A très faible densité de flux, la courbe à flux décroissant est toujours au-dessus de celle à flux croissant car de multiples petites bulles parsèment la paroi (photo c, figure 4.2), puis les deux courbes se rejoignent à flux presque nul lorsque les sites se désactivent, et donc les bulles se raréfient. Le régime d'ébullition se maintient pour des surchauffes extrêmement basses (de l'ordre de 5 à 10 K).

Les photographies de la figure 4.2 illustrent le phénomène d'ébullition obtenu à flux décroissant, à différents emplacements a, b et c de la courbe d'ébullition. Au point (a), le flux thermique est élevé, une multitude de bulles couvrent la paroi, des phénomènes de coalescence ont lieu. Le point b) se situe à un niveau de flux inférieur à celui du déclenchement de l'ébullition. La surface est couverte d'un grand nombre de petites bulles. Le point (c) correspond à une très faible densité de flux de chaleur. La surface possède encore une grande

densité de bulles, elles sont plus petites (entre 0,7 mm et 2 mm), bien séparées les unes des autres et elles sont distribuées de façon homogène sur la surface. L'inexistence de défauts sur la surface permet au flux de chaleur de se répartir uniformément sur la surface, sans ligne de flux privilégiée.

La stabilité de l'ébullition a été vérifiée pour quelques densités de flux. La figure 4.3 présente l'aspect de l'ébullition, à flux décroissant, pour une densité surfacique de flux thermique égale à q = 1,6 W/cm², à l'instant t_0 lorsque le régime permanent a été atteint (figure 4.3 a), et à l'instant $t_0 + 5500$ s (figure 4.3 b). Pour cet échantillon de type nano lisse sans défaut, une stabilité remarquable de l'ébullition est observée.



Figure 4.3 : Aspect de l'ébullition à deux instants différents pour une surface ultra-lisse et une même densité de flux thermique égale à 1,6 W/cm²

Le même comportement a été observé pour les surfaces S_{N1^+} et S_{N1} . L'échantillon S_{N1^+} correspond à l'échantillon ultra-lisse S_{N1} en AU4G, mais qui a été recouvert par la suite par une couche d'aluminium pur. Les deux échantillons présentent la même rugosité. Le déclenchement apparait, là encore, pour de fortes surchauffes (65 °C < ΔT < 85 °C). Aucune différence n'a donc été observée entre les deux échantillons S_{N1^+} et S_{N1} car le revêtement n'a pas modifié fondamentalement la surface du point de vue de la rugosité et de la mouillabilité. De façon générale, une grande répétabilité du phénomène a été obtenue sur les surfaces nano-lisses et les mêmes phénomènes ont été observés pour tous les échantillons nano-lisses sans défauts testés.

4.1.2. Ebullition sur une surface rugueuse

Ce sont des surfaces dont le RMS est supérieur à 5 μ m (échantillons S_{R1} dans le tableau 2.2). Les courbes d'ébullition obtenues pour ces surfaces ont une allure tout à fait similaire, même si un seul échantillon est présenté dans ce mémoire. La figure 4.4 présente les courbes d'ébullition obtenues à flux thermiques croissant et décroissant pour l'échantillon S_{R1}.



Figure 4.4 : Courbes d'ébullitions corrigées pour une surface « rugueuse » (S_{R1})

L'apparition de l'ébullition intervient pour des surchauffes de parois relativement faibles (17 K - 30 K) et pour un flux thermique peu élevé $(0,85 \text{ à } 1,5 \text{ W/cm}^2)$ car la présence de nombreux défauts (donc de sites potentiels) favorise la génération de bulles. Le refroidissement brutal, observé lors du déclenchement de l'ébullition pour une surface nano lisse n'est pas observé, car l'ébullition se déclenche pour des surchauffes de paroi bien plus basses. La transition entre la convection naturelle et l'ébullition s'effectue de façon progressive. Les courbes à flux croissant et décroissant sont quasiment confondues, l'hystérésis est donc pratiquement inexistante. Après l'apparition des premières bulles, la pente de la courbe est plus importante, mais varie presque linéairement.

Les photographies présentées sur la figure 4.4 donnent l'allure de l'ébullition pour 3 niveaux de flux thermique, les mêmes flux que ceux représentés sur la figure 4.2 relative aux surfaces ultra lisses. Pour les densités de flux élevées (photographie a) les images sont assez similaires, la densité de bulles produites est grande, ce qui donne lieu à des phénomènes de coalescence. Pour les densités de flux inférieures à 4 W/cm² (photographies b et c), les différences apparaissent nettement. Sur les surfaces rugueuses, la densité de bulles est bien plus faible et la taille des bulles est plus grosse. Sur la photographie c, les bulles sont très peu nombreuses ce qui permet de constater qu'elles se forment toujours sur les mêmes sites pour des surchauffes de l'ordre de 15 à 20 K.

Ces résultats sont conformes à la théorie classique de la nucléation hétérogène (Griffith et Wallis) qui exprime que la présence de sites (cavités) favorise la nucléation et que la surchauffe de paroi nécessaire à croissance des bulles s'accroit lorsque la taille des sites est plus petite.

4.1.3. Ebullition sur une surface lisse avec défauts

Dans le cas de surfaces lisses mais avec défauts, des différences de comportement ont été observées entre les sept différents échantillons. Ces différences peuvent être attribuées à la taille des défauts (diamètre, profondeur) et à leurs formes. Cependant, ceux-ci n'ont pu être mesurés avec précision avec le microscope confocal du fait des limites de résolution de cet appareil. D'autres défauts n'ont sans doute pas été détectés. Un balayage complet nécessitant une durée trop élevée, correspondant environ 70 10⁶ points de mesure seraient nécessaires pour couvrir toute la surface. Un balayage partiel de la surface ayant été généralement réalisé, l'état complet de la surface n'a pu être connu. Ceci était aussi vrai pour les surfaces ultra-lisses et rugueuses. Cependant, leurs comportements très différents ont permis de distinguer nettement ces deux types de surface.

4.1.3.1. Cas particulier de la surface S_{Ldl^+}

Le comportement (figure 4.5) le plus singulier correspond à celui de la surface S_{Ld1+} . Il s'agit d'une surface nano-lisse mais présentant 10 défauts repérés. Quatre tests de répétabilité ont été réalisés, les courbes sont quasi-confondues. La surchauffe nécessaire au déclenchement de l'ébullition est élevée, assez similaire à celle obtenue avec une surface lisse sans défauts. Le déclenchement apparait pour une surchauffe de la paroi comprise entre 60 et 70 K. Le refroidissement se traduit, là aussi, par un refroidissement élevé de la paroi compris entre 40 et 50 K. Les défauts présents sur cette surface semblent donc ne pas jouer de rôle dans le déclenchement de l'ébullition.



Figure 4.5 : Courbes d'ébullition corrigées pour une surface lisse avec défauts (S_{Ld1+})

Les photographies de la figure 4.5 illustrent le phénomène d'ébullition obtenu à flux décroissant, à différents emplacements a, b et c de la courbe d'ébullition. Au point a, la densité de flux thermique est élevée et les bulles coalescent. Une colonne continue de vapeur semble se former. Lorsque la densité de flux thermique est plus basse, les bulles apparaissent de façon bien distinctes et de moins en moins denses.

Le comportement de cette surface est tout à fait différent de celui d'une surface ultra lisse ou de celui d'une surface rugueuse. Au déclenchement, le mécanisme d'ébullition est celui d'une surface lisse : la surchauffe est élevée et l'ébullition est explosive. A flux décroissant, la taille et la densité de bulles sont celles d'une surface rugueuse car les bulles sont plus grosses et moins nombreuses. A une densité surfacique de flux thermique de l'ordre de 1 W/cm² (photographie c), il ne subsiste plus que quelques bulles pour une surchauffe relativement importante (de l'ordre de 20 K). Ces bulles sont plus grosses que celles que l'on obtient sur une surface lisse. Il est donc possible qu'elles proviennent des défauts de la surface constituant des sites très stables. Avec une surface ultra-lisse, des petites bulles couvrent presque entièrement la surface à flux décroissant pour les faibles flux de chaleur (figure 4.1 ou 4.2 photographie c). Ce n'est pas le cas ici (figure 4.5 photographie c).

Une explication peut être donnée par la convergence, au sein de l'échantillon, des lignes de flux thermique vers les sites actifs. Le flux thermique se concentre alors vers les sites, délaissant ainsi le reste de la surface. Ces convergences des lignes de flux ont été analysées par Bonjour et al. (2000). Ces sites se désactivent pour des surchauffes plus élevées que dans le cas des petites bulles observées sur les surfaces ultra-lisses sans défauts. Cependant, à flux croissant, ces sites isolés continuent à concentrer le flux de chaleur, ce qui limite le phénomène de coalescence et permet d'obtenir une courbe d'ébullition presque verticale par rapport aux surfaces lisses ou rugueuses. Ce résultat nous a conduits à réaliser des surfaces ultra-lisses avec des défauts de position aléatoire afin de vérifier cette hypothèse (section 4.1.4).

4.1.3.2. Autres surfaces lisses avec défauts

La figure 4.6 présente une synthèse des résultats obtenus avec les différentes courbes lisses avec défauts (S_{Ld1+} à S_{Ld7}). La courbe d'ébullition de la surface rugueuse (en vert) est également tracée pour comparaison. On constate que l'ensemble des points de mesure sont situés entre la courbe de la surface rugueuse et celle de la surface S_{Ld1+} . Les courbes d'ébullition des surfaces S_{Ld3} , S_{Ld4} et S_{Ld6} sont assez similaires à celles de la surface S_{Ld1+} , même si la surchauffe est plus importante pour les mêmes densités de flux en régime d'ébullition nucléée. Les courbes d'ébullition des surfaces S_{Ld2} , S_{Ld5} et S_{Ld7} sont quant à elles plus proches de celle de la surface rugueuse S_{R1} .

4.1. Comparaison de l'ébullition pour les différents types de surfaces



Figure 4.6 : Courbes d'ébullition corrigées pour plusieurs surfaces lisses avec défauts

Les courbes des surfaces S_{Ld7} , S_{R1} sont caractéristiques d'une surface rugueuse. Malgré des RMS nettement différents (758 nm et 5166 nm, voir figure 2.8 chapitre 2), les courbes à flux décroissant sont relativement proches. Cela laisse supposer que l'ébullition est gouvernée par quelques sites favorables et non pas par l'état global de la surface.

L'ébullition est plus efficace sur la surface S_{Ld4} que sur la surface S_{Ld5} . Le RMS de l'échantillon S_{Ld5} est nettement moins élevé que celui de l'échantillon S_{Ld5} , mais la surface S_{Ld4} possède une quantité non négligeable de « pics » et de « creux » de taille supérieure à 2000 nm, alors que l'échantillon S_{Ld5} , plus homogène, en est dépourvue (voir figure 4.7). Le RMS et les nombreux paramètres globaux des surfaces ne permettent donc pas de prédire la courbe d'ébullition, car la nucléation est un phénomène local dû à des sites particuliers favorables et non à une rugosité globale. Cependant, la probabilité d'obtenir des sites favorables diminue lorsque la surface est polie de façon très fine et très homogène. On remarque cependant que la surface S_{Ld2} , dont le niveau de RMS est le plus faible après la surface S_{Ld1+} a un comportement très proche d'une surface rugueuse, ce qui est le cas également au déclenchement de l'ébullition qui a lieu à très faible surchauffe (voir section 4.2).



Figure 4.7 : Histogramme d'altitudes corrigées pour S_{R1} et S_{Ld7}



Figure 4.8 : Comparaison de l'aspect de l'ébullition à flux thermique décroissant pour les
échantillons S_{Ld4} , S_{Ld5} , S_{Ld6} , S_{R1}

La figure 4.8 compare à flux thermique décroissant, l'aspect de l'ébullition pour les surfaces S_{Ld4} , S_{Ld5} , S_{Ld6} et S_{R1} . Pour les densités de flux thermiques élevées (3^{eme} colonne), le nombre de bulles émises est grande, la production de vapeur est élevée, des phénomènes de coalescence ont lieu. L'aspect de l'ébullition est donc le même sur tous les échantillons testés. Les bulles fusionnent et forment une grosse colonne de vapeur très agitée au-dessus de la surface. Peu de différences entre les échantillons peuvent être mises en évidence avec les images, même à bas niveau de flux, ce qui n'aide pas non plus à comprendre les différences de comportement observées. Une étude plus exhaustive avec une mesure précise de l'ensemble de l'état de surface semble nécessaire pour pouvoir apporter des conclusions mieux étayées sur l'influence de la rugosité et des sites de nucléation.

4.1.4. Ebullition sur une surface nano lisse avec des trous aléatoirement répartis

La figure 4.9 présente les courbes d'ébullition obtenues avec les deux surfaces nanolisses comportant des défauts dont la position est connue (S_{C1} (18 trous) et S_{C2} (58 trous)). Pour comparaison, la courbe d'ébullition obtenue avec la surface S_{Ld1+} est présentée. On constate que le comportement des trois surfaces est similaire et que l'augmentation du nombre de trous améliore les performances de la surface étudiée. L'hypothèse formulée dans la section précédente semble donc être confirmée par ces résultats obtenus à la fin de ce travail de thèse. Ce résultat ouvre des perspectives d'études, notamment sur l'amélioration des performances obtenues en augmentant encore le nombre de trous dans l'échantillon.



Figure 4.9 : Courbes d'ébullition corrigées des surfaces lisses avec défauts aléatoires et de position contrôlée

Pour l'échantillon S_{C1} , quatre essais de reproductibilité ont été réalisés. Dans le test 4 nous avons augmenté le flux pour obtenir un flux critique CHF assez faible de 28 W/cm². Sous la condition imposée de CHF, la surchauffe de la paroi change instantanément de 45 K à 134 K. Trois essais de reproductibilité ont été réalisés avec l'échantillon S_{C2} (figure 4.10). Le test 3 étant le dernier réalisé au cours de ce travail de thèse, nous avons augmenté le flux de chaleur jusqu'à atteindre le flux critique, obtenu pour q = 38 W/cm², une augmentation de 10 W/cm² par rapport à la surface S_{C1} . Jusqu'à une densité de flux de chaleur de l'ordre de 22 W/cm², la courbe d'ébullition est presque linéaire. Pour des densités de flux de chaleur plus importantes, on constate une augmentation plus importante de la surchauffe avec l'augmentation de q, ce qui traduit une dégradation des performances thermiques de l'échantillon.



Figure 4.10 : Courbes d'ébullition pour l'échantillon S_{C2} jusqu'au flux critique

La figure 4.11 présente l'évolution du coefficient d'échange dans la zone d'étude en fonction de la surchauffe. Le coefficient d'échange passe de 500 W/m²K en convection naturelle à environ 8000 W/m²K pour une surchauffe de 30 K. Au-delà de cette surchauffe, on observe une stabilisation de ce coefficient d'échange jusqu'au flux critique.

4.1. Comparaison de l'ébullition pour les différents types de surfaces



Figure 4.11 : Coefficient d'échange pour l'échantillon S_{C2} jusqu'au flux critique

4.1.5. Ebullition sur une surface nano lisse avec un réseau gravé

La création et la détection d'un plasmon de surface (voir chapitre 5), nécessitent l'utilisation des surfaces métalliques gravées par un réseau périodique. Au cours de notre procédé de polissage, nous avons réussi à produire quelques échantillons idéaux c'est-à-dire de rugosité nanométrique et ne possédant pas de défauts apparents. Ces échantillons ont donc été choisis pour fabriquer des réseaux unidirectionnels. L'échantillon gravé S_{NR1} a été testé dans le but de vérifier l'existence ou non d'une relation entre l'ébullition nucléée et la nano structuration. Notons ici que la périodicité du réseau, égale à 740 nm, est 14 fois plus élevée que sa profondeur, égale à 55 nm. Comme le fluide utilisé est très mouillant sur l'aluminium, un tel rapport d'aspect ne doit pas constituer, selon la théorie classique et selon Qi et Klausner (2005), de sites de nucléation, puisque les cavités formées par la gravure peuvent être noyées par le liquide.

La figure 4.12 présente les courbes d'ébullition à flux croissant et décroissant pour l'échantillon S_{NR1} . Les courbes correspondant aux trois tests réalisés sont quasiment confondues, elles mettent donc en évidence la répétabilité des phénomènes.



Figure 4.12 : Courbes d'ébullition pour une surface lisse avec réseau gravé (échantillon S_{NRI})

Une grande surchauffe de paroi est nécessaire pour déclencher l'ébullition (comprise entre 84 K et 100 K). Cela confirme que les « canaux » du réseau, ne constituent pas des sites de nucléation puisque les surchauffes atteintes sont similaires à celles des surfaces nano-lisses. Après le déclenchement de l'ébullition, la température de la paroi chute brutalement de 60 K environ (figure 4.12). La courbe d'ébullition présente donc un phénomène d'hystérésis très marqué. A flux décroissant, la courbe est presque une droite verticale ce qui traduit des échanges de chaleur très efficaces une fois la nucléation déclenchée : une augmentation notable du flux de chaleur s'accompagne d'une élévation négligeable de la température de la paroi. Cela s'explique par la densité élevée de bulles qui couvrent la surface, même à densité de flux thermique très faible (point c sur la figure 4.12). Cette courbe d'ébullition est très similaire qualitativement et presque quantitativement à celle obtenue avec l'échantillon S_{C2} . Cela pourrait s'expliquer par la présence de défauts lors de la réalisation des rainures, mais c'est une hypothèse qui n'est pas vérifiée.

4.1.6. Effet d'un revêtement sur la surface

Plusieurs échantillons ont été recouverts de différents dépôts (aCH, CeO2, aSiCH) afin de modifier la mouillabilité du liquide (acétone) sur la surface. Toutes les tentatives de dépôts que nous avons réalisées ont échoué car les surfaces sont toujours restées très mouillantes à l'acétone (voir chapitre 2, tableau 2.2). Mais, afin de détecter d'éventuelles différences de comportement, nous avons tracé les courbes d'ébullition avec des surfaces pourvues de ces revêtements. Les courbes d'ébullition des surfaces avec dépôt aCH et aSiCH sont présentées en figure 4.13. Pour le dépôt aSiCH, l'effet de rugosité (figure 4.14) ne nous permet pas de distinguer un effet de revêtement sur la surface. Les courbes d'ébullition sont assez similaires pour les deux surfaces avec revêtement aCH. Mais ces essais peu nombreux ne permettent pas d'expliquer cette différence de comportement entre des surfaces possédant des revêtements différents du fait que les mouillabilités sont assez similaires.



Figure 4.13 : Courbes d'ébullition pour une surface avec dépôt aCH et aSiCH



Figure 4.14 : histogramme pour les surfaces comparées en figure 4.13

4.1.7. Comparaison de l'ébullition sur ces différents types de surfaces

Puisque les points a, b et c ont été obtenus pour le même niveau de flux, avec différents types d'échantillons testés, leurs photographies sont rassemblés sur la figure 4.15 afin de les comparer. L'ébullition sur la surface nano lisse avec défauts, se distingue à bas flux (photographie c et b) des autres types de surfaces par la taille des bulles qui sont bien plus petites et leur densité qui est nettement plus élevé. En ce qui concerne la surface nano-lisse avec réseau gravé, l'aspect de l'ébullition se rapproche de celle l'échantillon S_{Ld1+}, ce qui peut expliquer pourquoi ces deux échantillons ont des courbes d'ébullitions assez similaires.



Figure 4.15 : Comparaison de l'aspect de l'ébullition à flux décroissant, entre les 3 types d'échantillon et pour les mêmes densités de flux thermique

La figure 4.16 compare les courbes d'ébullition pour les 4 types de surface (S_{R1}, S_{Ld1+}, S_{N2+} et S_{C2}). Pour les hautes valeurs de flux thermique (q > 4 W/cm²) les échanges thermiques sont meilleurs avec la surface lisse avec défauts (échantillon S_{Ld1+}) et la surface S_{C2} car la surchauffe de la paroi est moins élevée et elle n'évolue quasiment pas lorsque la puissance à évacuer s'accroît. Pour les surfaces « rugueuses » et « nanolisses », la forte coalescence des bulles à haut flux détériore considérablement les échanges thermiques. Pour les valeurs de flux thermiques moins élevée (q < 1 W/cm²) les courbes d'ébullition des échantillons S_{Ld1+} et S_{R1} (surface rugueuse) se rejoignent. La surface nano lisse S_{N2+} est plus efficace pour un flux thermique surfacique inférieur à 3 W/cm². Cette efficacité s'explique pour le nombre plus important et la taille plus petite des bulles qui couvrent cette surface par rapport aux autres (Figure 4.15, photographies c). La figure 4.17 présente les coefficients d'échange correspondant aux points de la figure 4.16 qui montrent clairement l'intérêt de chacune des surfaces en fonction des conditions expérimentales.

4.1. Comparaison de l'ébullition pour les différents types de surfaces



Figure 4.16 : Comparaison des courbes d'ébullition pour les 4 types de surface (nano-lisse S_{N2+} , rugueuse S_{R1} , lisse avec défauts S_{Ld1+} et S_{C2})



Figure 4.17 : Comparaison des courbes d'ébullition pour les 4 types de surface (nano-lisse S_{N2+} , rugueuse S_{R1} , lisse avec défauts S_{Ld1+} et S_{C2})

4.2. Etude du phénomène de nucléation

Pour les différentes surfaces étudiées dans ce mémoire, le déclenchement de l'ébullition est très variable et a lieu pour des surchauffes comprises entre 20 K et 100 K.

La figure 4.18 représente la chute ΔT_c de température en fonction de la surchauffe ΔT_d nécessaire au déclenchement de l'ébullition, pour toutes les surfaces présentant un phénomène d'hystérésis et les différents essais effectués. A faible surchauffe (< 25 K), la chute de température est très faible et dans certains cas elle est indécelable, c'est le cas pour les surfaces rugueuses. On constate que la chute de température ΔT_c évolue presque linéairement en fonction de la surchauffe ΔT_d bien que le flux correspondant au début et à la fin du déclenchement ne sont pas identiques (figure 4.18).

Dans cette section, on décrit les différents types de déclenchement de l'ébullition en fonction des différents types de surfaces étudiées.



Figure 4.18 : Variation de la chute de température ΔT_c au déclenchement en fonction de la surchauffe d'apparition de l'ébullition ΔT_d

4.2.1. Cas des surfaces nano-lisses sans défauts

La caméra rapide permet de suivre la croissance de la première bulle lors du déclenchement de l'ébullition. Ce phénomène est illustré sur la figure 4.19. Sur cette figure, l'origine des temps est choisie à l'apparition visuelle de la bulle à la caméra. Pour ce test, la surchauffe de la paroi avant le détachement est égale à 73,5 K et le flux thermique parvenant à la surface dans la zone d'étude est égal à 3,5 W/cm². Très près de la surface, un changement de contraste, précédant l'apparition de la bulle, a été détecté. Ce changement de contraste est bien plus visible sur les vidéos que sur les photographies du fait du mouvement du liquide autour du noyau. L'intervalle de temps séparant le changement de contraste à l'apparition visuelle nette de la bulle de vapeur est inférieur à 1 ms. Ce changement de contraste peut donc être assimilé à un embryon de vapeur en formation.

A l'instant initial, un noyau de vapeur de forme hémisphérique apparait sur la paroi au centre de l'échantillon. Le diamètre de la bulle est de 5 mm à t = 5 ms. Cette bulle s'accroit très rapidement pour former une grosse masse de vapeur de forme hémisphérique. A t = 20 ms, la

4.2. Etude du phénomène de nucléation

bulle de vapeur recouvre entièrement la partie centrale de l'échantillon, mais elle ne s'étend pas sur l'ailette (son diamètre maximal est de 25 mm). La croissance est très rapide et la bulle formée est de très gros diamètre car le liquide recouvrant la surface est fortement surchauffé donc très instable et a accumulé une grande quantité de chaleur nécessaire pour la formation d'une grosse bulle. A t = 60 ms, la bulle se détache de la paroi. En s'élevant, elle prend la forme d'une ellipsoïde de révolution allongée (grand diamètre égal à 30 mm) le long de la paroi. Selon les essais de répétabilité, la durée de croissance de cette masse de vapeur varie entre 45 et 65 ms. La croissance de la grosse bulle s'accompagne d'une légère augmentation de pression dans l'enceinte qui ensuite diminue et se stabilise rapidement à la pression initiale. Après le détachement de cette grosse bulle, un régime permanent est rapidement atteint et la surface de l'échantillon ($\emptyset = 25.4 \text{ mm}$) se couvre entièrement d'une multitude de petites bulles car l'étalement de la grosse bulle sur la surface a activé de nombreux nano-sites de nucléation. Comme la densité de bulle est alors élevée, les échanges thermiques sont efficaces et la surchauffe de la paroi reste faible. Une chute importante de la température de la paroi (≈ 40 K) accompagne l'apparition de la formation de la grosse bulle car sa croissance nécessite une énergie élevée (chaleur latente).



Figure 4.19 : Déclenchement de l'ébullition pour l'échantillon S_{N2+} (Test n°1, $T_P - T_{sat} = 73,5 \text{ K}, q = 3,5 \text{ W/cm}^2$)

Le même comportement a été observé pour les surfaces S_{N1+} et S_{N1} . L'échantillon S_{N1+} correspond à l'échantillon ultra-lisse S_{N1} en AU4G, mais qui a été recouvert par la suite par une couche d'aluminium pur. Le déclenchement apparait, là encore, pour de fortes surchauffes (65°C < ΔT < 85°C) sous la forme d'une grosse bulle recouvrant rapidement la surface (entre 5 ms et 30 ms selon les essais).

4.2.2. Cas de la surface rugueuse S_{R1}

Les photographies de la figure 4.20 décrivent les phénomènes lors du déclenchement de l'ébullition. L'origine des temps correspond à l'observation de la première bulle. A t = 0 s, une première bulle apparait (partie gauche de la photographie) pour une densité de flux thermique corrigée faible ($q = 0.85 \text{ W/cm}^2$) et une surchauffe de la paroi peu élevée. Au détachement (t = 85 ms), son diamètre est petit ($\approx 0.8 \text{ mm}$). Sa vitesse de croissance est beaucoup plus lente en comparaison avec la vitesse de croissance de la première bulle sur une surface lisse (les durées de croissance sont presque identiques, mais le volume de la bulle formée est ici environ 30 000 fois plus faible). A t = 5.4 s un second site est activé (partie centrale de la photo). Le détachement de la première bulle, au-dessus de ce second site, s'accompagne d'une légère extension de la zone de nucléation. Dès que la bulle quitte la surface, la surface de nucléation augmente autour de ce deuxième site de nucléation, conduisant à des phénomènes de coalescence et donc à la formation de bulles de vapeur de diamètre plus grand. Ce phénomène peut être dû à une convergence locale du flux de chaleur vers cette zone, du fait que les échanges thermiques sont plus élevés sous la bulle. Dans le cas de la première bulle (site activé à t = 1 ms, sur la partie gauche des photographies), l'activation de bulles dans son voisinage immédiat ne se fait pas, probablement parce la surface qui l'entoure n'est pas assez rugueuse, ou alors parce qu'elle se situe à l'extrémité de la surface c'est-à-dire près de l'ailette. Rapidement, un équilibre est atteint, l'ébullition est alors stable et la surchauffe de la paroi n'évolue plus. Par rapport à la surface nano-lisse, le phénomène de déclenchement de l'ébullition est localisé, bien moins rapide, progressif et apparait sous la forme de petites bulles.



Figure 4.20 : Apparition de la nucléation de l'acétone sur une surface « rugueuse » (échantillon S_{R1})

4.2.3. Cas des surfaces lisses avec défauts

Le déclenchement de l'ébullition est illustré sur la figure 4.21 pour la surface S_{Ld1+} . Comme pour les surfaces lisses, l'apparition de l'ébullition est explosive. Une masse de vapeur apparait au centre de l'échantillon et elle s'étend rapidement sur toute la surface (sauf l'ailette). La durée de croissance est très brève, inférieure à 10 ms. Sur chaque échantillon présentant ce phénomène, une très bonne répétabilité a été obtenue (figure 4.21 a et b). Juste avant l'apparition nette de la bulle à t = 2 ms, une légère variation de contraste a été détectée dans le liquide, très près de la surface dans une zone de faible étendue (figure 4.21 b cercle rouge, t = 1ms).



a) Test 2





Figure 4.21 : Déclenchement de l'ébullition pour la surface lisse avec défauts S_{Ldl+} (a) Test 2: $T_p - T_{sat} = 70,6 \text{ K}$; $q = 3,3 \text{ W/cm}^2$ (b) Test 3: $T_p - T_{sat} = 61,3 \text{ K}$; $q = 3,6 \text{ W/cm}^2$

Le second type de comportement observé correspond à celui de la surface S_{Ld2} , il se distingue nettement du précédent. Un mécanisme de nucléation sur un site, similaire à celui des surfaces rugueuses de type S_{R1} , est observé (figure 4.22). L'ébullition apparait pour une surchauffe relativement faible (29 K), un peu supérieure à celle d'une surface rugueuse et pour un flux de chaleur compris entre 1,9 à 2,5 W/cm².



*Figure 4.22 : Evolution temporelle de la zone de déclenchement de l'ébullition sur la surface lisse avec défauts S*_{Ld2}

Lors du déclenchement, une petite bulle se forme et se détache. Le diamètre de bulle est petit (de l'ordre de 0,8 mm au détachement), son temps de croissance et de 12 ms. Les bulles suivantes sont un peu plus grosses et elles se suivent de très près. Des phénomènes de coalescences verticales peuvent donc avoir lieu entre deux bulles successives. Assez rapidement, la zone d'ébullition s'étend pour former une colonne de vapeur (à t = 1000 ms) formée de bulles très proches les unes des autres. Ceci s'explique par un accroissement du flux de chaleur vers cette zone liée, d'une part à des pertes thermiques bien moindres vers l'ailette et d'autre part à une convergence des lignes de flux de chaleur sous la zone d'ébullition où les échanges thermiques sont plus intenses.

Le troisième type de comportement est illustré sur la figure 4.23 avec l'échantillon S_{Ld3} . Ce cas est intermédiaire entre les deux précédents. Tout comme l'échantillon S_{Ld1+} , la nucléation est presque explosive (extension sur la paroi ultra rapide), mais elle apparait pour une surchauffe de paroi plus faible égale de 40 K (au lieu de 60 K pour S_{Ld1+}). Comme la surchauffe de la paroi est plus faible, la durée de croissance de la première bulle est plus lente (40 ms) et la bulle formée est moins imposante, elle ne couvre pas totalement la surface à son détachement. Cependant, lorsqu'elle quitte la surface, l'ébullition à la paroi se poursuit formant un pied continu de vapeur à la base de la bulle qui continue donc à s'accroître. Ainsi, entre les instants 40 ms (instant du détachement de la bulle) et 120 ms, le volume de la bulle a été multiplié environ par un facteur 20.

Ce type de déclenchement a aussi été observé dans la littérature (Stutz et Moreira 2013) pour une surchauffe comprise entre 40 et 60 K mais pour le couple pentane/cuivre.



Figure 4.23 : Evolution temporelle de la zone de déclenchement de l'ébullition sur la surface lisse avec défauts S_{Ld3}

4.2.4. Cas des échantillons gravés par un réseau

Dans le cas d'une surface lisse sans défauts, nano structuré par un réseau 1D, la nucléation apparait pour une surchauffe de la paroi comprise entre 84 K et 100 K. Cette surchauffe élevée, similaire, voire supérieure à celle d'une surface lisse non gravée peut s'expliquer par la géométrie de la gravure (figure 4.24), le rapport d'aspect largeur/hauteur du canal assez élevé (de l'ordre de 14), l'angle de la cavité (de l'ordre de 160°). Comme le liquide utilisé est très mouillant (angle de contact inférieur à 18°), les rainures ne peuvent pas piéger un noyau de vapeur préexistant. Elles sont probablement entièrement noyées par du liquide en début d'essai.



Figure 4.24 : Géométrie du réseau

La surchauffe nécessaire pour déclencher la nucléation est très proche de celle obtenue par différents auteurs (Blander et Katz, 1975 ; Avedissian, 1985) dans le cas de la nucléation homogène de l'acétone sous la pression de 1 bar (118 à 125 °C). Selon Blander et Katz, à partir de mesures expérimentales effectuées sur de nombreux fluides, l'ébullition homogène apparait

4.2. Etude du phénomène de nucléation

à une température voisine de 0,89 T_c (T_c est la température critique du fluide). Pour l'acétone ($T_c = 508$ K) cela correspond à une température de 179 °C, donc à une surchauffe de paroi égale à 123 °C ($T_{sat} = 56$ °C à p = 1 bar). Cette surchauffe constitue donc une limite pour l'acétone sous la pression de 1 bar. En ce qui concerne la nucléation hétérogène, la surchauffe nécessaire à la nucléation peut être calculée à l'aide de la relation de Griffith et Wallis (1962) valable pour des cavités non réentrantes. Elle est égale à 100 K si le diamètre d'ouverture de la cavité est égal à 200 nm, et à 125 K si ce diamètre est égal à 170 nm. Selon la relation de Griffith et les résultats expérimentaux de Blander, une surface ne possédant pas de cavités (non réentrantes) de diamètre supérieur à 170 nm, ne peut donner lieu à la nucléation hétérogène. Une question se pose donc : la nucléation que l'on obtient ici est-elle hétérogène ou homogène ? La taille extrêmement petite du noyau de vapeur à sa formation (nanométrique), sa croissance extrêmement rapide (explosive à cette surchauffe), sa localisation nécessairement à la surface (zone la plus chaude), ne nous a pas permis de répondre expérimentalement à cette question.

La figure 4.25 présente les premiers instants de l'apparition visuelle de la première bulle au déclenchement de l'ébullition. Le phénomène possède une grande répétabilité sur les cinq tests réalisés. Pour ces essais, la vitesse d'acquisition de la caméra a été réglée suivant les essais entre 3000 et 40000 images par seconde. La position de la bulle à son apparition est indiquée par la flèche (figure 4.25). La résolution du système caméra/objectif est de quelques micromètres.



Figure 4.25 : Nucléation de l'acétone (surface S_{NR1})

La formation du noyau de vapeur est invisible à $t = \Delta t$ sur les photographies figées (Δt étant la durée séparant deux images successives). Mais elle est perceptible sur l'écran du PC car elle se manifeste par une fluctuation locale de contraste due à une légère variation locale d'indice de réfraction. Afin de détecter la bulle en formation à $t = \Delta t$, un traitement d'image est réalisé sur Matlab à l'aide d'une fonction qui permet de soustraire deux images afin de mettre en évidence la différence entre les deux images. Ainsi l'image « t = 0 » est soustrait des images « $t = \Delta t$ » et « $t = 2 \Delta t$ ». Les résultats correspondant à la vitesse d'acquisition la plus élevée

(40000 images par seconde) sont présentées sur la figure 4.26. La luminosité et le contraste des images ont été ajustées afin d'accroître la visibilité. Le halo lumineux trahit la présence de la bulle, la taille du halo s'accroît avec le temps.



Figure 4.26 : Nucléation de l'acétone (surface S_{NR1})

Le halo n'est pas sphérique : cela est dû à la taille de la bulle (pas très grande devant celle du pixel) à la profondeur de champ du système de vision (plus grande que la taille de la bulle), aux reflets de la lumière sur l'interface et aux variations d'indices autour de la bulle liées aux mouvements convectifs intenses à cette surchauffe. L'incertitude sur le diamètre de la bulle est donc très grande, difficile à évaluer. Une tentative pour déterminer la taille de la bulle a cependant été réalisée. Cela consiste à approcher au mieux la forme du halo à celui d'une forme sphérique (voir cercle rouge sur la figure 4.26 $\Delta T = 150 \ \mu s$). Malgré l'incertitude élevée, la courbe donnant le diamètre en fonction du temps apparait linéaire. Le coefficient directeur de la droite de régression permet d'estimer la vitesse de croissance de la bulle aux tous premiers instants. A cette surchauffe, elle est égale à 10 m/s. Cette vitesse est largement inférieure à la vitesse du son dans les gaz ($\approx 300 \ m/s$) et les liquides ($\approx 1500 \ m/s$). Cela permet de supposer que la surpression générée par la croissance de la bulle et détectée au déclenchement par le capteur de pression est uniforme à chaque instant dans le fluide. L'extrapolation de la droite tre - 16 μs .



Figure 4.27 : Estimation du diamètre du nucléus en fonction du temps en début de croissance (surface S_{NR1})

4.3. Conclusion

Une étude expérimentale de l'ébullition nucléée a été réalisée à la pression de 1 bar avec de l'acétone à saturation sur des surfaces planes polies en aluminium. Trois types de surfaces planes en aluminium ont été testés : les surfaces ultra lisses (RMS < 60 nm) sans défauts, les surfaces lisses (60 < RMS < 400 nm) avec défauts et les surfaces rugueuses (RMS > 400 nm). Les courbes d'ébullition et les modes d'ébullition diffèrent pour les 3 types de surface.

Les surfaces ultra-lisses sans défauts nécessitent une surchauffe de paroi très élevée pour amorcer l'ébullition (70 à 90 K). Cela est à l'origine de l'apparition d'un phénomène d'hystérésis très prononcé. L'apparition de l'ébullition est explosive, une grosse masse de vapeur se forme et envahit très rapidement la surface. Cette masse de vapeur active un grand nombre de sites. Après détachement, la masse de vapeur laisse place à une multitude de petites bulles qui parsèment de façon homogène la surface. A la transition « convection naturelle – ébullition » le refroidissement de la surface est important (50 à 60 K), et les échanges s'améliorent nettement. A flux décroissant les petites bulles persistent jusqu'à des surchauffes faibles, la densité de bulles demeure élevée et les bulles sont isolées (pas de coalescence). A ces surchauffes basses, l'épaisseur de la couche de liquide surchauffé située au-dessus de la surface est nécessairement très faible, mais cette couche couvre sans doute les plus petites bulles formées par les plus petits sites, ce qui permet de les faire croître et donc de poursuivre l'ébullition.

Dans le cas de surface rugueuse, la surchauffe de l'apparition est plus faible (15 à 30 K). L'ébullition n'est pas explosive. Comme la transition n'est pas brutale, la surchauffe de la paroi ne diminue pas lors de l'apparition de l'ébullition, mais les échanges thermiques s'accroissent (la pente de la courbe est plus grande). Aucun phénomène d'hystérésis n'apparait donc. Au déclenchement, quelques bulles se forment, le plus souvent une seule. Le diamètre de détachement de cette bulle reste faible ($\approx 0,7$ à 1 mm) et il est similaire à celui des autres bulles successives apparaissant sur le même site. La première bulle ne s'étend donc pas sur la surface donc elle n'active pas, par contamination, les multiples autres sites présents sur la surface. Bien

au contraire, sous son influence, les lignes de flux thermiques convergent sous ce site. Ceci a deux effets : une intensification de l'ébullition à proximité immédiat du site activé sur une surface de petit diamètre, et en contrepartie une densité de flux plus faible autour de cette surface. D'où la formation, à faible flux, de petits ilots d'ébullition bien isolés les uns des autres et apparaissant autour de sites favorables, lorsque le flux de chaleur augmente. A bas flux, l'ébullition s'effectue sous la forme de bulles isolées. A haut flux, donc pour une surchauffe de paroi plus grande, la densité de bulles augmente et les bulles coalescent nécessairement.

Le comportement de la surface lisse avec des défauts est intermédiaire entre ces deux types de surface. Trois types de déclenchement ont été observés. On obtient soit une nucléation explosive avec la formation d'une grosse bulle initiale couvrant toute la surface et caractérisée par une surchauffe de paroi élevée mais pas aussi haute qu'avec une surface ultra-lisse, soit une nucléation similaire à celle d'une surface rugueuse avec la formation initiale de petites bulles, soit une nucléation intermédiaire avec une grosse bulle initiale couvrant une partie de la surface. L'examen des histogrammes de la répartition des « pics » et des « creux » présents sur la surface, semble montrer que ce n'est pas l'état global de la surface (traduit par les nombreux paramètres globaux comme le RMS) qui gouvernent le mode d'ébullition, mais surtout la présence, cà et là, de quelques défauts particuliers, favorables aux déclenchement de l'ébullition à certaines surchauffes. La connaissance de la géométrie exacte de ces défauts est donc cruciale pour une analyse fine des phénomènes. Cependant, cette géométrie n'a pu être déterminée avec nos moyens de mesure. Dans cette thèse, ces particularités, ont été appelées « défauts » car elles ne nous ont pas permis d'obtenir les surfaces homogènes initialement désirées pour faire une étude systématique en fonction d'un état de surface contrôlé. Mais concernant le phénomène de l'ébullition, ces particularités géométriques ne sont en aucun cas des défauts, car ils permettent de contrôler les échanges thermiques. De cette étude, il ressort qu'une surface possédant des rugosités de taille non nanométriques permet d'éviter des surchauffes importantes au déclenchement. En contrepartie, des surfaces ultra-lisses permettent, elles, d'obtenir à faible flux la persistance de très petites bulles et donc des échanges thermiques efficaces. L'état de surface doit donc être conçu en fonction du point d'utilisation nominale de l'échangeur. De facon générale, une surface efficace devra pouvoir générer une multitude de petites bulles afin d'assurer des échanges thermiques efficaces aussi bien à bas niveau de flux et à haut niveau de flux, à condition qu'elles soient suffisamment éloignées les unes des autres afin d'éviter les phénomènes de coalescence. Mais quelques sites de plus grand diamètre, devront être aussi être présents sur la surface afin d'éviter l'inconvénient de surchauffe trop importantes au déclenchement.

Un autre degré de liberté, pour obtenir les caractéristiques favorables de la surface et de jouer sur la mouillabilité du liquide sur la surface. Cependant, notre choix d'utiliser de l'aluminium comme surface solide (matériel utilisé par notre partenaire industriel) et de l'acétone afin d'éviter les délicats problèmes d'air dissout, ne nous a pas permis de mener à bien cette étude. L'acétone mouille de façon quasi-parfaite toutes les surfaces avec les revêtements que nous avons testés.