



Université du Québec à Chicoutimi

MODULE D'INGÉNIERIE
Ingénierie de l'aluminium
6GIN333 PROJET DE CONCEPTION EN INGÉNIERIE

Rapport final

#Projet : 2010-219

Revêtements super-hydrophobes nanostructurés sur l'aluminium

Préparé par

Auclair-Gilbert Myriam
Et
Poudrier Maxime

Pour

Sarkar Dilip, Ph.D.
Université du Québec à Chicoutimi

29 avril 2011

CONSEILLER :
COORDONNATEUR :

Jean-Louis Laforte, Ph.D., ing.
Paradis Jacques, ing.

Approbation du rapport d'étape pour diffusion
Nom du conseiller
Date
Signature

Remerciements

Promoteur du projet: Dilip Sarkar

Conseiller: Jean-Louis Laforte

Étudiants en maîtrise: Jean-Denis Brassard
Ying Yuan

Techniciens: Pascal Vendal
Martin Bouchard
Émélie Brideau

Résumé

Les surfaces super-hydrophobes nanostructurées se retrouvent dans diverses applications comme la résistance à la corrosion, la résistance à l'oxydation, l'autonettoyant, la réduction de l'adhérence à la glace, etc. Ces surfaces où l'eau n'adhère pratiquement pas sont caractérisées par un angle de contact supérieur à 150 degrés. De telles surfaces sont obtenues principalement par des procédés par plasma et chimiques. Pour les surfaces d'aluminium on utilise couramment le décapage chimique.

Le projet a consisté à concevoir un revêtement super-hydrophobe par attaque et déposition chimique à partir d'une méthode développée pour le cuivre. Cette méthode consiste à immerger l'échantillon de cuivre dans une solution d'hydroxyde d'ammonium à 70 C. Après séchage la surface est passivée par addition d'une couche d'acide stéarique.

Dans ce projet, le procédé développé pour le cuivre a été appliqué pour rendre l'aluminium 6061 super-hydrophobe. Les paramètres suivants ont été étudiés: la concentration de la solution d'hydroxyde d'ammonium et le temps de mise en solution. Le caractère super-hydrophobe du revêtement a été déterminé à partir de la mesure de l'angle de contact; la texture a été analysée par microscope électronique à balayage (MEB) et la composition chimique par diffraction des rayons X (DRX) et analyse des dispersions d'énergie des rayons-X (EDX).

La méthode chimique développée pour le cuivre s'est révélée efficace pour rendre super-hydrophobe l'aluminium, les angles de contact obtenues variant entre 154 et 159 degrés. L'expérimentation dans différentes conditions a fait ressortir un temps optimal de 30 minutes dans une solution à 40%

Revêtements super-hydrophobes nanostructurés sur l'aluminium

d'hydroxyde d'ammonium. La texture du revêtement est composée de grains $0.2\mu\text{m}$ de longueur, ces derniers étant constitués principalement d'hydroxyde d'aluminium.

Table des matières

1.	Introduction	7
2.	Présentation du projet.....	7
2.1	DESCRIPTION DE L'ENTREPRISE	7
2.2	DESCRIPTION DE L'ÉQUIPE DE TRAVAIL	7
2.3	PROBLÉMATIQUE ET ÉTAT DE L'ART	8
2.4	OBJECTIF DU PROJET.....	8
3.	Aspects techniques et éléments de conception relatifs au projet.....	8
3.1	REVUE LITTÉRAIRE	8
3.1.1	Super-hydrophobicité ¹ :.....	8
3.1.2	Mouillabilité et angle de contact ¹ :.....	10
3.1.3	Modèle physique de la goutte ¹ :	12
3.1.4	Avantages:.....	13
3.1.5	Motifs :	15
3.1.6	Attaque chimique ¹ :.....	16
3.1.7	Acide stéarique ² :.....	16
3.2	ÉLÉMENTS DE CONCEPTION	17
3.3	MÉTHODOLOGIE UTILISÉE	17
3.4	MESURES EFFECTUÉES	18
3.5	Résultats obtenus.....	19
3.5.1	Angle de contact:.....	19
3.5.2	Hystérésis:	20
3.5.3	Texture (motif):	22
3.5.4	Composition du revêtement:	23
3.5.5	Catalyseur :.....	25
4.	Bilan des activités.....	25
4.1	Arrimage formation pratique/universitaire.....	25
4.2	Travail d'équipe	25
4.3	Respect de l'échéancier	26
4.4	Analyse et discussion	26
5.	Conclusion et recommandation.....	27

Liste des tableaux et figures

Tableau 1: Éléments en présences dans le revêtement.....	23
Tableau 2: Échéancier.....	26
Tableau 3: Mesures expérimentales.....	29
Figure 1: Goutte d'eau sur une feuille de lotus ¹	9
Figure 2: Gerris Remigis (Patineuse) en équilibre sur l'eau ⁵	9
Figure 3: Angle de 162°.....	10
Figure 4: Mouillabilité décroissante représentée par les angles de contact croissant.....	10
Figure 5: Représentation de l'angle de contact.....	11
Figure 6: Schématisation des forces créant l'angle de contact ¹	11
Figure 7: Modèle (a) Wenzel et (b) Cassie-Baxter.....	12
Figure 8: Démonstration de l'effet autonettoyant.....	13
Figure 9: Nombre de publications par année.....	14
Figure 10: Nombre de brevets par année.....	14
Figure 12: Aile de papillon vue au microscope.....	15
Figure 11: Motifs à la surface d'une feuille de lotus ¹	15
Figure 13: Schéma de l'attaque chimique.....	16
Figure 14: Molécule de l'acide stéarique.....	16
Figure 15: Méthode de mesure de l'angle de contact, par déposition de la goutte d'eau.....	18
Figure 16: Angle de 158°.....	19
Figure 17: Angle de contact en fonction de la concentration de NH ₄ OH et du temps d'exposition.....	19
Figure 18: Angle de contact en fonction du temps dans une solution de 40% de NH ₄ OH.....	20
Figure 19: Mesure de l'hystérésis.....	20
Figure 20: Hystérésis en fonction du temps dans une solution de 40% de NH ₄ OH.....	21
Figure 21: Hystérésis nul.....	21
Figure 22: En haut, échantillon tel que reçu grossissement X2200, en bas, grossissement 43000X du revêtement sur la surface de l'aluminium après 60 minutes passés à 40% NH ₄ OH.....	22
Figure 23: Grossissement 1000X du revêtement sur la surface de l'aluminium.....	23
Figure 24: Emplacement du faisceau d'électrons.....	23
Figure 25: Spectre de diffraction X du revêtement.....	24

Revêtements super-hydrophobes nanostructurés sur l'aluminium

Figure 26: Spectre obtenu au XRD	24
Figure 27: Bain ultrasonique pour le nettoyage	30
Figure 28: Bain-marie servant à l'attaque chimique	31
Figure 29: Contenant d'hydroxyde d'ammonium.....	31
Figure 30: Plaque chauffante.....	32
Figure 31: Contenant d'acide stéarique.....	32
Figure 32: Microscope électronique à balayage.....	33
Figure 33: Profilomètre.....	33
Figure 34: Appareil de mesure d'angle de contact appartenant à la chaire de recherche GRTB.....	34
Figure 35: Appareil d'analyse des diffractions de rayons-X.....	34

1. Introduction

La lecture de ce rapport de projet permettra d'initier ou d'approfondir les connaissances dans le domaine des revêtements super-hydrophobes sur la surface de l'aluminium. Les surfaces super-hydrophobes sont créées de plusieurs manières. Les procédés les plus courants sont : ceux au plasma, par centrifugation ou par voie chimique. Le procédé utilisé dans le présent projet est une méthode qui a été créée pour traiter le cuivre. Celle-ci consiste en l'attaque chimique des échantillons avec une solution d'hydroxyde d'ammonium, suivi d'une passivation à l'acide stéarique. L'efficacité de cette méthode a été vérifiée sur une surface d'aluminium. Différents essais ont été menés en faisant varier la concentration des solutions et le temps d'attaque. Plusieurs mesures ont été effectuées sur les échantillons afin de vérifier leurs caractères super-hydrophobes ainsi que la composition du revêtement. Enfin, l'analyse des résultats obtenus a mené vers certaines conclusions ainsi que quelques recommandations.

2. Présentation du projet

2.1 DESCRIPTION DE L'ENTREPRISE

M. Dilip Sarkar est un professeur-chercheur de l'Université du Québec à Chicoutimi spécialisé dans les revêtements de surface. Au cours des dernières années, ses travaux sur les revêtements super-hydrophobes se sont démarqués auprès de la communauté scientifique dans le domaine des nanotechnologies et des nouveaux matériaux. Toutes les recherches de M. Sarkar se font au Centre Universitaire de Recherche sur l'Aluminium(CURAL). Ce centre de recherche œuvre dans une foule de domaines de recherche touchant à l'aluminium allant de la production aux produits finis.

Dans le cadre de ce projet, la majeure partie du travail a été réalisé au CURAL, où nous avons eu accès à plusieurs appareils de haute technologie et opérés par des techniciens qualifiés. Cet apport a contribué au succès du projet.

2.2 DESCRIPTION DE L'ÉQUIPE DE TRAVAIL

Revêtements super-hydrophobes nanostructurés sur l'aluminium

L'équipe se compose de Maxime Poudrier, Myriam Auclair-Gilbert, Jean-Louis Laforte et Dilip Sarkar.

2.3 PROBLÉMATIQUE ET ÉTAT DE L'ART

L'aluminium est utilisé dans une multitude de domaines, tel que la construction, l'aviation, le transport de l'électricité (câbles des lignes à haute tension), etc. Toutefois, l'eau adhère à l'aluminium ce qui entraîne plusieurs problèmes selon le cas. Par exemple, suite à un changement brusque de température, l'eau peut se transformer en glace et commencer à s'accumuler, ce qui entraîne une augmentation de poids du système.

2.4 OBJECTIF DU PROJET

Concevoir un traitement de surface qui rend l'aluminium 6061 super-hydrophobe, soit avec une surface ayant un angle de contact avec une goutte d'eau supérieur à 150° .

L'objectif principal du projet est resté le même, du début à la fin.

3. Aspects techniques et éléments de conception relatifs au projet

3.1 REVUE LITTÉRAIRE

3.1.1 Super-hydrophobicité¹ :

La super-hydrophobicité est une propriété physique d'un matériau. Lorsqu'un matériau est dit super-hydrophobe l'eau n'adhère pas à sa surface. On dit que l'eau ne mouille pas sa surface. Pour déterminer la super-hydrophobicité d'un matériau, il faut mesurer l'angle de contact qu'une goutte fait avec la surface du matériau. Un angle de 0° indique que le matériau est hydrophile, tandis qu'un angle compris entre 120° et 150° désigne un matériau hydrophobe. Un angle supérieur à 150° , comme celui représenté à la figure 3, indique que celui-ci est super-hydrophobe. Plusieurs exemples de cette propriété existent dans la nature. Le plus connu est l'effet lotus d'où découle la plupart des recherches dans ce domaine. De plus,

Revêtements super-hydrophobes nanostructurés sur l'aluminium

certaines insectes tels que les papillons et les *Gerris Remigis* (patineuses) sont super-hydrophobes à des endroits stratégiques tels que les pattes et les ailes. Dans le cas des papillons se sont les ailes, tandis que ce sont leurs pattes pour les *Gerris Remigis*. Les figures 1 et 2 illustrent ces phénomènes.

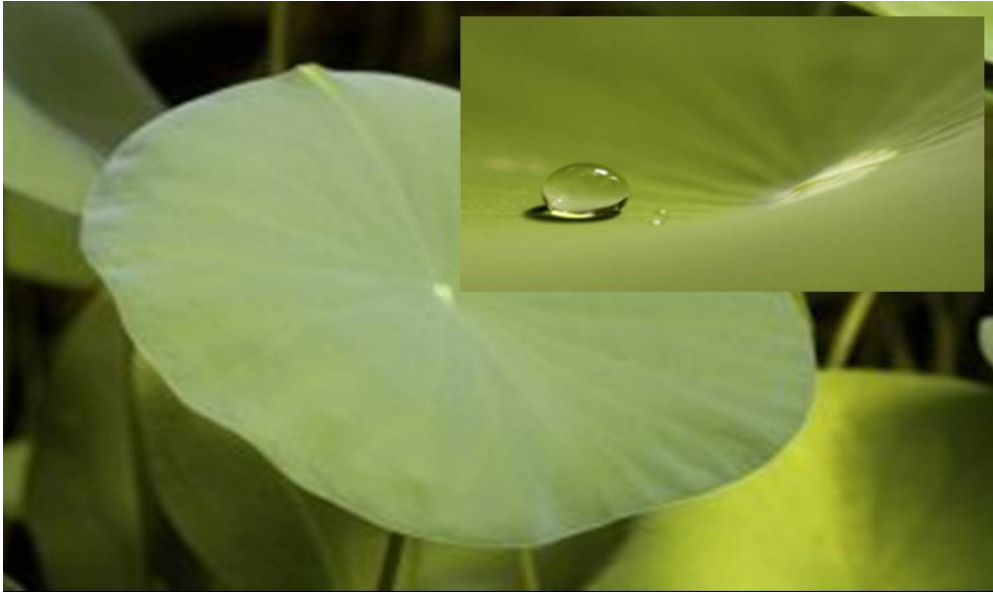


Figure 1: Goutte d'eau sur une feuille de lotus¹



Figure 2: *Gerris Remigis* (Patineuse) en équilibre sur l'eau⁵

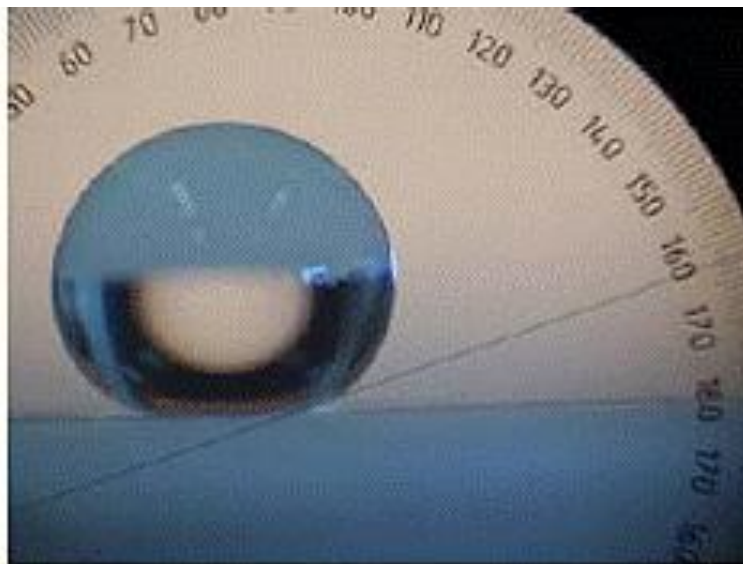


Figure 3: Angle de 162°

3.1.2 Mouillabilité et angle de contact¹ :

La mouillabilité représente la facilité d'un liquide d'adhérer à une surface. Sans traitement, la mouillabilité de l'eau sur l'aluminium est grande, l'angle de contact valant 90°.

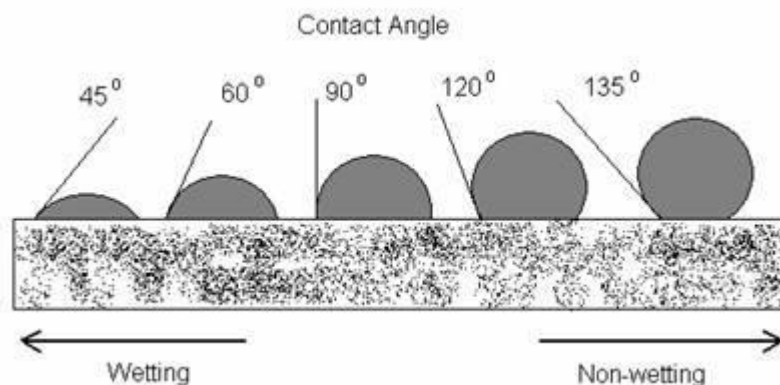


Figure 4: Mouillabilité décroissante représentée par les angles de contact croissant

Revêtements super-hydrophobes nanostructurés sur l'aluminium

Comme l'illustre la flèche à la figure 5, l'angle de contact entre une goutte d'eau et un matériau se mesure de l'intérieur de la goutte vers l'extérieur.

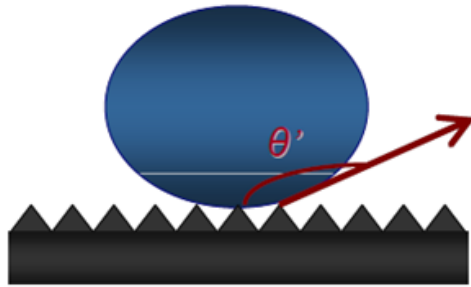


Figure 5: Représentation de l'angle de contact

L'angle de contact reflète la mouillabilité d'un liquide sur un matériau. Il est exprimé couramment à l'aide de la relation suivante (équation 1)¹ :

$$\cos \theta = \frac{\gamma_{SV} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LV}}$$

Où θ représente l'angle de contact,

γ_{LG} représente la tension d'interphase liquide-gaz,

γ_{LS} représente la tension d'interphase liquide-solide,

γ_{GS} représente la tension d'interphase gaz-solide.

Schématiquement, l'équilibre de ces forces est illustré à la figure 6 comme suit :

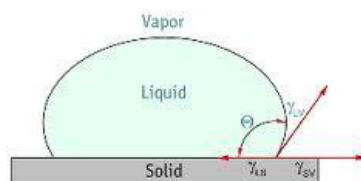


Figure 6: Schématisation des forces créant l'angle de contact¹

3.1.3 Modèle physique de la goutte¹ :

Les surfaces hydrophobes et super-hydrophobes tendent à suivre deux modèles, celui de Wenzel et celui de Cassie-Baxter. Ces deux modèles sont illustrés à la figure 7.

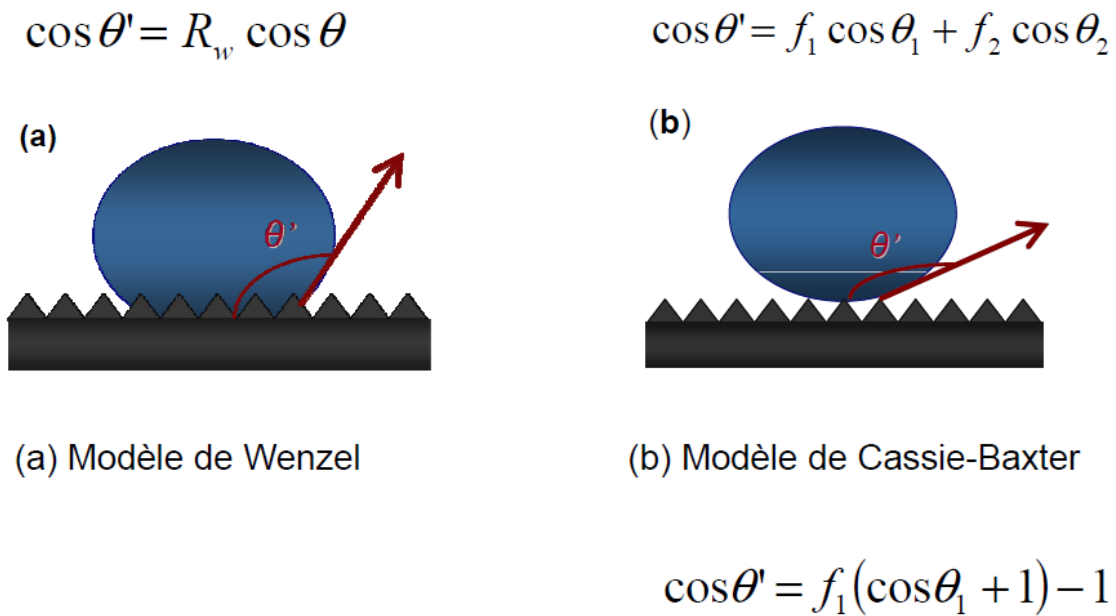


Figure 7: Modèle (a) Wenzel et (b) Cassie-Baxter

On peut voir que dans le modèle Wenzel la goutte pénètre dans les rugosités de la surface tandis que dans le modèle Cassie-Baxter, la goutte est maintenue sur la surface. La principale différence se reflètera sur l'hystérésis, qui sera défini plus loin dans la section 3.5 des résultats. L'hystérésis sera plus faible dans le une goutte qui suit le modèle Cassie-Baxter que Wenzel.

3.1.4 Avantages:

Un matériau ayant une surface sur-hydrophobe présente plusieurs avantages :

- 1- Il diminue les risques d'ajout de poids dû à la pluie.
- 2- Il diminue les risques d'infiltration de l'eau.
- 3- Il empêche l'usure prématurée des matériaux exposés dans différents milieux de corrosion.

Augmente l'efficacité aérodynamique.

Améliore l'écoulement de l'eau pour un objet en mouvement.

Produit un effet autonettoyant, tel qu'illustré à la figure 9.

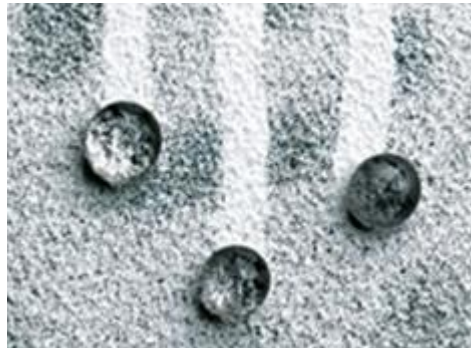


Figure 8: Démonstration de l'effet autonettoyant

Les avantages que procurent les surfaces super-hydrophobes, ont suscité un essor croissant sur le sujet dans une multitude de domaines. Cela se reflète dans le nombre de publications et de brevets qui se font chaque année qui sont en pleine croissance, comme le montrent les figures 9 et 10.

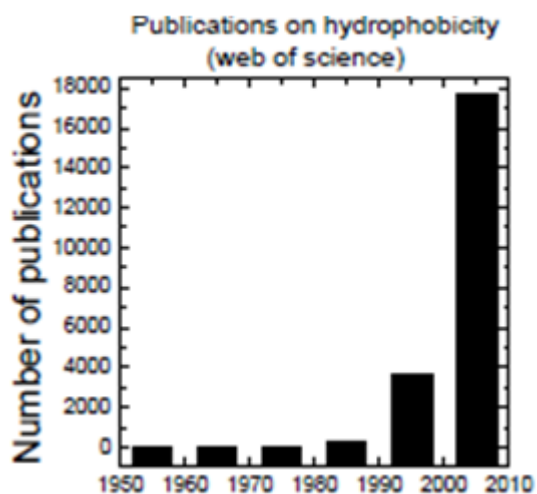


Figure 9: Nombre de publications par année

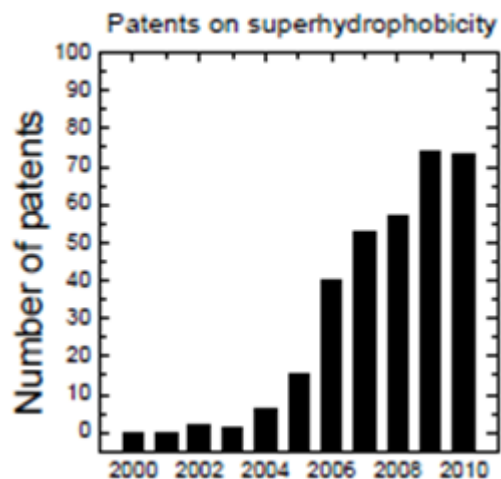


Figure 10: Nombre de brevets par année

3.1.5 Motifs :

À l'échelle microscopique, voir même nanométrique, les motifs sont ceux de particules de matière déposées et réparties sur la surface de façon aléatoire ou ordonnée. Ils ont la fonction d'emprisonner l'air et d'augmenter considérablement la surface. Étant donné la très faible distance entre chaque particule de matière, l'eau ne peut y pénétrer par capillarité. Celle-ci aura donc plus de difficulté à mouiller la surface du matériau. Les motifs caractérisent en quelque sorte la rugosité de la surface à l'échelle microscopique. Ils peuvent prendre plusieurs formes différentes dépendamment de quelle matière ils se composent. Dans le cas de la feuille de lotus, figure 11, ceux-ci sont organisés de façon ordonnée comme pour ceux des ailes de papillons montrés à la figure 12.

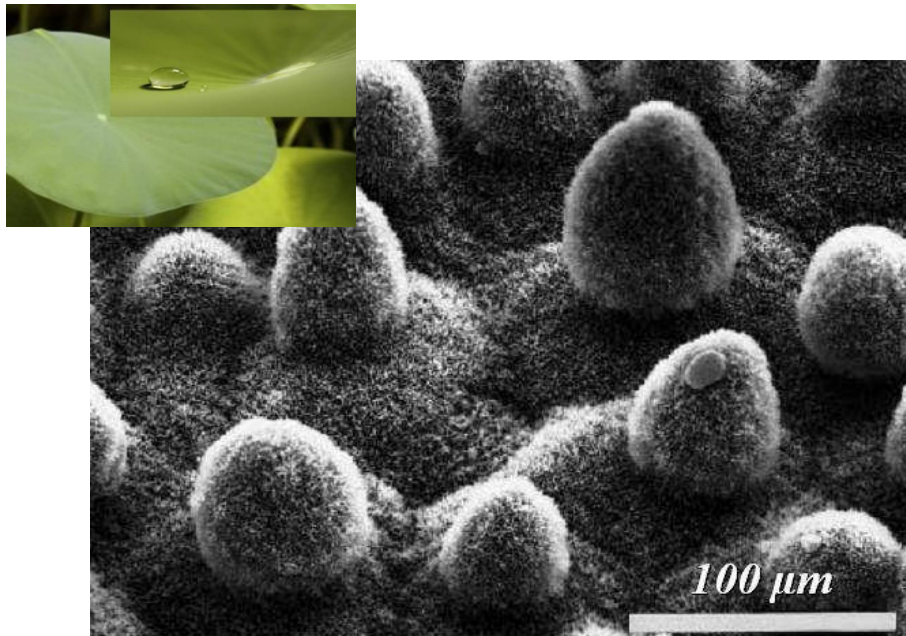


Figure 11: Motifs à la surface d'une feuille de lotus¹

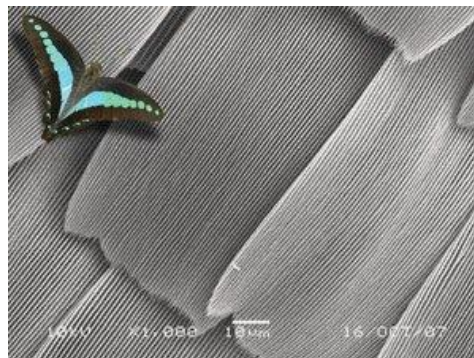


Figure 12: Aile de papillon vue au microscope

3.1.6 Attaque chimique¹ :

L'attaque chimique (gravure chimique), schématisée à la figure 13, est l'étape servant à créer le motif sur la surface de l'échantillon et par le fait même à en modifier la morphologie. Elle consiste à placer un échantillon dans une solution acide ou basique pour un temps et à une température donnés. Au contact de la solution, une réaction chimique se produit arrachant des particules en surface qui entrent alors en solution. Les trous laissés par les particules solubilisés forment le motif. Il est possible aussi de procéder à un dépôt de matière sur la surface ou à un enlèvement de matière suivie d'un dépôt de matière. À la suite de cette opération, le motif définitif est créé et la surface devient très rugueuse et hydrophile.

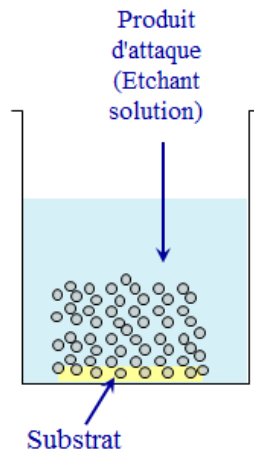


Figure 13: Schéma de l'attaque chimique

3.1.7 Acide stéarique² :

L'acide stéarique est un acide gras saturé, habituellement d'origine animale. Sa formule chimique est $\text{CH}_3\text{-}[\text{CH}_2]_{16}\text{-COOH}$. Lors de la création d'un revêtement super-hydrophobe, il est utilisé pour l'étape appelée la passivation. Un fois déposé sur la surface de l'échantillon, l'acide stéarique agit comme une cire en abaissant l'énergie de surface. Cela est dû à son lien COOH qui s'agrippe à la surface et aux liens CH_3 qui repoussent l'eau. L'acide stéarique peut être schématisé de la façon suivante à la figure 14 :

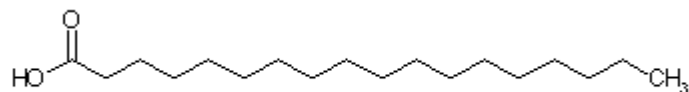


Figure 14: Molécule de l'acide stéarique

3.2 ÉLÉMENTS DE CONCEPTION

Concevoir un revêtement super-hydrophobe par attaque et déposition chimique à partir d'une méthode développée pour le cuivre³. Cette méthode consiste à immerger l'échantillon de cuivre dans une solution d'hydroxyde d'ammonium à 70°C. Après séchage la surface est passivée par addition d'une couche d'acide stéarique.

Ce procédé efficace pour le cuivre doit être adapté pour application avec l'aluminium et optimisé.

3.3 MÉTHODOLOGIE UTILISÉE

La méthode utilisée pour créer une surface super-hydrophobe se divise en deux étapes. La première, qui porte le nom de gravure chimique, consiste à modifier l'état de surface des échantillons d'aluminium en augmentant la rugosité. Pour ce faire, les échantillons sont placés dans une solution basique de NH_4OH . La concentration et le temps en solution restent à être optimisés étant donné qu'il est possible d'ajouter un catalyseur afin d'augmenter la rapidité de la réaction. Dans cette étape, des atomes d'aluminium sont arrachés de la surface et mis en solution. Une fois en solution, ces atomes d'aluminium réagissent avec ceux d'oxygène et d'hydrogène pour former des oxydes et/ou hydroxydes d'aluminium qui se déposent en surface. Les échantillons sont ensuite séchés pendant 10 heures sur une plaque chauffante à 70°C.

La deuxième étape, la passivation, consiste à abaisser l'énergie de surface de l'échantillon. Pour ce faire, les échantillons sont placés 10 minutes dans l'acide stéarique à une concentration de 0.1M. À ce moment, des molécules d'acide stéarique se sont accrochées à la surface de l'échantillon où elles agissent comme une cire sur celle-ci. Les échantillons sont ensuite séchés pendant 10 heures sur une plaque chauffante à 70°C.

3.4 MESURES EFFECTUÉES

Lorsque les échantillons séchés sont refroidis à température ambiante, une vérification préliminaire est faite à l'aide d'une seringue remplie d'eau d'où l'on laisse tomber des petites gouttes sur la surface. Il est alors possible de déterminer si la surface de l'échantillon semble hydrophile, hydrophobe ou super-hydrophobe. Lorsque celle-ci est super-hydrophobe les gouttes rebondissent sur la surface.

Par la suite, l'angle de contact est mesuré à l'aide d'un microscope affecté uniquement à cette mesure. Cinq mesures ont été prises à l'aide de l'appareil du LIMA et une autre avec celui du GRTB.

La caractérisation de l'état de surface a été effectuée avec le MEB (microscope électronique à balayage). Cela a permis de photographier le motif créé à la surface des échantillons et d'en mesurer la taille.

Une première estimation des éléments en présence dans le revêtement a pu être établie avec le EDX (analyse de dispersion d'énergie des rayons-X). La composition réelle a par la suite été déterminée à l'aide du XRD (diffraction des rayons-X).

Une mesure de la rugosité avant traitement et après a été tentée à l'aide du profilomètre mais sans succès.

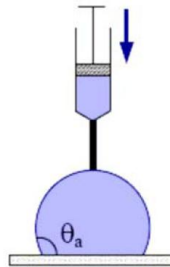


Figure 15: Méthode de mesure de l'angle de contact, par déposition de la goutte d'eau

3.5 Résultats obtenus

3.5.1 Angle de contact:

Suite aux différents essais réalisés, il a été constaté qu'à partir de 60 minutes passés dans la solution, tous les échantillons présentent un revêtement super-hydrophobe et ce peut importe la concentration, celles-ci varie entre 20% et 60% NH_4OH par bond de 10%. La figure 16 montre la mesure d'un angle de contact de 158° .



Figure 16: Angle de 158°

De plus, la concentration de 40% NH_4OH est la plus faible concentration à rendre la surface de l'aluminium super-Hydrophobe à 30 minutes. C'est donc cette concentration qui a été choisie pour l'optimisation.

Ces deux résultats sous forme de graphique sont représentés à la figure 17.

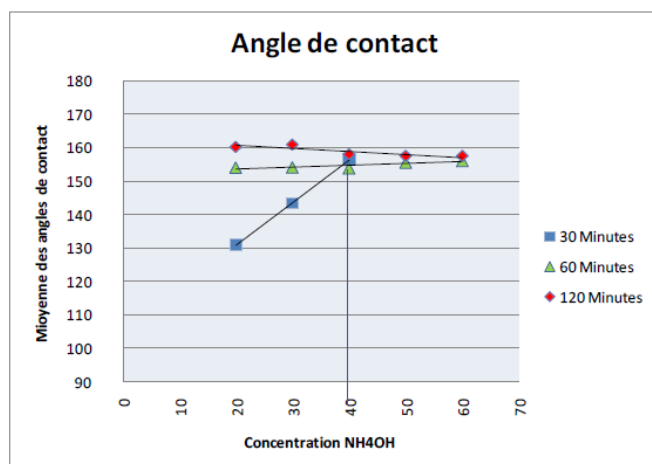


Figure 17: Angle de contact en fonction de la concentration de NH_4OH et du temps d'exposition

Les analyses faites pour la concentration de 40% NH_4OH pour des temps variant de 10 à 360 minutes, ont montré que l'angle de contact se stabilise à partir de 30 minutes à des valeurs se situant entre 154° et 159° comme le montre le graphique à la figure 18.

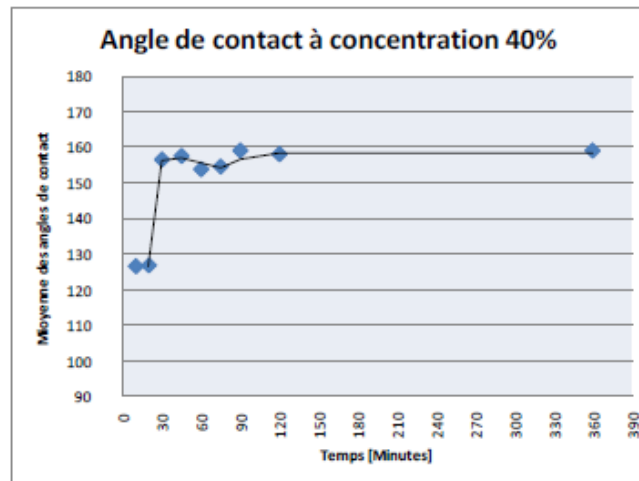


Figure 18: Angle de contact en fonction du temps dans une solution de 40% de NH_4OH

3.5.2 Hystérésis:

Pour la concentration de 40% NH_4OH , l'hystérésis a été mesurée pour des temps en solution variant de 30 à 90 minutes. L'hystérésis est la différence entre les angles avant et arrière de la goutte d'eau lorsque l'on fait avancer la seringue. La figure 19 illustre cette méthode de mesure dans le cas où l'hystérésis est d'environ 45° . Pour avoir une surface super-hydrophobe, l'hystérésis doit être inférieure à 5° .

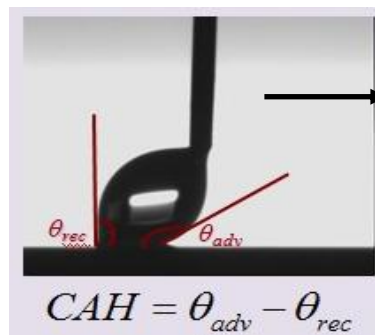


Figure 19: Mesure de l'hystérésis

Revêtements super-hydrophobes nanostructurés sur l'aluminium

Les valeurs d'hystérésis mesurées sur les échantillons mentionnés plus haut sont montrés à la figure 20. Dans ce graphique, on voit que l'hystérésis suit une tendance à la baisse. Celui-ci passe de $7,5^\circ$ pour un temps de 30 minutes à presque 0° à partir de 75 minutes.

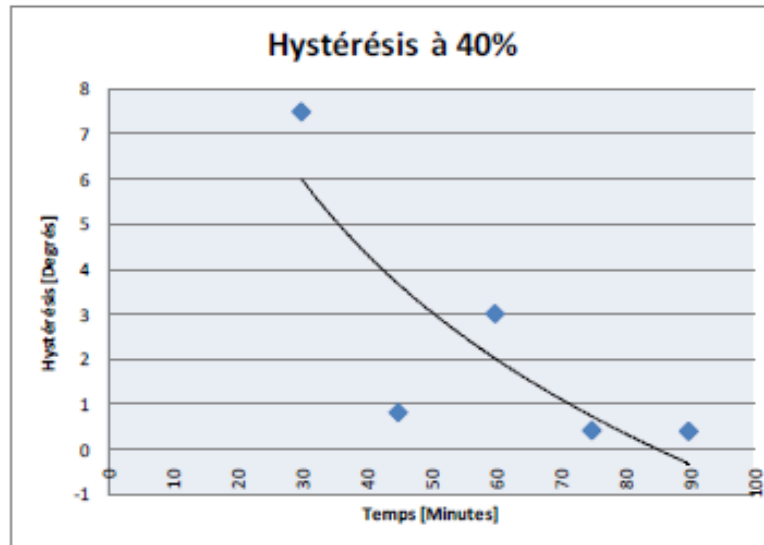


Figure 20: Hystérésis en fonction du temps dans une solution de 40% de NH_4OH

La figure 21 illustre le cas d'un revêtement où l'hystérésis est quasiment nul. On remarque que les angles en avant et en arrière sont presque identiques.

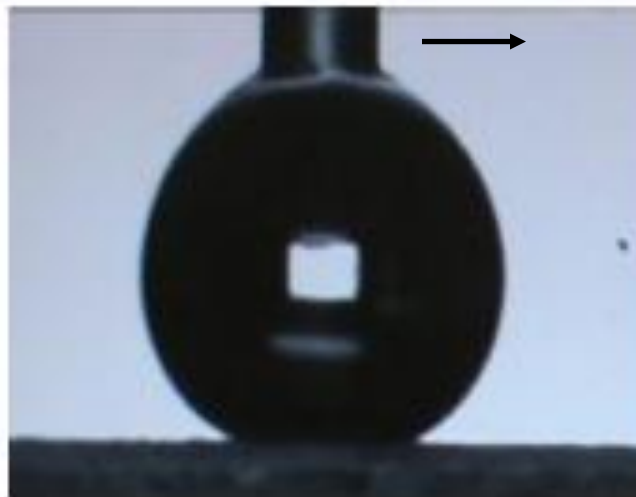


Figure 21: Hystérésis nul

3.5.3 Texture (motif):

Les analyses faites au MEB ont montré que le motif obtenu à la surface des échantillons a une forme de grains de riz distribués de façon très désordonnés. On peut les voir à la figure 22 où ils ont une longueur d'environ 0,2 μm pour un temps de 60 minutes passé à 40% NH_4OH .

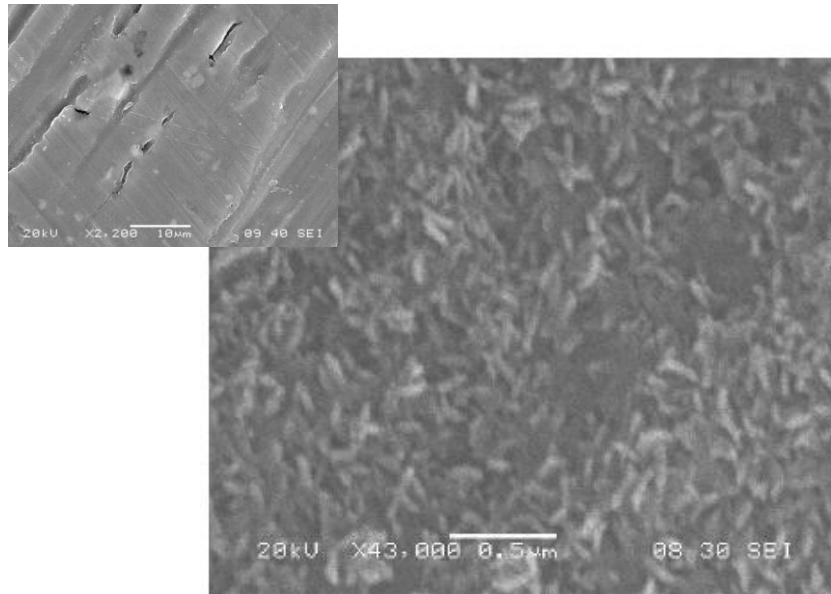


Figure 22: En haut, échantillon tel que reçu grossissement X2200, en bas, grossissement 43000X du revêtement sur la surface de l'aluminium après 60 minutes passés à 40% NH_4OH

Lorsque que l'on compare une photo d'un échantillon après 240 minutes de traitement avec celle précédemment montrée (figure 22), on constate que la longueur des micros grains de riz est d'environ de 10 μm , soit 50 fois plus grande. La figure 23 présente ce résultat.

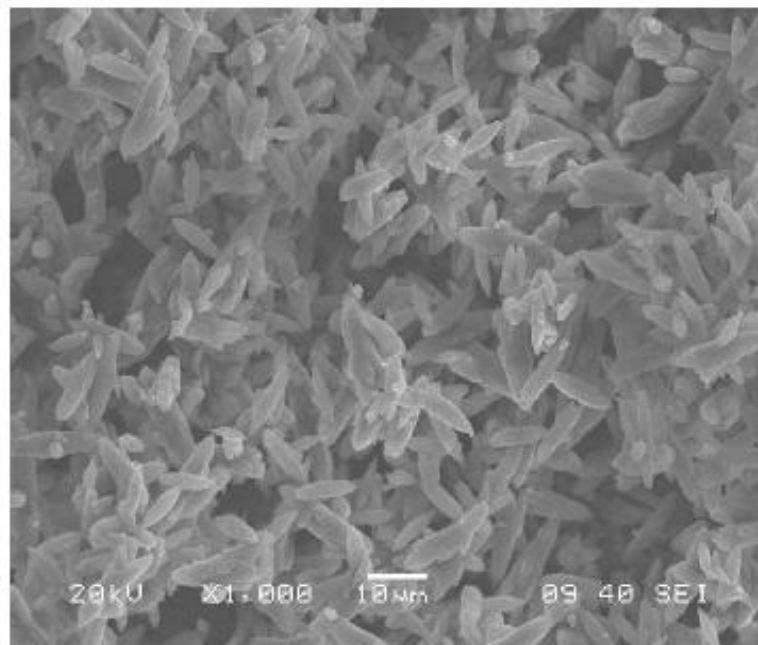


Figure 23: Grossissement 1000X du revêtement sur la surface de l'aluminium

3.5.4 Composition du revêtement:

Une première estimation de la composition des micros grains de riz a été obtenue à l'aide du EDX. Celui-ci a révélé la présence de carbone provenant de l'acide stéarique, d'oxygène provenant du revêtement d'oxyde et/ou d'hydroxyde d'aluminium, d'aluminium faisant parti à la fois du substrat et du revêtement et d'or. La présence de l'or s'explique par le fait qu'il faut faire un revêtement de particules d'or d'une grosseur de 2 à 3 nm sur la surface des échantillons avant de placer ceux-ci dans le MEB-EDX afin de les rendre conducteurs. Le tableau 1 montre ces résultats et la figure 25 les illustre les pics mesurés. La figure 24 montre l'endroit précis où le faisceau d'électrons a été envoyé.

Element	Weight%	Atomic%
CK	21.31	29.62
OK	56.40	58.86
AlK	18.02	11.15
AuM	4.27	0.36
Totals	100.00	

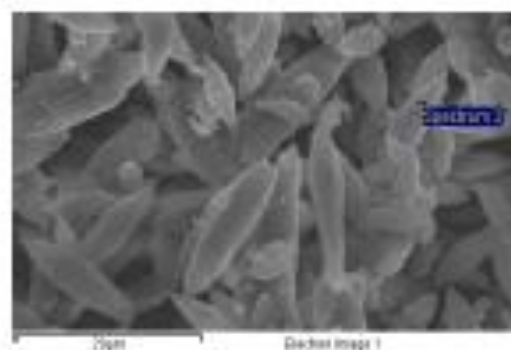


Figure 24: Emplacement du faisceau d'électrons

Tableau 1: Éléments en présences dans le revê

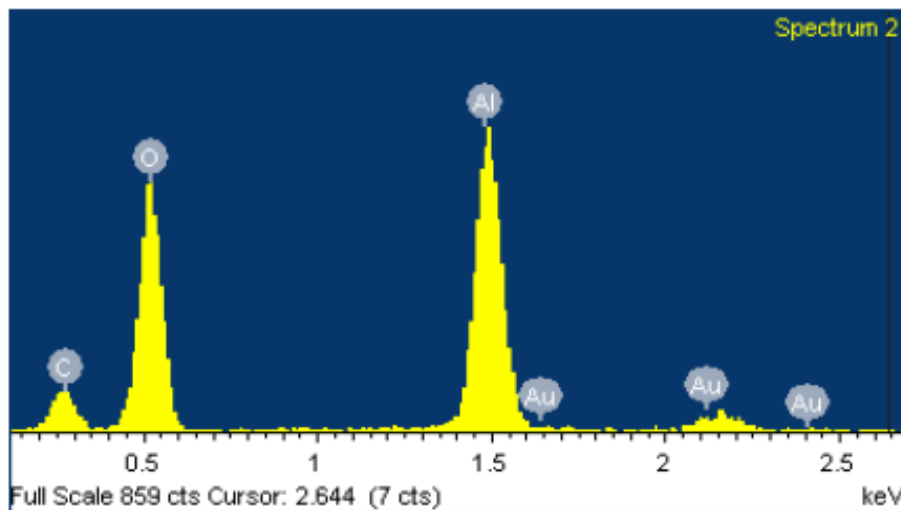


Figure 25: Spectre de diffraction X du revêtement

La composition du revêtement a été confirmée suite à une analyse au XRD dont l'enregistrement est montré à la figure 26. Les pics mesurés avec les micros grains de riz sont caractéristique de l'hydroxyde d'aluminium.

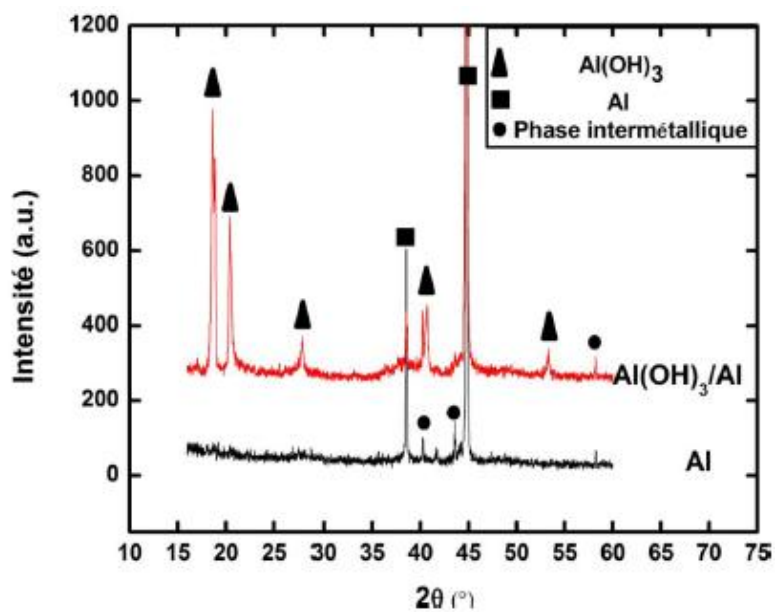


Figure 26: Spectre obtenu au XRD

3.5.5 Catalyseur :

Le persulfate d'ammonium⁴ s'était révélé être un catalyseur efficace avec le cuivre placé en solution basique. Des essais visant à l'utiliser avec l'aluminium n'ont montré aucun effet. C'est pourquoi cette avenue a été mise de côté.

4. Bilan des activités

4.1 Arrimage formation pratique/universitaire

Lors du présent projet, les connaissances acquises dans les cours de chimie du CÉGEP, chimie pour ingénieur et de traitement de surface, ont pu être mis en application. Le côté gestion de projet qui fait partie de plusieurs cours, a été mis en pratique à plus grande échelle. Aussi, l'utilisation d'équipements de mesure de pointe a permis d'acquérir de nouvelles connaissances quant à leur utilisation et l'analyse des résultats obtenus.

4.2 Travail d'équipe

Le travail d'équipe s'est déroulé rondement. Chacun savait ce qu'il avait à faire et le faisait sans trop de problème. Due à certaines contraintes d'horaire et de temps, chacun des coéquipiers a eu des hauts et des bas dans le temps de travail sur le projet. Les connaissances acquises sont surtout au niveau de la transmission du savoir déléguer et du partage des tâches à accomplir.

4.3 Respect de l'échéancier

Étapes	Semaine débutant par:														
	17-janv	24-janv	31-janv	07-févr	14-févr	21-févr	28-févr	07-mars	14-mars	21-mars	28-mars	04-avr	11-avr	18-avr	25-avr
Rencontre avec le conseiller du projet	■														
Rencontre avec le promoteur du projet	■														
Élaboration du plan de projet		■													
Familiarisation aux techniques de laboratoire		■													
Recherche bibliographique			■												
Conception du procédé utilisé, essais en laboratoire			■	■											
Optimisation du procédé					■	■									
Formation pour le MEB et le XRD						■									
Caractérisation de la surface							■	■							
Analyse de la surface						■		■	■						
Compilation et analyse des résultats											■	■			
Rédaction du rapport et préparation de la présentation													■	■	
Remise du rapport															■

Tableau 2: Échéancier

Il n'y a pas eu de réels changements à l'échéancier, si ce n'est que le projet fut présenté le 15 au lieu du 20 ou 21 avril.

4.4 Analyse et discussion

La démarche et la planification établies pour le projet étaient bonnes. Cela a permis de rencontrer les objectifs de conception dans les délais sans trop de problème. Toutefois, si le projet était à recommencer, il serait avantageux de commencer plutôt les mesures d'angle de contact qui sont inclus dans l'activité d'optimisation. Cela aurait probablement permis de pousser encore plus loin l'analyse des résultats.

5. Conclusion et recommandation

La méthode chimique développée pour le cuivre s'est révélée efficace pour rendre super-hydrophobe l'aluminium. Il a été constaté que peu importe la concentration, à partir de 60 minutes en solution tous les échantillons ont un revêtement super-hydrophobe.

Les angles de contacts obtenus varient entre 154 et 159 degrés et les hystérésis étant inférieurs à 8° pour une concentration de 40% NH_4OH et des temps variant de 30 à 90 minutes. Ces résultats tendent à confirmer que les gouttes d'eau sur le revêtement suivent le modèle physique de Cassie-Baxter.

Les expérimentations faites dans différentes conditions de temps et concentrations, ont fait ressortir un temps optimal de 30 minutes dans une solution à 40% d'hydroxyde d'ammonium. La texture du revêtement est composée de grains $0.2\mu\text{m}$ de longueur, ces derniers étant constitués principalement d'hydroxyde d'aluminium. Ces particules sont toutefois assez grosses et en quantité suffisante pour rendre l'aluminium super-hydrophobe.

Pour un temps de réaction de 240 minutes, on constate qu'il y a une croissance de la longueur des micros grains de riz formant le motif. Ces dernières atteignent $10\mu\text{m}$, soit 50 fois la longueur de ceux sur les échantillons qui ont passé 60 minutes en solution.

L'ajout du persulfate d'ammonium n'a pas augmenté la vitesse de réaction des solutions, l'étude des effets de ce catalyseur a donc été mise de côté.

Même si l'efficacité de la réaction avec l'aluminium a été démontrée, ce travail reste très préliminaire. Il reste encore beaucoup de chemin à faire pour bien comprendre le procédé et le rendre applicable commercialement.

C'est dans cet esprit qu'il est recommandé de pousser plus loin le travail caractérisant le revêtement quant à la durée de vie, la résistance à l'usure et aux différentes conditions. De plus il serait intéressant d'étudier les liens entre l'hydroxyde d'aluminium et l'acide stéarique.

Bibliographie

1. SARKAR, Dilip. «Cours-4, Traitements chimiques», *Traitement de surface 6GNC162*, 2010, p. 3 -20.
2. Pr. Oufdou K., Les Constituants chimiques de la cellule, Chapitre 4, Les lipides. [En ligne]. Adresse URL : http://www.ucam.ac.ma/cru/biologie_cellulaire/lipides.pdf
3. A Water Strider-Like Model with Large and Stable Loading Capacity Fabricated from Superhydrophobic Copper Foils, **Qinmin Pan,* Jia Liu, and Qing Zhu**, Publication 2010
4. Rapid Formation of Superhydrophobic Surfaces with Fast Response Wettability Transition, **Xiaotao Zhu, Zhaozhu Zhang, Xuehu Men, Jin Yang, and Xianghui Xu**, Publication 2010
5. WIKIPEDIA. [En ligne]. Adresse URL : <http://fr.wikipedia.org/wiki/Superhydrophobe>
6. TEIXEIRA, J., Les mystères de l'eau, Techniques de l'ingénieur [En ligne]. Adresse URL : <http://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/environnement-securite-th5/technologies-de-l-eau-ti860/les-mysteres-de-l-eau-re53/>
7. J. KLEIN, Rob, P. BIESHEUVEL, Maarten, C. YU, Ben, D. MEINHART, Carl, et F. LANGE, Fred. *Producing Super-Hydrophobic Surfaces with Nano-Silica Spheres*. [En ligne]. Adresse URL : <http://engineering.ucsb.edu/~microflu/publications/Meinhart-55.pdf>

ANNEXES

Tableaux de résultats

Échantillon #	Concentration [%]	Temps [Min]	Angle à gauche [Degrés]	Angle à droite [Degré]	Angle moyen [Degré]	Hystérésis [Degré]
52	20	30	131.38	130	131	
49	20	60	150.02	158	154	8
31	20	120	160.26	160	160	0.01
50	30	30	145.09	142	143	49
48	30	60	153.00	155	154	
27	30	120	158.00	164	161	12
44	40	10	125.00	128	127	
42	40	20	125.00	129	127	
46	40	25	117.00	114	116	
7	40	30	157.00	156	157	7.5
13	40	45	160.00	155	158	0.8
9	40	60	154.50	153	154	3
15	40	75	155.00	154	155	0.4
11	40	90	160.00	158	159	0.38
1	40	120	159.00	157	158	
6	40	360	158.00	160	159	
17	50	60	153.00	158	156	
19	50	120	154.00	161	158	4
21	60	60	159.00	153	156	6
23	60	120	160.00	155	158	4

Tableau 3: Mesures expérimentales

Appareils utilisés



Figure 27: Bain ultrasonique pour le nettoyage

Revêtements super-hydrophobes nanostructurés sur l'aluminium



Figure 28: Bain-marie servant à l'attaque chimique

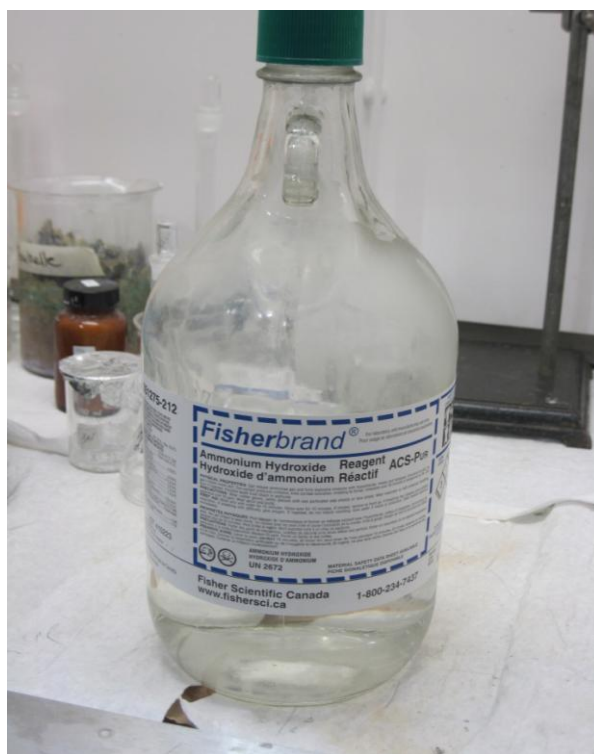


Figure 29: Contenant d'hydroxyde d'ammonium

Revêtements super-hydrophobes nanostructurés sur l'aluminium



Figure 30: Plaque chauffante



Figure 31: Contenant d'acide stéarique



Figure 32: Microscope électronique à balayage



Figure 33: Profilomètre



Figure 34: Appareil de mesure d'angle de contact appartenant à la chaire de recherche GRTB

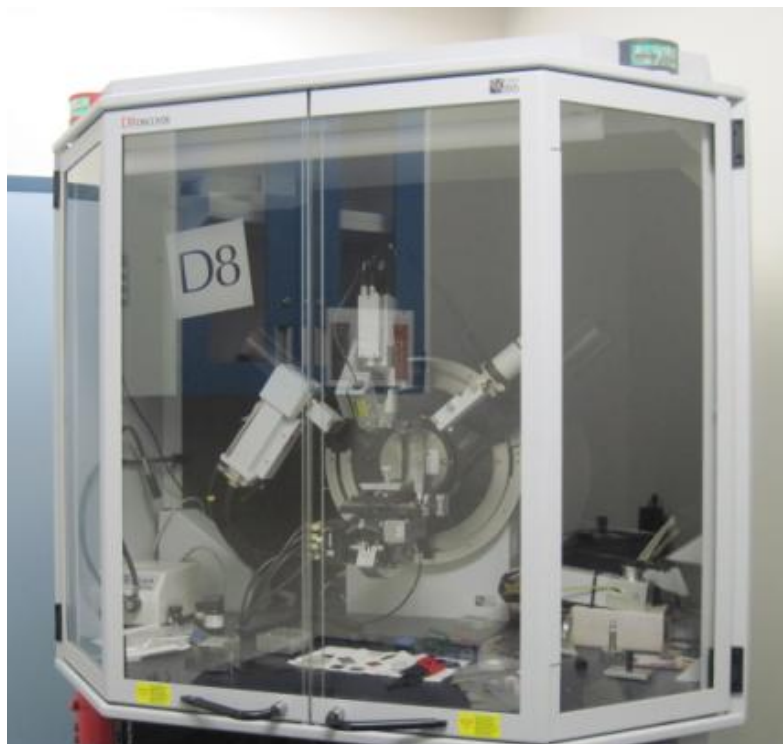


Figure 35: Appareil d'analyse des diffractions de rayons-X