Document de support de la présentation :

Assurance qualité des traitements de surface de l’aluminium

Contenu développé par :

Saleema Noormohammed

Ph.D. en science des matériaux et nanotechnologies

Chargée de projet et relation client, TRANSAL

Table des matières

[Diapositive 5 4](#_Toc130218140)

[Diapositives 6, 7, 8 et 9 4](#_Toc130218141)

[Diapositive 10 5](#_Toc130218142)

[Diapositive 11 5](#_Toc130218143)

[Diapositive 13 6](#_Toc130218144)

[Diapositive 14 7](#_Toc130218145)

[Diapositive 15 7](#_Toc130218146)

[Diapositive 16 8](#_Toc130218147)

[Diapositive 17 9](#_Toc130218148)

[Diapositive 18 9](#_Toc130218149)

[Diapositive 19 10](#_Toc130218150)

[Diapositive 20 10](#_Toc130218151)

[Diapositive 21 11](#_Toc130218152)

[Diapositive 23 et 24 12](#_Toc130218153)

[Diapositive 25 13](#_Toc130218154)

[Diapositive 27 13](#_Toc130218155)

[Diapositive 28 14](#_Toc130218156)

[Diapositive 29 14](#_Toc130218157)

[Diapositive 30 15](#_Toc130218158)

[Diapositive 31 16](#_Toc130218159)

[Diapositive 32 16](#_Toc130218160)

[Diapositive 33 17](#_Toc130218161)

[Diapositive 34 et 35 17](#_Toc130218162)

[Diapositive 36 18](#_Toc130218163)

[Diapositive 37 19](#_Toc130218164)

[Diapositive 38 19](#_Toc130218165)

[Diapositive 39 20](#_Toc130218166)

[Diapositive 40 21](#_Toc130218167)

[Diapositive 41 21](#_Toc130218168)

[Diapositive 42 22](#_Toc130218169)

[Diapositive 43 22](#_Toc130218170)

[Diapositive 44 23](#_Toc130218171)

[Diapositive 45 23](#_Toc130218172)

[Diapositive 46 24](#_Toc130218173)

[Diapositive 47 25](#_Toc130218174)

[Diapositive 48 25](#_Toc130218175)

[Diapositive 49 26](#_Toc130218176)

# Diapositive 5

L'aluminium et ses propriétés :

L'aluminium, métal malléable de couleur blanc-argenté, est le troisième élément le plus abondant après l'oxygène et le silicium et le deuxième métal le plus abondant après le silicium dans la croûte terrestre.

L'aluminium est un métal intéressant et très demandé en raison de ses divers avantages et bénéfices pour différents secteurs industriels confrontés à des défis techniques dans leurs applications.

Les diverses propriétés avantageuses et uniques de l'aluminium, notamment sa légèreté due à sa faible densité, sa haute résistance à la corrosion, sa malléabilité et sa ductilité, en font un matériau unique. Il est également un bon conducteur thermique et électrique. L'aluminium peut être façonné, soudé et collé. Il est également avantageux pour les finitions esthétiques en raison de son aspect brillant et réfléchissant.

En outre, l'aluminium est recyclable à l’infini. L’aluminium recyclé demande moins d’énergie pour être mis à l’état liquide et transformé en produits comparativement à l’utilisation d’aluminium primaire qui requiert de grandes quantités d’énergie pour être fabriqué.

# Diapositives 6, 7, 8 et 9

Où l'aluminium est utilisé :

Grâce aux excellentes propriétés uniques de ce métal léger, l'aluminium est utilisé dans divers secteurs industriels, à savoir la construction, l’industrie du transport terrestre et du transport de masse, l’aérospatial, le militaire et le maritime, les biens de consommation, l’industrie électrique et la production et le transport d’énergie.

Et finalement, la fierté du Québec : de l'aluminium en action sur les routes québécoises et internationales !

**Bennes basculantes en aluminium et Plateforme en aluminium Darkwing de Manac Inc. de St-Georges de Beauce.**

Manac est le plus important fabricant au Canada et l’un des plus importants fabricants de remorques spécialisées en Amérique du Nord et occupe le 7e rang des fabricants de semi-remorques en Amérique du Nord. L'utilisation importante d'aluminium dans leurs remorques est un excellent exemple d'approche écologique du fait de la légèreté de l'aluminium.

Le tableau présenté à la diapositive 9 résume les avantages d’aluminium et donne des exemples d'applications dans les six secteurs mentionnés ci-dessus.

Les diapositives 6, 7 et 8 montrent quelques images des applications où l'aluminium est utilisé.

# Diapositive 10

Comment voit-on une surface d'aluminium ?

Il n'est pas étonnant que lorsque nous voyons de l'aluminium, nous nous rendions compte de sa beauté par sa simple apparence. Il a évidemment un effet visuel brillant et attrayant.

Le monde le perçoit comme un métal blanc-argenté, esthétiquement attrayant, qui présente tous les avantages d'être un matériau robuste pour diverses applications.

# Diapositive 11

La surface d’aluminium en vrai – la réalité :

Ce que l’on ne voit pas à l’œil nu et que plusieurs ignorent, c’est que la surface du matériau n’est pas l’aluminium lui-même.

En effet, le véritable métal est en fait caché sous plusieurs couches de composants indésirables qui peuvent entraver la liaison avec les adhésifs, les peintures, les revêtements et même la soudure.

Ces couches sont constituées de

1. la contamination de surface telle que la poussière, des huiles, et des graisses

2. un film adsorbé d'eau et d'humidité

3. oxyde natif faible

Sur une telle surface, un adhésif/un revêtement/une peinture, lorsqu'il est appliqué, n'entre pas en contact avec le métal en premier lieu. Au contraire, il interagit avec les couches indésirables faiblement liées; ce qui peut produire une mauvaise liaison interfaciale entre le produit et le métal. Entrainant ainsi des défauts et des problèmes de qualité tels que la délamination de la peinture, la rupture du lien d’adhésif, des soudures imparfaites et fragiles.

# Diapositive 13

Comment tirer profit du métal réel – aluminium ?

Nous venons de découvrir dans la diapositive précédente que le métal réel d'aluminium est recouvert de couches de composants indésirables !

Cependant, ce métal possède des propriétés extrêmement bénéfiques et ne peut être ignoré pour ces raisons.

Pour tirer le meilleur parti de ce métal extrêmement bénéfique, il faut « accorder » sa surface afin de pouvoir utiliser le matériau à son plein potentiel.

Le processus de « *tuning »* de la surface est communément appelé traitement de surface, parfois également appelé modification de surface.

Le choix de la méthode de modification des surfaces en aluminium dépend du type d'application visée.

Les diapositives suivantes expliquent comment choisir les méthodes de traitement de surface appropriées pour modifier les surfaces d’aluminium parmi la pléthore de méthodes de traitement de surface existantes.

# Diapositive 14

Points à considérer lors du choix d'une méthode de traitement :

Il est très important de bien réfléchir avant de choisir le traitement d'une surface en aluminium en fonction de son environnement d'application réel. Par exemple, une simple finition de surface par brossage ou texturation peut ne pas être suffisante pour protéger la surface de la corrosion causée par un environnement chaud et humide. Une couche de protection supplémentaire sur la surface sera nécessaire, qui peut être un revêtement ou une peinture résistant aux hautes températures et à la corrosion.

Voici quelques points à prendre en compte avant de choisir une méthode de traitement de surface (appropriée) pour les surfaces en aluminium :

1. Si la pièce traitée sera exposée à

* Environnement humide/mouillé
* Environnement humide et salé, acide ou alcalin
* Environnement abrasif sec ou humide
* Vibrations ou fatigue
* Fatigue dans des conditions environnementales
* Températures chaudes/froides
* Combinaison d'une ou plusieurs des conditions ci-dessus

# Diapositive 15

Points à considérer lors du choix d'une méthode de traitement :

Une fois que nous saurons à quel type d'environnement notre aluminium sera soumis, nous serons en mesure de choisir la bonne méthode, à condition de savoir ce qui est nécessaire comme produit final.

Il est donc important de savoir si le produit final sera simplement une surface peinte ou revêtue pour une protection contre la corrosion et une durabilité accrue, s'il sera assemblé par soudage ou collage pour des applications structurelles ou s'il sera poli ou texturé à des fins purement esthétiques.

Par conséquent, ces points, décrits ci-dessous, doivent également être pris en compte lors du choix de la méthode de traitement de surface.

2. Si la surface doit être :

* Peinte - à des fins esthétiques et de protection
* Revêtue - céramique, polymère - pour améliorer la résistance à l'abrasion, à l'usure et à la corrosion
* Assemblées - collées avec des adhésifs ou soudées
* Polie ou texturée - à des fins esthétiques - et exposée à l'air.

# Diapositive 16

Des techniques de traitement de surface exigeantes :

Il existe une pléthore de méthodes de traitement de surface destinées à diverses applications. Ces méthodes peuvent être aussi simples que le ponçage d'une surface avec un scotch-brite pour obtenir une texture rugueuse, ou aussi complexes que l'utilisation d'un plasma sous vide poussé pour obtenir des caractéristiques de surface très sophistiquées.

Pour faciliter la vie, ces méthodes sont divisées en quatre principales catégories :

1. Mécanique – sablage/grenaillage, brossage de métaux, abrasion (disques/pads)
2. Chimique – nettoyage/gravure, passivation, fonctionnalisation, revêtement par conversion, revêtement chimique (sol-gel)
3. Physique – plasma (sous vide, atmosphérique), décharge corona, laser (nettoyage, texturation), pulvérisation thermique/froide, revêtement en poudre
4. Électrochimique – anodisation, électroplacage, électropolissage

Il existe autant de méthodes polyvalentes pour modifier les surfaces en aluminium. Cependant, si la surface n'est pas traitée de la bonne manière, le système utilisant le matériau tombera en panne plus tôt que prévu.

# Diapositive 17

Quelle est la raison de l’échec lié au traitement de surface? :

Malgré les différentes techniques utilisées pour les bonnes raisons, la défaillance d'un système est un phénomène courant dans le monde du traitement de surface. Les principales raisons de ces échecs sont attribuables aux éléments suivants :

* Préparation/traitement de surface excessif ou inadéquat
* Mauvaise méthode pour le mauvais matériau et l’application prévue
* **Déficience de la précision et non-uniformité des caractéristiques de la surface!**
	+ Présence de composants indésirables — faibles oxydes de surface, poussière, eau absorbée, contaminants, graisse, huile, etc.
	+ Valeurs de rugosité de surface insuffisantes
	+ Morphologie de surface inadéquate

Par conséquent, la caractérisation de la surface de l'aluminium avant l'assemblage, le revêtement, la peinture ou autre devient très importante pour éviter les défaillances immatures.

# Diapositive 18

Que peut-on constater sur une surface après l'avoir traitée en utilisant une méthode spécifique ?

Par caractérisation, nous entendons les changements dans la topographie, la chimie et le comportement de la surface.

Selon la méthode de modification de surface employée, une surface peut présenter les changements énumérés sur la diapositive 18.

# Diapositive 19

Changements topographiques

Cette diapositive présente deux exemples montrant des changements morphologiques sur des surfaces en alliage d'aluminium AA6061-T6 traitées de deux manières différentes pour modifier leurs propriétés de répulsion de l'eau, en d'autres termes, superhydrophobes et glaciophobes. Dans les deux cas, les images générées grâce au microscope électronique à balayage (MEB) des surfaces révèlent des caractéristiques morphologiques totalement différentes.

Exemple

1. Image MEB – Modification de la surface de l'alliage AA6061-T6 en une surface superhydrophobe résistante à la corrosion par gravure alcaline et greffage simultané de fluorosilane.
2. Image MEB – Surface de l'alliage AA6061-T6 revêtue de nanotours d'oxyde de zinc à l'aide d'une méthode de dépôt par bain chimique, suivie d'une passivation à l'aide de molécules d'acide stéarique pour la rendre superhydrophobe et glaciophobe.

# Diapositive 20

Changements chimiques

Cette diapositive présente le changement de la nature chimique de surfaces en alliage d'aluminium AA6061-T6 traitées par trois méthodes différentes.

Les deux premiers exemples montrent les spectres infrarouges de surfaces traitées par deux méthodes différentes pour rendre la surface plus hydrophile afin de favoriser l'adhésion avec des adhésifs.

Le troisième exemple montre un spectre de carbone à haute résolution montrant la formation de différents composants de carbone à faible énergie de surface avec le fluor formé pendant le processus de traitement de surface spécifique utilisé.

1. Spectre infrarouge – AA6061-T6 traité en milieu alcalin en fonction du temps de traitement pour créer un oxyde plus fort par rapport à l'oxyde natif faible favorable pour le collage par adhésifs

Ce spectre montre la formation d’un oxyde plus fort et intense de l’aluminium formé suite au traitement dans un alcalin. Cet oxyde est plus fort que l’oxyde natif d’aluminium favorable pour une adhésion plus forte à l’interface entre le métal et l’adhésif.

1. Spectre infrarouge – oxydation par plasma de l'AA6061-T6 en fonction du temps d'exposition au plasma afin de rendre la surface hydrophile pour les applications de collage

Ce spectre confirme la formation de groupe hydroxyle qui est plus hydrophile et qui une affinité élevée avec de l’eau et ainsi l’adhésif pour créer des liaisons chimiques plus fortes à l’interface.

1. Spectres de photoélectronique des rayons X - spectres C1s et O1s sur la surface AA6061-T6 traitée par gravure alkalin et greffage de fluorosilane simultanés montrant des groupes C-F à faible énergie de surface qui rend la surface résistante à l'eau.

La présence de différents composants de carbon avec le fluor (C-F) dans ce spectre avec forte intensité montre que la surface possède une énergie très base et ainsi peut se comporter efficacement contre l’adhésion d’eau et de la glace sur ces surfaces.

# Diapositive 21

Changements de comportement physique

Cette diapositive montre trois comportements différents de la surface d'un alliage d'aluminium traité de trois manières différentes pour trois applications différentes : (1) superhydrophobie pour la résistance à la corrosion; (2) hydrophilie pour le collage; et (3) glaciophobie pour empêcher la glace de s’accumuler.

1. L'angle de contact avec l'eau – comportement de mouillabilité de la surface de l'alliage AA6061-T6 traitée par gravure alcaline et greffage de fluorosilane simultanés en fonction de la concentration de la solution

2. L'angle de contact avec l'eau – comportement de mouillabilité de la surface de l'alliage AA6061-T6 traitée au plasma d'oxygène en fonction du temps d'exposition au plasma pour rendre la surface hydrophile

3. Image digitale - Surface passivée de l'alliage AA6061-T6 revêtue de ZnO par rapport à la surface non revêtue montrant l'absence d'accumulation de glace dans le tunnel de givrage sur la surface revêtue et superhydrophobe

# Diapositive 23 et 24

Dégradation environnementale des surfaces d'aluminium

* Conditions idéales pour que l'aluminium se corrode et se dégrade - humidité, air pollué, sel, abrasifs, vibrations, fluctuations de température.

Les conséquences de l’exposition de la surface d’aluminium à ses environnements amènent différents types de corrosion non désirables :

* + Corrosion galvanique
	+ Corrosion intergranulaire
	+ Corrosion filiforme
	+ Corrosion par piqûre
	+ Corrosion de fissure
	+ Corrosion de fissure sous contrainte
	+ Etc…
* Certaines dégradations comme la corrosion par la rouille sont visibles à l'œil nu, tandis que d'autres sont visibles au microscope - piqûres, corrosion intergranulaire, changements morphologiques, etc.
* La caractérisation de la surface peut indiquer précisément les niveaux et les types de corrosion, les changements chimiques et les entraves morphologiques, l'absence de revêtements, etc.

# Diapositive 25

Corrosion et dégradation d’aluminium – exemples de littérature

Cette diapositive présente quelques exemples tirés de la littérature sur la corrosion de l'aluminium et sa caractérisation :

(1) corrosion électrochimique sur une surface d'aluminium superhydrophobe par rapport à une surface d'aluminium non traitée,

(2) modes de rupture avant et après la dégradation environnementale des surfaces d'aluminium traitées et non traitées collées, et

(3) diverses méthodes de dégradation standard internationales employées sur des surfaces d'aluminium soudées-collées, collées et soudées après un traitement de surface et leurs résistances mécaniques.

1. Image MEB – Produits de corrosion électrochimique sur la surface superhydrophobe de l'alliage AA6061-T6 traitée par gravure alcaline et greffage de fluorosilane par rapport à celle non traitée

2. Images de l'échantillon rompu d'un alliage AA6061-T6 collé après traitement par abrasion et plasma, comparé à l'échantillon non traité avant et après la dégradation dans des environnements chauds, humides et froids

3. Résultats d'essais mécaniques montrant l'influence de la dégradation de l'environnement sur les joints d’aluminium collés, soudés et soudés-collés-hybrides

# Diapositive 27

4.1 Techniques traditionnelles de caractérisation des surfaces d'aluminium

Jusqu'à présent, d'après ce que nous avons appris, il est clair que la caractérisation d'une surface d'aluminium avant et après un processus spécifique de modification de surface est extrêmement importante avant son application finale.

Il y a quatre aspects différents de la caractérisation à prendre en compte en fonction de la méthode de traitement de surface employée sur les surfaces en aluminium. Ces aspects sont les suivants :

1. Analyse morphologique
2. Analyse chimique
3. Analyse physique
4. Analyse de la mouillabilité

# Diapositive 28

4.1a. Analyse morphologique – microscopie optique

Cette technique d'analyse est une technique visuelle rapide pour analyser la texture et la morphologie

Dans cette technique, la lumière traverse l'objectif et est focalisée à travers l'objectif sur le spécimen. La lumière reflétée ou diffusée vers l'objectif est ensuite reproduite dans l'oculaire.

Selon l'objectif et les lentilles, les microscopes modernes peuvent produire des images jusqu'à un grossissement de 50x.

L’image montre un exemple d’une microscopie optique de laboratoire

# Diapositive 29

Exemple d’images - microscopie optique

Ces images montrent les différences de texture de la surface après le nickelage et l'argentage pour les applications spatiales.

À de tels grossissements, il est rapidement possible de confirmer le dépôt d'un revêtement dans une certaine épaisseur. Cependant, des informations plus précises sur les caractéristiques micro et nanométriques du revêtement ne peuvent pas être visualisées avec un microscope optique. En effet, pour des analyses à plus haute résolution, un microscope électronique doit être utilisé.

# Diapositive 30

4.1a. Analyse morphologique – microscopie électronique à balayage (MEB)

Dans le MEB, les échantillons sont éclairés par un faisceau focalisé d'électrons dans une chambre à vide. Ces électrons interagissent avec l'échantillon de nombreuses façons, créant différents types de rayonnement, notamment la production d'électrons secondaires, d'électrons rétrodiffusés et de rayons X caractéristiques. Ces signaux sont utilisés pour l'imagerie et l'analyse de la composition à haute résolution spatiale.

Par rapport à la microscopie optique, le MEB offre une résolution plus élevée (jusqu'à 3,0 nm), une plus grande profondeur de champ, des distances de travail plus longues et une meilleure sensibilité des surfaces.

Les images d'électrons rétrodiffusés (BE) fournissent des informations sur la composition, car l'intensité du signal BE d'un matériau est proportionnelle à son numéro atomique moyen.

Les rayons X générés par le faisceau d'électrons sont détectés et analysés par un spectromètre à rayons X à dispersion d'énergie (EDS). Les spectres EDS peuvent être utilisés pour obtenir une analyse élémentaire qualitative et quantitative à une résolution spatiale micrométrique. La microscopie électronique à balayage à émission de champ offre une résolution aussi bonne que 0,6 nm.

Un microscope électronique à balayage (MEB) standard est généralement utilisé pour l'imagerie à faible ou moyen grossissement (10-50 000×) des échantillons conducteurs.

L’image montre un exemple d’une MEB de laboratoire

# Diapositive 31

Exemple d’images – MEB

L'image MEB de l'aluminium brut revêtu de ZnO par rapport à l'aluminium texturé revêtu de ZnO révèle apparemment la caractéristique texturée de ce dernier. L'image à fort grossissement révèle également les caractéristiques micronanométriques de la texture elle-même, montrant une rugosité aléatoire. Dans cet exemple particulier, le ZnO a été déposé par une technique de dépôt par bain chimique après la texturation de la surface par une attaque acide utilisant de l'acide chlorhydrique.

# Diapositive 32

4.1a. Analyse morphologique – microscopie à force atomique (AFM)

Une AFM prend des images de la topographie de la surface d'un échantillon en balayant le cantilever sur une région d'intérêt.

Dans cette technique, la surface est légèrement tapée avec un bout de sonde oscillant en nitrure de silicium (SiN) de rayon inférieur à 10-15 nm et de hauteur 10-15 µm fixée sur un cantilever de longueur 220-230 µm et de largeur 35-45 µm.

Ensuite, une topographie 3-D est obtenue en enregistrant les changements de l'amplitude d'oscillation du cantilever lorsqu'il balaie la surface.

L'AFM fournit également des informations telles que les dimensions des caractéristiques nanométriques de la surface, notamment la hauteur z et la rugosité de surface en échelle nanométrique.

La beauté de l'AFM est que les balayages peuvent être effectués à l'échelle du micromètre ou du nanomètre.

L’image montre une AFM de laboratoire et le bout en nitrure de silicium (< 15 nm) fixé sur un cantilever.

# Diapositive 33

Exemple d’images – AFM

Les images AFM sur cette diapositive montrent la comparaison de deux revêtements différents - ZnO et TiO2 - sur des surfaces d'aluminium propres et lisses déposées selon deux méthodes différentes.

Le revêtement de ZnO a été déposé à l'aide d'une technique de dépôt par bain chimique tandis que le revêtement de TiO2 a été déposé à l'aide d'une méthode sol-gel.

Taille du balayage 1x1 μm ; rugosité moyenne quadratique (rms) = ~ 2 nm sur les deux surfaces.

Les images montrent que les deux surfaces ont une rugosité moyenne similaire révélant un revêtement uniforme et lisse bien que le profil semble légèrement différent.

# Diapositive 34 et 35

4.1b. Analyse chimique – spectromètre à rayons X à dispersion d'énergie (EDX)

Dans le MEB, les électrons interagissent avec la surface de l'échantillon en produisant des électrons secondaires, des électrons rétrodiffusés (BE) et des rayons X caractéristiques.

Les rayons X générés sont détectés et analysés avec un spectromètre à rayons X à dispersion d'énergie (EDX) pour obtenir une analyse élémentaire qualitative et quantitative.

Sur la diapositive 34, le spectre EDX illustré présente la composition élémentaire de la surface d'aluminium texturée revêtue de ZnO fluoré enregistrée avant et après les tests d'adhésion de la glace. Les spectres montrent la présence de O, F, Zn et Al dans leurs énergies électroniques respectives, confirmant la présence des éléments attendus sur les surfaces. Les spectres montrent également que ces éléments sont toujours présents dans les mêmes intensités sur la même surface après l'adhésion de la glace, ce qui démontre la robustesse de la surface d'aluminium fabriquée.

D'autre part, le graphique d’une autre étude montre la variation de la concentration d'oxygène en poids estimée à partir de l'analyse EDX sur l'aluminium traité au NaOH en fonction du temps de traitement. Ces résultats aident à optimiser les paramètres de traitement de surface en fonction de la concentration d’O2.

# Diapositive 36

4.1b. Analyse chimique – spectroscopie infrarouge (IR)

La spectroscopie infrarouge, également appelée spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR), est une technique basée sur les vibrations des atomes d'une molécule.

Les molécules vibrent dans des orientations différentes comme le montre l'image de cette diapositive. Les modes symétriques et asymétriques sont les modes vibrationnels les plus courants dans de nombreuses molécules communes.

Un spectre IR est obtenu en faisant passer un rayonnement IR à travers un échantillon et en déterminant quelle fraction du rayonnement incident est absorbée à une énergie particulière.

L'énergie à laquelle apparaît un pic correspond à la fréquence d'une vibration d'une molécule à la surface.

Par conséquent, un spectre IR représente l'empreinte du matériau avec des pics d'absorption correspondant aux fréquences des vibrations entre les liaisons des atomes qui composent le matériau.

L’image montre une spectroscopie IR, un schéma de son principe et des modes de vibrations des molécules.

# Diapositive 37

Exemple de spectres infrarouges

L'exemple représente une étude sur la dégradation des molécules d'acide stéarique à des températures plus élevées.

La dégradation des monocouches d'acide stéarique sur une surface d'aluminium revêtue de ZnO mesurée en fonction de l'exposition à la température est analysée en fonction des pics caractéristiques des hydrocarbonés C-H qui constituent l'épine dorsale de la structure chimique de l'acide stéarique.

Les pics IR des C-H avec des températures plus élevées montrent qu'ils commencent à se dégrader à 200 oC et sont complètement absents à 350 oC. Cette étude a permis de corréler les observations spectrales IR avec les propriétés hydrophobiques de ces surfaces à des températures plus élevées.

# Diapositive 38

4.1b. Analyse chimique – spectroscopie de photoélectron à rayons X (XPS)

Cette technique très sophistiquée et délicate est utilisée pour déterminer la composition atomique et la chimie d'une surface.

L’XPS est très sensible à la surface, avec une profondeur d'échantillonnage de quelques nanomètres seulement (environ 10 nm).

Elle fonctionne en irradiant la surface d'un échantillon avec des rayons X de faible énergie (~1,5 keV), afin de provoquer l'émission de photoélectrons

Ces photoélectrons produisent un spectre d'intensité d'émission en fonction de l'énergie de liaison des électrons (Eb), qui est la différence entre l'énergie du photon des rayons X, hυ, et l'énergie cinétique du photoélectron Ek.

Comme chaque élément possède un ensemble unique d'énergies de liaison orbitales, la XPS peut être utilisée pour identifier les éléments présents sur la surface

L’image montre une installation de l’instrument XPS de l’INRS, Varennes.

# Diapositive 39

Exemple de spectres XPS

Les mesures XPS sont effectuées en deux étapes une fois la configuration initiale terminée et l'obtention d'un vide très élevé dans la chambre à échantillon réalisée. Le vide poussé est essentiel, car la technique est très sensible à la surface (résolution d'environ 10 nm) et, par conséquent, toute contamination, si elle n'est pas évitée, apparaîtra sur les spectres en masquant la surface réelle d'intérêt.

Étape 1 : Un spectre de survol est d'abord collecté pour balayer les différents éléments détectés sur la surface.

Étape 2 : Les éléments d'intérêt sur le spectre de survol sont sélectionnés et les spectres à haute résolution de ces éléments sont obtenus à partir de leur cœur de coquille afin d'obtenir des informations précises sur les différents composants formés par chacun de ces éléments.

Dans l’exemple montré dans cette diapositive, on voit que le spectre de survol (image 1) d’un revêtement de Teflon® pulvérisé par radiofréquence sur une surface d’aluminium nanostructurée est obtenu. Les éléments les plus importants, à savoir le fluor et le carbone, sont détectés, ainsi qu’un peu d’oxygène. L’absence d’aluminium (élément du substrat) indique que le revêtement en Teflon® est au moins plus épais que 10 nm, en raison des limites de résolution de l’instrument.

L’élément le plus important à analyser est le carbone, car c’est lui qui forme différents radicaux à faible énergie de surface avec le fluor de la cible en Téflon® pulvérisée (image 2). Ces composants confirment le dépôt réussi d’un revêtement fluoré à faible énergie de surface sur la surface de l’aluminium, ce qui rend la surface superhydrophobe par nature.

# Diapositive 40

4.1b. Analyse physique – profilomètre de surface

La profilométrie est utilisée principalement pour obtenir des informations sur le profil de la surface afin de révéler la topographie rugueuse en 2-D et 3-D, pour mesurer la rugosité de la surface afin d’aider à comprendre à quel point une surface est rugueuse ou lisse et pour obtenir des informations sur la hauteur des pics et des vallées d’un profil rugueux.

Cette technique utilise l’interférométrie à lumière blanche (ILB) de pointe pour mesurer les profils de surface et la rugosité jusqu’à 0,05 µm.

L’option Interférométrie à déplacement de phase (PSI) à faible coût permet de réduire la taille minimale des caractéristiques verticales à 0,001 µm.

Les machines de la nouvelle génération génèrent des profils en 3-D qui reproduisent avec précision les surfaces rugueuses et les parois latérales très inclinées.

L’image montre un exemple d’un profilomètre de laboratoire.

# Diapositive 41

Exemple d’analyse de surface par profilomètre

Cette diapositive montre les images 3D et profils de surface d’échantillons d’Al 7075 : (a) polis, (b) rendus rugueux avec de la pâte diamantée, (c) rendus rugueux avec du papier abrasif, (d) extrudés, et (e) coupés à la scie.

Les images 3D accompagnées par les profils 2D confirment la structure rugueuse créée par les différents traitements effectués et varient selon le traitement.

# Diapositive 42

Exemple d’analyse de surface par profilomètre

Cette diapositive montre un autre type d’analyse commune faite sur des surfaces à partir des données sur la rugosité obtenue.

La rugosité des surfaces d'alliage d'aluminium en fonction du temps de traitement dans un mélange de solutions de NaOH et de fluorosilane (image 1) et en fonction de la concentration du mélange de solutions de NaOH et de fluorosilane (image 2) est mesurée. Cette observation est utile pour une étude de comportement de la surface par rapport à sa mouillabilité en fonction de la rugosité pour établir entre une corrélation les deux caractéristiques.

# Diapositive 43

4.1d. Analyse de mouillabilité - Tension de surface et angle de contact avec l'eau

La mouillabilité est la capacité d'un liquide à se répandre sur une surface.

La mouillabilité est un excellent indicateur de l'hydrophobie, de la superhydrophobie ou de l'hydrophilie d'une surface. Il s'agit d'une caractéristique importante pour les applications où une surface doit être protégée de la corrosion par un traitement hydrophobe ou doit être complètement humide pour les applications de collage ou de peinture.

La méthode est utilisée pour mesurer l'angle de contact entre le liquide et la surface. Un angle de contact de 90o et moins représente une surface hydrophile et 90o et plus à une surface hydrophobe. Une surface superhydrophobe a un angle de contact de l’eau de 120o et plus. Une surface avec un angle de contact de 0o est considérée superhydrophile.

L'angle de contact fournit également des informations précieuses sur l'énergie de surface qui peut être mesurée à l'aide du goniomètre d'angle de contact. Plus l'angle de contact est faible, plus l'énergie de surface est faible et vice versa.

# Diapositive 44

Exemples – mouillabilité et tension de surface

Cette diapositive montre trois scénarios différents dans lesquels des mesures de mouillabilité ont été effectuées pour différents types de recherches :

Image 1 montre la variation de l’angle de contact (CA) des surfaces d'alliage d'aluminium en fonction de la concentration du mélange de solutions de NaOH et de fluorosilane. Ce travail particulier, comme nous l'avons vu précédemment dans la section sur le profilomètre, montre l'évolution des propriétés superhydrophobes attribuables à la coexistence de la rugosité et de substances chimiques à faible énergie de surface (grâce au carbone fluoré). Le changement de mouillabilité de l'état hydrophile à l'état superhydrophobe est évident à partir de ces mesures.

Image 2 montre la variation de CA des surfaces d'alliage d'aluminium en fonction du temps d’exposition au plasma oxygène. Ce travail vise à modifier la surface de l'aluminium pour la rendre plus hydrophile par traitement au plasma afin d'améliorer l'adhésion des adhésifs à la surface en facilitant le mouillage de l'adhésif sur celle-ci. Le changement de leurs CA est une preuve directe de la réussite du changement d'état de la surface favorisant l'adhésion.

Image 3 montre la variation de CA et la tension des surfaces d’une céramique en fonction des méthodes de traitement de surface employées. Le CA est directement relié à l’énergie de surface – plus la mouillabilité augmente, plus l’énergie de surface est élevée et vice versa. Cette étude confirme cette tendance et démontre également la capacité de cette technique à quantifier l’énergie de surface.

# Diapositive 45

4.2 Outils/dispositifs de caractérisation de surface portatifs et conviviaux pour des applications pratiques en aluminium

Nous venons de voir qu'il existe une multitude d'outils permettant de caractériser une surface pour en extraire différents détails en termes de morphologie, de chimie, de profil et de comportement physique.

Tous ces outils vont de techniques simples à des techniques très sophistiquées et complexes, dont plusieurs prennent beaucoup de temps et sont très coûteuses. Il est donc impossible de les avoir en main sur place dans une installation industrielle pour des tests rapides de surfaces fraîchement traitées. De plus, lorsqu'une surface fraîchement traitée est laissée en attente pendant une longue période, ses caractéristiques peuvent facilement changer avec le temps, car elle accumule de la poussière et d'autres polluants provenant de l'environnement qui l'entoure. Cela signifie que les surfaces doivent être caractérisées immédiatement, sans délai d'attente, et qu'une entreprise ne peut même pas les expédier à une autre installation pour les caractériser ultérieurement.

Il est donc nécessaire d'utiliser des méthodes simples et faciles à utiliser, qui sont maniables et portables et peuvent être utilisées en permanence dans une installation industrielle pour une analyse rapide afin de garantir la qualité des surfaces fraîchement préparées avant leur application finale. Cela peut contribuer à éliminer ou à réduire les déchets dus à l'utilisation de surfaces inadéquatement traitées dans les produits finaux.

Les diapositives suivantes montrent certains de ces équipements disponibles sur le marché et qui sont bien adéquats.

# Diapositive 46

Microscope numérique portatif

Source lumineuse : LED

Grossissement : 1000x

L'objectif : Achromatique

Utilisé avec téléphone cellulaire (Apple, androïde), ordinateur portable, ordinateur de bureau

Emportez-le partout avec vous !

Pour une analyse rapide des changements de texture, ces microscopes numériques fonctionnent très bien et sont faciles à manipuler et à transporter partout, car ils prennent très peu de place, sont légers et peu coûteux.

# Diapositive 47

Profilomètre optique de surface portable

Poids inférieur à 5,5 kg

Surface d'échantillon aussi grande que 25 mm x 25 mm

Peut mesurer à des angles complexes

Peut également être intégré à des bras de robot ou à d'autres équipements

Voici un exemple de profilomètre portable. Les options basées sur le type de mesures requises peuvent être personnalisées. Le coût peut donc varier en conséquence et peut être plus élevé si l'on choisit plus d'options complexes.

# Diapositive 48

Goniomètre d'angle de contact portable

Angle de contacte (°): 0-180

Résolution (°): ± 0.1

Résolution caméra (pixels): 752 x 476

Capacité de stockage : 200 mesures

Dimensions (mm): 119 (W) x 125 (L) x 152 (H)

Poids (kg): 1.3

Ces équipements d'angle de contact portables sont équivalents à leurs versions de banc dans leurs résolutions et leurs options. Les industries qui s'occupent de collage, de peinture, de finition, etc., peuvent grandement bénéficier de ces versions portables qui sont faites pour être extrêmement conviviales.

Principe de fonctionnement :

• La gouttelette de liquide est déposée via une seringue distributrice.

• Après le dépôt, une photo de la goutte est prise

• La forme de la gouttelette est analysée et les angles de contact formés entre le liquide et le solide sont calculés à l'aide de l'équation d'Young-Laplace.

• L'angle de contact droit, l'angle de contact gauche et l'angle de contact moyen sont affichés à l'écran.

• Les données sont enregistrées dans l'instrument

# Diapositive 49

Spectromètre infrarouge portable

6,5 livres en poids

Longueurs d'onde de 450 à 4500 cm-1

Résolution 4 cm-1

Accessoires multiples pour différents types de surface

Matériaux :

Surfaces métalliques avec ou sans revêtements/films

Poudres et granulés

Polymères et composites

Ces spectromètres IR portables peuvent être utilisés sur n'importe quelle surface de n'importe quelle forme et à n'importe quel endroit, par exemple sur des murs, des toits, des sols, des tubes, etc. Ils sont équipés d'une bibliothèque de spectres intégrée avec laquelle un spectre peut être comparé, et les pics peuvent être identifiés et garantis grâce à la signature des vibrations des molécules qui restent les mêmes pour les mêmes molécules. Il est facile à utiliser et à examiner pour s'assurer rapidement des propriétés chimiques d'une surface.