

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE MINISTERE DE
L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

UNIVERSITE MOUHMED BOUDIAF-M'SILA

FACULTE DE TECHNOLOGIE

FILIERE : ELECTRONIQUE

DEPARTEMENT ELECTRONIQUE

OPTION: INSTRUMENTATION

N° Ordre : 2021/ INST /01



**Mémoire présenté pour l'obtention
Du diplôme de Master Académique**

Présenté par :

**KHIR Aziz
CHAIMA Sofiane**

Thème

**Conception et réalisation d'un system de
mesure de l'angle de contact piloté par PC**

Membres de jury :

Mr. Ahmed KAHLOUCH

Université de M'sila

Président

Mr. Noubel GUERMAT

Université de M'sila

Promoteur

Mr. Faycal SAADAKHELKHAL

Université de M'sila

Examineur

Année Universitaire : 2020/2021

Remerciements

*Tout d'abord, nous remercions **le bon Dieu** le tout Puissant de nous a donné la force et le courage de mener à bien ce modeste travail et qui nous a permis de vivre ce bonheur.*

*Nous tenons à remercier notre encadreur Monsieur **Dr . Noubil Guermat** , pour le suivi de notre travail et pour l'encouragement constant qu'il n'a cessé de prodiguer tout au long de la durée de cette travaille.*

*Ensuite nos remerciements s'adressent aux membres du jury Mr. **Ahmed KAHLOUCH** et Mr. **Faycal SAADAKHELKHAL** qui nous a faits l'honneur de participer à notre soutenance, qui a bien voulu examiner et valoriser notre travaille.*

Egalement nos remerciements les plus vifs reviennent aux enseignants du département d'électronique et étudiants de la classe Instrumentation sans exception pour leurs collaborations et la communication durant cette année.

Nous tenons à présenter nos vifs remerciements à nos familles et nos proches pour leur soutien et leurs encouragements.

Enfin un grand merci pour tous ceux qui ont collaboré de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail.

❖ **KHIR AZIZ**
❖ **Chaima Sofiane**

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

à mon père. Aucun honneur ne peut être à la hauteur de l'amour

Ne cessez jamais de me faire plaisir, je leur en serai éternellement reconnaissant. Que Dieu leur accorde bien-être et longue vie.

ma mère ouanissa, qui m'entourait d'amour et d'affection, et qui fait tout pour réussir, que Dieu la protège ;

Mon père Aissa , qui m'a aidé à devenir ce que je suis aujourd'hui, que Dieu le protège et le préserve.

A mon grand-père saleh et ma grand-mère Fatima, que Dieu les protège, qui sont fiers de moi et tiennent à mon bonheur

Mon frère Lazhar et Ma chère soeur Asmaa et son cher mari Malek , tous les membres de ma famille qui m'ont toujours aidé et encouragé, et qui ont toujours été à mes côtés,

Mes chers amis : AbdelNour Bin Halima, Cheikh Badr El Din, Yassin Kouidri et Baraka Abdelwahab pour leur soutien et leurs conseils qui m'ont été très utiles tout au long de mon travail.

À mon ami Sufiane chaima, avec qui j'ai étudié et travaillé avec cet humble travail à l'université, et nous avons coopéré pour développer notre travail jusqu'à la fin.

Chers cousins Harun Yassin et Issam, et cousins qui m'ont soutenu et encouragé malgré leur absence.

Et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à rendre ce projet possible,

je dis merci

❖ **KHIR AZIZ**



Dédicace

Je dédie ce modeste travail à :

à mon père. Aucun honneur ne peut être à la hauteur de l'amour

Ne cessez jamais de me faire plaisir, je leur en serai éternellement reconnaissant. Que Dieu leur accorde bien-être et longue vie.

ma mère, qui m'entourait d'amour et d'affection, et qui fait tout pour réussir, que Dieu la protège ;

Mon père, qui m'a aidé à devenir ce que je suis aujourd'hui, que Dieu le protège et le préserve.

Mon frères , tous les membres de ma famille qui m'ont toujours aidé et encouragé, et qui ont toujours été à mes côtés,

Mes chers amis pour leur soutien et leurs conseils qui m'ont été très utiles tout au long de mon travail.

À mon ami khir aziz , avec qui j'ai étudié et travaillé avec cet humble travail à l'université, et nous avons coopéré pour développer notre travail jusqu'à la fin.

Et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à rendre ce projet possible, je dis merci

*

❖ **CHAIMA SOFIANE**

Sommaire

<i>Remerciements</i>	I
Dédicaces	II
Sommaire	IV
Liste des Figures.....	VI
Liste des tableaux	IX
Résumé :	1
Introduction générale :	3
CHAPITRE I : Etude bibliographique sur l'angle de contact et leurs applications	5
I.2. Tension de surface des liquides.....	6
I.2.1. Ascension capillaire.....	7
I.2.2. Lamme de wilhelmy	8
I.3. Energie de surface et angle de contact	9
I.3.1. Définition d'une surface	9
I.3.2. L'angle de contact.....	10
I.3.2.1. Travail d'adhésion et de cohésion.....	12
I.3.2.1.a- Travail d'adhésion.....	12
I.3.2.1.b- Travail de cohésion	15
I.4. hydrophobe et hydrophilique	18
I.4.1. Hydrophilique	18
I.4.2. Hydrophobe	20
I.4.3. Superhydrophobe	22
I.5. Conclusion.....	23
Bibliographies	24
CHAPITRE II : Dispositif expérimental de mesure de l'angle de contact	26
II.1. Introduction.....	27
II.2. Présentation du schéma synoptique	27
II.3. Principe de fonctionnement de chaque bloc	28
II.3.1. Alimentation de 12 Volts	28
II.3.2. Moteur pas à pas.....	29
II.3.2.a- Moteurs NEMA 17	30
II.3.3. Interfaçage du moteur pas à pas NEMA17 avec Arduino à l'aide du pilote A4988	31
II.3.3.1. Broches d'alimentation	32
II.3.3.2. Broches de sélection de micro pas.....	32

II.3.3.3. Broches d'entrée de contrôle	32
II.3.3.4. Broche de contrôle des états d'alimentation	32
II.3.3.5. Broches de sortie	33
II.3.4. Carte Arduino	35
II.3.4.a. Introduction :.....	35
II.3.4.b. Définition du module Arduino	35
II.3.4.c. Les gammes de la carte Arduino.....	35
II.3.4.d. Présentation de la carte Arduino mega 2560	37
II.3.4.e. Description générale de la carte Arduino Mega 2560	38
1. Les microcontrôleurs	38
2. Les sources d'alimentation de la carte	40
3. Entrées et sorties numériques	41
II.3.4.f. La partie logicielle.....	42
II.3.5. Seringue.....	44
II.3.6. Digital microscope	45
II.4. Labview.....	46
II.5 Dispositif de mesure de l'angle de contact	47
II.6 Conclusion	48
Chapitre III : Résultats et discussions	50
III.1. Introduction	51
III.2. L'oxyde de l'étain (SnO ₂).....	51
III.2.1. Définition	51
III.2.2. Applications des couches minces d'oxyde d'étain	51
a) Capteurs à gaz.....	51
b) Cellules solaires photovoltaïques	53
c) Piles au lithium	53
d) Autres applications	55
III.3. Effet de différents substrats	55
III.3.1. Série 1 : Variation de l'angle de contact en fonction de concentration de Ni.....	55
III.3.2. Série 2 : Variation de l'angle de contact en fonction de concentration de Zn	57
III.3.3. Série 3 : Variation de l'angle de contact en fonction de concentration de F	60
III.4. Conclusion	62
Conclusion générale	63

Bibliographies	64
----------------------	----

Liste des Figures

CHAPITRE I: Etude bibliographique sur l'angle de contact et leurs applications

Figure I.1 : Représentation schématique de la tension de surface d'un liquide.....	6
Figure I.2 : Lame mince d'eau savonneuse sur un cadre.....	7
Figure I.3 : Principe de l'ascension capillaire (liquide mouillant).....	8
Figure I.4 : Mesure de la tension de surface par la méthode de la lame de Wilhelmy.....	9
Figure I.5 : Schéma des forces superficielles présentes à l'interface solide-liquide.....	11
Figure I.6 : Exemples de divers angles de contact possibles (a) : surface complètement hydrophile, (b) : surface complètement hydrophobe, (c) : surface hydrophile, (d) : surface hydrophobe	11
Figure I.7 : Travail d'adhésion.....	12
Figure I.8 : Concept illustrant le travail d'adhésion entre un liquide et un solide.....	13
Figure I.9 : Travail de cohésion.....	15
Figure I.10: Peinture aérosol	19
Figure I.11: Pelliculage	19
Figure I.12: Bio-médical	20
Figure I.13: revêtements hydrophobes dans les automobiles	21
Figure I.14: A gauche, une surface métallique complètement lisse: elle est givrée. A droite, la même surface avec un motif microscopique: elle ne gèle pas.....	21
Figure I.15: un antigivrage revêtement sur la surface de l'avion.....	22
Figure I.16: À droite se trouve le chat classique et à gauche se trouve la pièce autonettoyante.....	22

CHAPITRE II : Dispositif expérimental de mesure de l'angle de contact

Figure II.1 : Schéma synoptique de dispositif de mesure de l'angle de contact.....	27
--	----

Figure II.2 : Image de l'interfaçage du moteur pas à pas NEMA17 avec Arduino à l'aide du pilote A4988.....	28
Figure II.3 : Schéma de l'alimentation 12 Volts DC.....	28
Figure II.4 : Moteur pas à pas de type NEMA 17.....	29
Figure II.5 : Principe de commande en position d'un moteur à courant continu.....	30
Figure II.6 : A4988 Module.	31
Figure II.7 : Brochages de A4988.....	32
Figure II.8 : Dissipateur de chaleur A4988.	33
Figure II.9 : Connexion de la carte Arduino avec un moteur pas à pas NEMA 17 a l'aide de A4988.	34
Figure II.10 : Assemblage des cartes.....	34
Figure II.11 : Arduino mega 2560.	37
Figure II.12 : Un microcontrôleur	39
Figure II.13 : Unité centrale (CPU).	40
Figure II.14 : Interface de programmation Arduino IDE	43
Figure II.15 : Micropipette plus autoclavable pipettor.....	44
Figure II.16 : Image de digital microscope.	45
Figure II.17 : Digital microscope.	45
Figure II.18 : Exemple de mesure d'un angle de contact à base de logicielle MB-Ruler	46
Figure II.19 : Diagramme final	46
Figure II.20 : Face avant finale.....	47
Figure II.21: Dispositif de mesure de l'angle de contact.....	47
Chapitre III : Résultats et discussions	
Figure III.1 : Exemple d'un capteur de gaz à base de SnO ₂	52
Figure III.2 : Schéma de principe d'un capteur SnO ₂ utilisé pour la détection de gaz Combustibles.....	52

Figure III.3 : Exemple d'une cellule solaire à base de SnO.....	53
Figure III.4 : Exemple d'une Piles au lithium.....	54
Figure III.5: Image de l'angle de contact pour une couche mince de SnO ₂ en fonction de Nickel.	55
Figure III.6 : Variation de l'angle de contact pour une couche mince de SnO ₂ en fonction de Nickel.	56
Figure III.7 : Image de l'angle de contact pour une couche mince de SnO ₂ en fonction de Zinc.	57-58
Figure III.8 : Variation de l'angle de contact pour une couche mince de SnO ₂ en fonction de Zinc.....	58
Figure III.9 : Image de l'angle de contact et des gouttes d'eau déposés sur des couches minces de SnO ₂ dopées Fluor.....	60
Figure III.10 : Evolution de l'angle de contact pour une couche mince de SnO ₂ en fonction de Fluor.....	61

Liste des tableaux

Tableau I .1 : Tensions superficielles des liquides	14
Tableau II.1 : Les caractéristiques de la carte Arduino Méga	37-38.
Tableau II.2 : les caractéristiques principales de microcontrôleur ATmega2560	40
Tableau III.1 : Variation du travail d'adhésion en fonction de différents substrats.....	.57
Tableau III.2 : Variation du travail d'adhésion en fonction de différents substrats.	59
Tableau III.3 : Variation du travail d'adhésion en fonction de différents substrats.	62

Résumé :

Au cours de ces dernières années, de nouvelles recherches ont été développées concernant l'utilisation de l'angle de contact dans plusieurs domaines tels que les peintures, vernis et liquides de refroidissement qui doivent mouiller les matériaux le mieux possible.

De plus, l'angle de contact est aussi utilisé dans la recherche pour montrer le caractère hydrophile ou hydrophobe pour les applications dans les capteurs de gaz ou les cellules solaires en couche minces respectivement. Ces applications impliquent l'importance de connaître la valeur de l'angle de contact avec une grande précision.

Le but de notre travail est la réalisation un dispositif de mesure de l'angle de contact piloté par PC. Ce dispositif est utilisé sur différents substrats verre/SnO₂ en fonction de dopage (Ni, Zn et F) pour caractériser la morphologiques de ces films. Les résultats confirment le caractère hydrophile pour tous les substrats utilisés dans cette étude. De plus, le substrat de verre/SnO₂ en fonction de F montre une grande influence de l'angle de contact par rapport aux autres substrats.

Mots clés : Angle de contact , Arduino , Labview , SnO₂, Ni, Zn, F.

Abstract :

In recent years, new research has been developed regarding the use of contact angle in several areas such as paints, varnishes and coolants which should wet materials as best as possible.

In addition, the contact angle is also used in research to show the hydrophilic or hydrophobic character for applications in gas sensors or thin film solar cells respectively. These applications imply the importance of knowing the value of the contact angle with great precision.

The goal of our work is the realization of a PC-controlled contact angle measuring device. This device is used on different glass / SnO₂ substrates according to doping (Ni, Zn and F) to characterize the morphology of these films. The results confirm the hydrophilic character for all the substrates used in this study. In addition, the glass / SnO₂ substrate as a function of F shows a great influence of the contact angle compared to other substrates.

Keywords: Contact angle, Arduino, Labview, SnO2, Ni, Zn, F.

ملخص:

في السنوات الأخيرة ، تم تطوير بحث جديد فيما يتعلق باستخدام زاوية التلامس في العديد من المجالات مثل الدهانات والورنيش والمبردات التي يجب أن تكون مبللة بالمواد على أفضل وجه ممكن.

بالإضافة إلى ذلك ، تُستخدم زاوية التلامس أيضاً في البحث لإظهار الطابع المحب للماء أو الكارهة للماء للتطبيقات في مستشعرات الغاز أو الخلايا الشمسية ذات الأغشية الرقيقة على التوالي. تشير هذه التطبيقات إلى أهمية معرفة قيمة زاوية الاتصال بدقة كبيرة.

الهدف من عملنا هو تحقيق جهاز قياس زاوية الاتصال المتحكم فيه بواسطة الكمبيوتر. يستخدم هذا الجهاز على ركائز زجاجية/SnO2 مختلفة حسب المنشطات (F و Zn و Ni) لتوصيف شكل هذه الأفلام.

تؤكد النتائج الطابع المحب للماء لجميع الركائز المستخدمة في هذه الدراسة. بالإضافة إلى ذلك ، تُظهر الركيزة الزجاجية SnO2/ كدالة F تأثيراً كبيراً لزاوية التلامس مقارنةً بالركائز الأخرى.

الكلمات الرئيسية: زاوية الاتصال، F، Zn، Ni، SnO2، Labview، Arduino.

Introduction générale :

A la frontière – interface – entre science des matériaux et ingénierie, les techniques et les matériaux de réparation doivent être sélectionnés de façon à assurer la restauration ou le renforcement d'une structure endommagée. La qualité de l'interface est le premier paramètre qui va influencer la qualité de la réparation. Définir la qualité est évidemment difficile mais, au niveau de l'interface, ce terme peut reprendre l'ensemble des facteurs qui vont promouvoir la création et la stabilité du contact créé entre le matériau support et le liquide. Les lois qui régissent ce nouvel équilibre sont basées sur le second principe de la thermodynamique et « traduites » physiquement en termes de tensions superficielles et interfaciales (énergies de surface).

Pour cela, l'angle de contact est une mesure de la capacité d'un liquide à mouiller la surface d'un solide. La forme que prend une goutte sur une surface dépend de la tension superficielle du fluide et de la nature de la surface. À la frontière entre les gouttelettes et l'environnement gazeux, la tension superficielle provoque un contour courbe. Au bord de la goutte, là où le contour se confond avec la surface d'appui, l'angle de contact entre l'interface liquide / solide et la tangente à l'interface liquide / gazeux se forme. Si le liquide s'écoule uniformément sur la surface solide, il y a mouillage complet avec un angle de contact de 0° . Si l'angle est compris entre 0° et 90° , la surface est mouillable. La surface est dite hydrophile. Un angle entre 90° et 180° signifie que la surface n'est pas mouillable, il est hydrophobe. Si l'angle s'approche clairement de la valeur de 180° , il s'agit d'une surface ultrahydrophobe qui est complètement imperméable aux liquides. Cette propriété est décrite comme un effet lotus. La connaissance de l'angle de contact est la base pour évaluer l'adéquation des peintures, vernis et liquides de refroidissement qui doivent mouiller les matériaux le mieux possible. Pour le raffinement de certains textiles et les façades de bâtiments hydrofuges, au contraire, il convient d'obtenir un mouillage aussi faible que possible. La mouillabilité peut être influencée par un traitement de surface approprié. La mesure de l'angle de contact permet le développement planifié de méthodes optimales dans ce domaine.

Dans ce contexte, l'objectif de ce travail est de réaliser un système de mesure de l'angle de contact commandé par PC.

Ce mémoire a été structuré en trois chapitres principaux.

Dans le premier chapitre, nous donnerons quelques généralités sur l'angle de contact. Ensuite, on présentera les équations et les modèles fondamentales utilisés pour calculer l'angle de contact.

Le chapitre deux est consacré à la présentation des différentes étapes que nous avons suivies pour réaliser notre dispositif de mesure, ainsi que le programme de commande et de calcul basé sur Labview.

Le troisième chapitre a été consacré à la représentation de nos résultats expérimentaux obtenus de l'angle de contact ainsi que le travail d'adhésion pour différents substrats verre/oxyde d'étain/%dopages en fonction des dopages Nickel, Zinc et Fluor.

Nous terminerons notre mémoire par une conclusion générale sur les principaux résultats obtenus dans le cadre de cette étude et quelques perspectives.

CHAPITRE I :

Etude

bibliographique sur l'angle de contact et leurs applications

I.1. Introduction

Les propriétés physico-chimiques de surface, les interactions entre surfaces de nature physiques ou chimiques différentes sont essentielles dans de nombreuses applications industrielles, telles que l'adhésion, l'enrobage, l'imprimerie... Elles ont des influences sur la vie quotidienne, particulièrement en biologie et en chimie et donc en pharmaceutique et agroalimentaire. La plupart des procédés comme la floculation, la filtration et bien sur la dispersion dépendent des interactions solides / liquides. Ces interactions sont principalement contrôlées par les tensions interraciales entre les deux phases. Ces phases vont dicter le type d'interaction. La caractérisation des propriétés de surface et surtout des composantes de l'énergie de surface du solide est reconnue comme étant la clef de la compréhension des mécanismes de phénomènes interraciaux.

L'objectif de cette partie est de définir, dans un premier temps, la surface d'un matériau, l'énergie de surface, le travail d'adhésion et de cohésion ainsi que l'interaction solide / liquide plus communément appelée mouillabilité. Ensuite, nous terminerons ce chapitre par la définition du caractère hydrophobe, hydrophile et supraphophile ainsi que leurs applications

I.2. Tension de surface des liquides

Une des propriétés fondamentales des liquides est leur tendance spontanée à se contracter pour présenter la surface la plus petite possible. Ils atteignent ainsi un état d'énergie libre minimale. Au sein d'un liquide, une molécule est entourée d'autres molécules de liquide tandis qu'à la surface du liquide (interface liquide / vapeur), elle est en contact avec l'air et donc avec une quantité moindre de molécules de liquide. Une molécule en surface présente donc une énergie potentielle plus faible qu'une molécule au sein d'un liquide, comme cela est schématisé sur la figure I.1.

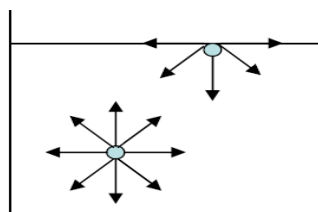


Figure I.1 : Représentation schématisée de la tension de surface d'un liquide.

Pour amener une molécule en surface, il faut fournir un travail pour séparer les molécules qui sont liées les unes aux autres par des forces de cohésion. La grandeur utilisée pour caractériser ce travail est la tension de surface. Elle est notée γ_{LV} et s'exprime en $N.m^{-1}$ ou $J.m^{-2}$.

La tension de surface d'un liquide peut être facilement mise en évidence de la façon suivante :

- Soit une lame mince d'eau savonneuse fixée sur un cadre rigide, dont un côté est mobile.

La figure I.2 montre une expérience met en évidence une force (f) de tension parallèlement à la surface et résistant à l'allongement (dx).

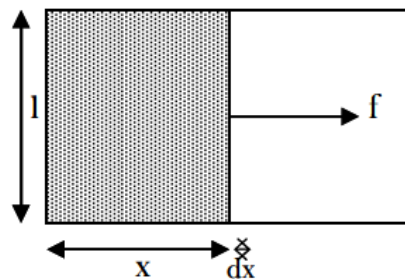


Figure I.2 : *Lame mince d'eau savonneuse sur un cadre.*

Le travail (dW) à fournir pour déplacer le côté mobile d'une distance (dx) est :

$$dW = 2 \gamma_{LV} * l * dx \dots\dots\dots (I.2)$$

Deux techniques sont utilisées pour déterminer la tension de surface d'un liquide, l'ascension capillaire et la lame de Wilhelmy.

I.2.1. Ascension capillaire

On place un capillaire de rayon r connu dans un liquide de masse volumique (ρ) connue. Sous l'effet de la pression atmosphérique, le liquide présente un ménisque concave (monte dans le tube) s'il est mouillant (angle de contact $\theta < 90^\circ$) (voir la figure I.3) ou convexe (dépression capillaire) s'il est non mouillant ($\theta > 90^\circ$).

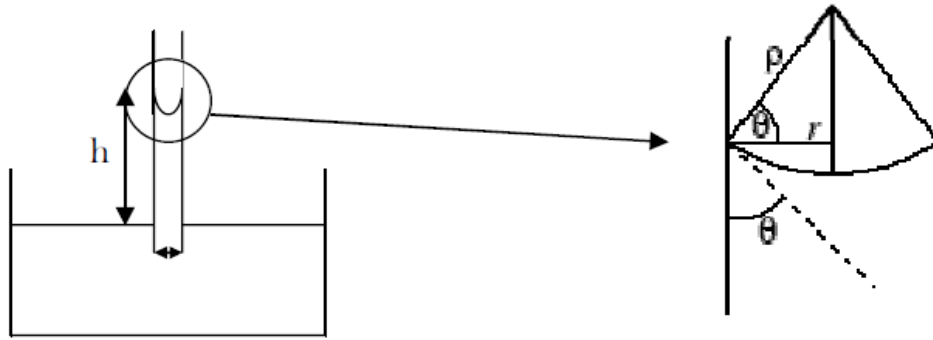


Figure I.3 : Principe de l' ascension capillaire (liquide mouillant).

Il existe un équilibre entre la pression hydrostatique de la colonne de liquide ρ_{gh} et la pression capillaire $((2*\gamma_{LV}*\cos\theta)/r)$, tel que $\rho_{gh} = ((2*\gamma_{LV}*\cos\theta)/r)$.

On en déduit que la tension superficielle du liquide est :

$$\gamma_{LV} = (\rho_{gh}*r)/(2* \cos\theta) \dots\dots\dots (I.3)$$

Avec:

r : rayon du capillaire.

ρ : masse volumique du liquide.

g : accélération gravitationnelle.

h : hauteur de liquide dans le capillaire.

θ : angle de contact.

Cette loi est connue sous le nom de loi de Jurin et cette méthode est intéressante dans le cas ou $\theta=0$, car elle permet de se dispenser de la mesure de θ et d' éliminer ainsi une source importante d' erreur.

I.2.2. lame de wilhelmy

L' expérience de la lame de Wilhelmy (voir la figure I.4) consiste à déterminer la force nécessaire pour détacher un solide de la surface d' un liquide. Une lame de platine est suspendue au bras d' une balance et plongée dans le liquide. Le récipient contenant le liquide est abaissé et la force de traction est enregistrée jusqu' à l' arrachement. Quand le point de rupture du ménisque approche, la force de traction passe par un maximum.

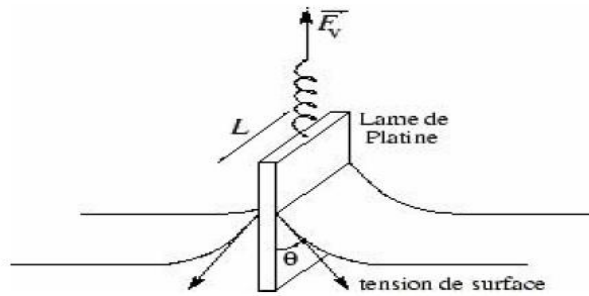


Figure I.4 : *Mesure de la tension de surface par la méthode de la lame de Wilhelmy.*

γ_{LV} est telle que :

$$F_v = P' - P = S\gamma_{LV}\cos\theta \dots\dots\dots (I.4)$$

Avec :

S : le périmètre du solide.

P : le poids mesuré en l'absence de liquide.

P' : le poids au maximum de la courbe de traction.

D' autres propriétés des liquides sont importantes à prendre en compte telles que la viscosité, la densité et la température... De plus, les propriétés de surface des liquides nous renvoient à des représentations immédiates comme une bulle d' eau savonneuse, une goutte de mercure ... Par contre, pour les solides, il est assez difficile d' imaginer ces phénomènes.

I.3. Energie de surface et angle de contact

I.3.1. Définition d'une surface

La structure d'une surface peut différer considérablement de la structure du volume. La surface est la frontière physique entre une phase liquide ou solide et une phase gazeuse ou un vide. On peut donc la définir comme étant la dernière couche atomique incluant éventuellement des atomes étrangers absorbés. L'épaisseur d'une surface est de quelques distances atomique (quelques nm jusqu'à μm). Elle est caractérisée de la même manière qu'une molécule ou un solide : on doit connaître l'identité chimique des atomes, leurs états vibratoires et la distribution spatiale et énergétiques des électrons. Les propriétés électriques des surfaces d'un matériau dépendent de l'arrangement atomique/moléculaire et de la composition chimique du film. La surface du solide peut avoir des propriétés électriques différentes de celle du volume du matériau à cause de la présence de liaisons pendantes, de

l'adsorption d'atomes étrangers (des atomes étrangers peuvent se physisorber ou se chimisorber en surface, en des endroits précis (sites)) dont les plus courants sont les atomes d'oxygène qui entraînent une oxydation de la surface ou d'autres réactions chimiques en surfaces [1].

I.3.2. L'angle de contact

L'angle de contact est une mesure de la capacité d'un liquide à se répandre sur une surface. La méthode consiste à mesurer l'angle entre le contour tangent d'une goutte déposée sur un solide et la surface de ce solide. L'angle de contact est lié à l'énergie de surface et on peut donc calculer l'énergie de surface et faire la distinction entre les interactions polaires et apolaires [2].

L'angle de contact est une méthode de mesure facile pour déterminer la mouillabilité d'un substrat solide par un liquide. Lors du dépôt d'une gouttelette sur un substrat solide, le liquide formera une forme de goutte. Le point, où le solide, le liquide et la vapeur se rencontrent, s'appelle le point à trois faces et détermine l'angle de contact. L'angle de contact est également un indicateur de la mouillabilité, qui dépend de la combinaison du substrat solide et du liquide, ainsi que de l'environnement.

En général, la règle suivante s'applique:

- ✚ Plus l'angle de contact est grand, plus la mouillabilité est mauvaise.
- ✚ Plus l'angle de contact est faible, meilleure est la mouillabilité.

a. Principe

La caractérisation de la mouillabilité par la mesure de l'angle de contact est le diagnostic le plus facile à mettre en œuvre pour obtenir des informations sur les transformations physiques et chimiques des premières couches atomiques de la surface, c-à-d sur des épaisseurs de quelques nanomètres (nm). L'angle de contact entre le liquide et le solide est par définition, l'angle formé par la tangente à l'extrémité de la goutte d'un liquide avec la surface plane du solide sur laquelle elle a été déposée (voir la figure I.5). Une mesure de l'angle de contact permet de déterminer la tension inter faciale solide-liquide appelée énergie de surface. A l'équilibre thermodynamique, l'angle de contact pour un liquide test peut être relié à l'énergie libre de surface (γ_s) par l'équation de Young Dupré (valable dans le cas d'un solide homogène, indéformable, plan et horizontale) donnée par [3] :

$$\gamma_l \cos \theta = \gamma_s - \gamma_{ls} - \pi_e \dots \dots \dots (I.5)$$

Avec :

γ_l ; énergie libre de surface du liquide [N. m^{-1}].

θ : angle de contact [rad].

γ_{ls} : énergie inter faciale entre le liquide et le solide [N. m^{-1}].

π_e : pression d'étalement du liquide [Pa].

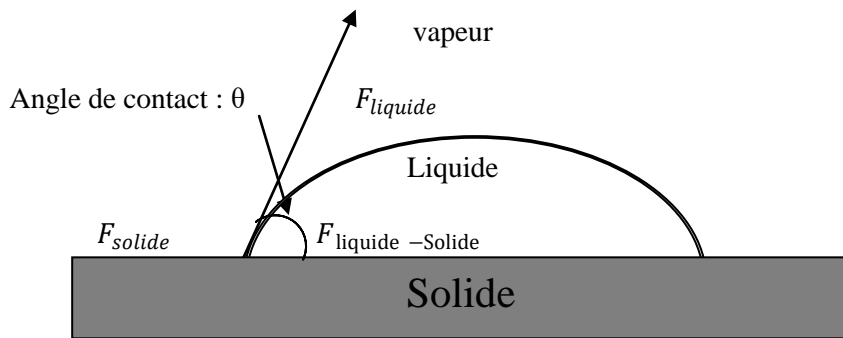


Figure I.5 : Schéma des forces superficielles présentes à l'interface solide-liquide.

A partir de l'équation I.5, il est possible de déterminer le degré de mouillabilité d'une surface. L'angle de contact, mesuré expérimentalement, décrit le caractère mouillant (hydrophile) pour $\theta < 90^\circ$ et non-mouillant (hydrophobe) pour $\theta > 90^\circ$ du système solide liquide [3,1].

La figure I.6 montre des exemples de divers angles de contact possibles.

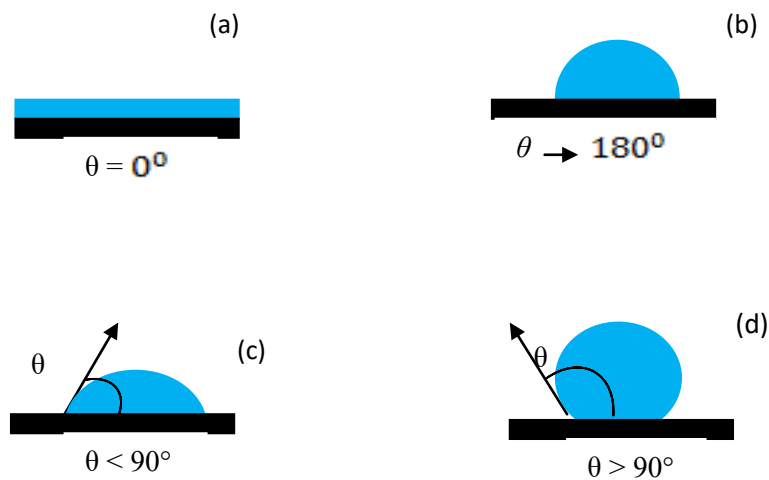


Figure I.6 : Exemples de divers angles de contact possibles

(a) : surface complètement hydrophile, (b) : surface complètement hydrophobe,
 (c) : surface hydrophile, (d) : surface hydrophobe

I.3.2.1. Travail d'adhésion et de cohésion

I.3.2.1.a- Travail d'adhésion

Soient deux phases 1 et 2, et leur interface notée 12, on s'intéresse à l'opération de séparation de 1 et 2 telle qu'elle est illustrée dans la figure suivante :

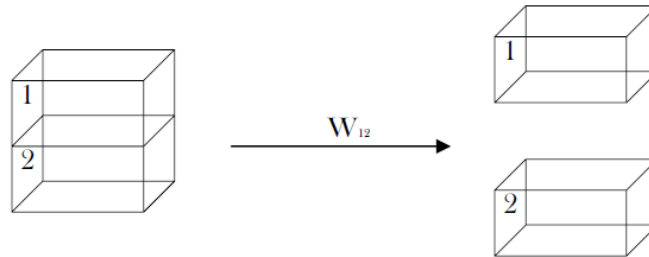


Figure I.7 : Travail d'adhésion.

Le travail de séparation de ces deux phases est exprimé par la relation :

$$W_{12} = - (\Delta G_s/A) \dots\dots\dots(I.6)$$

W_{12} est le travail d'adhésion défini comme la différence d'enthalpie libre par unité de surface. On le décrit aussi comme la différence énergétique entre l'état initial et l'état final de la séparation.

$$W_{12} = \gamma_{\text{initial}} - \gamma_{\text{final}} = \gamma_{12} - \gamma_1 - \gamma_2 \dots\dots\dots(I.7)$$

Dans notre cas pour le travail entre un solide et un liquide est défini par la création d'une unité d'interface solide-liquide provoque la disparition d'une unité d'interface solide-vapeur et d'une unité d'interface liquide-vapeur lorsque les phases sont en équilibre.

Le travail d'adhésion, ou l'énergie d'adhésion de Dupré, entre un liquide et un solide (W_{sl}) est défini par :

$$W_{sl} = \gamma_s + \gamma_l - \gamma_{sl} \dots\dots\dots(I.8)$$

Cette énergie représente en fait la différence entre la somme des énergies superficielles des deux constituants et l'énergie inter faciale [4].

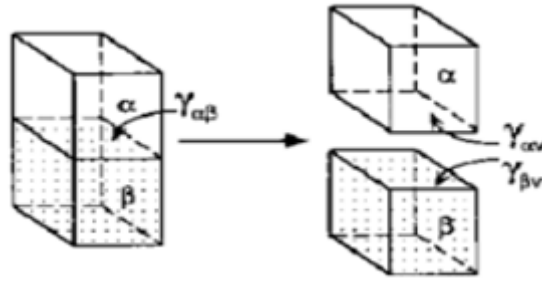


Figure I.8 : Concept illustrant le travail d'adhésion entre un liquide et un solide.

D'une façon générale, comme le montre la figure I.8, le travail d'adhésion entre deux phases distinctes α et β en contact est égal au travail nécessaire pour les séparer sur une surface de 1 cm^2 .

$$W_{\text{adhésion } \alpha\beta} = \gamma_{\alpha v} + \gamma_{\beta v} - \gamma_{\alpha\beta} \dots\dots\dots(\text{I.9})$$

Les indices $\alpha\beta$, αv et βv correspondent respectivement aux interfaces liquide/solide, liquide/vapeur et solide/vapeur.

En utilisant l'équation de Young (équation I.5), le travail d'adhésion (W_{sl}) peut s'exprimer de la manière suivante :

$$W_{sl} = \gamma_l (1 + \cos\theta) \dots\dots\dots(\text{I.10})$$

Cette expression donne donc une relation directe entre l'angle de contact et l'énergie d'adhésion. Une mouillabilité totale correspond au maximum du travail d'adhésion.

a- Détermination de l'énergie de surface et de ses composantes pour une surface solide

Selon la théorie de Owens et Wendt [5], l'énergie libre de surface (γ_s) est la somme des interactions de types polaires (γ_s^p) et apolaires ou dispersives (γ_s^d) [4,6] :

$$\gamma_s = \gamma_s^p + \gamma_s^d \dots\dots\dots(\text{I.11})$$

La composante apolaire ou dispersive de l'énergie de surface a pour origine les forces dispersives liées à l'oscillation des dipôles instantanés [7,8].

La composante polaire inclut les forces d'orientation et d'induction des dipôles [7,8].

L'énergie inter faciale (γ_{ls}) entre le solide et le liquide test peut être obtenue par la méthode de la moyenne géométrique (γ_{ls} peut s'exprimer en fonction des énergies du liquide et du solide et de leurs composantes polaires et dispersives) [6] :

$$\gamma_{ls} = \gamma_s + \gamma_l - 2(\gamma_s^d \gamma_l^d)^{1/2} - 2(\gamma_s^p \gamma_l^p)^{1/2} \dots\dots\dots (I.11)$$

Où γ_l^d et γ_l^p sont la composante dispersive et la composante polaire de l'énergie libre de surface du liquide test, respectivement.

En combinant les équations (I.8, I.9 et I.11) et en négligeant la pression d'étalement π_e , nous obtenons :

$$\frac{(1+\cos \theta)\gamma_l}{2} = \frac{W_a}{2} = [(\gamma_s^d \gamma_l^d)^{1/2} - (\gamma_s^p \gamma_l^p)^{1/2}] \dots\dots\dots (I.12)$$

Le modèle de Owens et Wendt, en utilisant la méthode de moyenne géométrique (appelée Kaelble), peut être résolu numériquement en mesurant les angles de contact obtenus sur un film solide (par exemple l'oxyde de Zinc (ZnO)) à l'aide de deux liquides différents (angle θ_1 et θ_2 pour le liquide 1 et 2 respectivement). On résout le système de deux équations exprimant les travaux d'adhésion des deux liquides sur la surface du film solide pour une valeur non nulle du déterminant. Suivant les travaux de Z. Ziari [9], la détermination par ce modèle de l'énergie de surface de polypropylène, montre que sa valeur et celle de ses composantes dépendent de la nature du couple du liquide utilisé qui réagit avec les groupements chimiques présents à la surface du polymère. Les valeurs des énergies de surface des liquides utilisées dans le travail de Z. Ziari sont reportées sur le tableau 1 [9].

Liquides	γ_l^d (m J.m ⁻²)	γ_l^p (m J.m ⁻²)	γ_l (m J.m ⁻²)	$(\frac{\gamma_l^p}{\gamma_l^d})^{1/2}$
Eau distillé (H ₂ O)	21.8	51	72.8	1.53
Formamide (HCONH ₂)	39.5	18.7	58.2	0.56
Diiodométhane (CH ₂ I ₂)	50.42	0.38	50.8	0.09

Tableau I .1 : Tensions superficielles des liquides [9].

Le modèle de Owens et Wendt peut également être résolu graphiquement en effectuant des changements de variable adéquats pour obtenir l'énergie de surface (γ_s). L'équation (I.12) peut s'écrire sous la forme :

$$\frac{(1+\cos \theta)yl}{2(y_l^d)^{1/2}} = (y_s^d)^{1/2} + \left(\frac{y_l^p}{y_l^d}\right) + \left(\frac{y_l^p}{y_l^d}\right)^{1/2} (y_s^p)^{1/2} \dots\dots\dots(I.13)$$

Graphiquement, nous obtenons l'équation d'une droite ayant pour expression :

$$\frac{Wa}{2(y_l^d)^{1/2}} = a \left(\frac{y_l^p}{y_l^d}\right)^{1/2} + b \dots\dots\dots (I.14)$$

Cette équation est de la forme $y = ax + b$ ou la pente a est égale à $(y_s^p)^{1/2}$ (a représenté la racine carrée de la composante polaire de l'énergie) et l'ordonnée à l'origine b s'écrit :

$$b = (y_s^d)^{1/2} \quad (b \text{ représente la racine carrée de la composante dispersive de l'énergie}).$$

Alors que $y = \frac{Wa}{2(y_l^d)^{1/2}}$ et $x = \left(\frac{y_l^p}{y_l^d}\right)^{1/2}$

I.3.2.1.b- Travail de cohésion

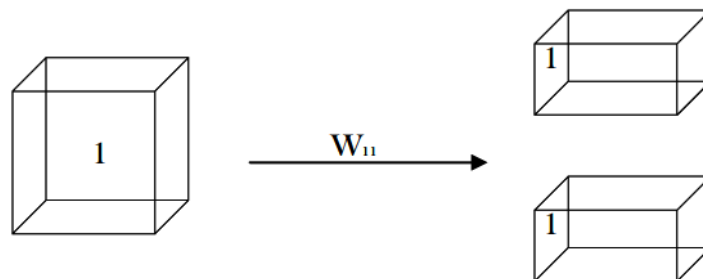


Figure I.9 : Travail de cohésion.

Si on considère une même phase 1, la création de deux interfaces de type 1 nécessite le travail $W_{11} = 2\gamma_1$ pour créer une unité de surface. W_{11} est appelé **travail de cohésion**.

Pour un solide, ce travail est égal à deux fois l' énergie de surface du solide. Ainsi on définit l' énergie de surface d' un solide comme étant la moitié du travail de cohésion.

$$\gamma_s = \frac{W_c}{2} \dots\dots\dots (I.15)$$

Cette notion d' énergie de clivage ne peut avoir de sens que pour des solides ayant une structure en feuillet. Pour les autres solides, cette notion reste purement théorique. Cette énergie dépend directement des forces intermoléculaires.

a- Les forces intermoléculaires

Quel que soit l'état de la matière, il existe des forces intermoléculaires mises en évidence par van der Waals pour expliquer les différences observées entre le comportement d'un gaz réel et la loi des gaz parfaits. Ces forces, majoritairement électrostatiques, sont de type attractif à longue distance et répulsif à courte distance.

Les forces attractives sont de 3 types :

✚ Forces de LONDON - Dispersives

Ce sont les forces existant entre 2 dipôles induits. Ces interactions dispersives proviennent du fait que dans un composant électriquement neutre, un dipôle instantané est toujours probable et peut induire la polarisation des molécules voisines.

$$V = \frac{3\alpha^2 h \nu}{(4\pi\epsilon_0)^2 k T r^6} \dots\dots\dots (I.16)$$

Avec :

V : énergie potentielle.

ϵ_0 : permittivité diélectrique ($8.854 \cdot 10^{-12} \text{ C}^2\text{J}^{-1}\text{m}^{-1}$).

k : constante de Boltzmann.

T : température absolue (K).

r : distance entre les molécules (m).

h : constante de Planck.

ν : fréquence de fluctuation (s⁻¹).

α : polarisabilité ($\text{C}^2\text{m}^2 \text{J}^{-1}$).

✚ Forces de KEESOM - Polaires

Ce sont des interactions dipôle-dipôle. Quand 2 molécules ayant des moments dipolaires permanents s'orientent d'elles-mêmes pour s'attirer l'une par rapport à l'autre, il en résulte une énergie d'interaction.

$$V = \frac{\mu_1^2 \mu_2^2}{3(4\pi\epsilon_0)^2 kTr^2} \dots\dots\dots(I.17)$$

Avec μ_1^2 et μ_2^2 les moments dipolaires (C.m).

✚ Forces de DEBYE

Ce sont des forces d' induction. En effet, quand une molécule neutre est soumise à un champ électrique (molécule avec un moment dipolaire permanent par exemple) ses charges s' orientent.

$$V = \frac{\alpha\mu^2}{(4\pi\epsilon_0)^2 r^2} \dots\dots\dots(I.18)$$

A ces 3 forces, une quatrième peut être ajoutée :

✚ Les liaisons HYDROGENES

Elles apparaissent quand un atome électronégatif A est relié a un atome d' hydrogène H par une liaison covalente et qu' un second atome électronégatif B est proche. Il se forme une liaison hydrogène : A--H···B

Les interactions de la matière étant dues à plusieurs types de forces, l' énergie de surface peut être décomposée en plusieurs termes [10].

Ainsi :

$$\gamma = \gamma^d + \gamma^p + \gamma^{ind} + \gamma^H + \gamma^{ad} + \gamma^e \dots\dots\dots(I.19)$$

γ^d : composante relative aux forces dispersives de LONDON.

γ^p : composante relative aux forces polaires de KEESOM.

γ^{ind} : composante relative aux forces DEBYE.

γ^H : composante relative aux liaisons hydrogènes.

γ^{ad} : composante relative aux interactions accepteurs donneurs d' électrons.

γ^e : composante relative aux interactions électrostatiques.

On observe, dans la littérature, une tendance à séparer les forces intermoléculaires en forces apolaires et polaires. Etant donné que $\gamma^{\text{ind.}}$ et γ^{H} peuvent être négligées devant γ^{d} et γ^{p} , on peut écrire :

$$\gamma = \gamma^{\text{d}} + \gamma^{\text{p}} \dots\dots\dots(I.20)$$

I.4. hydrophobe et hydrophilique

Les matériaux hydrophiles et hydrophobes sont définis par la géométrie de l'eau sur une surface plane - en particulier, l'angle entre le bord d'une gouttelette et la surface en dessous. C'est ce qu'on appelle l'angle de contact.

Si la gouttelette se propage, mouillant une grande surface de la surface, alors l'angle de contact est inférieur à 90 degrés et cette surface est considérée comme hydrophile ou aimant l'eau (des mots grecs pour eau, hydro et amour, philos). Mais si la gouttelette forme une sphère qui touche à peine la surface - comme des gouttes d'eau sur une plaque chauffante - l'angle de contact est supérieur à 90 degrés et la surface est hydrophobe ou craint l'eau.

Mais la terminologie ne s'arrête pas là: la plupart des recherches actuelles sur les matériaux hydrophobes et hydrophiles se concentrent sur les cas extrêmes, à savoir les matériaux superhydrophobes et superhydrophiles. Bien que les définitions de ces termes soient moins précises, les surfaces où les gouttelettes serrées forment un angle de contact de plus de 160 degrés sont considérées comme superhydrophobes. Si les gouttelettes sont étalées presque à plat, avec un angle de contact inférieur à environ 20 degrés, la surface est superhydrophile [11].

Alors qu'est-ce qui est hydrophilique et hydrophobe et Superhydrophobe ?.

I.4.1. Hydrophilique

Hydrophilicity, vient également du grec mot Hydro (eau) et Philicity (amitié) il se réfère à une propriété physique d'un matériau qui peut se lier transitoirement avec l'eau (H₂O) par le collage de l'hydrogène. En outre, il permet au liquide de pénétrer dans les pores d'un matériau et de l'humidifier totalement. Presque tous les matériaux naturels sont hydrophiles dans la nature. L'évaluation de l'hydrophilité se fait par des mesures d'angle de contact avec l'eau. Une gouttelette d'eau occuperait la surface la plus longue possible du matériau hydrophile. L'angle de contact avec l'eau sera donc considérablement bas. Ceci est

thermodynamiquement favorable, et rend ces molécules solubles non seulement dans l'eau mais aussi dans d'autres solvants polaires.

a- De quoi dépend la force des interactions hydrophiles

- L'effet inhibiteur dépendait principalement de leur concentration et d'un dans une moindre mesure sur la charge ionique et les rayons ioniques hydratés.
- Une analyse de régression pas à pas a prouvé que la force de l'interaction dépend de la polarité paramètres des acides aminés et est indépendante de leur structure chimique.

b- Applications

- Peinture aérosol



Figure I.10: Peinture aérosol [12]

- Pelliculage



Figure I.11: Pelliculage [13]

➤ Bio-médical



Figure I.12: *Bio-médical* [14]

I.4.2. Hydrophobe

L'hydrophobie vient également du mot grec Hydro (eau) et Phobicité (peur) et fait référence à la propriété physique d'une substance qui repousse une masse d'eau. Certaines des matières naturelles courantes qui repoussent l'eau sont les cires, les huiles et les graisses. L'hydrophobicité est évaluée par des mesures de l'angle de contact avec l'eau. La gouttelette d'eau est sphérique de sorte que l'eau est en contact avec elle. Au niveau moléculaire, l'effet catastrophique de l'eau est important dans la formation du repliement des protéines des bicouches lipidiques et des micelles, l'introduction de protéines membranaires dans l'environnement de lipides non polaires et interactions protéiques avec de petites molécules. Les substances dans lesquelles cet effet est observé sont appelées hydrophobes

a- De quoi dépend la force des interactions hydrophobes

Par ordre d'efficacité:

- Température
- Nombre de carbones sur les hydrophobes
- La forme des hydrophobes

b- Applications

- Un objectif principal des revêtements hydrophobes tels que le polytétrafluoroéthylène (PTFE) ou le polyxylylène doit agir comme une barrière contre l'eau couramment observée dans les automobiles.



Figure I.13: revêtements hydrophobes dans les automobiles[15]

- Utilisé dans la fabrication sur nano tige métallique pour éviter le givrage.

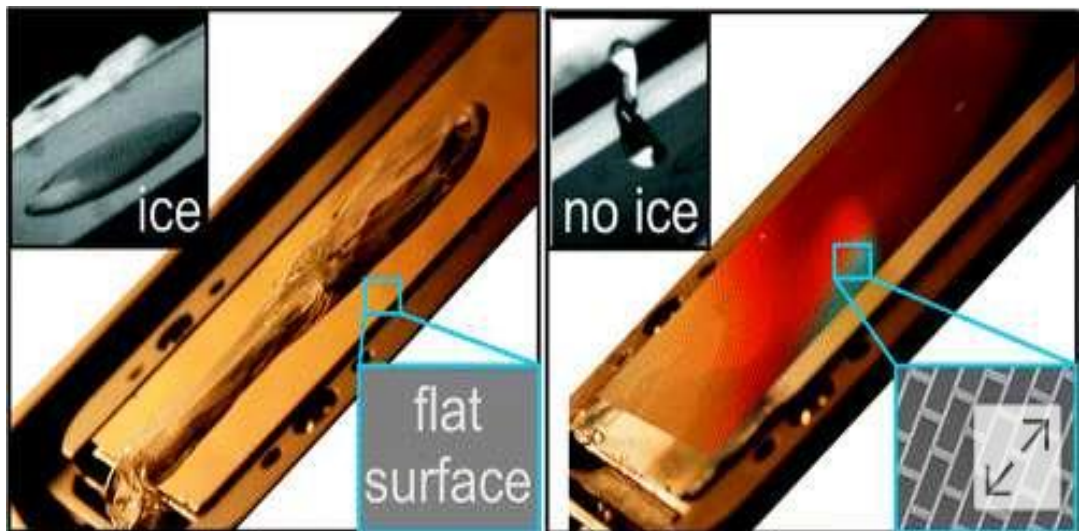


Figure I.14: A gauche, une surface métallique complètement lisse: elle est givrée. A droite, la même surface avec un motif microscopique: elle ne gèle pas.[16]

- Il est largement utilisé dans l'industrie aéronautique pour fournir un antigivrage revêtement sur la surface de l'avion.



Figure I.15: *un antigivrage revêtement sur la surface de l'avion. [16]*

- Des verres autonettoyants hydrophobes sont installés dans le capteur de trafic Unité de contrôle.



Figure I.16: *À droite se trouve le chat classique et à gauche se trouve la pièce autonettoyante [17]*

I.4.3. Superhydrophobe

Il existe deux états de superhydrophobie :

- ✚ L'état de Wenzel, qui a pour inconvénient de ne pas permettre l'auto nettoyage de la goutte car celle-ci reste accrochée à la surface.
- ✚ L'état de Cassie, le plus répandu, qui permet à la goutte d'eau de " flotter sur la surface" et donc de se déplacer. C'est cet état qui est utilisé par la feuille de lotus [18].

I.5. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté une étude bibliographique sur l' énergie de surface, le travail d'adhésion et de cohésion suivi par des notions générales sur les forces intermoléculaires sont aussi présentées dans ce chapitre. Nous terminerons notre chapitre par la définition du caractère du matériau hydrophobe, hydrophile et supraphydrophile ainsi que leurs applications.

Bibliographies

[1] S. Petit-Boileau, « Préparation de surface du PET avant métallisation : étude et comparaison des procédés laser excimère et plasma hors-équilibre », Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie, Paris 6, (2003).

[2] Neumann et al. – *J. Colloid Interface Sci.* 49, (1979), 291

[3] Syed Asif Ansar, « Co-projection d'alumine et d'acier inoxydable par plasma d'arc », Thèse Ph.D. Du Gik Institute of Engineering Sciences & Technology, Université de Limoges, (2004).

[4] S.M. Mirabedini, H.Rahimi, Sh. Hamedifar, S.M. Mohseni, "Microwave irradiation of polypropylene surface: a study on wettability and adhesion", *International Journal of Adhesion & Adhesives*, Vol. 24, (2004), pp. 163-170.

[5] D.K. Owens, R.C. Wendt, "Estimation of the surface free energy of polymers", *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. (13), (1969), pp. 1741-1747.

[6] S.J. Park, J.S. Jin, "Effect of corona discharge treatment on the dyeability of low-density polyethylene film", *Journal of Colloid and Interface Science* 236, (2001), pp. 155-160.

[7] K. Asfardjani, « Membranes modifiées superficiellement par traitement plasma », Thèse de doctorat, Université de Paul Sabatier, Toulouse, N° d'ordre 944, (1991).

[8] J. Sarlaboux, « étude de l'évolution des propriétés du polypropylène Bietiré, Après un traitement par décharges électriques », Thèse de doctorat, Université de Paul Sabatier, Toulouse, N° d'ordre 859, (1983).

[9] Ziari, Zehira. "Etude de l'effet d'un traitement par plasma froid sur les propriétés de surface d'un film de polymère." (2008)

[10] Goalard, Carol. Etude physico-chimique du procédé de dispersion des poudres libres et agglomérées en milieu liquide. Diss. 2005.

[11] <https://news.mit.edu/2013/hydrophobic-and-hydrophilic-explained-0716>

[12] <https://amelioetasante.com/peintures-aerosol-7-idees/>

[13] <https://romainolivier.net/quest-ce-que-le-pelliculage/>

[14] <https://www.orientation-education.com/metier/ingenieur-biomedical>

[15] <https://nanoglans.com/fr/blog/>

[16] <https://www.futura-sciences.com/sciences/actualites/physique-surface-insensible-givre-cest-possible-26139/>

[17] <https://tpehydrophobe.wordpress.com/les-applications/>

[18] <https://lotuus-95.websself.net/a-propos>

CHAPITRE II :

Dispositif expérimental de mesure de l'angle de contact

II.1. Introduction

Pour mesurer l'angle de contact, nous avons besoin d'un dispositif à base de l'arduino piloté par un ordinateur. Pour cela, dans ce chapitre nous présentons les différentes étapes que nous avons suivies pour réaliser notre dispositif, ainsi que l'interface graphique de calcul à base de Labview.

II.2. Présentation du schéma synoptique

Le schéma synoptique de notre dispositif de mesure de l'angle de contact piloté par PC est représenté ci-dessous (voir la figure II.1). Il est constitué de :

- Un PC pour alimenter la carte d'interface (5 V, port USB) et pour piloter les deux moteurs pas à pas afin de relever les valeurs de l'angle de contact et leur stocker dans le PC.
- Une carte Arduino de type mega 2560.
- Deux moteurs pas à pas de type NEMA 17.
- Un plateau cylindrique de diamètre 12 cm.
- Une seringue.

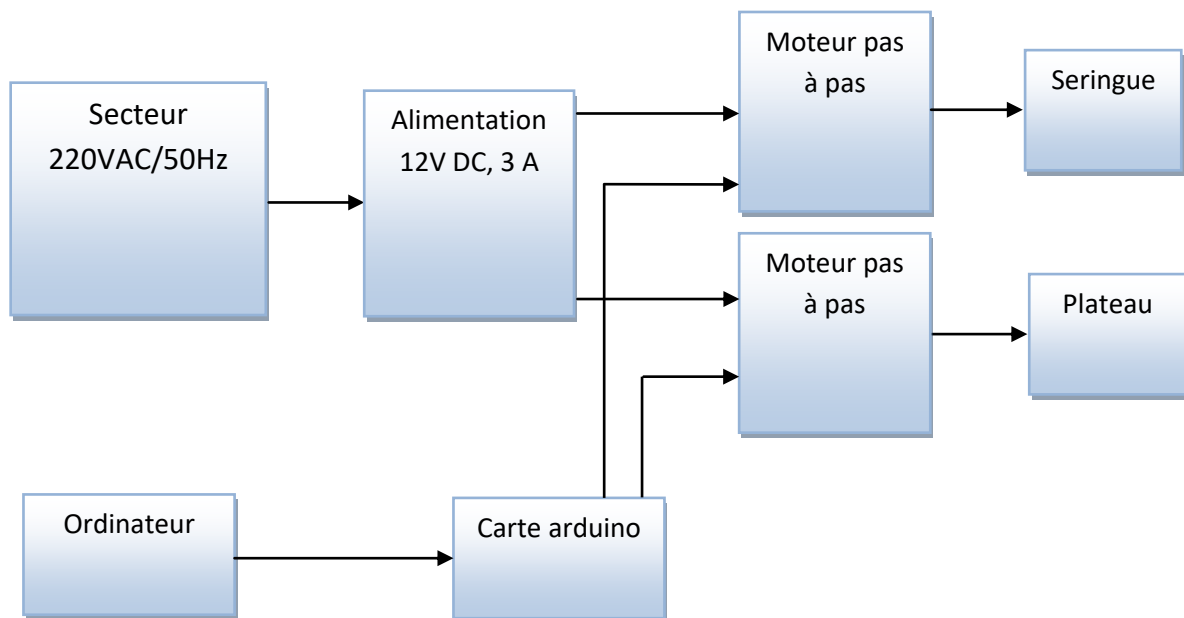


Figure II.1 : Schéma synoptique de dispositif de mesure de l'angle de contact.

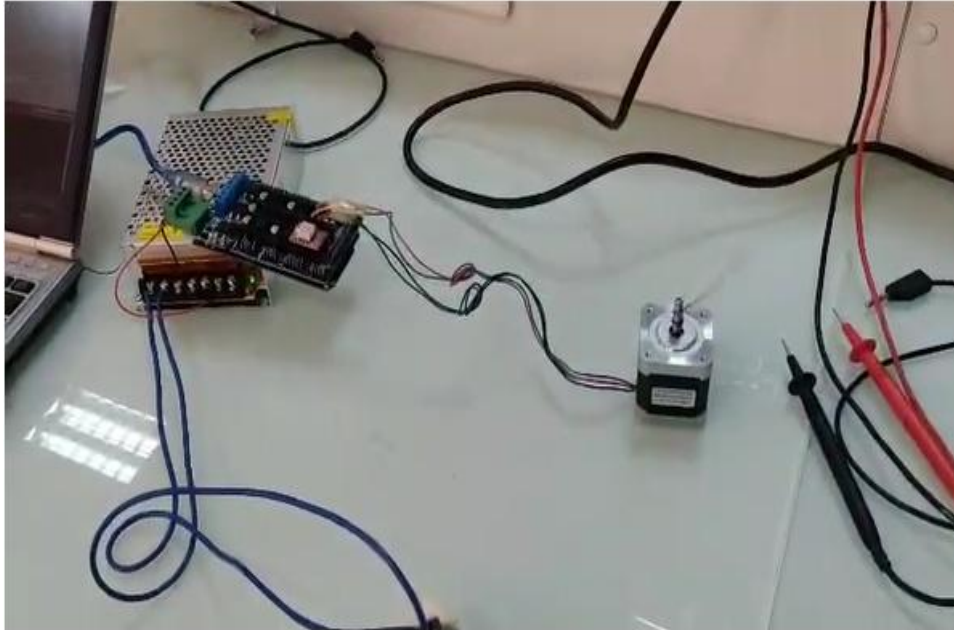


Figure II.2 : Image de l'interfaçage du moteur pas à pas NEMA17 avec Arduino à l'aide du pilote A4988

II.3. Principe de fonctionnement de chaque bloc

II.3.1. Alimentation de 12 Volts

Les moteurs pas à pas fonctionnent sous une alimentation de 12 Volts continue. Le schéma du circuit qui assure l'alimentation des moteurs est représenté sur la figure II.3.

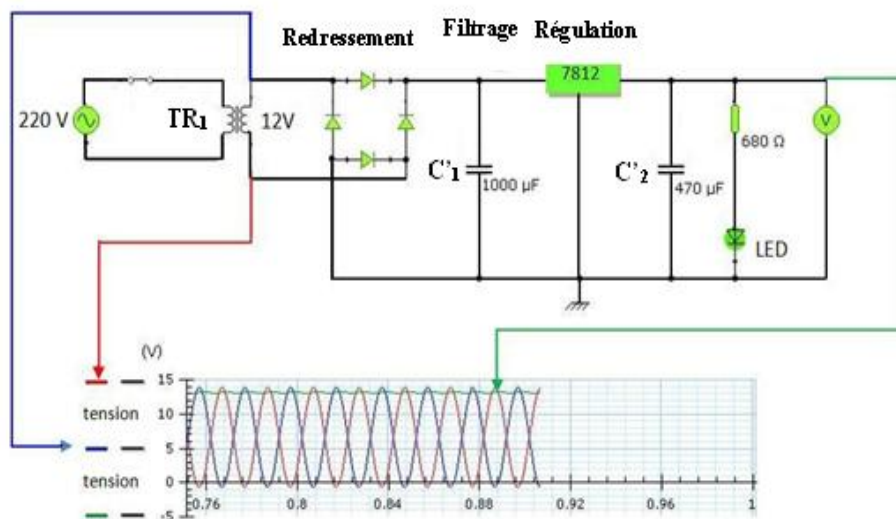


Figure II.3 : Schéma de l'alimentation 12 Volts DC.

L'alimentation fournit une tension continue stable égale à 12 Volts DC, cette valeur est obtenue grâce à un transformateur abaisseur TR_1 d'une puissance de 6 VA et dont la tension du primaire est égale à 220 Volts AC et la tension du secondaire est 12 Volts AC.

Un pont de GRAETZ supportant un courant de 1 Ampère qui assure le redressement double alternance du signal sinusoïdal issu du transformateur (tension alternative).

A la sortie du pont, nous avons inséré un condensateur électrolytique C'_1 de 1000 $\mu\text{F}/63$ Volts pour filtrer la tension redressée.

Un régulateur de tension 7812 assure la régulation de la tension filtrée par le condensateur C'_1 . Il est nécessaire d'adjoindre un dissipateur thermique à ce régulateur. Un condensateur C'_2 de 470 $\mu\text{F}/25$ Volts assure le filtrage de la tension issue du régulateur pour obtenir une tension quasi continue. Pour visualiser le signal de sortie, nous avons disposé d'une diode électroluminescente LED verte et une résistance de protection R de 680 Ω . Un voltmètre est branché à la sortie de l'alimentation pour afficher la valeur de la tension.

II.3.2. Moteur pas à pas

Les moteurs pas à pas sont des moteurs à courant continu qui se déplacent en étapes discrètes. Ils ont plusieurs bobines qui sont organisées en groupes appelés "phases". En alimentant chaque phase dans l'ordre, le moteur tourne, une étape à la fois. Avec un pas contrôlé par ordinateur, vous pouvez obtenir un positionnement et/ou un contrôle de vitesse très précis. Pour cette raison, les moteurs pas à pas sont le moteur de choix pour de nombreuses applications de contrôle de mouvement de précision. Les moteurs pas à pas sont disponibles dans de nombreuses tailles et styles différents et caractéristiques électriques.

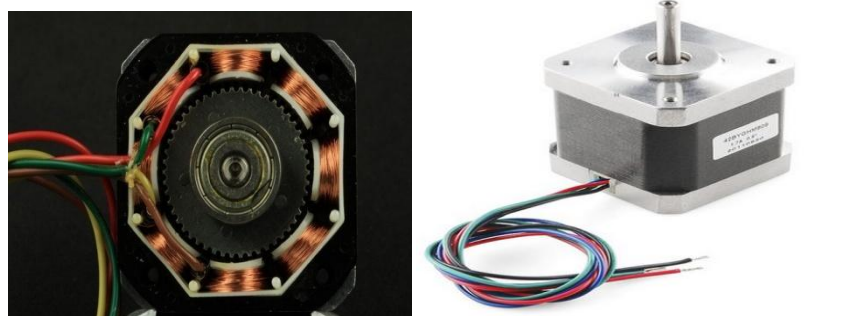


Figure II.4 : Moteur pas à pas de type NEMA 17.

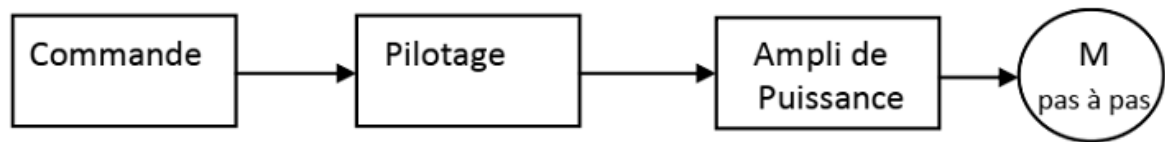


Figure II.5 : Principe de commande en position d'un moteur à courant continu.

Le principe de fonctionnement des moteurs pas à pas repose sur la commutation successive des enroulements stator (ou phase). Pour cela, une impulsion électrique est traduite par un séquenceur agissant sur une électronique de commutation (drivers ou transistors de puissance) qui distribue les polarités dans les enroulements. Une seule commutation provoque un seul pas quelle que soit la durée de l'impulsion (supérieur à une valeur minimale).

✚ Un moteur pas à pas est caractérisé par sa résolution ou encore son nombre de pas par tour. Il peut avoir une valeur comprise entre 0.9° et 90° . Les valeurs les plus couramment rencontrées sont :

✚ 0.9° : soit 400 pas par tour.

✚ 1.8° : soit 200 pas par tour.

✚ 3.6° : soit 100 pas par tour.

✚ 7.5° : soit 48 pas par tour.

✚ 15° : soit 24 pas par tour.

II.3.2.a- Moteurs NEMA 17

NEMA 17 (NEMA : National Electrical Manufacturers Association) est une taille courante utilisée dans les imprimantes 3D et les petites usines CNC. Les petits moteurs trouvent des applications dans de nombreuses applications robotiques et animatroniques. Les cadres NEMA plus grands sont courants dans les machines CNC et les applications industrielles.

Les numéros NEMA définissent les dimensions standard de la plaque avant pour le montage du moteur. Ils ne définissent pas les autres caractéristiques d'un moteur. Deux moteurs NEMA 17 différents peuvent avoir des spécifications électriques ou mécaniques entièrement différentes et ne sont pas nécessairement interchangeables.

Le moteur pas à pas de type NEMA 17 est caractérisé par :

- ✓ 200 pas par tour (1.8 deg/pas).
- ✓ 2 phases (bipolaires).
- ✓ Cordon de 4 fils.

- ✓ Voltage 12 V DC.
- ✓ Courant 1.2 A.
- ✓ Résistance de la phase : 1.7 Ohm \pm 10% (20° C).
- ✓ Inductance de la phase : 4.5 mH \pm 20% (1kHz 1 V rms).
- ✓ Couple de maintien : 0.4 N.m Min.
- ✓ Diamètre de l'axe : 5 mm / 0.188" (3/16").
- ✓ Longueur de l'axe : 22 mm.
- ✓ Hauteur du corps du moteur : 40 mm.

II.3.3. Interfaçage du moteur pas à pas NEMA17 avec Arduino à l'aide du pilote A4988

Dans cette partie, nous contrôlerons le moteur pas à pas NEMA17 avec le module de pilote A4988 et Arduino. Le A4988 (voir la figure II.6) est un pilote micro-pas à pas pour contrôler les moteurs pas à pas bipolaires qui ont un traducteur intégré pour une utilisation facile. Ainsi, nous pouvons contrôler le moteur pas à pas avec seulement 2 broches de notre contrôleur. La broche DIR contrôlera le sens de rotation et la broche STEP contrôlera les étapes.

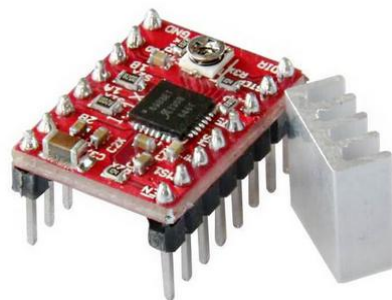


Figure II.6 : A4988 Module.

Le A4988 est un pilote de moteur Micropas complet avec un traducteur intégré pour une utilisation facile. La carte de dérivation d'Allegro comprend une limitation de courant réglable, une protection contre les surintensités et les surchauffes et cinq résolutions micropas différentes. Il fonctionne de 8 V à 35 V et peut fournir jusqu'à environ 1 A par phase sans dissipateur thermique ni flux d'air forcé. Il est conçu pour 2 A par batterie avec un refroidissement supplémentaire suffisant.

Le A4988 est caractérisé par :

- ✓ Max. Tension de fonctionnement: 35 V.

- ✓ Min. Tension de fonctionnement: 8 V.
- ✓ Max. Courant par phase: 2A.
- ✓ Résolution de micro pas: pas complet, 1/2 pas, 1/4 pas, 1/8 et 1/16 pas.
- ✓ Protection contre la tension inverse: Non.
- ✓ Dimensions: 15.5 × 20.5 mm (0.6 " × 0.8 ").
- ✓ Protection contre les courts-circuits et les courts-circuits de charge.
- ✓ Sorties à faible RDS (ON).
- ✓ Circuit d'arrêt thermique.

Les différents brochages du pilote du moteur A4988 sont illustrés dans la figure suivante :

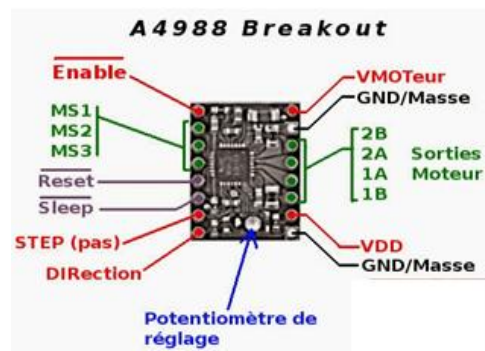


Figure II.7 : Brochages de A4988.

II.3.3.1. Broches d'alimentation: la broche comprend VDD et VMOT et une paire de broches GND. VDD est utilisé pour piloter les circuits logiques intérieurs qui peuvent être de 3 V à 5 V tandis que VMOT fournit une alimentation pour le moteur qui peut être de 8 V à 35 V.

II.3.3.2. Broches de sélection de micro pas: Le pilote A4988 a trois-pas du sélecteur de résolution, c'est-à-dire MS1, MS2 et MS3. En définissant des niveaux logiques appropriés sur ces broches, nous définirons les moteurs sur au moins l'une des résolutions en cinq-pas.

II.3.3.3. Broches d'entrée de contrôle: STEP et DIR sont les 2 broches d'entrée de contrôle. L'entrée STEP contrôle les micro-pas du moteur tandis que l'entrée DIR contrôle le sens de rotation du moteur.

II.3.3.4. Broche de contrôle des états d'alimentation: l'A4988 dispose de trois entrées différentes pour contrôler ses états d'alimentation, c'est-à-dire EN, RST et SLP. La broche EN est une entrée basse active, lorsqu'elle est tirée BAS, le pilote A4988 est activé. La broche

SLP est une entrée basse active. Tirer sur cette broche LOW met le conducteur en mode veille, ce qui minimise la consommation de l'installation. Le RST est une entrée basse vivante qui, lorsqu'elle est tirée sur BAS, toutes les entrées STEP sont ignorées. Il réinitialise également le pilote en définissant le traducteur interne sur un étage initial du moteur.

II.3.3.5. Broches de sortie: Il y a 4 broches de sortie comme 2B, 2A, 1B, 1A. Nous pouvons connecter n'importe quel moteur pas à pas bipolaire ayant des tensions entre 8V et 35 V à ces broches.

Pour l'utilisation de A4988 il faut un dissipateur de chaleur comme indiqué dans la figure suivante.



Figure II.8 : Dissipateur de chaleur A4988.

Il est sûr d'utiliser le pilote A4988 sans dissipateur thermique si le courant nominal est jusqu'à 1A. Pour obtenir plus de 1 A par bobine, un dissipateur thermique ou une autre méthode de refroidissement est nécessaire.

En raison de la dissipation de puissance excessive du pilote A4988, il y a une augmentation de la température qui peut aller au-delà de la capacité du circuit intégré, l'endommageant probablement.

Après la connexion de pilote du moteur pas à pas A4988 à Arduino, nous contrôlons le moteur pas à pas NEMA17. Dans ce cas, nous avons utilisé les broches D2 et D3 pour contrôler la direction et le pas du moteur. La broche VMOT est alimentée par une alimentation 12V et le VDD est alimenté par une alimentation 5V (port USB de PC). Le schéma de la connexion est donné ci-dessous.

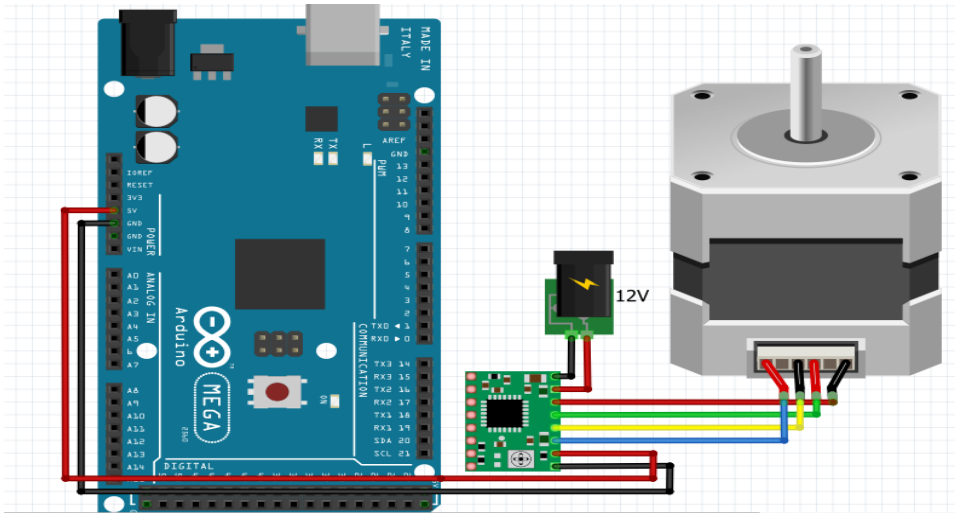


Figure II.9 : Connexion de la carte Arduino avec un moteur pas à pas NEMA 17 a l'aide de A4988.

Avant de connecter le moteur, nous devons ajuster la limitation de courant du pilote afin d'être sûr que le courant est dans les limites de courant du moteur. Nous pouvons le faire en ajustant la tension de référence à l'aide du potentiomètre sur la carte et en considérant cette équation:

$$\text{Limite de courant} = V_{\text{Ref}} \times 2 \dots\dots\dots (II.1)$$

Cependant, cette équation n'est pas toujours correcte car il existe différents fabricants de la carte de commande A4988.

L'assemblage de A4988 et la carte SHIELD avec la carte arduino est représenté dans la figure II.9 suivante :



Figure II.10 : Assemblage des cartes.

Pour assurer le fonctionnement de nos cartes électroniques, nous avons besoin d'une alimentation continue de 5VDC et 12VDC.

II.3.4. Carte Arduino

II.3.4.a. Introduction :

Aujourd'hui, l'électronique est de plus en plus remplacée par de l'électronique programmée. On parle aussi de système embarquée ou d'informatique embarquée. Son but est de simplifier les schémas électroniques et par conséquent réduire l'utilisation de composants électroniques, réduisant ainsi le coût de fabrication d'un produit. Il en résulte des systèmes plus complexes et performants pour un espace réduit. Depuis que l'électronique existe, sa croissance est fulgurante et continue encore aujourd'hui. L'électronique est devenue accessible à toutes personnes en ayant l'envie : ce que nous allons apprendre dans ce travail est un mélange d'électronique et de programmation. On va en effet parler d'électronique embarquée qui est un sous-domaine de l'électronique et qui a l'habileté d'unir la puissance de la programmation à la puissance de l'électronique.

II.3.4.b. Définition du module Arduino

Le module Arduino est un circuit imprimé en matériel libre (plateforme de contrôle) dont les plans de la carte elle-même sont publiés en licence libre dont certains composants de la carte : comme le microcontrôleur et les composants complémentaires qui ne sont pas en licence libre. Un microcontrôleur programmé peut analyser et produire des signaux électriques de manière à effectuer des tâches très diverses. Arduino est utilisé dans beaucoup d'applications comme l'électrotechnique industrielle et embarquée ; le modélisme, la domotique mais aussi dans des domaines différents comme l'art contemporain et le pilotage d'un robot, commande des moteurs et faire des jeux de lumières, communiquer avec l'ordinateur sans et avec des interfaces HMI, commander des appareils mobiles (modélisme). Chaque module d'Arduino possède un régulateur de tension +5 V et un oscillateur à quartz 16 MHz (ou un résonateur céramique dans certains modèles). Pour programmer cette carte, on utilise l'logiciel IDE Arduino.

II.3.4.c. Les gammes de la carte Arduino

Actuellement, il existe plus de 20 versions de module Arduino, nous citons quelques un afin d'éclaircir l'évaluation de ce produit scientifique et académique :

- **Le NG d'Arduino**, avec une interface d'USB pour programmer et usage d'un ATmega8.
- **L'extrémité d'Arduino**, avec une interface d'USB pour programmer et usage d'un Microcontrôleur ATmega8.
- **L'Arduino Mini**, une version miniature de l'Arduino en utilisant un microcontrôleur ATmega168.
- **L'Arduino Nano**, une petite carte programme à l'aide porte USB cette version utilisant un microcontrôleur ATmega168 (ATmega328 pour une plus nouvelle version).
- **Le LilyPad Arduino**, une conception de minimaliste pour l'application wearable en utilisant un microcontrôleur ATmega168.
- **Le NG d'Arduino plus**, avec une interface d'USB pour programmer et usage d'un ATmega168.
- **L'Arduino Bluetooth**, avec une interface de Bluetooth pour programmer en utilisant un microcontrôleur ATmega168.
- **L'Arduino Diecimila**, avec une interface d'USB et utilise un microcontrôleur ATmega168.
- **L'Arduino Duemilanove** ("2009"), en utilisant un microcontrôleur l'ATmega168 (ATmega328 pour une plus nouvelle version) et actionné par l'intermédiaire de la puissance d'USB/DC.
- **L'Arduino Mega**, en utilisant un microcontrôleur ATmega1280 pour I/O additionnel et mémoire.
- **L'Arduino UNO**, utilisations microcontrôleur ATmega328.
- **L'Arduino Mega2560**, utilisations un microcontrôleur ATmega2560, et possède toute la mémoire à 256 KBS. Elle incorpore également le nouvel ATmega8U2 (ATmega16U2 dans le jeu de puces d'USB de révision 3).
- **L'Arduino Leonardo**, avec un morceau ATmega32U4 qui élimine le besoin de Raccordement d'USB et peut être employé comme clavier.
- **L'Arduino Esplora** : ressemblant à un contrôleur visuel de jeu, avec un manche et des sondes intégrées pour le bruit, la lumière, la température, et l'accélération.

Parmi ces types, nous avons choisi une carte Arduino MEGA 2060. L'intérêt principal de cette carte est de faciliter la mise en œuvre d'une telle commande qui sera détaillée par la suite. L'Arduino fournit un environnement de développement s'appuyant sur des outils open source

comme interface de programmation. L'injection du programme déjà converti par l'environnement sous forme d'un code « HEX » dans la mémoire du microcontrôleur se fait d'une façon très simple par la liaison USB. En outre, des bibliothèques de fonctions "clé en Main" sont également fournies pour l'exploitation d'entrées-sorties. Cette carte est basée sur un microcontrôleur ATMEGA2560 et des composants complémentaires.

II.3.4.d. Présentation de la carte Arduino mega 2560

La carte Arduino Mega 2560 est basée sur un ATMEGA2560 cadencé à 16 MHz. Elle dispose de 54 E/S dont 14 PWM, 16 analogiques et 4 UARTs. Elle est idéale pour des applications exigeant des caractéristiques plus complètes que l'Uno. Des connecteurs situés sur les bords extérieurs du circuit imprimé permettent d'enficher une série de modules complémentaires. Elle peut se programmer avec le logiciel Arduino. Le contrôleur ATMEGA2560 contient un boot loader qui permet de modifier le programme sans passer par un programmeur. Le logiciel est téléchargeable gratuitement. La carte est illustrée dans la figure si dessous.

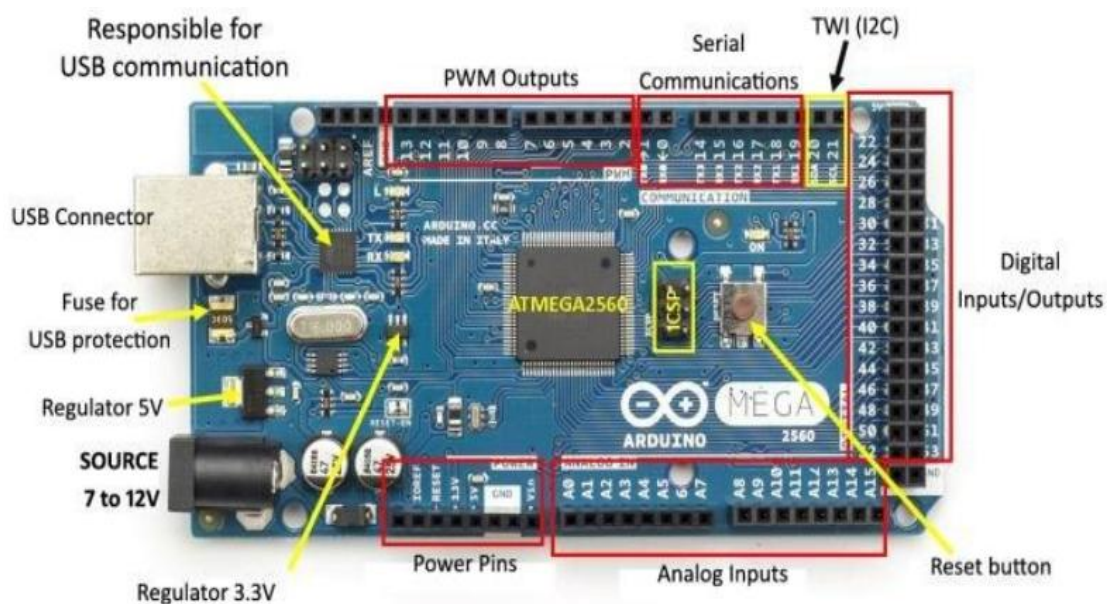


Figure II.11 : Arduino mega 2560.

Le tableau ci-dessous résume les principales caractéristiques de la carte Arduino.

Version	Rev. 3.
Dimensions:	107 x 53 x 15 mm
Tension d'Alimentation	5V Via port USB où Tension d'entrée de 7 à 12 V sur

	connecteur d'alimentation.
Microprocesseur	ATMega2560
Broches E/S Numériques	54 broches d'E/S dont 14 PWM
Broches d'entrées analogiques	16 entrées analogiques 10 bits.
Intensité maximale disponible par broche E/S (5V)	40 Ma
Intensité maximale disponible la sortie (3.3V)	50 mA
Intensité maximale disponible la sortie (5V)	Fonction de l'alimentation utilisée 500 mA max si port USB utilisé seul
Mémoire programme flash	256 KB dont les 8 KB utilisé pour boot loader
Mémoire SRAM	8 KB
Mémoire EEPROM	4 KB
Vitesse de l'horloge (Cadencement)	16 MHz
Nombre de port série	3 ports séries
Bus et protocole de communication	Bus I2C et SPI

Tableau II.1 : Les caractéristiques de la carte Arduino Méga [1].

II.3.4.e. Description générale de la carte Arduino Mega 2560

Généralement tout module électronique qui possède une interface de programmation est basé toujours dans sa construction sur un circuit programmable ou plus.

1. Les microcontrôleurs

Les microcontrôleurs : Un microcontrôleur est un circuit intégré (ou IC, Integrated Circuit), qui rassemble sur une puce plusieurs éléments complexes dans un espace réduit. Au temps des pionniers de l'électronique, on soudait un grand nombre de composants encombrants, tels que les transistors, les résistances ou les condensateurs, sur des cartes plus ou moins grandes. Aujourd'hui, tout peut loger dans un petit boîtier en plastique noir muni d'un certain nombre de broches. Ces dernières sont les connexions du circuit intégré au moyen des quelles s'effectue la communication. La figure II.11 montre un microcontrôleur ATmega2560, qu'on trouve sur la carte Arduino.



Figure II.12 : Un microcontrôleur [2].

Le microcontrôleur peut être programmé pour analyser et produire des signaux électriques, de manière à effectuer des tâches très diverses comme la domotique (le contrôle des appareils domestiques - éclairage, chauffage...), le pilotage d'un robot, de l'informatique embarquée, etc....

Les microcontrôleurs ont des performances réduites, mais sont de faible taille et consomment peu d'énergie, les rendant indispensables dans toute solution d'électronique embarquée (voiture, porte de garage, robots, ...)

Un microcontrôleur se divise grossièrement en trois parties :

- Unité centrale (CPU).
- Mémoires (ROM et RAM).
- Ports d'entrées et de sortie.

CPU

Cette section traite de l'architecture principale de l'AVR en général. La fonction principale du cœur du processeur est d'assurer une exécution correcte du programme. Le CPU doit donc pouvoir accéder aux mémoires, effectuer des calculs, contrôler les périphériques et gérer les interruptions [3].

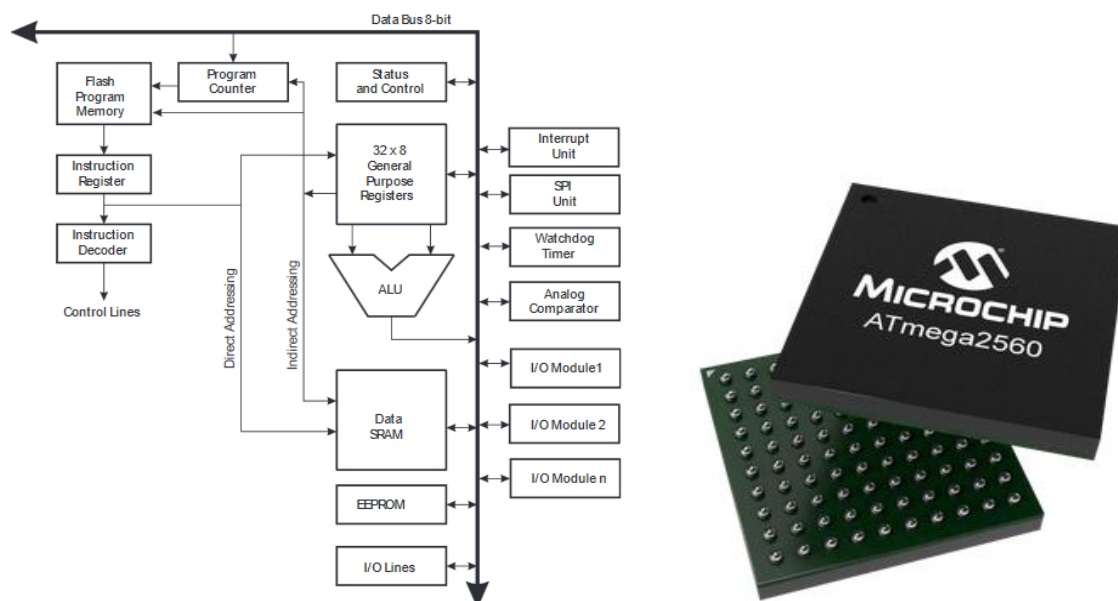


Figure II.13 : Unité centrale (CPU).

Caractéristique	Valeur
Type de mémoire de programme	Éclat (Flash)
Taille de la mémoire du programme (Ko)	256
Vitesse du processeur (MIPS / DMIPS)	16
SRAM (B)	8192
Données EEPROM / HEF (octets)	4096
Périphériques de communication numérique	4-UART, 5-SPI, 1-I2C
Capturer / Comparer / Périphériques PWM	Capture 4 entrées, 4 CCP, 16PWM
Minuterics	2 x 8 bits, 4 x 16 bits
Nombre de comparateurs	1
Plage de température (° C)	-40 à 85
Plage de tension de fonctionnement (V)	1,8 à 5,5
Nombre de broches	100

Tableau II.2 : les caractéristiques principales de microcontrôleur ATmega2560

2. Les sources d'alimentation de la carte

Le Mega 2560 peut être alimenté via la connexion USB ou avec une alimentation externe. La source d'alimentation est sélectionnée automatiquement.

L'alimentation externe (non USB) peut provenir d'un adaptateur CA / CC (verrue murale) ou d'une batterie. L'adaptateur peut être connecté en branchant une fiche positive centrale de 2.1

mm dans la prise d'alimentation de la carte. Les fils d'une batterie peuvent être insérés dans les en-têtes de broches GND et Vin du connecteur POWER.

La carte peut fonctionner sur une alimentation externe de 6 à 20 volts. Si elle est fournie avec moins de 7V, cependant, la broche 5V peut fournir moins de cinq volts et la carte peut devenir instable. Si vous utilisez plus de 12 V, le régulateur de tension peut surchauffer et endommager la carte. La plage recommandée est de 7 à 12 volts.

Les broches d'alimentation sont les suivantes :

- ✓ Vin. La tension d'entrée de la carte lorsqu'elle utilise une source d'alimentation externe (par opposition à 5 volts de la connexion USB ou d'une autre source d'alimentation régulée). Vous pouvez fournir une tension via cette broche ou, si vous fournissez une tension via la prise d'alimentation, y accéder via cette broche.
- ✓ 5V. Cette broche émet un 5V régulé du régulateur sur la carte. La carte peut être alimentée par la prise d'alimentation CC (7 - 12V), le connecteur USB (5V) ou la broche VIN de la carte (7-12V). La fourniture de tension via les broches 5V ou 3.3V contourne le régulateur et peut endommager votre carte. Nous ne le recommandons pas.
- ✓ 3V3. Une alimentation de 3.3 volts générée par le régulateur embarqué. La consommation maximale de courant est de 50 mA.
- ✓ GND. Broches de masse.
- ✓ IOREF. Cette broche sur la carte fournit la référence de tension avec laquelle le microcontrôleur fonctionne. Un blindage correctement configuré peut lire la tension de la broche IOREF et sélectionner la source d'alimentation appropriée ou activer les convertisseurs de tension sur les sorties pour fonctionner avec le 5V ou 3.3V.

3. Entrées et sorties numériques

Chacune des 54 broches numériques de la carte Mega peut être utilisée soit comme une entrée numérique, soit comme une sortie numérique. Ces broches fonctionnent en 5V. Chaque broche peut fournir ou recevoir un maximum de 40mA d'intensité et dispose d'une résistance interne de "rappel au plus" (pull-up) (déconnectée par défaut) de 20-50 KOhms. Cette résistance interne s'active sur une broche en entrée à l'aide de l'instruction digital Write (broche, HIGH).

De plus, certaines broches ont des fonctions spécialisées :

- ❖ **Communication Série:** Port Série Serial : 0 (RX) et 1 (TX); Port Série Serial 1: 19 (RX) and 18 (TX); Port Série Serial 2: 17 (RX) and 16 (TX); Port Série Serial 3: 15 (RX) and 14 (TX).
- ❖ **Interruptions Externes:** Broches 2 (interrupt 0), 3 (interrupt 1), 18 (interrupt 5), 19 (interrupt 4), 20 (interrupt 3), et 21 (interrupt 2). Ces broches peuvent être configurées pour déclencher une interruption sur une valeur basse, sur un front montant ou descendant, ou sur un changement de valeur.
- ❖ **Impulsion PWM** (largeur d'impulsion modulée): Broches 0 à 13. Fournissent une impulsion PWM 8-bits à l'aide de l'instruction analog Write.
- ❖ **SPI** (Interface Série Périphérique): Broches 50 (MISO), 51 (MOSI), 52 (SCK), 53 (SS). Ces broches supportent la communication SPI (Interface Série Périphérique).
- ❖ **I2C:** Broches 20 (SDA) et 21 (SCL). Supportent les communications de protocole I2C.
- ❖ **LED:** Broche 13. Il y a une LED incluse dans la carte connectée à la broche 13.

II.3.4.f. La partie logicielle

Le logiciel ARDUINO et le langage ARDUINO sont disponibles pour être complétés par des programmeurs expérimentés. Le langage peut être aussi étendu à l'aide de bibliothèques C++

Le logiciel Arduino a pour fonctions principales :

- ❖ de pouvoir écrire et compiler des programmes pour la carte Arduino.
- ❖ de se connecter avec la carte Arduino pour y transférer les programmes.
- ❖ de communiquer avec la carte Arduino.

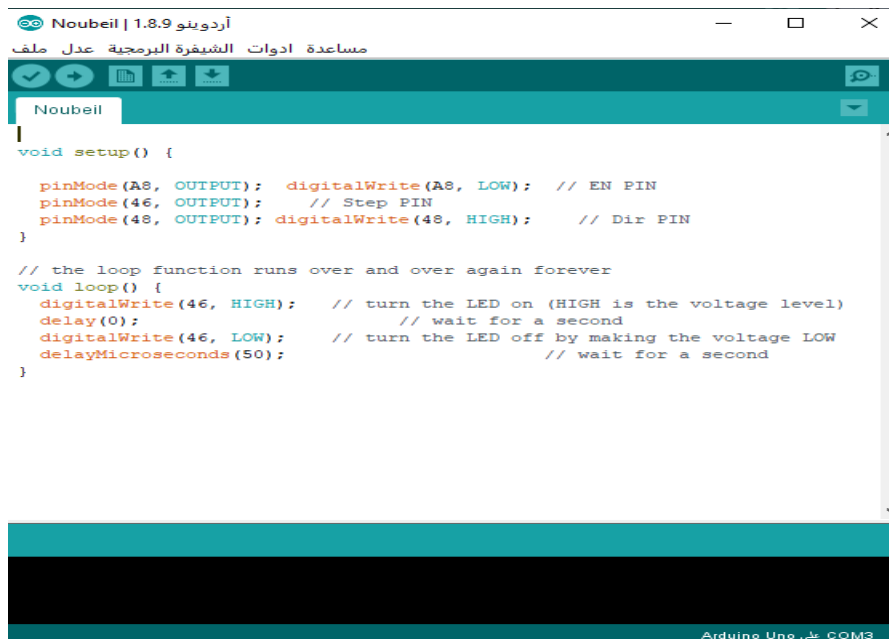


Figure II.14 : Interface de programmation Arduino IDE.

Découvrons ensemble l’environnement de développement Arduino

Tout en haut de la fenêtre, vous avez la barre d’outils qui regroupe toutes les actions que vous pouvez réaliser avec le logiciel.

Ce qui nous intéresse cependant est la zone des 5 icônes juste en dessous : ce seront les boutons que vous utiliserez le plus souvent lorsque vous programmez. Nous avons, de la gauche vers la droite :

le bouton « Vérifier », pour vérifier votre programme : il faut en effet que le programme que vous avez écrit ne présente pas de bugs afin de s’exécuter correctement.

Ensuite, le bouton “Téléverser” : en cliquant sur ce bouton, vous transférez votre programme compilé dans la mémoire de votre carte Arduino.

Au milieu, le bouton “Nouveau” : c’est à l’aide de ce bouton que vous créez de nouveaux programmes.

Après, vous avez le bouton “Ouvrir” (flèche vers le haut) qui vous permet d’accéder aux programmes d’exemples de l’IDE ou aux programmes présents sur votre machine.

Enfin, le bouton “Enregistrer” (flèche vers le bas) par lequel vous pouvez sauvegarder le travail que vous avez réalisé afin d’y revenir quand vous le souhaitez.

Tout en bas de la fenêtre du logiciel, se trouve la console de débogage : c'est là que vous trouverez les différentes erreurs d'exécution de votre programme le cas échéant. Grâce à cette console, vous vous assurez que votre programme fonctionne comme vous le souhaitez avant de le transférer sur votre carte Arduino.

II.3.5. Seringue

La seringue utilisé dans ce travail est de type micropipette plus autoclavable pipettor (voir la figure II.14).



Figure II.15 : Micropipette plus autoclavable pipettor.

Parmi les caractéristiques de MicroPette plus, on peut citer :

- Entièrement autoclavable
- Forces de pipetage légères et conception ergonomique
- Affichage clair et facile à lire avec de grands nombres et de petits incréments
- Les pipettes couvrent une plage de volume de 0.1 μ L à 25 ml
- Facile à calibrer et à entretenir avec l'outil fourni
- Fabriqué à partir de matériaux innovants

II.3.6. Digital microscope

Pour capturer l'angle de contact, nous avons utilisé un microscope numérique pour nous aider à étudier l'expérience au fil du temps et avec une bonne précision en connectant le microscope à l'ordinateur afin que nous puissions contrôler les mesures



Figure II.16 : Image de digital microscope.

Pour lire le traitement d'image sur l'ordinateur, le microscope numérique fournit une interface graphique pour afficher l'image et pour contrôler l'heure et la précision de la capture comme indiqué dans la figure suivante :

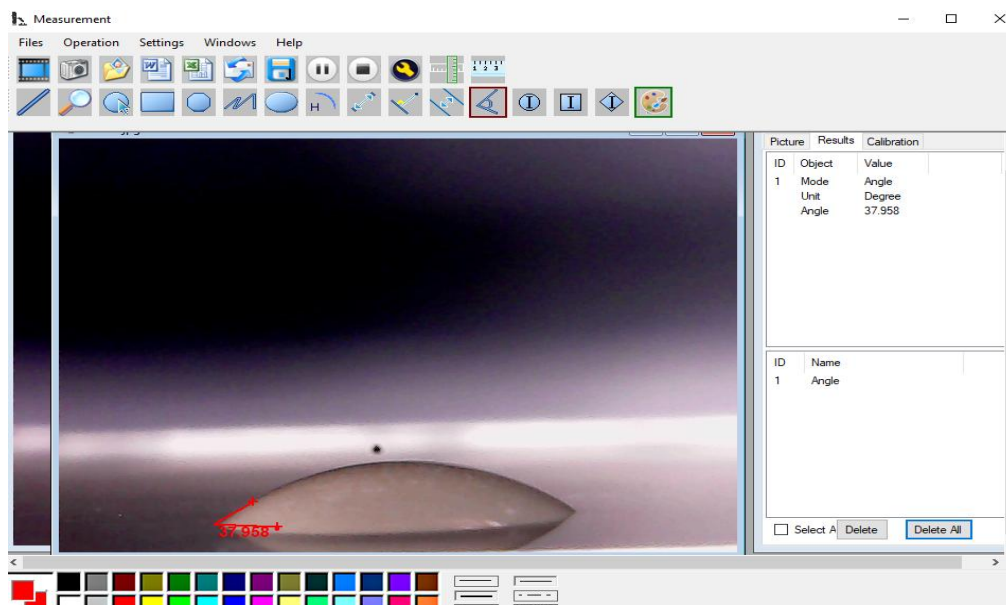


Figure II.17 : Digital microscope.

Pour mesurer l'angle de contact, nous pouvons appliquer une interface **MB-Ruler** à une interface graphique pour mesurer et déterminer l'angle de contact

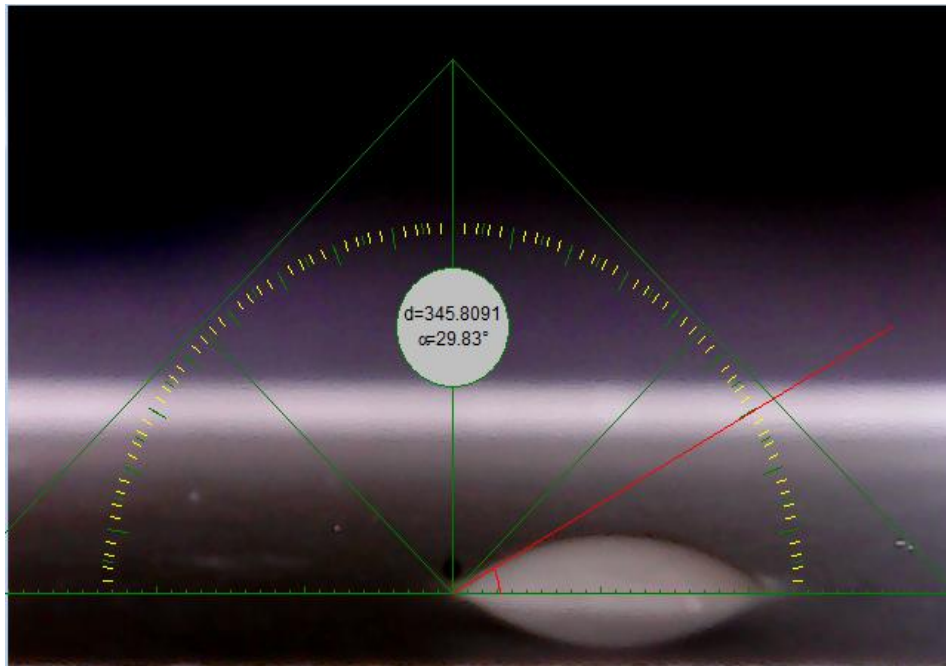


Figure II.18 : Exemple de mesure d'un angle de contact à base de logicielle MB-Ruler.

II.4. Labview

Programme de mesure et de suivi de l'angle spatio-temporel de contact sur l'interface de l'animation Labview :

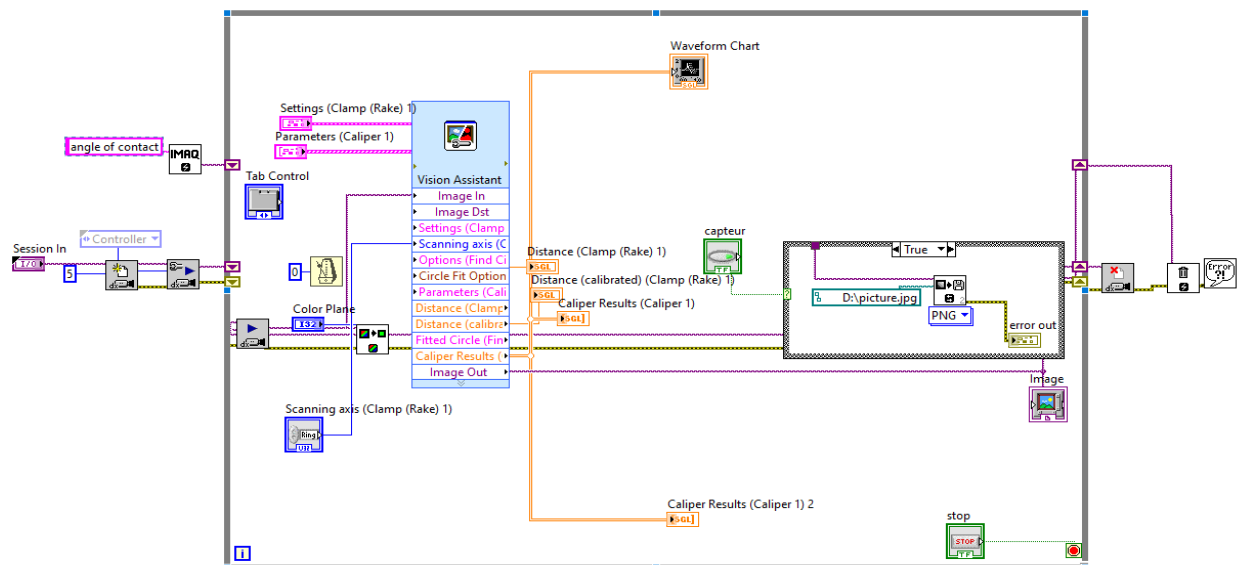


Figure II.19 : Diagramme final

La figure suivante montre l'interface d'animation Labview qui suit et mesure la distance entre les deux bords de la gouttelette et forme de cercle de gouttelette

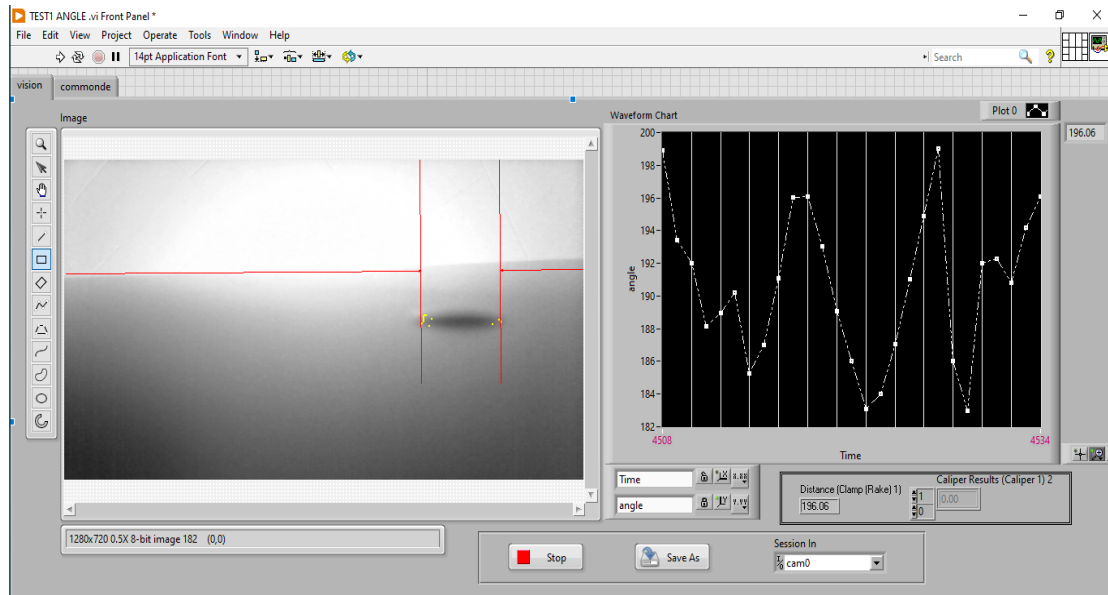


Figure II.20 : Face avant finale

II.5 Dispositif de mesure de l'angle de contact

Au final, la figure suivante résume l'appareil de mesure d'angle de contact qui est connecté à un ordinateur et est contrôlé par une interface d'animation Labview.

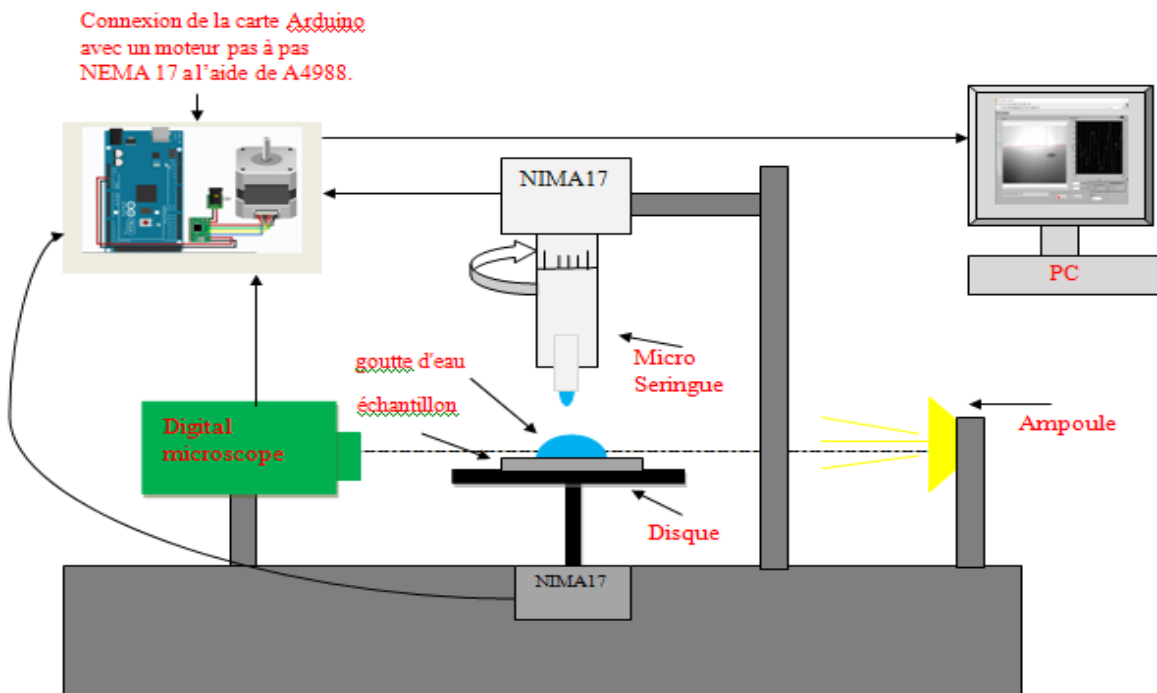


Figure II.21: Dispositif de mesure de l'angle de contact.

II.6 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons présenté les différents blocs utilisés pour réaliser le dispositif de l'angle de contact piloté par un PC. Après, on présent logiciel utilisé pour estimer les valeurs de l'angle de contact ainsi que le logiciel Labview de commande et de visualisation des gouttes d'eaux.

Bibliographies :

[1] *ERIK Bartmann, ''LE GRAND LIVRE D'ARDUINO''Erolles, 2015*

[2] <https://www.microchip.com/wwwproducts/en/ATmega2560>

[3] ATmega640/V-1280/V-1281/V-2560/V-2561/V

Chapitre III :

Résultats et

discussions

III.1. Introduction

Ce chapitre est consacré à l'étude de l'influence de la goutte d'eau (angle de contact) déposée sur des substrats de verre/oxyde de l'étain/% dopage (0%, 3%, 5%, 7% et 9%) en fonction de dopages Nickel, Zinc et Fluor. Pour cela, nous avons mesuré l'angle de contact et le travail d'adhésion (W_{sl}) et fait une étude de l'effet de différents types de dopage (%Ni, %Zn et %F) sur les propriétés des films élaborés. Afin d'éviter tout effet de l'évaporation du liquide d'eau, toutes les mesures de l'angle de contact sont effectuées pendant 5 secondes après le dépôt d'une goutte d'eau sur la surface de nos films.

III.2. L'oxyde de l'étain (SnO_2)

III.2.1. Définition

L'oxyde stannique SnO_2 est un semi-conducteur de type n faisant partie de la famille des TCOs (TCO : Transparent Conductive Oxyde), non toxiques et très abondants sur Terre. C'est un atout indéniable car il permet de réduire les coûts de fabrication. De plus, c'est un matériau chimiquement inerte et dur mécaniquement ; il résiste aux hautes températures et est stable vis à vis de l'atmosphère.

III.2.2. Applications des couches minces d'oxyde d'étain

L'oxyde d'étain est l'un des plus intéressants semi-conducteurs qui combine entre une faible résistivité électrique et une haute transmission optique dans la gamme du visible de spectre électromagnétique, réflectivité dans le domaine d'infrarouge, stabilité chimique dans les différents environnements acides ou basiques et un coût relativement faible. Ces excellentes propriétés permet de l'utiliser dans différents domaines d'applications comme l'optoélectronique, les cellules solaires, la catalyse, les capteurs à gaz et matériau d'anode dans les batteries au lithium. Nous reportons ici les applications de couches minces ou de nanostructures de SnO_2 en se référant aux travaux courants de recherche.

a) Capteurs à gaz

Le premier brevet a été déposé en 1962 par Tagushi Yamazoe et al. résumant, dans un ouvrage de référence sur les capteurs, les différentes propriétés de SnO_2 , ainsi que l'état actuel des connaissances sur son utilisation comme capteur de gaz [1-2]. Il existe plusieurs familles de capteurs chimiques qui se distinguent par le type de couche sensible et le principe de transduction (voir la figure III.1). Citons par exemple le micro capteurs à base de SnO_2 développés par la société MiCS. Son exploitation a conduit à l'apparition du premier capteur

semi-conducteur commercial en 1968 (société Figaro) destiné à la détection des fuites de gaz domestiques [3], il convient de distinguer les analyseurs (instruments d'analyse) et les capteurs chimiques. Il présente une sensibilité élevée à la détection de gaz inflammables (CH_4 , H_2) ou toxiques (CO , H_2S) [1]. Depuis ce temps, cette société commercialise une génération de détecteur de gaz à base de ce matériau avec une production qui dépasse 5 millions d'unité par an [3].

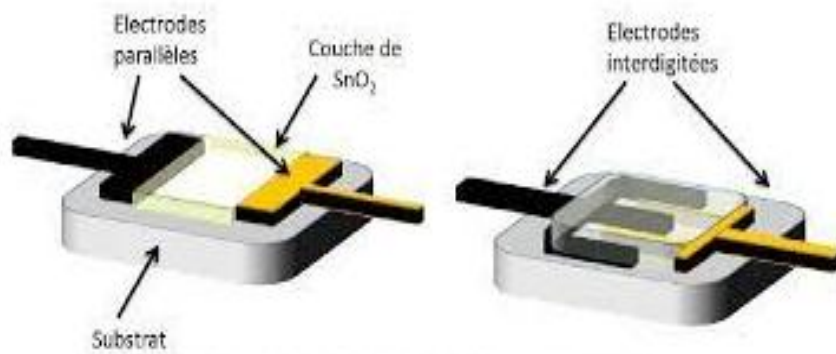


Figure III.1 : Exemple d'un capteur de gaz à base de SnO_2 .

Pour avoir de bonnes propriétés dans l'application capteur de gaz, le dioxyde d'étain doit posséder des lacunes d'oxygène qui peuvent s'ioniser et donner des électrons libres (voir la figure III.2). Il doit donc être sous stœchiométrique en oxygène. Son caractère de conduction provient de l'existence de ces défauts qui agissent comme donneurs ou accepteurs (lacunes d'oxygène, impuretés, ...). Il ne pourra être conducteur que si ce n'est pas un cristal parfait [4].

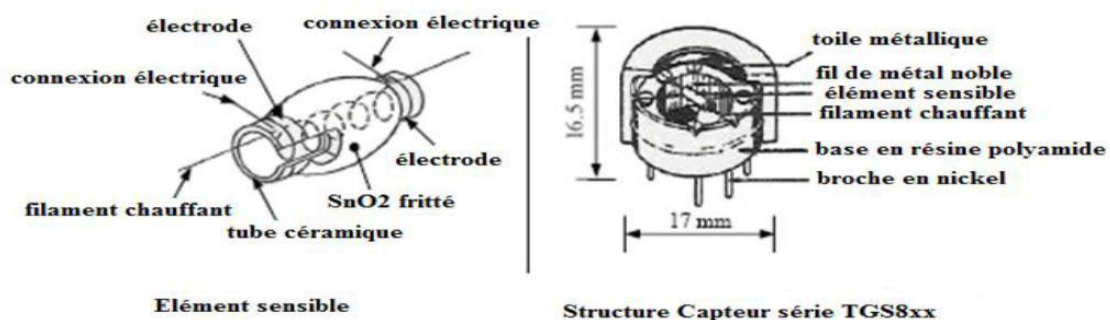


Figure III.2 : Schéma de principe d'un capteur SnO_2 utilisé pour la détection de gaz Combustibles [3].

b) Cellules solaires photovoltaïques

L'oxyde d'étain dans le domaine de photovoltaïque a connu une large utilisation comme électrode transparente dans les différents types de cellules solaires (voir la figure III.3). Les oxydes conducteur transparents utilisés dans les cellules solaires comme électrodes transparentes doivent nécessairement avoir une haute transmission optique afin de permettre un transport efficace des photons jusqu'à la couche active et également une bonne conductivité électrique qui est requise pour obtenir le moins de pertes de transport des charges photo-générées.

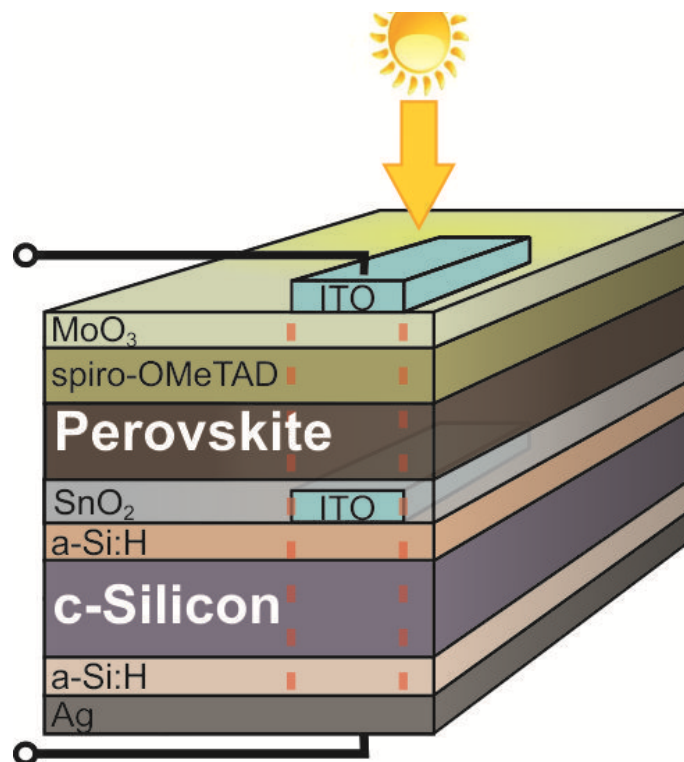


Figure III.3 : Exemple d'une cellule solaire à base de SnO₂ [5].

c) Piles au lithium

Les appareils électroniques utilisés de nos jours tels que nos téléphones et ordinateurs portables suscitent des sources d'alimentation miniaturisées. Depuis 1983, de nombreux scientifiques travaillent sur cet axe et cherchent à améliorer les performances de ces batteries en améliorant le matériau des différentes parties de ces batteries (l'électrode positive, l'électrolyte et sur l'électrode négative) [3] (voir la figure III.4).

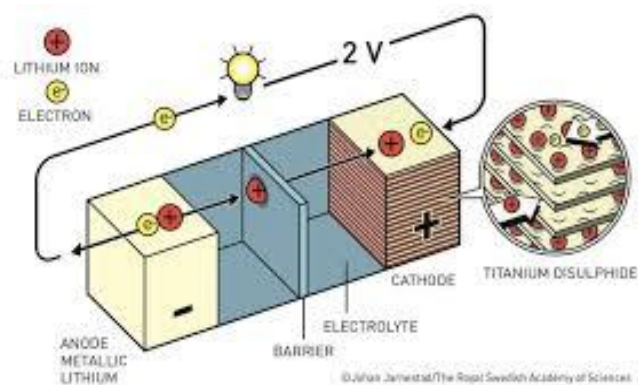


Figure III.4 : Exemple d'une Piles au lithium [6].

Pour la fabrication de ces sources d'alimentation miniaturisées qui sont des piles à accumulation au lithium qui est depuis longtemps utilise du fait de sa forte densité en énergie et ses capacités de stockage énergétique. Dans le cas de telles piles, le compose au lithium constitue la cathode, l'anode est composée de carbone graphite, les deux électrodes séparées par une membrane perméable aux ions, baignant dans un électrolyte liquide contenant des ions mobiles lorsque la batterie est en charge, les ions du lithium se déplacent dans l'électrolyte de la cathode vers l'anode, créant ainsi une différence de potentiel entre les deux électrodes ces électrodes sont constituées par des matériaux qui jouent un rôle primordial pour la performance des batteries. Des recherches sur de nouveaux matériaux sont en cours afin d'augmenter la capacité de stockage d'énergie et écourter le temps de charge de la batterie.

Durant les années 1990, un grand intérêt a été donné à SnO_2 pour ses capacités importantes, il a été qualifié depuis 1997 comme remplaçant du graphite potentiel a cause de la haute capacité spécifique, un faible cout [3, 7]. Dans le but d'augmenter la capacité des piles et de limiter l'utilisation du carbone et diminuer l'encombrement lié, les chercheurs ont associé au lithium l'oxyde d'étain, sous forme de composé mixte $\text{Li}_2\text{SnO}_3 / \text{LiMn}_2\text{O}_4$ ou bien sous forme de multicouche Sn/LiO_2 .

Cependant, la mise en œuvre pratique de SnO_2 est gênée par la faible cyclabilité qui survient pendant le processus du cycle de charge/décharge. Le groupe du chimiste James Tour, a révélé une anode aux propriétés remarquables, présente les performances d'une batterie lithium-ion réalisée avec une anode composée de nanorubans de graphène ("graphene nano rubbons", GNRs) et de dioxyde d'étain (SnO_2) [7]. L'association de ces deux composés permet d'atteindre une densité d'ions lithium au sein de l'anode nettement meilleure que pour le cas d'une anode construite à partir de dioxyde d'étain seul. Il a été conclu enfin que le composé $\text{SnO}_2/\text{graphene}$ peut être utilisé comme anode pour les batteries du lithium-ion [7].

d) Autres applications

Plusieurs autres applications de couches minces, de nanostructures ou de nano composites à base de SnO_2 ont été réalisées dans plusieurs travaux de recherche comme super-condensateur et matériau d'anode dans le domaine de stockage d'énergie [8]. L'activité antibactérienne des couches minces d'oxyde d'étain vis-à-vis des bactéries d'E. Coli et le Bacille a été montré dans la dernière l'étude de Henry et al. [9].

III.3. Effet de différents substrats

III.3.1. Série 1 : Variation de l'angle de contact en fonction de concentration de Ni

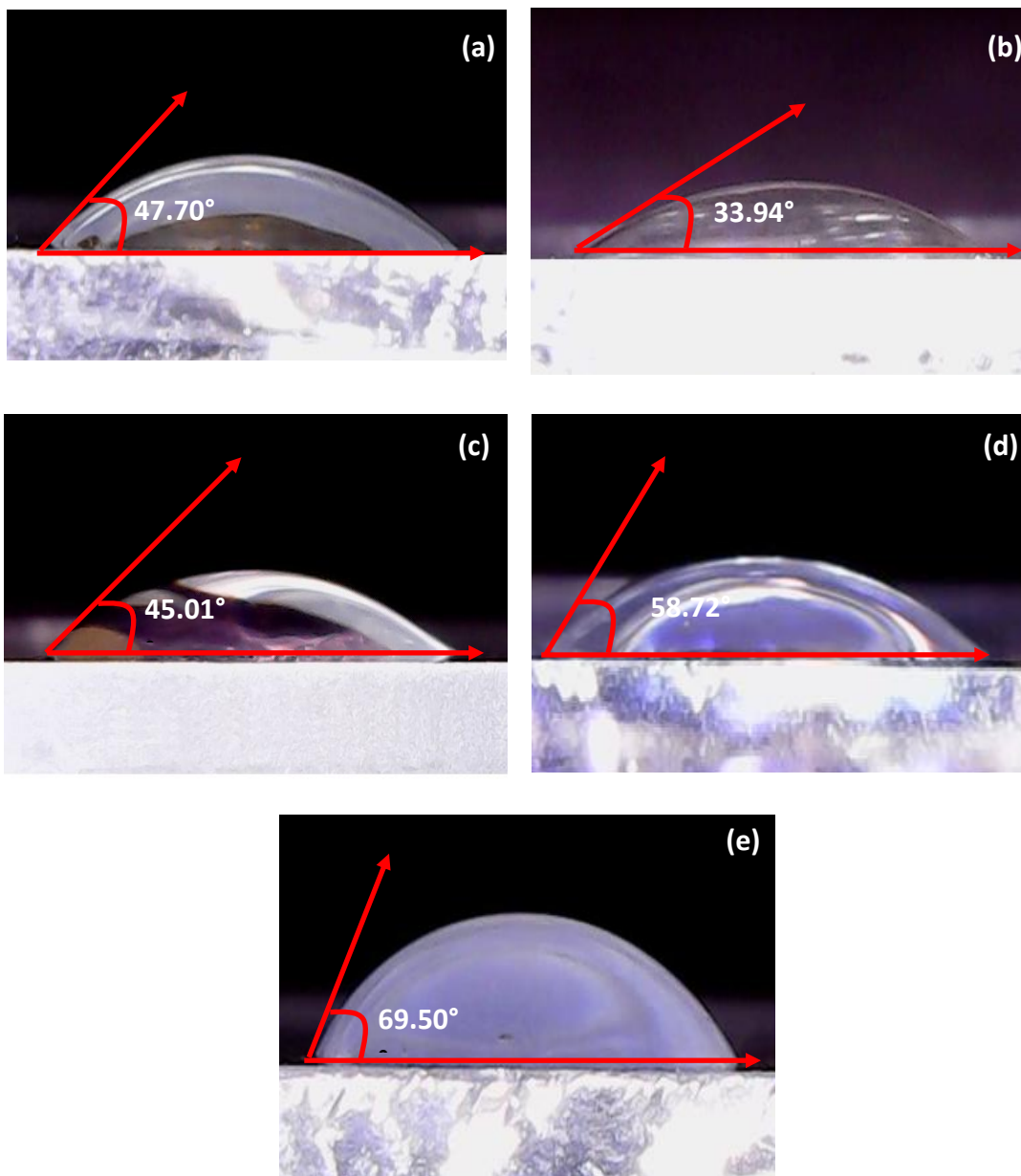


Figure III.5: Image de l'angle de contact pour une couche mince de SnO_2 en fonction de Nickel.

La figure III.5 représente les images de la goutte d'eau sur des substrats en verre/SnO₂/%Ni pour cinq taux de concentrations de Ni (0%, 3%, 5%, 7% et 9%) mesurés dans une température ambiante. Afin d'éviter tout effet de l'évaporation du liquide d'eau, toutes les mesures de l'angle de contact sont effectuées à 5 secondes après le dépôt d'une goutte d'eau sur le substrat verre/SnO₂/%Ni.

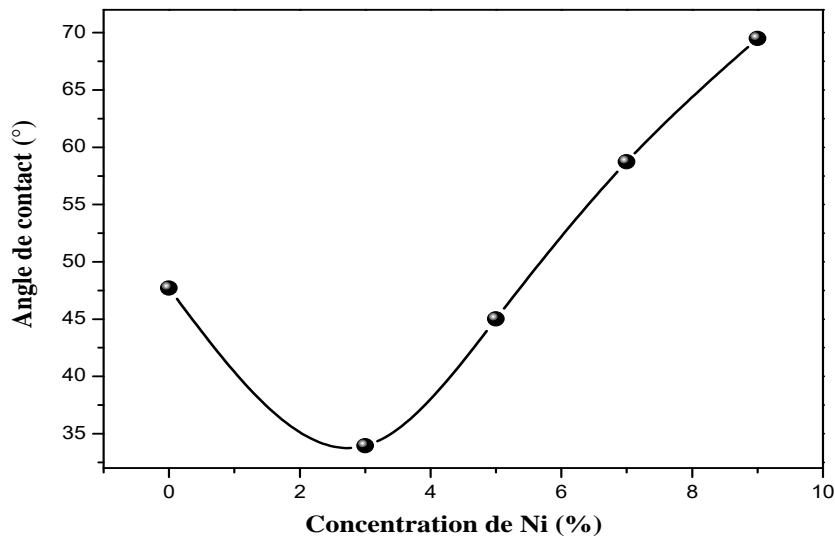


Figure III.6 : Variation de l'angle de contact pour une couche mince de SnO₂ en fonction de Nickel.

La variation de l'angle de contact en fonction de différents taux de Ni est illustré dans la figure III.6. D'après la figure III.6 on remarque une diminution de l'angle de contact de 47.70° à 33.94° pour des substrats de verre/SnO₂/0%Ni et verre/SnO₂/3%Ni, respectivement. De plus, on constate aussi toujours sur la même figure une augmentation de l'angle de contact de 33.94° pour le substrat de verre/SnO₂/3%Ni jusqu'à 69.50° pour le substrat verre/SnO₂/9%Ni. Autrement dit, suivant les valeurs trouvées de l'angle de contact on remarque que tous les valeurs sont inférieures à 90°. Ce résultat confirme le caractère hydrophile de tout notre substrat.

Pour calculer le travail d'adhésion (W_{sl}) on utilise l'équation de Young (voir le chapitre I) :

$$W_{sl} = \gamma_l (1 + \cos\theta) \dots\dots\dots(III.1)$$

Avec : γ_{sl} est l'énergie interfaciale entre le liquide et le solide et $\gamma_l = 72.8 \text{ mJ.m}^{-2}$ pour l'eau.

Le tableau III.1 regroupe les valeurs du travail d'adhésion en fonction de différents substrats.

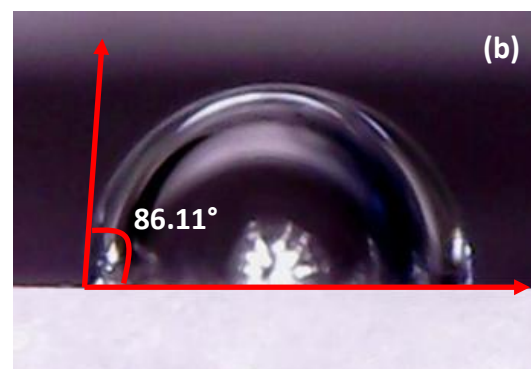
Substrat	Angle de contact, (°)	Travail d'adhésion, (mJ.m ⁻²)
Verre/SnO ₂ /0%Ni	47.70	121.79
Verre/SnO ₂ /3%Ni	33.94	133.19
Verre/SnO ₂ /5%Ni	45.01	124.26
Verre/SnO ₂ /7%Ni	58.72	110.59
Verre/SnO ₂ /9%Ni	69.50	98.29

Tableau III.1 : Variation du travail d'adhésion en fonction de différents substrats.

Suivant le tableau III.1 on remarque que le substrat de verre/SnO₂/3%Ni montre la valeur grande du travail d'adhésion (133.19 mJ.m⁻²) par rapport aux autres substrats utilisés. Ce comportement est du probablement à la présence des pores. Selon les travaux de N. Guermat et al. [10] la présence des pores diminue l'angle de contact est donc augmente le travail d'adhésion. Suivant M. Khalfallah et al. [11] la présence des pores améliore les propriétés optiques de la cellule solaire. D'après N. Guermat et al. [12] la présence des pores dans le matériau peut l'utilisé comme couche sensible dans les capteurs d'humidité.

III.3.2. Série 2 : Variation de l'angle de contact en fonction de concentration de Zn

Les photos de la goutte d'eau sur des substrats en verre/SnO₂/%Zn pour différents concentrations de Zn (0%, 3%, 5%, 7% et 9%) mesurés dans une température ambiante sont illustrés dans la figure III.7.



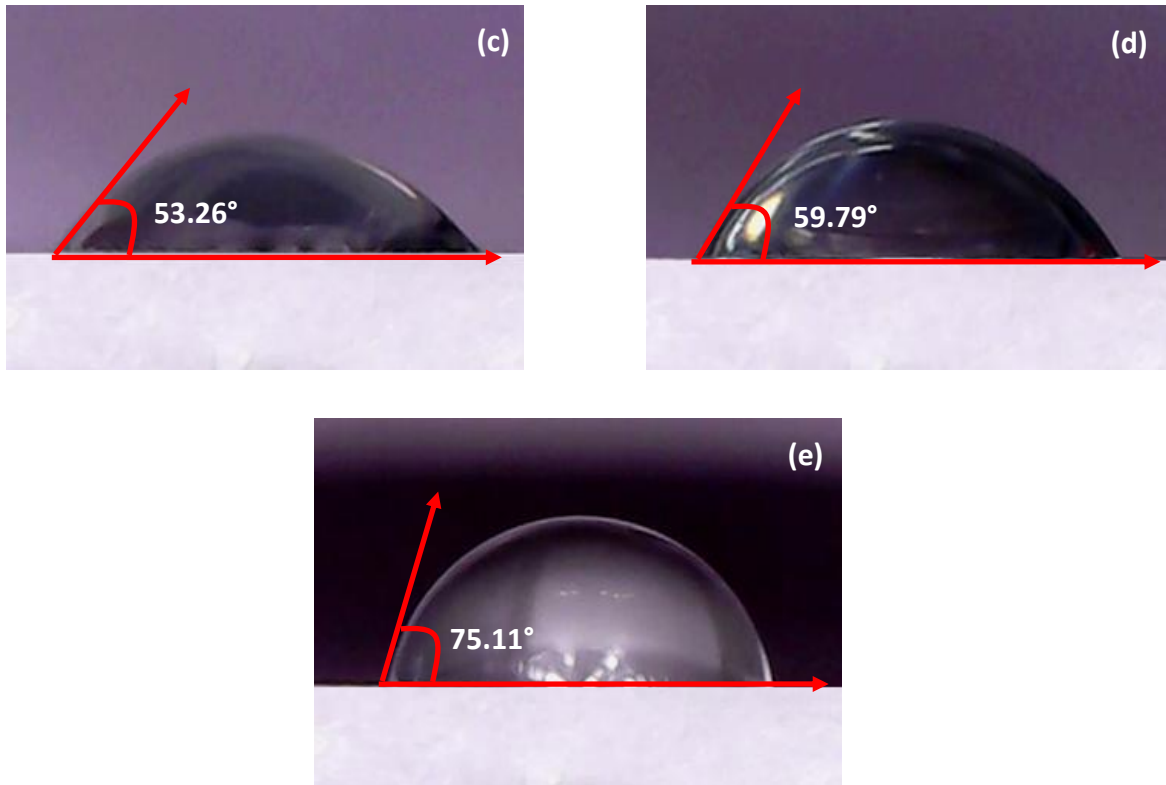


Figure III.7 : Image de l'angle de contact pour une couche mince de SnO₂ en fonction de Zinc.

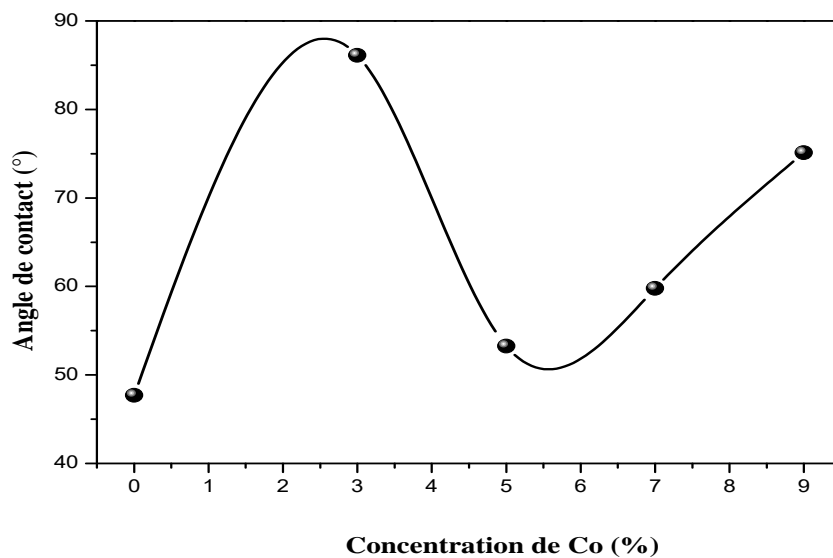


Figure III.8 : Variation de l'angle de contact pour une couche mince de SnO₂ en fonction de Zinc.

La figure III.8 montre l'évolution de l'angle de contact pour différents substrats verre/SnO₂/Zn en fonction de taux de concentration de zinc (0%, 3%, 5%, 7% et 9%).

D'après la figure précédente on constate une augmentation de l'angle de contact de 47.70° pour le substrat verre/SnO₂/0%Zn à 86.11° pour le substrat de verre/SnO₂/3%Zn, d'une part. D'autre part, on remarque aussi une diminution de l'angle de contact avec le substrat de verre/SnO₂/5%Zn d'une valeur de 53.26°. De plus, on constate aussi une autre augmentation de la valeur de l'angle de contact jusqu'à 75.11° pour le substrat verre/SnO₂/9%Zn. Ce comportement est du probablement à la morphologiques de la surface de SnO₂ non dopé et dopés zinc. Ce comportement est trouvé par d'autre auteurs [10, 13]. Suivant les travaux de N. Guermat et al. [13], cette variation de l'angle de contact est due à la rugosité de la couche en contact avec la goutte d'eau. Autrement dit, on remarque aussi que les valeurs trouvées de l'angle de contact pour les substrats de verre/SnO₂ non dopé et dopés zinc sont < 90°. Ce résultat confirme le caractère hydrophile des substrats utilisés.

Les valeurs du travail d'adhésion pour des gouttes d'eau en fonction de différents substrats verre/SnO₂/%Zn sont regroupés dans le tableau III.2.

Substrat	Angle de contact, (°)	Travail d'adhésion, (mJ.m ⁻²)
Verre/SnO ₂ /0%Zn	47.70	121.79
Verre/SnO ₂ /3%Zn	86.11	77.73
Verre/SnO ₂ /5%Zn	53.26	116.34
Verre/SnO ₂ /7%Zn	59.79	109.43
Verre/SnO ₂ /9%Zn	75.11	91.50

Tableau III.2 : Variation du travail d'adhésion en fonction de différents substrats.

On constate d'après le tableau III.2 on remarque une valeur élevée du travail d'adhésion de 121.79 mJ.m⁻² pour le substrat verre/SnO₂/0%Zn par rapport aux autres substrats. Ce comportement est du probablement à la facilité avec laquelle ce liquide ('goutte d'eau) va s'étaler sur la surface. Donc suivant les résultats obtenus le substrat de verre/SnO₂ non dopé (0%Zn) présente une meilleure mouillabilité.

L'explication dans les valeurs du travail d'adhésion (tableau III.2) est basé sur le fait que les tensions superficielles des phases liquide et solide interagissent l'une avec l'autre et que les conditions d'équilibre changent dans la mesure où des surfaces diminuent (entre phases solide / vapeur et phases liquide / vapeur). De plus, selon les travaux de N. Guermat et

al. [14] la présence ou la distribution des pores influe sur l'angle de contact est par conséquent sur le travail d'adhésion. Donc, on peut conclure que le substrat qui présente une valeur faible de l'angle de contact (valeur grande du travail d'adhésion) utilisé comme corps d'épreuve dans les capteurs de gaz et le substrat de la valeur grande de l'angle de contact (valeur faible du travail d'adhésion) utilisé comme électrode transparent dans les cellules solaire.

III.3.3. Série 3 : Variation de l'angle de contact en fonction de concentration de F

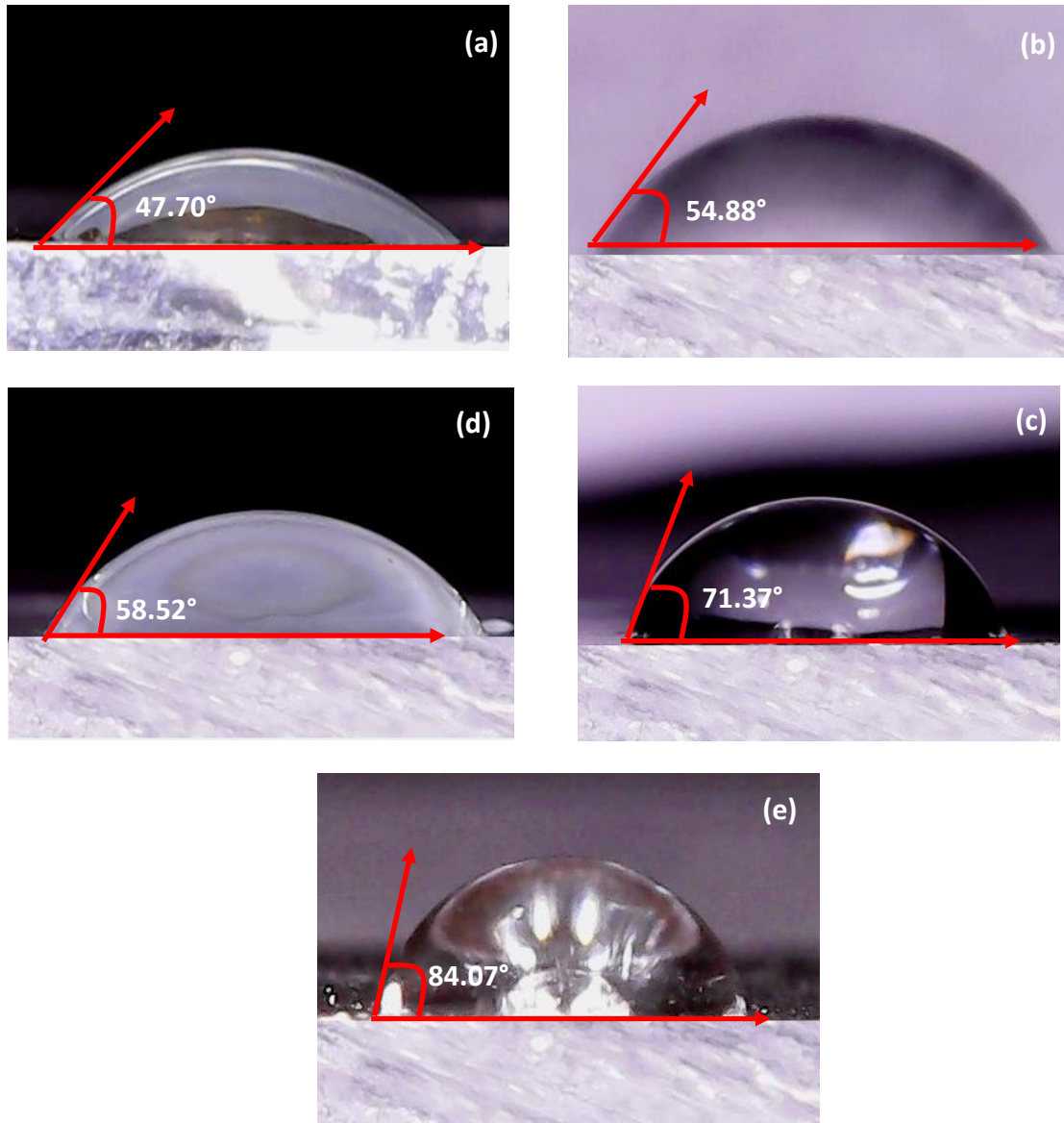


Figure III.9 : Image de l'angle de contact et des gouttes d'eau déposés sur des couches minces de SnO₂ dopées Fluor.

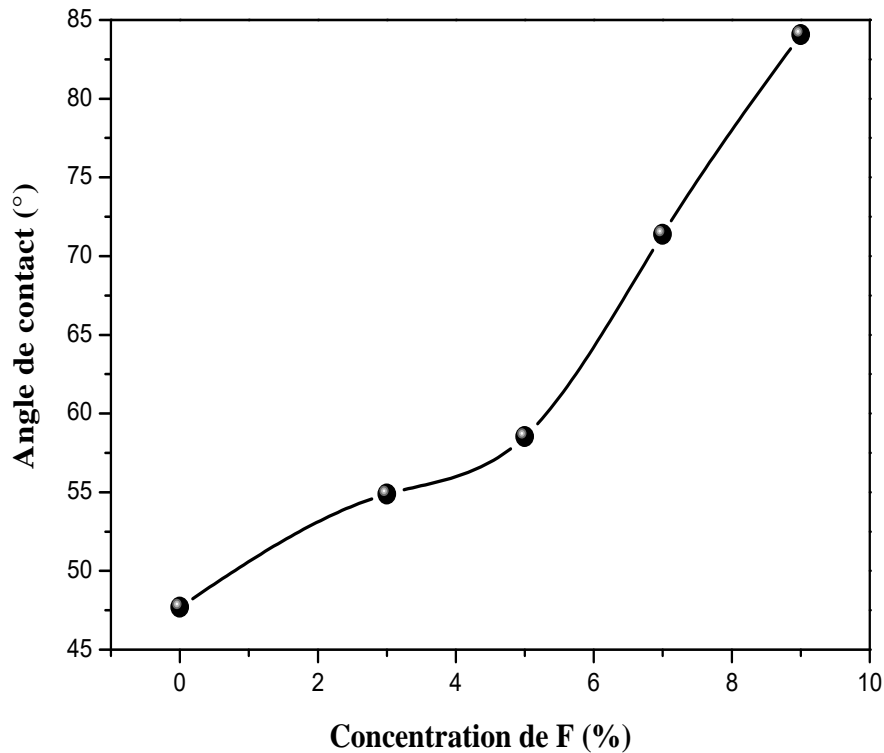


Figure III.10 : Evolution de l'angle de contact pour une couche mince de SnO₂ en fonction de Fluor.

L'évolution de l'angle de contact pour différents substrats verre/SnO₂/%F en fonction de dopés en Fluor de 0%, 3%, 5%, 7% et 9% est illustré dans la figure III.10. D'après cette figure, on remarque une croissance dans les valeurs de l'angle de contact de 47.70° jusqu'à 84.07° pour le substrat verre/SnO₂/0%F et verre/SnO₂/9%F respectivement. De plus, on remarque aussi que les valeurs obtenues de l'angle de contact sont inférieure à 90°. Ce résultat confirme le caractère hydrophile des films SnO₂ pour (0%F) et dopés %F. D'après la littérature ce comportement est du probablement à la distribution des pores et leur distribution sur la surface des films [15-19]. Autrement dit, ce comportement est du probablement à la nature des espèces réagissent avec la surface de nos films de type hydrophile qui sont responsables du caractère mouillant. De plus, cette variation de l'angle de contact en fonction de dopage est due probablement à la rugosité de la couche de SnO₂ non dopée et dopées [13].

Les valeurs du travail d'adhésion pour des gouttes d'eau en fonction de différents substrats verre/SnO₂/%Fluor sont données dans le tableau III.3.

Substrat	Angle de contact, (°)	Travail d'adhésion, (mJ.m ⁻²)
Verre/SnO ₂ /0%F	47.70	121.79
Verre/SnO ₂ /3%F	54.88	114.68
Verre/SnO ₂ /5%F	58.52	110.81
Verre/SnO ₂ /7%F	71.37	96.05
Verre/SnO ₂ /9%F	84.07	80.32

Tableau III.3 : Variation du travail d'adhésion en fonction de différents substrats.

D'après le tableau III.3 on remarque que les valeurs du travail d'adhésion sont entre 80.32 mJ.m⁻² et 121.79 mJ.m⁻², d'une part. D'autre part, la valeur maximum du travail d'adhésion est obtenu pour le substrat verre/SnO₂/0%F. Ce résultat confirme la bonne adhésion de film SnO₂ non dopé par rapport aux autres films dopés en Fluor. Ce comportement est du probablement à la présence des pores avec un grand diamètre et/ou à la distribution de ces pores sur la surface de notre film. Donc on peut conclure que la mouillabilité est liée fortement à la présence des pores (diamètre et/ou distribution). De plus, toujours suivant les résultats trouvés on peut l'utilisé le substrat verre/SnO₂ dopé 9%F comme électrode transparent dans les cellules solaire en couche mince et le substrat verre/SnO₂/0%F comme couche sensible dans les capteurs de gaz. Finalement on peut aussi conclure que le Fluor est une grande influence sur les propriétés morphologiques de SnO₂ par rapport aux dopants Nickel et Zinc qui sont utilisé dans cette étude.

III.4. Conclusion

Dans ce chapitre nous avons présenté les résultats obtenus de l'angle de contact sur différentes substrat verre/SnO₂ non dopé et SnO₂ dopés Nickel, Zinc et Fluor. Les résultats obtenus d'après cette étude montrent le caractère hydrophile avec des valeurs inférieures à 90° pour tous les substrats. On a trouvé aussi que le Fluor est une grande influence par rapport aux autres dopants.

Conclusion générale

Le but de notre travail est la réalisation d'un dispositif de mesure de l'angle de contact piloté par PC. La réalisation de ce dispositif nous a permis d'apprendre et d'aborder différents sujets et de se familiariser avec l'outillage nécessaire utilisé dans les laboratoires de l'électronique ainsi que l'outil informatique (conception, simulation et commande). Ce travail comporte deux parties essentielles :

- ✚ Le premier objectif était de réaliser une commande de deux moteurs pas à pas de type NEMA 17 à base d'une carte d'interface d'arduino piloté par PC ;
- ✚ Le second objectif consistait à mesurer l'angle de contact statique après 5 s à partir de Labview.

Autrement dit, réaliser de plateau porte échantillon et un posse seringue pour avoir une goutte d'eau d'un volume de 5 μl fixe et stable.

Enfin, ce travail nous a donné la possibilité d'améliorer nos connaissances théoriques et pratiques, bien que les résultats de nos expériences sont remarquables.

D'après les résultats expérimentales obtenus pour différentes substrats verre/ SnO_2 en fonction de dopage (Ni, Zn et F). La caractéristique morphologiques à partir de nos dispositifs de l'angle de contact sur les différents substrats confirme le caractère hydrophile ($< 90^\circ$). De plus, le substrat fabriqué à base de verre/ SnO_2 en fonction de F montre une grande influence de l'angle de contact (mouillabilité) par rapport aux autres substrats utilisés dans ce travail.

Comme perspectives, nous pouvons proposer la continuité des études sur l'angle de contact par l'amélioration de ce dispositif par l'augmentation de la précision et le calcul de l'angle de contact en régime dynamique pour le rendre plus efficace et utilisable dans le domaine de recherche.

Bibliographies

- [1] Nadia HOURI, “Mise en oeuvre d’une cellule solaire de type Grätzel à partir de l’optimisation des couches minces:TiO₂, SnO₂, ZnO et du colorant”, Mémoire de Magister, Université d’Oran des sciences et de la technologie (USTO), 2014.
- [2] Hocine SEFARDJELLA, “Propriétés opto-électriques des films minces du dioxyde d’étain”, Thèse de Doctorat, Université 20 aout 1955- Skikda, 2015.
- [3] Chourouk NASSIRI, “Contribution à l’étude des propriétés structurales, optiques et électriques des couches minces de dioxyde d’étain (SnO₂) dopé (Fer, Antimoine, Fluor)”, Thèse de Doctorat, Université Mohammed V-Rabat, 2017.
- [4] Cyril TROPIS, “Analyse et Optimisation des performances d’un capteur de gaz à base de SnO₂ nanoparticulaire : Application à la détection de CO et CO₂”, Thèse de Doctorat, Université Toulouse III - Paul Sabatier, 2009.
- [5]<https://www.diplomatie.gouv.fr/fr/politique-etrangere-de-la-france/diplomatie-scientifique-et-universitaire/veille-scientifique-et-technologique/allemande/article/nouveau-type-de-cellule-photovoltaique-en-tandem-silicium-perovskite>
- [6][https://www.google.com/search?q=\)09+image+Piles+au+lithium++%C3%A0+base+de+SnO2+&tbm=isch&ved=2ahUKEwjW76-0oYrxAhUI-YUKHQzRAR0Q2-cCegQIABAA&oq=\)09+image+Piles+au+lithium++%C3%A0+base+de+SnO2+&gs_lcp=CgNpbWcQA1CI2ANYIYgEYJGMBGgBcAB4AIABowKIAAYANkgEFMC43LjKYAQCgAQGqAQtd3Mtd2l6LWltZ8ABAQ&scient=img&ei=8IzAYNa3C6XylwSMofoAQ&bih=545&biw=1242#imgrc=Mleu7Apnl-EAPM](https://www.google.com/search?q=)09+image+Piles+au+lithium++%C3%A0+base+de+SnO2+&tbm=isch&ved=2ahUKEwjW76-0oYrxAhUI-YUKHQzRAR0Q2-cCegQIABAA&oq=)09+image+Piles+au+lithium++%C3%A0+base+de+SnO2+&gs_lcp=CgNpbWcQA1CI2ANYIYgEYJGMBGgBcAB4AIABowKIAAYANkgEFMC43LjKYAQCgAQGqAQtd3Mtd2l6LWltZ8ABAQ&scient=img&ei=8IzAYNa3C6XylwSMofoAQ&bih=545&biw=1242#imgrc=Mleu7Apnl-EAPM)
- [7] MEDJNOUN kahina, “Etude des propriétés de surface des TCO par microscopie à champ proche”, mémoire de Magister, Université Mouloud MAMMERI Tizi Ouzou, 2009.
- [8] S. Ebrahimi-Koodehi, F. E. Ghodsi and J. Mazloom, “Optical, electrical, and electrochemical behavior of p-type nanostructured SnO₂:Ni (NTO) thin films”, 2018.
- [9] J. Henry, K. Mohanraj, G. Sivakumar and S. Umamaheswari, Spectrochim. Acta. A: Mol.Biomol. Spectrosc., vol. 143, pp. 172, 2015.
- [10] Noubel Guermat, Warda Daranf, Kamel Mirouh, “Extended Wide Band Gap Amorphous ZnO Thin Films Deposited by Spray Pyrolysis”, Annales de Chimie - Science des Matériaux, Vol. 44, N°. 05, pp. 347 – 352, 2020.

- [11] Mehdi Khalfallah, Noubel Guermat, Warda Daranfed, Nadir Bouarissa, Haddi Bakhti, “Hydrophilic nickel doped porous SnO₂ thin films prepared by spray pyrolysis”, *Physica Scripta*, Vol. 95, N°. 09, pp. 095805, 2020.
- [12] N. Guermat, A. Bellel, S. Sahli, Y. Segui, P. Raynaud, “Thin plasma-polymerized layers of hexamethyldisiloxane for humidity sensor development”, *Thin Solid Films*, 517, pp. 4455-4460, 2009.
- [13] Noubel Guermat, “Elaboration and Characterization of Thin Water Molecule Sensitive Layers Deposited from Hexamethyldisiloxane”, *Atiner Conference Paper Series No: IND2016-1999*, pp. 01-13, 2016.
- [14] Noubel Guermat, “Elaboration and Modeling of Water Molecule Sensitive Layers Deposited From Hexamethyldisiloxane”, *Advanced Structured Materials*, Vol. 33, pp. 315-324, 2017.
- [15] Noubel Guermat, Azzedine Bellel, Salah Sahli, Yvan Segui and Patrice Raynaud, “Plasma Polymerization of Hexamethyldisiloxane and Tetraethoxysilane Thin Films for Humidity Sensing Application”, *Defect and Diffusion Forum*, Vol. 354, pp. 41-47, 2014.
- [16] Noubel Guermat, Azzedine Bellel, Salah Sahli and Patrice Raynaud, “Electrical Characterization and Modeling of Hexamethyldisiloxane Thin Film Humidity Sensors”, *Journal of Chemical Science and Technology (JCST)*, Vol. 03, pp. 13-17, 2014.
- [17] N. GUERMAT, A. BELLEL, S. SAHLI, Y. SEGUI and P. RAYNAUD, “Humidity Sensing and Electrical Properties of HMDSO Plasma Thin Film”, *Journal of New Technology and Materials (JNTM)*, Vol. 02, pp. 25-28, 2012.
- [18] N. GUERMAT, A. BELLEL, S. SAHLI, Y. SEGUI, P. RAYNAUD, “Electrical and structural characterisation of plasma-polymerized TEOS thin films as humidity sensors”, *Marocan Journal of Condensed Matter (MJCM)*, Vol. 12, pp. 208-212 2010.
- [19] N. GUERMAT, A. BELLEL, S. SAHLI, Y. SEGUI, P. RAYNAUD, “Water molecule sensitive layers deposited from hexamethyldisiloxane/oxygen mixture at low temperature”, *Materials Science Forum*, Vol. 609, pp. 69-73, 2009.