

Université de Blida
Facultés des Sciences Exactes

Pour obtenir
LE GRADE DE MAGISTER
SPECIALITE: PHYSIQUE APPLIQUEE
OPTION: Matériaux et Composants

PAR

Lakhdar GACEM

Etude de la thermique et de l'automatisation d'un four Czochralski
de croissance cristalline, et son application à l'élaboration de
monocristaux de KCl purs et dopés

Soutenu le 09 Juin 2001

Devant le jury composé de Messieurs:

M. SIDOUMOU	Maître de Conférence	Univ. Blida	Président
D. OUADJAOUT	Maître de Recherche	UDTS	Rapporteur
A. AMRANI	Maître de Conférence	Univ. Blida	Examineur
A. NASRI	Chargé de Cours	Centre Univ. Djelfa	Examineur

Université de Blida
Facultés des Sciences Exactes

Pour obtenir
LE GRADE DE MAGISTER
SPECIALITE: PHYSIQUE APPLIQUEE
OPTION: Matériaux et Composants
PAR
Lakhdar GACEM

Etude de la thermique et de l'automatisation d'un four Czochralski
de croissance cristalline, et son application à l'élaboration de
monocristaux de KCl purs et dopés

Soutenu le 09 JUIN 2001

Devant le jury composé de Messieurs:

M. SIDOUMOU	Maître de Conférence	Univ. Blida	Président
D. OUADJAOUT	Maître de Recherche	UDTS	Rapporteur
A. AMRANI	Maître de Conférence	Univ. Blida	Examineur
A. NASRI	Chargé de Cours	Centre Univ. Djelfa	Examineur

Remerciements

Ce travail a été réalisé à l'Unité de Développement de la Technologie du Silicium (UDTS) au sein de l'équipe de Recherche : " Croissance Cristalline des Semi-conducteurs".

Je tiens, en premier lieu, à exprimer toute ma reconnaissance à Monsieur **D. Ouadjaout**, Maître de Recherche et Chef de l'équipe: " Croissance Cristalline des Semi-conducteurs", d'avoir bien voulu accepter d'encadrer ce travail, pour l'aide qu'ils m'a apportée tout au long de ce travail et pour la rédaction de ce mémoire. En suivant pas à pas le développement de cette étude, ils m'a fait profiter de ses compétences scientifiques et techniques. Je tiens à le remercier pour sa disponibilité, ses conseils et ses encouragements.

J'adresse mes sincères remerciements à Messieurs R. Hedjar , A. Nasri et A. Boutaous enseignants aux Centre Universitaire de Djelfa, pour leur aide précieuse technique, scientifique, ainsi que dans la programmation et la rédaction de ce mémoire.

J'adresse mes remerciement les plus distingués à Monsieur M. Sidoumou, Directeur de la post-graduation de la facultés des sciences exactes de L'Université de Blida, de m'avoir fait l'honneur de s'intéresser à mon travail et de présider le Jury.

Je remercie vivement Monsieur, A. Amrani , Maître de conférence de L'Université de Blida , d'avoir bien voulu participer au jury.

J'exprime toute ma gratitude à Messieurs H. Boulmerka , H. Rahab H. Idir et Omar, attachés de Recherche à l'UDTS pour leur aide au long de ce mon travail .

Je suis reconnaissant à Monsieur Y. Marfaing de m'avoir permis de faire un stage au Laboratoire des Physique des Solides et de Cristallogénèse (LPSC) sur la croissance massive et les techniques de caractérisation de semi-conducteurs.

Remerciements

Ces deux années passées dans l'équipe Croissance Cristalline des Semi-conducteurs de l'UDTS m'auront permis, d'une part d'acquérir des connaissances dans divers domaines, d'autre part d'évoluer au sein d'une équipe où règne une ambiance chaleureuse et dont j'ai apprécié le sérieux de l'encadrement.

Résumé

Ce travail présente les concepts de base mis en œuvre dans le système de commande appliqué à la technique Czochralski. Cette technique est utilisée pour élaborer des monocristaux obtenus en mettant en contact un bain liquide avec un germe monocristallin préalablement orienté provoquant ainsi une solidification orientée. A cet effet, on doit contrôler précisément le gradient de température du four et la vitesse de tirage du lingot. En premier, on détermine le modèle du four et celui du moteur décrivant le mieux possible le comportement dynamique du système. Ensuite un régulateur numérique PID permet d'obtenir rapidement les résultats souhaités en utilisant un logiciel approprié.

Enfin on s'intéresse à élaboration de matériaux monocristallins utilisés pour des applications en optoélectronique. Des techniques de caractérisation (RX, Photoluminescence,...) sont utilisées pour déterminer leurs propriétés physiques.

Abstract

This work presents the basic concepts, used in the control system applied to the Czochralski technique. This technique is used to grow monocrystals obtained from the contact of a melted material with a seed monocrystal, leading to an oriented solidification. In this contest we must control the temperature gradient of the furnace as well as the pulling speed of the growing crystal. First, we determine the furnace model and that of the engine which fits better the dynamic behaviour of the system; then numerical PID regulator allows to fastly application the needed result using an appropriate package.

Last we are interested to optimizing the growing condition of some monocrystalline materials used in optoelectronic application. Some characterization technics (RX, Photoluminescence,...) are used to determine the physical properties.

Sommaire

Introduction générale	1
------------------------------------	---

Chapitre I Les Méthodes de Croissance de Monocristal

1.1 Introduction.....	3
1.2 Les Principales Méthodes de Croissance Cristalline.....	4
1.3 Croissance cristalline à partir de la phase liquide.....	5
1.4 les différentes techniques de croissance à partir d'un bain fondu.....	5
1.4.1 Technique de Bridgman.....	5
1.4.2 Technique de la zone fondue flottante (FZ).....	6
1.4.3 Méthode de l'échangeur thermique (HEM).....	7
1.4.4 Méthode de tirage ou Czochralski.....	8
1.5 Mécanisme de transferts thermiques dans la technique CZ.....	11
1.6 Phases de croissance d'un lingot tiré par la technique CZ.....	12

Chapitre II La théorie approchée de transfert de la chaleur

2.1 Introduction.....	15
2.2 L'équation générale de la conduction de chaleur.....	16
2.3 L'équation de conduction de la chaleur en coordonnée cylindrique.....	21
2.4 Conclusion.....	21

Chapitre III Régulation de la vitesse des moteurs

3.1 Introduction.....	22
3.2 Dispositif de tirage des monocristaux.....	23
3.3 Schéma de l'appareillage.....	23
3.3.1 Mouvement de translation.....	23
3.3.2 Mouvement de rotation.....	24

3.5 les systèmes d'identification.....	28
3.5.1 L'identification par corrélation.....	28
3.5.2 Les méthodes d'identification.....	31
3.5.2.1 Identification du moteur par corrélation.....	32
3.5.2.2 La théorie d'identification.....	34
3.5.2.3 Identification expérimentale du moteur.....	36
3.5.3 Régulateur PID.....	37
3.6 Conclusion.....	39

Chapitre IV Commande du four

4.1 Introduction.....	40
4.2 Présentation du four.....	40
4.3 Le système de régulation du four.....	41
4.3.1 Equipement du four.....	41
4.3.2 L'outil de contrôle.....	42
4.3.3 Le système d'échauffement du four.....	43
4.3.4 Le système de régulation de la température.....	44
4.3.5 Le système de mesure.....	45
4.3.6 Le four.....	46
4.4 Position du problème.....	46
4.5 Quelques définitions.....	46
4.6 Le modèle du four.....	48
4.7 Système d'identification.....	47
4.7.1 Identification par corrélation.....	50
4.7.2 Identification expérimentale.....	51
4.7.3 Régulateur PID.....	52
4.8 Conclusion.....	53

Chapitre V Elaboration et caractérisation de monocristaux

5.1 Introduction.....	54
5.2 Procédé technologique d'élaboration de monocristaux de KCl	55
5.3 Clivage et polissage des monocristaux de KCl	58
5.4 Premières analyses sur les monocristaux obtenus.....	59

Conclusion générale	62
----------------------------------	----

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

Annexes

Introduction générale

Introduction générale

Les halogénures d'alcalins sont des matériaux utilisés sous forme de monocristal comme substrats pour la micro-électronique et l'optoélectronique où leurs propriétés particulières sont exploitées. Les cristaux de KCl sont élaborés par la technique Czochralski (CZ) afin d'obtenir un matériau parfait. Il en résulte une grande complexité des machines de croissance et des procédés d'élaboration. Cette complexité intervient en particulier au niveau de la conception mécanique (organes de translation) des machines de croissance et au niveau du contrôle de la température du four.

L'amélioration de la qualité du matériau nécessite une évolution des techniques d'élaboration. En ce qui concerne la méthode Czochralski on doit contrôler essentiellement la vitesse de tirage et la température du four d'une manière précise.

Nous avons entrepris de développer un logiciel de commande du procédé CZ en vue d'automatiser le système et rendre le procédé reproductible en se focalisant sur l'automatisation et le contrôle de la température du four et de la vitesse de tirage. Afin de compléter un travail précédemment [1], entrepris sur la technique CZ au Laboratoire de Croissance de Cristalline des Semi-conducteurs, où le tirage était auparavant accompli manuellement.

Le premier chapitre est consacré à la comparaison des diverses méthodes de croissance à partir de la phase liquide.

L'étude du modèle mathématique fait l'objet du deuxième chapitre. Elle comporte la théorie de transfert de chaleur à savoir: la conduction, la convection et le rayonnement pour déterminer la fonction de transfert du four.

Le troisième chapitre est consacré à l'étude des organes de tirage du cristal dans le four CZ. Cette étude est effectuée en contrôlant la vitesse de translation et de rotation par l'application d'un régulateur PID numérique.

La caractérisation thermique du four CZ est présentée au quatrième chapitre. Ce dernier est composé de deux parties. La première partie concerne l'identification de la fonction de transfert du four à l'aide du logiciel de simulation "MatLab". La deuxième partie est consacrée au régulateur de température du four par un PID numérique.

Le cinquième chapitre décrit la méthodologie utilisée dans l'élaboration de monocristaux de KCl de différentes tailles. Quelques caractérisations physiques des lingots de KCl obtenus sont enfin présentées.

En dernier lieu, nous présenterons une conclusion générale de notre travail.

Chapitre I

Les Méthodes de Croissance de Monocristal

Les méthodes de croissance de monocristal

1.1 Introduction

Les études sur la croissance des cristaux ont pris une place significative dans la science des matériaux contemporaine avec la découverte du transistor en 1948 et l'émergence d'une technologie révolutionnaire d'électronique à l'état solide (qui dépend directement de la technologie des monocristaux). Dès lors, diverses techniques de croissance cristalline ont été développées afin de subvenir aux besoins de la recherche fondamentale et de la recherche appliquée [2].

Après une brève description des différentes techniques existantes, classées suivant les phases en présence lors de la croissance, nous avons porté l'accent sur les méthodes mettant en jeu l'équilibre solide/liquide (Bridgman, Czochralski, Kyropoulos, et Fusion de zone). Une des difficultés rencontrées dans la préparation d'une expérience de croissance cristalline réside dans le choix de la technique la plus appropriée ; or ce choix s'effectue d'autant plus facilement que l'on connaît mieux les propriétés physiques, chimiques, et thermodynamiques du matériaux à élaborer.

La méthode de Czochralski, sur laquelle se base l'ensemble de ce travail, est présentée à travers son principe, son historique et un recensement des matériaux qu'elle a produit jusqu'à présent. L'intérêt de cette technique est démontré par une présentation de ses avantages.

Toute croissance cristalline, simple dans le principe, est rendue complexe par de nombreux paramètres interdépendants, et parfois incontrôlables, qui sont à l'origine d'imperfections dans le cristal élaboré. Nous avons donc pris en compte quelque uns de ces phénomènes dans le but de montrer comment leur maîtrise peut



contribuer à un contrôle de la perfection cristalline, de l'orientation et de la taille des cristaux.

Les étapes répétées d'une caractérisation poussée des cristaux, puis l'utilisation de l'information résultante pour améliorer les conditions de croissance, sont le travail quotidien de celui qui entreprend pendant des mois, voire plutôt des années, l'optimisation d'une croissance cristalline jusqu'à obtenir le cristal qu'il considère comme parfait.

1.2 Les principales méthodes de croissance cristalline

Qu'est-ce qu'un cristal?

C'est un solide, limité naturellement par des faces planes, formé par la répétition périodique, dans les trois directions dans l'espace, d'un même ensemble de constituants (atomes, ions, molécules). Dans un cristal idéal, l'environnement de chaque atome est exactement identique à celui de tout atome similaire. Les cristaux réels ne sont jamais parfaits et contiennent toujours quelques, voire beaucoup, de défauts et impuretés.

Des nombreuses méthodes, plus ou moins faciles à mettre en œuvre, existent pour faire croître les cristaux. Elles peuvent cependant être regroupées en quatre grandes familles, selon le type d'équilibre mis en jeu entre une phase solide et une phase fluide (liquide ou gaz), susceptible d'être le siège de réactions physiques ou chimiques, et de mouvements hydrodynamiques:

- i) Les méthodes de croissance à partir de la phase liquide (solidification)
- ii) Les méthodes de croissance à partir d'une solution
- iii) La croissance cristalline en phase solide
- iv) La croissance cristalline à partir de la phase vapeur

Un tour d'horizon de l'utilisation des méthodes de croissance révèle que près de 80% des cristaux sont produits par solidification, contre environ 7% à partir de la vapeur, 12% par précipitation d'une solution (à haute et basse température, voir en milieu hydrothermal) et enfin 3% dans l'état solide [3].

1.3 Croissance cristalline à partir de la phase liquide

Si une substance a un point de fusion net comme dans le cas des substances élémentaires pures et des composés présentant une fusion congruente la cristallisation peut être réalisée en procédant à la fusion du solide polycristallin, puis à un abaissement graduel de la température du liquide en dessous de la température de fusion. Ce type de processus conduit généralement à une masse polycristalline. Cependant, en prenant des précautions particulières, la croissance d'un monocristal peut être favorisée. Les méthodes mettant en jeu ce type de processus peuvent être classées en trois groupes, selon que la fusion et la solidification ont lieu ou non dans un creuset. La technique Czochralski faisant partie de cette famille.

1.4 Les différentes techniques de croissance à partir d'un bain fondu

1.4.1 Technique de Bridgman

Elle a été inventée par Bridgman en 1925 pour la croissance des cristaux métalliques. Par la suite, Stockbarger l'a étendue pour la croissance des cristaux d'halogénures alcalins [4,5].

Le principe de la méthode de Bridgman consiste à faire établir un gradient de température approprié dans un four tubulaire monté verticalement (ou horizontalement). La poudre du matériau à cristalliser est contenue dans un creuset en forme d'ampoule, dont l'une des extrémités est usinée en forme de cône (Fig. 1.1). La cristallisation du matériau commence à partir du sommet du cône et l'interface solide - liquide avance par déplacement du creuset le long du four.

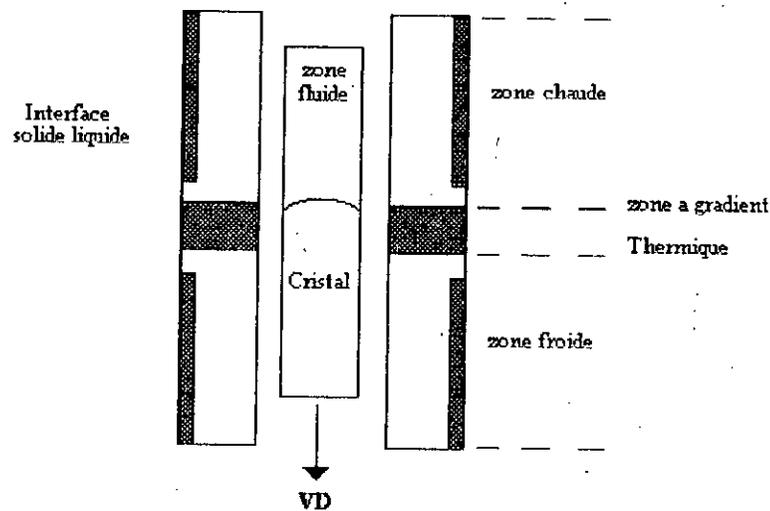


Fig. 1.1: Représentation schématique du procédé Bridgman

La croissance non orientée des cristaux, les contraintes extrêmes exercées par le creuset tubulaire sur les cristaux et la vitesse relativement lente de cette méthode sont quelques uns des inconvénients qui caractérisent la méthode Bridgman.

1.4.2 Technique de la zone fondue flottante (FZ)

Elle a été inventée en 1953 pour la purification du silicium [6,7]. Dans la méthode de la zone fondue flottante, un barreau polycristallin est chauffé localement, créant ainsi une zone fondue maintenue entre les deux parties solides par les forces de tension superficielle (voir Fig. 1.2). Si de surcroît une de ces parties solides est un monocristal, un déplacement du barreau par rapport au système de chauffage conduira à la croissance de celui-ci. L'inconvénient de ce procédé réside dans la difficulté à maintenir une zone stable pour le tirage de cristaux de grande taille.

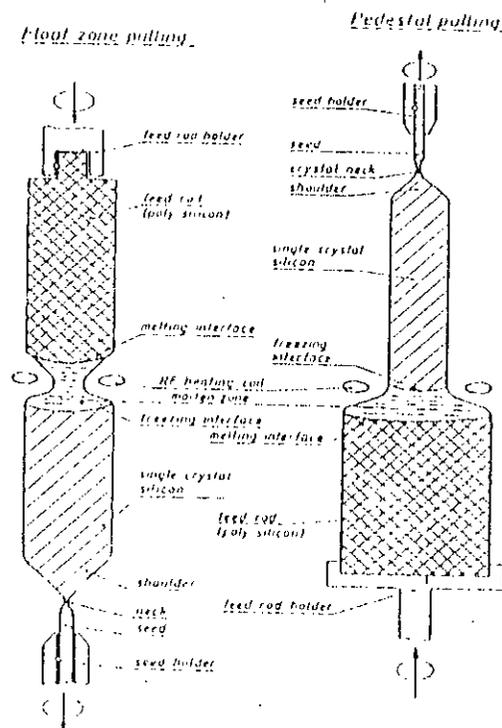


Fig. 1.2: Représentation schématique des procédés Fusion de zone et tirage sur piédestal

1.4.3 Méthode de l'échangeur thermique (HEM)

La méthode HEM, développée par Crystal Systems Company aux Etats-Unis [8,9], est un procédé de croissance en creuset vertical d'un monocristal à partir de la phase liquide. Elle consiste à fondre le matériau à cristalliser dans un creuset, puis à effectuer une solidification dirigée, en contrôlant le gradient de température. Le contrôle s'effectue en imposant un refroidissement à l'aide d'un échangeur de chaleur (fluide caloporteur: Hélium gazeux) placé sous le creuset.

Le germe, placé au fond du creuset, est en contact thermique avec l'échangeur de chaleur. Par un contrôle convenable de la température du four et de celle de

l'échangeur, la charge polycristalline et les bords du germe sont portés au-dessus du point de fusion (Fig.1.3). La croissance du cristal à partir du liquide est assurée par l'échangeur de chaleur, refroidi par un fluide bon conducteur thermique [2].

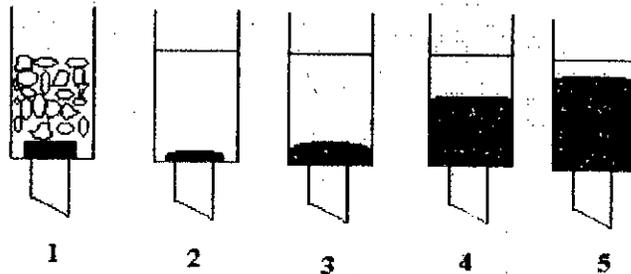


Fig. 1.3: Schéma du principe de la méthode HEM

- 1) Matériau de départ et germe avant la fusion.
- 2) Fusion de la charge et des bords du germe.
- 3) Développement du germe au détriment du liquide.
- 4) La chaleur est extraite par l'échangeur.
- 5) Solidification complète du cristal.

1.4.4 Méthode de tirage ou Czochralski (CZ)

Le tirage des cristaux à partir des leurs bains fondus est une méthode de croissance courante, en particulier grâce à la rapidité on peut obtenir de gros cristaux, de bonne qualité. La plus couramment utilisée est la méthode de Czochralski (1918) [10].

Un germe monocristallin orienté, en constante rotation sur lui-même, est plongé dans un bain fondu dont la composition est celle du matériau à synthétiser. Une fois la croissance amorcée, le germe est progressivement tiré vers le haut avec une vitesse qui permet de conserver un équilibre entre les différents échanges

thermiques (Fig. 1.4). Actuellement, le contrôle des paramètres permettant de conduire le four n'est généralement plus laissé à un opérateur, mais automatisé. En gros, une centaine de paramètres doivent être fixés et régulés depuis la mise en route du four jusqu'à la fin de la croissance. Le processus étant hautement non-linéaire et tous les paramètres étant couplés, il est nécessaire de mettre au point expérimentalement une "recette" pour la conduite de la croissance, ce qui exige parfois des mois d'essais. Tout changement dans la géométrie du four ou dans une des conditions opératoires rend la détermination d'une nouvelle recette obligatoire. A ce titre, la modélisation apparaît comme un outil précieux par sa possibilité de tester rapidement l'effet de différents paramètres et solutions techniques, et participe ainsi à la réduction du coût et du temps des expériences [11]. Un outil numérique permettant de prédire le champs de température a été conçu au laboratoire, en vue d'optimiser la technique de croissance Czochralski [12,13].

La technique Kyropoulos (1926) utilise la géométrie Czochralski mais la croissance s'effectue sur un germe en rotation en abaissant lentement la température du bain au lieu de retirer le germe (Fig. 1.5). La qualité du cristal dépend fortement du contrôle du programme de refroidissement. La technique a essentiellement été utilisée pour la croissance de cristaux d'halogénures alcalins et d'oxydes. Cependant, des problèmes de contrôle de la forme du cristal et de chocs thermiques lorsque le cristal est retiré du bain rendent cette technique moins intéressante.

La méthode de tirage sur piédestal est une autre variante qui dérive de la méthode de la zone flottante. Un bain fondu est formé sur le haut du barreau polycristallin et le germe est plongé dans ce bain (voir Fig. 1.2). La croissance a alors lieu comme dans la technique Czochralski. Les vitesses de translation du germe et du barreau par rapport au chauffage sont ajustées pour avoir un rapport correct entre les sections du cristal et du barreau.

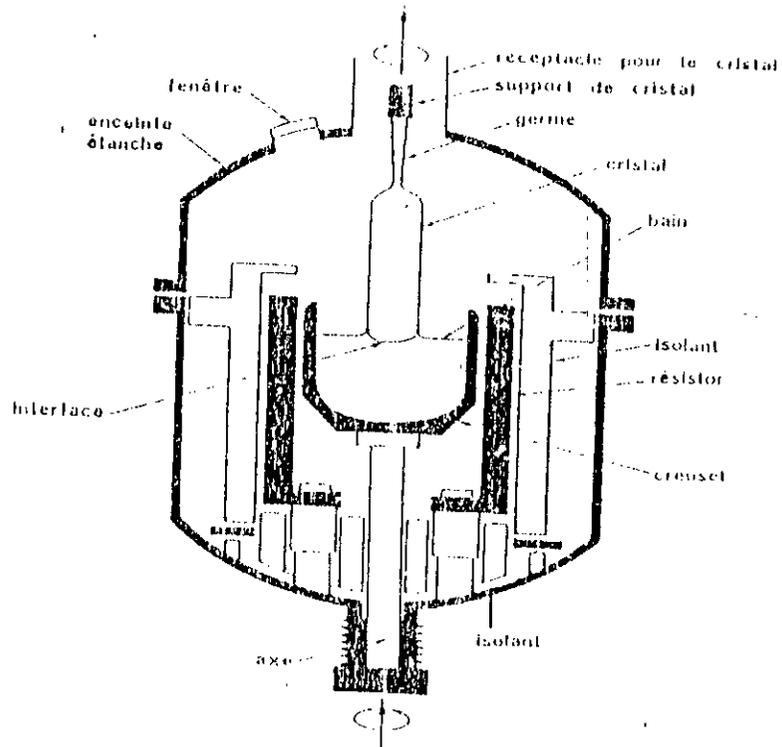


Fig. 1.4: Schéma d'un four Czochralski

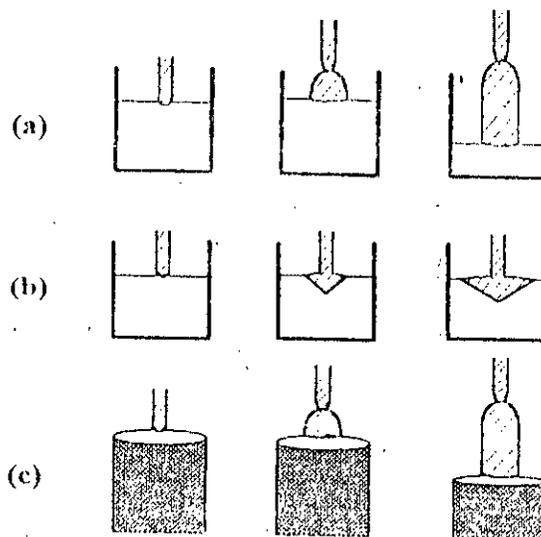


Fig. 1.5: Comparaison entre certaines Méthodes de croissance à partir de la phase liquide.

- a) La méthode Czochralski
- b) La méthode Kyropoulos
- c) La méthode sur piédestal

1.5 Mécanisme de transferts thermiques dans la technique CZ

Le four Czochralski de croissance cristalline est un exemple édifiant où l'on rencontre à la fois les trois mécanismes fondamentaux de transfert de chaleur, à savoir: la conduction, la convection et le rayonnement. L'obtention d'un bon cristal étant tributaire de conductions thermiques optimales, les différents mécanismes de transferts de chaleur entre le bain et le cristal en cours de croissance y jouent un rôle capital. Ces mécanismes sont (Fig. 1.6):

- 1) Transfert de chaleur par rayonnement à partir des éléments chauffants.
- 2) Transfert de chaleur dans le bain (melt) par convection et conduction.
- 3) Transfert de chaleur par conduction à travers l'interface solide-liquide.
- 4) Transfert de chaleur par flux thermique associé à la chaleur latente de solidification libérée durant le changement de phase liquide-solide.
- 5) Transfert de chaleur par conduction dans le cristal.
- 6) Echange de chaleur par convection entre le cristal et le gaz ambiant (par ex. de l'Argon).
- 7) Perte de chaleur par rayonnement à l'interface melt-gaz.
- 8) Perte de chaleur par rayonnement à l'interface cristal-gaz.

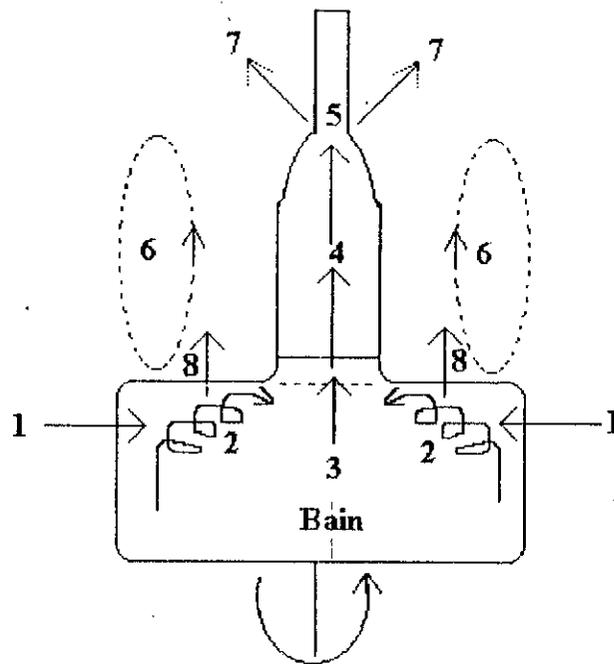


Fig. 1.6 Mécanismes fondamentaux de transfert de chaleur dans la méthode Czochralski

1.6 Phases de croissance d'un lingot tiré par la technique CZ.

Les différentes phases de croissance d'un lingot élaboré par la technique Czochralski sont illustrées sur la Fig. 1.7.

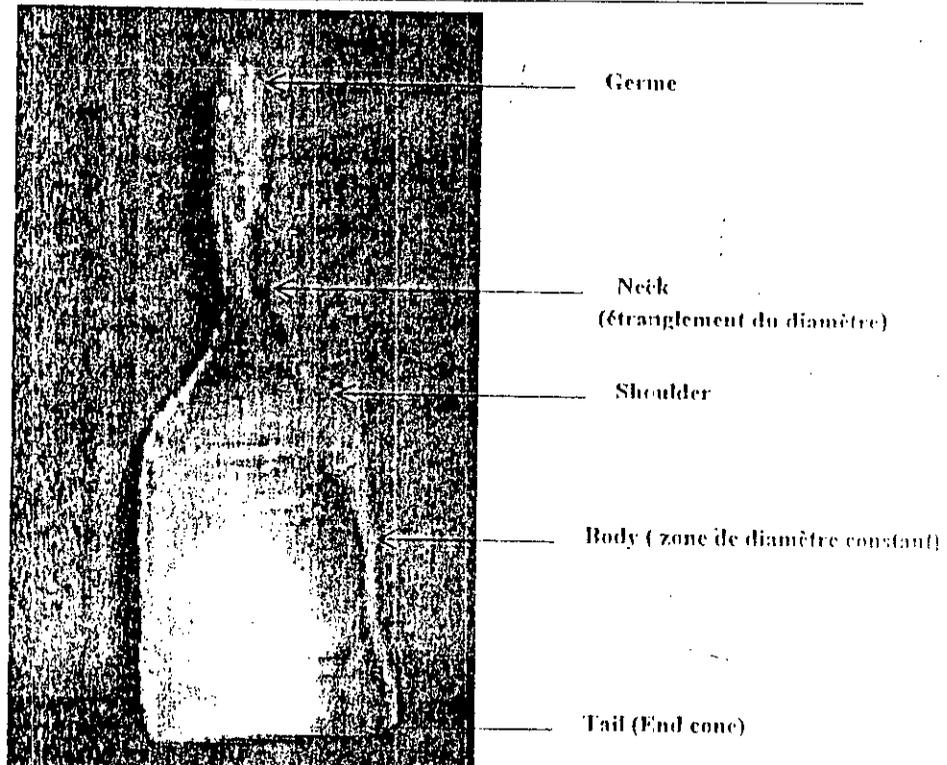


Fig. 1. 7 Phases de croissance d'un lingot tiré par la technique CZ

Procédure du "Necking" (Dash 1958)

Cette technique est utilisée pour obtenir des monocristaux sans dislocations. Elle repose sur la technique suivant:

La formation de dislocations dans un cristal exempt de dislocations est plus difficile à réaliser que leur multiplication dans un cristal déjà disloqué. Pratiquement on commence la croissance en faisant un cristal de très faible diamètre (1 mm environ). Les dislocations, générées par le choc thermique dû au contact du germe avec le bain chaud, vont alors s'évacuer du cristal. De plus, le diamètre de cet étranglement (neck) étant petit, les contraintes thermiques y sont faibles et donc insuffisantes pour générer de nouvelles dislocations. A l'extrémité de ce "neck", on dispose donc en principe d'un cristal de 1 mm de diamètre, exempt de dislocations (Fig. 1.8).

La nucléation de dislocations dans un cristal non disloqué nécessitant des contraintes supérieures à celles qu'on aurait à fournir dans un cristal non disloqué, on peut espérer augmenter le diamètre du lingot sans voir apparaître de nouvelles dislocations.

Cette technique, rapportée pour la première fois par W.C. Dash [15]. Est maintenant et employée de manière routinière pour synthétiser des cristaux de silicium "zéro dislocations".

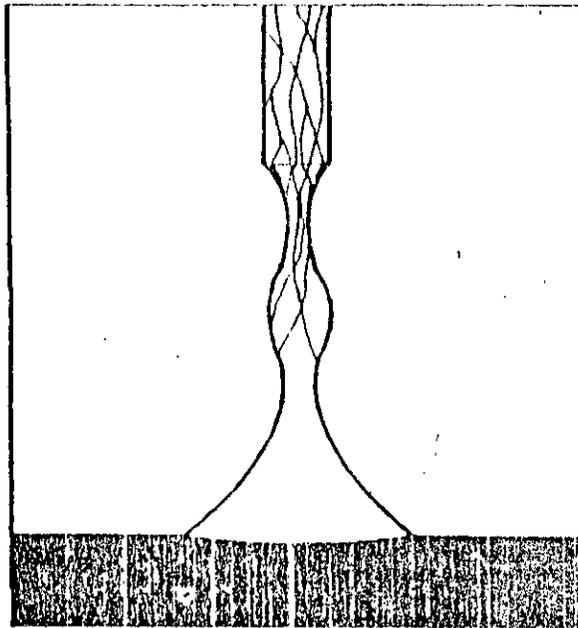


Fig. 1. 8 Procédure du necking de Dash utilisé pour éliminer les dislocations issues du germe [16].

Chapitre II

La théorie approchée de transfert de la chaleur

La théorie approchée de transfert de la chaleur

2.1 Introduction

Dans un système quelconque, il existe toujours une zone où l'énergie thermique est produite et une zone où celle-ci est utilisée. Cette énergie est alors transférée de la première à la seconde. Le transfert de chaleur peut se produire suivant trois modes:

a) Conduction:

Lorsqu'un matériau est à température uniforme, il est en équilibre thermique et aucun transfert de chaleur ne peut se produire.

Dans le cas d'un régime stationnaire, en chaque point du matériau existe une température dépendante des coordonnées de l'espace (x, y, z) , soit $T=T(x,y,z)$. Cette température est une fonction continue dans tout le matériau, par conséquent au voisinage de chaque point existent d'autres points ayant la même température constituant ainsi un élément de surface d'isotherme.

b) Rayonnement

Le rayonnement est un transfert de chaleur qui s'effectue sans support matériel. L'expérience a conduit à admettre que le rayonnement thermique d'un solide était dû aux molécules situées au voisinage de la surface et qu'il était pratiquement indépendant de l'état dans lequel se trouve le matériau à l'intérieur du solide. C'est pourquoi on est amené à considérer ce rayonnement comme un rayonnement de surface, caractérisé par la nature du matériau, son état de surface et par la température moyenne d'une couche infiniment mince de matière[11].

L'étude du rayonnement thermique d'une surface est complexe, car il dépend de paramètres rarement indépendants les uns des autres.

Plusieurs lois ont été établies pour traduire le phénomène de rayonnement. STEFAN a montré expérimentalement que l'émittance énergétique d'un corps noir varie, comme la 4 puissance de la température T et il a établi la relation $M_T = \sigma.T^4$ avec M_T émittance (W/m^2) et σ : constante de Stefan-Boltzman = $5,669.10^{-8} W/m^2.K^4$. Le rayonnement de la surface d'un corps quelconque est comparé à celui de la surface du corps noir d'émissivité $\varepsilon = 1$, pour aboutir à une relation traduisant le rayonnement du corps réel.

c) Convection:

La convection est un mode de transfert tel que la chaleur se transmet d'un corps solide à un fluide en mouvement naturel ou forcé. Dans un échange thermique comme celui-ci les mouvements des fluides sont occasionnés soit par des différences de pression, soit par des différences de température.

Dans le second cas, l'écoulement est produit par le fait que des variations de températures entraînent des variations de densité. Sous l'effet des forces de pesanteur, les couches les plus denses descendent par rapport aux couches les moins denses (convection naturelle).

2.2 L'équation générale de la conduction de chaleur

La loi qui régit la conduction de chaleur est illustré par un simple exemple (voir Fig.2.1). On considère une plaque du matériau ayant une section A et un épaisseur Δx . Les faces sont maintenues aux températures t_1 et t_2 respectivement. q indique la vitesse du flux de chaleur à travers la plaque, en négligeant les effets sur des bords. L'expérience montre que la vitesse de chaleur est inversement proportionnelle à l'épaisseur Δx .

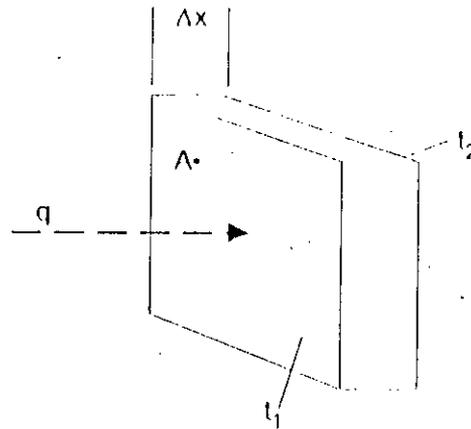


Fig. 2.1 Exemple idéal de conduction thermique

Cette proportionnalité est donnée par l'égalité suivante:

$$q = K.A.\frac{t_1 - t_2}{\Delta x} \quad (2.1)$$

où

K: constante de proportionnalité appelé conductivité thermique du matériau.

Considérons par la suite une armature solide ΔA , homogène et isotropique comme l'illustré à la Figure.2.2:

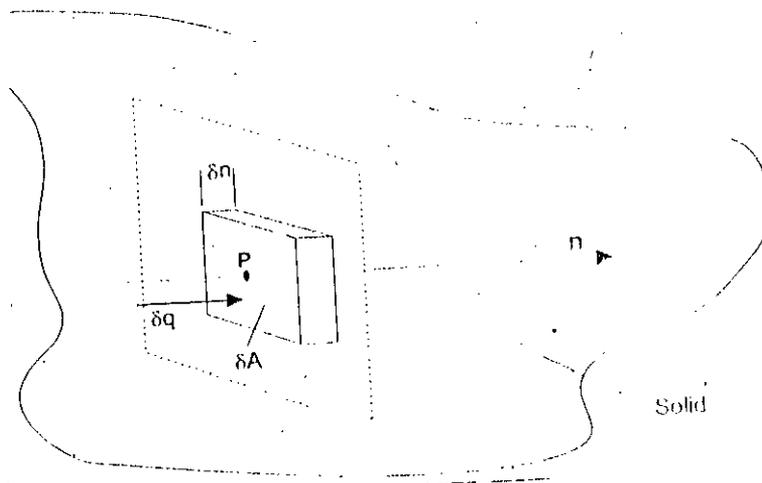


Fig. 2.2 Circulation de chaleur dans un corps homogène et isotropique

On considère un point P dans l'armature de section ΔA , et d'épaisseur Δn . Si Δt est la différence de la température entre les deux faces, la vitesse de conduction de chaleur qui traverse à travers la section ΔA est régit par l'équation 2.2 suivante:

$$\Delta q = -K \cdot \Delta A \cdot \frac{\Delta t}{\Delta n} \quad (2.2)$$

le signe moins est dû à la convention que le flux de chaleur est pris positivement, Si Δt est négative dans la direction n croissante. A la limite quand $\Delta A \rightarrow 0$ alors le flux de la conduction de chaleur est donnée par:

$$f_n = \frac{dq}{dA} = -K \cdot \frac{\Delta t}{\Delta n} \quad (2.3)$$

Si en plus la limite quand $\Delta n \rightarrow 0$, le flux de chaleur à travers S au point P devient en terme de gradient de température au point P dans la direction n :

$$f_n = -K \cdot \frac{\partial t}{\partial n} \quad (2.4)$$

Où f_n est utilisé pour signifier le flux de chaleur dans direction n , alors l'équation (2.4) est appelée la loi Fourier de conduction. En intégrant l'équation (2.4), le flux total à travers la surface S est obtenu par:

$$q = -\int_S K \cdot \frac{\partial t}{\partial n} dA \quad (2.5)$$

Généralement on appelle $\frac{\partial t}{\partial n}$ le gradient normal à la surface. Dans notre cas c'est un cylindre creux, le gradient de température est uniforme, a de température isothermique à l'intérieur et à l'extérieur. A cet effet le flux total est:

$$q = -K \cdot A \cdot \frac{\partial t}{\partial n} \quad (2.6)$$

Où A est la surface totale de l'élément.



On s'intéresse à déterminer la température à chaque point à tout instant, en connaissant la température initiale par l'application des conditions aux limites. Soit un solide dans l'espace est subi aux coordonnées cartésiennes X, Y et Z, est représenté par:

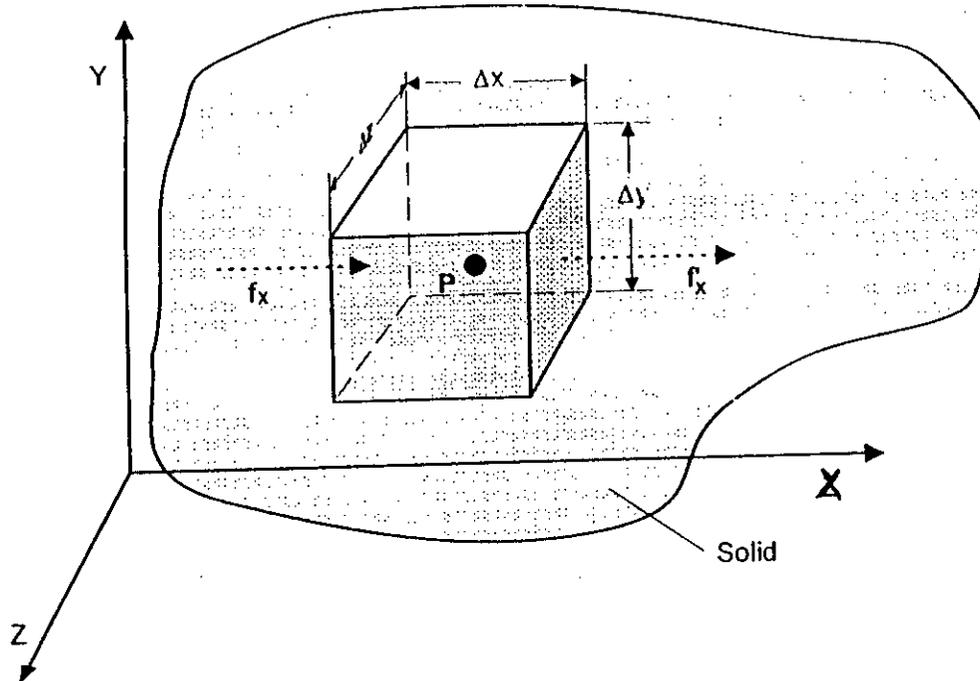


Fig. 2.3 Analyse de transfert de chaleur à travers le matériau par les éléments différentiels

On considère la conduction de chaleur selon la direction X, où f_x est le flux de la conduction de chaleur dans l'élément de la face situé dans le plan Y-Z à gauche, et $f_{x+\Delta x}$ est le flux de la conduction de chaleur à la face Y-Z à droite.

En utilisant le théorème de Taylor on obtient:

$$f_{x+\Delta x} = f_x + \left(\frac{\partial f_x}{\partial x}\right) \Delta x + \left(\frac{\partial^2 f_x}{\partial x^2}\right) \frac{(\Delta x)^2}{2!} + \dots \quad (2.7)$$

La conduction de la chaleur à l'extérieur de l'élément dans la direction X est:

$$(f_x - f_{x+\Delta x}) \Delta y \Delta z = - \left[\left(\frac{\partial f_x}{\partial x}\right) \Delta x + \left(\frac{\partial^2 f_x}{\partial x^2}\right) \frac{(\Delta x)^2}{2!} + \dots \right] \Delta y \Delta z$$

ou

$$(f_x - f_{x+\Delta x}) \Delta y \Delta z = - \left[\left(\frac{\partial f_x}{\partial x} \right) + \left(\frac{\partial^2 f_x}{\partial x^2} \right) \frac{(\Delta x)}{2!} + \dots \right] \Delta x \Delta y \Delta z \quad (2.8)$$

Par la même procédure, on détermine la conduction de la chaleur pour les deux autres directions (Y,Z).

En calculant la conduction totale de la chaleur à travers l'élément est:

$$(f_x - f_{x+\Delta x}) \Delta y \Delta z + (f_y - f_{y+\Delta y}) \Delta x \Delta z + (f_z - f_{z+\Delta z}) \Delta x \Delta y =$$

$$- \left[\frac{\partial f_x}{\partial x} + \frac{\partial f_y}{\partial y} + \frac{\partial f_z}{\partial z} + \left(\frac{\partial^2 f_x}{\partial x^2} \right) \frac{(\Delta x)}{2!} + \left(\frac{\partial^2 f_y}{\partial y^2} \right) \frac{(\Delta y)}{2!} + \left(\frac{\partial^2 f_z}{\partial z^2} \right) \frac{(\Delta z)}{2!} + \dots \right] \Delta x \Delta y \Delta z \quad (2.9)$$

où q^* est utilisé pour signifier le flux généré à l'intérieur de l'élément, par unité de volume.

$$q^* (\Delta x \Delta y \Delta z) \quad (2.10)$$

L'énergie emmagasiné dans l'élément par l'équation (2.5):

$$\rho \cdot c_p \cdot \frac{\partial t_m}{\partial \tau} \Delta x \Delta y \Delta z \quad (2.11)$$

En appliquant la conservation d'énergie, l'équation 2.11 est la somme des équation 2.10 et l'équation 2.9, en divisant les termes par le volume $\Delta x \Delta y \Delta z$; quand $\Delta x, \Delta y$ et $\Delta z \rightarrow 0$; en utilisant la condition $t_m \rightarrow t$ au point P . Finalement, on obtient :

$$\rho \cdot c_p \cdot \frac{\partial t_m}{\partial \tau} = - \left(\frac{\partial f_x}{\partial x} + \frac{\partial f_y}{\partial y} + \frac{\partial f_z}{\partial z} \right) + q^* \quad (2.12)$$

En substituant l'équation 2.4 dans l'équation 2.12 on aura:

$$\rho \cdot c_p \cdot \frac{\partial t_m}{\partial \tau} = \nabla \cdot (k \cdot \nabla t) + q^* \quad (2.13)$$

$$\text{où } \nabla = \left(\frac{\partial f_x}{\partial x} + \frac{\partial f_y}{\partial y} + \frac{\partial f_z}{\partial z} \right)$$

D'habitude l'équation 2.14 écrit par l'expression suivante par unité de volume:

$$\frac{\partial t}{\partial \tau} = \alpha \cdot \nabla^2 t + \frac{q^*}{\rho \cdot c_p} \quad (2.14)$$

Où $\alpha = \frac{k}{\rho \cdot c_p}$ est appelée la diffusivité thermique.

2.3 L'équation de la conduction de la chaleur en coordonnées cylindrique

Dans notre cas le four est cylindrique. A cet effet en utilisant les coordonnées cylindriques, on obtient l'équation suivante:

$$\frac{\partial t}{\partial \tau} = \alpha \left(\frac{\partial^2 t}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \cdot \frac{\partial t}{\partial r} + \frac{1}{r^2} \cdot \frac{\partial^2 t}{\partial \phi^2} + \frac{\partial^2 t}{\partial z^2} \right) + \frac{q^*}{\rho \cdot c_p} \quad (2.15)$$

Où r : le rayon du cylindre;

Z : la hauteur du cylindre

ϕ : l'angle

Pour plus de connaissance sur les systèmes des coordonnées voir Carslaw et Jeager [17].

La résolution de cette équation fait appel en simulation numérique, en utilisant la méthode des éléments finis, conjointement celle Runge-Kutta. voir [18, 19, 20, 21].

2.4 Conclusion

La température se base sur les trois principes fondamentaux, conduction, convection, et rayonnement. La détermination de la température en chaque nœud demande une méthode numérique très efficace, en utilisant celle de Runge Kutta. en s'intéressant à déterminer la température d'un cylindre creux.

Chapitre III

Régulation de la vitesse des moteurs

Régulation de la vitesse des moteurs

3.1 Introduction

Dans le domaine de l'utilisation de l'énergie électrique, l'application des systèmes d'électronique de puissance à des entraînements régulés à vitesse variable joue un rôle prépondérant. Le contrôle de vitesse dépend du type de moteur utilisé (à courant continu, asynchrone ou synchrone). Ce chapitre est consacré à la régulation de vitesse, on traite des différents aspects de réglage des entraînements avec un moteur à courant continu.

A partir du schéma équivalent du moteur à courant continu on détermine la fonction de transfert ou les équations d'états du système à réguler. Ensuite, on passera au dimensionnement des régulateurs selon la méthode choisie. Les performances, des organes électromécanique permettent infinie le contrôle de précis la croissance de KCl.

3.2 Dispositif de tirage des monocristaux

Pour faire croître les monocristaux d'orientation connue, on a le modèle de tirage illustré dans la figure 3.1. Le germe doit être refroidi et animé de deux mouvements simultanés à savoir: rotation et translation. Le creuset contenant KCl est immobile, sa température est régulée à l'aide d'un régulateur PID numérique. Le contrôle de l'atmosphère n'est pas nécessaire. A cet effet, le tirage a lieu à l'air ambiant.

3.3 Schéma de l'appareillage

L'ensemble de l'appareillage est représenté sur la figure.3.1

Les mouvements de rotation et de translation du germe conditionnent la stabilité de la vitesse. Les points suivants sont, importants :

- La régularité des mouvements de rotation (régulation de vitesse),
- La précision des déplacements,
- La connaissance des caractéristiques mécaniques des organes de translation et de rotation.

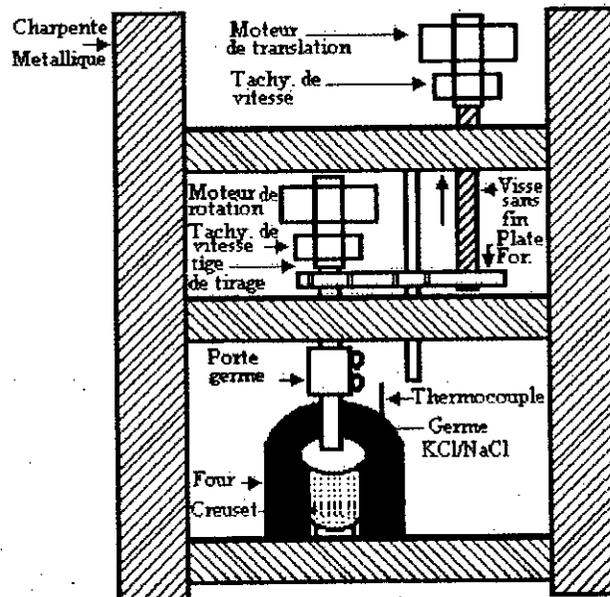


Fig. 3.1: Synoptique de l'appareillage d'une machine de tirage de CZ

3.3.1 Mouvements de translation

Un moteur régulé en vitesse assure le déplacement de la broche grâce à un ensemble mécanique permettant la conversion du mouvement de rotation en translation. compte tenu des vitesses de tirage utilisées (<300mm/h), il faut pouvoir mesurer la position de la broche avec précision. On utilise pour cela une règle optique intégrée au bâti de la machine de tirage, et dont le curseur, est solidaire de la broche.

3.3.2 Mouvement de rotation

Un moteur de même type que celui de la translation , réglé en vitesse assure la rotation de la broche qui assure la rotation du germe à des vitesses inférieures à 20 tours/min.

3.4 Le moteur

Une machine à courant continu est couplée à une charge mécanique. Son alimentation en énergie électrique se fait par l'induit (voir Fig. 3.2).

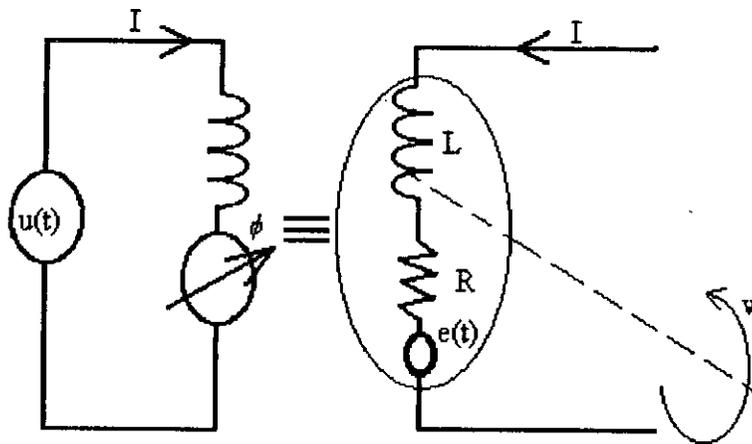


Fig. 3.2: Modélisation du moteur a courant continu

Caractéristiques du moteur

On définit les caractéristiques internes et externes d'un moteur à courant continu accouplé à une charge mécanique. Son alimentation en énergie électrique se fait par l'induit.

La composition du système est :

- Moteur à courant continu,
- Capteur de vitesse (dynamo- tachymétrique),
- Amplificateur à gain variable,

Caractéristiques techniques

- K_d : le coefficient de dynamo –tachymétrique (V/rd/s)
- K_m : la constante de couple (Nm /A)
- V : la tension à vide 12V à 300 tr/h.
- R : la résistance de l'induit (Ω)
- L : l'inductance de l'induit (H)
- P : la puissance du moteur (watt)
- f : la constante de couple de frottement (sans unité)
- k : la constante de fcem (V/rd/s).

L'induit peut être schématisé par une résistance R en série avec une inductance L , et une force électromotrice $e(t)$, donc l'équation électrique est de la forme[22]:

$$u(t) = RI(t) + L \frac{di}{dt} + e(t) \quad (3.1)$$

où :

J : est l'inertie totale ramenée sur l'axe moteur [kg.m²],

C_m : est le couple moteur [N.m/s],

C_r : est le couple résistant [N.m/s],

Ω : est la vitesse de rotation de l'arbre du moteur

L'équation électromagnétique est :

$$C_m = K_m I(t) \quad (3.2)$$

$$e(t) = K \Omega(t) \quad (3.3)$$

L'équation de la dynamo est :

$$V_d(t) = K_d \Omega(t) \quad (3.4)$$

La transformée de Laplace des équations précédentes est

$$U(s) = (R + Ls)I(s) + E(s) \quad (3.5)$$

$$Cm(s) - Cr(s) = (J.s + f)\Omega(s) \quad (3.6)$$

$$V_d(s) = K_d \Omega(s) \quad (3.7)$$

$$E(s) = K \Omega(s) \quad (3.8)$$

La mise sous forme en schéma bloc Fig. 3.3, en boucle ouverte



Fig. 3.3. Schéma bloc en boucle ouverte

On peut représenter le système en boucle fermée par le schéma fonctionnel suivant :

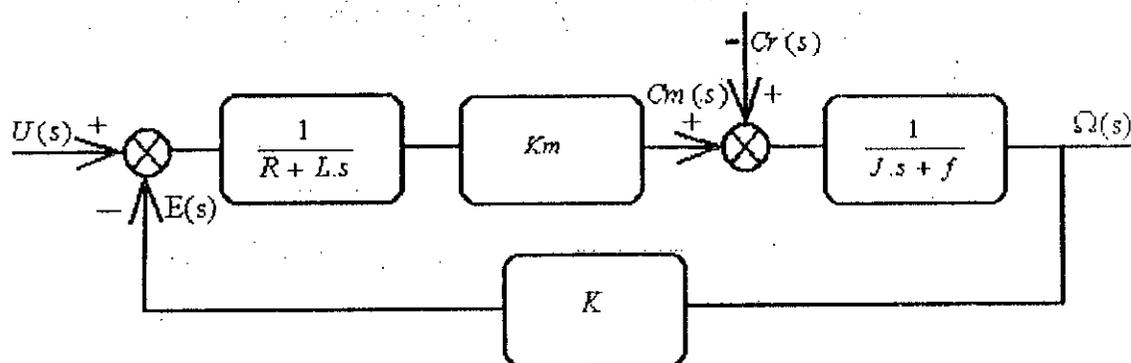


Fig. 3.4: Schéma bloc en boucle fermée

Si on suppose que le système est linéaire, donc on peut appliquer le théorème de superposition:

$$\text{Si } C_r(s) = 0 \Rightarrow \Omega_1(s) = \frac{\frac{K_m}{(R+Ls)(f+Js)} U(s)}{\left(1 + \frac{K_m K}{(R+Ls)(f+Js)}\right)} \quad (3.9)$$

$$\Rightarrow \Omega_1(s) = \frac{K_m}{(R+Ls)(f+Js) + K_m K} U(s) \quad (3.10)$$

$$\text{Si } U(s) = 0 \Rightarrow \Omega_2(s) = \frac{(R+Ls)}{(R+Ls)(f+Js) + K_m K} (-C_r(s)) \quad (3.11)$$

On déduit l'expression :

$$\Omega(s) = \Omega_1(s) + \Omega_2(s) ;$$

d'où :

$$\Omega(s) = \frac{K_m}{(R+Ls)(f+js) + Km.K} U(s) + \frac{(R+Ls)}{(R+Ls)(f+js) + Km.K} (-Cr(s)) \quad (3.12)$$

Si le système est non perturbé, dans ce cas particulier, le couple $Cr(s)$ est nul. Ce qui simplifie l'expression donnée précédemment comme suit:

$$H_o(s) = \frac{K_m}{(R+Ls)(f+Js) + Km.K} \quad (3.13)$$

3.5 Les systèmes d'identification

Le système d'identification est un moyen de représenter et chercher une relation mathématique reliant les sorties aux entrées qui maximise la ressemblance de comportement entre processus et modèle. Lorsque le modèle identifié sera soumis aux mêmes entrées que le processus, les sorties doivent être aussi voisines que possible des sorties du processus considéré. Par exemple, à l'aide de réponse à une impulsion de Dirac en fonction du temps, où la corrélation pour des signaux d'entrée et de sortie stationnaire est ergodique, il est possible d'identifier les systèmes non linéaires [23].

3.5.1 L'identification par corrélation

La fonction d'auto-corrélation d'une variable $u(t)$ est donnée par:

$$K_{uu}(t) = \lim_{T \rightarrow \infty} \frac{1}{T} \int_{-T/2}^{+T/2} u(t)u(t+t)dt \quad (3.14)$$

La fonction d'intercorrélation $K_{uv}(t)$ des variables $u(t)$ et $v(t)$ est définie par :

$$K_{uv}(t) = \lim_{T \rightarrow \infty} \frac{1}{T} \int_{-T/2}^{+T/2} u(t)v(t+t)dt \quad (3.15)$$

Dans le cas d'un signal aléatoire $r(t)$,

$$K_{rr}(t) = 0 \text{ pour } t \neq 0 \text{ et } K_{rr}(0) = U^2_{eff} \text{ pour } t = 0.$$

Dans le domaine temporel, la sortie $v(t)$ pour un système linéaire est caractérisé par la fonction de poids $g(t)$ tel que:

$$v(t) = \int_0^t g(t)u(t-t)dt \quad (3.16)$$

D'après l'équation 3.15 l'intercorrélation entre l'entrée $u(t)$ et la sortie $v(t)$ pour un système linéaire est invariant dans le temps:

$$K_{uv}(t) = \lim_{T \rightarrow \infty} \frac{1}{T} \int_{-\frac{T}{2}}^{+\frac{T}{2}} u(t) \cdot v(t+t) \cdot dt \quad (3.17)$$

La substitution de l'équation (3.16) dans l'équation (3.17) donne

$$K_{uv}(t) = \lim_{T \rightarrow \infty} \frac{1}{T} \int_{-\frac{T}{2}}^{+\frac{T}{2}} u(t) \int_0^{t+t} g(\tau) u(t+t-\tau) \cdot d\tau \cdot dt \quad (3.18)$$

Comme t est constante dans la première intégrale alors

$$K_{uv}(t) = \lim_{T \rightarrow \infty} \frac{1}{T} \int_{-\frac{T}{2}}^{+\frac{T}{2}} u(t) \int_0^{t+t} g(\tau) u(t+t-\tau) \cdot d\tau \cdot dt \quad (3.19)$$

ceci peut être réduit à

$$K_{uv}(t) = g(t) \cdot K_{uu}(0) \quad (3.20)$$

$$\text{Donc,} \quad g(t) = \frac{K_{uv}(t)}{K_{uu}(0)} \quad (3.21)$$

Pour résoudre le problème de la durée assez longue de la mesure des signaux d'entrée sortie, on utilise, en pratique, une séquence binaire pseudo-aléatoire

(SBPA) de très faible amplitude, engendré par le calculateur. Cette séquence est périodique de période T , c'est à dire $Prb(t) = Prb(t+n.T)$. A cause de cette périodicité il suffit d'intégrer sur une période, lorsque le système à tester a une mémoire inférieure à T , par exemple la fonction de poids $g(t)$ doit être inférieure à π pour $t > T$.

- Les mesures peuvent être prises près du point de fonctionnement,
- La non linéarité du système influe très peu sur le résultat, comme par exemple la méthode graphique faisant appel à la fonction impulsion,
- Le bruit non corrélé peut être filtré par l'intégration,
- Les méthodes graphiques utilisant la fonction impulsion peuvent être directement interprétés.

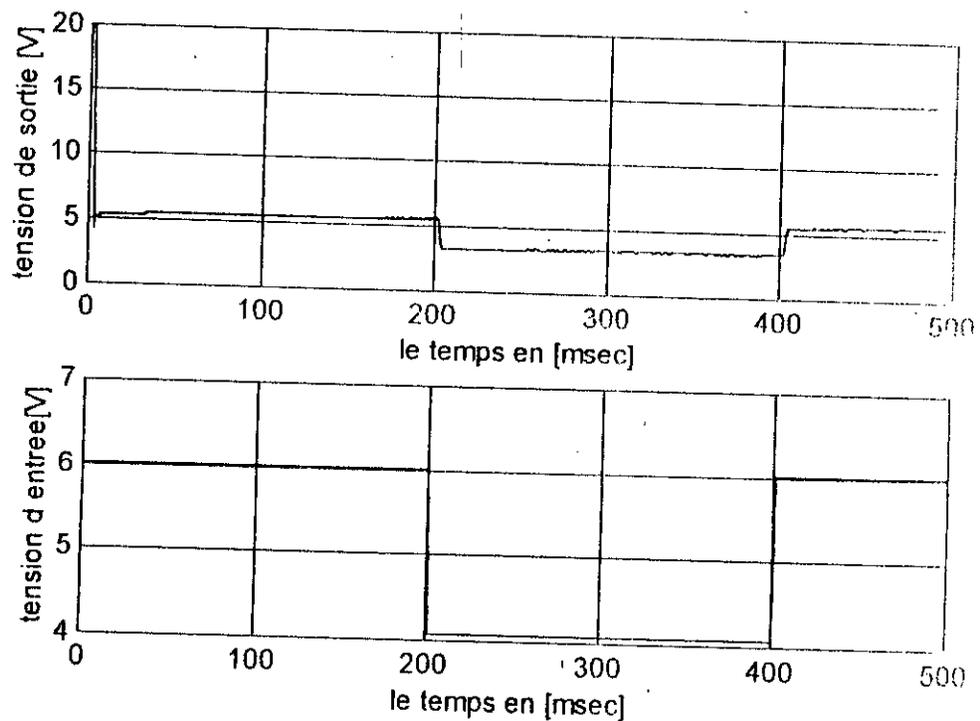


Fig.3.5 :Le signal d'excitation en (v) La réponse du moteur en tension (v)

Il est recommandé d'utiliser des excitations pseudo-aléatoires qui sont riches en fréquence, et représentent la propriété d'avoir une fonction de corrélation expérimentale identique à la fonction de corrélation théorique.

3.5.2 Les méthodes d'identification

Un signal pseudo-aléatoire est une structure parfaitement déterministe, périodique (de période $T = (2^n - 1)\Delta$ ou Δ est la période échantillonnage), sous condition que n et T soient assez grands. Cette dernière particularité, qui nous offre une possibilité de contrôler visuellement la qualité de l'enregistrement (par le contrôle de périodicité), fait considérer les signaux pseudo aléatoires comme de bonnes excitations pour l'identification en dehors de leurs intérêt spécifiques pour la corrélation. Ces méthodes du modèle sont, particulièrement adaptés pour l'identification paramétrique des procédés industriels par ordinateur numérique. Le principe de l'identification d'un modèle paramétrique est illustré par la Fig.3.6.

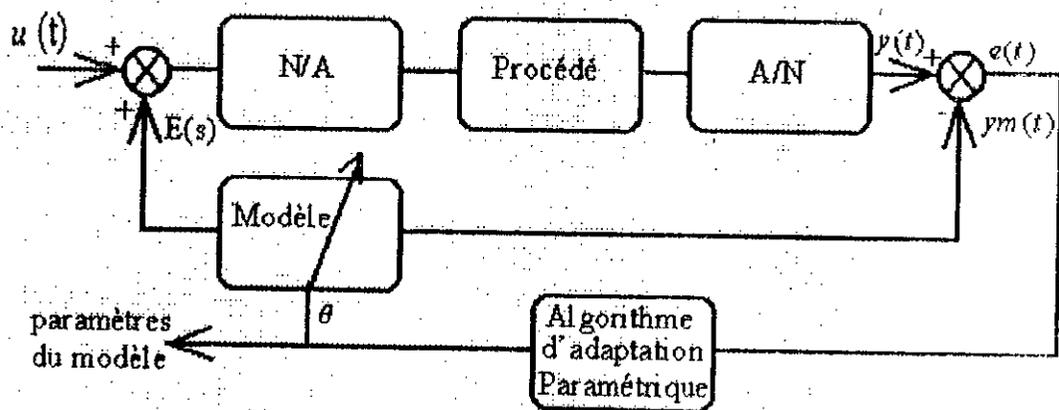


Fig. 3.6 : Principe de l'identification paramétrique

L'identification comporte quatre étapes à savoir :

1. Choix de la structure du modèle (ordre, retard...),
2. Acquisition des entrées sorties sous un protocole expérimental,
3. Estimation des paramètres du modèle (constantes de temps...),
4. Validation du modèle identifié (structure et valeurs des paramètres).

On applique le signal $u(t)$ à l'entrée du procédé (système réel) et à l'entrée d'un modèle numérique implanté sur le calculateur, dont on peut varier à volonté les paramètres θ . L'écart $e(t)$ entre la sortie $y(t)$ du procédé et la sortie $ym(t)$ du modèle est utilisé par un algorithme d'adaptation. Afin de minimiser cet écart à l'entrée, $u(t)$ est en général une séquence binaire pseudo-aléatoire (SBPA) de très faible amplitude engendré par le calculateur. Parmi les critères de minimisation de l'écart $e(t)$, selon les modèles utilisés: ARMA, ARX, ARMAX, BJ et IV4, on a la méthode des moindres carrés.

L'identification des procédés tient une place très importante dans l'étude des systèmes asservis. Elle est indispensable pour effectuer correctement la commande.

3.5.2.1 Identification du moteur par corrélation

La technique de corrélation peut être utilisée au voisinage du point de fonctionnement et elle-même capable d'identifier les systèmes non linéaires.

Les paramètres du moteur sont liés par la caractérisation des éléments internes et externes. Le calcul de la fonction de poids par la technique de corrélation est schématisé dans la figure 3.7.

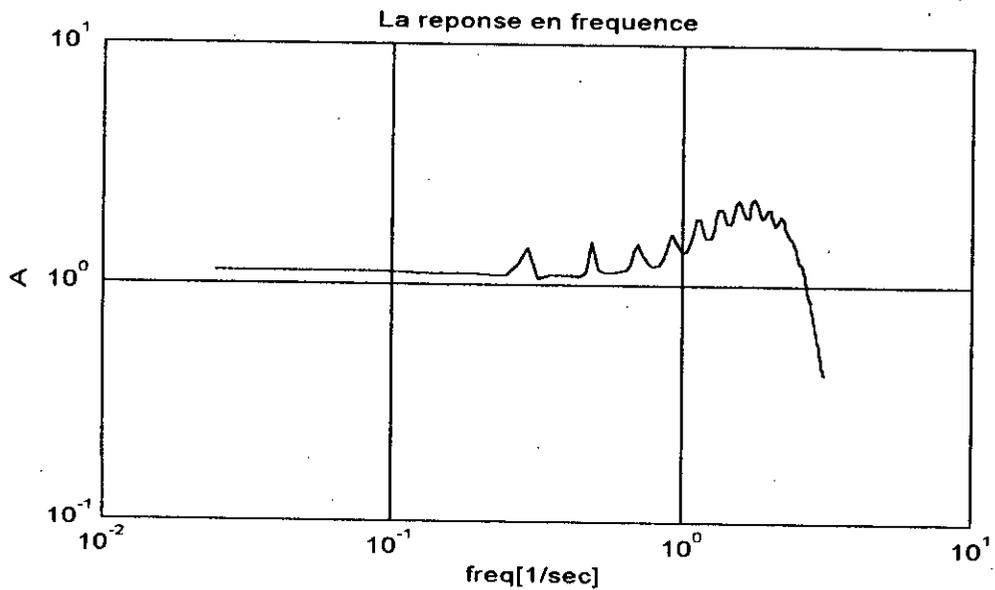
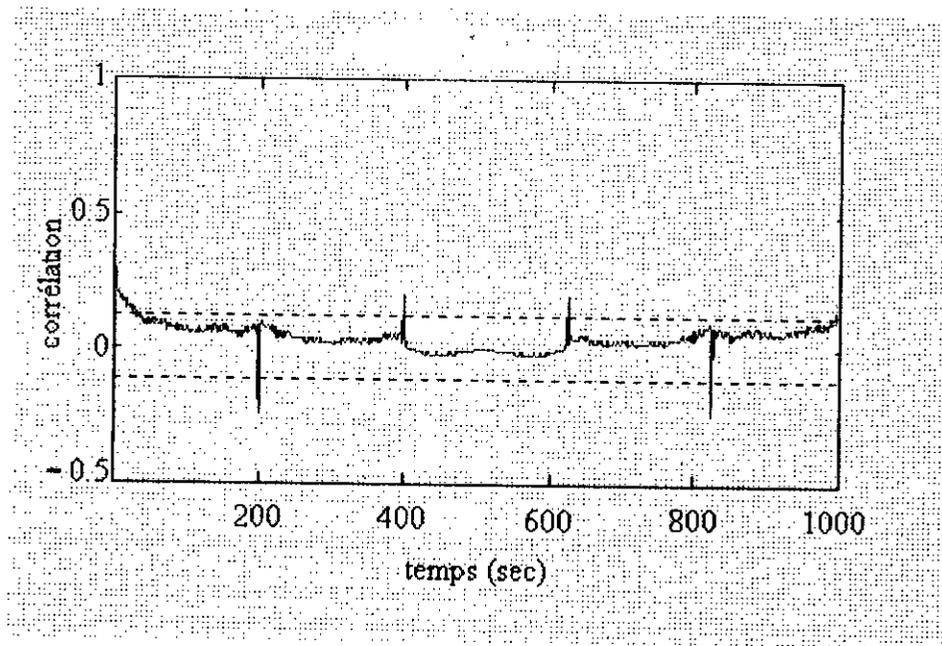


Fig.3.7 : La fonction de poids $g(t)$ du moteur calculée par corrélation et par la réponse fréquentielle.

La fonction de poids est la réponse du système à une impulsion de Dirac.
L'inconvénient majeur de cette méthode est la superposition du bruit comme le

montre la figure 3.7. Ce qui influe directement sur la conception du régulateur. A cet effet on doit chercher d'autres approches de modélisation paramétrique convenable.

3.5.2.2 La théorie d'identification

Nous supposons un modèle du système dont les paramètres sont obtenus.

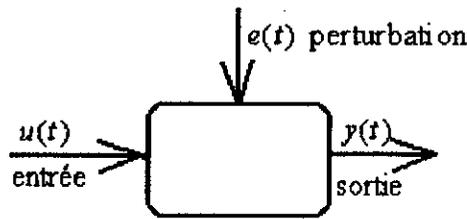


Fig. 3.8: Le modèle de base du système d'entrée sortie avec le bruit $e(t)$

L'entrée- sortie de base a la forme illustrée par la figure 3.8,

Où $u(t); t = 1, 2, \dots, N$ est le signal d'entrée, et $y(t); t = 1, 2, \dots, N$ est le signal de sortie

On suppose que le système est linéaire, alors

$$y(t) = G(z)u(t) + v(t) \quad (3.23)$$

où z est un opérateur de décalage et $G(z)u(t)$ est de la forme simplifiée de:

$$G(z)u(t) = \sum_{k=1}^{\infty} g(k)u(t-k) \quad (3.24)$$

et

$$G(z) = \sum_{k=1}^{\infty} g(k)z^{-k}, \quad z^{-1}u(t) = u(t-1)$$

dans l'équation 3.24 $v(t)$ est un bruit additionnel non mesurable, ce dernier peut être décrit par un bruit blanc filtré:

$$v(t) = H(z).e(t) \quad (3.25)$$

où $e(t)$ est un bruit blanc de variance λ .

les équations (3.24) et (3.25) donnent la description du système dans le domaine temporel

$$y(t) = G(z).u(t) + H(z).e(t) \quad (3.26)$$

En général les fonctions $G(z)$ et $H(z)$ données dans l'équation 3.26, sont estimées par des fonctions rationnelles en z^{-1} . Généralement la structure du modèle est ARMAX:

$$A(z^{-1}) = 1 + a_1.z^{-1} + a_2.z^{-2} + \dots + a_{na}.z^{-na}$$

$$B(z^{-1}) = b_1.z^{-1} + b_2.z^{-2} + \dots + b_{nb}.z^{-nb}$$

$$C(z^{-1}) = 1 + c_1.z^{-1} + c_2.z^{-2} + \dots + c_{nc}.z^{-nc}$$

La procédure de calcul des paramètres du modèle désiré est appelée l'identification. D'après l'équation 3.26 et connaissant les données entrées/sorties on peut calculer l'erreur de prédiction $e(t)$ comme suit:

$$e(t) = H^{-1}(z^{-1}).(y(t) - G(z^{-1}).u(t)) \quad (3.27)$$

Ces erreurs pour $y(t)$ et $u(t)$ données, seront une fonction de G et H . La plupart des méthodes d'identification paramétriques sont suffisantes pour estimer G et H en minimisant:

$$V_N(G, H) = \sum_{t=1}^N e^2(t) \quad (3.28)$$

$$\text{i.e. } \left[\hat{G}_N, \hat{H}_N \right] = \arg \min \sum_{t=1}^N e^2(t) \quad (3.29)$$

Ceci est appelé la méthode de prédiction d'erreur voir la référence [23].

la fonction de perte. Probablement, la meilleure technique connue est la prédiction d'erreur finale de 'AKAIKE'. (FPE) donnée par:

$$FPE = \frac{1+n/N}{1-n/N} V \quad (3.30)$$

où :

n : est le nombre total de paramètres estimés,

N : est la longueur de données ,

V : est la fonction de perte pour la structure en question.

Enfin on choisit le modèle ayant la petite FPE.

3.5.2.2 Identification expérimentale du moteur

On a excité le système, composé d'un amplificateur de puissance suivi d'un étage de modulation d'une largeur d'impulsion (MLI) dont la sortie est appliquée au moteur, par un signal rectangulaire avec des paliers de 2V et 4V,(Fig.3.5) La réponse du moteur à courant continu est représentée sur la figure.3.5. La fonction de poids déduite des signaux entrées/sorties du moteur est représentée sur la figure.3.7.

Le modèle obtenu est loin du processus, ce qui nous a amené à utiliser le modèle ARMAX. Cependant, l'identification est accomplie en utilisant le logiciel MATLAB.

On choisit le modèle a une erreur minimum $e(t)$ pour avoir une meilleure optimisation du modèle. Les réponses du modèle estimé et du système réel sont représentées sur la figure 3.10.

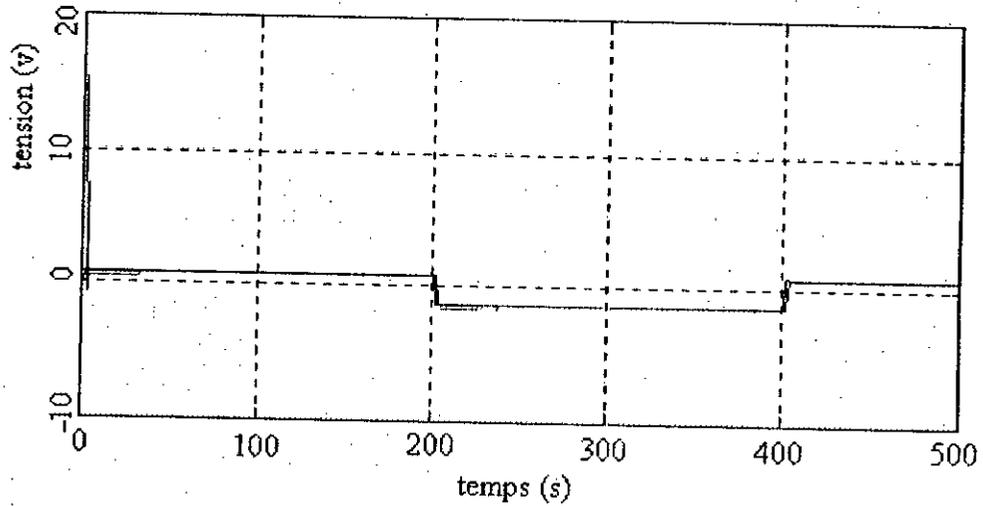


Fig.3 10: Comparaison du modèle de sortie bleu et celui mesuré vert

On constate que le modèle et le système réel sont presque identiques. Donc le modèle choisi est adéquat.

3.5.3 Régulation PID

Pour améliorer et assurer les performances du système, c'est à dire la stabilité, la précision et la rapidité, on a introduit dans la chaîne un correcteur PID numérique (RST) comme le montre la figure 3.11[24]:

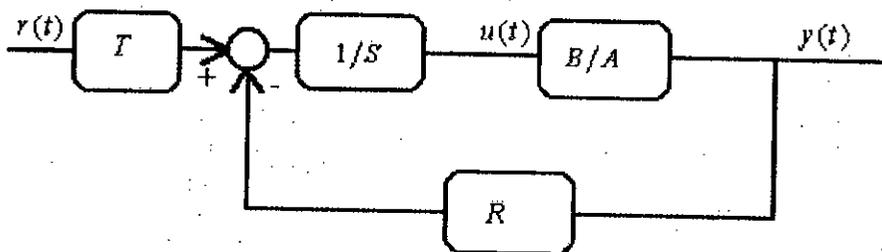


Fig.3.11 : Structure du système (RST) en forme canonique

La fonction de transfert du moteur en boucle ouverte est de la forme:

$$H(z^{-1}) = \frac{B(z^{-1})}{A(z^{-1})} \quad (3.33)$$

En utilisant le régulateur proportionnel intégrateur et dérivateur numérique, la fonction de transfert régulée en fonction de l'opérateur q^{-1} est:

$$H_{BF}(q^{-1}) = \frac{B(q^{-1})R(q^{-1})}{A(q^{-1})S(q^{-1}) + B(q^{-1})R(q^{-1})} \quad (3.34)$$

$$\text{On veut que } H_{BF}(q^{-1}) = \frac{B(q^{-1})R(q^{-1})}{P(q^{-1})} \quad (3.35)$$

$$\text{Où : } P(q^{-1}) = 1 + p_1 q^{-1} + p_2 q^{-2} \quad (3.36)$$

$$R(q^{-1}) = 1 + r_1 q^{-1} + r_2 q^{-2} \quad (3.37)$$

$$S(q^{-1}) = (1 - (1 - s_1)q^{-1} - s_1 q^{-2}) \quad (3.38)$$

Pour spécifier les performances du régulateur, on définit p_1 et p_2 par le logiciel MATLAB, en fixant le temps de montée t_m ou le temps d'établissement t_r , le dépassement maximal D_m et le temps d'échantillonnage T_e . Ensuite, par identification entre les équations (3.34) et (3.35). On détermine les paramètres r_0 , r_1 , r_2 et s_1 .

Le résultat de simulation et expérimental, obtenu en appliquant le régulateur PID numérique, sont représentées sur la Fig.3.12.

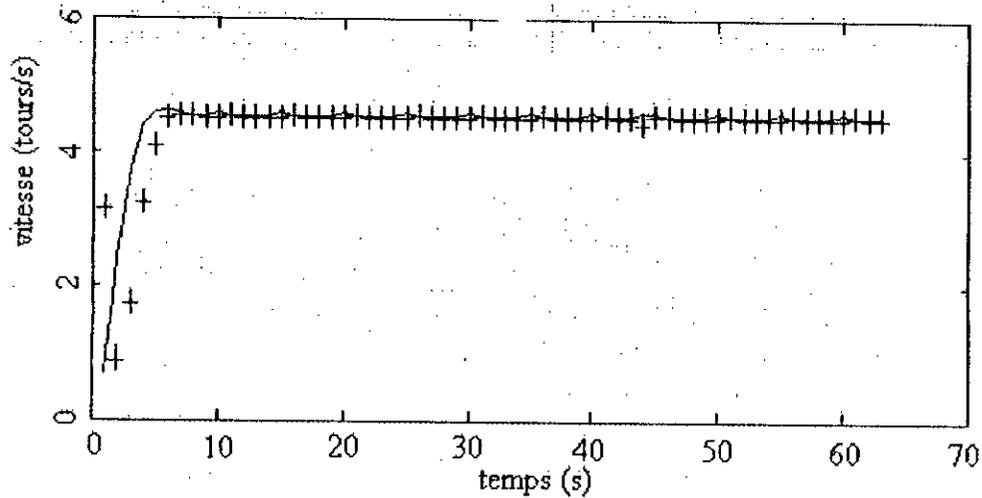


Fig. 3.12: Régulateur du moteur à courant continu: simulation (-) et pratique (+)

3.6 Conclusion

On constate que les résultats expérimentaux sont presque identiques aux résultats théoriques. Car la régulation par PID sous forme RST qui est devenue très utilisée permet de manipuler aisément le système en utilisant le calculateur.

La détermination de la fonction de transfert du moteur à courant continu par la méthode d'identification de ARMAX, nous permet de réaliser un bon régulateur. Enfin nous nous intéressons essentiellement à la régulation de la vitesse de tirage appliquée à la méthode de croissance de Czochralski.

Chapitre IV

Commande du four

Commande du four

4.1 Introduction

L'élaboration de gros monocristaux se fait, en général, par solidification directionnelle, selon différentes techniques, notamment par tirage Czochralski, ou par technique dite Bridgman avec deux variantes horizontale ou verticale.

Les dites techniques sont basées sur le déplacement d'une charge à travers un gradient de température. Ceci est réalisé dans la plupart des cas par déplacement relatif de la charge par rapport au four de croissance. Au cours de ce déplacement les vibrations induisent des défauts dans les monocristaux obtenus et limitent leurs performances en particulier dans le cas de semi-conducteurs. La première exigence d'un four de tirage des monocristaux est la maîtrise des gradients de température axiaux. Ces gradients doivent permettre de maîtriser la forme de l'interface solide-liquide et sa vitesse de déplacement, qui correspond à la vitesse de croissance du monocristal.

4.2 Présentation du four

Considérons un cas simple, celui d'un four cylindrique de rayons interne r_i et externe r_e , et de longueur l . L'écart de température interne et externe est $\Delta T = T_i - T_e$ que nous supposons indépendant de la longueur (voir Fig. 4.1).

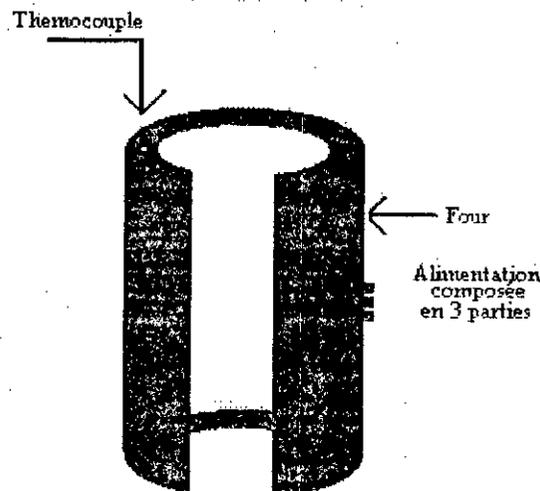


Fig. 4.1: Géométrie d'un four

4.3 Le système de régulation du four

Le système est constitué d'une alimentation de puissance, réalisée par des transistors MOS_FETS, un thermocouple pour l'acquisition de la température et le four. La régulation est accomplie par une action proportionnelle, intégrale et différentielle PID (voir Fig.4.2).

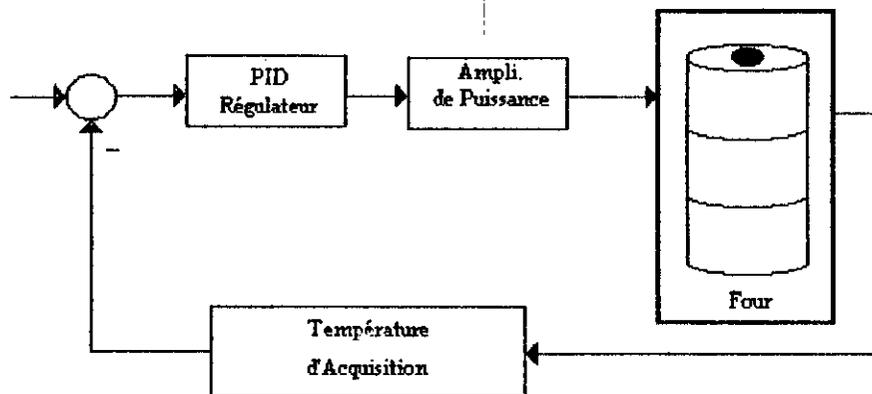


Fig. 4.2: Le four en boucle fermée

4.3.1 Equipement du four

Pour satisfaire les critères de régulation de la température du four cylindrique, on mesure la température par un thermocouple de type S (Platenum – Platinius rhodium 10 %) puis un algorithme PID numérique commande un amplificateur de puissance constitué par des transistors MOSFETS (voir Fig.4.2). Le système doit satisfaire aux conditions suivantes :

- 1- La résolution de la température mesurée est de 1°C au moins,
- 2- La protection du système contre les variations d'alimentation,
- 3- La régulation automatique de la température sans intervention de l'opérateur,

Le four de Czochralski est constitué par une seule zone chauffante , un thermocouple et une carte d'acquisition . Le système est commandé par un PC (voir Fig.4.3).

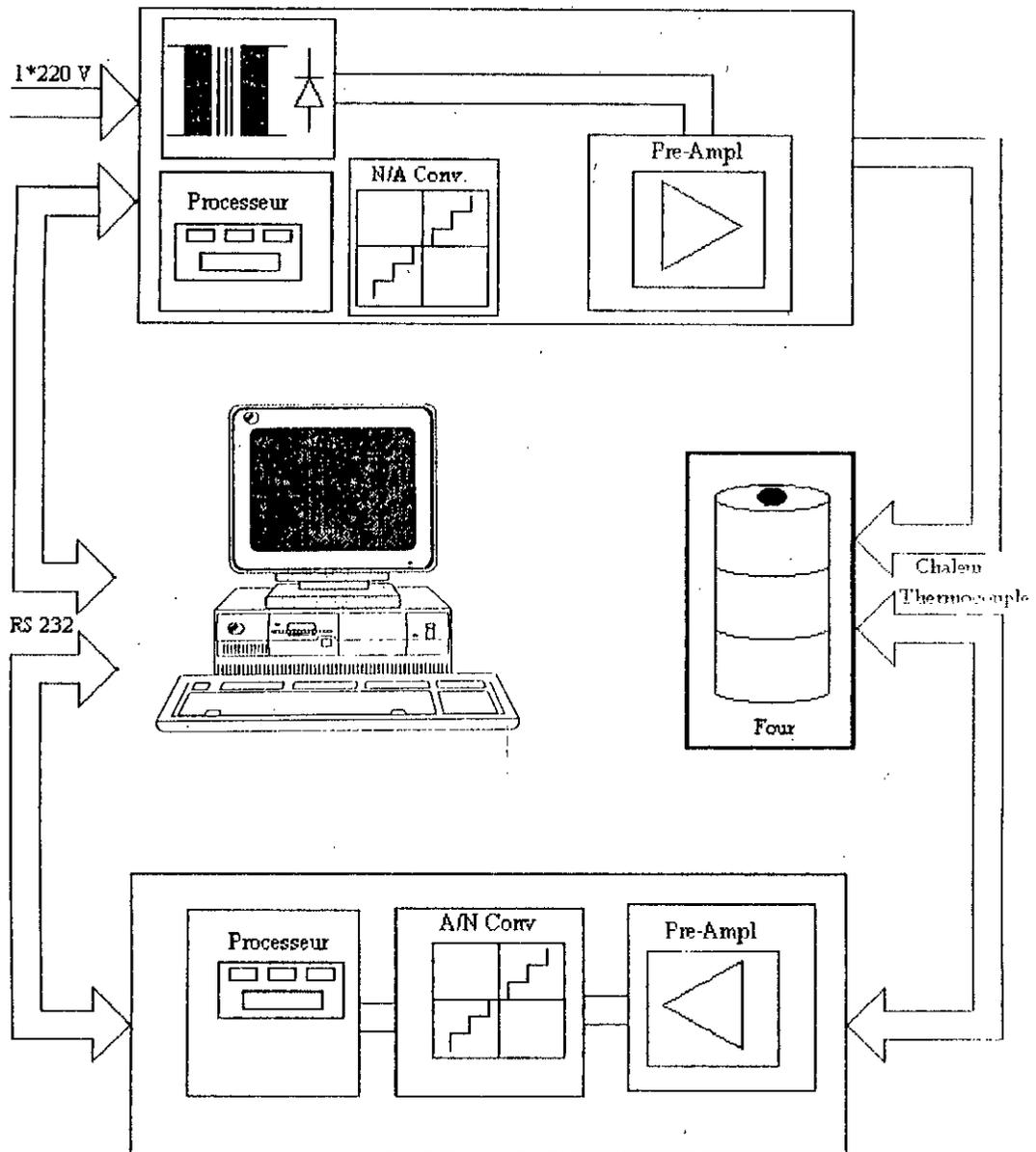


Fig. 4.3: Schéma synoptique du système de commande

4.3.2 L'outil de contrôle

Le déroulement de la croissance cristalline s'effectue à l'aide d'un PC qui commande le four et les deux moteurs. Le programme est écrit en langage Pascal, il

appliquée à un amplificateur de puissance constitué de transistor MOS-FETS, suivi d'un filtre passe bas (voir Fig.4.5).

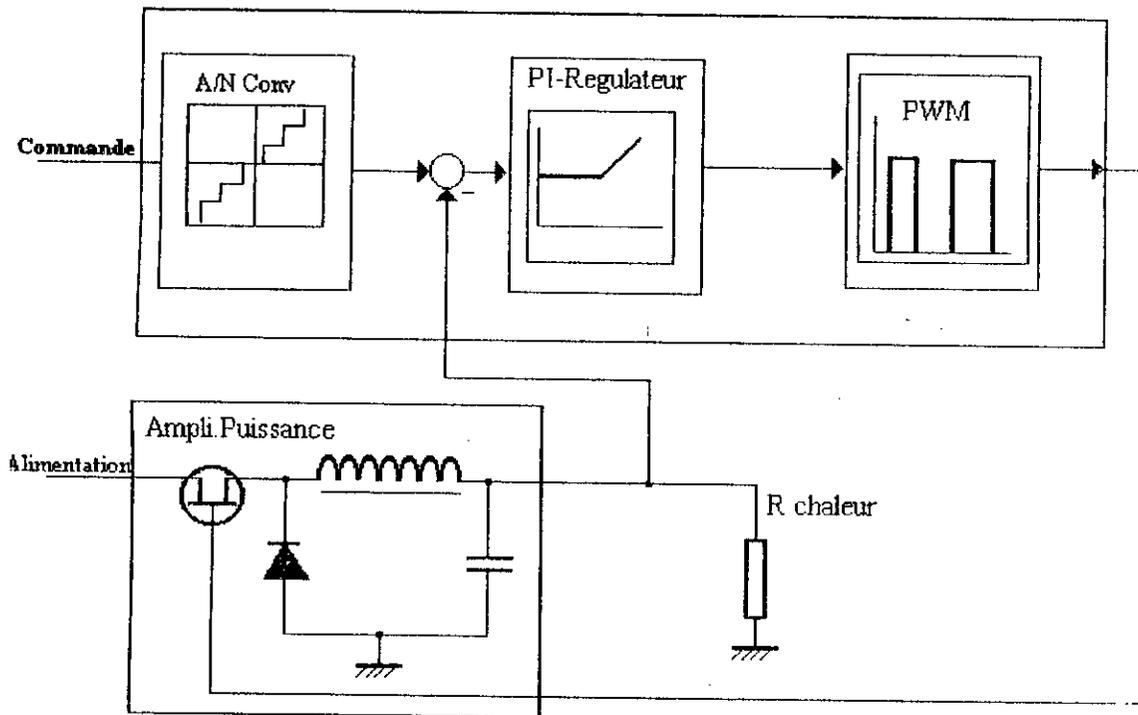


Fig. 4.5: L'amplificateur de puissance et la carte de contrôle

4.3.4 Le système de régulation de la température

Les mesures de température constituent la chaîne de retour de la boucle de régulation. Pour une régulation précise le système doit avoir les caractéristiques suivantes:

- 1- Un seul canal,
- 2- La résolution de 0.1 °C.
- 3- Remise à zéro automatique.
- 4- Le temps de mesure $t > 1$ sec.
- 5- La rejection du bruit de 50 Hz.
- 6- La gamme de température est de 0° à 1000 °C.
- 7- Linearisation du thermocouple de type S.
- 8- Test des thermocouples endommagés

est représenté sous forme d'un menu pour faciliter l'utilisation et permettre les modifications des paramètres à n'importe quel moment.

4.3.3 Le système d'échauffement du four

Le four est échauffé par un courant électrique parcourant sa résistance électrique, à partir d'une alimentation de puissance 30V/20A. Pour contrôler l'échauffement du four, on agit sur le courant d'alimentation modulé à largeur d'impulsion par le biais d'une commande numérique à travers une carte d'acquisition connectée à l'interface RS232 du PC.

Il est évident, que la précision et la stabilité de l'alimentation influée directement sur la stabilité de la température du four. A cet effet on choisit une alimentation stable et précise dont les caractéristiques sont les suivantes :

- 1- Un courant continu,
- 2- Protection contre les surtensions,
- 3- L'acquisition de la tension se fait sur 8bits,

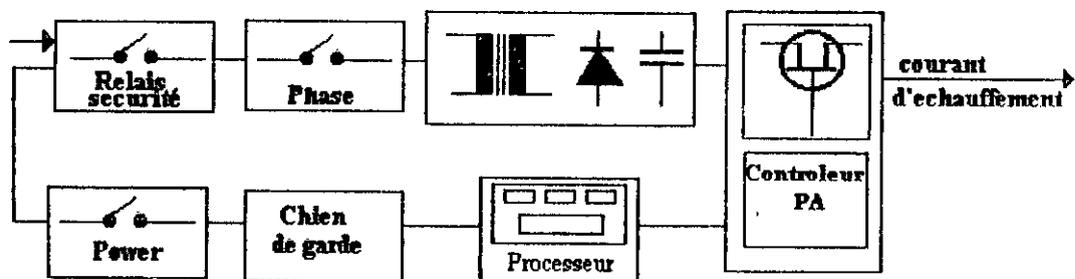


Fig. 4.4: Schéma du système d'échauffement du four

La figure 4.4 résume le système d'échauffement du four de croissance .

Dans notre cas le four est alimenté en monophasé. L'alimentation est constituée d'un transformateur de 30V/20A, suivi d'un redresseur. La sortie du redresseur est

4.3.5 Le principe de mesure

La mesure de température se fait par un thermocouple de type S placé au fond du four près de la zone de croissance. Après préamplification et acquisition, le signal mesuré est appliqué au port RS232 du PC pour faire le traitement (voir fig.4.7). Le thermocouple est constitué de deux conducteurs formant entre eux deux jonctions. Il a été découvert par THOMAS Seebeck en 1821. On peut mesurer la différence de tension U_{tc} d'une jonction à l'autre jonction par: $U = U_{tc}(\theta) - U_{tc}(\theta)$ (voir Fig.4.6).

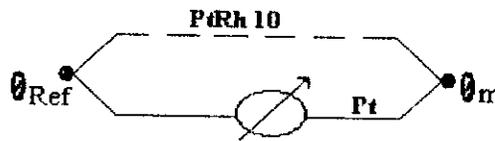


Fig.4.6: Principe de mesure d'un thermocouple

On peut mesurer la différence de température en appliquant les lois empiriques des thermocouples. En pratique, on utilise la structure modifiée donnée par la figure 4.7.

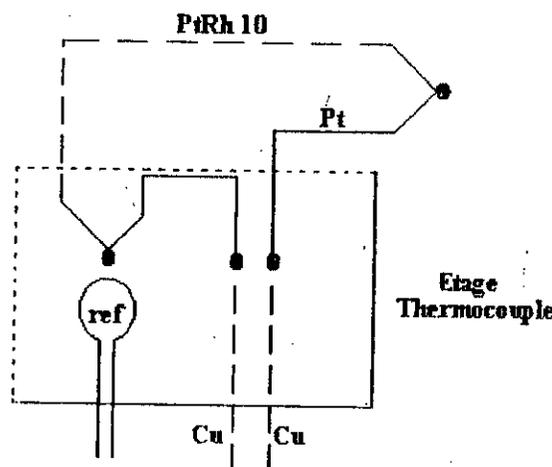


Fig. 4.7: Principe de la structure modifiée d'un thermocouple

La chaîne de mesure de la température est donnée par la figure 4.8.

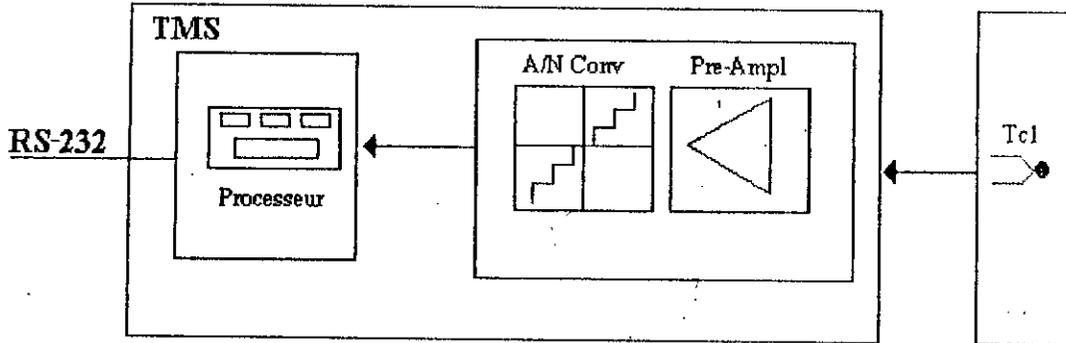


Fig. 4.8: Structure de mesure de température (SMT)

4.3.6 Le four

Pour élaborer les monocristaux, on a utilisé un four tubulaire de 50 mm de diamètre et de 300 mm de longueur, il est fabriqué en céramique entouré par un matériau isolant. Le matériau à partir duquel est fabriqué le fil résistant est le Kanthal.

4.4 Position du problème

En premier, on cherche à déterminer la fonction de transfert du four. Ensuite, il faut choisir la commande de régulation avec une précision de 1 °C.

4.5 Quelques définitions

Le four peut être représenté par un ensemble d'éléments reliés les uns aux autres comme le montre la figure.4.9, où $P(s)$, $y(s)$ et $e(s)$ représentent les grandeurs physiques d'entrée, de sortie, et de perturbation respectivement.

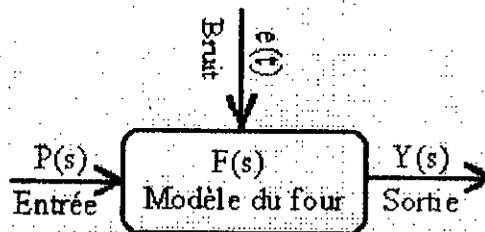


Fig. 4.9: Structure typique du four

Pour les systèmes linéaires invariants dans le temps, les signaux d'entrée et de sortie sont liés par une équation différentielle de la forme:

$$a_1 \cdot \frac{\partial^1 y(t)}{\partial t^1} + a_2 \cdot \frac{\partial^2 y(t)}{\partial t^2} + \dots + a_n \cdot \frac{\partial^n y(t)}{\partial t^n} = b_1 \cdot \frac{\partial^1 u(t)}{\partial t^1} + b_2 \cdot \frac{\partial^2 u(t)}{\partial t^2} + \dots + b_n \cdot \frac{\partial^n u(t)}{\partial t^n} \quad (4.1)$$

Dans le domaine temporel le système est décrit par la fonction de poids $g(t)$ comme suit.

$$y(t) = \lim_{T \rightarrow \infty} \int_{-T}^t g(\lambda) u(t - \lambda) d\lambda \quad (4.2)$$

Pour un système physiquement réalisable: $g(t) = 0$ pour, $t < 0$.

Pour résoudre l'équation différentielle on utilise la transformée de Laplace définie par:

$$F(s) = \int_0^{\infty} e^{-st} f(t) dt \quad (4.3)$$

Après la transformation de Laplace l'équation différentielle de degré n devient une équation algébrique d'ordre n .

La fonction de transfert $F(s)$ est:

$$F(s) = \frac{Y(s)}{P(s)} \quad \text{Où } P(s) = L\{p(t)\} \text{ et } Y(s) = L\{y(t)\}, \quad (4.4)$$

La transformée en z est utilisée pour le système discret, si le signal d'entrée a des valeurs discrètes e_1, e_2, \dots, e_n la transformée de z est donnée par

$$E(z) = \sum_{k=-\infty}^{+\infty} e_k z^{-k} \quad (4.5)$$

La transformée en z est très utile dans le cas des systèmes échantillonnés. Le schéma d'une boucle de commande avec contre réaction est donné par la figure 4.10.

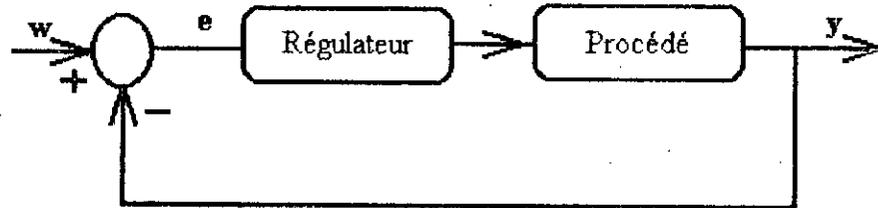


Fig. 4.10: Boucle générale de commande

Le signal d'erreur est la différence entre le signal de référence w et le signal de sortie mesuré c'est à dire $y, e = w - y$. Le signal d'erreur est l'entrée du régulateur, le signal de sortie du régulateur est appliqué à l'entrée du procédé (le four dans notre cas). Le signal de sortie y représente la température du four et constitue le signal de rétroaction.

4.6 Le modèle du four

La construction des modèles à partir des systèmes physiques peut être accomplie par deux approches à savoir:

- Déduction analytique des interactions à partir des lois physiques donnant la fonction de transfert.
- Simulation du système réel et analyse de la réponse. La fonction de transfert est calculée à partir des données d'entrée / sortie.

La première approche est basée sur la connaissance exacte du système physique et tous les paramètres des matériaux. Mais souvent les paramètres ne sont pas connus. Par exemple,

phénomène de convection est très bien connu, il est difficile à connaître la quantité de chaleur transférée. A cet effet, en pratique, on utilise les systèmes d'identification.

4.7 Système d'identification

Les principes de base de l'identification des modèles dynamiques des procédés ont été déjà étudiés dans le chapitre III. L'identification permet la détermination des caractéristiques dynamiques d'un procédé dont la connaissance est nécessaire pour la conception et la mise en œuvre d'un système performant de régulation.

L'application d'une séquence binaire pseudo périodique (SBPA), à l'entrée du four conduit à la réponse donnée par la figure 4.11.

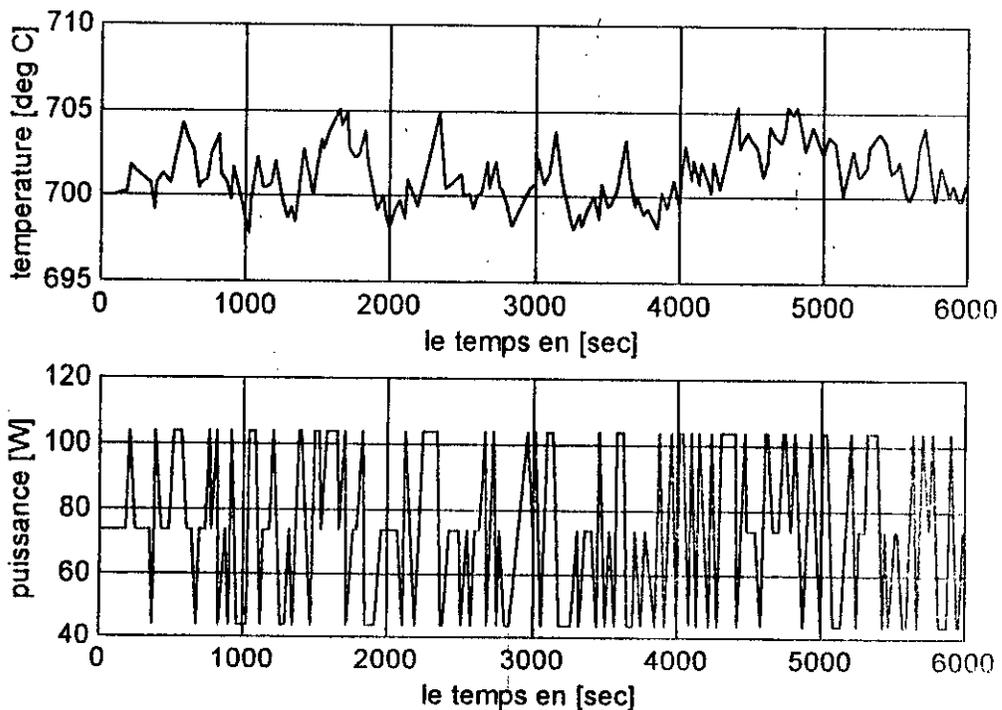


Fig.4.11: Signal d'excitation (puissance) et la réponse du four (température) en temps

4.7.1 Identification par corrélation

Le calcul de la fonction de poids du four par la technique de corrélation est représenté dans la figure 4.12.

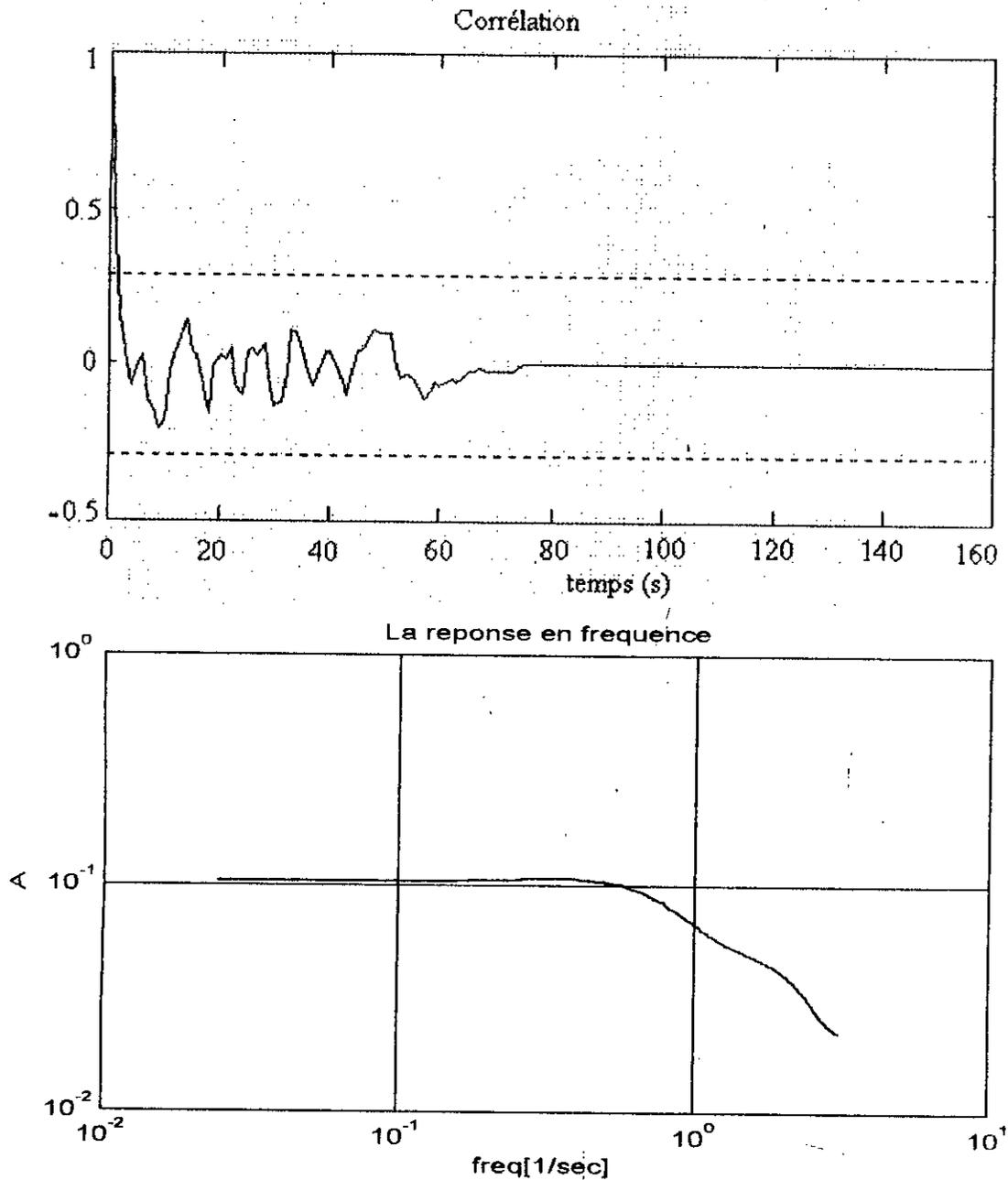


Fig.4.12: La fonction de poids $g(t)$ du four calculée par corrélation et par la réponse fréquentielle

Comme dans le cas du moteur, cette technique ne permet pas l'identification de la fonction de transfert du four à cause de la superposition du bruit à la fonction de poids. D'où la nécessité de chercher d'autres méthodes pour identifier le four d'une manière plus proche de la réalité.

4.7.2 Identification expérimentale.

La figure 4.13 représente la comparaison entre la réponse du modèle et celle du système réel.

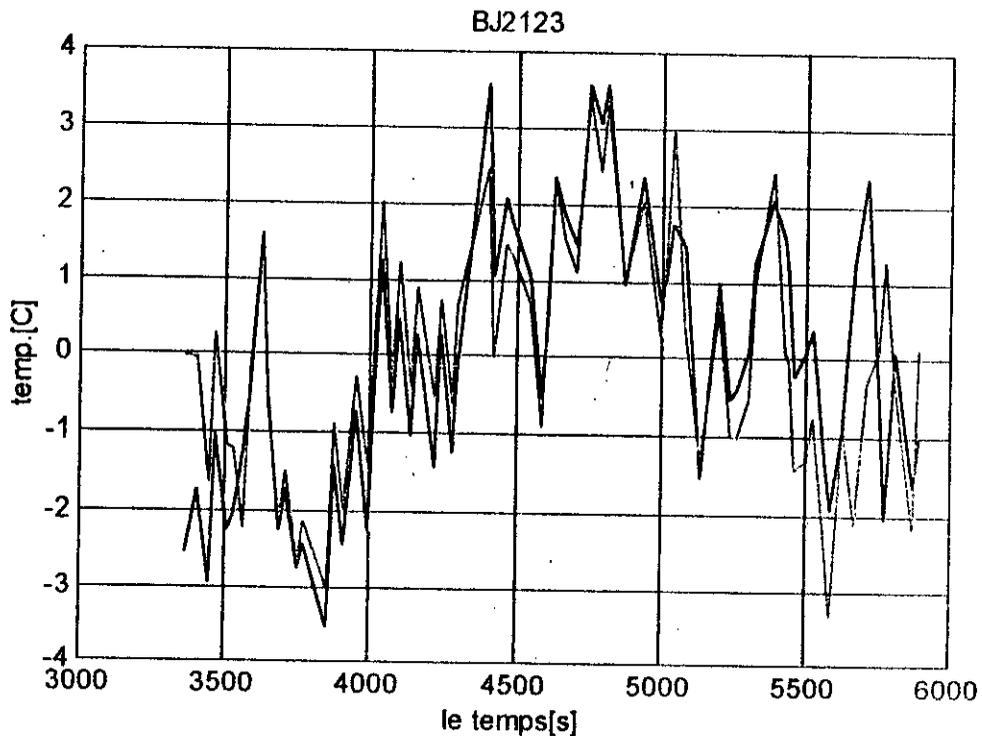


Fig. 4.13: Comparaison entre les deux signaux d'entrée (vert (-)) et sortie (bleu (--)).

On constate que les deux réponses sont pratiquement identiques. Ce qui justifie notre choix du modèle Box Jonking. Ce modèle est représenté par l'équation suivante [25]:

$$y(t) = [B(q)/F(q)] u(t-nk) + [C(q)/D(q)] e(t) \quad (4.8)$$

4.7.3 Régulateur PID

Pour avoir à ajuster correctement un régulateur, il faut spécifier les performances désirées pour la boucle de régulation et disposer d'une méthode appropriée de calcul du régulateur. L'utilisation d'un régulateur numérique permet de satisfaire les performances imposées.

On a utilisé un correcteur PID à structure RST afin d'obtenir les performances désirées [24]. Ce dernier possède 4 paramètres de réglage r_0, r_1, r_2 et s_1 à déterminer (voir Fig.4.14).

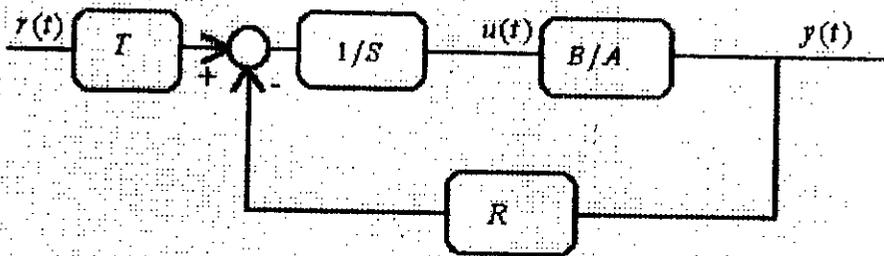


Fig. 4.14 : Régulateur PID à structure RST

Où :

$$R(q^{-1}) = r_0 + r_1 \cdot q^{-1} + r_2 \cdot q^{-2} \quad (4.4)$$

$$S(q^{-1}) = (1 - q^{-1}) \cdot (1 + s_1 \cdot q^{-1}) \quad (4.5)$$

$$T = R(1) \quad (4.6)$$

$$P(q^{-1}) = 1 + p_1 \cdot q^{-1} + p_2 \cdot q^{-2} \quad (4.7)$$

Enfin les paramètres après la détermination p_1 et p_2 sont déterminés en utilisant le logiciel MATLAB.

Après la détermination des paramètres du four, le résultat de la simulation est illustré par la figure 4.15.

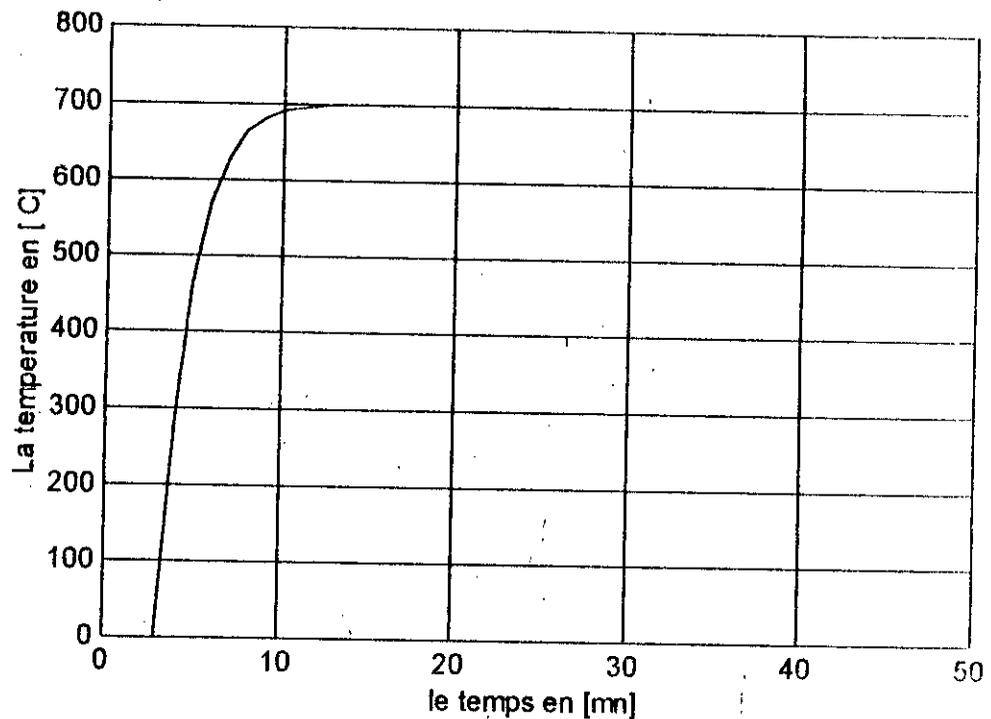


Fig.4.15 : Régulation PID du four par simulation

La courbe de simulation montre la bonne Régulation du four.

4.8 Conclusion

Après l'identification du processus, c'est à dire un modèle mathématique, appartenant à une classe de modèles connus et qui soumis à des signaux-tests, donne une réponse (dynamique et statique) la plus proche possible de celle du système réel. Le régulateur adopté est un PID numérique, ce dernier nous permet de maîtriser la régulation de la température du four à $\Delta T = \pm 1^{\circ}C$.

Chapitre V

Elaboration et caractérisation de monocristaux

Elaboration et caractérisation de monocristaux

5.1 Introduction

Le Chlorure de Potassium (KCl) présente un grand intérêt technologique notamment en optique et en optoélectronique. Dopé aux centres colorés, il offre la possibilité d'émission Laser continue accordable dans le visible [25, 26].

Les microcristaux de semi-conducteurs, comme le CdS ou le CuCl, lorsqu'ils sont répartis dans la matrice de KCl, modifient radicalement les propriétés physiques du matériau massif (bulk) par l'introduction d'effets quantiques (Confinement des paires électrons-trous ou excitons dans les cristallites de semi-conducteur) [27, 28]. Enfin, le KCl est utilisé comme fenêtre optique dans le laser CO₂.

Afin de maîtriser la technique de croissance Czochralski, nous avons choisi le KCl comme matériau école pour les divers avantages qu'il offre (voir l'Annexe V).

On peut citer:

- Son faible point de fusion (776 °C) relativement à autres matériaux comme le silicium (1420°C), le GaAs (1238°C) ou encore le Germanium (937°C).
- De même, le KCl ne représente aucune toxicité nuisible.
- Enfin, il a été opté pour ses diverses applications possibles cités ci-dessus.

Le système de tirage réalisé [1] (voir Fig. 5.1) a été utilisé pour élaborer des cristaux purs de KCl selon un procédé technologique détaillé ci-dessous. Dans tous les essais effectués, la vitesse de rotation du tirage porte-germe a été fixée à 1 rpm (tours/mn), alors que la vitesse de tirage est variable (2-12mm/hrs).

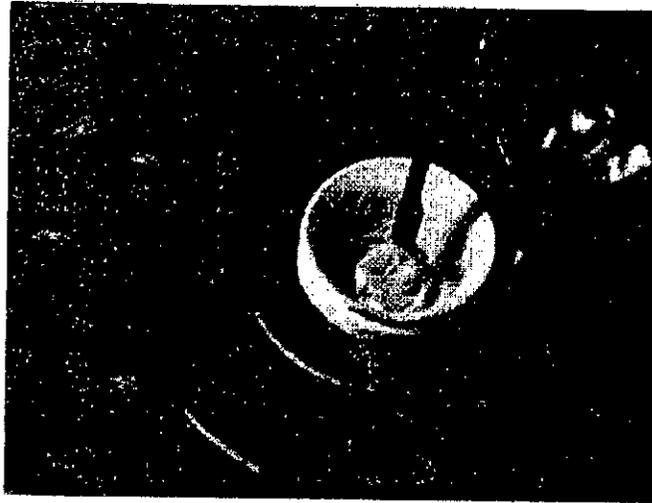
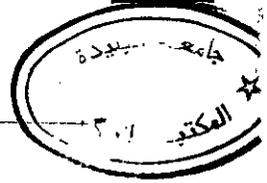


Fig. 5. 1: Système de tirage du cristal et de chauffage du creuset, montrant un lingot en cours de croissance

5.2. Procédé technologique d'élaboration de monocristaux de KCl

Le procédé technologique d'élaboration des cristaux de KCl comprend plusieurs étapes que nous décrivons comme suit:

- Au départ du processus de tirage, on met la charge, constituée par une certaine quantité de poudre de KCl pur, dans un creuset en céramique, lavé à l'eau déminéralisée et séché sous vide afin d'éliminer toutes les impuretés dues à la manutention.
- On place le creuset, qui doit supporter la très forte chaleur du KCl fondu, dans la partie basse du four.
- Un monocristal de KCl de haute qualité, appelé germe, de 2 à 3mm de diamètre, qui sert à amorcer la croissance du lingot selon un axe cristallographique particulier, est fixé à un mandrin en acier inoxydable dans la partie haute du système de cristallogénèse.
- On élève progressivement la température de chauffage du four jusqu'à dépasser légèrement la température de fusion du KCl, soit 776 °C environ.
- Lorsque le KCl fondu a la consistance de l'eau, le germe est descendu lentement au contact du bain, puis on l'entraîne par rotation. Une partie de ce cristal est amenée à se



dissoudre dans le bain, ainsi sa surface extérieure, qui a pu subir des contraintes dues au choc thermique, est éliminée, et en contact avec le bain l'interface reste propre.

- Pour que le tirage soit possible, il faut que la température du bain soit proche de la température de solidification du KCl (776 °C). On continue à faire tourner le germe, puis on le tire à faible vitesse vers le haut. L'évacuation d'une partie de la chaleur par le germe froid provoque la cristallisation du bain par la formation d'un anneau circulaire brillant autour du germe. Dès qu'il atteint une taille appréciable, le tirage commence. La vitesse du mécanisme de tirage est asservie au diamètre du lingot désiré. Plus la vitesse est lente, plus le lingot est gros.
- En cours de croissance, on abaisse régulièrement la température du four jusqu'à observer un début de cristallisation à la surface du bain de KCl en fusion. Cette température est appelée le "zéro du bain, elle dépend de la pureté du KCl. La vitesse de tirage est choisie en fonction du "zéro du bain" et du diamètre désiré pour lingot. Elle est maintenue inférieure ou égale à la vitesse de cristallisation sur le germe afin que l'interface Solide/Liquide soit fixée.

La puissance de chauffage, appliquée au bain à travers le creuset, est réduite selon un programme préétabli. Cette réduction de puissance est rendue nécessaire car la masse associée au bain diminue au fur et à mesure que le lingot croît, ce qui fait que le maintien de la température du bain nécessite moins de puissance. L'interface ne se situera pas au niveau de la surface du bain, mais sera repoussée au-dessus formant ainsi le "ménisque" dont les propriétés détermineront la forme finale du lingot.

- En maintenant des conditions de contrôle optimales sur la vitesse de tirage et la puissance de chauffage durant la croissance, Le KCl fondu continue à adhérer au cristal déjà formé, en épousant la structure cristalline du matériau solidifié.
- Au fur et à mesure que la croissance se fait, on diminue la température. Le contrôle de la croissance s'effectue visuellement en ajustant la température de chauffage ainsi que la vitesse de tirage.
- Lorsque le cristal atteint une longueur convenable (voir Fig. 5.2), la croissance est interrompue en augmentant légèrement la vitesse de tirage et/ou la température de chauffage.

- De cette manière, il est très difficile d'obtenir un monocristal. Cependant, de gros cristaux issus d'un essai préliminaire débuté sur la tige peuvent ensuite servir de germe pour les expériences ultérieures.

L'optimisation des paramètres de croissances nous a permis d'élaborer des cristaux de KCl purs de différentes tailles (Fig. 5.3). L'aspect apparent des cristaux tirés et leur transparence semble indiquer une bonne cristallisation. Néanmoins leur caractérisation structurale et optique, décrites ci-après, permettra de renseigner précisément sur leur qualité.



Fig. 5.2: Cristal en cours de croissance



Fig. 5.3: Quelques cristaux élaborés

5.3. Clivage et polissage des monocristaux de KCl

Les monocristaux de KCl élaborés se présentent sous forme de carottes (voir Fig. 5.4). Pour pouvoir réaliser des mesures optiques sur ces cristaux, il faut les tailler et les polir.

Le KCl cristallise dans le système cubique à faces centrées suivant le modèle de structure de NaCl (voir Annexe VI). Il se clive facilement suivant les plans (100). Ce clivage permet donc d'obtenir des pastilles avec des faces planes perpendiculaires à la direction [100] et dont l'épaisseur est de 3 à 4 mm.

Le clivage est réalisé à l'aide d'une lame tranchante qu'on dispose perpendiculairement à l'axe de l'axe de la carotte (axe(100) de tirage), et sur laquelle on applique une certaine pression. Après le clivage, les faces planes des pastilles sont soumises à un polissage mécanique où on utilise de la poudre d'alumine, de l'ethanol, et finalement de l'acétone répartis sur un tissu en soie doux afin d'obtenir des surfaces rigoureusement planes et de bonne qualité optique.



Fig. 5.4: Forme des cristaux élaborés

5.4. Premières analyses sur les monocristaux obtenus

Une analyse par diffraction des rayons X sur des fragments broyés d'un cristal de KCl élaboré par nos soins montre clairement les principaux "pics" d'absorption, typiques d'un bon monocristal de KCl.

Le diffractogramme réalisé (Fig. 5.5) relève entre autres des "pics" parasites dus soit à la présence d'impuretés, soit à une mauvaise calibration du système d'analyse, ou bien à des défauts de structure (dislocations). Mais les plus importants, c'est la présence remarquable des "pics" d'absorption propres au KCl. Ces "pics" sont répertoriés dans les fiches ASTM (American Society for Testing Metals) suivant la référence 4-587 (voir Fig. 5.6).

Ces "pics", de différentes d'intensités, correspondant aux distances inter- réticulaires d_{hkl} Reportées su le tableau (Tab.5.1) ainsi que les angles de diffraction correspondants.

N° "pic"	d_{hkl} Mesurés (A°)	d_{hkl} dans fiche ASTM(A°)	Angle 20 (°)
1	3.1532	3.14998	28.3021
2	2.2296	2.22316	40.4560
3	1.8193	1.8154	50.1412
4	1.5755	1.5725	58.5898
5	1.4087	1.4070	66.3596

Tab.5.1: Angles de diffraction des différents plans (hkl)

Ainsi que leurs distances Inter- réticulaire

A partir des valeurs des distances inter- réticulaires (d_{hkl}) "mesurées" ainsi que des angles correspondants, nous pouvons affirmer la bonne cristallisation du composé obtenu grâce au bon fonctionnement du dispositif de tirage réalisé. Toute fois , une connaissance rigoureuse de la qualité du matériau obtenu devrait passer par la détermination du taux de dislocations,

A partir des valeurs des distances inter- réticulaires (d_{hkl}) "mesurées" ainsi que des angles correspondants, nous pouvons affirmer la bonne cristallisation du composé obtenu grâce au bon fonctionnement du dispositif de tirage réalisé. Toute fois , une connaissance rigoureuse de la qualité du matériau obtenu devrait passer par la détermination du taux de dislocations, seul critère décisif à même de trancher cette question. Ceci peut être établi par d'autres techniques, essentiellement la méthode de révélation chimique que nous présentons ci-après. La révélation des défauts dans le cristal obtenu s'effectue par une attaque chimique sélective dans des solutions appropriées.

Après une série d'essais, nous avons abouti à deux solutions optimales:

- Première solution: 25% de HCl (1 fois normale)+ 75% de H_2O distillée.
- Deuxième solution (NITHAL): 100 cm^3 de méthanol +2 à 5 cm^3 de HNO_3 (Normalité=1).

Le temps d'attaque étant égal à 5 secondes environ.

Les figures d'attaque formées par l'attaque sélective sont liées à l'émergence de défauts. Leur caractère dépend notamment de la nature du produit d'attaque et de l'orientation de la surface du cristal. L'observation , au microscope optique et au microscope électronique à balayage (MEB), de la forme de ces figures permettra de caractériser les défauts susceptibles d'être présents dans les cristaux élaborés.

Par ailleurs, la pureté chimique des cristaux élaborés peut être confirmée par la spectroscopie de transmission infrarouge cette caractérisation primordiale. L'équipement adéquat étant indisponible à UDTS, ceci qui nous a pas permis d'effectuer cette caractérisation primordiale.

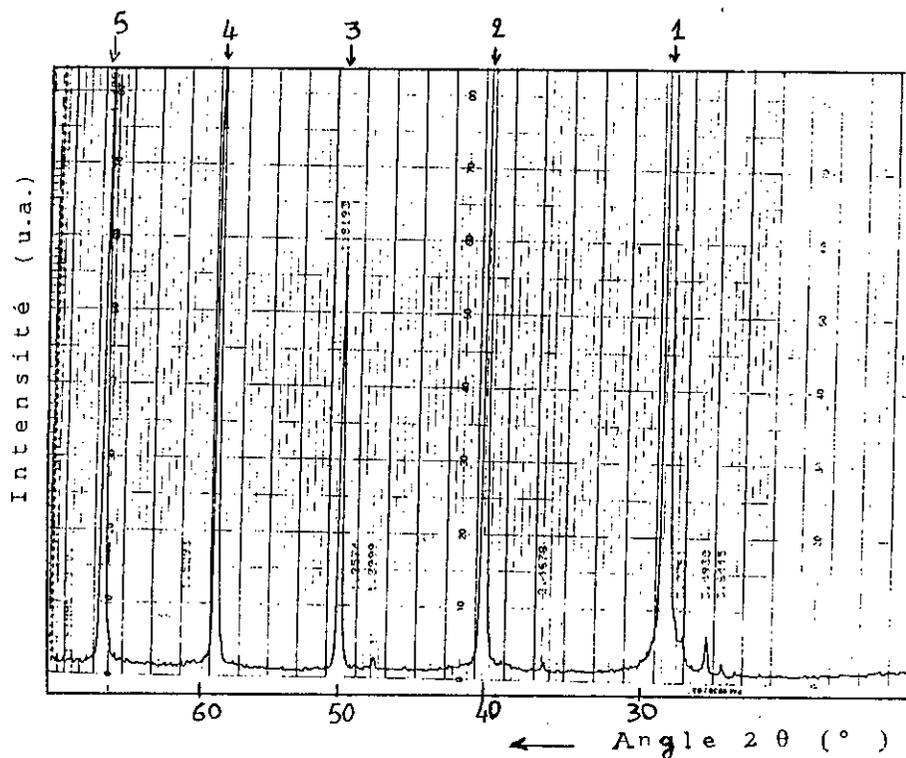


Fig. 5.5: Spectre de diffraction X d'une poudre issue d'un cristal de KCl 26.05.1999: Méthode de poudres (éch. N°2)- Sonatrach CRD, Boumerdès Source RX: PHILIPIS PW1710 CU KA F.N. 30KV 20 MA ADS .2MM 1D. MONOCH. Graphe. DET. GAZ

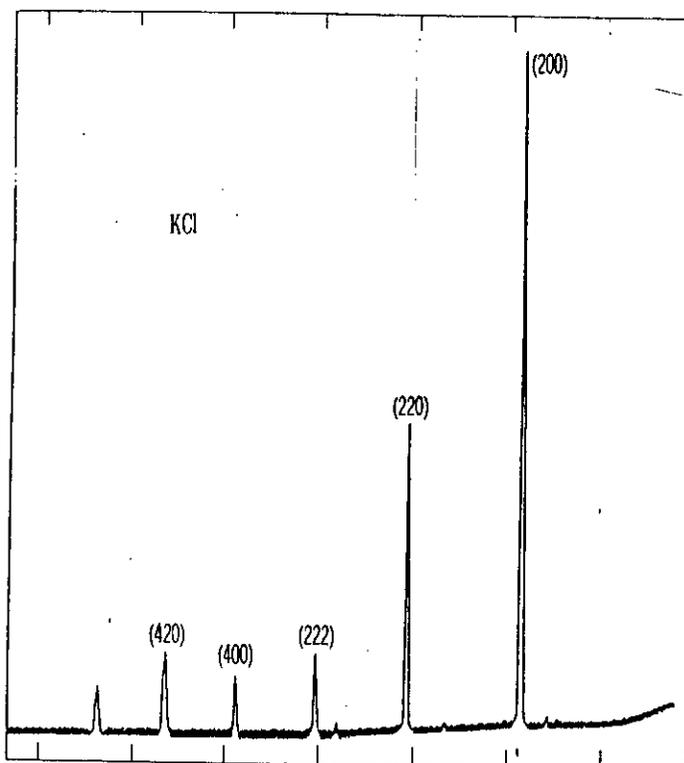


FIG. 5.6. Spectre de diffraction X de référence pour le KCl

Conclusion générale

Conclusion

Ce travail a eu pour objectif d'étudier la faisabilité d'automatiser le système de croissance de monocristaux de KCl basé sur une technique puissante de croissance cristalline, à savoir la méthode Czochralski.

Une première étape de cette étude a consisté en la mise en œuvre d'un dispositif automatique qui consiste en une partie mécanique et l'autre thermique.

Un matériau école, en l'occurrence le KCl, dont les caractéristiques thermophysiques, correspondent aux exigences du dispositif étudié et réalisé, a été choisi afin de tester les possibilités de ce dispositif.

Tout d'abord, la croissance d'un cristal pur a été entreprise. L'initialisation de la croissance à partir d'un germe s'est avérée indispensable pour l'obtention d'un lingot monocristallin, sinon un lingot à gros grains est produit.

L'optimisation des paramètres de croissance, essentiellement l'atmosphère de chauffage de variation $\pm 1^{\circ}C$, et la vitesse de tirage, nous a permis d'élaborer des cristaux de KCl de différentes tailles, l'aspect apparent des cristaux tirés et leur transparence semble indiquer une bonne cristallisation ce qui a été du reste confirmé par la caractérisation effectuée.

En effet, les cristaux obtenus ont été caractérisés par diverses techniques. Ainsi, sur la base des résultats d'observations de diffractions de rayons X, de spectroscopie en transmission et de révélation chimique des dislocations, nous pouvons affirmer la bonne cristallisation du composé obtenu grâce au bon fonctionnement du dispositif de tirage de cristaux réalisé.

Le système de cristallogénèse que nous avons fabriqué ayant été validé par l'élaboration de monocristaux de KCl, son développement futur doit s'orienter dans plusieurs directions:

Conclusion générale

- L'amélioration de la partie thermique du four par l'utilisation d'un régulateur numérique plus performant .
- Le perfectionnement de la partie mécanique de notre système, en utilisant des moteurs plus précis, ainsi qu'un usinage plus fin des pièces mécaniques qui le composent .
- Enfin, l'automatisation complète du système de tirage réalisé. Celle-ci exige la mise en place d'un logiciel de pilotage des paramètres expérimentaux, et d'interface de commande.

En effet, l'intégration d'un système de pilotage, d'acquisition et traitement de données assurent une parfaite reproductibilité des expériences, augmentant ainsi la fiabilité des résultats obtenus.

Bibliographies



- [1] **A. Boulmerka**: "Conception et réalisation d'un système de tirage de monocristaux de KCl par la technique Czochralski". Thèse d'ingénieur de spécialisation, Unité de développement de la technologie du silicium, Fev. (2000).
- [2] **A. Ocafrain**: "Mise en œuvre et utilisation de la méthode de l'échangeur thermique (HEM) pour l'obtention de monocristaux à applications spécifique et de céramiques supraconductrices orientées". Thèse de Doctorat, Université de Bordeaux 1 (1995).
- [3] **J.C. BRICE**: "The growth of crystals from liquids". North-Holland, Elsevier (1973).
- [4] **Krishan Lal (Ed.)**: "Synthesis, Crystal Growth and Characterization". North Holland (1982). Based on the Proceeding of the International Schol on Synthesis, Crystal Growth and Characterization of Materials of Energy Conversion and Storage (New Delhi, 1981).
- [5] **E. Kaldis (Ed.)**: "Crystal Growth of Electronic Materials", North Holland (1985). Based on the lectures at the 5th ISSCG (Davos, 1983).
- [6] **W. Zulehner**: "Czochralski growth of silicon". Journal of Crystal Growth 65 (1983) 189.
- [7] **G. K. Teal and E. Buehler**: "Growth of silicon single crystals and single crystal silicium p-n junctions", Physical Review 87 (1952) 190.
- [8] **F. Schmid**: "Crystal Systems Inc.", U.S. Patent 3, 898,051 (1975).
- [9] **C. P. Khattak, F. Schmid**: "Growth of large diameter crystals by HEM for optical and laser applications", SPICE, vol. 505, Advances in optical Materials (1984) 4.
- [10] **J. Czochralski**, Z. Physik Chemie, 92 (1917) 219.
- [11] **P. Wouters**: "Simulation numérique des échanges thermiques et application à la croissance des cristaux semi-conducteurs", Thèse de Ph. D, Université Catholique de Louvain, Belgique (1985).
- [12] **A. Harkati**: "Simulation numérique des transferts thermiques pendant la croissance Czochralski du silicium". Thèse de Magister, USTHB(1998).
- [13] **A. Harkati, D. Ouadjaout, R. Younsi and D. Kalache**: "Numerical Simulation of Hydrdynamics and Heat Transfer During Czochralski growth of silicon". Algerian Journal of Advanced Materials, vol. 3(1999) 89-94.
- [14] **K. M. Kim, A. Kran, P. Smetana and G. H. Schwuttke**: "Computer simulation and simulation control growth of large diameter Czochralski silicon crystals". J. Electrochem. Soc.: Solid State Science and Technology, vol.130, N°5(1983) 1156-1160.

- [15] **W. C. Dash:** "growth and perfection of crystals".
- [16] **L. Guilbert:** "Cristallogénèse de l'arséniure de gallium par la technique Czochralski sous basse pression. Contribution à l'étude de la formation des défauts dans le matériau non dopé". Thèse de Doctorat, Université de Paris 06 (1991).
- [16] **J. CRABOL:** " Transfert de la chaleur", tome 1. Paris: Masson, 1989. 216p
- [17] **J. R. Howell:** "A catalog of radiation configuration factors", McGraw-Hill; NY, (1982).
- [18] **H. S. Carslaw, J. C. Jeager:** " Conduction of heat in solids", Oxford University press, New York, (1988), ISBN 0-19-853368-3.
- [19] **P. Elevis, J. P. Ward:** " Finite element method. Principles and application", Addison-Wesley, (1991).
- [20] **E. Becker, G. Carey, J. Oden:** "finite elements: An introduction", Prentice-Hall, 1981.
- [21] **G. Strang, G. Fix,:** " An analysis of the finite element method ", Prentice hall, (1973).
- [22] **T. Hians et P. Guyenot:** "Régulation et asservissement", Eyrolles, 1995.
- [23] **L. Tuis :** "Identification of non linear systems by means of multilevel pseudo- random signals of applied to water turbine system ", 4th IFCA Symposium of identification and system parameter estimation, Tiflis, 1976.
- [24] **F. Claude :** "Identification et commande des systèmes", Hermès, Paris, 1988.
- [25] **Christian STEER:** "croissance de monocristaux de Tellurure de cadmium par la méthode Bridgman : modélisation , préparation et caractérisation" Thèse de doctorat de l'Université de Louis Pasteur de Strasbourg, 1993.
- [26] **S. Ghanemi:** " Etude des centres colorés (F_2^+)_{AH} à effet laser dans les cristaux de KCl dopés par Na₂CO₃ et élaborés par la méthode Czochralski". Thèse de Magister, Université de Constantine (1996).
- [27] **D. Wandt, W Gellermann and F. Luty,** Journal of Applied Physics, vol. 61 (1987) 864.
- [28] **B. Boudine M. Samah et R. Mouras:** " Etude des halogénures alcalins dopés aux agrégats de semi-conducteurs II-VI". Congrès International sur le Génie des Matériaux (USTHB, Nov. 1999).
- [29] **Y. Masumoto, S. Ogasawara:** " Photostimulated Luminescence of CuCl quantum dots in NaCl crystals", Japanese Journal of Applied Physics, 1999, vol. 38, no 6AB, pp.623-625.

- [30] **K. Riedling**: "Autonomous encapsulated Czochralski (LEC) growth of single crystal GaAs by 'intelligent' digital control", *Journal of crystal growth*, (1988), vol.89.
- [31] **W. M. Rohsenow, J. P. Hartnett**: "handbook of heat transfer", McGraw-Hill, NY, (1973)
- [32] **L. Ljung** : "System identification Theory for the users", Prentice- Hall, Englewood Cliffs, N.J, (1987), INSB 0-13-881640-9.
- [33] **Ioan Doré Landau**, "identification et commande des systèmes" Hermès, Paris, 1988.
- [33] **S. P. Albright, B. Ackerman, R. R. Chamberlin et J. F. Fordan**: " Proc. Polycrystalline thin film program met", August 16-17, Lakewood, Colorado, (1989); P.17
- [34] **J. Brice et P. Capper**: "Properties of mercury cadmium telluride", INSPEC, London, (1987), ISBN 0 85296 473 0.
- [35] **D. J. Hatley et I. A. Pirbhai**: " Strategies for real-time system specification", Dorset House Publishing co., New York, (1987), ISBN 0-932633-04-8
- [36] **J. P. Le Ludec**: "Instrumentation et traitement du signal pour la caractérisation thermique et mécanique d'un four de tirage Czochralski sous champ magnétique 'Application à la croissance de GaAs' ". Thèse Doctorat, Université, J. Fourier- Grenoble I, France,(1989).
- [37] **M. Villain**: " Systèmes asservis linéaires", Ellipses, (1996),INSB 2-7298-5652-8.
- [38] **B. Andre et De. Veriendt**: "La transmission de chaleur, Tome1&2", Le lac-St-Jean, (1984).
- [39] **W. M. Rohsenow et J.P. Harnett**: "Handbook of heat transfert", MG Grew-Hill, NY,(1973).
- [40] **P. Clerc**: " Automatique continue et échantillonnée" Masson, Paris, (1996).

Annexes

```
% charger les données 'data' pour identifier la fonction de transfert du moteur
%load kr1.ext
clear;
load kt.ext
y2=kt (1:500,3); % la sortie du système en fonction de tension(V )
u2=kt (1:500,2); % L'entrée appliquée au système en tension (V)
t2=kt (1:500,1); % le temps de l'expérience
z2=[y2 u2]; % l'entrée en fonction de sortie
subplot (2,1,2), plot (t2,u2,'k'), grid, xlabel ('le temps en [sec]'), ylabel ('tension d entrée [V]')
;
subplot (2,1,1), plot (t2,y2,'k'), grid, xlabel ('le temps en [sec]'), ylabel ('tension de sortie [V]');
pause; %Taper une touche pour continuer
z2=dtrend (z2);
% La réponse en fréquence
sy=spa (z2);
grid, title ('La réponse en fréquence'), xlabel ('freq[ 1/sec]'),
ylabel('A');
bodeplot (sy,'a'), grid, title ('La réponse en fréquence'), xlabel('freq[1/sec]'),
ylabel ('A');
pause;
ir=cra(z2), title ('la sortie en échantillonnée'), xlabel ('nombre échantillonnage');
pause; %Taper un clé
stepr=cumsum (ir);
newplot; plot (stepr,'k'), title('La réponse en temps'), xlabel ('le temps en [sec]');
pause;
%Taper une touche pour continuer
th=arimax (z2, [2 2 0 0]); % identification par la méthode d'ARMAX
%th=arimax (z2, [3 3 0 0]);
%th=arx (z2, [2 2 0]); % identification par la méthode d'ARMA
%th=arx (z2,[3 3 0]);
%th=iv4 (z2,[2 2 0]);
```

```
%th=sett (th, 20);
present (th),
u=dtrend (u2,0,700:1000);
y=dtrend (y2,0,700:1000);
yh=idsim (u, th);
subplot (2,1,2), plot (t2, [yh, y]), grid,title ('Signal de sortie :mesurée en vert et modèle en
bleu'), xlabel ('le temps en [sec]'), ylabel ('tension de sortie [V]');
pause;
%Taper une touche ppour continuer
compare ([y u], th,inf), title ('ARMA220'), xlabel ('Signal de sortie :mesurée en noir et
modèle en bleu') ; % la comparaison entre le système réel et le système identifié
pause;
%Taper une touche pour continuer
e=resid (z2,th,1000);
pause;
%Taper une touche pour continuer
zpth=th2zp (th);
zpplot (zpth), title ('ARMAX330'), xlabel('X zeros et O poles');
pause;
%Taper une touche pour continuer
step=ones (20,1);
mstepr=idsim (step,th),
plot ([stepr,mstepr]), title ('comparaison la réponse en échellon'), xlabel (' la réponse de
sortie:en bleue mesurée et verte du modèle');
% ce programme est le fruit de visualiser la pratique
% de l'application de la commande RST au moteur à CC
% par le biais de PC à travers la carte d'acquisition
clear;
load data3_m.ext;
t=1:63;
u=data3_m (:,1);
```

Annexe I: Programme en MatLab pour L'Identification et Régulation de la vitesse du moteur

```
y=data3_m (:,2)+0.5; % on a ajouté 0.5 pour compenser l'erreur de la carte PCI  
subplot (2,1,1), plot (t,u,t,y,'k+'),  
title (' Comparaison entre la simulation et le pratique '),  
xlabel (' le temps en s '),ylabel ('la vitesse en ');
```

% Chager les données 'Data' pour identifier la fonction de transfert du four

```
load gr13.m
y2=gr13 (:,2); % la sortie du système en fonction de température (C )
u2=gr13 (:,1); % L'entrée appliquée au système en puissance (Watt)
t2=gr13 (:,3); % le temps de l'expérience
%z=[y (1:164) u (1:164)]; % l'entrée en fonction de sortie'
z2=[y2 (1:80) u2 (1:80)]; % l'entrée en fonction de sortie
subplot (2,1,2), plot (t2,u2), grid, xlabel ('le temps en [sec]'), ylabel ('puissance [W]') ;
subplot (2,1,1), plot (t2,y2), grid, xlabel ('le temps en [sec]'), ylabel ('température [deg C]');
pause;
% Taper une touche pour continuer
z2=dtrend (z2);
%la réponse en fréquence
sy=spa (z2);
subplot (2,1,1), bodeplot (sy,'A'), grid, title ('La réponse en fréquence'), xlabel ('freq[1/sec]'),
ylabel ('A');
pause;
% Taper une touche pour continuer
ir=cra (z2);
pause;
stepr=cumsum (ir);
newplot;plot (stepr), title ('La réponse en temps'), xlabel ('le temps en [sec]');
pause;
th=bj (z2, [2 1 2 3 0]); % identification par la méthode de Box Jenkins
%th=iv4 (z2,[4 2 0]);
th=sett (th, 36.55);
present (th),
u=dtrend (u2 (90:160));
y=dtrend (y2 (90:160));
yh=idsim (u, th);
```

```
plot (t2 (90:160), y, 'b--',t2 (90:160), yh,'g-'), grid,title ('BJ2123'), xlabel ('le temps[s]'),ylabel ('temp.[C]');
pause;
% Taper une touche pour continuer
subplot (2,1,1), plot (t2 (90:160), [yh , y]), grid, xlabel ('le temps en [sec]'), ylabel ('température [deg C]');
pause;
% Taper une touche pour continuer
subplot (2,2,1),compare ([y u], th,inf),grid, title ('thBj2123') ; % la comparaison entre le système réel et le système identifié
pause;
% Taper une touche pour continuer
e=resid (z2,th,160);
pause;
% Taper une touche pour continuer
zpth=th2zp (th);
pause;
% Taper une touche pour continuer
zpplot (zpth), title ('thBj2123');
pause;
% Taper une touche pour continuer
step=ones (20,1);
mstepr=idsim (step,th),
plot ([stepr,mstepr]),
title ('bleu: la réponse du système en échelon unité mesuré, vert: sys.modèle') ;
echo off
```

%*Régulateur PID appliqué à la fonction de transfert du four***%**

```
clear
%Implantation les valeurs de la fonction de transfert du four F(z)
a1=-1.1009; a2=0.3876; b1=0.0488; b2=-0.0131; % FOUR
% la méthode de déterminer les poles de perfermonces
% pour un temps de monte tm donné par un cahier de charge en fixant
% ksi=0.707 puis on détremine w et en suite en calculant le temps d'échantillonnage te
% la valeur corresspondante à ksi de w*tm=3.29
% p1=-2*(exp (-ksi*w*te))* cos (w*sqrt (1-ksi*ksi) et p2=exp (-ksi*w*te)*exp (-ksi*w*te)

% la pulsation et le temps d'échantillonnage doivent vérifier la condition
% suivante : 0.25<=w*te<=1.5 on suppose que c= w*te
% le depassement D=4.6 en pourcentage
ksi=0.707;
tm=30;
w=3.29/tm
pause;
% Taper une touche pour continuer
te=10;
c=w*te
f1= -ksi*w*te
f2= w*sqrt (1-ksi*ksi)
p1= -2*(exp (f1))* cos (f2) % En fixant les paramètres du polynome p(q)
p2= exp (f1)*exp (f1)
p(2)= p1; p (3)= p2;
M=[b1 0 0 1; b2 b1 0 a1-1; 0 b2 b1 a2-a1; 0 0 b2 -a2];
drr=[1+p (2)-a1 p (3)+a1-a2 a2 0]';
disp ('Calcul Les Paramètres du Régulateur r0, r1, r2 et s1')
rr=inv (M)*drr
r0=rr (1); r1=rr (2); r2=rr (3); s1=rr (4);
disp ('Calcul le gain d'amplificateur T')
```

```
T=r1+r2+r3
yref(1:50)=700;
y(1)=0;u(1)=0; u(2)=0;
y(2)=0;
for k=3:50
y(k)=-a1*y(k-1)-a2*y(k-2)+b1*u(k-1)+b2*u(k-2);
u(k)=(1-s1)*u(k-1)+s1*u(k-2)-r0*y(k)-r1*y(k-1)-r2*y(k-2)+T*yref(k);
end
plot(y), grid, title('Régulation du four par simulation'),
xlabel('le temps en [mn]'),ylabel('La température en [C]');
```

```
unit Comio1;
interface
uses
  SysUtils, WinTypes, WinProcs, Messages, Classes, Graphics, Controls,
  Forms, Dialogs, StdCtrls;
Const
  DEFAULTCOM = 2;
  MAXBUF     = 1024;
  IntA00 = $20;
  IntA01 = $21;
  {----- Constantes pour défaut -----}
  ERR_COMINIT      = 1;
  ERR_TXTIMEOUT    = 2;
  ERR_RXTIMEOUT    = 3;
  ERR_BADCOMM      = 4;
  ERR_COMIO        = 5;
type
  TForm_comio1 = class(TForm)
  private
    { Private declarations }
  public
    { Public declarations }
  end;
{Procedure COM_ReportError(ErrNo: Integer);}
Procedure COM_InitBuffer;
Function COM_ByteAvail : Boolean;
Procedure COM_OutByte(b : Byte);
Function COM_InByte : Byte;
var
  BuffStart : Word;      { Début du tampon circulaire }
  BuffEnd   : Word;      { Fin du tampon circulaire }
```

```
Buffer    : Array[0..MAXBUF] of Byte; { Mémoire de caractères      }
ComBaseAddr : Word;      { Adressé de base du composant 8250      }
ComIntNo   : Byte;      { Num,ro du vecteur d'interruption      }
ComIntMask : Byte;      { Masque d'interruption matériel du 8259  }
ComLCR     : Byte;      { Valeur pour le registre de contrôle de ligne  }
BaudRateDiv : Word;     { Diviseur pour la définition de la vitesse de transmission }
OldComIntr : Pointer;   { Adresse de l'ancienne routine d'interruption }
TimeOutConst: Integer;  { Attente max. en ms                }
ExitSave   : Pointer;   { Ancienne procédure de sortie        }
Form_comio1: TForm_comio1;
{$F+}
implementation
uses windos,wincrt;
{$S-,R-}
{$R *.DFM}
Procedure COM_Interrupt; interrupt;
{*****}
* La procédure COM_Interrupt est prévue pour la réception *
* commandée par interruption de l'interface sérielle. Elle est *
* toujours appelée lorsqu'un caractère est transmis à *
* l'interface sérielle PC. Ceci se fait à l'arrière plan sans *
* autres actions du programmeur. *
* Les caractères reçus sont inscrits dans le tampon Array *
* organisé comme tampon circulaire. "BuffStart" pointe sur *
* le caractère à lire; "BuffEnd" pointe sur l'endroit où sera *
* inscrit le prochain caractère reçu. *
{*****}
begin
  Buffer[BuffEnd] := Port[ComBaseAddr]; { Ecrire caractère }
  Inc(BuffEnd); { Nouvelle fin tampon }
  if (BuffEnd > MAXBUF) { Si tampon plein: }
```

```
    then BuffEnd := 0;           { Commencer au début }
    Port[INTA00] := $20;        { Autoriser interruption }
    Inline($FB);               { STI }
end;
{$F-}
{Procedure COM_ReportError(ErrNo: Integer);
*****
* Cette fonction signale un défaut apparu à l'initialisation ou
* lors de la lecture/écriture (ErrNo != 0).
*
*-----*
* Paramètres d'entrée:
* ErrNo : spécifie le défaut (valeur de GetComError()
* ou OpenComm())
*****}
{Var
  St : String;
begin
  if (ErrNo = 0)
  then Exit;
  Write(^G);
{ GotoXY(1,1); }
{ Case ErrNo of
  ERR_COMINIT: showmessage('Défaut à l'initialisation');
  ERR_RXTIMEOUT: showmessage('Défaut à la réception de la PC/I');
  ERR_TXTIMEOUT: showmessage('Défaut à l'émission vers PC/I');
  else showmessage('Défaut lors transmission de données');
end;
{ WriteLn(St); }
{ Halt(1);
end; }
Procedure COM_SetDefaults(ComNo : Integer);
```

Annexe III: Le programme de la carte d'acquisition PCI unité "Comio1"

```
{*****}
* La procédure "ComSetDefaults" inscrit les valeurs standards *
* pour l'interface sérielle. *
* Pour la PC/I nous travaillons avec: 9600, n, 8, 2. *
*=====*
* Paramètres d'entrée: *
* ComNo : Numéro de l'interface sérielle *
* 1 = COM1: *
* 2 = COM2: *
*****}

begin
  BuffStart := 0;
  BuffEnd := 0;
  ComLCR := 7; { n,8,2 }
  BaudRateDiv := 12; { 9600 }
  TimeOutConst:= 1000; { une seconde }
  if (ComNo = 1) then
    begin
      ComBaseAddr := $3F8; { COM1: }
      ComIntNo := $0C;
      ComIntMask := $10;
    end
  else if (ComNo = 2) then
    begin
      ComBaseAddr := $2F8; { COM2: }
      ComIntNo := $0B;
      ComIntMask := $08;
    end
  else
    { COM_ReportError(ERR_COMINIT); }
end;
```

Procédure COM_Init;

```
{*****  
* La procédure "COM_Init" initialise l'interface série et *  
* plie les vecteurs d'interruption. *  
* La routine est appelée par la partie d'initialisation de *  
* L'UNITE, pour que l'utilisateur n'ait rien à voir avec la *  
* gestion des COMx: *  
*****}
```

Var

Dummy : Byte;

begin

{

* Définition vitesse de transmission.

}

Port[ComBaseAddr + 3] := ComLCR or \$80; { DLAB = 1 }

Port[ComBaseAddr] := Lo(BaudRateDiv); { DLL }

Port[ComBaseAddr + 1] := Hi(BaudRateDiv); { DLH }

{

* Plier vecteur d'interruption

}

GetIntVec(ComIntNo, OldComIntr);

SetIntVec(ComIntNo, @COM_Interrupt);

{

* DLAB sur 0

}

Port[ComBaseAddr + 3] := Port[ComBaseAddr + 3] and \$7F;

{

* Interruption si données reçues disponibles

}

Port[ComBaseAddr + 1] := 1;

{

```
* Mise à un DTR et RTS
}
Port[ComBaseAddr + 4] := $0B;
{
* Activation interruption
}
Port[IntA01] := Port[IntA01] and not ComIntMask; { Enable IRQx }
Port[IntA00] := $20;
{
* Dummy- Read
}
Dummy := Port[ComBaseAddr];
Inline($FB);
end;
{$F+}
Procedure COM_Exit;
{*****}
* Cette routine désinitialise l'interface série et le contrôleur des interruptions *
* Tous les autres vecteurs * d'interruption sont remis aux valeurs initiales *
* La routine est inscrite dans la chaîne de sortie de TURBO-Pascal pour pouvoir *
* être appelée en cas d'interruption non prévue du programme (sinon les vecteurs *
* d'interruption iraient à l'infini). *
*****}

Const
  IntA00 = $20;
  IntA01 = $21;
begin
  ExitProc := ExitSave;
  SetIntVec(ComIntNo,OldComIntr);
  Port[IntA01] := Port[IntA01] or ComIntMask; { Disable IRQx }
end;
```

{SF-}

Procédure COM_InitBuffer;

```
{*****  
* Cette routine initialise le tampon des caractères de *  
* l'interface sérielle. Le début égale la fin pour que le tampon soit effacé *  
*****}
```

begin

 BuffStart := 0;

 BuffEnd := 0;

end;

Function COM_ByteAvail : Boolean;

```
{*****  
* Cette fonction vérifie si les caractères sont dans le *  
* tampon de l'interface sérielle. *  
*-----*  
* Valeur renvoyée: *  
* ----- *  
* FALSE : Le tampon est vide *  
* TRUE : Le tampon a des caractères *  
*****}
```

begin

 COM_ByteAvail := BuffStart <> BuffEnd;

end;

Function COM_InByte : Byte;

```
{*****  
* Cette fonction lit un octet du tampon de l'interface *  
* sérielle. Si aucun caractère n'est disponible, il y a *  
* sortie d'un message de défaut via "COM_ReportError". *  
*-----*  
* Valeur renvoyée: *  
* L'octet lu. *  
*****}
```

```
*****}
Var
  TimeOutCount : Integer;
  b             : Byte;

begin
  donewincrt;
  TimeOutCount := TimeOutConst;
  While (BuffStart = BuffEnd) and (TimeOutCount <> 0) do
    begin
      { Delay(1);}
      Dec(TimeOutCount);
    end;
  if TimeOutCount = 0 then
    begin
      {COM_ReportError(ERR_RXTIMEOUT); }
      b :=0{13};
    end
  else
    begin
      b := Buffer[BuffStart];
      Inc(BuffStart);
      if (BuffStart > MAXBUF)
        then BuffStart := 0;
    end;
  COM_InByte := b;
end;

Procedure COM_OutByte(b : Byte);
{*****}
* Cette routine sort un caractère à l'interface sériele. On *
* contrôle si la PC/I peut recevoir un caractère.          *
```

Annexe III: Le programme de la carte d'acquisition PCI unité "Comio1"

```
* Si la PC/I n'est pas prête, on attend au maximum le temps *
* défini par "TimeOutConst". Si la PC/I ne peut recevoir *
* un caractère pendant ce temps, le défaut est rapporté *
* (via COM_ReportError). *
```

```
*****}
```

```
Var
```

```
    TimeOutCount : Integer;
```

```
begin
```

```
{
```

```
    * Mise à un compteur pour dépassement de temps
```

```
}
```

```
    TimeOutCount := TimeOutConst;
```

```
{
```

```
    * Vérifier si le registre d'émission est vide et si la
PC/I
```

```
    * a mis à un la ligne CTS pour signaler la disponibilité
à la réception
```

```
}
```

```
While ((Port[ComBaseAddr + 5] and $20) <> $20) or
        ((Port[ComBaseAddr + 6] and $30) = 0) and
        (TimeOutCount <> 0) do
```

```
begin
```

```
    Dec(TimeOutCount);
```

```
    {Delay(1);} ;
```

```
end;
```

```
if TimeOutCount = 0 then
```

```
begin
```

```
{
```

```
    * Il y a eu dépassement de temps
```

```
}
```

```
    { COM_ReportError(ERR_TXTIMEOUT); }
```

```
        end
    else
        Port[ComBaseAddr] := b;
    end;

begin
    ClrScr;
    COM_SetDefaults(DEFAULTCOM);
    COM_Init;
    ExitSave := ExitProc;
    ExitProc := @COM_Exit;
end.
```

```
unit U_ac30;
interface
uses
  SysUtils, WinTypes, WinProcs, Messages, Classes, Graphics, Controls,
  StdCtrls, Forms, DBCtrls, DB, Mask, DBTables, ExtCtrls, Buttons,
  DBLookup, Dialogs, Un_Gra1, U_gr_f, U_gr_rot, VBXCtrl, Switch, Gauges;
type
  TForm_Acq = class(TForm)
    ScrollBox: TScrollBox;
    DBNavigator: TDBNavigator;
    Panel1: TPanel;
    DS_par63: TDataSource;
    Panel2: TPanel;
    Tab_par63: TTable;
    GroupBox2: TGroupBox;
    Label1: TLabel;
    DBEdit_Vr: TDBEdit;
    Label3: TLabel;
    DBEdit_Vt: TDBEdit;
    Label6: TLabel;
    Tab_exp63: TTable;
    Ds_exp63: TDataSource;
    GroupBox1: TGroupBox;
    Label9: TLabel;
    Label11: TLabel;
    Label5: TLabel;
    Label7: TLabel;
    DBEdit1: TDBEdit;
    DBEdit3: TDBEdit;
    DBEdit_tf: TDBEdit;
    DBLookupCombo1: TDBLookupCombo;
```

Timer1: TTimer;
Label2: TLabel;
tab_ther63: TTable;
Ds_Ther63: TDataSource;
ComboBox1: TComboBox;
Label4: TLabel;
Label8: TLabel;
DBEdit4: TDBEdit;
Tm: TLabel;
GroupBox3: TGroupBox;
Label13: TLabel;
Label14: TLabel;
Label15: TLabel;
Edit_Vrm: TEdit;
Label16: TLabel;
Edit_Vtm: TEdit;
Timer_Ex: TTimer;
Label17: TLabel;
DBEdit_hrs: TDBEdit;
Label18: TLabel;
DBEdit_min: TDBEdit;
Edit_Trest_Hrs: TEdit;
Edit_Trest_Min: TEdit;
Edit_Trest_Sec: TEdit;
Label19: TLabel;
Label20: TLabel;
Label21: TLabel;
dbedit_Tm: TDBEdit;
edit_tfm: TEdit;
BiSwitch1: TBiSwitch;
Timer_1sec: TTimer;

```
Gauge1: TGauge;
Label_T1: TLabel;
DBEdit2: TDBEdit;
Tab_exp63TEX_HRS: TSmallintField;
Tab_exp63EXP: TStringField;
Tab_exp63MAT: TStringField;
Tab_exp63TEX: TFloatField;
Tab_exp63TEX_MIN: TSmallintField;
Tab_exp63VTR: TStringField;
Tab_exp63T1: TSmallintField;
Tab_exp63VRO: TStringField;
Tab_exp63TFE: TFloatField;
Tab_exp63DTEXP: TDateField;
Tab_exp63TM: TFloatField;
Label10: TLabel;
Label12: TLabel;
procedure FormCreate(Sender: TObject);
procedure FormClose(Sender: TObject; var Action: TCloseAction);
procedure BitBtn1Click(Sender: TObject);
procedure BitBtn2Click(Sender: TObject);
procedure interval_temps(Sender: TObject);
procedure BitBtn3Click(Sender: TObject);
procedure interval_exp(Sender: TObject);
procedure Timer_FinTimer(Sender: TObject);
procedure DBEdit_hrsExit(Sender: TObject);
procedure BiSwitch1On(Sender: TObject);
procedure BiSwitch1Off(Sender: TObject);
procedure Timer_1secTimer(Sender: TObject);
procedure FormActivate(Sender: TObject);
procedure DBLookupCombo1Change(Sender: TObject);
private
```



```
{ private declarations }
public
  { public declarations }
end;
const
  krot=1; Ktt=1; Kt=1; Kro=1;
var
  Form_Acq: TForm_Acq;
  DEBUT:TDATETIME;
  fp:textfile;
  Nbre_Interv : integer; {peut etre longint}
  Temps_restant, Temps_Ecoule: longint;
  var yd1,yd,yd2,ud1,ud,ud2, yref,yrefl:real;
      yd11,yd11,yd211,ud111,ud11,ud211, yref11,yrefl11 :real;
      yrefb,yrefb11:integer;
implementation
uses comiol, windos;
{$R *.DFM}
procedure TForm_Acq.FormCreate(Sender: TObject);
begin
  Tab_par63.Open;
end;
procedure TForm_Acq.FormClose(Sender: TObject; var Action: TCloseAction);
begin
  action:=cafree;
  Timer_1sec.enabled:=false;
end;
procedure init_pid_moteur;
begin
  Yref:= FORM_ACQ.TAB_EXP63.FIELDBYNAME('VRO').ASFLOAT ;
  yd:=0;
```

```
ud:=0;
{Conversion de Yref en Tension}
{ yref:la tension appliquee a l'entree du moteur }
Yref:=Yref/Krot;
{Conversion de Yref en binaire}
yrefb:=round(yref*256/20);
COM_OutByte($55);
COM_OutByte(yrefb);
end;
procedure init_pid_trans;
begin
    Yref1:= FORM_ACQ.TAB_EXP63.FIELDBYNAME('VTR').ASFLOAT ;
    yd1:=0;
    ud1:=0;
    {Conversion de Yref en Tension}
    { yref:la tension appliquee a l'entree du moteur }
    Yref1:=Yref1/Ktt;
    {Conversion de Yref en binaire}
    yrefb1:=round(yref1*256/20);
    COM_OutByte($50);
    COM_OutByte(yrefb1);
end;
procedure TForm_Acq.BitBtn1Click(Sender: TObject);
begin
label15.caption:=datetimetostr(now);
Close;
end;
{ REGULATION LA VITESSE DE TRANSLATION DU MOTEUR }
{ ENVOYER LA TENSION U(k) }
{ LECTURE LA TENSION DE SORTIE y(k) PUIS ON LIT LA VALEUR
CORRESPNDANTE EN VITESSE }
```

```
{début de procédure de régulation du moteur}
{ program PID_Moteur de rotation;}
procedure PID_Moteur;
{ lire la valeur de sortie du moteur y[k]}
{envoyer à l'entrée du moteur u(k)}
{u[k]=(1-s1)*u[k-1]+s1*u[k-2]-r0*y[k]-r1*y[k-1]-r2*y[k-2]+T*yref[k];}
const
r0=0; r1=0; r2=0; s1=0; s1 i=1;
T=1{r0+r1+r2};
{Krot=1; {le coefficient de conversion vitesse en tension}
{Kro=1; {le coefficient entre l'entrée et la sortie}
Var
ydv:real;
yb,ub :integer;
begin
yd1:=yd;
yd2:=yd1;
ud1:=ud;
ud2:=ud1;
COM_OutByte($43); {recevoir la sortie du moteur}
yb:=COM_InByte;
FORM_ACQ.Edit_Vrm.text:=floattostrf(yb,ffixed,5,3);
  { yb:=256-yb;}
  {if yb>127 then yb:=127;}
  { yd:=yb*0.078125; }
if yb<=127 then yd:=yb*20/256 else yd:=(256-yb)*(20/256);
yd:=yd/Kro; { on l'elimine sin on applque la regulation}
ydv:=Krot*yd; {On convertit yd en tension}
  {appliquer en pratique si on a le capteur}
{FORM_ACQ.Edit_Vrm.text:=floattostrf(ydv,ffixed,5,3);}
  {appliquer en pratique si on a le capteur}
```

```
ud:=(1-s11)*ud1+s1*ud2-r0*yd-r1*yd1-r2*yd2+T*yreft;
    {test sans regulation}
{FORM_ACQ.Edit_Vrm.text:=floattostrf(ud,ffixed,5,3);}
    {test sans regulation}
    { on peut utiliser trunc au lieu round}
ub:=round((ud*256)/20);
    {writeln(ub);}
COM_OutByte($55); { avec regulation}{ Envoyer vers le moteur }
COM_OutByte(ub); { avec regulation}
{ COM_OutByte($56); { POUR VISUALISER LA SORTIE EN BINAIRE}
{ COM_OutByte(yb);}
end;
{fin de procedure de regulation du moteur}
procedure TForm_Acq.BitBtn2Click(Sender: TObject);
begin
timer_ex.enabled:=false;
{timer_fin.enabled:=false;}
Nbre_Interv:=0; {C'est le nbre de pas d'execution}
{On ouvre le fichier exp.txt }
assignfile(fp,'c:\four\exp.txt');
rewrite(fp); {no 1}
{on ajuste le pas de l'experience ds timer_ex}
{timer_fin.interval:=tab_exp63.fieldbyname('Tex').asinteger;}
timer_ex.interval:=tab_exp63.fieldbyname('TM').asinteger;
timer_ex.enabled:=true;
{timer_fin.enabled:=true;}
end;
procedure TForm_Acq.interval_temps(Sender: TObject);
begin
Label2.caption:=datetimetostr(now);
end;
```

```
function Cher_Table(Tcoup:string,Tfm:Real): real ;
var v:real;
Resultat:REAL;
begin
  {valeur a chercher}
  Form_acq.Tab_ther63.active:=false;
  Form_acq.Tab_ther63.IndexNAME:='TFM';
  Form_acq.Tab_ther63.active:=true;
  Form_Acq.tab_ther63.setkey;
  Form_Acq.tab_ther63.fieldbyname('TFM').asfloat := TFM;
  Form_Acq.tab_ther63.fieldbyname('THER').asSTRING := Tcoup ;
  Form_Acq.tab_ther63.Gotonearest;
  Resultat:=Form_Acq.tab_ther63.fieldbyname('Tm').asFLOAT;
  Cher_Table:=Resultat;
  {fin du test}
end;

procedure TForm_Acq.BitBtn3Click(Sender: TObject);
  {VAR DEBUT,FIN:DATETIME; }
begin
  {DEBUT:=NOW;}
  {rechercher;}
end;

procedure convert_temps(trest:longint;var nbh,nbmin,nbsec:longint);
var reste:longint;
begin
  nbh:=(trest div 3600000);
  reste:=trest-nbh*3600000;
  nbmin:=(reste div 60000);
  reste:=reste-(nbmin*60000);
  nbsec:=(reste div 1000);
end;
```

```
function complete(t:string,nb:integer):string;
var reste,i:integer;
res:string;
begin
  reste:=nb-length(t);
  res:=t;
  for i:=1 to reste do res:=' '+res;
  complete:=res;
end;
procedure PID_Trans;
const
r0=0; r1=0; r2=0; s1=0; s11=1;
T=1 {r0+r1+r2};
{Ktt=1; { sans rgulation le coefficient d'egalité entre l'entrée et la sortie}
{Kt=1; {le coefficient de conversion vitesse en tension}
var
ydv:real;
yb,ub :integer;
Vt1,Vt1t,a, t_min:real;
Vt1b: integer;
Begin
a:=FORM_ACQ.TAB_EXP63.FIELDBYNAME('VTR').ASFLOAT /
  FORM_ACQ.TAB_EXP63.FIELDBYNAME('T1').ASFLOAT ;
if Temps_Ecoule < FORM_ACQ.TAB_EXP63.FIELDBYNAME('T1').ASFLOAT * 60000
then
begin {On n'a pas encore atteint le moment t_min}
t_min:= (Nbre_Interv * Form_Acq.tab_ther63.fieldbyname('TM').asfloat)/60000 ;
Vt1:=a * t_min ;
{Conversion en tension}
Vt1t:=Vt1/Ktt ;
{égalité}
```

```
Vt1t:=Vt1t/Kt;
{Conversion en binaire}
vt1b:=Round((Vt1t * 256)/20);
Com_outByte($50);
Com_outByte(Vt1b);
FORM_ACQ.Edit_Vtm.text:=floattostrf(Vt1t,ffixed,5,3);
end
else
begin {On a depasse la periode de t_min}
yd11:=yd11;
yd21:=yd11;
ud11:=ud11;
ud21:=ud11;
COM_OutByte($40); {recevoir la sortie du moteur}
yb:=COM_InByte;
  { yb:=256-yb,}
  {if yb>127 then yb:=127;}
  { yd:=yb*0.078125; }
if yb<=127 then yd11:=yb*20/256 else yd11:=(256-yb)*(20/256);
yd11:=yd11/Kt;
ydv:=Ktt*yd11; {On convertit yd en tension}
  {appliquer avec regulation}
FORM_ACQ.Edit_Vtm.text:=floattostrf(ydv,ffixed,5,3);
  {appliquer avec regulation}
ud11:=(1-s11)*ud11+s1*ud21-r0*yd11-r1*yd11-r2*yd21+T*yref11;
  {appliquer sans regulation}
  { FORM_ACQ.Edit_Vtm.text:=floattostrf(ud11,ffixed,5,3);}
  {appliquer sans regulation}
  { on peut utiliser trunc au lieu round}
ub:=round((ud11*256)/20);
  {writeln(ub);}
```

```
COM_OutByte($50); { avec regulation} { Envoyer vers le moteur }
COM_OutByte(ub); { avec regulation}
end;
End;
{ fin de procedure de regulation du moteur}
{ procedure qui affiche le temps trest (ms) ds les boutons adequants}
procedure afficher_temps(trest:longint);
var nbh,nbmin,nbsec : longInt;
begin
  convert_temps(trest,nbh,nbmin,nbsec);
  Form_Acq.edit_trest_hrs.text:= inttostr(nbh);
  Form_Acq.edit_trest_min.text:= inttostr(nbmin);
  Form_Acq.edit_trest_sec.text:= inttostr(nbsec);
end;
{Routine de traitement du four après un interval Tm}
procédure trait_four;
Var Tfm,Tfm_Deg,Kf:Real;
Tf,Tfe:Real;
tcoup:String;
begin
  Kf:=1; {Coefficient de conversion tension -> Température}
  {Com_outByte($41);}
  Tfm:=1{Com_InByte};
  if Tfm <= 127
  then Tfm:=1{(Tfm*4.8)/256}
  else Tfm:=((Tfm-256)*4.8)/256;
  Tfm:=Tfm * Kf;
  Tcoup:=Form_Acq.ComboBox1.text;
  Tfm_Deg:=Cher_Table(Tcoup,{1}Tfm);
  Form_Acq.Edit_Tfm.Text:=FloatToStr(Tfm_Deg);
  Tf:=Form_Acq.tab_par63.fieldbyname('tf').asfloat;
```

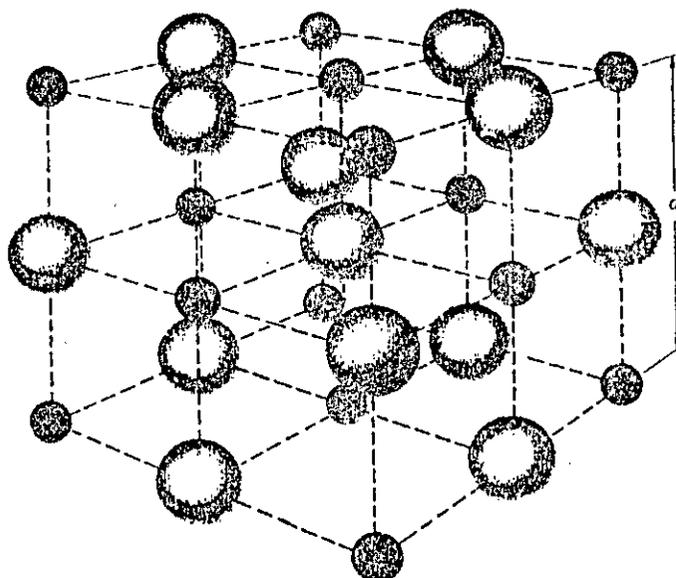
```
Tfe:=FORM_ACQ.TAB_EXP63.FIELDBYNAME('Tfe').ASFloat;
if ( abs( Tf - Tfm_Deg ) <= Tfe )
then
begin
  Com_outByte($56);
  Com_outByte(10);
end
else
begin
  Com_outByte($56);
  Com_outByte(0);
end ;
end;
procedure arret_exp;
var yb:integer;
begin
  Com_outByte($56);
  Com_outByte(0);
  Com_outByte($50);
  Com_outByte(0);
  Com_outByte($55);
  Com_outByte(0);
end;
procedure sauvegarde_exp;
begin
  FORM_ACQ.TAB_EXP63.FIELDBYNAME('Mat').ASstring :=
  Form_Acq.tab_par63.fieldbyname('TM').asstring;
  FORM_ACQ.TAB_EXP63.FIELDBYNAME('Dtexp').ASdatetime:=Date;
  FORM_ACQ.TAB_EXP63.Post;
end;
procedure maz_pci;
```

```
var yb:integer;
begin
  {ajoute le 26/12/00}
  Form_Acq.timer_ex.enabled:=false;
  Form_Acq.timer_1sec.enabled:=false;
  {timer_fin.enabled:=false;}
  Nbre_Interv:=0; {C'est le nbre de pas d'execution}
  {On ouvre le fichier exp.txt }
  assignfile (fp,'c:\four\exp.txt');
  rewrite(fp); {No 2}
  {on ajuste le pas de l'experience ds timer_ex}
  {timer_fin.interval:=tab_exp63.fieldbyname('Tex').asinteger;}
  Temps_Restant:=Form_Acq.tab_exp63.fieldbyname('Tex').asinteger;
  Temps_ecoule:=0;
  afficher_temps(Temps_Restant);
  Form_Acq.gauge1.maxvalue:=Temps_Restant;
  Form_Acq.gauge1.progress:=0;Form_Acq.gauge1.refresh;
  Form_Acq.timer_ex.interval:=Form_Acq.tab_exp63.fieldbyname('TM').asinteger;
  init_pid_moteur;
  init_pid_trans;
  Form_Acq.timer_ex.enabled:=true;
  Form_Acq.timer_1sec.enabled:=true;
  {fin ajoute le 26/12/00}
end;
procedure fin_exp;
begin
  {maz_pci;}
  Temps_restant := 0;
  afficher_temps(Temps_Restant);
  Form_Acq.timer_ex.enabled:=false;
  Form_Acq.timer_1sec.enabled:=false;
```

La structure cristallographique du Chlorure de Potassium (KCl) est du type NaCl : il s'agit de deux réseaux cubiques à faces centrées (CFC) imbriqués, de sorte que les atomes de potassium (K) occupent les sommets et les centres des faces du cube, tandis que les atomes de Chlore (Cl) occupent les milieux des arêtes du cube ainsi que son centre.

Les coordonnées des atomes sont donc :

K:	(000)	($\frac{1}{2}$ $\frac{1}{2}$ 0)	($\frac{1}{2}$ 0 $\frac{1}{2}$)	(0 $\frac{1}{2}$ $\frac{1}{2}$)
Cl:	($\frac{1}{2}$ $\frac{1}{2}$ $\frac{1}{2}$)	(00 $\frac{1}{2}$)	(0 $\frac{1}{2}$ 0)	($\frac{1}{2}$ 0 0)



Domaine de transmission optique	: 0.21 à 20 μm
Indice de réfraction	: 1.45644 à 10 μm
Taux de perte par réflexion	: 8.3% à 11 μm (2 surfaces)
Coefficient d'absorption	: $1.22 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^{-1}$ à 2.7 μm
Densité	: 1.99 g/cm^3
Point de fusion	: 776 $^{\circ}\text{C}$
Conductivité Thermique	: 6.53 $\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$ à 322K
Coefficient de dilatation	: $36 \cdot 10^{-6} / \text{K}$ à 300K
Chaleur Spécifique	: 690 $\text{J Kg m}^{-1} \text{K}^{-1}$
Constante diélectrique	: 4.64 à 1MHz à 300K
Module de Young	: 29.67 GPa
Coefficients d'élasticité	: $C_{11} = 39.8$; $C_{12} = 6.2$; $C_{44} = 6.25$
Coefficient de Poisson	: 0.216
Solubilité Chimique	: 34.7 g /100g d'eau
Poids Moléculaire	: 74.55
Structure Cristalline	: CFC, NaCl, Fm3m

```
arret_exp;
MessageDlg('Experience Terminée.',mtinformation,[mbok],0);
sauvegarde_exp;
end;
procedure TForm_Acq.interval_exp(Sender: TObject);
var trest:longint;
var tfm,vrm,vtm:real;
temps:longint;
tfm_c,vrm_c,vtm_c,temps_c:string;
begin
{Affichage des informations dans la fenêtre resultats pratiques réels}
Nbre_Interv:=Nbre_Interv+1; {Je compte le nombre d'intervalles}
{On sauvegarde ces valeurs ds un fichier texte}
temps:=Nbre_Interv * Form_Acq.tab_exp63.fieldbyname('TM').asinteger;
if length(edit_tfm.text)>0
    then tfm:=strtofloat(edit_tfm.text)
    else tfm:=0;
if length(edit_vrm.text)>0
    then vrm:=strtofloat(edit_vrm.text)
    else vrm:=0;
if length(edit_vtm.text)>0
    then vtm:=strtofloat(edit_vtm.text)
    else vtm:=0;
str(tfm:8:3,tfm_c);
str(vrm:8:3,vrm_c);
str(vtm:8:3,vtm_c);
str(temps:12,temps_c);
{writeln(fp,complete(edit_tfm.text,10),
    complete(edit_vrm.text,10),
    complete(edit_vtm.text,10));
}
```

```
writeln(fp,temps_c:12,' ',tfm:8:3,' ',vrm:8:3,' ',vtm:8:3);
    {On met a jour les indicateurs du temps restant}
trest:=FORM_ACQ.TAB_EXP63.FIELDBYNAME('Tex').ASInteger -
    (Nbre_Interv *FORM_ACQ.TAB_EXP63.FIELDBYNAME('Tm').ASInteger);
afficher_temps(trest);
trait_four;
PID_Moteur;
PID_Trans;
end;
procedure TForm_Acq.Timer_FinTimer(Sender: TObject);
begin
timer_ex.enabled:=false;
edit_trest_hrs.text:=inttostr(0);
edit_trest_min.text:=inttostr(0);
edit_trest_sec.text:=inttostr(0);
fin_exp;
{On remet a 0 les indicateurs du temps restant}
closefile(fp);
end;
procedure TForm_Acq.DBEdit_hrsExit(Sender: TObject);
begin
    FORM_ACQ.TAB_EXP63.Edit;
    FORM_ACQ.TAB_EXP63.FIELDBYNAME('Tex').ASInteger :=
    FORM_ACQ.TAB_EXP63.FIELDBYNAME('Tex_Hrs').ASInteger * 3600000 +
    FORM_ACQ.TAB_EXP63.FIELDBYNAME('Tex_Min').ASInteger * 60000 ;
    FORM_ACQ.TAB_EXP63.Post;
end;

procedure TForm_Acq.BiSwitch1On(Sender: TObject);
var b: byte;
begin
```



```
maz_pci;
end;
procedure TForm_Acq.BiSwitch1Off(Sender: TObject);
begin
fin_exp;
close;
end;
procedure TForm_Acq.Timer_1secTimer(Sender: TObject);
begin
Temps_restant:=Temps_restant-1000; {Je decremente le temps d'1 sec}
Temps_Ecoule:=Temps_Ecoule + 1000 ;
gauge1.progress:=gauge1.progress+1000;
if Temps_restant <= 0
then
begin
timer_1sec.enabled:=False;
timer_ex.enabled:=False;
Temps_restant := 0;
afficher_temps(Temps_Restant);
fin_exp;
end ;
if Temps_Restant>0
then afficher_temps(Temps_Restant);
end;
procedure TForm_Acq.FormActivate(Sender: TObject);
begin
Timer_1sec.enabled:=false;
FORM_ACQ.TAB_EXP63.append;
end;
procedure TForm_Acq.DBLookupCombo1Change(Sender: TObject);
begin
```

```
dblookupcombo1.refresh;  
dbedit_tf.refresh;  
end;  
end.
```