الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
Republique Algerienne Democratique et Populaire
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
جامعة الشهيد الشيخ العربي التبسي - تبسة
Université Echahid Cheikh Larbi Tébessi – Tébessa
Faculté des Sciences et de la Technologie
Département de d'Électronique et Télécommunications

MEMOIRE

Présenté pour l'obtention du **diplôme de Master Académique**

Filière : Électronique

Spécialité : Instrumentation

Par : - BOUDRAA Okba
- BELGHIT Oussama

le 30/06/2025

THEME

Étude et conception d'un système de revêtement par immersion pour les applications en synthèse de couches minces

Présenté et évalué, le 10/06/2025, par le jury composé de :

Nom et prénom		Grade	Qualité
M.	Mahmoud MAAMRI	MCA	Président
M.	Seddik BOUABIDA	MCB	Rapporteur
Mme.	Soraya GOUDER	MCA	Examinatrice

Promotion : 2024/2025

Remerciement

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à toutes les personnes qui ont contribué à la réalisation de ce mémoire.

Tout d'abord, nous remercions chaleureusement notre encadreur, Pr. Bouabida Seddik, pour son soutien inébranlable, ses conseils précieux et sa disponibilité tout au long de ce travail. Ses connaissances approfondies et sa rigueur scientifique ont été d'une aide inestimable pour mener à bien cette recherche.

Nous adressons également nos sincères remerciements à Pr. Djamel Ounnas pour son assistance technique, ses encouragements et ses conseils avisés, qui ont grandement contribué à l'avancement de ce projet. Sa collaboration et son expertise ont été d'une grande valeur.

Nous remercions l'Université Echahid Cheikh Larbi Tébessi pour nous avoir offert l'opportunité de réaliser ce mémoire dans un environnement académique stimulant et enrichissant.

Enfin, nous exprimons notre reconnaissance à la Faculté des Sciences et de la Technologie, en particulier au Département d'électronique et télécommunications, pour les ressources et équipements mis à notre disposition, ainsi que pour l'encadrement académique de qualité dont nous avons bénéficié tout au long de cette recherche.

Merci à tous.

Dédicaces

Nous dédions ce mémoire à toutes les personnes qui ont été une source d'inspiration, de soutien et d'encouragement tout au long de cette aventure académique.

À nos parents,

Vous avez été les piliers de notre vie. Votre amour inconditionnel, vos sacrifices et votre soutien constant ont rendu possible la concrétisation de ce rêve. Merci pour votre sagesse, votre patience et votre bienveillance inébranlable.

À nos frères et sœurs,

Votre affection, vos encouragements et votre présence chaleureuse nous ont donné la force de persévérer. Merci pour votre compréhension et votre soutien précieux.

À nos amis,

Votre amitié sincère, votre écoute et vos encouragements nous ont grandement aidés à traverser les moments de doute et de fatigue. Merci pour votre présence à nos côtés.

À toute notre famille, notamment les familles Boudraa et Belghit,

Merci pour votre amour indéfectible et votre soutien constant, qui nous ont permis de rester motivés et confiants tout au long de ce parcours.

Et enfin, à nous-mêmes,

Pour avoir cru en notre projet, pour avoir surmonté les défis et persévéré avec détermination jusqu'à l'aboutissement de ce travail.

Merci à tous d'avoir fait partie de cette belle aventure.

Résumé

Titre : Étude et conception réalisation d'un système de revêtement par immersion pour les applications en synthèse de couches minces

Ce travail de fin d'étude porte sur la conception et la réalisation d'un dispositif automatisé de revêtement par immersion (dip coating), destiné à l'enseignement et à la recherche. L'objectif principal est de proposer une solution économique, précise et fiable pour le dépôt de couches minces. Le système développé repose sur l'utilisation d'un moteur pas à pas contrôlé par un microcontrôleur (Arduino), un clavier matriciel pour la saisie des paramètres, un écran LCD pour l'affichage, ainsi qu'une interface logicielle optimisée. La simulation dans Proteus a permis de valider le fonctionnement avant la réalisation physique. Ce dispositif offre une alternative accessible aux systèmes commerciaux pour les laboratoires de nanotechnologie et les établissements pédagogiques.

Mots-clés : Revêtement par immersion, couches minces, moteur pas à pas, Arduino, automatisation, dépôt, nanotechnologie.

Abstract

Title: Study, Design and Implementation of a Dip Coating System for Thin Film Synthesis Applications

This final year project focuses on the design and implementation of an automated dip coating system, aimed at educational and research applications. The main goal is to provide a low-cost, accurate, and reliable solution for thin-film deposition. The system is based on a stepper motor driven by a microcontroller (Arduino), with a keypad for parameter input, an LCD display for real-time feedback, and an embedded software interface. Simulation using Proteus validated the logic before physical implementation. This prototype represents a viable alternative to commercial systems, particularly for nanotechnology laboratories and academic institutions.

Keywords: Dip coating, thin films, stepper motor, Arduino, automation, deposition, nanotechnology.

ملخص

العنوان: دراسة وتصميم وإنجاز نظام طلاء بالغمر لتطبيقات تصنيع الطبقات الرقيقة

يتناول هذا المشروع تصميم وإنجاز جهاز تلقائي لعملية الطلاء بالغمر، موجه للاستخدام في التعليم والبحث العلمي. يهدف هذا النظام إلى توفير حل اقتصادي ودقيق وموثوق لترسيب الطبقات الرقيقة. يعتمد الجهاز على محرك خطوي يتم التحكم فيه بواسطة متحكم دقيق، بالإضافة إلى لوحة مفاتيح لإدخال المعطيات، وشاشة عرض لعرض المعلومات، وبرمجية مدمجة للتحكم. تم إجراء محاكاة في برنامج محاكاة للتحقق من الأداء قبل التنفيذ العملي. يُعد هذا النظام بديلاً مناسباً للأنظمة التجارية، خاصة في مختبرات تكنولوجيا النانو والمؤسسات التعليمية.

الكلمات المفتاحية: الطلاء بالغمر، الطبقات الرقيقة، المحرك الخطوي، المتحكم الدقيق، الأتمتة، الترسيب، تكنولوجيا النانو

Table de matières

Table de matière

Table de matière :

Introduction générale **01**

Chapitre I :Approche Technologique des couches minces

I.1. Introduction…….. **02**
I.2. Les couches minces……..... **02**
I.3. Méthodes de synthèse (dépôt) des couches minces…….. **03**
I.3.1 Méthode physiques…….. **03**
I.3.1.1. Dépôts physiques en phase vapeur ou PVD…… **03**
I.3.1.2. Dépôt par pulvérisation cathodique « Sputtering » …… **04**
I.3.1.3. Ablation laser…….. **05**
I.3.2. Méthode chimique…….. **06**
I.3.2.1. Dépôt chimique en phase vapeur (CVD) …… **06**
I.3.2.2. Méthode Sol-Gel……. **07**
I.3.2.3. Dépôt par Hydrothermale…… **12**
I.3.2.4. Dépôt par spray pyrolyse…… **13**
I.4. Techniques de caractérisation…… **14**
I.4.1. Diffraction des Rayons X (DRX) …….. **14**
I.4.2. Microscopie Électronique à Balayage (MEB) ……... **15**
I.4.3. Microscopie à Force Atomique…….. **16**
I.4.4. Profilométrie……... **18**
I.4.5. Spectrophotométrie UV-Visible……. **19**
I.4.6. Spectroscopie de photoluminescence (PL)…..…… **20**
I.4.7. Spectroscopie Raman……. **21**
I.4.8. Caractérisation électrique par Effet Hall…… **23**
I.5. Application des couches minces dans l'électronique d'instrumentation... **26**
I.5.1. Capteurs de contrainte et de pression……. **26**
I.5.2. Dispositifs MEMS piézoélectriques……... **26**
I.5.3. Capteurs de température à film mince…… **26**
I.5.4. Transistors à couches minces et circuits flexibles…….. **27**
I.5.5. Capteurs optiques intégrés…….. **27**
I.6. Revue des systèmes du revêtement par immersion existants…… **28**
I.6.1. Homlarc…….. **28**
I.6.2. Ossila…….. **28**
I.6.3. Nadetech Innovations (Espagne) ……... **29**
I.6.4. EUROCOLD Srl (Italie) …… **29**
I.6.5. Schneider Optical Machines (Allemagne)…….. **30**
I.7. Conclusion……. **30**

Chapitre II. Les moteurs pas à pas et les microcontrôleurs

II.1. Introduction…….. **31**

Table de matière

II.2. Les moteurs pas à pas…….. **31**
II.2.1. Définition d'un moteur pas à pas……..... **31**
II.2.2. Historique de développement…… **31**
II.2.3 La technologie des moteurs pas à pas…… **32**
II.2.3.1 Moteurs à aimant permanent…….. **32**
II.2.3.2 Moteurs à réluctance variable……. **33**
II.2.3.3 Moteurs Hybride……. **34**
II.2.4 Les types des moteurs pas à pas……... **35**
II.2.4.1 Les moteurs pas à pas bipolaire……. **35**
II.2.4.2 Les moteurs pas à pas unipolaire…….. **35**
II.2.5 Le mode de commande d'un moteur pas à pas……. **36**
II.3. Les microcontrôleurs……... **38**
II.3.1 Définition…… **38**
II.3.2. Les composants d'un microcontrôleur…… **38**
II.3.2.1. Le cœur du processeur……. **38**
II.3.2.2 Mémoire……. **42**
II.3.2.3. Les Entrées/Sorties numériques……... **43**
II.3.2.4. Les Entrées/Sorties analogiques…….. **43**
II.3.2.5. Les interruptions……. **44**
II.3.2.6. Les timers…… **44**
II.3.3.Interfaces de communication……... **45**
II.3.4. Langage de programmation…… **46**
II.4. Conclusion…… **46**

Chapitre III. Conception et simulation du système de revêtement par immersion

III.1Introduction…… **47**
III.2 Choix des composants……... **47**
III.3 Conception mécanique et électronique détaillé…… **48**
III.3.1 Conception mécanique……..... **48**
III.3.1.1Mécanisme de mouvement…….. **48**
III.3.1.2 Guidage linéaire…….. **49**
III.3.2 Conception électrique…… **49**
III.3.2.1 Système de contrôle…… **49**
III.3.2.2 Moteur pas à pas…… **50**
III.3.2.3 Le pilote ULN2803A…….. **51**
III.3.2.4 Câblage des composants……. **52**
III.4 Simulation de système avec "PROTEUS"…… **53**
III.4.1 Introduction à la simulation……... **53**
III.4.2 L'objectif de simulation……. **53**
III.4.3 Schéma électronique simulé…….. **53**

Table de matière

III.4.4 Principe de fonctionnement de la simulation……. **54**
III.4.5 Résultats de la simulation……. **55**
III.5 Conclusion…… **57**
Chapitre IV. Réalisation du système de revêtement par immersion
IV.1. Introduction……. 58
IV.2. Description des composants utilisés…… 58
IV.3. Principe de fonctionnement du système……..... 58
IV.4. L'assemblage de la machine…… 65
IV.4.1 L'assemblage mécanique……... 65
IV.4.1 L'assemblage électronique…… 65
IV.4.1 Présentation finale du système…….. 66
IV.5. Conclusion……... 67
Conclusion général……... 68
Bibliographie……. 70

Liste des figures

Liste des figures

Chapitre I : Approche Technologique des couches minces

Figure I.1 : Techniques de dépôt des couches minces…….. **03**
Figure I.2: Schéma du dépôt physique en phase vapeur…… **04**
Figure I.3 : Schéma conventionnel d'un pulvérisateur cathodique…… **05**
Figure I.4 : Principe de l'ablation par faisceau laser pulsé…… **06**
Figure I.5: Schéma de principe du processus de (CVD) …….. **07**
Figure I.6 : Potentiel de la chimie sol-gel ……. **07**
Figure I.7 : Détail des étapes du dip-coating…… **09**
Figure I.8: Schéma du processus de revêtement par centrifugation «Spin-Coating»……. **12**
Figure I.9: Schéma de l'autoclave en téflon……..... **13**
Figure I.10: Schéma de la technique de pyrolyse par pulvérisation «Spray pyrolysis»……..... **14**
Figure I.11 : Réflexion sur les plans réticulaires (hkl)…….. **15**
Figure I.12 : Représentation schématique de l'interaction entre un faisceau d'électrons et la surface d'un échantillon……..... **15**
Figure I.13 : Poire d'interaction……..…….. **16**
Figure I.14 : La force exercée entre l'atome au bout de la pointe et l'échantillon(AFM)…… **16**
Figure I.15 : Schéma de principe d'un microscope à force atomique avec détection par réflexion d'un faisceau laser……..... **18**
Figure I.16 : Les trois modes de fonctionnement d'un AFM : (a) contact, (b) non-contact et (c) tapping……..... **18**
Figure I.17 : Profilomètre Vecoo Dektak 150……..... **19**
Figure I.18: Spectrophotomètre UV-visible de marque Safas…….. **20**
Figure I.19: Principe de fonctionnement d'un spectrophotomètre UV-Vis à double faisceau……..... **20**
Figure I.20: Principe de fonctionnement de la spectroscopie de photoluminescence……. **21**
Figure I.21:Diagramme de Jablonski : Évolution de l'énergie de vibration d'un atome stimulé par un laser……..... **22**
Figure I.22 : Schéma du principe de fonctionnement d'un spectromètre Raman..... **23**
Figure I.23: Montage de la mesure de l'effet hall par la méthode Van der Pauw..... **24**
Figure I.24 : Principe de base de l'effet hall……..... **24**
Figure I.25 : unité de revêtement par immersion Homlac……..... **28**
Figure I.26 : unité de revêtement par immersion Ossila…… **29**
Figure I.27: unité de revêtement par immersion Nadetech Innovations…… **29**
Figure I.28: unité de revêtement par immersion EUROCOLD Srl…… **30**
Figure I.29 : Unité de revêtement par immersion automatisée - DHC 20 - Schneider Optical Machines…….. **30**

Chapitre II. Les moteurs pas à pas et les microcontrôleurs

Figure II.1 : Schéma d'un moteur pas à pas RV triphasé à simple étage. Seuls les °enroulements de la Phase A sont représentés pour plus de clarté…….. **33**

Liste des figures

Figure II.2: Structure interne d'un moteur pas-à-pas hybride – vue éclatée ……. **34**
Figure II.3: Le décalage entre les deux coupelles de rotor d'un moteur pas-à-pas hybride…….. **35**
Figure II.4 : Schéma de principe d'un moteur pas à pas bipolaire……. **35**
Figure II.5 : Schéma de principe d'un moteur pas à pas unipolaire……... **36**
Figure II.6: Séquence d'excitation en pas complet – Mode monophasé d'un moteur pas à pas bipolaire…..……..... **36**
Figure II.7: Séquence d'excitation en pas complet – Mode biphasé d'un moteur pas à pas bipolaire……..……..... **37**
Figure II.8: Séquence d'excitation en demi-pas d'un moteur pas à pas bipolaire à quatre phases……..... **37**
Figure II.9: Exemple de fonctionnement d'un moteur pas à pas en mode micro pas (3 micro pas par pas complet)…… **38**
Figure II.10 : Architecture de base du processeur……. **39**

Chapitre III. Conception et simulation du système de revêtement par immersion

Figure III.1 : Composants du mécanisme de déplacement linéaire : courroie synchronisée, chariot de guidage, axe de guidage…… **49**
Figure III.2 : Microcontrôleur Arduino Uno R3……... **50**
Figure III.3: Moteur pas à pas hybride « STP-42D221-03 » (Shinano Kenshi).... **51**
Figure III.4 : Schéma interne du circuit intégré ULN2803A…… **52**
Figure III.5 : Schéma électronique de système simulé avec l'logiciel « PROTEUS » **54**
Figure III.6 : Résultat des tensions de phase du moteur après la simulation…… **55**
Figure III.7 : Résultat obtenue dans l'afficheur LCD après la simulation…… **56**

Chapitre IV : Réalisation du système de revêtement par immersion

Figure IV.1 : Interface utilisateur du système – affichage de l'état d'initialisation sur l'écran LCD……. **59**
Figure IV.2 : Affichage de message d'accueil sur l'écran LCD…… **59**
Figure IV.3 : Saisie de la vitesse d'immersion (dipSpeed) via le clavier matriciel – affichage sur l'écran LCD (200 mm/min)……... **60**
Figure IV.4 : Saisie de la vitesse de remontée (riseSpeed) via le clavier matriciel – affichage sur l'écran LCD (60 mm/min)……. **60**
Figure IV.5 : Saisie du nombre de répétition de cycle via le clavier matriciel – affichage sur l'écran LCD……..... **60**
Figure IV.6 : Saisie de temps d'immersion via le clavier matriciel – affichage sur l'écran LCD (10 s)……..... **61**
Figure IV.7 : Saisie de temps après la remontée via le clavier matriciel – affichage sur le LCD (20 s)…… **61**
Figure IV.8 : Lancement de cycle avec le bouton * via le clavier matriciel – affichage sur l'écran LCD…… **62**
Figure IV.9 : État de processus "DIPPING" et l'avancement de cycle– affichage sur le LCD (Cycle : 2/3)…… **63**
Figure IV.10 : Arrêt d'urgence avec le bouton D via le clavier matriciel – affichage sur l'écran LCD (EMERGENCY STOP !)……..... **64**
Figure IV.11 : Organigramme du système……..... **64**
Figure IV.12 : Assemblage des cartes électronique de la machine…… **66**

Liste des figures

Figure IV.13: dip coating machine…… **67**

Chapitre I : Approche Technologique des couches minces
Tableau I.1 : Avantages et inconvénients du procédé Sol-gel **08**
Chapitre III. Conception et simulation du système de revêtement par immersion
Tableau III.1 : Liste des composants **48**

Liste des abréviations

Liste des abréviations

Abréviation	Signification
PVD	Physical Vapor Deposition (Dépôt Physique en Phase Vapeur)
CVD	Chemical Vapor Deposition (Dépôt Chimique en Phase Vapeur)
PACVD	Plasma Assisted CVD (CVD assistée par plasma)
LPCVD	Low Pressure CVD (CVD à basse pression)
LACVD	Laser Assisted CVD (CVD assistée par laser)
DRX	Diffraction des Rayons X
MEB	Microscopie Électronique à Balayage
AFM	Atomic Force Microscopy (Microscopie à Force Atomique)
PL	Photoluminescence
TFT	Thin-Film Transistor (Transistor à couches minces)

Introduction générale

Introduction générale

Dans le contexte actuel de développement technologique rapide, les matériaux avancés jouent un rôle crucial dans divers domaines d'application, allant de l'électronique à l'énergie renouvelable. Parmi ces matériaux, les couches minces occupent une place prépondérante en raison de leurs propriétés uniques et de leur capacité à améliorer les performances des dispositifs. En effet, le processus dépôt des couches minces consiste à appliquer une couche de matériau de quelques nanomètres à quelques micromètres d'épaisseur sur un substrat.

Les méthodes de dépôt des couches minces incluent diverses techniques physiques et chimiques, chacune avec ses avantages et limitations spécifiques. La technique sol-gel dip coating, est une méthode particulièrement efficace pour la fabrication de couches minces. Le procédé sol-gel implique la transition d'une solution liquide (Sol) vers un réseau solide (Gel) pour former un revêtement uniforme sur un substrat par immersion.

Le procédé dip coating, ou dépôt par immersion, est une technique de revêtement de surface qui consiste à plonger un substrat dans une solution de revêtement et à le retirer à une vitesse contrôlée afin de former un film uniforme. Cette méthode est largement utilisée dans divers domaines tels que l'électronique, la biotechnologie, et les énergies renouvelables en raison de sa simplicité et de son efficacité. Elle permet notamment l'application de couches minces de matériaux, ce qui est crucial pour la fabrication de capteurs, de cellules solaires, et de dispositifs médicaux.

Ce travail de fin d’étude start-ups a pour objectif, la conception, la réalisation et la mise en oeuvre d’un dispositif sol-gel dip coating, en mettant l'accent sur les innovations technologiques et les améliorations apportées pour augmenter la précision et l'efficacité du processus. La conception d'une machine de dip coating nécessite une compréhension approfondie des dynamiques des fluides, des matériaux et des contrôles automatisés.

Ce mémoire explore 4 aspects fondamentaux de l'élaboration et de l'application des couches minces, à savoir l'approche technologique des Couches Minces , Les moteurs pas à pas et les microcontrôleurs, Conception et simulation du système de revêtement par immersion,et la réalisation d'une machine de dip coating.

Chapitre I : Approche Technologique des couches minces

I.1. Introduction :

La méthode de dépôt de couches minces est devenue une technique incontournable en science des matériaux, car elle permet d'obtenir des films fonctionnels dont l'épaisseur peut varier de quelques nanomètres à plusieurs micromètres. Son utilisation est omniprésente, que ce soit en électronique, en optique, en énergie, en biotechnologie ou encore en médecine. En maîtrisant la composition physique, chimique et électrique de ces films, un éventail d'applications très variées est ouvert, des dispositifs microélectroniques à haute performance aux revêtements techniques pour le traitement des surfaces.

La visée ultime du dépôt de couches minces réside dans la production de films aux propriétés parfaitement établies en fonction des besoins d'utilisation des différentes applications. Ceci permet d'avoir un contrôle parfait sur l'épaisseur, la composition, la structure cristalline, la texture de surface et les propriétés de transport des matériaux, concevant ainsi des matériaux sur mesure à fonctionnalités strictement définies.

Ce chapitre promet une attention portée à tous les aspects de la technologie, notamment les différentes techniques de dépôt utilisées, les domaines d'application industrielle sans oublier les défis techniques ; et nous mettrons en exergue le rôle croissant du dépôt de couches minces dans la recherche sur les nouveaux matériaux et le développement de dispositifs.

I.2. Les couches minces :

C'est un revêtement nanométrique 2D (souvent aussi appelé film mince) dont l'une des dimensions (l'épaisseur) est fortement réduite (de quelques couches atomiques à quelques dizaines de nanomètres) et qui, de ce fait, entraîne une modification des propriétés physiques pour la grande majorité d'entre elles. Mais surtout, la différence essentielle entre un matériau en couche mince et en état massif est que, dans ce dernier cas, on peut négliger le rôle des surfaces limites alors que, dans le cas de la couche mince, les effets qui leur sont liés sont dominants. Plus la couche mince est mince, plus elle est « 2D ». Une fois qu'on atteint une certaine épaisseur on a de nouveau affaire à un matériau massif, dont les propriétés physiques seront similaires à celles que l'on connaît. En plus de cela, il y a aussi une influence due au support ou au substrat. Par exemple, une couche mince (qui aura la même épaisseur et la même composition) déposée sur un substrat isolant amorphe, comme du verre, n'aura pas les mêmes propriétés physiques que sur un substrat cristallin, comme un wafer de silicium monocristallin.

I.3. Méthodes de synthèse (dépôt) des couches minces :

Il existe plusieurs méthodes pour l'élaboration des couches minces, réparties en deux catégories :

- Les méthodes Physiques
- Les méthodes Chimiques

La figure I.1, présente les différents types de procédés d'élaboration.

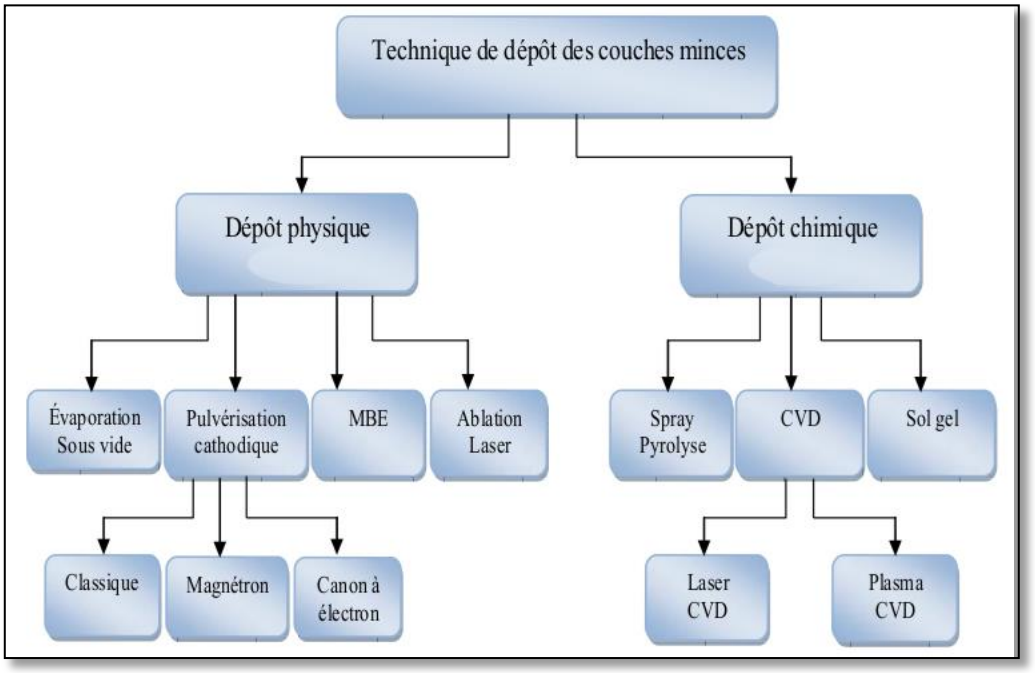


Figure I.1 : Techniques de dépôt des couches minces [1].

I.3.1. Méthode physique :

I.3.1.1. Dépôts physiques en phase vapeur ou PVD :

Le terme « physical vapor deposition (PVD) » a été posé pour la première fois en 1966 dans le livre "Vapor deposition" par CF Powell, JH Oxley et JM Blocher [2]. Le dépôt physique en phase vapeur (PVD) implique la génération d'un flux de vapeur et sa condensation ultérieure sous la forme d'un film mince sur un substrat dans une chambre à vide [3].

Il s'agit d'une méthode de revêtement en couche mince qui implique des revêtements de métaux, d'alliages et de céramiques d'une épaisseur allant de quelques nm à mille nm sur un substrat. Il comporte quatre étapes : l'évaporation, le transport, la réaction et le dépôt. L'évaporation signifie que le matériau est converti en vapeur par haute température et sous vide. Le transport signifie

que la vapeur est transportée de la source au substrat.

L'étape de réaction comprend l'atome de substrat qui réagit avec les gaz présents et la dernière étape implique la condensation de la vapeur sous la forme d'un film mince sur le substrat [4,5]. La **Figure I.2** présente un schéma du dépôt physique en phase vapeur.

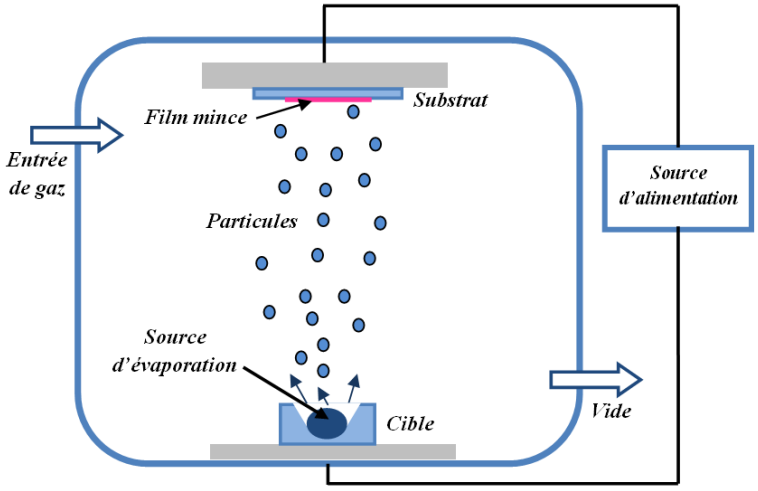


Figure I.2: Schéma du dépôt physique en phase vapeur [6].

I.3.1.2. Dépôt par pulvérisation cathodique « Sputtering » :

Dans ce procédé, un substrat est introduit dans une chambre contenant un gaz (généralement de l'argon) sous basse pression, où une décharge électrique est appliquée. Cette décharge a pour effet d'ioniser les atomes du gaz.

Les ions engendrés sont alors accélérés par une différence de potentiel et viennent heurter une cathode formée du matériau à déposer (la cible) [7,8].

Sous l'impact de ces ions, de la cathode sont arrachés des atomes et se déposent sur le substrat. Un gaz réactif, parfois, peut être ajouté à l'argon, de sorte qu'il réagisse chimiquement avec les atomes pulvérisés afin d'obtenir le matériau souhaité : on parle alors de pulvérisation cathodique réactive. Ce procédé permet d'obtenir des dépôts faiblement résistifs ainsi que des couches ayant de bonnes stœchiométries et moyenne transmission optique visible [9].

Dans ce processus, un plasma de gaz inerte, généralement de l'argon, est généré au sein de la chambre par application d'une haute tension continue sur la cible. Les ions positifs générés par le plasma bombardent la cathode, constituée du matériau à déposer [6]. Sous l'impact des cations, des atomes sont éjectés de la cathode pour se déposer sur le substrat (anode) [10].

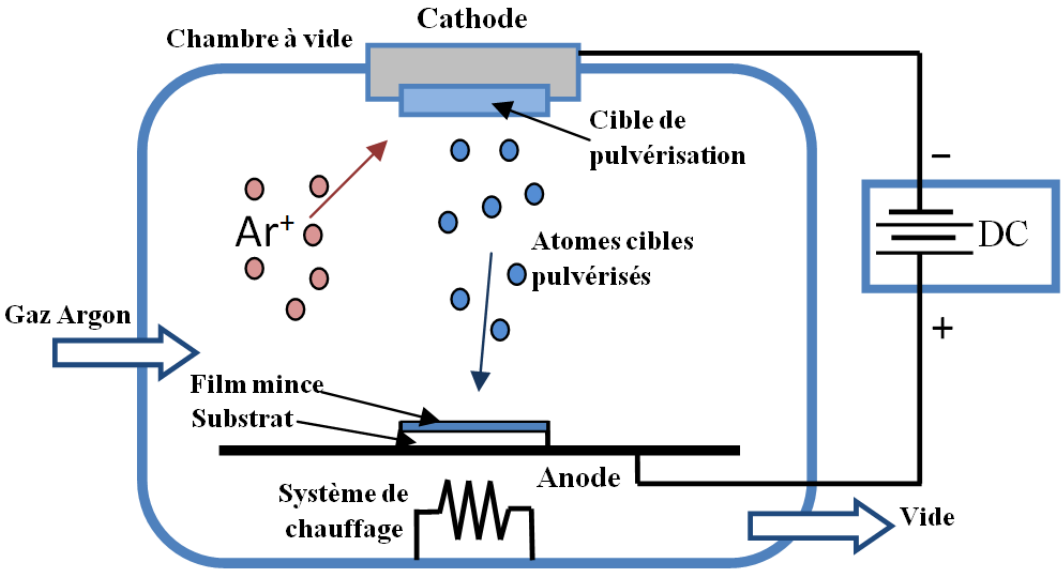


Figure I.3 : Schéma conventionnel d'un pulvérisateur cathodique [6]

I.3.1.3. Ablation laser :

Ce procédé est relativement trivial. Un faisceau laser impulsionnel, souvent d'une durée de l'ordre de la nanoseconde, est focalisé sur une cible massive qui se trouve dans une enceinte à ultravide.

Dans certaines conditions d'interaction, il arrive qu'une partie de la matière soit éjectée de la cible et collectée sur un substrat placé en face. La nature et la qualité du dépôt mises en jeu dépendent de plusieurs paramètres, comme l'énergie du laser, la nature et la pression du gaz résiduel dans l'enceinte et la température du substrat.

Dans tous les cas, il faut assurer le transport des différentes espèces de la cible jusqu'au substrat [11].

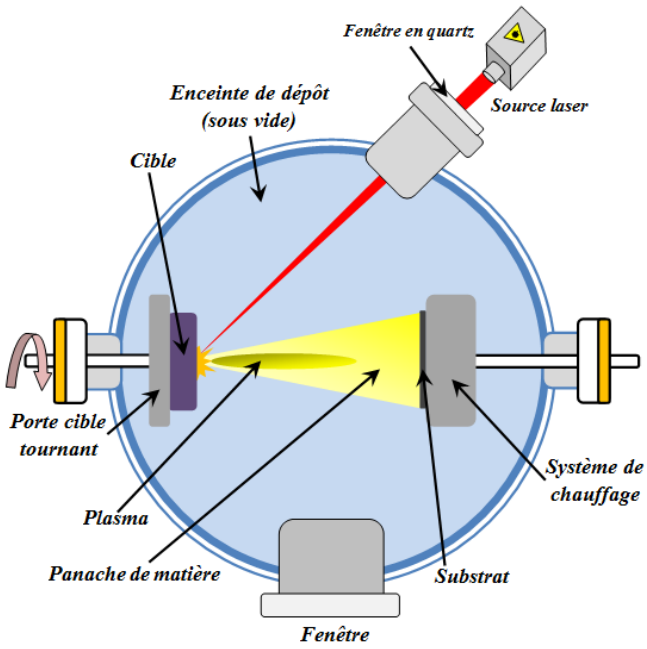


Figure I.4 : Principe de l'ablation par faisceau laser pulsé [9]

I.3.2. Méthode chimique :

Les méthodes chimiques sont : les dépôts à l'état gazeux et les techniques à solution Parmi les procédés en phase gazeuse, le dépôt chimique en phase vapeur (CVD pour Chemical Vapor Deposition), le spray pyrolytique, le spin-coating, le dip-coating et le procédé hydrothermal [12].

I.3.2.1. Dépôt chimique en phase vapeur (CVD) :

En principe, la méthode de dépôt chimique en phase vapeur (CVD) est un processus simple qu'utilisent des matériaux en phase gazeuse introduits dans une chambre de réaction où s'évaporent et se diffusent à la surface du substrat pour former des couches minces par des réactions chimiques entre les différents atomes de matériaux et le substrat. Les gaz résiduels sont évacués de la chambre (cf. Figure I.5). Le point clé de la méthode de dépôt chimique en phase vapeur (CVD) est que le processus d'évaporation thermique est très sensible à la température locale, à la pression, à la concentration du gaz de réaction et au débit de gaz [13].

Il existe plusieurs procédés d'utilisation de cette technique :

- CVD statique ou dynamique [14].
- CVD à pression atmosphérique [15].

- CVD basse pression (LPCVD) [16].
- CVD assistée par plasma (PACVD) ou laser (LACVD) [17].

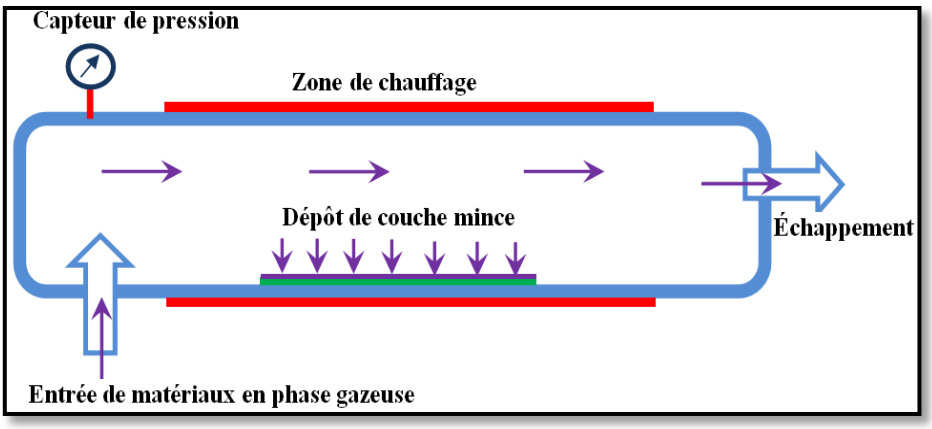


Figure I.5: Schéma de principe du processus de (CVD) [18].

I.3.2.2. Méthode Sol-Gel :

L'appellation « sol-gel » constitue la contraction des termes « solution » et « gélification ». Avant d'atteindre l'état de gel, le système est un liquide constitué d'un mélange d'oligomères colloïdaux, de petites macromolécules et de monomères partiellement hydrolysés selon l'avancement de la réaction de polymérisation ; ce liquide qui contient une dispersion stable de particules colloïdales est désigné par le terme « sol ». La taille des particules solides, plus lourdes que le solvant, doit être suffisamment faible pour que les forces en jeu dans la dispersion soient supérieures aux effets gravitaires [19].

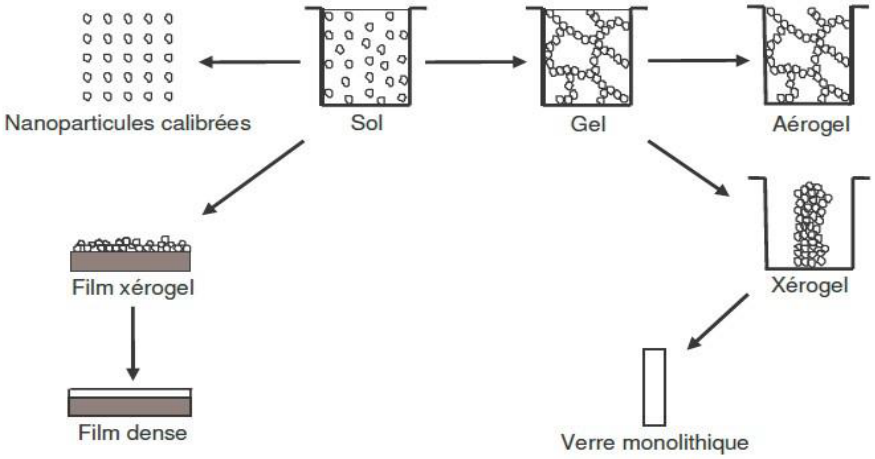


Figure I.6 : Potentiel de la chimie sol-gel [20].

On distingue deux voies de synthèse pour la méthode sol-gel :

- La voie inorganique ou colloïdale, qui est réalisée à partir de sels métalliques en solution aqueuse (chlorures, nitrates ou oxychlorures). Son principal intérêt est son faible coût, l'inconvénient étant la difficulté de son contrôle qui en restreint encore l'utilisation. Mais c'est la méthode couramment utilisée dans la fabrication des matériaux céramiques [21].
- La voie métallo-organique ou polymérique, qui est à partir d'alcoxydes métalliques dissous dans des solutions organiques. Elle est beaucoup plus coûteuse, mais permet de mieux contrôler la granulométrie au sein de la solution [21].

Le procédé Sol-Gel comporte comme tout procédé de mise en œuvre des avantages et des inconvénients que nous allons résumer ci-après :

Avantages	**inconvénients**
- Élaboration de matériaux à basse température.	- Coût des précurseurs élevé dans la plupart des cas.
- Homogénéité des produits finaux.	- Longue durée du procédé.
- Production de matériaux de grande pureté.	- Production instable ou difficile à maitriser.
- Fabrication de matériaux sous diverses formes.	
- Contrôle des cinétiques de réaction donc des structures, des compositions, des propriétés.	

Tableau I.1 *:* Avantages et inconvénients du procédé sol-gel [22].

Il est indéniable que l'application de la solution sol-gel conditionne la qualité et la pérennité du revêtement final ; pour le traitement sol-gel, les techniques d'application les plus usitées sont le dip-coating, le spin-coating, la pulvérisation (spray-coating), le choix de l'un ou l'autre étant assujetti à la morphologie et à l'épaisseur du film déposé [23].

Les principales techniques de dépôt les plus utilisées dans le cadre du procédé sol-gel sont les suivantes :

- **Principe du revêtement par immersion (dip –coating) :**

La technique de « dip-coating » est mise en œuvre pour la préparation des revêtements sur un substrat métallique consiste à plonger ce dernier dans le liquide, puis à le retirer avec une vitesse contrôlée [23]. C'est cette technique qui a été mise en œuvre dans ce travail de thèse et qui s'avère être très simple à réaliser tout en permettant d'opérer les dépôts sous champ magnétique afin d'orienter les nanoparticules magnétiques dans la matrice formée.

Le principe de cette méthode, illustré par la figure 1.7, repose sur l'immersion du substrat dans le liquide puis son retrait dans des conditions très contrôlées et stables permettant d'obtenir une couche d'épaisseur uniforme.

Lors du retrait, le liquide s'écoule sur le substrat et à la fin de l'écoulement, il est recouvert d'une couche homogène [24].

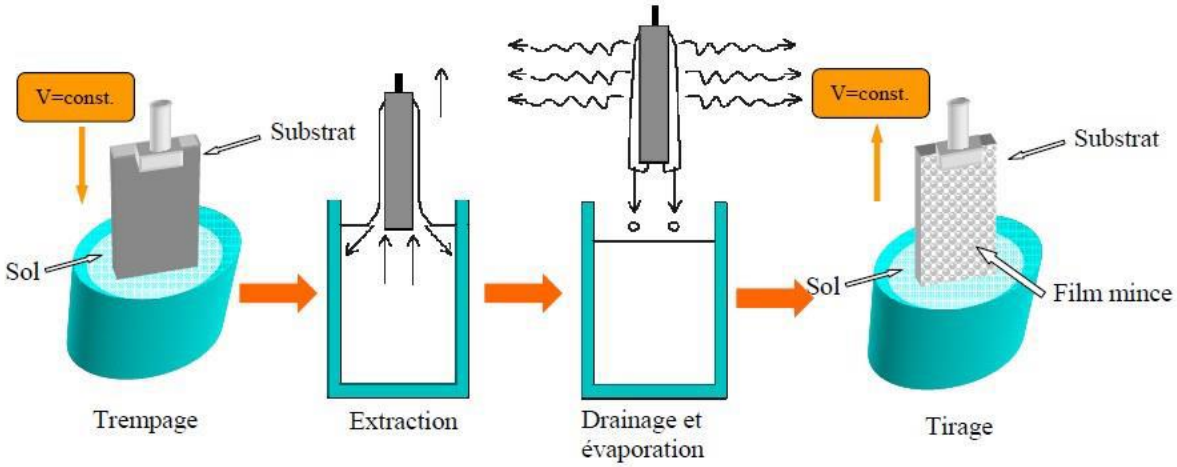


Figure I.7 : Détail des étapes du dip-coating

Trempage du substrat dans le sol, formation de a couche pendant le retrait du substrat et gélation du film par évaporation du solvant [25].

Au demeurant, lorsque la viscosité du liquide η et la vitesse de tirage U_0 sont largement suffisantes pour négliger la courbure du ménisque, la valeur de l'épaisseur du dépôt h correspondant à l'équilibre entre la force de tirage et la force de pesanteur g [26, 27, 28].

$$h = C_1\left(\frac{\eta U_0}{\rho g}\right)^{1/2} \qquad \text{(I. 1)}$$

Ici, C_1 est une constante égale à 0,8 pour les liquides de type Newtonien. En réalité, dans la plupart des systèmes sol-gel, les vitesses de tirage sont lentes et l'équilibre est modulé par

rapport à la force de tirage par la tension superficielleγ_{LV}, conformément à la relation (1.2) de Landau-Levitch [26, 27, 28]

$$h = 0.94\frac{(\eta U_0)^{2/3}}{\gamma_{LV}{}^{1/6}(\rho g)^{1/2}} \qquad (\text{I}.2)$$

Dans ce schéma, η est la viscosité du milieu (en $Pa.s$), U_0 la vitesse de retrait (en m.s^{-1}), γ_{LV} la tension superficielle entre le liquide et la vapeur (en $N.m^{-1}$), ρ la masse volumique du milieu (en $kg.m^{-3}$), g la gravité (en $m.s^{-2}$). Avec la remontée du substrat, le liquide d'écouler le long de celui-ci, phénomène noté drainage. À la suite de ce drainage, le substrat est recouvert d'un film uniforme et poreux. En résumé, le procédé dip-coating décrit cinq étapes : l'immersion, le début du tirage, le dépôt, le drainage (écoulement par gravitation), et l'évaporation.

La figure 1.7 [27] indique les transformations structurelles qu'induit le film déposé par dip-coating. Ces transformations sont dues aux effets conjugués du drainage de la solution, de l'évaporation des solvants, de la condensation et des forces capillaires ; tous ces phénomènes physico-chimiques se produisent simultanément. L'épaisseur du film dépend positivement de la vitesse de tirage et de la viscosité du sol, et négativement de la tension d'interface, qui varie avec la température et l'humidité. L'épaisseur du film peut donc être ajustée en jouant sur ces différents paramètres.

Les performances des couches minces déposées sont directement affectées par plusieurs paramètres clés, chacun jouant un rôle crucial dans la qualité finale du revêtement. Ces paramètres incluent :

A. Vitesse d'immersion et de retrait :

La vitesse de retrait entre plusieurs couches détermine l'épaisseur de la couche grâce aux lois qui en régissent le comportement comme la loi de Landau-Levich [29]. Une vitesse trop élevée peut générer des défauts au séchage ou des défauts d'homogénéité [30].

B. Viscosité de la solution :

La viscosité impacte le flot et l'effusivité de la solution sur le support. Une viscosité trop faible ou trop élevée pourrait rompre l'homogénéité du film [31,32].

C. Tension superficielle :

La tension superficielle a un impact sur la mouillabilité du substrat et la formation de défauts (ex. déchirements, gouttes résiduelles) [33].

D. Conditions environnementales :

La température, l'humidité et les courants d'air influencent l'évaporation du solvant, donc la cristallisation et la morphologie des couches [34], [35].

- **Technique de revêtement par centrifugation «Spin-Coating» :**

Le liquide ou la suspension est étalé sur le substrat fixe, qui est mis en rotation à une vitesse souhaitée afin de répartir le fluide de manière homogène par force centrifuge. La solution de précurseur est distribuée sur le substrat généralement par une seringue ou une pipette à vitesse angulaire constante. L'épaisseur de couches déposées dépend des paramètres suivants à savoir la viscosité de la solution de précurseur, la concentration de la solution, l'évaporation du solvant, la vitesse angulaire, la vitesse de rotation et le temps de rotation. La Figure I.8 montre un schéma du processus de revêtement par centrifugation «Spin-coating». Le revêtement par centrifugation est l'une des méthodes rapides et faciles pour développer des couches minces homogènes [36].

Voici les processus impliqués dans le dépôt chimique utilisant le revêtement par centrifugation :

- Dépôt d'une solution aqueuse sur un substrat plat.
- Accélération du substrat (provoque l'écoulement du liquide vers l'extérieur de substrat) jusqu'à la vitesse de rotation finale souhaitée.
- La rotation est poursuivie à vitesse constante qui permet l'éjection de l'excès de liquide sous forme de gouttelettes et donc la diminution de l'épaisseur de la couche de façon uniforme et début de l'évaporation du solvant.
- Après évaporation du solvant complet, une formation de couche solide se produit à la surface du substrat.
- Les couches ont été séchées dans la plaque chauffante à environ 120 °C.
- Le revêtement par centrifugation est répété pour obtenir des couches successives en fonction de l'épaisseur requise.

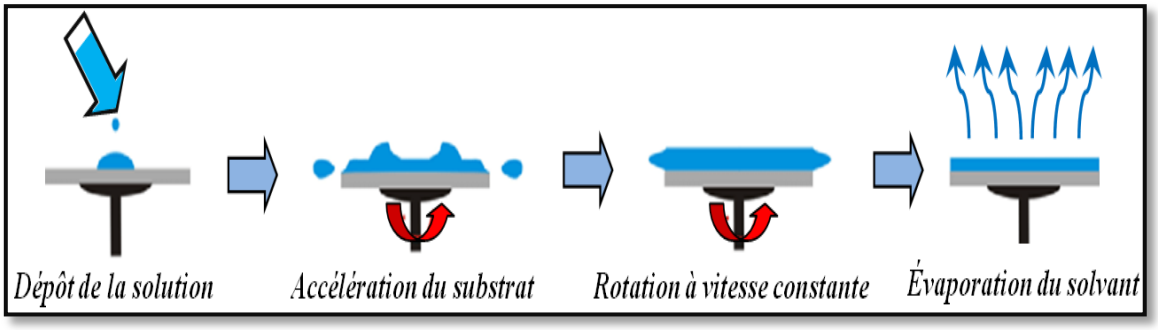


Figure I.8: Schéma du processus de revêtement par centrifugation «Spin-Coating» [36].

Les couches revêtues par les deux techniques de revêtement «Dip-Coating» et «Spin-coating» ont été recuits dans le four tubulaire à température entre 450 °C et 600 °C tout dépend de la nature du substrat (verre, quartz et silicium) pour obtenir des couches minces cristallines.

I.3.2.3. Dépôt par Hydrothermale :

L'hydrothermie est l'une des meilleures techniques pour la formation de nanostructures d'oxydes métalliques. L'ensemble du processus de synthèse est réalisé par la réaction en solution aqueuse maintenue dans un récipient entouré d'une pression et d'une température contrôlée appelé autoclave [39]. Le téflon est le matériau le plus couramment utilisé pour l'intérieur d'un autoclave. C'est une technique utile pour réguler la phase cristalline, la morphologie et la taille des grains en contrôlant la composition, la pression, la température, les additifs, les propriétés du solvant et le temps de vieillissement, etc. Dans cette méthode, les réactifs sont dissous dans l'eau et forment des ions. Les ions sont séparés en raison de la différence de température dans l'autoclave [37,38]. Les ions se déplacent vers la région à basse température et forment une solution sursaturée en raison de la croissance du cristal. La matière dissoute cristallise et le même cristal peut avoir une morphologie différente en raison de conditions de croissance différentes [40]. La Figure I.9 présente le schéma de l'autoclave en téflon.

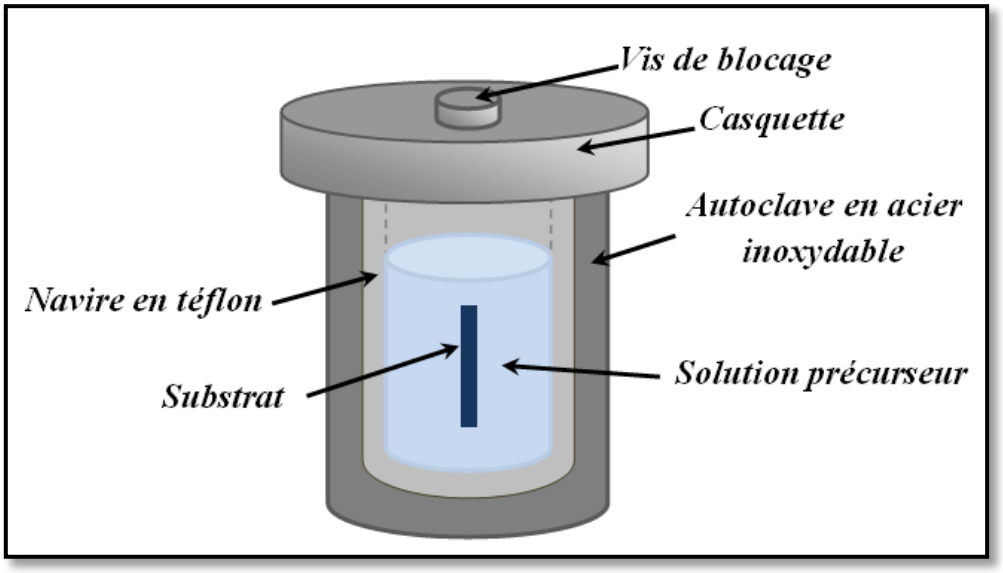


Figure I.9: Schéma de l'autoclave en téflon [39].

I.3.2.4. Dépôt par spray pyrolyse :

La technique de pulvérisation chimique réactive spray est un processus technique de traitement envisagée dans la recherche pour préparer des couches minces, des revêtements céramiques et des poudres. Contrairement de beaucoup d'autres techniques de dépôt de couches minces, la technique de pyrolyse par pulvérisation représente une méthode de traitement très simple et relativement rentable.

Elle offre un processus de synthèse extrêmement simple pour préparer des couches minces de n'importe quelle composition. La pyrolyse par pulvérisation ne nécessite pas de produits chimiques ou de substrats de haute qualité. Le procédé a été utilisé pour le dépôt de couches denses, de couches poreux et pour la production de poudre. Même les films multicouches peuvent être facilement préparés en utilisant cette technique. Cette technique est utilisée depuis plusieurs décennies dans l'industrie du verre et dans la production de cellules solaires [40,41].

L'équipement typique de pyrolyse par pulvérisation se compose d'un pulvérisateur, d'une solution précurseur, d'une plaque de résistance de chauffage du substrat, d'un contrôleur de température et d'un compresseur d'air. Plusieurs pulvérisateurs ont été employées dans la technique de pyrolyse par pulvérisation tel que : jet d'air, ultrasonique et électrostatique [42]. Le schéma de principe du système de dépôt par «Spray pyrolysis» est montré sur la Figure I.10.

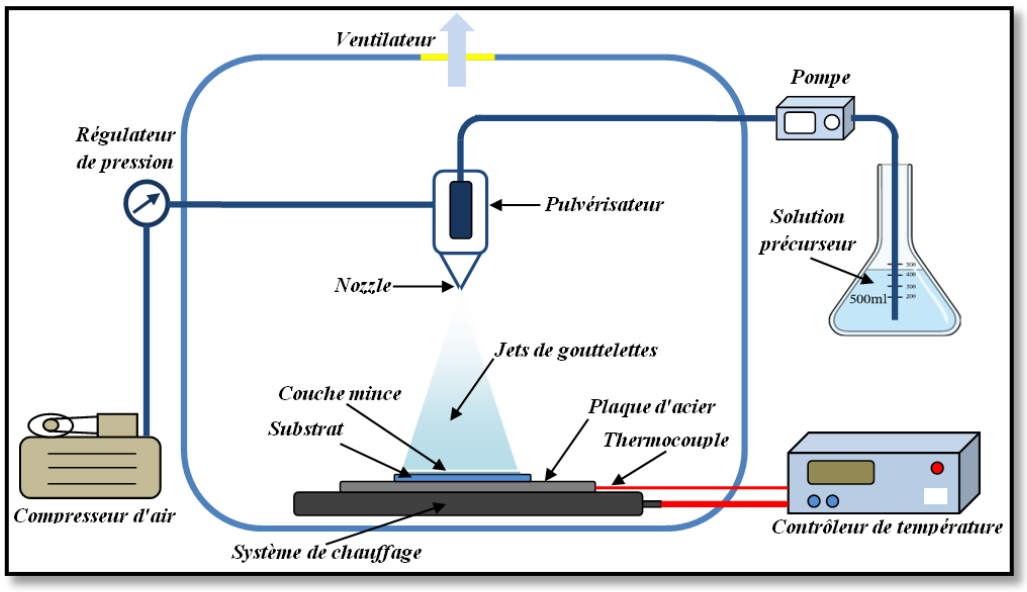


Figure I.10: Schéma de la technique de pyrolyse par pulvérisation «Spray pyrolysis» [42].

I.4. Techniques de caractérisation :

I.4.1. Diffraction des Rayons X (DRX):

Les rayons X, qui présentent une longueur d'onde λ de l'ordre de 1 Å, peuvent se propager dans les structures périodiques que constituent les cristaux et donner lieu à des maxima d'interférences (pics de diffraction) qui se forment dans certaines directions des rayons X diffusés qui sont déterminées par les conditions de Laüe dont nous avons déduit la relation de Bragg :

$$2d_{hkl}sin\theta = n\lambda \qquad (I.3)$$

Où θ est le demi-angle de diffusion, d_{hkl} étant la distance entre les plans (hkl) et n un entier positif. La valeur maximale des intensités de ces pics est proportionnelle au facteur de structure, c'est-à-dire l'amplitude diffusée par les atomes de la maille cristalline.

Les interférences sont constructives lorsque les maxima d'amplitude se superposent, ce qui donc est possible quand les maxima d'ondes différentes arrivent à un même endroit de l'espace, autrement dit la différence de marche entre les deux ondes est égale à un entier multiplié par la longueur d'onde $n\lambda$ (cf figure I.11).

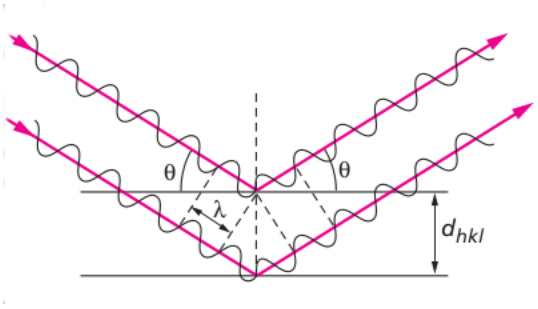


Figure I.11 : Réflexion sur les plans réticulaires (hkl).

Le diffractomètre utilisé dans cette étude est de type Bragg-Brentano (X'pert pro Pan-Plytical), un dispositif classique particulièrement utilisé grâce à sa grande précision (déplacement de 1/100°)

I.4.2. Microscopie Électronique à Balayage (MEB) :

Le principe fondamental du microscope électronique à balayage (MEB) repose sur une exploration de la surface de l'échantillon par balayage ligne par ligne. Le signal reçu par le détecteur est transmis à un écran cathodique, dont le balayage est parfaitement synchronisé avec celui du faisceau incident. Les électrons, en pénétrant l'échantillon, interagissent avec les électrons de l'échantillon, comme le montre la figure I.12. Cette interaction est à l'origine d'un rayonnement électromagnétique et d'électrons, formant une poire d'interaction (figure I.13), dont seuls les électrons seront utilisés pour l'image de l'échantillon.

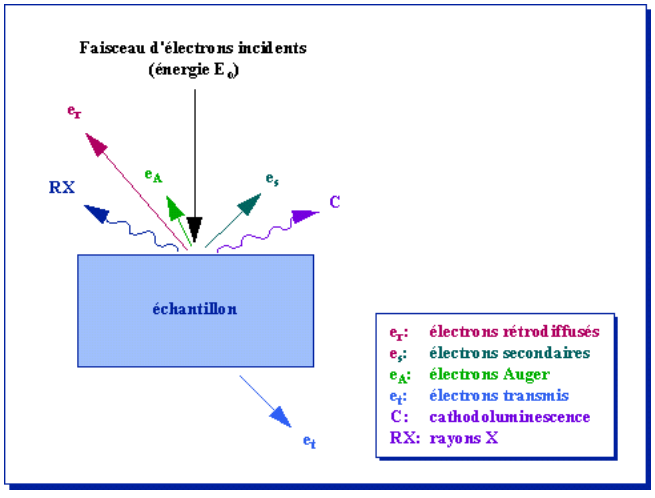


Figure I.12 : Représentation schématique de l'interaction entre un faisceau d'électrons et la surface d'un échantillon.

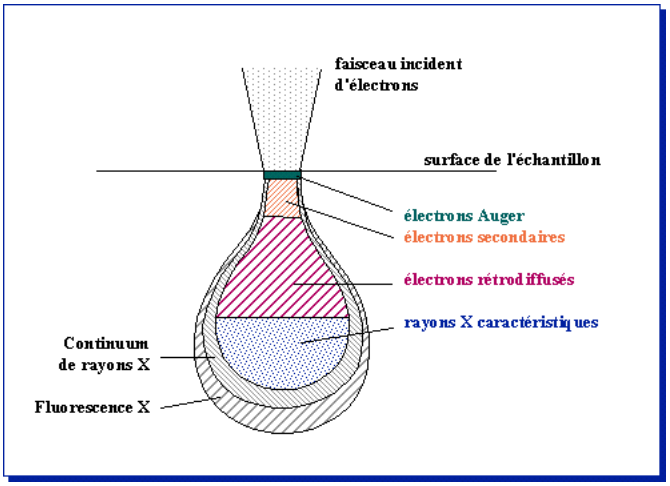


Figure I.13 : Poire d'interaction

Les électrons secondaires fournissent des informations sur le relief de l'échantillon tandis que les électrons rétrodiffusés permettent des images en contraste (contraste chimique : les éléments lourds blancs, les éléments légers noirs et les éléments de masse intermédiaire en gris). Les électrons Auger servent principalement à l'analyse des liaisons chimiques.

I.4.3. Microscopie à Force Atomique :

Le microscope à force atomique, ou AFM (Atomic Force Microscope), dont le principe de fonctionnement est donné en figure I.14 , est basé sur l'approche d'une pointe très fine de la surface à sonder pour mesurer les forces d'interaction agissant entre l'atome de la pointe et ceux de la surface de l'échantillon, que ce soit dans le milieu gazeux ou dans le milieu liquide. Les positions d'atomes de la surface sont alors déduites de l'intensité de ces forces d'interaction. Ces forces d'interaction ne sont pas uniquement celles dues à l'action directe des atomes opposés de la sonde et de la surface, mais aussi dans une mesure plus faible à celles des contributions des atomes voisins, illustrées par le schéma de la figure I.14 ;

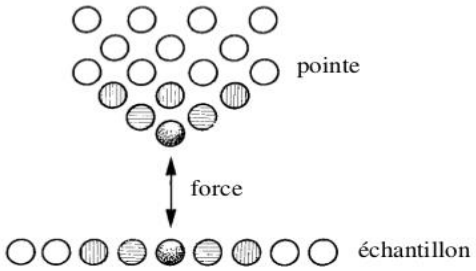


Figure I.14 : La force exercée entre l'atome au bout de la pointe et l'échantillon(AFM)

C'est que la portée relativement importante des forces de Van der Waals s'étend sur une distance comprise entre quelques nanomètres et quelques dizaines de nanomètres et diminuer selon la loi $1/z^6$ (z étant la distance séparant deux atomes).

C'est cette propriété qui fait qu'en général l'AFM n'a pas une résolution aussi bonne que celle d'un STM. Quand deux atomes, l'un situé au bout de la pointe, l'autre à la surface de l'échantillon, sont face à face, ils subissent des forces d'interactions de van der Waals qui peuvent être attractives ou répulsives selon la distance qui les sépare. La force d'interaction entre la pointe et la surface, notée F_N, est reliée à la déflexion du bras de levier par la loi de Hooke [43]:

$$F_N = -K_N . \delta_z \qquad (I.4)$$

Où K_N désigne la constante de raideur du levier s'exprimant en N/m et δ_z étant la variation de distance de la pointe à la surface.

Pour déterminer cette déflexion, plusieurs méthodes peuvent être employées : soit au moyen d'un microscope à effet tunnel, le levier faisant ici office d'échantillon, soit par interférométrie optique, soit plus classiquement par le biais de la réflexion d'un faisceau laser. Comme le montre la figure I.15, le faisceau laser est d'abord réfléchi par le levier, puis par un miroir qui le réoriente vers un détecteur constitué de deux photodiodes. La différence du signal électrique reçu entre ces deux photodiodes est proportionnelle à la déflexion du levier.

Selon la loi de Hooke (équation 1.4), la force interatomique F_N est proportionnelle à la constante de raideur K_N et à la variation de distance δ_z. Pour préserver l'échantillon, la force F_N doit rester inférieure à 10^{-11} N pour les molécules biologiques et 10^{-9}N pour les matériaux dits « durs ». Le levier de l'AFM mesure généralement entre 100 et 200 µm de long en se terminant par une pointe d'une finesse extrême, dont la largeur ne dépasse que de quelques atomes. En fonction de la topographie de la surface à analyser et des spécificités de l'étude, divers types de pointes sont utilisés, qui se distinguent par leur rayon de courbure et leur longueur.

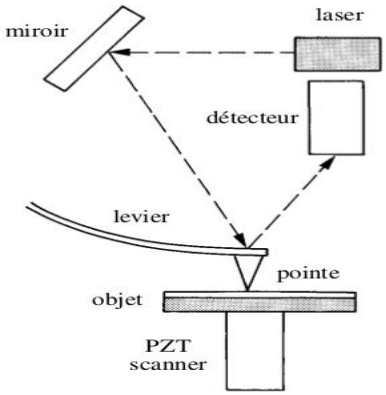


Figure I.15 : Schéma de principe d'un microscope à force atomique avec détection par réflexion d'un faisceau laser.

Il existe (03) modes de mesures (figure I.16) : Contact, non contact et tapping (déflexion).

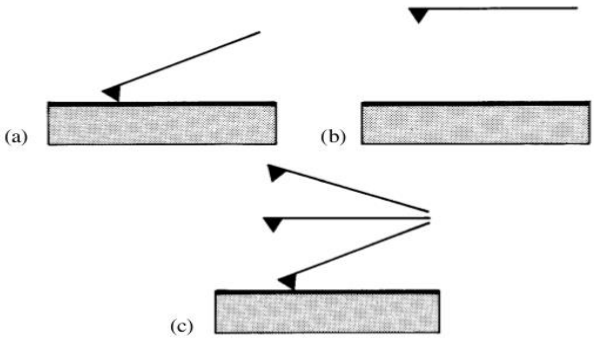


Figure I.16 : Les trois modes de fonctionnement d'un AFM : (a) contact, (b) non-contact et (c) tapping.

I.4.4. Profilométrie :

Le profilomètre mécanique, aussi désigné comme profilomètre à contact, repose sur l'interaction directe entre une pointe en diamant et la surface à caractériser. Le capteur associé à la pointe enregistre les déplacements verticaux (Y) lorsque la pointe se déplace horizontalement le long de l'axe X de l'échantillon. La restitution sous la forme Y = f(X) permet alors d'obtenir le profil de la surface, et ainsi de déterminer la différence de niveau entre le dépôt et le substrat avec précision.

Le tracé obtenu grâce au profilomètre fournit des informations indispensables telles que l'épaisseur du film déposé et la rugosité de la surface analysée. L'instrument utilisé dans le cadre

de notre étude correspond à un profilomètre mécanique Veeco Dektak 150, qui est illustré à la figure I.17.



Figure I.17 : Profilomètre Vecoo Dektak 150.

I.4.5. Spectrophotométrie UV-Visible :

La technique de la spectroscopie UV-Visible est une méthode analytique non destructive qui repose sur la possibilité d'exciter un électron en l'amenant de son état fondamental vers un état excité sous l'influence d'une onde électromagnétique.

Pour cette analyse, un spectrophotomètre muni de deux sources lumineuses permet d'assurer un spectre d'émission continu couvrant intégralement la gamme UV-Visible. Le monochromateur qui lui est intégré permet de sélectionner précisément les longueurs d'onde voulues et de balayer la gamme spectrale par un simple déplacement de ce composant.

Le faisceau lumineux à la longueur d'onde choisie est dirigé vers un miroir, dont le mouvement est synchronisé avec le mouvement du monochromateur, et passe successivement tout d'abord dans l'échantillon étudié puis dans la référence, avant d'atteindre un amplificateur qui compare l'intensité économisée à la source originelle [44].

Les spectres UV-Visible permettent d'accéder à la largeur de la bande interdite (gap) et aux indices optiques des matériaux étudiés. Les courbes de transmission et d'absorption des films minces sont obtenues à l'aide d'un spectrophotomètre enregistreur à double faisceau de type Safas UV mc2, piloté par ordinateur (figure I.18), en balayage spectral de 190 nm à 1050 nm.



Figure I.18: Spectrophotomètre UV-visible de marque Safas.

Le schéma de principe du spectrophotomètre est représenté sur la figure 1.19.

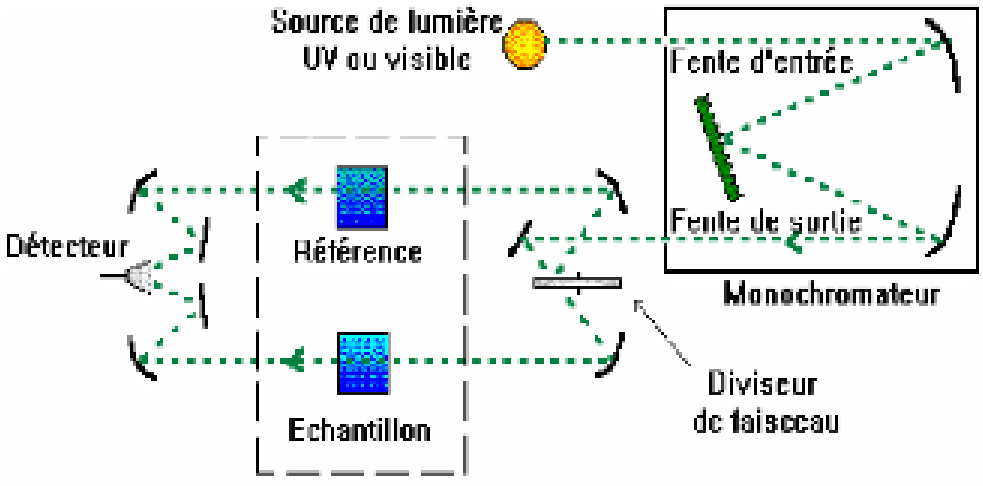


Figure I.19: Principe de fonctionnement d'un spectrophotomètre UV-Vis à double faisceau.

I.4.6. Spectroscopie de photoluminescence (PL) :

La photoluminescence (PL) est une méthode d'analyse non destructive de la structure électronique des matériaux, permettant notamment d'évaluer la largeur de la bande interdite (gap) ou de mettre en évidence des défauts cristallins. Il s'agit d'une technique d'excitation par un phénomène d'émission spontanée d'un photon, par exemple, en excitant le matériau grâce à une source lumineuse ayant une énergie correspondant à un niveau d'absorption (ou celui des ions de terres rares) ou allant au-delà de la bande interdite dans les semi-conducteurs. Les électrons sont alors excités depuis un niveau supérieur, et lorsqu'ils reviennent vers un niveau

d'énergie plus faible, ils émettent un photon dont l'énergie est caractéristique des transitions électroniques ayant eu lieu.

En matière de photoluminescence, l'objet de l'analyse porte sur la détection de ces photons émis. En effet, lorsqu'un matériau semi-conducteur est soumis à l'excitation par un rayonnement lumineux, les électrons de cette fois la bande de valence sont effectivement promus vers la bande de conduction. Ce nouvel état excité se révèle instable et les électrons relaxent donc vers leur état fondamental en émettant un photon dont l'énergie correspond à la transition électronique. Dans un cristal parfaitement ordonné, seule la transition directe entre la bande de conduction et la bande de valence est observable ; elle produit un spectre de photoluminescence étroit, bien défini. En présence de défauts structuraux, des niveaux d'énergie supplémentaires apparaissent donc dans la bande interdite, élargissant le spectre enregistré.

À titre d'exemple, l'oxyde de zinc affiche généralement une luminescence allant de l'entière plage du visible jusqu'à la proche région de l'ultraviolet. Le schéma du dispositif expérimental mis en œuvre en spectroscopie de photoluminescence est reproduit à la figure I.20.

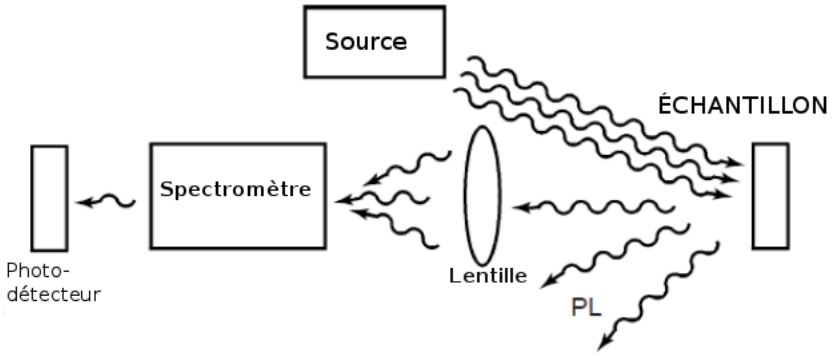


Figure I.20: Principe de fonctionnement de la spectroscopie de photoluminescence.

I.4.7. Spectroscopie Raman :

Au cours de l'analyse par spectrométrie Raman, le premier point essentiel est que le matériau est excité par la source de lumière monochromatique intense, généralement un laser. Ainsi excité, le matériau est porté à un état énergétique virtuel et va réémettre une radiation qui va être collectée, puis dissociée sur un détecteur dédié.

Cette radiation est composée de deux signaux, le premier étant en très grande partie dû à la diffusion Rayleigh, au cours de laquelle la lumière incidente est diffusée sans échange d'énergie

ni de longueur d'onde. Mais dans un nombre restreint de cas, certains photons vont interagir avec la matière, échangeant leur énergie avec elle, donnant naissance ainsi à des radiations Stokes (quand le photon perd de l'énergie au profit de la matière) ou anti-Stokes (lorsque la matière perd de l'énergie au profit du photon).

Ces variations d'énergie permettent d'acquérir des données sur les niveaux énergétiques rotationnels et vibrationnels des molécules considérées.

Dans le cadre de l'analyse de la spectrométrie Raman, on doit s'intéresser aux énergies de vibration et de rotation des molécules qui sont très inférieures à celles des photons incidents, comme le montre le schéma ci-après (figure I.21) où on ne peut pas vraiment parler d'une transition classique entre deux niveaux d'énergie déterminés. Pour bien comprendre le phénomène Raman, il faut donc faire appel à des niveaux énergétiques dits « virtuels » qui donnent accès à la description des interactions existant entre la lumière incidente et les modes vibrationnels et/ou rotationnels de la molécule.

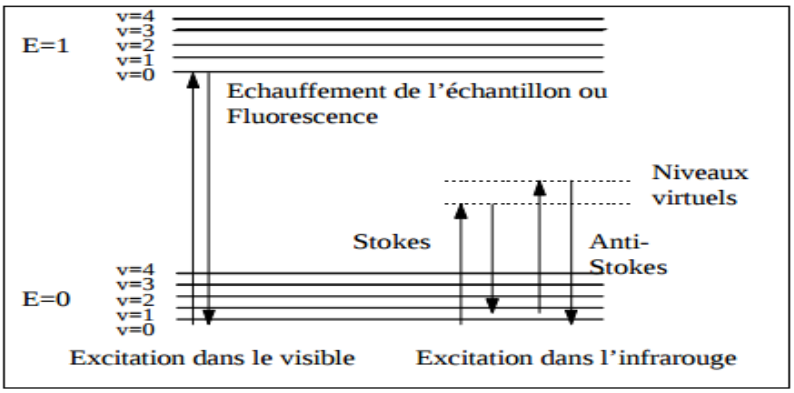


Figure I.21: Diagramme de Jablonski : Évolution de l'énergie de vibration d'un atome stimulé par un laser.

Le fonctionnement d'un spectromètre Raman est schématisé sur la figure I.22. Les faisceaux émanant d'une très puissante source laser sont amenés à l'échantillon au moyen d'une fibre optique, ce qui permet d'exciter ce dernier. La lumière diffusée par l'échantillon est actuellement recueillie par un capteur avant d'être transmise par fibre optique à un séparateur optique qui couplé à un détecteur, est chargé d'analyser les signaux préalablement recueillis afin de fournir des données permettant d'informer sur les caractéristiques dans les échantillons. Ces informations sont ensuite informatisées afin de donner des résultats utiles.

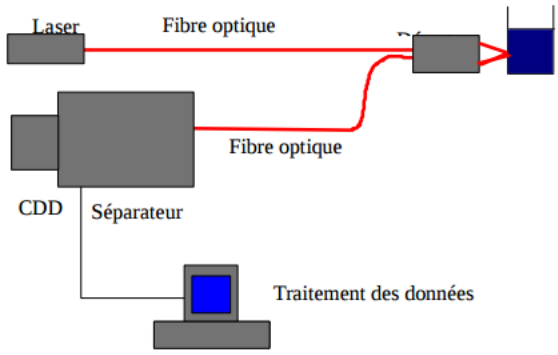


Figure I.22 : Schéma du principe de fonctionnement d'un spectromètre Raman.

La spectroscopie Raman est une technique qui fournit une grande variété d'informations, dont :

L'identification des phases ou des composés chimiques, la caractérisation des matériaux, la détermination des structures moléculaires, et l'étude des systèmes amorphes et cristallins.

Elle dispense des informations appropriées permettant d'appréhender l'ordre local, moyen et à longue portée dans les matériaux, en témoigne la richesse d'indices disponibles dans le spectre Raman d'un matériau auprès de l'environnement immédiat de la nature des liaisons chimiques et de la structure cristalline de celui-ci. La spectroscopie Raman propose surtout un niveau de performances sans pareil, car c'est la méthode spectroscopique dont la résolution est la plus grande, à savoir de l'ordre du micron pour l'identification et la caractérisation des composés et des phases, et la méthode qui permet d'analyser le plus ponctuellement la structure amorphe des matériaux.

I.4.8. Caractérisation électrique par Effet Hall :

La méthode de l'effet Hall, d'approche élémentaire, s'avère d'une simple mise en œuvre originale, très puissante pour mieux appréhender les propriétés électriques des solides. On a notamment recours à ce principe de mesure pour déterminer la concentration de porteurs de charge et établir leur nature (type de conduction p ou n), mesurer leur mobilité ou bien déterminer la résistivité du matériau. Pour effectuer ces mesures, le montage de Van der Pauw est de loin le plus utilisé. Dans cette méthode, un courant I est injecté entre les contacts 1 et 3, et la tension est mesurée entre les contacts 2 et 4 ; la mesure étant répétée sous l'effet d'un champ magnétique B appliqué perpendiculairement à la surface de l'échantillon (figure I.23).

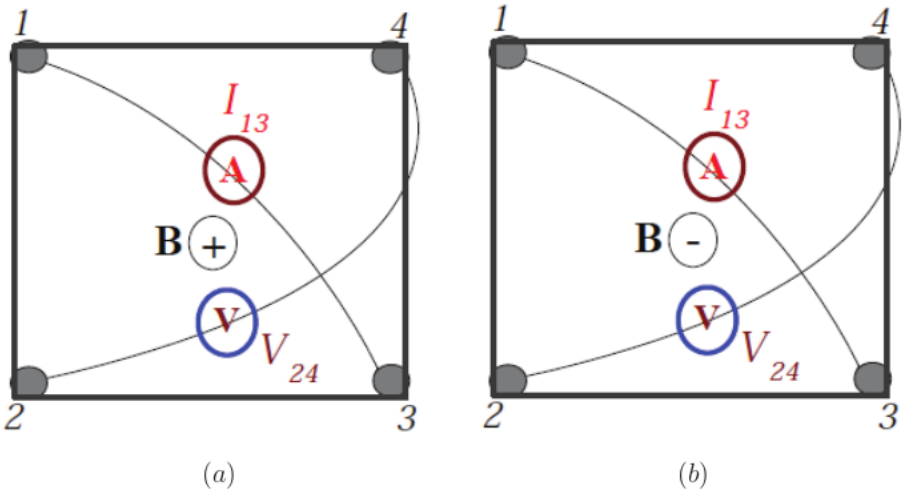


Figure I.23: Montage de la mesure de l'effet hall par la méthode Van der Pauw.

C'est en 1879 qu'Edwin Herbert Hall découvre l'effet Hall classique. Quand un courant électrique circule dans un solide, conducteur, placé dans un champ magnétique perpendiculaire, apparaît une tension transversale, la tension de Hall, perpendiculaire au courant et au champ magnétique.

Cette découverte permit à Hall de déterminer la nature des porteurs de charge dans le conducteur, à partir du signe de la tension mesurée : sous l'effet de la force de Lorentz qui agit sur la charge, les électrons et les trous sont déviés dans des sens opposés dans le solide. Le principe de la mesure de l'effet Hall est donné par la figure I.24.

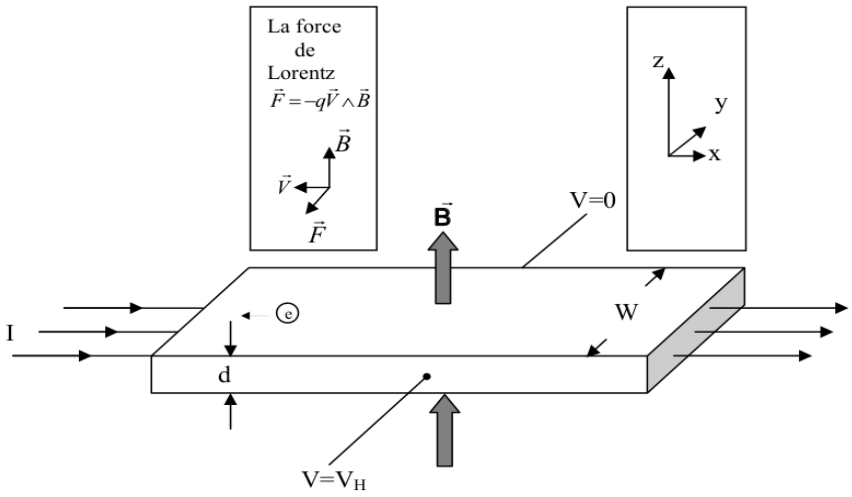


Figure I.24 : Principe de base de l'effet hall.

Prenons le cas d'un semi-conducteur de type p. On applique d'abord un courant constant dans la direction x. Puis on applique un champ magnétique dans la direction z ce qui induit la force de Lorentz agissant vers le haut sur les trous, qui sont les porteurs majoritaires. La séparation des porteurs de charge provoque dans la direction y. la création d'un champ électrique transverse décrit par l'équation suivante :

$$E_y = R_H J_p B_z \qquad (1.5)$$

Où :

E_y : représente le champ électrique généré dans la direction.

B_z : est le champ magnétique appliqué selon l'axe.

J_p : désigne la densité de courant associée aux trous mobiles,

R_H : est le coefficient de Hall, qui est positif pour les trous et négatif pour les électrons. Ce coefficient est donné par l'équation suivante :

$$R_H = \frac{d}{q n_s} \qquad (1.6)$$

Où : d est l'épaisseur du film mince, n_s est la densité de charge électrique

La tension de Hall V_Ha été déterminée à partir du champ électrique détecté après application d'un champ magnétique. Comme ce champ électrique, V_H dépend du signe des porteurs de charge. Ainsi, V_H positif caractérise le matériau de type p, alors que V_H négatif caractérise un matériau de type n. La densité des porteurs ns (en cm^-2) se calcule par :

$$n_s = \frac{I.B}{q V_H} \times 10^{-4} \qquad (1.7)$$

Où : I est le courant injecté, B le champ magnétique appliqué, V_H est la tension de Hall.

Afin de déterminer la concentration des porteurs majoritaires volumiques en cm−3

, on utilise l'équation suivante :

$$n_b = \frac{n_s}{d} \qquad (1.8)$$

I.5. Application des couches minces dans l'électronique d'instrumentation :

I.5.1. Capteurs de contrainte et de pression :

Des capteurs de contrainte (strain gauges) à couches minces ont été intégrés à des capteurs de pression miniaturisés afin de surveiller la pression hydraulique dans des dispositifs de dosage, tels que les systèmes de pipetage. Cependant, des fuites d'eau et une perte de sensibilité sous pression apparaissent dans ces capteurs. Pour résoudre cela, un mécanisme de compression a été mis en œuvre pour maintenir une contrainte compressive dans la pâte conductrice (Ag) pour éviter le décollement du capteur. Ce tout nouveau mécanisme d'encapsulation au niveau de la cellule et de ressorts de pression aboutit en effet à une haute fiabilité, à une grande pérennité, après plus de 10 millions de cycles de pression, mais aussi à une étanchéité et des performances maintenues sur la durée. Ces capteurs sont devenus des composants incontournables de l'instrumentation électronique dans des environnements fluidiques hostiles [45,46].

I.5.2. Dispositifs MEMS piézoélectriques :

Les dispositifs MEMS piézoélectriques à couches minces exploitent les caractéristiques de transduction électromécanique des films piézoélectriques pour mettre au point des capteurs et des actionneurs miniaturisés de haute performance. Méritant d'intégrer l'instrumentation électronique, ils peuvent permettre de développer des capteurs sensibles et compacts dans un grand nombre d'applications variées comme l'imagerie ultrasonore médicale (PMUT) [47], les microphones MEMS fabriqués à partir de couches minces pour des systèmes audio précis [48], ou la récupération d'énergie provenant de vibrations ambiantes pour alimenter des capteurs autonomes [49]. Les caractéristiques de faible consommation énergétique, de large bande passante et de très bonne intégration dans des systèmes miniaturisés et embarqués de nouvelle génération, sont garanties par l'utilisation de films piézoélectriques déposés grâce à des techniques de micro fabrication.

I.5.3. Capteurs de température à film mince :

Les capteurs de température à couches minces connaissent des applications dans les environnements extrêmes, et notamment ceux rencontrés dans les turbines aéronautiques, grâce à une architecture multicouche associant des films de platine et de platine-rhodium à une isolation en alumine permettant des mesures jusqu'à 1250 K, en préservant des flux thermiques et

mécaniques des surfaces instrumentées. Testés sous vibrations (8 g), chocs thermiques et flux gazeux agressifs, ces capteurs témoignent d'une robustesse qui s'est révélée conforme aux exigences liées à des conditions opérationnelles sévères. Ils possèdent une calibration stable (< 4 % de dérive en 50 heures), favorisant leur utilisation comme capteurs embarqués, qu'ils s'intéressent aux performances des moteurs d'avion ou d'autres systèmes critiques [50].

I.5.4. Transistors à couches minces et circuits flexibles :

Les transistors à couches minces (TFTs - Thin Film Transistors), pour les circuits flexibles, permettent la fabrication d'écrans flexibles et transparents, pliables ou enroulables sans perte de performances, pour les dispositifs de mesure grand-public pliables, comme les analyseurs portables [51, 52]. Ils facilitent aussi la création de capteurs biomédicaux conformes pouvant s'ont directement attachés à la peau pour le suivi en continue de signes vitaux comme la fréquence cardiaque, l'activité musculaire, le niveau d'hydratation [53]. Les systèmes auto-alimentés, utilisant l'intégration de circuits flexibles et de dispositifs de récolte d'énergie, comme les nanogénérateurs piézoélectriques, permettent l'instrumentation à distance [54]. La réalisation de circuits intégrant des TFTs à oxyde métallique pour des circuits logiques flexibles est indispensable au traitement du signal dans les systèmes d'instrumentation flexibles [55]. Enfin, les textiles intégrant des circuits flexibles constituent des systèmes permettant de réaliser l'instrumentation pour détecter les mouvements des individus ou leur posture et réaliser une surveillance physiologique [56].

I.5.5. Capteurs optiques intégrés :

Les capteurs optiques intégrés qui reposent sur des guides d'onde composites à couches minces sont de très bons outils pour l'instrumentation électronique. En effet, en y associant des films diélectriques à indice élevé déposés par pulvérisation ou spin-coating sur des substrats en verre échangé d'ions, ces capteurs profitent convenablement du champ évanescent dont ils peuvent se servir pour détecter tantôt des variations d'indices de réfraction (réfractométrie) tantôt des phénomènes d'absorption optique communs à la spectroscopie [57], [58]. Ces capteurs permettent la détection ultra-sensible de gaz toxiques tels que l'ammoniac, avec des limites de détection de 1 ppt, grâce à l'optimisation de l'épaisseur des couches minces [58]. Ces dispositifs sont également utilisés en détection biomoléculaire, à l'exemple des immunocapteurs pour lesquels les interactions entre antigène et anticorps modifient en temps réel les propriétés

optiques du capteur [59]. Enfin, peu cher, compact, et présentant une très forte sensibilité de surface, ces capteurs à couches minces sont des supports pour la miniaturisation des systèmes de surveillance chimique et biologique.

I.6. Revue des systèmes du revêtement par immersion existants :

Actuellement, le marché du revêtement par immersion est principalement dominé par des fabricants de renommée qui proposent à la fois des équipements de haute technologie et de haute performance. A l'utilisation de l'application particulière standard et / ou sur cahier des charges du client industriel, chaque entreprise a fait de la qualité de ses solutions et de sa fiabilité reconnue un atout majeur. Voici quelques-unes des principales sociétés actives dans ce domaine :

I.6.1. Homlarc :

Holmarc commercialise plusieurs dispositifs de dip-coating susceptibles de convenir à la recherche et à la production à petite échelle. Sa gamme est constituée d'unités de revêtement standard Holmarc Dip Coating Unit et de systèmes multi-bains automatisés pour les dépôts multicouches «Holmarc Multiple Dip Coater ». Ces appareils permettent de contrôler avec précision la vitesse d'immersion et celle de retrait pour assurer une excellente uniformité des films minces.



Figure I.25 : unité de revêtement par immersion Homlac

I.6.2. Ossila :

Ossila propose des systèmes de dip-coating qui sont compacts et faciles à utiliser, notamment pour la recherche académique et le prototypage Ossila Dip Coater, avec une vitesse de rotation qui peut être contrôlée par un système motorisé bien à propos, étant particulièrement bon dans le

cas de revêtements minces homogènes en substrats variés, pour le verre ou les polymères.



Figure I.26 : unité de revêtement par immersion Ossila.

I.6.3. Nadetech Innovations (Espagne) :

Engagée dans le domaine spécifique des outillages pour laboratoire et semi-industries, la société Nadetech commercialise des systèmes automatisés de dip-coating dont la série ND-DC dédiée aux dépôts sol-gel, polymères et biofilms.



Figure I.28: unité de revêtement par immersion Nadetech Innovations.

I.6.4. EUROCOLD Srl (Italie) :

Propose des lignes de revêtement par immersion pour le secteur optique, pour des lentilles ophtalmiques… Comprend des stations de nettoyage, immersion et polymérisation.



Figure I.29: unité de revêtement par immersion EUROCOLD Srl.

I.6.5. Schneider Optical Machines (Allemagne) :

Fournit des systèmes de revêtement par immersion pour les laboratoires de production en mode automatique, dont l'équipement DHC 20, recommandé pour la production en petits volumes.

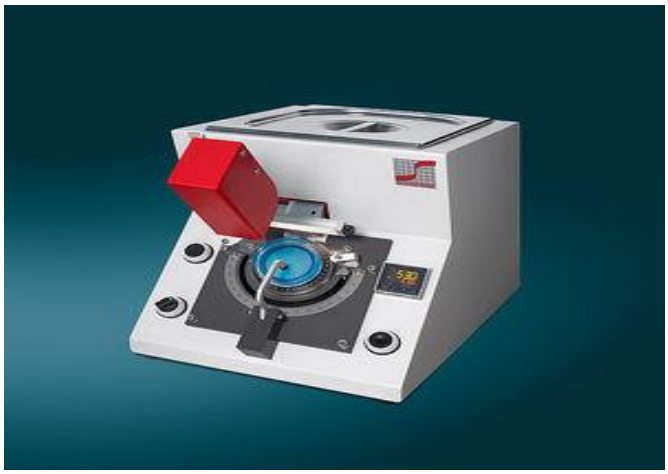


Figure I.30 : Unité de revêtement par immersion automatisée - DHC 20 - Schneider Optical Machines.

I.7. Conclusion :

Le dépôt de couches minces représente une technique essentielle dans la fabrication de matériaux et de dispositifs avancés. Grâce à des méthodes variées et à un contrôle précis, cette technologie permet de produire des films de matériaux avec des propriétés spécifiques adaptées à une large gamme d'applications. Que ce soit dans le domaine de l'électronique, de l'optique, de l'énergie ou de la biotechnologie, le dépôt de couches minces joue un rôle crucial dans l'innovation technologique et continuera à être au cœur des progrès scientifiques et industriels à venir.

Chapitre II :

Les moteurs pas à pas et les microcontrôleurs

II.1. Introduction :

Dans les systèmes automatisés modernes comme les machines de revêtement par immersion, le contrôle précis du mouvement et du temps est essentiel pour garantir la fiabilité du processus et l'uniformité du revêtement. Ce niveau de contrôle est assuré grâce à l'intégration de microcontrôleurs et de moteurs pas à pas — deux composants clés qui constituent la base de l'intelligence et du mouvement du système. Le microcontrôleur agit comme le cerveau de la machine, traitant les commandes de l'utilisateur et exécutant les instructions, tandis que le moteur pas à pas permet un mouvement linéaire précis et reproductible du mécanisme d'immersion. Ce chapitre explore les caractéristiques, les rôles et les interactions de ces composants, et explique leur mise en œuvre dans notre système pour assurer des cycles contrôlés d'immersion et de retrait.

II.2. Les moteurs pas à pas :

II.2.1. Définition d'un moteur pas à pas :

La complexité de sa conception, de son fonctionnement et de ses caractéristiques rend nécessaire une définition précise du moteur pas à pas. La spécification britannique [60] : « Un moteur pas à pas est un moteur à courant continu sans balais dans lequel le rotor tourne par pas angulaires séparés lorsque les enroulements du stator sont alimentés dans une séquence définie. L'effet tournant est causé par la force magnétique d'interaction entre les pôles du rotor et les pôles des enroulements du stator, alimentés ensuite les uns après les autres. Signalons que le rotor ne comporte aucun enroulement, mais que les pôles sont soit apparents soit magnétisés. ». On comprend facilement que selon cette définition, un moteur pas à pas est un actionneur numérique qui reçoit la consigne sous forme d'alimentation des enroulements du stator et la sortie programmée est la rotation angulaire par pas. Sa plus-value en fait un élément central de systèmes comme ceux de commande des ordinateurs, des systèmes de commande numérique et d'autres systèmes. Les systèmes utilisant des moteurs pas à pas comme actionneurs sont généralement appelés systèmes à pas.

II.2.2. Historique de développement :

La technologie des moteurs pas à pas, issue du XIXe siècle, a d'abord pris la forme de moteurs électromagnétiques [61]. La partie du XXe siècle dédiée aux moteurs pas à pas à réluctance variable (VR) a connu d'importants progrès. La première avancée marquante a été l'arrivée d'une structure dentée avec pôles saillants sur le stator et le rotor du moteur VR, breveté par

Walker [51] en 1919, et la deuxième innovation, développée par Chicken et Thain [63], a été l'agencement stator-rotor de type sandwich favorisant la densité de couple dans de petites géométries. Cette solution a fait l'objet d'un brevet américain en 1920. Quant aux usages concrets, McClelland [64] a indiqué que les moteurs pas à pas ont été mis en œuvre dans les navires de guerre britanniques, ce qui a été émis par Kiebutz dans le cadre des applications dans la marine américaine [65], révélant ainsi des avancées militaires.

La conception moderne du moteur pas à pas a été formalisée, en 1957 [66], par Thomas et Fleischauer, et plus particulièrement pour le modèle VR. Sa production commerciale démarre aux États-Unis au début des années 1960 [67,68]. En parallèle, Feirtag et Donahoo de la société General Electric Company (GEC) ont été les initiateurs, en 1952, du développement du moteur pas à pas hybride à aimant permanent (PM) [69], dont la production de masse a débuté dans la foulée. La Superior Electric Company a encore perfectionné ce design, en introduisant des perfectionnements qui conduisent à la série Slo-syn, qui débute sa propre production au début des années 1960.

En 1970, la technologie fait un pas en avant avec la mise au point par Superior Electric des moteurs pas à pas série M, qui sera au cœur des systèmes de contrôle de mouvements incrémental (IMCS) car adoptés par le secteur. En 1952, Sigma Instruments Co. avait mis au point le moteur cyclonome, une innovation technologique qui n'a pas rencontré le succès commercial attendu. Ce moteur a été abandonné en 1969 au profit de la production de moteurs pas à pas à aimant permanent (PM), devenus le standard dans les systèmes de contrôle de mouvement de précision.

II.2.3 La technologie des moteurs pas à pas :

Il existe 3 technologies :

II.2.3.1 Moteurs à aimant permanent :

a. Principe :

Un moteur pas à pas à aimant permanent est une sorte de moteur électrique synchrone, dont le rotor est constitué d'aimants permanents et qui est alimenté par des enroulements électromagnétiques dans le stator. Son principe de fonctionnement repose sur l'interaction entre le champ magnétique que crée le stator et les pôles magnétiques du rotor : lorsque les enroulements du stator sont alimentés dans une certaine séquence, ils génèrent un champ magnétique tournant qui attire les pôles opposés du rotor et entraîne sa rotation par étages

discrets, appelés « pas ».

b. Caractéristiques :

• Faible résolution : nombre de pas par tour peu important ;

• Couple d'utilisation plus élevé par rapport au moteur à reluctance variable ;

II.2.3.2 Moteurs à réluctance variable :

a. Principe :

Ce type des moteurs caractérisé par l'absence d'aimants permanents au rotor, mais également au stator, ce type de moteur pas à pas à réluctance variable (RV) constitue une structure simplement faite de tôles en fer doux, à pôles saillants, où seul le stator peut être bobiné (Figure 2.1) et le rotor n'a pas de bobinage. Afin de permettre un contrôle de fonctionnement bidirectionnel, le stator doit comporter au moins trois phases, le nombre de phase ne dépassant généralement pas cinq et le nombre de pôles du stator est toujours un multiple pair du nombre de phases. A titre d'exemple, un moteur RV triphasé peut avoir 12 pôles au stator et 8 au rotor (Figure. 2.1). Lorsqu'on alimente la phase A, les dents du rotor s'alignent avec celles du stator correspondant. Cette position correspond à la position de référence.

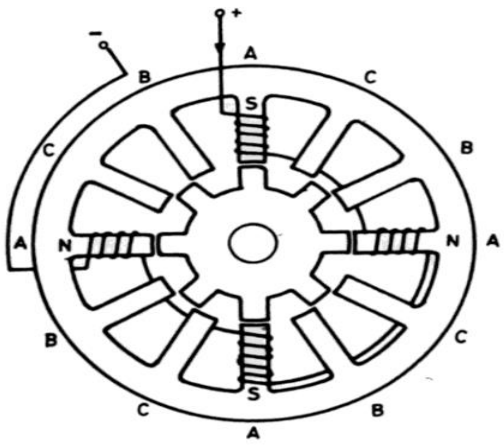


Figure II.1 : Schéma d'un moteur pas à pas RV triphasé à simple étage. Seuls les enroulements de la Phase A sont représentés pour plus de clarté.

Dans cette position, la réluctance du circuit magnétique est minimale. Lorsque la Phase A est désactivée et que la Phase B est alimentée, le rotor pivote de 15° dans le sens horaire pour s'aligner avec les dents de la Phase B. De même, le passage de la Phase B à la Phase C entraîne une nouvelle rotation de 15°, alignant le rotor avec les dents de la Phase C.

b. Caractéristiques :

• Bonne résolution ;

• Construction simple mais délicate ;

• Couple développé faible ;

• Absence de couple résiduel avec le moteur hors tension.

II.2.3.3 Moteurs Hybride :

a. Principe :

Les moteurs pas à pas hybrides sont le résultat d'un compromis entre les avantages des moteurs pas à pas à réluctance variable (VR) et ceux à aimant permanent (PM), tout en corrigeant leurs inconvénients [70]. La figure 2.2 présente un moteur pas à pas hybride.

Le stator est identique à celui des moteurs VR, avec multiplication des dents. Le rotor, par contre, a une forme particulière : deux coupelles faites en matériau ferromagnétique doux sont disposées autour d'un aimant permanent orienté selon l'axe longitudinal du rotor. Le champ magnétique ainsi créé, les deux coupelles sont polarisées de manière opposée. De plus, elles présentent des dents. Comme le montre la figure 2.3, les dents des deux coupelles sont décalées, créant un déphasage de 180° en degrés électriques. Ce décalage est essentiel, car le champ magnétique produit par le stator est orienté de la même manière sur les deux coupelles. Sans ce déphasage de 180°, le couple résultant serait nul. Un aspect important de ce type de moteur est que, contrairement aux moteurs à aimant permanent classiques, l'aimant situé sur le rotor n'est pas exposé au risque de démagnétisation causé par des courants excessifs. Cela s'explique par la nature du champ magnétique : celui généré par le stator est radial, tandis que celui de l'aimant du rotor est axial.

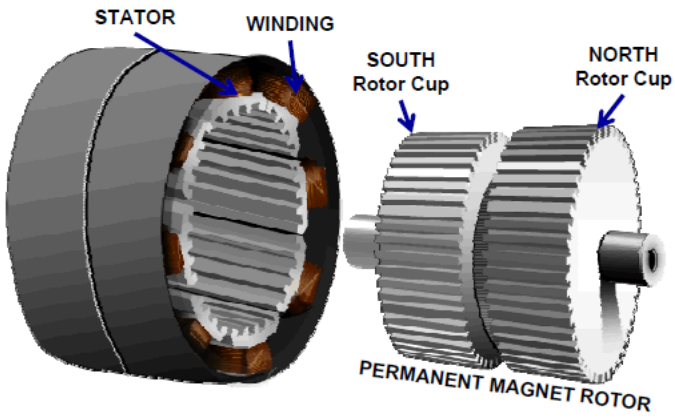


Figure II.2 : Structure interne d'un moteur pas-à-pas hybride – vue éclatée [71].

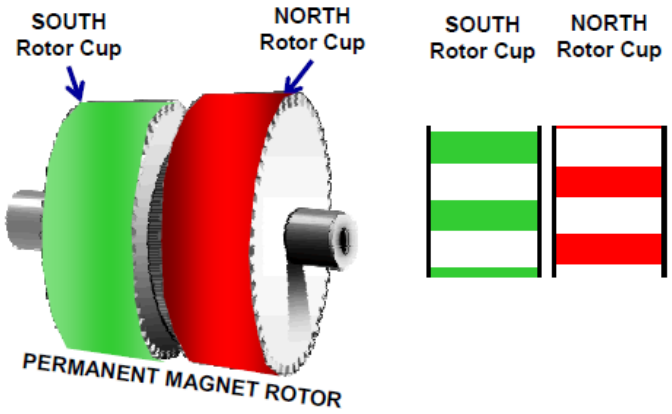


Figure II.3 : Le décalage entre les deux coupelles de rotor d'un moteur pas-à-pas hybride [71].

b. Caractéristiques :

• Bonne résolution.

• Couple d'utilisation élevé.

• Grande fréquence de commande.

II.2.4 Les types des moteurs pas à pas :

II.2.4.1 Les moteurs pas à pas bipolaire :

Dans un moteur pas à pas dit « bipolaire », chaque enroulement se voit traversé d'un courant alternatif, alternant les pôles nord et sud, ce qui lui vaut le nom de bipolaire. Chaque bobinage possède deux fils ce qui fait que l'électronique de commande doit être plus complexe pour inverser le sens du courant. Mais cette contrainte permet de mieux utiliser les enroulements, augmentant le couple moteur ou réduisant son encombrement par rapport à un moteur unipolaire de même couple.

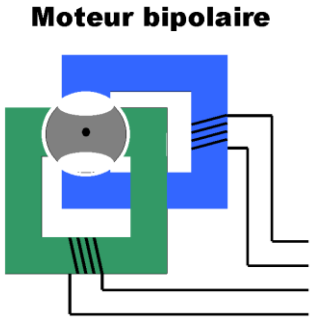


Figure II.4 : Schéma de principe d'un moteur pas à pas bipolaire.

II.2.4.2 Les moteurs pas à pas unipolaire :

Dans le cas d'un moteur pas à pas unipolaire, chaque enroulement est en fait composé d'un enroulement ayant un point milieu, le point milieu se situant au milieu de l'enroulement et le

divisant en deux parties égales. Ce point milieu est normalement relié à une tension positive constante, alors que les extrémités des enroulements sont mises à la masse de manière alternative pour créer un courant circulant dans un seul sens au travers de chacune des moitiés de l'enroulement et permettant ainsi d'établir un champ magnétique dont la polarité se renverse en intervertissant uniquement les connexions des extrémités des enroulements, sans aucune nécessité d'intervertir le sens du courant. Ce qui simplifie également l'électronique de commande qui peut se passer d'une inversion de courant dans le cas de moteurs bipolaires.

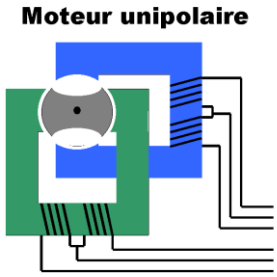


Figure II.5 : Schéma de principe d'un moteur pas à pas unipolaire.

II.2.5 Le mode de commande d'un moteur pas à pas :

On a 4 modes de commande possibles :

a) Le mode 1 en pas entiers :

Pour un moteur unipolaire, on alimente successivement chaque demi-enroulement.

Pour un moteur bipolaire, on alimente un seul enroulement.

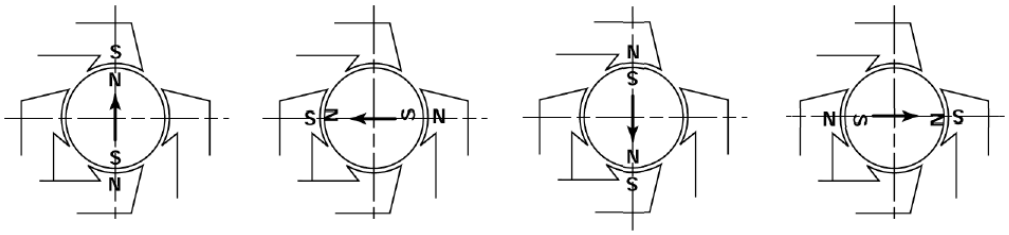


Figure II.6 : Séquence d'excitation en pas complet – Mode monophasé d'un moteur pas à pas bipolaire.

b) Le mode 2 en pas entiers :

Pour un moteur unipolaire, on alimente successivement deux demi-enroulements.

Pour un moteur bipolaire, on alimente deux enroulements.

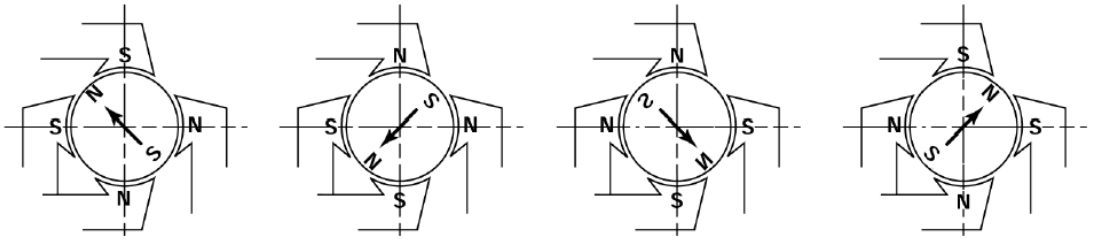


Figure II.7 : Séquence d'excitation en pas complet – Mode biphasé d'un moteur pas à pas bipolaire.

c) Le mode en demi pas :

En associant le mode 1 et le mode 2, on obtient un mode en demi pas, cela permet de doubler la résolution du moteur.

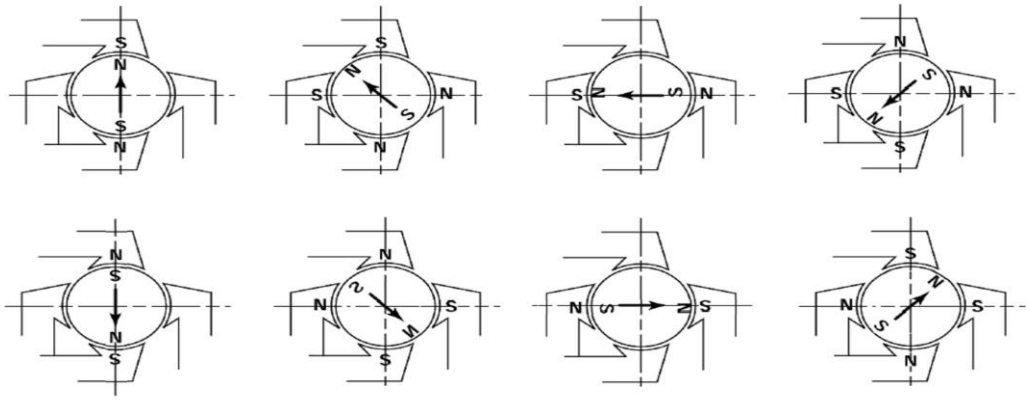


Figure II.8 : Séquence d'excitation en demi pas d'un moteur pas à pas bipolaire à quatre phases.

d) Fonctionnement en micro-pas :

Ce mode est surtout utilisé lors de déplacements de haute précision dans les machines à commande numériques pour des déplacements qui ont besoin d'être synchronisés. Il s'agit de commander les bobines en faisant varier les tensions de commande aux bornes de chaque bobine de façon à supprimer les saccades dues aux pas. Néanmoins, il est impossible d'arrêter le moteur entre deux demi pas.

Pour ce fonctionnement, le circuit de puissance génère des courants variables dans les bobines durant chaque séquence. Le champ résultant est la composition des champs créés par les 2 bobines. En faisant varier par échelon le courant dans les bobines, on crée un champ résultant qui semble glisser d'un pas à un autre.

La grandeur des pas est réduite. Les circuits pour micro-pas divisent les pas moteur jusqu'à 500

fois. Les courants dans les 2 bobines ressemblent à 2 courants alternatifs décalés de 90°.

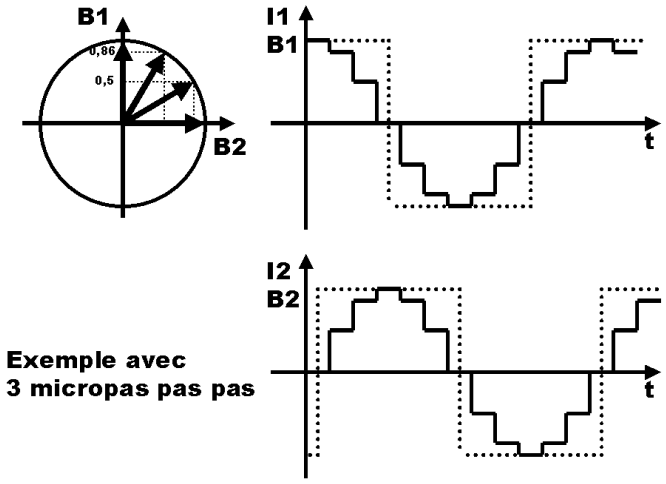


Figure II.9 : Exemple de fonctionnement d'un moteur pas à pas en mode micro pas (3 micro pas par pas complet).

II.3. Les microcontrôleurs :

II.3.1 Définition :

Le microcontrôleur est un circuit intégré, qui fait partie de la famille des micro-ordinateurs, consacré à l'exécution d'une opération précise, dans un système embarqué. Il est obtenu au moyen de la technologie VLSI (Very Large Scale Integration) sur une seule puce, ce qui lui vaut aussi le nom d'« ordinateur sur une puce » (Computer-on-a-Chip). En plus du processeur central (CPU) proprement dit, le microcontrôleur contient sur un même composant, la mémoire (RAM, ROM, EEPROM ou Flash), les ports d'entrée/sortie (I/O), des minuteries/compteurs ou des interfaces de communication série. Cette intégration permet au microcontrôleur de disposer d'une autonomie fonctionnelle pour effectuer des tâches dédiées. On le nomme aussi contrôleur embarqué car il est souvent intégré dans les objets qu'il contrôle. En effet, il est optimisé pour des applications plutôt orientées contrôle, dans un but de faible consommation électrique, de coût réduits et de grande fiabilité. Les microcontrôleurs sont proposés sous diverses longueurs de mot, comme les microprocesseurs : 4 bits, 8 bits, 16 bits, 32 bits, 64 bits ou même 128 bits aujourd'hui.

II.3.2. Les composants d'un microcontrôleur :

II.3.2.1. Le cœur du processeur :

Le cœur du processeur, ou CPU (Central Processing Unit) est l'élément central dans un

microcontrôleur qui exécute les instructions du programme. Cette unité de calcul (et de contrôle) assure la coordination des opérations du système. Il va recevoir et interpréter les instructions codées dans le programme présent en mémoire et effectuer les opérations qu'elles imposent (calculs, comparaisons, transferts de données, décisions…)

- **Architecture :**

L'architecture de base d'un processeur est illustrée à la figure 2.1. Elle se compose du chemin de données, qui exécute les instructions, et de l'unité de contrôle, qui indique au chemin de données ce qu'il doit faire.

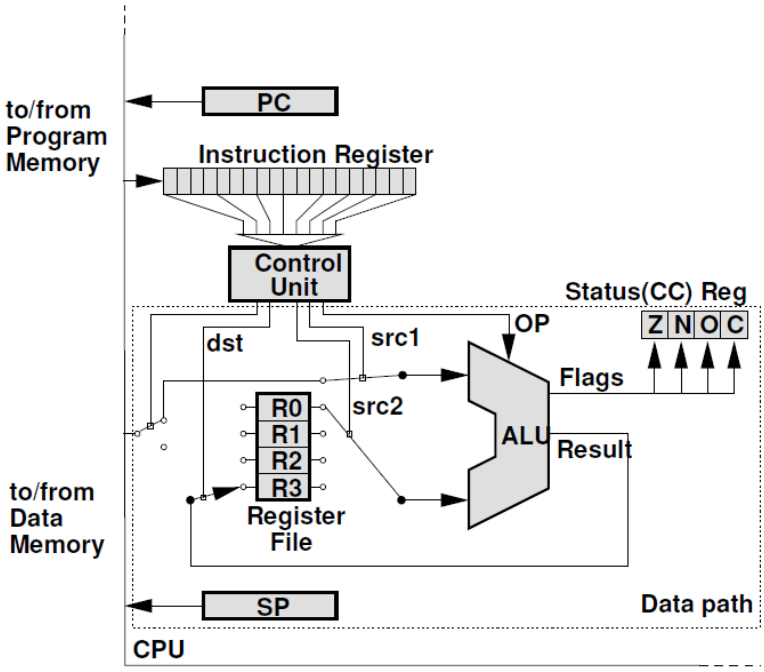


Figure II.10 : Architecture de base du processeur.

- **Unité Arithmétique et Logique (ALU) :**

Le cœur fonctionnel du processeur est l'ALU (Arithmetic Logic Unit en anglais). Elle exécute les opérations arithmétiques (addition, incrémentation) et logiques (AND, OR, NOT).

- **Indicateurs de statut (Registre d'état ou "flag registre") :**

L'ALU met, après chaque opération, des drapeaux (bits statutaires) à jour dans un registre particulier. Ces indicateurs sont utilisés pour le traitement dans le programme (par exemple, pour sauter une instruction si le résultat est nul) :

a) **Z (Zero) :** mis à 1 si le résultat de l'opération effectuée est nul.

b) **N (Negative) :** mis à 1 si le résultat est négatif, c'est-à-dire lorsque le bit de poids fort

(MSB) vaut 1

c) **(Overflow) :** mis à 1 en cas de surcharge arithmétique c'est-à-dire au passage d'un signe à l'autre dans une opération faisant usage du complément à 2.

d) **C (Carry) :** mis à 1 si il y a eu retenue (débordement), notamment en cas d'addition ou de soustraction.

- **Fichier de registres :**

Le fichier de registres est un espace de stockage très rapide, qui se situe à l'intérieur du CP, et qui est géré comme une mémoire de travail qui contient des registres qui sont de deux types :

a) Généraux (16 à 32 ou plus) : utilisés comme sources ou destinations de tout type d'opération.

b) Spécifiques : comme l'accumulateur pour les calculs ou le registre d'index pour l'adressage.

Quand une instruction s'exécute, le CPU préfère le plus souvent utiliser ces registres comme opérandes ou comme lieux de stockage du résultat de l'opération car leur accès est en général beaucoup plus rapide que l'accès à la mémoire principale. Ce choix contribue à améliorer la performance globale du microcontrôleur.

- **Compteur de programme (PC - Program Counter) :**

Fournit le pointeur vers l'adresse de l'instruction suivante à exécuter.

- **Registre d'instruction (IR - Instruction Register) :**

Contient l'instruction actuellement exécutée.

- **Unité de contrôle :**

Dirige le fonctionnement du CPU et du reste des blocs du microcontrôleur en générant les signaux utiles à chaque étape d'exécution.

Pour simplifier la conception même de l'unité de contrôle, c'est-à-dire pour sa mise en œuvre, Maurice Wilkes a proposé de la traiter comme un mini-processeur autonome, pouvant réaliser le fonctionnement d'un processeur, par refonte micro-instructionnelle. Dans son schéma, chaque instruction du programme est décomposée en une ou plusieurs micro-instructions élémentaires, chacune assurant une tâche simple (par exemple sélectionner le bon registre de l'ALU).

Cette méthode transforme ainsi la conception de l'unité de contrôle en travail de programmation où l'ajout d'une nouvelle instruction n'implique plus une évolution matérielle mais seulement la rédaction d'un microprogramme. L'architecture CISC (Complex Instruction Set Computer),

connue pour son jeu d'instructions très riche et particulièrement sophistiqué, est ainsi née.

Malgré tout, cette richesse a un coût : les instructions sous forme microprogrammée n'égalent pas les instructions câblées en rapidité. Déjà, certains résultats ont montré qu'en pratique seulement 20% des instructions, dans 80% des cas étaient utilisées (règle des 80-20), ce qui a fait envisager un retour, appelé architecture RISC (Reduced Instruction Set Computer), à quelque chose de plus simple, basé sur des instructions directes, exécutées très vite.

- **RISC (Reduced Instruction Set Computer) :**

  L'architecture RISC, qui repose sur des instructions simple, câblées et qui s'exécutent en un ou quelques cycles d'horloge (une exécution simple, un jeu d'instructions réduit avec peu de modes d'adressage), autorise une exécution efficace et régulière. En revanche, le langage machine est si simple qu'il faut alors disposer en général d'un plus grand nombre d'instructions pour réaliser une même tâche.

- **CISC (Complex Instruction Set Computer) :**

  En opposition, CISC, utilise des instructions plus complexes, microprogrammées, pouvant même nécessiter plusieurs cycles d'instructions. C'est une architecture caractérisée par un riche ensemble d'instructions et de modes d'adressage facilité d'écriture de programmes, mais moins rapide dans leur exécution par rapport à RISC.

  La question canoniquement posée ici est de savoir dans quelle architecture il convient de raisonner.

  La réponse dépend intégralement des besoins de l'application.

  Si les priorités de votre projet sont des instructions puissantes ou des modes d'adressage complexes, alors CISC est incontestablement l'architecture la plus adaptée.

  Si, au contraire, votre besoin porte sur un ensemble simple d'instructions et rapide, RISC sera souvent plus approprié.

  Des paramètres comme la fréquence d'horloge des processeurs, les ressources mémoire, ou encore les contraintes liées à la consommation, interviennent également ici.

- **Architecture Von Neumann vs. Architecture Harvard:**

  L'un des principaux points de distinction entre les microcontrôleurs réside dans la façon dont la mémoire programme est séparée de la mémoire de travail.

a) L'architecture von Neumann :

Les instructions et les données sont placées dans une mémoire unique où elles sont à la fois lues

et écrites sur un même bus (partagé). Si cela simplifie le matériel, c'est également ici qu'intervient le principal inconvénient, à savoir que le processeur ne peut accéder qu'à une seule chose à la fois (est-ce une instruction ou une donnée ?). Il apparaît donc un phénomène d'engorgement (ou goulot d'étranglement) de l'architecture von Neumann, qui provoque donc des ralentissements du temps d'exécution.

b) L'architecture Harvard :

Les instructions et les données sont justement placées dans des mémoires différentes chacune avec son propre bus d'accès, permettant au processeur de lire (et donc d'exécuter et de calculer) une instruction et une donnée simultanément, afin d'améliorer les performances. En revanche, on le voit ici, une telle architecture demande plus de composants (en général deux bus, et deux mémoires simples ou une mémoire double-porte). Cela explique la plus grande complexité d'un tel circuit sur le plan matériel.

➢ **Jeux d'instruction :**

Le jeu d'instruction (instruction set) constitue une caractéristique primordiale pour tout processeur, qu'il soit un microprocesseur ou un microcontrôleur. En effet, elles déterminent globalement la taille du code généré par un programme, et donc, l'espace mémoire dont il dispose. Il devient fondamental pour le choix de son microcontrôleur de bien choisir celui dont le jeu d'instructions est le plus adapté à son application.

Voici les principaux critères à observer lors du choix d'un jeu d'instructions :

- Taille des instructions : impact direct sur la compacité du code en mémoire.
- Vitesse d'exécution : nombre de cycles nécessaires à l'exécution de chaque instruction.
- Richesse du jeu d'instructions : nombre et variété des opérations mises à disposition.
- Modes d'adressage : flexibilité d'accès aux données en mémoire.

II.3.2.2 Mémoire :

Les dispositifs de mémoire présents dans les microcontrôleurs sont classifiés en plusieurs types, selon les fonctionnalités et propriétés physiques. On peut ainsi distinguer principalement :

➢ **La mémoire volatile :** qui perd son contenu à l'extinction du système, elle regroupe :

- SRAM (Static RAM) : relativement rapide, utilisée pour stocker des données temporaires.
- DRAM (Dynamic RAM) : plus dense mais plus lente, rare dans les microcontrôleurs.

➢ **La mémoire non volatile :** c'est-à-dire celle qui conserve le contenu en l'absence

d'alimentation électrique, est de différents types :

- la ROM (Read-Only Memory) et PROM, programmées une fois pour toute, EPROM (eraseable programmable read only memory) effacée par UV, EEPROM (electrically erasable programmable read only memory) et Flash, qui sont les plus couramment réinscriptibles, la Flash étant celle la plus utilisée actuellement pour le stockage des programmes.

Il est également possible de classifier la mémoire en fonction de son usage :

- Mémoire de registre, intégrée au processeur, permettant des traitements très rapides.
- Mémoire de données, utilisée pour le stockage d'états et de variables pendant les exécutions.
- Mémoire de programme, qui contient le code sous forme de programme à exécuter, le plus souvent en Flash.

Enfin, l'accès à la mémoire dépend de l'architecture du microcontrôleur (Harvard ou Von Neumann), et la présence de différents modes d'adressages offre de nombreuses possibilités d'utilisation de cette mémoire (immediate, indirecte, avec déplacement…).

II.3.2.3. Les Entrées/Sorties numériques :

Les E/S numériques constituent une des compétences fondamentales d'un micro-contrôleur, car elles lui permettent d'interroger le matériel extérieur. La majorité des micro-contrôleurs disposent d'un nombre de broches de 8 à 32, voire plus, réunies en ports de 8 bits, chaque broche pouvant être configurée en entrée, sortie ou entrée-sortie. Certaines broches peuvent également recevoir une fonction alternative (pour les modules analogiques ou les timers notamment), ce qui impose une planification rigoureuse dans la conception matérielle. Les E/S numériques sont pilotées par trois registres principaux :

-DDR (Data Direction Register) : définit pour chaque broche si elle sera configurée en entrée ou en sortie.

-PORT : permet de donner un état logique aux broches configurées en sortie. De nombreux micro-contrôleurs permettent d'activer des résistances de pull-up pour les broches configurées en entrée.

-PIN : registre en lecture qui donne l'état (haut ou bas) des broches quelle que soit leur configuration.

II.3.2.4. Les Entrées/Sorties analogiques :

Les E/S analogiques permettent au microcontrôleur de traiter des signaux de valeur continue,

tandis que les E/S numériques ne prennent en charge que deux états logiques : 0 ou 1.

Pour lire un signal analogique (tension d'un capteur de température par exemple), on utilise un convertisseur analogique-numérique (ADC).

Pour produire un signal analogique, on utilise un DAC (rare) ou une sortie PWM, à condition d'avoir placé un filtre RC à la sortie du circuit (observation du signal).

Les ADC sont souvent multiplexés, avec des résolutions 8, 10 ou 12 bits et sont, soit réalisés de manière autonome, soit déclenchés, avec des temps de conversion fixes. Les modes avancés (entrée différentielle, gain programmable) sont à envisager pour plus de précision.

Il s'agit en somme de relier le microcontrôleur à un monde extérieur, véritablement en fonction, en mesurant les signaux envoyés par la nature ou en générant des signaux variables (analogiques).

II.3.2.5. Les interruptions :

Les interruptions sont des moyens de faire réagir le microcontrôleur à un évènement sans contrôler en permanence l'entrée concernée. Lorsqu'un évènement survient, l'exécution du programme est suspendue, une fonction spéciale, appelée routine d'interruption (ISR), est exécutée, puis le programme reprend là où il était suspendu.

De cette façon, la réactivité du système est améliorée et il utilise moins de ressources, à condition d'être bien maîtrisé (priorités, latence, conflits).

II.3.2.6. Les timers :

Les timers, qui sont des composants fondamentaux dans les microcontrôleurs, servent à mesurer le temps, à générer des délais, à détecter des événements externes ou à générer des signaux périodiques. Chaque timer fonctionne comme un compteur, généralement de 8 ou 16 bits, qui est incrémenté par une source d'horloge (interne ou avec prescaler).

Les principales fonctionnalités des timers sont :

- **Compteur :** Incrémente à chaque tick d'horloge, ce qui peut générer une interruption lorsque le compteur déborde (overflow).
- **Capture d'entrée (Input Capture) :** Enregistre un horodatage précis lorsque l'événement externe se produit.
- **Comparaison de sortie (Output Compare) :** Déclenche une action à un instant donné, par exemple, un signal sur une broche.
- **PWM (pulse Width Modulation) :** Produit un signal numérique périodique dont la

largeur d'impulsion est modulée, qui permet de commander moteurs, LED ou DAC.

Les timers sont dotés d'un champ d'application très élargi, et d'un fonctionnement configurable. Toutefois, leur précision est dépendante du prescaler utilisé et de la résolution du compteur. Le choix de configuration se révèle très utile pour atteindre des délais précis ou des signaux bien stabilisés.

II.3.3.Interfaces de communication :

Les interfaces de communication constituent des dispositifs permettant au microcontrôleur d'entrer en relation avec d'autres périphériques ou systèmes (capteurs, autres microcontrôleurs, PC...). Elles peuvent s'analyser selon plusieurs critères :

- Série vs. parallèle :
  - série : le microcontrôleur envoie un bit à la fois (moins de fils nécessaires, débits atteignables moins élevés) ;
  - parallèle : plusieurs bits peuvent être transmis simultanément (débits plus élevés, on consomme plus de ressources) ;

- Synchrone vs. asynchrone :
  - Synchrone : un signal d'horloge commun permet d'aligner émetteur et récepteur ;
  - Asynchrone : chaque partie utilise sa propre horloge ; on doit donc disposer de bits de départ/fin et procéder à un sur échantillonnage.
- Topologie :
  - Bus partagé (multi-drop) : plusieurs systèmes connectés au même bus et ayant un adressage spécifique.
  - Point à point : liaison directe entre deux nœuds.
- Duplexage :
  - Full-duplex : transmission simultanée dans les deux sens (nécessite au moins deux fils).
  - Half-duplex : un seul canal partagé pour l'émission/réception (économie de fils ; mais communication moins rapide).
- Maître-esclave ou pair-à-pair :
  - Maître-esclave : seul le maître initie les échanges.
  - Pair-à-pair : tous les nœuds peuvent émettre librement (arbitrage mis en œuvre).

- Câblage physique :
  - Single-ended : tensions mesurées sur un seul fil par rapport à la masse (très sensible au bruit).
  - Différentiel : signal transmis sur 2 fils (plus de robustesse, mieux adapté aux câblages longs).

Ces critères permettent de définir le type d'interface utilisé, comme UART, SPI, ou I²C, chacun ayant ses points forts selon l'application.

II.3.4. Langage de programmation :

En général, les microcontrôleurs sont programmés principalement dans deux langages : le C ; langage très utilisé lorsque l'on sait que l'on doit porter du code à un autre matériel et que l'on veut être efficace, ou alors le langage assembleur, langage plus compliqué à manipuler (plus complexe d'un point de vue humain) mais offrant un contrôle précis sur le matériel utilisé.

Le développement se fait dans un environnement de développement intégré (IDE) qui regroupe un éditeur de code, un compilateur, pour transformer le code source en code-machine, et un programmeur/débogueur qui permettra de transférer le programme sur le microcontrôleur et de l'exécuter.

Parmi les outils les plus répandus figurent, selon la famille du microcontrôleur en jeu, Atmel studio, MPLAB X ou Keil µVision. Pour assurer la fiabilité du système, les développeurs ont aussi recourt à des simulateurs (pour tester le programme sans matériel réel), et à des outils de débogage (logiciels où matériels, comme des sondes JTAG ou ISP), qui permettent de suivre dans les détails l'exécution du programme, d'inspecter les registres, et de corriger les erreurs.

II.4. Conclusion :

L'intégration des microcontrôleurs et des moteurs pas à pas est essentielle pour atteindre un haut niveau d'automatisation et de précision dans notre machine de revêtement par immersion. Tout au long de ce chapitre, nous avons étudié les principes de fonctionnement et les avantages de l'utilisation des moteurs pas à pas pour un mouvement linéaire contrôlé, ainsi que la programmation et l'interfaçage des microcontrôleurs pour gérer la logique du système. Cette combinaison permet un fonctionnement personnalisable, une grande répétabilité, et un contrôle précis des paramètres tels que la vitesse et le temps d'immersion, faisant de cette solution une approche fiable et efficace pour les procédés de dépôt de couches minces.

Chapitre III :

Conception et simulation du système de revêtement par immersion

III.1. Introduction :

Dans ce chapitre, nous présentons l'ensemble des étapes ayant conduit à la conception du système de revêtement par immersion (dip coating), depuis l'architecture électronique jusqu'à la validation logicielle à travers une simulation. L'objectif est de mettre en œuvre un système automatisé capable de gérer avec précision les paramètres essentiels du processus d'immersion, tels que la vitesse, la durée et le nombre de cycles.

La plateforme ISIS Proteus a été utilisée pour simuler la partie électronique et logicielle, notamment la commande du moteur pas à pas, la saisie des paramètres via un clavier 4x4, ainsi que l'affichage sur un écran LCD. Cette simulation permet d'évaluer le comportement du programme embarqué sans passer immédiatement à la réalisation matérielle, ce qui constitue une étape critique dans la validation du système.

III.2. Choix des composants :

List des composants
Clavier 4*4 touches Matrix
Afficheur LCD 16*4
Adaptateur I2C
Moteur pas à pas 5V
2 Module ULN2803A pour piloter le moteur pas à pas (Pour augmenter le courant)
4 Résistances 100Ω , 4 led rouge
Carte Arduino uno
Cable d'alimentation 220 V
Poulie du moteur pas à pas
Courroie crantée
Chariot de guidage linéaire

Tige de guidage
Tendeur de courroie
Plaque de fixation de courroie
Capteur de fin de course (normalement fermé)
Goulotte LFG
Boîte métallique
Boulons et écrous

Tableau III.1 : Liste des composants

III.3 Conception mécanique et électronique détaillé :

III.3.1 Conception mécanique :

III.3.1.1 Mécanisme de mouvement :

En ce qui concerne le mécanisme de déplacement, une courroie synchronisée reliée à une poulie synchronisée est associée à un moteur pas à pas, ce qui permet de transformer le mouvement rotatif du moteur en mouvement linéaire. Le déplacement du chariot sur un rail linéaire se fait donc de manière très douce et contrôlée. Ce choix de dispositif repose sur plusieurs facteurs :

- Vitesse : Les systèmes à base de courroie permettent des mouvements rapides sur de longues distances.
- Silence : Il génère peu de bruit, ce qui permet une utilisation confortable et douce.
- Simplicité : Par rapport à d'autres mécanismes, l'installation et l'entretien de ce mécanisme sont simples.

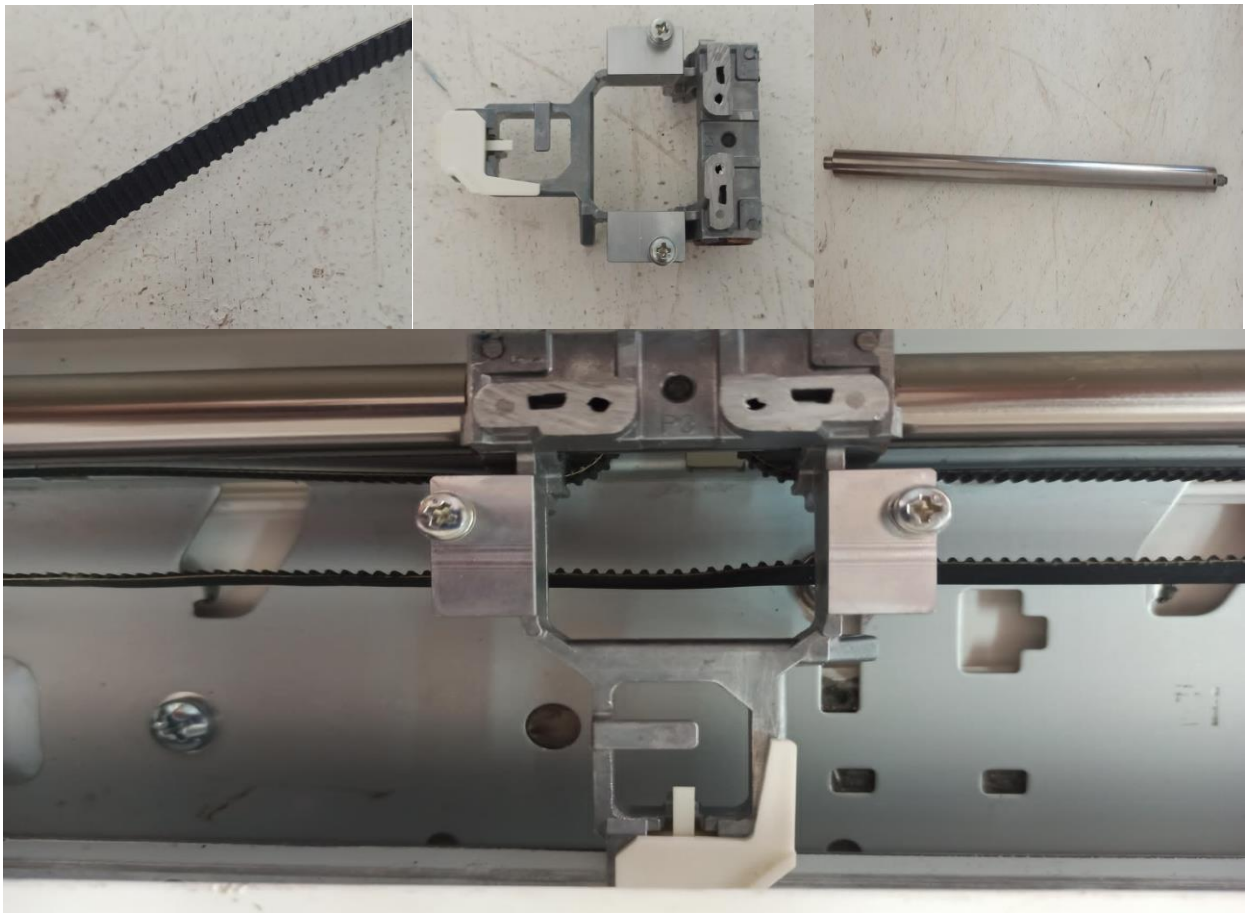


Figure III.1 : Composants du mécanisme de déplacement linéaire : courroie synchronisée, chariot de guidage, axe de guidage.

III.3.1.2 Guidage linéaire :

Pour garantir la stabilité et la précision du mouvement nous avons couplé un rail linéaire à un chariot de guidage linéaire. En effet, celui-ci est fixé rigoureusement à la chaîne de déplacement de sorte que le mouvement généré par moteur soit directement appliqué. Le chariot se déplace alors de façon très fluide, sans aucun jeu ni faux pas, en restant parfaitement aligné quel que soit la position atteinte. Ce type de solution est particulièrement adapté à des applications nécessitant une grande répétabilité et un bon niveau de rigidité mécanique.

III.3.2 Conception électrique :

III.3.2.1 Système de contrôle :

Pour commander et contrôler un moteur pas à pas de 5V, nous avons eu recours à une carte Arduino en s'appuyant sur ses caractéristiques particulières, très adaptées au cadre d'applications informatiques et robotiques, à savoir : Sa facilité d'utilisation. Sa compatibilité matérielle. Sa flexibilité et extensibilité.



Figure III.2 : Microcontrôleur Arduino Uno R3

III.3.2.2 Moteur pas à pas :

Nous avons choisi d'opter pour un moteur pas à pas STP-42D221-03 de type hybride NEMA 17, reconnu pour ses performances stables et sa précision. Ce moteur présente des caractéristiques techniques bien adaptées aux applications robotiques et informatiques nécessitant un contrôle fiable et précis des mouvements. Il offre une résolution de 200 pas par tour, soit un angle de pas de 1,8°, permettant une rotation régulière et fine, idéale pour le positionnement angulaire. Il fonctionne généralement avec une tension nominale de 5V, un courant de phase de 1,78 A, et une résistance de 2,8 Ω par phase. Grâce à son couple de maintien d'environ 4,2 kg·cm, il est capable de maintenir sa position même sous charge, ce qui le rend parfaitement adapté aux systèmes nécessitant une grande précision de positionnement sans rétroaction.

- Caractéristiques:
  - Précision.
  - Contrôle de la Vitesse.
  - Facilité de Contrôle.
  - Maintien de la Position.



Figure III.3 : Moteur pas à pas hybride « STP-42D221-03 » (Shinano Kenshi).

III.3.2.3 Le pilote ULN2803A :

L'ULN2803A est ainsi un circuit intégré permettant de piloter des charges inductives comme des relais, moteurs ou des lampes à partir de faibles signaux logiques grâce à un driver à transistors Darlington. Ce circuit est particulièrement adapté aux applications dans lesquelles il est nécessaire d'interfacer un microcontrôleur ou tout autre circuit logique avec une charge en courant ou en tension supérieur.

➢ Caractéristiques:

- Nombre de canaux : 8 canaux indépendants permettant de commander jusqu'à 8 charges en parallèle.
- Type de sortie : Transistor NPN Darlington en commutation vers la masse (open collector).
- Tension de sortie maximum : jusqu'à 50 V.
- Courant de sortie maximum : 500 mA par canal.
- Entrées acceptant des niveaux logiques TTL ou CMOS : acceptent des niveaux logiques standards (généralement 5V).
- Diodes de roue libre intégrées : protègent les sorties contre les surtensions générées par les charges inductives.

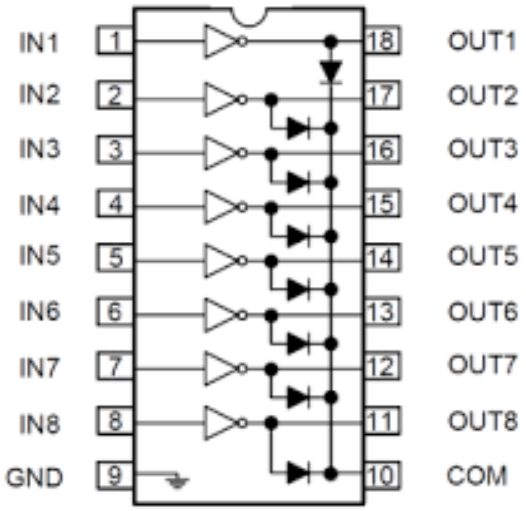


Figure III.4 : Schéma interne du circuit intégré ULN2803A.

III.3.2.4 Câblage des composants :

Moteur Pas à Pas :

- Connecter les bobines du moteur aux sorties du driver ULN2803A.

Driver ULN2803A:

- IN1, IN2, IN3, IN4 (ULN2803A 1) -> Pin 13 (Arduino)
- IN5, IN6, IN7, IN8 (ULN2803A 1) -> Pin 12 (Arduino)
- IN1, IN2, IN3, IN4 (ULN2803A 2) -> Pin 11 (Arduino)
- IN5, IN6, IN7, IN8 (ULN2803A 2) -> Pin 10 (Arduino)
- GND (Driver) -> GND
- VCC (Driver) -> 5V

Clavier Matriciel (4x4) :

➢ Lignes (Row Pins):

- R1 -> Pin 2 (Arduino)
- R2 -> Pin 3 (Arduino)
- R3 -> Pin 4 (Arduino)
- R4 -> Pin 5 (Arduino)

➢ Colonnes (Column Pins):

- C1 -> Pin 6 (Arduino)
- C2 -> Pin 7 (Arduino)
- C3 -> Pin 8 (Arduino)
- C4 -> Pin 9 (Arduino)

Afficheur LCD avec Module I2C :

➢ Module I2C LCD:

- SDA -> A5 (Arduino)
- SCL -> A4 (Arduino)
- GND -> GND (Arduino)
- VCC -> 5V (Arduino)

Capteur de fin course :

- F1 -> A3 (Arduino)
- F2 -> GND (Arduino)

III.4 Simulation de système avec "PROTEUS" :

III.4.1 Introduction à la simulation :

La simulation constitue un élément essentiel de la conception de notre dispositif de revêtement par immersion. En effet, avant l'implémentation physique, il s'agissait de s'assurer que le fonctionnement logique du système de commande était bon, afin de pouvoir contrôler son bon fonctionnement et de pouvoir repérer les erreurs éventuelles.

Pour cela, nous avons utilisé ISIS Proteus, un logiciel permettant de simuler la complexité des circuits électroniques, intégrant notamment des microcontrôleurs tel que l'Arduino UNO. La simulation a permis de tester de nombreux éléments du système : contrôle du moteur pas à pas, gestion de l'affichage sur écran LCD I2C, accès aux commandes par boutons.

Ainsi, nous avons réussi à optimiser notre programme, à tester la logique de son fonctionnement et donc à mieux nous préparer à la phase de réalisation matérielle.

III.4.2 L'objectif de simulation :

Le but de la simulation est de valider le bon fonctionnement, sur le plan global, du système de commande et de tester le comportement du moteur pas-à-pas, l'affichage sur écran LCD I2C, mais également la commande par le biais d'un clavier matriciel 4×4, depuis lequel l'utilisateur est en mesure de contrôler notamment des paramètres tels que la vitesse ou le temps d'immersion. La simulation permet également de passer en revue le code Arduino développé afin de vérifier qu'il réalise bien toutes les étapes du cycle d'immersion, mais également que le fonctionnement du système est assuré entre ses divers composants.

III.4.3 Schéma électronique simulé :

Dans cette section, nous présentons le schéma électronique du système de revêtement par immersion tel qu'il a été modélisé et simulé dans ISIS Proteus (cf figure III.5).

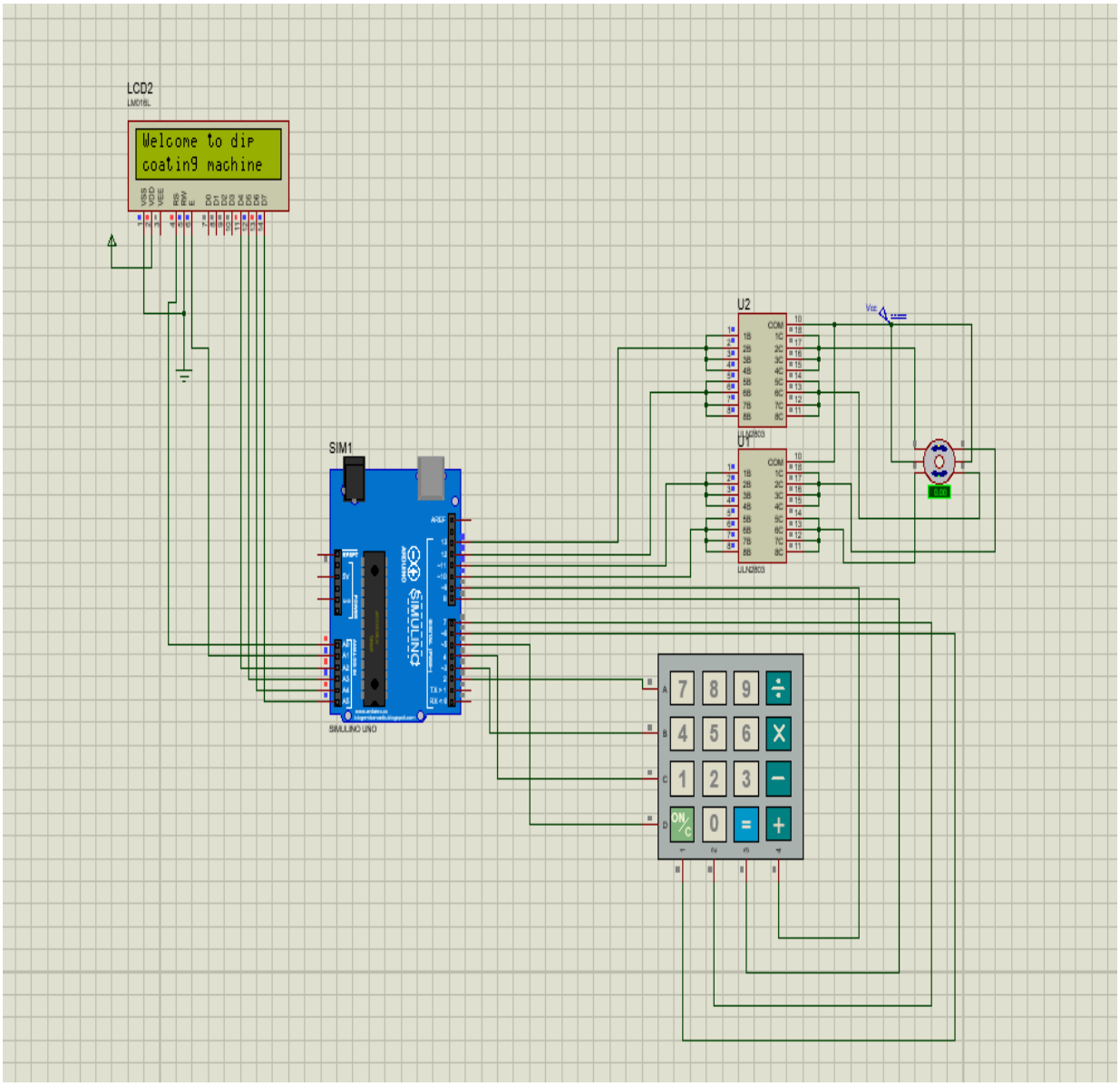


Figure III.5 : Schéma électronique de système simulé avec l'logiciel « PROTEUS ».

III.4.4 Principe de fonctionnement de la simulation :

La simulation réalisée sur ISIS Proteus a pour objectif de tester le comportement logique du système de commande de la machine de revêtement par immersion. Elle se concentre uniquement sur la partie électronique et logicielle, en excluant les aspects mécaniques qui ne peuvent être représentés dans l'environnement de simulation.

Le microcontrôleur Arduino Uno constitue le cœur du système. Il reçoit les entrées de l'utilisateur via un clavier matriciel 4x4, et affiche les instructions ainsi que les différentes phases de fonctionnement sur un écran LCD (16x2). L'utilisateur saisit successivement plusieurs paramètres : la vitesse de descente, la vitesse de remontée, le nombre de répétitions, le temps d'immersion, et le temps d'attente après la remontée.

Une fois la configuration terminée, et après appui sur la touche de démarrage (*), le programme exécute une séquence automatique de commande du moteur pas à pas, en alternant entre les phases de déplacement et de temporisation. La vitesse du moteur est définie par l'Arduino en fonction des valeurs saisies, permettant de simuler le cycle de fonctionnement complet.

L'écran LCD affiche en temps réel l'état du processus, ce qui permet de suivre visuellement la progression de la simulation et de vérifier la bonne exécution des étapes programmées.

Ainsi, cette simulation permet de valider :

- La logique de fonctionnement du programme embarqué,
- La cohérence de l'affichage des états,
- L'interaction correcte entre les composants électroniques,
- La lecture des commandes depuis le Keypad 4x4,
- Le bon fonctionnement du moteur pas à pas.

III.4.5 Résultats de la simulation :

La simulation réalisée sur ISIS Proteus a permis de valider le bon fonctionnement du système de revêtement par immersion DIP COATING MACHINE. Voici les principaux résultats observés :

- **Changement de phases du moteur pas à pas :**

Le moteur pas à pas a réagi correctement aux commandes envoyées par l'Arduino selon les paramètres de vitesse définis par l'utilisateur. On observe une alternance fluide entre les phases de descente et de remontée, confirmant la bonne configuration des signaux sur les entrées IN1 à IN4 via le pilote ULN2803A.

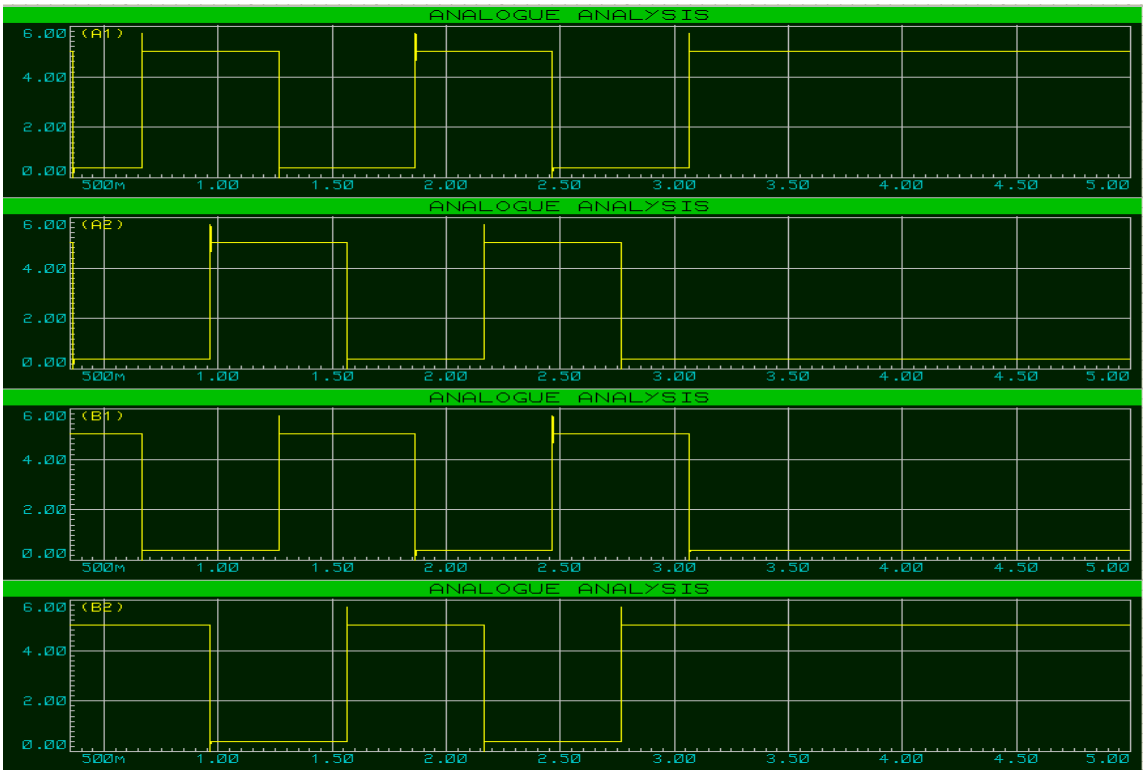


Figure III.6 : Résultat des tensions de phase du moteur après la simulation.

➢ **Affichage correct sur l'écran LCD :**

L'affichage sur l'écran LCD 16x2 fonctionne de manière fluide et dynamique tout au long de la simulation. Il joue un rôle essentiel dans l'interaction entre l'utilisateur et le système simulé. Voici les éléments observés :

Messages d'accueil : Au démarrage du système, un message de bienvenue s'affiche pour indiquer le bon lancement du programme.

Instructions utilisateur : Le LCD guide l'utilisateur pas à pas lors de la saisie des paramètres (vitesse, temps, nombre de répétitions…).

Suivi en temps réel : Durant le déroulement du processus, l'écran affiche clairement l'état de fonctionnement :

- "DIPPING..." lors de la descente,
- "RISING..." pendant la remontée,
- "STOPPED..." entre les phases,
- "PROCESS COMPLETE!" à la fin du cycle.
- Indication du cycle en cours : Le numéro du cycle en cours s'affiche à chaque phase, sous la forme "Cycle: x / y", ce qui permet de suivre la progression du

traitement.

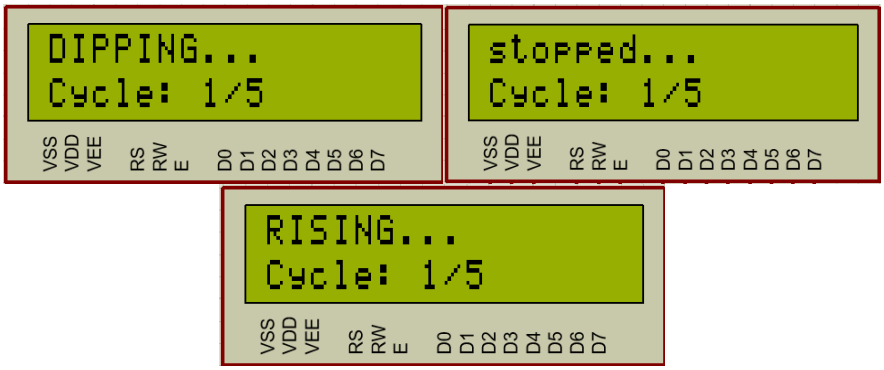


Figure III.7 : Résultat obtenue dans l'afficheur LCD après la simulation.

- **Réaction aux boutons du clavier 4x4 :**

Le clavier 4x4 permet une saisie fluide et sans erreur des différents paramètres :

- # pour valider chaque valeur.
- * pour démarrer la machine.
- D pour effectuer un arrêt d'urgence immédiat à tout moment.
- A pour supprimer un chiffre en cours de saisie

- **Temporisation respectée :**

Les délais programmés sont correctement respectés à chaque cycle :

- Le moteur reste à l'arrêt pendant la durée d'immersion.
- Il attend avant d'initier la remontée, selon le temps défini.

Cela montre la bonne gestion des temporisations, évitant les blocages et assurant un fonctionnement non bloquant.

III.5 Conclusion :

La conception du système a été réalisée en respectant les contraintes de précision, de modularité et de facilité d'utilisation. La simulation dans Proteus a permis de valider le bon fonctionnement du programme Arduino, ainsi que l'interaction entre les différents composants électroniques.

Les résultats obtenus ont confirmé la cohérence des affichages, la réactivité des boutons du clavier, et le respect des phases temporelles du cycle d'immersion. Ces validations logicielles constituent une base solide pour passer à l'étape suivante : la mise en œuvre physique du système de revêtement automatisé.

Chapitre IV : Réalisation du système de revêtement par immersion

IV.1 Introduction :

Après avoir validé la conception et le comportement du système à travers la simulation, cette étape vise à concrétiser physiquement le système de revêtement par immersion. La réalisation représente une phase cruciale du projet, car elle permet de passer du modèle théorique à un dispositif fonctionnel, intégrant à la fois les composants électroniques, mécaniques et logiciels.

Ce chapitre décrit de manière détaillée les étapes suivies pour assembler, connecter et tester le système. Il inclut la présentation des composants utilisés, l'assemblage de la structure mécanique, le câblage électronique, l'implémentation du programme Arduino, ainsi que les essais réalisés pour vérifier le bon fonctionnement de l'ensemble.

L'objectif est de construire une machine opérationnelle capable d'exécuter automatiquement un cycle d'immersion avec précision, tout en assurant la fiabilité et la répétabilité du processus.

IV.2 Description des composants utilisés :

Les composants utilisés pour la réalisation du système de revêtement par immersion sont identiques à ceux présentés lors de la phase de simulation. Ils se composent principalement de :

- **Composants électroniques** : carte Arduino Uno, moteur pas à pas, écran LCD I2C pour l'affichage, clavier matriciel 4x4 pour l'entrée des paramètres, et une alimentation stabilisée.
- **Éléments mécaniques** : rail linéaire avec plaque de guidage, courroie synchrone, poulie fixée sur l'axe moteur, et une structure de support constituée d'un boîtier métallique.

L'ensemble de ces composants a été sélectionné pour garantir la précision, la stabilité et la simplicité d'assemblage du système. Dans la suite de ce chapitre, nous détaillerons les étapes d'assemblage, de câblage et de mise en service du système.

IV.3 Principe de fonctionnement du système :

Le système de revêtement par immersion repose sur l'automatisation d'un mouvement vertical de va-et-vient d'une pièce plongée dans un bain liquide, selon un cycle programmé via un microcontrôleur. Voici le déroulement général du fonctionnement :

- **Initialisation et positionnement initial :**

Dès la mise sous tension :

Le microcontrôleur initialise tous les modules : LCD, clavier, moteur pas à pas.



Figure IV.1 : Interface utilisateur du système – affichage de l'état d**'initialisation** sur l'écran LCD.

Un message d'accueil s'affiche sur l'écran LCD, suivi des instructions de saisie.



Figure IV.2 : Affichage de message d'accueil sur l'écran LCD.

Ensuite, le système effectue un positionnement automatique de la pièce en la ramenant vers le haut du rail, en activant le moteur jusqu'à ce que le capteur de fin de course détecte la position d'origine.

Ce repositionnement garantit que tous les cycles démarrent d'un point de référence fixe.

- **Saisie des paramètres :**

  L'utilisateur saisit à l'aide du clavier matriciel :

- La vitesse d'immersion.



Figure IV.3 : Saisie de la vitesse d'immersion (*dipSpeed*) via le clavier matriciel – affichage sur l'écran LCD (200 mm/min).

- La vitesse de remontée.



Figure IV.4 : Saisie de la vitesse de remontée (*riseSpeed*) via le clavier matriciel – affichage sur l'écran LCD (60 mm/min).

- Le nombre de répétitions.



Figure IV.5 : Saisie du nombre de répétition de cycle via le clavier matriciel – affichage sur l'écran LCD

- La durée d'immersion et la durée après remontée.



Figure IV.6 : Saisie de temps d'immersion via le clavier matriciel – affichage sur l'écran LCD (10 s).



Figure IV.7 : Saisie de temps après la remontée via le clavier matriciel – affichage sur le LCD (20 s).

Chaque valeur saisie est affichée sur l'écran LCD I2C pour permettre la vérification.

En cas d'erreur de saisie, l'utilisateur peut appuyer sur le bouton "A" du clavier pour supprimer le dernier chiffre entré avant validation.

➢ **Lancement du cycle :**

Une fois les données saisies, l'utilisateur appuie sur le bouton * du clavier pour lancer le cycle automatique.



Figure IV.8 : Lancement de cycle avec le bouton * via le clavier matriciel – affichage sur l'écran LCD.

Le déroulement du cycle est le suivant :

- Le moteur entame la descente de la pièce dans le bain selon la vitesse programmée.
- Une pause est appliquée, correspondant au temps d'immersion défini par l'utilisateur.
- Enfin, le moteur remonte la pièce vers sa position initiale, toujours à la vitesse configurée.

  Pendant chaque étape, l'écran LCD affiche en temps réel l'état du processus, ce qui permet à l'utilisateur de suivre visuellement l'avancement du cycle.

➢ **Répétition du cycle :**

Le cycle est répété autant de fois que spécifié par l'utilisateur.

À chaque cycle, l'écran LCD indique l'état du processus :

- "DIPPING"
- "STOPPED"
- "RISING"
- "CYCLE X/Y"
- "PROCESS COMPLETE" à la fin.



Figure IV.9 : État de processus "DIPPING" et l'avancement de cycle– affichage sur le LCD (Cycle : 2/3).

Une fois le cycle terminé, le système incrémente le compteur de cycles réalisés et compare cette valeur au nombre total de cycles défini par l'utilisateur.

Si le nombre de cycles effectués est inférieur au nombre programmé, un nouveau cycle est automatiquement lancé.

Cette boucle se répète jusqu'à atteindre le nombre total de cycles.

À tout moment, l'utilisateur peut appuyer sur le bouton D du clavier pour déclencher l'arrêt d'urgence.

Cette action interrompt immédiatement le fonctionnement du moteur, réinitialise le système, et affiche un message d'arrêt sur l'écran LCD pour signaler que le processus a été interrompu manuellement.



Figure IV.10 : Arrêt d'urgence avec le bouton D via le clavier matriciel – affichage sur l'écran LCD (EMERGENCY STOP !).

❖ L'organigramme de fonctionnement de système :

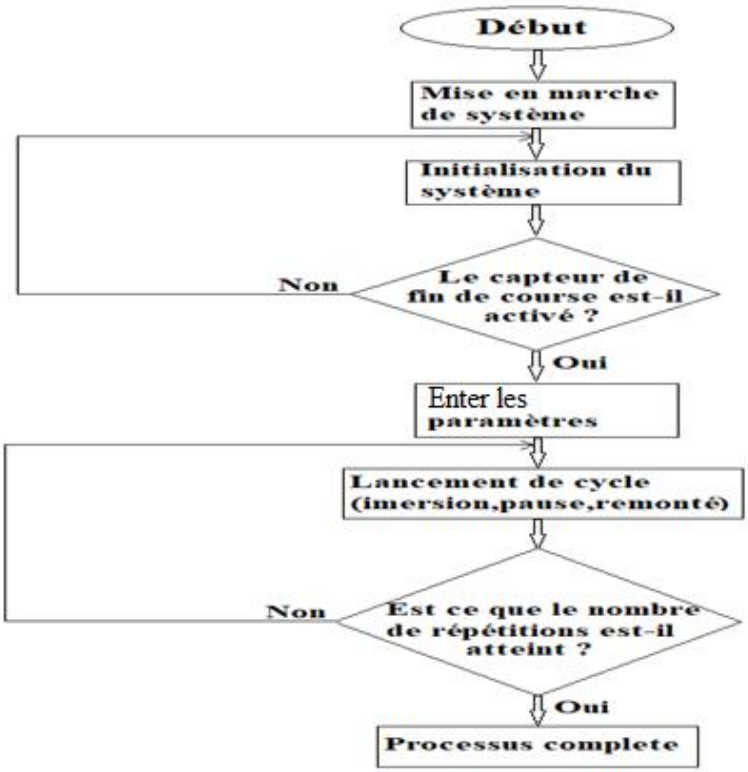


Figure IV.11 : Organigramme du système.

IV.4 L'assemblage de la machine :

IV.4.1 L'assemblage mécanique :

Constitue une étape essentielle dans la réalisation du système de revêtement par immersion, car il conditionne la stabilité et la précision du mouvement vertical de la plaque porte-échantillon.

Voici les principales étapes suivies :

Montage de la structure : Un boîtier métallique a été utilisé comme base pour supporter l'ensemble du système. Ce choix offre une bonne rigidité et facilite la fixation des éléments.

Installation du rail linéaire : Un rail linéaire a été fixé verticalement sur la structure. Il permet un guidage précis du mouvement de la plaque de support. Une plaque de guidage coulisse le long de ce rail sans jeu mécanique.

Fixation de la courroie synchrone : Une courroie synchrone est reliée à la plaque de guidage. Cette courroie passe par une poulie entraînée par le moteur pas à pas, permettant ainsi la conversion du mouvement rotatif en mouvement linéaire.

Alignement et vérification : Un soin particulier a été apporté à l'alignement des éléments mécaniques pour éviter toute friction ou désalignement pendant le déplacement.

Cet assemblage mécanique permet un déplacement vertical fluide, stable et répétable, essentiel pour le bon déroulement du processus d'immersion.

IV.4.2 L'assemblage électronique :

Constitue le cœur du contrôle du système, permettant l'interaction entre les capteurs, les actionneurs, l'afficheur et le microcontrôleur. Il repose sur trois cartes principales :

Carte Arduino UNO : Elle représente l'unité de traitement centrale du système. Elle reçoit les données saisies via le clavier, commande les moteurs via les drivers, gère l'affichage sur l'écran LCD, et interprète les signaux des capteurs.

Carte de commande : Elle contient les drivers du moteur pas à pas et sert d'interface entre l'Arduino et les composants périphériques comme les boutons, l'écran LCD, ou encore les relais éventuels.

Carte de puissance : Elle fournit l'alimentation nécessaire au moteur pas à pas. Dotée de régulateurs de tension, condensateurs et composants de filtrage, elle assure une alimentation stable et sécurisée.

Les connexions sont réalisées à l'aide de câblages soignés :

- Le moteur pas à pas est connecté au driver sur la carte de commande.
- Le capteur de fin de course est relié à une entrée numérique de l'Arduino.
- Le clavier matriciel (4x4) et l'écran LCD (I2C) sont branchés directement sur les broches correspondantes de la carte Arduino.
- La carte de puissance est alimentée par une source externe adaptée, et alimente à son tour le moteur via le driver.

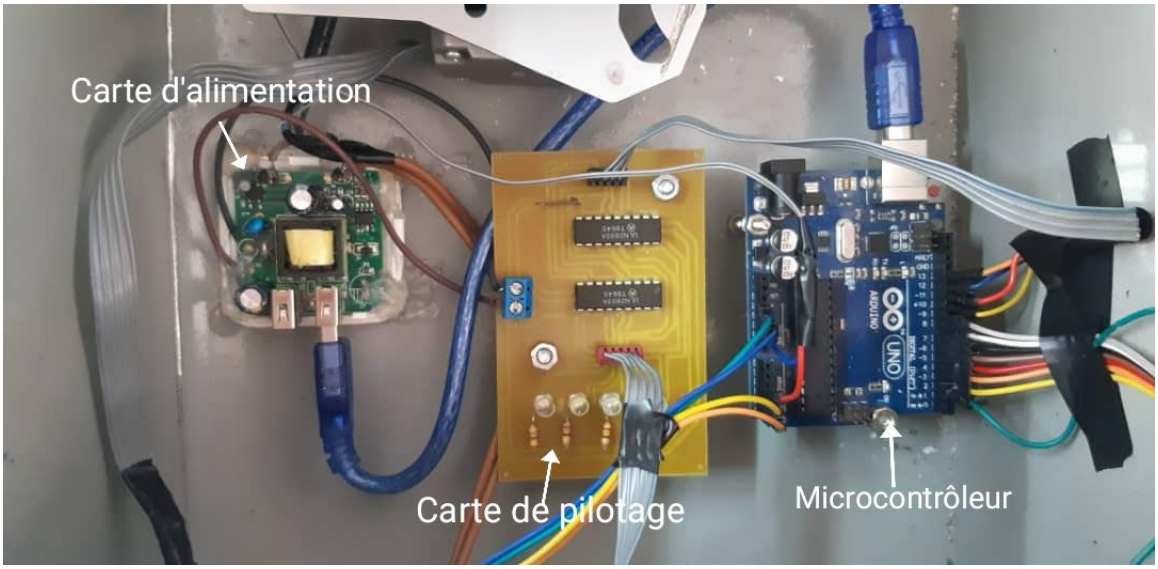


Figure IV.12 : Assemblage des cartes électronique de la machine.

IV.4.3 Présentation finale du système :

Après avoir achevé les phases de conception, de simulation, de programmation et de mise en œuvre physique, le système de revêtement par immersion a été entièrement assemblé et testé. La figure suivante illustre l'aspect final du dispositif réalisé. Elle met en évidence l'intégration harmonieuse des composants mécaniques et électroniques dans une structure fonctionnelle, compacte et stable. Ce système est désormais capable d'exécuter automatiquement les cycles de revêtement avec précision, conformément aux paramètres définis par l'utilisateur.



Figure IV.13: dip coating machine.

IV.5 Conclusion :

La concrétisation physique du système de revêtement par immersion a permis de valider l'ensemble des choix effectués lors de la phase de conception. Les différents éléments, notamment la carte Arduino, le moteur pas à pas, l'écran LCD, le clavier matriciel, le capteur de fin de course ainsi que les circuits de commande et d'alimentation, ont été intégrés de manière cohérente et fonctionnent de façon fluide. Les tests ont confirmé la correspondance entre le comportement attendu en simulation et le fonctionnement réel du système. La précision du mouvement, l'interaction avec l'utilisateur, le déroulement du cycle automatique et les fonctions de sécurité comme l'arrêt d'urgence ont tous été correctement assurés. Cette réalisation confirme donc la fiabilité de l'approche adoptée et marque l'aboutissement d'une transition réussie entre la modélisation virtuelle et la mise en œuvre concrète

Conclusion générale

Conclusion générale

Ce projet de fin d'étude s'est inscrit dans une démarche visant à concevoir, réaliser et mettre en œuvre un dispositif automatisé de revêtement par immersion (dip coating). L'objectif principal était d'améliorer la précision et l'efficacité du processus à travers l'introduction d'innovations technologiques, tout en assurant une solution accessible et adaptée aux besoins actuels du domaine de la recherche.

Afin de structurer notre démarche, le mémoire a été divisé en quatre chapitres complémentaires. Le premier chapitre a permis de poser les bases théoriques, en présentant les principales techniques de dépôt de couches minces. L'analyse comparative effectuée nous a conduits à privilégier la méthode par immersion, en raison de sa simplicité, de sa reproductibilité et de sa pertinence pour des applications de laboratoire.

Le deuxième chapitre s'est penché sur les composants essentiels à la commande du système, notamment les moteurs pas à pas et les microcontrôleurs. Nous y avons étudié leur fonctionnement et leurs caractéristiques afin de faire des choix techniques cohérents avec les exigences du système, en particulier pour assurer un déplacement vertical précis de l'échantillon.

Le troisième chapitre a abordé la conception et la simulation du système, avec l'appui d'outils comme ISIS Proteus pour simuler le comportement global : saisie des paramètres via un clavier matriciel, affichage dynamique sur un écran LCD I2C, contrôle du moteur à travers une carte Arduino. Cette étape a été essentielle pour valider la logique de fonctionnement et anticiper d'éventuelles erreurs avant la phase de prototypage.

Le quatrième et dernier chapitre a concerné la réalisation pratique du dispositif. Nous y avons détaillé l'intégration des éléments mécaniques et électroniques, ainsi que les tests de fonctionnement permettant de vérifier la conformité du prototype avec les objectifs fixés initialement.

La méthodologie adoptée s'est articulée autour de plusieurs étapes structurantes : l'étude des besoins, la conception mécanique et électronique, le prototypage, la validation fonctionnelle, puis l'analyse économique et la réflexion sur une stratégie de valorisation à moyen terme.

Ainsi, ce mémoire présente l'élaboration complète d'un système de dip coating destiné à répondre aux besoins croissants des établissements de formation et des laboratoires de recherche en Algérie. Le dispositif développé, à la fois simple, fiable et économique, se positionne comme

une solution adaptée pour la fabrication de revêtements fonctionnels dans des domaines variés tels que l'électronique, la biomédecine, ou encore le70s capteurs intelligents.

Bibliographie

Bibliographie

Références bibliographiques

[1] Ait Braham Jugurtha, et Yaici Sofiane, , «Elaboration des couches minces de TiO2, TiO2 dopé Ag,et nano-composites Ag/TiO2 par voie sol-gel, Caractérisations structurales et optiques, Mémoire de master,,» Université Abderrahmane .Mira de Béjaia, (2016).

[2] C. F. Powell, J. H. Oxley, J. M. Blocher, Vapour Deposition, John Wiley & Sons, Inc., USA, ISBN-10: 1-11413-513-5. (1966).

[3] R. J. M. Palma, A. Lakhtakia, Vapor-Deposition Techniques, book published by Elsevier Inc (chapter 15). ISBN: 9780124159952. (2013).

[4] A. Inspektor, P. A. Salvador, Architecture of PVD coatings for metalcutting applications: A review, Surface and Coatings Technology. 257 138–153. (2014).

[5] Y. Wang, W. Chen, B. Wang, Y. Zheng, Ultrathin Ferroelectric Films: Growth, Characterization, Physics and Applications, Materials. 7 6377–6485. (2014).

[6] M. Bellardita, A. D. Paola, S. Yurdakal, L. Palmisano, Chapter 2 - Preparation of Catalysts

[7] B. J. Lokhande, l P.S. Pati et M.D, Uplane, Materials Letters 57 (2002).

[8] Pere Rocai Cabarrocas, Thèse de Doctorat, Paris VII (1988).

[9] Yan-mei Jiang, Thèse de Doctorat, Université de Paris-Sud (1992).

and Photocatalysts Used for Similar Processes, Heterogeneous Photocatalysis: Relationships with Heterogeneous Catalysis and Perspectives. 25–56. (2019)

[10] Jan Frederik Suyver. Synthesis, Spectroscopy and Simulation of doped Nanocrystals. (2003).

[11] Attallah Mourad, Elaboration et caractérisation des couches minces d'oxyde de silicium,obtenues par voie sol-gel, Mémoire de master, Université Mentouri Constantine, 2010.

[12] C. F. Powell, J. H. Oxley, J. M. Blocher, Vapour Deposition, John Wiley & Sons, Inc., USA, ISBN-10: 1-11413-513-5. (1966).

[13] A. M. T. Huerta, M. A. D. Crespo, A. L. Oyama, Chemical Vapor Deposition - Recent Advances and Applications in Optical, Solar Cells and Solid State Devices. InTech. ISBN: 978-953-51-2572-3. (2016). http://doi.org/10.5772/61559.

[14] M. P. Smith, Static and Dynamic Pysical Activity are Independently Cardioprotective Throughout Adulthood, ACC International Conferences Best Posters. 73 1108-079. (2019).

[15] I. Vlassiouk, P. Fulvio, H. Meyer, N. Lavrik, S. Dai, P. Datskos, S. Smirnov, Large scale atmospheric pressure chemical vapor deposition of graphene, Carbon. 54 58–67. (2013).

https://doi.org/10.1166/sam.2012.1303.

[16] S. N. Dharmadhikari, Low Pressure Chemical Vapor Deposition (LPCVD) of Titanium Nitride: Synthesis and Characterisation, New Jersey Institute of Technology. (1999).

[17] G. Franz, Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition of Organic Polymers, Processes. 9 980. (2020). https://doi.org/10.3390/pr9060980.

[18] Q. Zhang, D. Sando, V. Nagarajan, Chemical route derived bismuth ferrite thin films and nanomaterials, J. Mater. Chem. C. 4 4092–4124. (2016). https://doi.org/10.1039/C6TC00243A.

[19] Selma Kebaili, «Effet de dopage à l'erbium sur les propriétés physique et photocatalytique de couches minces de TiO2 Mémoire de master,,» Université M'hamed Bougara-Boumerdes, (2017).

[20] Manuel Houmard , «Revêtements sol gel TiO2-SiO2 naturellement super hydrophiles visant à développer des surfaces à néttoyabilité accure, Thèse de Doctorat, p.35.,» (2009).

[21] Certech asbl, «Sol-Gel, Cahier technologique, Centre de ressources technologique en chimie la page 7,» BELGIUM,(2016).

[22]Azizi Houda , «Effets de l'irradiation laser sur les propriétés des films d'oxyde de titane obtenus par la méthode sol-gel, Mémoire de master,» Université Larbi Ben M'hidi D'oum El Bouaghi, (2013).

[23] Thi Trang Phan , «Elaboration et caractérisation électrochimique de revêtements sol-gel hybrides pour la protection d'un acier au carbone contre la corrosion», (2015).

[24] Elhelli Saliha, «Contribution à l'étude structurale et physique des couches minces de TiO2 Obtenues avec la méthode sol-gel, Mémoire de master,» Université Kasdi Merbah Ouargla,, (2014).

[25] Ghazzal Mohamed Nawfal, « Développement et validation d'un test pour déterminer les propriétés photo catalytiques de surfaces autonettoyantes : application aux couches minces de TiO2, Thèse de doctorat,(2008)».

[26] C. J. Brinker et G. W. Sherer. Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel processing, Academic press, INC, USA. (1990).

[27] C. J. Brinker, G. C. Frye, A. J. Hurd et al., Thin Solid Films, 201, 97, (1991).

[28] S.M. Attia, J. Wang, G. Wu,et al.,Journal of Materials Science and Technology, 18, 3, 211, (2002).

[29] L. D. Landau and B. G. Levich, "Dragging of a liquid by a moving plate," Acta

Physicochimica URSS, vol. 17, no. 3, pp. 42–54, 1942.

[30] C. Tropea, A. L. Yarin, and J. F. Foss, Eds., Springer Handbook of Experimental Fluid Mechanics.Springer, 2007, ch. 9.

[31] C. J. Brinker and G. W. Scherer, Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing. Academic Press, 1990.

[32] B. V. Derjaguin and S. M. Levi, Film Coating Theory. Focal Press, 1964.

[33] J. N. Israelachvili, Intermolecular and Surface Forces, 3rd ed. Academic Press, 2011.

[34] L. E. Scriven, "Physics and applications of dip coating and spin coating," MRS Proceedings, vol. 121, pp. 717–729, 1988.

[35] K. Norrman, A. Ghanbari-Siahkali, and N. B. Larsen, "Studies of spin-coated polymer films," Journal of Physical Chemistry B, vol. 109, no. 24, pp. 11908–11913, 2005.

[36] A. Mishra, N. Bhatt, A. K. Bajpai, Chapter 12 - Nanostructured superhydrophobic coatings for solar panel applications, Nanomaterials-Based Coatings: Fundamentals and Applications Micro and Nano Technologies. 397–424. (2019). https://doi.org/10.1016/B978-0-12-815884-5.00012-0.

[37] Y.X. Gan, A. H. Jayatissa, Z. Yu, X. Chen, M. Li, Hydrothermal Synthesis of Nanomaterials, Journal of Nanomaterials. ID 8917013. (2020). https://doi.org/10.1155/2020/8917013.

[38] O. Carp, C. L. Huisman, A. Reller, Photoinduced reactivity of titanium dioxide, Progress in Solid State Chemistry. 32 33–177. (2004). https://doi.org/10.1016/j.progsolidstchem.2004.08.001 .

[39] B. PrasadKafle, Chapter 6 - Introduction to nanomaterials and application of UV–Visible spectroscopy for their characterization, Chemical Analysis and Material Characterization by Spectrophotometry. 147–198. (2020). https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814866-2.00006-3.

[40] S. Kozhukharov, S. Tchaoushev, Spray Pyrolysis Equipment for Various Applications, Journal of Chemical Technology and Metallurgy. 48 111–118. (2013).

[41] M. Krunks, A. Katerski, T. Dedova, I. O. Acik, A. Mere, Nanostructured solar cell based on spray pyrolysis deposited ZnO nanorod array, Solar Energy Materials & Solar Cells. 92 1016–1019. (2008). https://doi.org/10.1016/j.solmat.2008.03.002.

[42] B. Fouad, Deposition and analysis of Zinc Oxide thin films elaborated using spray pyrolysis for photovoltaic applications, University of Biskra. 2019.

[43] H.J. Mathieu, E. Bergmannet R.Gras.Traité des matériaux,T. 4. Analyse et technologie des surfaces : Couches minces et Tribiologie, Presses polytechniques et universitaires romandes, Suisse, (2003).

[44] F.A.Settle,Hand book of instrumental techniques for analytical chemistry, Prentice Hall, U.S.A, (1997).

[45] J. Shi, L. Wang, Z. Dai, et al., "Multiscale Hierarchical Design of a Flexible Piezoresistive Pressure Sensor With High Sensitivity and Wide Linearity Range," Small 14 (2018): 1800819.

[46] Q. Meng, Y. Lu, J. Wang, D. Chen, and J. Chen, "A Piezoresistive Pressure Sensor with Optimized Positions and Thickness of Piezoresistors," Micromachines 12 (2021): 1095.

[47] S.E. Park, T.R. Shrout, J. Appl. Phys. 82, 1804 (1997).

[48] K.L. Ekinci, M.L. Roukes, Rev. Sci. Instrum. 76, 061101 (2005).

[49] A. Erturk, D.L. Inman, Piezoelectric Energy Harvesting (Wiley, 2011).

[50] Grant, H. P., & Przybyszewski, J. S. (1980). Thin film temperature sensor (NASA CR-159782; PWA-5526-31).

[51] A. Nathan, A. Ahnood, M. T. Cole, S. Lee, Y. Suzuki, P. Hiralal, F. Bonaccorso, T. Hasan, L. Garcia-Gancedo, A. Dyadyusha, S. Haque, P. Andrew, S. Hofmann, J. Moultrie, D. Chu, A. J. Flewitt, A. C. Ferrari, M. J. Kelly, J. Robertson, G. A. J. Amaratunga, and W. I. Milne, Proc. IEEE 100, 1486 (2012).

[52] K. Cherenack, C. Zysset, T. Kinkeldei, N. Münzenrieder, and G. Tröster, Adv. Mater. 22, 5178 (2010).

[53] D.-H. Kim, N. Lu, R. Ma, Y.-S. Kim, R.-H. Kim, S. Wang, J. Wu, S. M. Won, H. Tao, A. Islam, K. J. Yu, T.-I. Kim, R. Chowdhury, M. Ying, L. Xu, M. Li, H.-J. Chung, H. Keum, M. McCormick, P. Liu, Y.-W. Zhang, F. G. Omenetto, Y. Huang, T. Coleman, and J. A. Rogers, Science (80-.) 333, 838 (2011)

[54] M. Lee, C. Y. Chen, S. Wang, S. N. Cha, Y. J. Park, J. M. Kim, L. J. Chou, and Z. L. Wang, Adv. Mater. 24, 1759 (2012).

[55] D. Makarov, M. Melzer, D. Karnaushenko, and O. G. Schmidt, Appl. Phys. Rev. 3, 011101 (2016)

[56] C. Zysset, T. Kinkeldei, N. Münzenrieder, L. Petti, G. Salvatore, and G. Tröster, Text. Res. J. 83, 1130 (2013).

[57] X.-M. Chen, D.-K. Qing, K. Itoh, M. Murabayashi, Opt. Rev. 3 (1996) 351.

[58] A. Yimit, K. Itoh, M. Murabayashi, Sens. Actuators B 88 (2003) 239.

[59] A. Yimit, X. Huang, Y. Xu, T. Amemiya, K. Itoh, Chem. Lett. (2003) 86.

[60] british standard specification No,BS500,Part 60,1982

[61] J.V. Byrne, and J.C. Lacy, "Characteristics of saturated stepper and reluctance motors", IEE Conf. Publn. No.136, pp. 93-93, 1976.

[62] C.L. Walker, "Improvements in and connected with electromagnetic step-by-step signalling and synchronous rotation", UK Patent No. 137, 150, 1919.

[63] C.B. Chicken, and J.H. Thain, "Electrical signalling apparatus", US Patent No. 1, 353, 025, 1920.

[64] W. McCelland, "The application of electricity in warships", JIEE (USA), Vol. 65, pp. 829-871, 1927.

[65] R.B. Kieburtz, "The step motor - the next advance in control systems", IEEE Trans. on Auto Control, Vol. AC-9, pp. 98-104, 1964.

[66] A.G. Thomas, and Fleischauer, "The power stepping motor - a new digital actuator", Control Engg., Vol. 4, pp. 7-81, 1957.

[67] S.J. Bailey, "Incremental Servos: Part IV", Control Engg. Vol. 8, pp. 133-135, 1961.

[68] J. Proctor, "Stepping motors move in", Product Engg., Vol. 4, pp. 74-188, 1963.

[69] K.M. Feirtag, and J.T. Donahoo, "Dynamoelectric machine", US Patent No. 2, 589-999, 1952.

[70] T. A. Khan, T. A. Taj, I. Ijaz: Hybrid Stepper Motor and its Controlling Techniques a Survey, Proceedings of the 2014 IEEE NW Russia Young Researchers in Electrical and Electronic Engineering Conference (ElConRusNW), St. Petersburg, 2014, IEEE, pp. 79-83

[71] Microchip Technology Inc.: Microchip Webseminars: Introduction to Stepper Motors, Part 1: Types of Stepper Motors, 2007, pp. 12-25