

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie

Mémoire de Fin d'Etudes

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Métallurgie

Caractérisation et Etude du silicium photovoltaïque issu de trois lingots coulés à l'aide du silicium métallurgique Ferropem sans et avec brassage électromagnétique respectivement à 150A et 250A.

Proposé et encadré par :

Pr. Essaid SALHI

Réalisé par :

Mlle. Dyhia HANI

juin 2013

Ecole Nationale Polytechnique 10, Avenue Hassan Badi. El-Harrach. Alger

Remerciements

Avant de présenter ce travail, je tiens mes vifs remerciements à tous ceux qui ont pris part à sa réalisation.

Ces remerciements s'adressent tout d'abord à mon promoteur, Pr. E. SALHI qui par ses remarques, ses conseils et ses critiques a su mener à bien ce travail et qu'il trouve ici l'expression de mon profond respect.

Je remercie également Mr. K ABADLI pour m'avoir honoré en acceptant de présider le jury, Mr M.DJEGHLALL et Mr M.BOUABDALLAH qui ont bien voulu accepter de porter un jugement sur ce modeste travail et qu'ils trouvent ici ma profonde gratitude.

Je remercie également le Pr. KECHOUANE et Mr. AMARA de l'U.S.T.H.B qui nous ont ouvert les portes de leurs laboratoires, ainsi que Mr M.BRADAI de l'université de Bejaia.

Je saisis cette occasion pour exprimer mes remerciements aux responsables et aux enseignants de l'Ecole nationale polytechnique, en particulier ceux de département de métallurgie et ami Salah.

Enfin toute personne de près ou de loin ayant contribué à la réalisation de ce mémoire trouve, ici l'expression de ma profonde reconnaissance.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail :

Aux deux personnes les plus chères que je possède au monde : mes parents, et les remercie pour leur soutien et leurs encouragements.

À mes grands parents qui m'ont inspiré par leur amour du travail, leur sagesse et sérénité.

À mon adorable frère Bouzid et ma merveilleuse sœur Thanina.

À mes oncles : Mourad, Djillali, Abdenour, Zahir, Boubkeur, Samir, Djebar, Fawzi et Yacine.

À mes tantes : Zahoua, Sabrina et Malika.

À ma tante Akila et son mari.

À tous mes cousins et cousines (spéciale dédicace à Fatima).

À mes meilleurs amies : Lamia, Lyna et Nesrine.

À ma voisine Fatima.

À tous mes collègues et camarades de la promotion 2013 de l'école nationale polytechnique.

À ceux qui m'aiment et que j'aime.

Dyhia.

Résumé

الملخص

الهدف من هذا العمل هو دراسة ثلاثة انواع من سيليسيوم الطاقة الشمسية المستخرج من ثلاثة سبائك باستخدام السيليسيوم المعدني فيروبا مع وبدون التحريك الكهرومغناطيسي 150 أمبير و 250 أمبير لتحديد خصائصه الهيكلية مثل المجهرية, الإنخلاع, البلورة المزدوجة و مختلف المستويات المنعكسة بالأشعة السينية. و نحن نهتم أيضا بالحالة الكهربائية من خلال قياسات المقاومة الكهربائية و نوع المنشط بتأثير سيباك, و مجموعة هذه التحقيقات تسمح لنا بالمقارنة بين سبائك بمختلف التحريكات الكهرومغناطيسية.

الكلمات الرئيسية:

السيليسيوم المتعدد البلورات, الطاقة الشمسية, التحريك الكهرومغناطيسي, المقاومة الكهربائية, المنشط بتأثير سيباك.

Résumé

L'objectif de ce travail est d'étudier les trois types du silicium photovoltaïque issu de trois lingots coulés à l'aide du silicium métallurgique Ferropem sans et avec brassage électromagnétique 150 A et 250 A. Afin d'identifier leurs caractérisations structurales tel que la microstructure, les dislocations, les macles, et les différents plans diffractés par la diffraction des rayons X, on s'est intéressé également à l'aspect électrique à travers des mesures de résistivité et le type de dopage par effet SEEBECK. L'ensemble de ces investigations nous a permis de faire une comparaison entre les lingots à différents brassages électromagnétiques.

Mots clés : silicium polycristallin ; photovoltaïque, brassage électromagnétique, défauts cristallins, résistivité électrique, dopage par effet SEEBECK.

Abstract

The objective of this work is to study a three types of photovoltaic silicon come from three cast ingots using Ferropem metallurgical silicon with and without electromagnetic stirring 150 A and 250 A. In order to identify their structural characterizations such as microstructure, dislocations, twins, and diffracted by the different levels of X-ray diffraction, it was also interested in the electrical aspect through resistivity measurements and the type of doping SEEBECK effect. All these investigations allowed us to make a comparison between the ingots at different electromagnetic stirring.

Keywords : polycrystallin silicon ; photovoltaic ; electromagnetic stirring, crystal defects, electrical resistivity, SEEBECK doping effect.

Liste des figures

Figure I-1 : Evolution de la puissance photovoltaïque mondiale installée par an.....	1
Figure I-2 : Diagramme des bandes d'énergie au voisinage de la jonction PN.....	2
Figure I-3 : Principe de la conversion photon-électron dans un système à deux niveaux d'énergie.....	3
Figure I-4 : illustration du double filtrage du spectre solaire par un système de conversion photovoltaïque à deux niveaux d'énergie, de gap E_g imposant la longueur de coupure λ_c	4
Figure I-5 : Caractéristique courant-tension d'une cellule solaire sous obscurité et sous clairement.....	5
Figure I-6 : Puissance maximale sur une caractéristique courant-tension.....	6
Figure I-7 : La répartition des différents matériaux sur le marché photovoltaïque	7
Figure I-8 : Efficacité, prix et puissance par filière de production de cellule solaire.....	8
Figure I-9 : Evolution de la production et de la demande en silicium.....	9
Figure I-10 : Structure cristallographique du silicium du silicium cristallin (type diamand).....	10
Figure I-11 : Effet d'une contamination en aluminium et en titane sur le rendement des cellules photovoltaïques.....	11
Figure I-12 : les deux types de dislocations dans un cristal.....	12
Figure I-13 : Polycristal, et schématisation à deux dimensions d'un joint de grains et d'un joint de phases.....	13
Figure I-14 : Représentation schématiques de la macle dans le réseau CFC	14
Figure I-15 : Schématisation à deux dimensions d'un joint de macle.....	15
Figure I-16 : Joints de macles à l'échelle du grain ; (c) joint cohérent et (i) incohérent....	16
Figure I-17 : Mécanismes de recombinaison.....	17
Figure I-18 : Four de production de silicium métallurgique.....	18
Figure I-19 : procédé Siemens.....	19
Figure I-20 : le procédé Elkem.....	20
Figure I-21 : dispositif de purification par plasma.....	21
Figure I-22 : les différentes étapes du procédé PHOTOSIL.....	22

Liste des figures

Figure I-23 : Schéma de principe du procédé électromagnétique utilisant un champ magnétique alternatif.....	23
Figure I-24 : Méthode de Czochralski.....	24
Figure I-25 : Lingots de silicium monocristallin.....	25
Figure I-26 : Schéma de principe de la méthode Bridgman verticale (VB).....	26
Figure I-27 : Schéma de principe de la méthode Bridgman horizontale (HB).....	27
Figure I-28 : Schéma de principe de la méthode de la zone flottante (FZ).....	28
Figure I-29 : Procédé Polix pour la solidification unidirectionnelle du silicium multicristallin.....	29
Figure I-30 : Procédé Bridgman pour la solidification dirigée de silicium multicristallin.....	30
Figure I-31 : Mécanisme de ségrégation des impuretés lors de la cristallisation.....	31
Figure I-32 : Blocs de silicium à gauche, plaquette à droite.....	32
Figure I-33 : le silicium dopé n.....	33
Figure I-34 : le silicium dopé p.....	34
Figure I-35 : la composition d'une cellule au silicium cristallin.....	35
Figure II-1 : Forme, dimension (mm) et plans de découpe des échantillons.....	36
Figure II-2 : micro-tronçonneuse.....	37
Figure II-3 : les positions des trois types d'échantillons suivant le refroidissement dirigé.....	38
Figure II-4 : le refroidissement unidirectionnel du silicium polycristallin.....	39
Figure II-5 : la polisseuse de travail de type HITECH	40
Figure II-6 : Effet de la lumière dans un matériau	41
Figure II-7 : microscope binoculaire.....	42
Figure II-8 : Microscope optique	43
Figure II-9 : image type de la norme NFA04-102.....	44
Figure II-10 : Les RX dans l'échelle des longueurs d'onde des rayonnements électromagnétiques	45
Figure II-11 : Schéma d'un tube à rayons X	46

Liste des figures

Figure II-12 : schéma d'un diffractomètre	47
Figure II-13 : Principe de la loi de Wulff-Bragg	48
Figure II-14 : Influence des macrocontraintes « a » et des microcontraintes « b » sur les pics de diffraction des rayons X	49
Figure II-15 : les pics de l'échantillon.....	50
Figure II-16 : Photographie du dispositif de l'effet SEEBECK.....	51
Figure II-17 : Montage électrique de la méthode des quatre pointes.....	52
Figure II-18 : Photographie du dispositif de la méthode de quatre pointes.....	53
Figure III-1 : structure de l'échantillon 17C1.....	54
Figure III-2 : structure de l'échantillon 17G.....	55
Figure III-3 : structure de l'échantillon 18 C'.....	56
Figure III-4 : structure l'échantillon 18 G1.....	57
Figure III-5 : structure de l'échantillon 19R.....	58
Figure III-6 : structure de l'échantillon 19 S.....	59
Figure III-7 : mise en évidence des macles et des dislocations pour l'échantillon17 C.....	60
Figure III-8 : mise en évidence des macles et des dislocations pour l'échantillon 17 F1...61	
Figure III-9 : mise en évidence des dislocations et des macles pour l'échantillon 17 G1...62	
Figure III-10 : mise en évidence des macles et des dislocation et pour l'échantillon18 J' .63	
Figure III-11 : mise en évidence des macles et des dislocations pour l'échantillon 18J' ..64	
Figure III-12 : mise en évidence des macles et des dislocations pour l'échantillon 18F' 1.65	
Figure III-13 : mise en évidence des macles et des dislocations pour l'échantillon 18G' ..66	
Figure III-14 : mise en évidence des macles et des dislocations pour l'échantillon 19R1.....	67
Figure III-15 : mise en évidence des macles et des dislocations pour l'échantillon 19S.....	68
Figure III-16 : Diffraction X de l'échantillon 17 C1.....	69
Figure III-17 : Diffraction X de l'échantillon 17 J 1.....	70

Liste des figures

Figure III-18 : diffraction X de l'échantillon 18 C'	71
Figure III-19 : diffraction X de l'échantillon 18 C'1	72
Figure III-20 : diffraction X de l'échantillon 19 R.....	73
Figure III-21 : diffraction X de l'échantillon 19 S1.....	74
Figure III-22 : courbe $U=f(I)$ de l'échantillon 17 C1.....	75
Figure III-23 : courbe $U=f(I)$ de l'échantillon 17 F.....	76
Figure III-24 : la courbe $U=f(U)$ de l'échantillon 17 G.....	77
Figure III-25 : la courbe de l'échantillon 17 J.....	78
Figure III-26 : évolution de la résistivité électrique en fonction des positions de lingot (du bas vers le haut).....	79
Figure III-27 : la courbe $U=f(I)$ de l'échantillon 18C'	80
Figure III-28 : la courbe $U=f(I)$ de l'échantillon 18F'	81
Figure III-29 : la courbe $U=f(U)$ de l'échantillon 18 G'1	82
Figure III-30 : la courbe $U=f(I)$ de l'échantillon 18 J'	83
Figure III-31 : la courbe $U=f(I)$ de l'échantillon 19 O.....	84
Figure III-32 : la courbe $U=f(I)$ de l'échantillon 19 R.....	85
Figure III-33 : la courbe $U=f(I)$ de l'échantillon 19 S1.....	86
Figure III-34 : la courbe $U=f(I)$ de l'échantillon 19 V.....	87

Liste des tableaux

Tableau I.1 : les propriétés mécaniques et thermiques de silicium.....	1
Tableau I.2 : concentrations en impuretés dans un lingot de qualité UMG1 selon le procédé Ferropem.....	2
Tableau II-1 : la liste des pics du Si.....	3
Tableau III-1 : la taille moyenne des grains des différents échantillons.....	4
Tableau III-2 : plans diffractés, distances interréticulaires et le paramètre de la maille de l'échantillon 17C1.....	5
Tableau III-3 : plans diffractés, distances interréticulaires et le paramètre de la maille de l'échantillon 17J1.....	6
Tableau III-4 : plans diffractés, distances interréticulaires et les paramètres de la maille de l'échantillon 18 C'.....	7
Tableau III-5 : plans diffractés, distances interréticulaires et le paramètre de la maille de l'échantillon 18 C'1.....	8
Tableau III-6 : plans diffractés, distances interréticulaires et le paramètre de la maille de l'échantillon 19 R.....	9
Tableau III-7 : plans diffractés, distances interréticulaires et le paramètre de la maille de l'échantillon 19 S1.....	10
Tableau III-9 : microdéformation de plan diffracté de l'échantillon 17 J1.....	11
Tableau III-10 : microdéformation équivalente de chaque plan diffracté de l'échantillon 18C'.....	12
Tableau III-11 : microdéformation équivalente de plan diffracté de l'échantillon 18C'1.....	13
Tableau III-12 : microdéformation équivalente de plan diffracté de l'échantillon 19S1.....	14
Tableau III-13 : microdéformation équivalente de chaque plan diffracté de l'échantillon 19 R.....	15
Tableau III-14 : les valeurs de la résistivité des échantillons 17 C1, 17F, 17 G et 17 J.....	16

Liste des tableaux

Tableau III-15 : les valeurs de la résistivité des échantillons 18 C', 18F', 18G'1 et 18J'	17
Tableau III-16 : les valeurs de la résistivité électrique des échantillons 19 O, 19R, 19S1 et 19 V.....	18

Table des matières

Introduction générale.....	1
Chapitre I : Etude bibliographique	
Partie 1 : Généralités sur l'énergie photovoltaïque	
I.1.1 L'industrie photovoltaïque.....	2
I.1.2 L'énergie solaire.....	3
I.1.3 La conversion photovoltaïque.....	4
I.1.3.1 La cellule photovoltaïque.....	4
I.1.3.2 L'effet photovoltaïque.....	4
I.1.3.3 La caractéristique électrique de la cellule photovoltaïque.....	6
I.1.4 Les matériaux photovoltaïques.....	8
Partie 2: Le silicium photovoltaïque	
I.2.1 Quelques propriétés de Si.....	10
I.2.2 Les impuretés dans le silicium.....	11
I.2.2.1 Les impuretés non métalliques (oxygène et carbone).....	11
I.2.2.2 Les impuretés métalliques.....	12
I.2.3 Les défauts cristallins.....	13
I.2.3.1 Les dislocations.....	13
I.2.3.2 Les joints de grain.....	14
I.2.3.3 Les macles.....	15
I.2.4 Génération, recombinaison de porteurs.....	16
I.2.4.1 Taux de génération et de recombinaison.....	16
I.2.4.2 Mécanismes de recombinaison.....	17
I.2.4.2.1 Recombinaison SRH.....	17
I.2.4.2.2 Recombinaison Auger.....	17
I.2.4.2.3 Recombinaison radiative.....	17
I.2.5 Elaboration du silicium métallurgique.....	18
I.2.6 Purification du silicium métallurgique.....	19

Table des matières

I.2.6.1 Procédé SIEMENS.....	19
I.2.6.2 Procédé Elkem.....	20
I.2.6.3 Purification par plasma.....	21
I.2.7 Elaboration des monocristaux.....	24
I.2.7.1 La méthode Czochralski.....	24
I.2.7.2 La méthode Bridgman.....	26
I.2.7.3 La méthode de la zone flottante (FZ).....	27
I.2.8 Cristallisation des lingots et mise en forme des plaques en silicium.....	28
I.2.9 Dopage de silicium.....	30
I.2.9.1 Dopage de type N.....	30
I.2.9.2 Dopage de type P.....	31
I.2.10 La fabrication des cellules photovoltaïques.....	31
Chapitre II : Techniques expérimentales	
II.1 Prélèvement des échantillons.....	33
II.1.2 Echantillons de base.....	33
II.1.3 La découpe des échantillons.....	33
II.2 Préparation métallographique.....	35
II.2.1 Polissage.....	35
II.2.2 L'attaque chimique.....	36
II.2.2.1 Mise en évidence des joints de grain.....	36
II.2.2.2 Mise en évidence des dislocations et les macles.....	37
II.3 Observation métallographique.....	37
II.3.1 Propriétés optiques des solides.....	37
II.3.2 Observation de la macrostructure (macroscopie).....	39
II.3.3 Observation des macles et les dislocations.....	39
II.4 Méthode quantitative pour la détermination de la taille moyenne des grains.....	40

Table des matières

II.5 Diffraction aux rayons X.....	41
II.5.1 Nature des rayons X.....	41
II.5.2 Production des rayons.....	41
II.5.3 Description de montage.....	42
II.5.4 Diffraction des RX par les cristaux.....	43
II.5.5 Condition de Bragg.....	43
II.5.6 Macro-contraintes et microdéformations.....	44
II.5.7 Conditions expérimentales.....	45
II.5.8 La fiche ASTM du Si.....	46
II.6 Détection du type de dopage par effet SEEBECK.....	47
II.7 Mesure de la résistivité électrique par la méthode de quatre pointes.....	47
Chapitre III : Résultats et interprétations	
III.1 Caractérisations structurales.....	50
III.1.1 Les micrographies révélant Les joints de grain grains.....	50
III.1.2 Micrographies révélant Les dislocations et les macles.....	52
III.1.3 Diffraction de rayons X.....	55
III.2 Caractérisations électriques.....	63
III.2.1 Type de dopage.....	63
III.2.2 La résistivité électrique.....	63
III.2.3 Conclusions et perspectives.....	67

Introduction générale

Introduction générale

La consommation mondiale de l'énergie ne cesse d'augmenter. La grande partie provient des combustibles fossiles (pétrole, gaz naturel, charbon,...etc.) dont l'utilisation massive peut conduire à l'épuisement de ces réserves et menace réellement l'environnement. Cette menace est manifestée principalement à travers la pollution et le réchauffement global de la terre par effet de serre.

En effet, la grande préoccupation du monde actuel est d'atténuer cette pollution en essayant d'adapter les sources d'énergie renouvelables.

L'énergie photovoltaïque représente une énergie inépuisable, parce que directement générée à partir du soleil. Son développement est une réponse nécessaire aux questions énergétiques actuelles.

Le matériau le plus communément utilisé pour la conversion photovoltaïque est le silicium. Il représente, sous différentes formes cristallines 95% de la production des cellules. Sa disponibilité, sa non toxicité et le savoir-faire sur les procédés acquis grâce à l'industrie microélectronique en font un matériau optimal.

Ce travail consiste en l'étude de la caractérisation de trois types du silicium photovoltaïque issu de trois lingots sans et avec brassage électromagnétique à 150A et 250A, sur lesquels on étudiera l'état structural et la résistivité électrique. L'ensemble de ces lingots ont été coulés à partir d'un silicium métallurgique (Ferropem).

Le premier chapitre du mémoire présente une étude bibliographique qui s'étend sur deux parties. Dans la première partie nous représentons quelques généralités sur l'énergie photovoltaïque (le rayonnement solaire, la conversion photovoltaïque,...).

Dans la deuxième partie nous parlons de quelques propriétés du silicium, impuretés, et défauts, ainsi que les différents procédés d'élaboration et de purification du silicium mono et polycristallin et la fabrication des plaques photovoltaïques.

Le chapitre II comprendra une description des équipements utilisés, ainsi que les techniques expérimentales.

Quand au troisième chapitre, nous présentons les résultats et les interprétations.

Chapitre I :

Etude bibliographique

I. Etude bibliographique

Partie 1 : Généralités sur l'énergie photovoltaïque

L'électricité photovoltaïque implique les contextes géophysique et énergétique, les propriétés physiques du rayonnement solaire, les propriétés technologiques des dispositifs de conversion photovoltaïque et finalement celles des systèmes et des applications qui exploitent efficacement cette énergie [1].

I.1.1 L'industrie photovoltaïque

La production mondiale des cellules photovoltaïques comme la puissance installée ne cesse de croître depuis 15ans à un rythme soutenu, en moyenne de 30% par an (figure I-1).

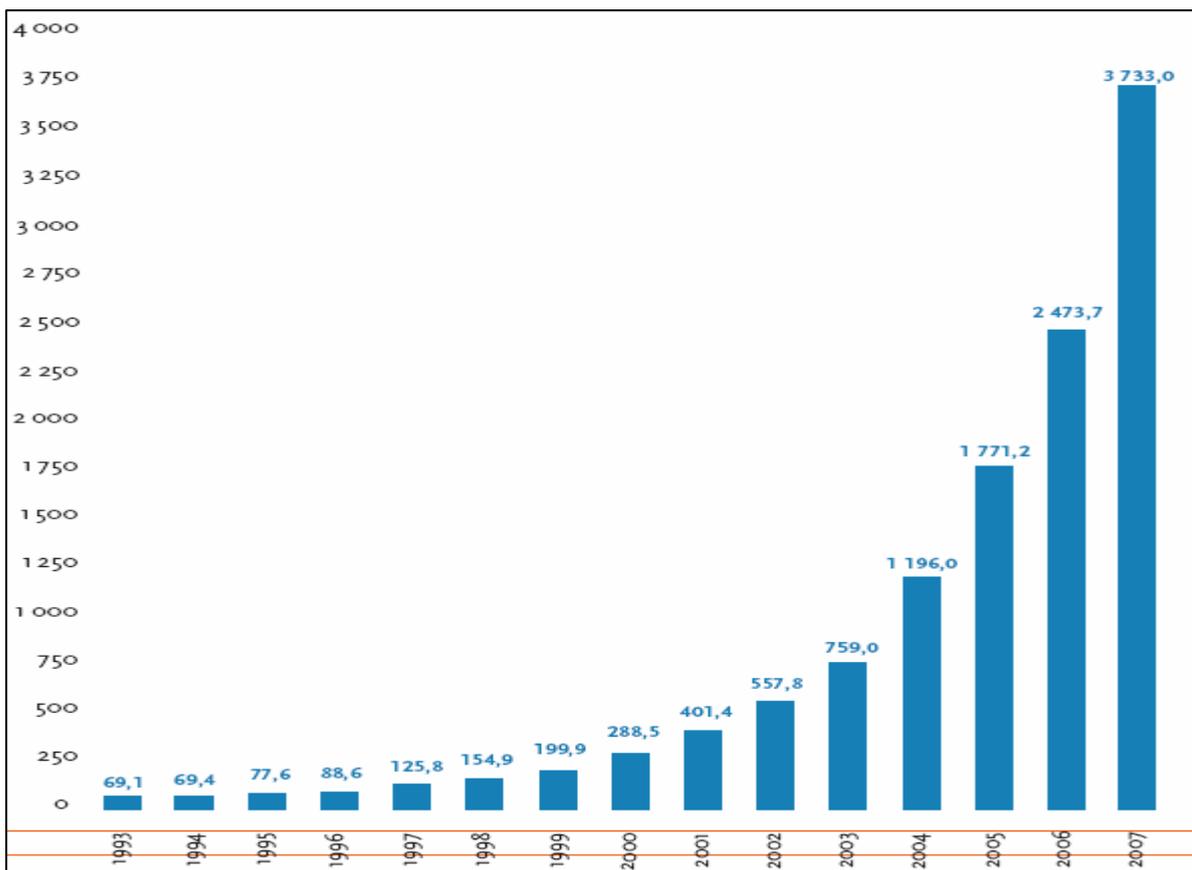


Figure I-1 : Evolution de la puissance photovoltaïque mondiale installée en MW par an [2].

Les fortes disparités de développement du photovoltaïque suivant les pays sont liées aux différentes politiques incitatives mises en œuvre. Bien qu'en croissance exponentielle, le secteur industriel photovoltaïque est dépendant des aides financières publiques.

Aujourd'hui, le coût du watt d'origine photovoltaïque est compris entre 2€/W et 3 €/W suivant les technologies et le lieu d'installation des modules. La viabilité économique de

I. Etude bibliographique

l'électricité photovoltaïque est attendue à un prix de 1 €/W. Les recherches et l'innovation ont ainsi pour enjeu d'abaisser les coûts de production des cellules pour atteindre cet objectif [2].

I.1.2 L'énergie solaire

L'énergie qui nous vient du soleil représente la quasi-totalité de l'énergie disponible sur terre. Outre l'apport direct sous forme de lumière et de chaleur, elle est à l'origine de la biomasse (photosynthèse), du cycle d'eau, des vents et sous forme stockée durant des millions d'années, de nos réserves de gaz, de pétrole et de charbon.

L'énergie du soleil est produite par les réactions de fusion thermonucléaire : les noyaux d'hydrogène (protons) s'assemblent en noyaux d'hélium (2 protons + 2 neutrons). Cette énergie est émise dans l'espace par la surface du soleil notamment sous forme d'ondes électromagnétiques [3].

Le rayonnement solaire porteur d'énergie

Le rayonnement émis par le soleil est constitué d'ondes électromagnétiques dont une partie parvient constamment à la limite supérieure de l'atmosphère terrestre. En raison de la température superficielle du soleil (environ 5800 K), ce rayonnement électromagnétique se situe dans la gamme de longueur d'onde de la lumière visible (entre 0,4 et 0,75 μm) [4].

Le soleil décharge continuellement une énorme quantité d'énergie radiante dans le système solaire, la terre intercepte une toute petite partie de l'énergie solaire rayonnée dans l'espace. Une moyenne de 1367 watts atteint chaque mètre carré du bord externe de l'atmosphère terrestre. La part d'énergie reçue sur la surface de la terre dépend de l'épaisseur de l'atmosphère à traverser [5].

Du point de vue énergétique, le rayonnement électromagnétique solaire est constitué de photons de longueur d'onde λ transportant une énergie donnée par la relation suivante:

$$E = h\nu = h \frac{c}{\lambda}$$

Avec $E(\text{J})$ énergie,

$h(\text{J}\cdot\text{s})$ constante de Planck ($=6,62\cdot 10^{-34}$),

$c(\text{m}\cdot\text{s}^{-1})$ vitesse de la lumière ($=3\cdot 10^8$),

$\lambda(\text{m})$ longueur d'onde (souvent exprimée en micromètre),

$\nu(\text{Hz})$ fréquence.

On établit donc une relation directe entre l'énergie du photon exprimée en électron-volt (eV) et sa longueur d'onde exprimée en μm par :

$$E_{eV} = \frac{1,2419}{\lambda_{\mu\text{m}}}$$

I. Etude bibliographique

Le flux de photons par seconde et par cm^2 $N_{(\lambda)}$ de longueur d'onde λ est donné par la relation [6] :

$$N_{(\lambda)} = M_{\lambda} \frac{\lambda}{hc} d\lambda$$

Avec $N_{(\lambda)}$ ($\text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \mu\text{m}^{-1}$) : flux de photons,

M_{λ} ($\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \mu\text{m}^{-1}$) : irradiance spectrale,

d_{λ} (μm) : tranche de longueur d'onde de largeur spectrale
normalisée (en général de $1\mu\text{m}$).

I.1.3 La conversion photovoltaïque

I.1.3.1 La cellule photovoltaïque

Les photopiles sont des composants électroniques à semi-conducteur qui, lorsqu'ils sont éclairés par le rayonnement solaire, développent une force électromotrice capable de débiter un courant dans un circuit extérieur. Donc c'est la transformation directe de la lumière en électricité par un processus appelé « effet photovoltaïque » [7].

I.1.3.2 L'effet photovoltaïque

L'effet photovoltaïque utilisé dans les cellules solaires permet de convertir directement l'énergie lumineuse des rayons solaires en électricité par le biais de la production et du transport dans un matériau semi-conducteur de charges électriques positives et négatives sous l'effet de la lumière. Ce matériau comporte deux parties, l'une présentant un excès d'électrons et l'autre un déficit en électrons, dites respectivement dopée de type n et dopée de type p. Lorsque la première est mise en contact avec la seconde, les électrons en excès dans le matériau n diffusent dans le matériau p. La zone initialement dopée n devient chargée positivement, et la zone initialement dopée chargée négativement. Il se crée donc entre elles un champ électrique qui tend à repousser les électrons dans la zone n et les trous vers la zone p. une jonction PN a été formée [5].

I. Etude bibliographique

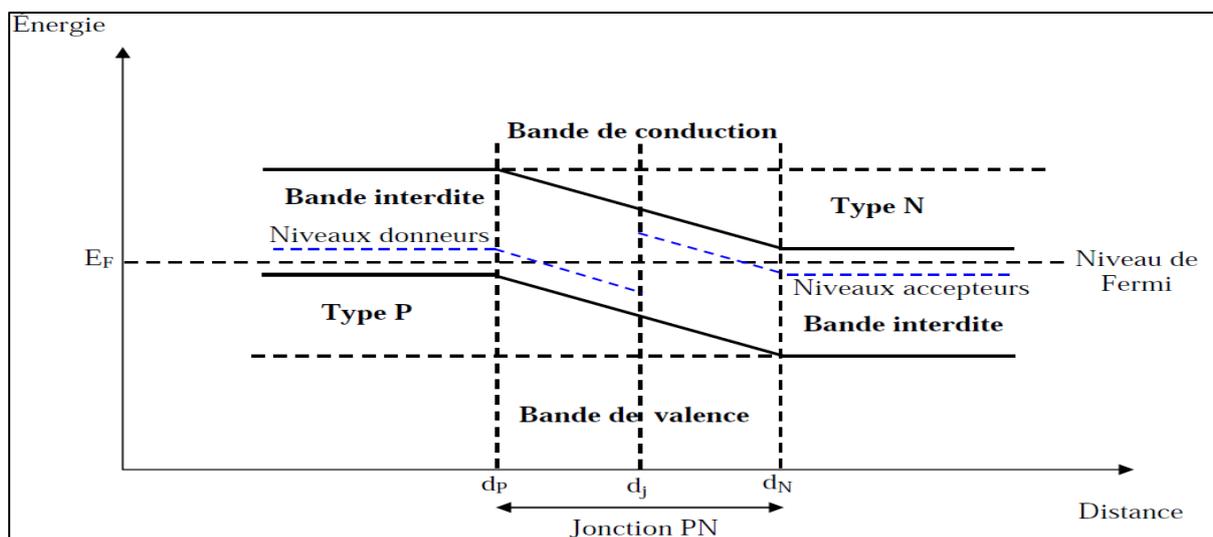


Figure I-2 : Diagramme des bandes d'énergie au voisinage de la jonction PN [8].

L'effet photovoltaïque est la transformation directe de la lumière en électricité (courant continu CC). Son principe réside en une collision des photons incidents (flux lumineux) avec les électrons libres et les électrons de valence en leur communiquant une énergie ($h\nu$), si cette énergie est supérieure ou égale à l'énergie de gap de ce semi-conducteur ($E_g = E_c - E_v$), l'électron passe de la bande de valence à la bande de conduction en laissant un trou derrière lui, d'où l'apparition des paires électron-trou dans différents points de la jonction.

Donc toute particule minoritaire près de la jonction a une probabilité très forte pour la traverser et la jonction s'oppose uniquement le passage des porteurs majoritaires.

Si les photons ont une énergie très supérieure à E_g , ils passent de la bande de valence à un niveau instable de la bande de conduction. L'excès d'énergie sera transmis sous forme de phonons au réseau cristallin puis perdu en chaleur et l'électron prendra un niveau stable dans la bande de conduction.

Si les photons ont une énergie inférieure E_g ils ne seront pas absorbés et leurs énergies ne contribuent pas à la conversion photovoltaïque [8].

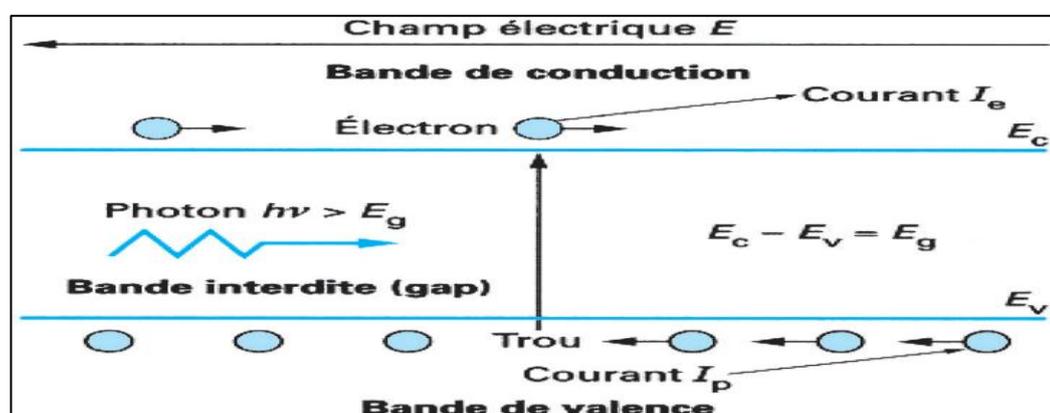


Figure I-3 : Principe de la conversion photon-électron dans un système à deux niveaux d'énergie [6].

I. Etude bibliographique

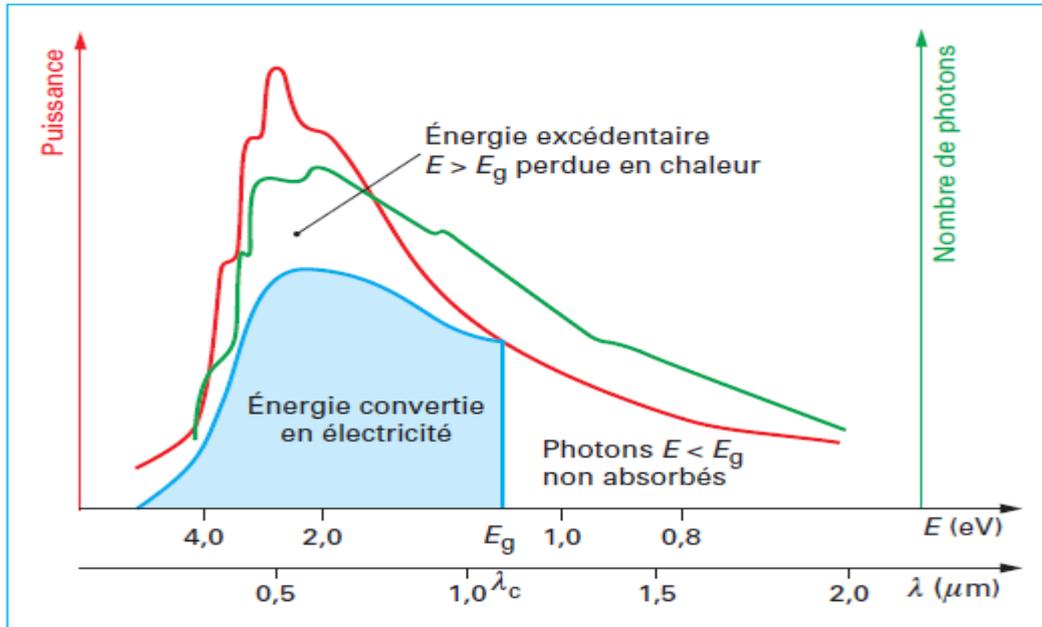


Figure I-4 : illustration du double filtrage du spectre solaire par un système de conversion photovoltaïque à deux niveaux d'énergie, de gap E_g imposant la longueur de coupure λ_c [6].

I.1.3.3 La caractéristique électrique de la cellule photovoltaïque

La caractéristique électrique (courant-tension) de la cellule photovoltaïque est représentée sur la figure I-5 suivante :

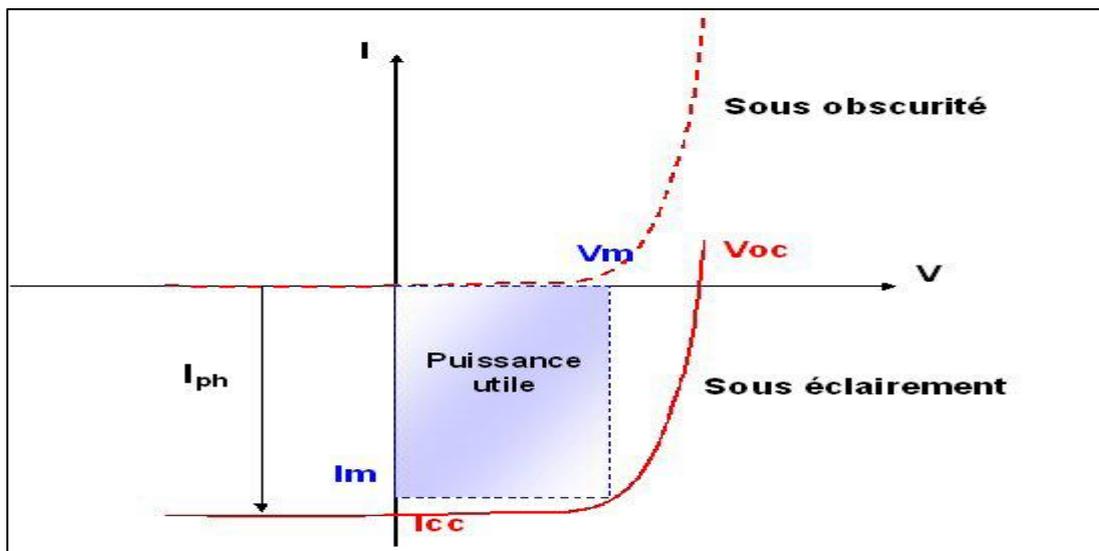


Figure I-5 : Caractéristique courant-tension d'une cellule solaire sous obscurité et sous éclairement [9]

À partir de la caractéristique $I(V)$, on peut déduire les paramètres électriques suivants :

I. Etude bibliographique

- V_{co} : tension de circuit ouvert : elle représente la tension aux bornes de la cellule sous éclairement sans circuit de charge.
- I_{cc} : courant de court-circuit : courant lorsque $V=0$.
- V_m : tension correspondant à la puissance maximale fournie.
- I_m : courant correspondant à la puissance maximale fournie.

Puissance maximale et rendement

La partie intéressante de la caractéristique courant-tension, pour l'utilisateur, c'est celle qui génère de l'énergie, qui correspond à la puissance maximale. Au point P_m , situé au « coude » de la caractéristique, la puissance de la photopile est maximale pour l'éclairage considéré. Ce point dit puissance maximale, est associé à une tension dite de tension maximale U_m et de courant maximal I_m .

$$P_m = I_m \cdot U_m$$

La figure I-6 représente la puissance maximale sur une caractéristique courant-tension.

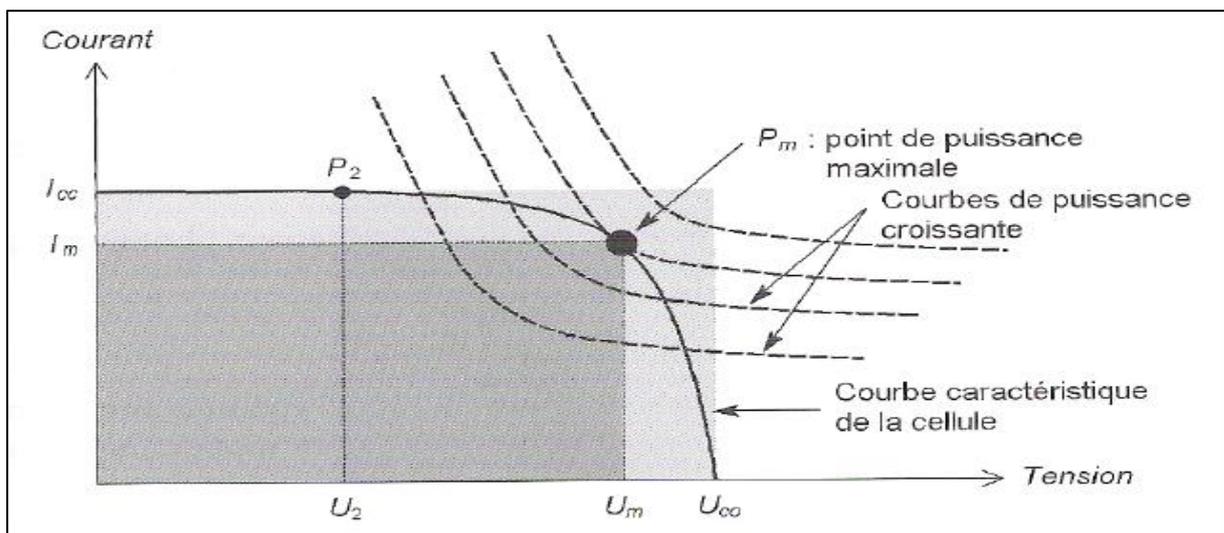


Figure I-6 : Puissance maximale sur une caractéristique courant-tension [3].

Le rendement énergétique est défini quant à lui comme le rapport entre cette puissance maximale produite et la puissance du rayonnement solaire qui arrive sur le module photovoltaïque.

Si S est la surface de ce module, et E l'éclairage en W/m^2 , le rendement énergétique s'écrit [3] :

$$\eta = \frac{P_m}{E \cdot S}$$

I. Etude bibliographique

I.1.4 Les matériaux photovoltaïques

La conversion photovoltaïque a lieu dans divers matériaux semi-conducteurs. Tous n'ont pas les mêmes propriétés d'absorption du spectre solaire et leur coût sont très différents. Ils donnent lieu à nombreuses filières de développement qui trouvent des applications dans divers domaines [2].

Actuellement les matériaux utilisés pour l'énergie photovoltaïque se distinguent suivant quatre branches principales :

- Le silicium cristallin
- Les couches minces
- Les composants III-V (colonne 3 et 5 de la classification périodique)
- Les concepts innovants (cellules organiques, cellules à colorant...)

Le graphique de la figure I-7 montre la répartition des différents matériaux sur le marché photovoltaïque.

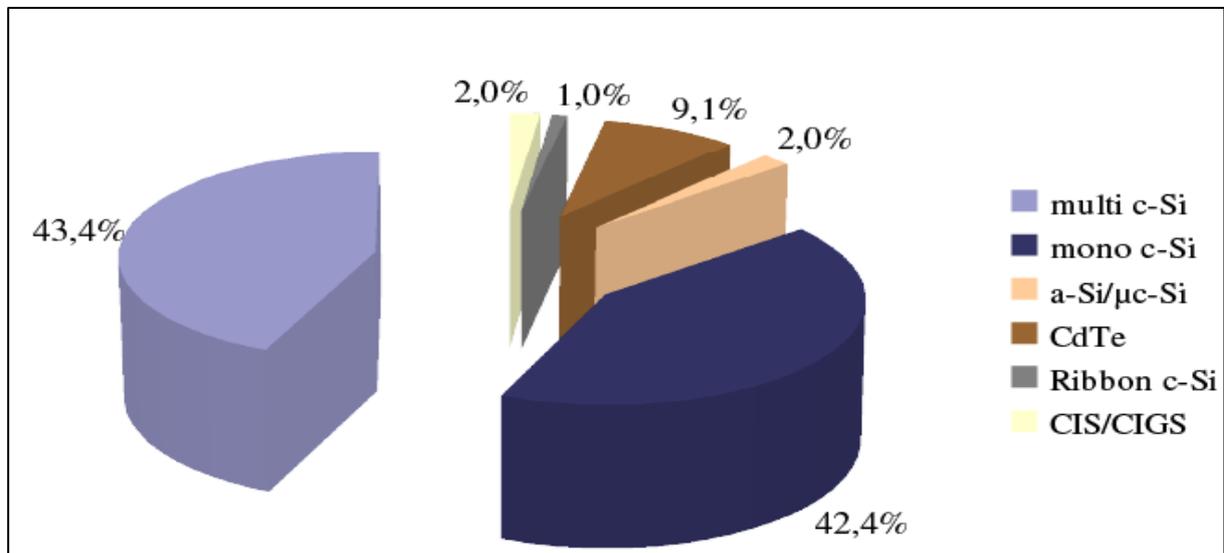


Figure I-7 : la répartition des différents matériaux sur le marché photovoltaïque [10].

La figure I-8 présente les prix et efficacités de cellule selon la filière de production.

I. Etude bibliographique

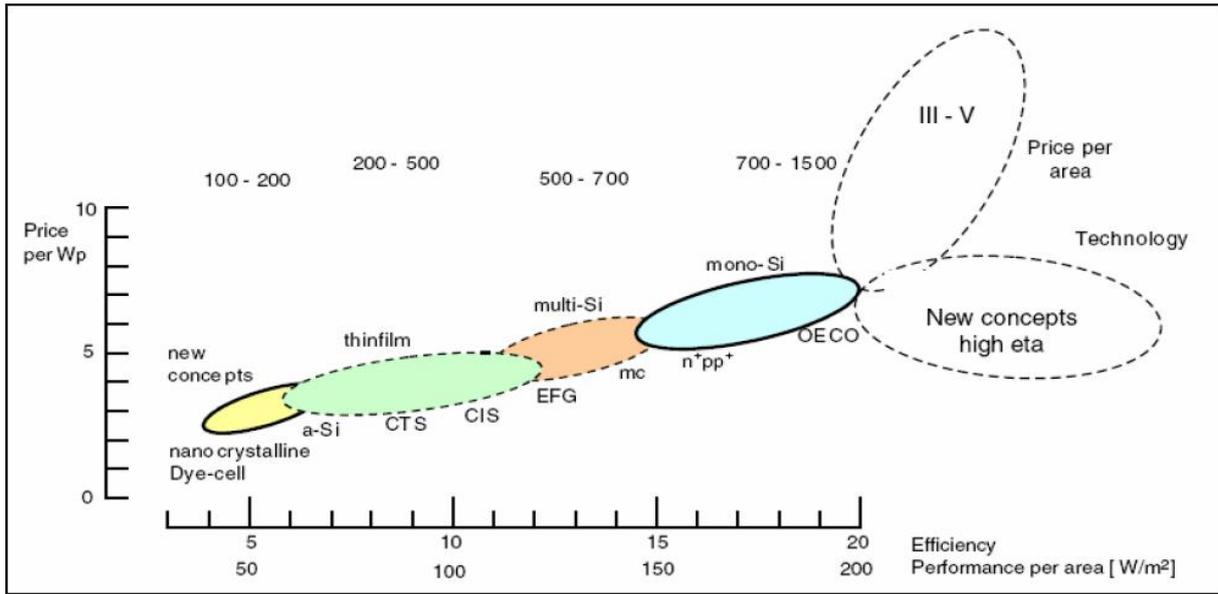


Figure I-8 : Efficacité, prix et puissance par filière de production de cellule solaire [11].

Le silicium cristallin et multicristallin représente l'écrasante majorité du marché des cellules photovoltaïques. Le silicium est un matériau abondant à la surface du globe et non toxique ; de plus, grâce au développement de l'industrie microélectronique, les propriétés et les procédés de transformation du silicium sont assez bien connus : oxyde naturel (SiO_2) présentant d'excellentes propriétés isolantes et passivantes. La mise en forme du silicium se décline sous des formes variées qui sont sources de filières technologiques différentes : substrats monocristallins, polycristallin ou amorphe [2].

La figure I-9 montre l'évolution de la production et de la demande en silicium.

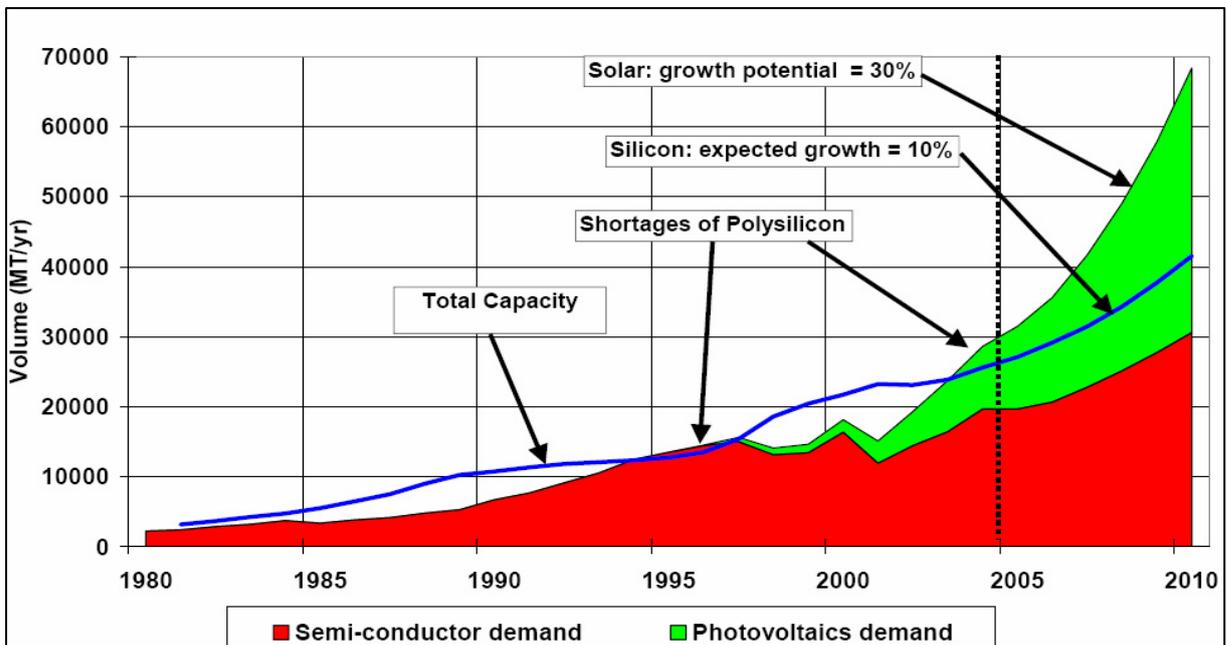


Figure I-9 : Evolution de la production et de la demande en silicium [12].

I. Etude bibliographique

Partie 2 : Le silicium photovoltaïque

I.2.1 Quelques propriétés de Si

Le silicium est un 2^{ème} élément de groupe IVA dans le tableau périodique des éléments, est un élément électropositif tétravalent Si^{+4} .

Masse atomique= 28,08 ; numéro atomique= 14 ; rayon atomique=0,39Å.

À la pression atmosphérique le silicium se cristallise en une structure CFC diamant.

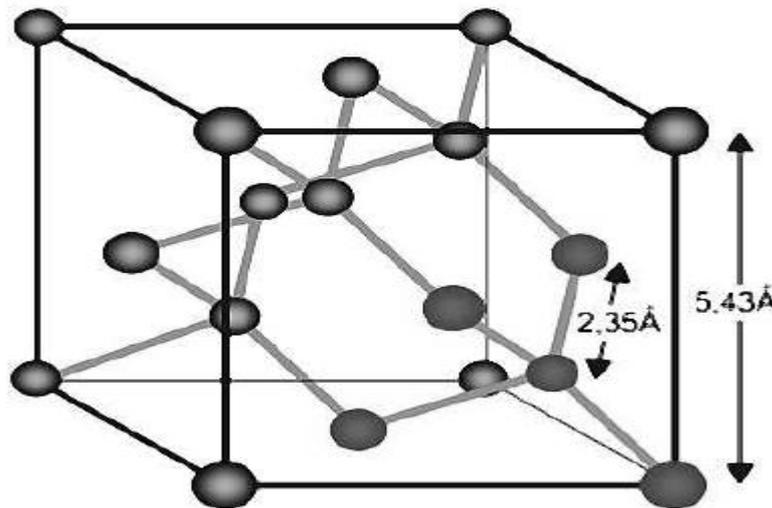


Figure I-10 : Structure cristallographique du silicium du silicium cristallin (type diamant) [13].

Il ne se trouve jamais seul dans la nature, mais en combinaison avec l'oxygène qui forme des oxydes et des silicates. C'est un semi-conducteur avec une énergie de gap de 1,12 eV à 25°C.

Tableau I.1 : les propriétés mécaniques et thermiques de silicium [14].

Propriété	Valeur
Densité atomique (atomes/cm ³)	5.0×10^{22}
Point de fusion (°C)	1410
Point d'ébullition (°C)	2355
Densité (g/cm ³ à 25°C)	2.329
Volume de contraction à la fusion (%)	9.5
Conductivité thermique (300K)(W.cm ⁻¹ K ⁻¹)	1.5

Propriétés Photovoltaïques de silicium

Aujourd'hui, plus de 99% des équipements photovoltaïques utilisent le silicium comme matériau de base. Ce dernier se présente sous différents formes, les plus répandues étant le silicium monocristallin, le silicium multicristallin et le silicium amorphe.

I. Etude bibliographique

Le silicium offre de nombreux avantages. Par sa présence en abondance dans la croûte terrestre (20%), c'est un matériau non toxique. Outre ses propriétés semi-conductrices, le silicium présente un oxyde naturel SiO_2 qui trouve de nombreuses applications en micro-électronique.

Les différents états de silicium

Les principaux états de silicium photovoltaïque sont :

- Le silicium monocristallin.
- Le silicium polycristallin.
- Le silicium amorphe

I.2.2 Les impuretés dans le silicium

Il est connu que les impuretés ont des effets sur l'efficacité de silicium photovoltaïque. Les atomes des impuretés peuvent apparaître comme des solutions solides, comme une paire avec les autres éléments, par exemple FeB ou comme un large agrégat qui précipite avec le silicium ou avec les autres composés tel que Fe_2Si , tout dépend de la température, la concentration et la densité des imperfections (dislocations, joints de grain). Si la température ou l'environnement chimique sont altérés, elle peut prendre quelque temps avant qu'un nouvel équilibre soit établi.

Le temps d'atteindre l'équilibre peut dépendre des paramètres tels que la température, la vitesse de refroidissement, la composition chimique, la taille des grains, la densité des dislocations et autres.

L'effet des impuretés peut être changé par des traitements thermiques et par l'exposition de matériau à un piégeage atmosphérique dans lequel les éléments diffusent sur le silicium et se combinent avec les impuretés [15].

II.2.1 Les impuretés non métalliques (oxygène et carbone)

• L'oxygène

Il provient essentiellement de l'atmosphère et occupe généralement des sites interstitiels en forte concentration, il précipite sous forme de SiO_x qui affecte la génération et la durée de vie des porteurs minoritaires. En effet, sa présence conduit à un piégeage des impuretés dans la couche et a une dégradation de la durée de vie et de la longueur de diffusion des porteurs minoritaires [16].

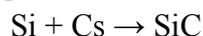
La précipitation de l'oxygène dépend de la teneur, la température, le temps et la température des sites de nucléation. Il a un coefficient de diffusion élevé $D = 0,13 \exp(-2.53/kT)$.

• Carbone

Le carbone est présent dans des sites substitutionnels et les précipités de SiC . La précipitation du carbone est liée à la fois à sa concentration et à la précipitation de

I. Etude bibliographique

l'oxygène. La précipitation de l'oxygène entraîne une expansion de volume, d'où le passage d'atomes de silicium en position interstitielle qui réagit avec le carbone en position substitutionnelle pour former un précipité de SiC [17] :



I.2.2.2 Les impuretés métalliques

Le silicium polycristallin est caractérisé par une significative concentration d'impuretés métalliques due à la mauvaise qualité du silicium utilisé comme matériau de base pour l'élaboration du matériau. Une contamination par les impuretés métalliques rencontrées durant les traitements à hautes températures est aussi possible. Elles existent sous différents états de charge, occupant à la fois des sites substitutionnels et interstitiels dans le réseau cristallin, et sous formes des complexes [18].

- **Diffuseurs lents : exemple de l'aluminium et du titane**

Il a été rapporté que 5 µg/g d'aluminium ou 10 µg/g de titane dans la charge de silicium réduit l'efficacité des cellules d'au moins 25% [12].

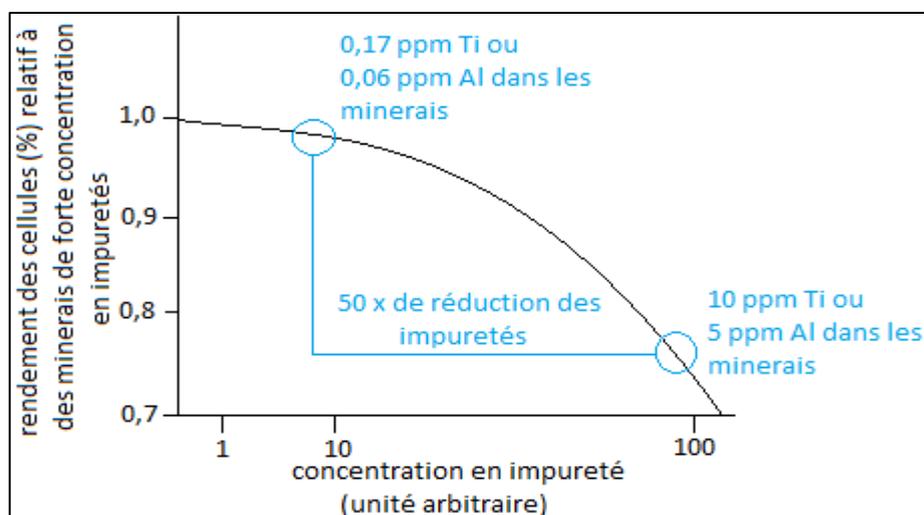


Figure I-11 : Effet d'une contamination en aluminium et en titane sur le rendement des cellules photovoltaïques [12].

- **Diffuseurs rapides : exemple du fer**

Même si le fer est une impureté très recombinaison. La teneur en fer dissous semble désormais moins critique pour le rendement des cellules solaires. En effet il a été démontré que le rendement des cellules solaires est peu influencé lorsqu'on multiplie par 100 la concentration en fer dissous [12].

I.2.3 Les défauts cristallins

I.2.3.1 Les dislocations

Les dislocations sont des défauts linéaires, créées à partir d'un glissement de certains plans atomiques par rapport à d'autres ou de la distorsion de deux régions adjacentes l'une par rapport à l'autre dans la structure cristalline.

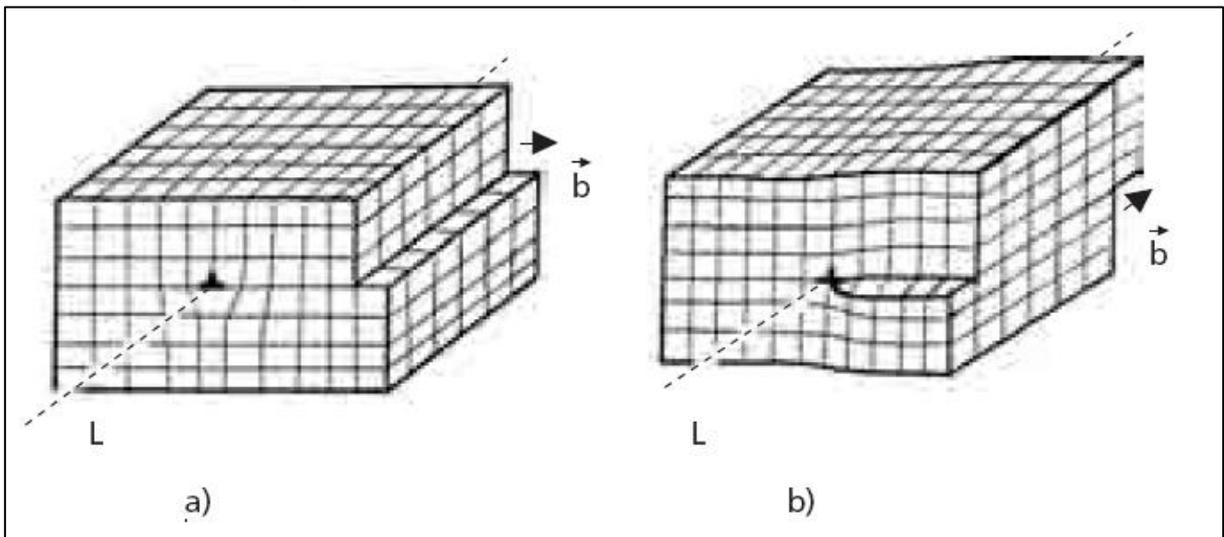
Elles sont dues aux chocs thermiques lors de l'élaboration du matériau ou encore à la présence d'impuretés [19].

Ces dislocations constituent des sortes de «plis» des plans atomiques dans le cristal, dont l'amplitude égale à un nombre de distances interatomiques, permet de retrouver le cristal parfait à longue distance. L'amplitude du «plis», discontinuité de translation qui caractérise le défaut par rapport à un cristal parfait, est caractérisée par le vecteur de Burgers \vec{b} . la figure I-12 représente schématiquement dans un cristal, deux types de dislocations :

-Une dislocation coin, dont la ligne de dislocation L est perpendiculaire au vecteur de Burgers \vec{b} ;

-Une dislocation vis, dont la ligne de dislocation L est parallèle au vecteur de Burgers \vec{b} .

Il peut exister des dislocations mixtes, dont la ligne fait un angle compris entre 0 et 90° avec le vecteur de Burgers.



a) Ligne de dislocation coin, L est perpendiculaire à b . b) Ligne de dislocation vis, L est parallèle à b .

Figure I-12 : les deux types de dislocations dans un cristal [20].

Les mécanismes responsables de la présence de dislocations dans les cristaux [21]:

- Germination hétérogène de dislocations induite par les contraintes internes dues aux contraintes différentielles des différentes parties du cristal lors du refroidissement. L'origine de ce phénomène peut se trouver dans les gradients de température ou dans la présence de précipités ou amas d'impuretés ayant un coefficient de dilatation thermique différent de celui de la matrice.
- Nécessaire apparition de dislocations à l'interface de dendrites entrées en contact les unes avec les autres au cours de leur croissance.

I. Etude bibliographique

- Agglomération de lacunes créées thermiquement ; les amas de lacunes peuvent alors s'effondrer en boucles de dislocations lacunaires.

Les dislocations sont électriquement actives, elles augmentent la vitesse de recombinaison des porteurs minoritaires ce qui provoque la réduction de leur longueur de diffusion, de plus elles induisent des liaisons pendantes, zones de ségrégation des impuretés. Cela entraîne un affaiblissement des propriétés électriques du silicium polycristallin [10].

I.2.3.2 Les joints des grains

Les joints des grains peuvent être considérés comme des interfaces séparant deux cristaux de même nature dont l'orientation est différente. C'est une région de transition où un arrangement localisé des atomes permet d'accommoder sans contrainte à grande distance la différence d'orientation.

Les joints de grain contiennent une forte densité de liaisons pendantes. Ces défauts introduisent des niveaux localisés dans la bande interdite qui ont pour effet de piéger les porteurs de charge minoritaires. En effet les liaisons pendantes attirent les porteurs majoritaires. Il s'ensuit une zone de charge d'espace qui agit comme un puits de potentiel à l'égard des porteurs minoritaires. Ces liaisons pendantes constituent donc des centres de recombinaison. Cela entraîne une atténuation de la densité des porteurs minoritaires, conduisant à une dégradation des propriétés électriques du semi-conducteur polycristallin dans sa globalité. Les joints de grain sont aussi le siège d'une ségrégation des impuretés et des éléments dopants qui deviennent inactifs [10].

Dans les matériaux covalents, la structure atomique d'un joint de grains est étroitement liée à sa structure électronique. C'est la formation de liaison covalente qui détermine la structure atomique du joint de grains. On ne peut cependant pas exclure la possibilité de liaisons pendantes associées à des états électroniques dans le gap d'énergie fondamentale [22].

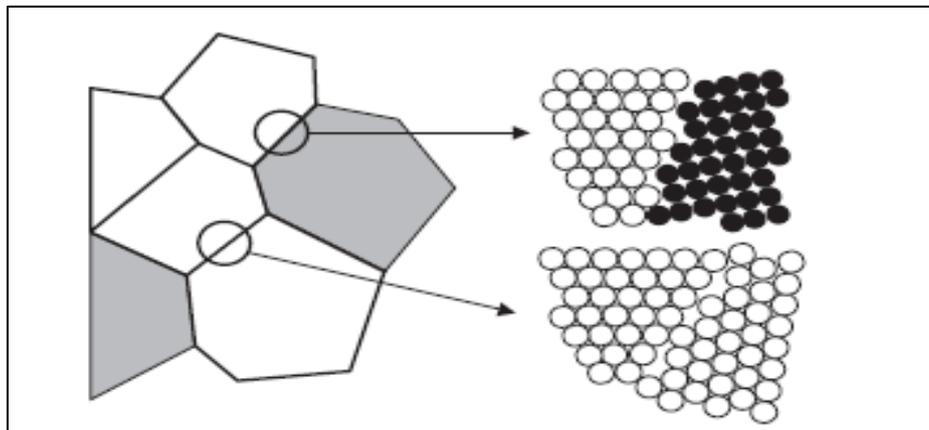


Figure I-13 : Polycristal, et schématisation à deux dimensions d'un joint de grains et d'un joint de phases [20].

I. Etude bibliographique

I.2.3.3 Les macles

Les macles sont des défauts dans l'ordre d'empilement des couches denses d'atomes. Au cours de la solidification d'un métal liquide ou de cristallisation d'un solide dans un réseau CFC, l'ordre d'empilement des plans compacts qui était théoriquement ABCABC, peut s'inverser ce qui produit un défaut d'empilement. La figure I-14 représente deux plans de maclage (A_1 et A_2) délimitant une zone maclée (région 2) dans une structure CFC.

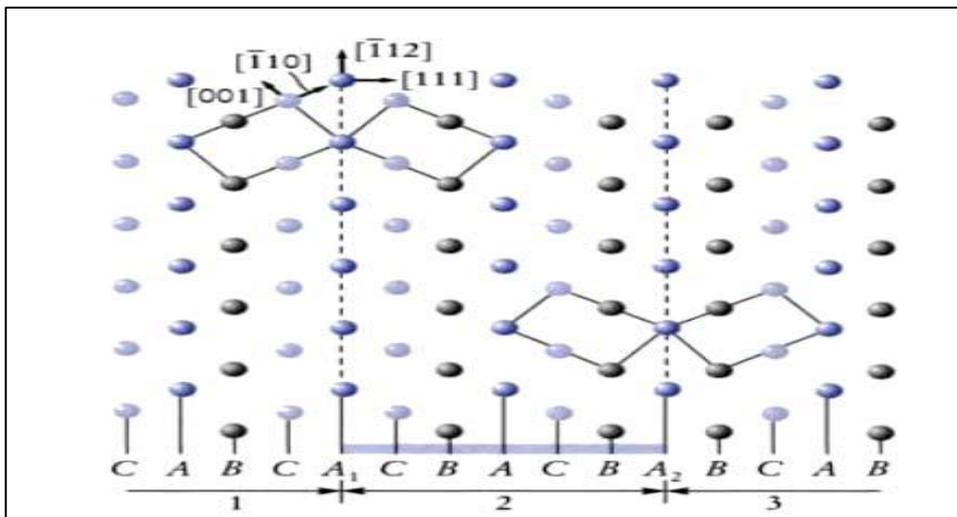


Figure I-14 : Représentation schématique de la macle dans le réseau CFC. Le plan de la figure est Le plan (110), les plans A_1 et A_2 sont les plans de maclages [23].

Joint de macle

Il peut exister des plans cristallographiques particuliers autorisant le cristal à se disposer indifféremment dans le prolongement de son orientation initiale (cristal-mère). Le cristal peut se disposer en position symétrique par rapport au plan particulier du cristal maclé. Ceci suppose que les niveaux d'énergie des atomes en position initiale et en position symétrique soient identiques. Les joints de macle sont aisément reconnaissables à leur tracé rectiligne (figure I-15).

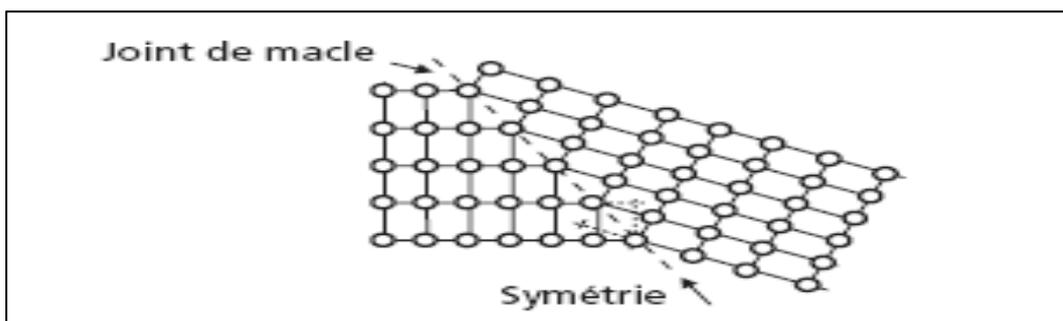


Figure I-15 : Schématisation à deux dimensions d'un joint de macle [20].

I. Etude bibliographique

Un joint de macle et sa croissance sont influencés par des paramètres intrinsèques au matériau.

- Taille de grains.
- La température et la durée du traitement thermique.
- L'énergie de défauts d'empilement.
- La texture cristallographique
- L'énergie et mobilité des joints de grains
- Les déformations résiduelles sous forme de dislocations
- La présence d'une seconde phase sous forme de particules dispersées.

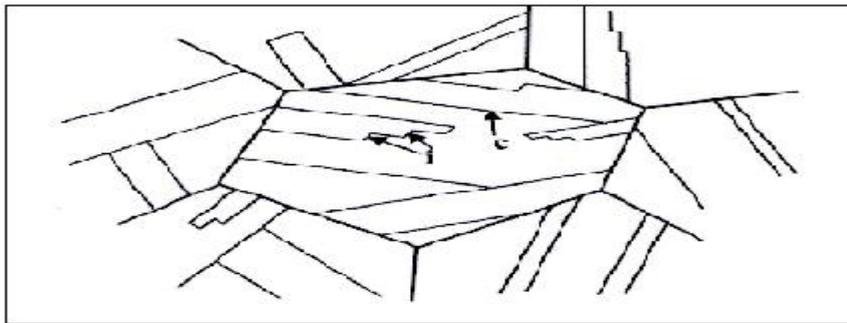


Figure I-16 : Joints de macles à l'échelle du grain ; (c) joint cohérent et (i) incohérent [24].

I.2.4 Génération, recombinaison de porteurs

Lorsque des courants de porteurs circulent dans le cristal, la balance génération-recombinaison, qui est un corollaire de l'équilibre thermodynamique, se trouve rompue. Les concentrations de porteurs dévient de leurs valeurs d'équilibre et l'un des deux processus, génération ou recombinaison, l'emporte sur l'autre. De nombreux mécanismes peuvent intervenir dans ces processus, selon la nature de cristal, ses imperfections, et la température [25].

I.2.4.1 Taux de génération et de recombinaison

Les taux de génération g et de recombinaison r représentent les nombres de porteurs de chaque type créés ou éliminés par unité de volume et unité de temps ($1/\text{cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$). Dans la mesure où les processus de génération et de recombinaison s'effectuent par paires. Ces taux sont communs aux électrons et aux trous.

A l'équilibre thermodynamique, on a :

$$\bar{g} = \bar{r}$$

Hors équilibre, on s'intéresse tout naturellement au taux net de génération-recombinaison :

$$U = r - g \quad (1)$$

Dans toutes les situations pour lesquelles le processus de génération reste inchangé par rapport aux conditions d'équilibre, on peut poser :

$$g = \bar{g}$$

I. Etude bibliographique

Et de simples considérations cinétiques sur le modèle de la loi d'action de masse permettent alors d'établir l'expression générale :

$$U = B (pn - n_i^2) \quad (2)$$

Où B est une fonction plus ou moins complexe des concentrations de porteurs, selon les mécanismes physiques mis en jeu dans les processus de génération et de recombinaison.

L'expression (2) montre, comme on pouvait s'y attendre, que à un excès de concentration de porteurs ($pn > n_i^2$), correspond une situation de recombinaison nette ($U > 0$) et que, en cas de défaut de concentration par rapport à l'équilibre ($pn < n_i^2$). Le taux net U est négatif et représente donc un taux net de génération [25].

I.2.4.2 Mécanismes de recombinaison

I.2.4.2.1 Recombinaison Shokley-read Hall (SRH)

L'apparition des états électroniques dans le gap par la présence d'impuretés et d'imperfections cristallines dans les semi-conducteurs, conduit au piégeage des électrons ou des trous pour les transférer ensuite vers la bande de conduction ou de valence, ce qui influe sur la conductivité du semi-conducteur des paires électrons-trous par la capture d'un électron de la bande de conduction et un trou de la bande de valence provoquant ensuite leurs recombinaison [25].

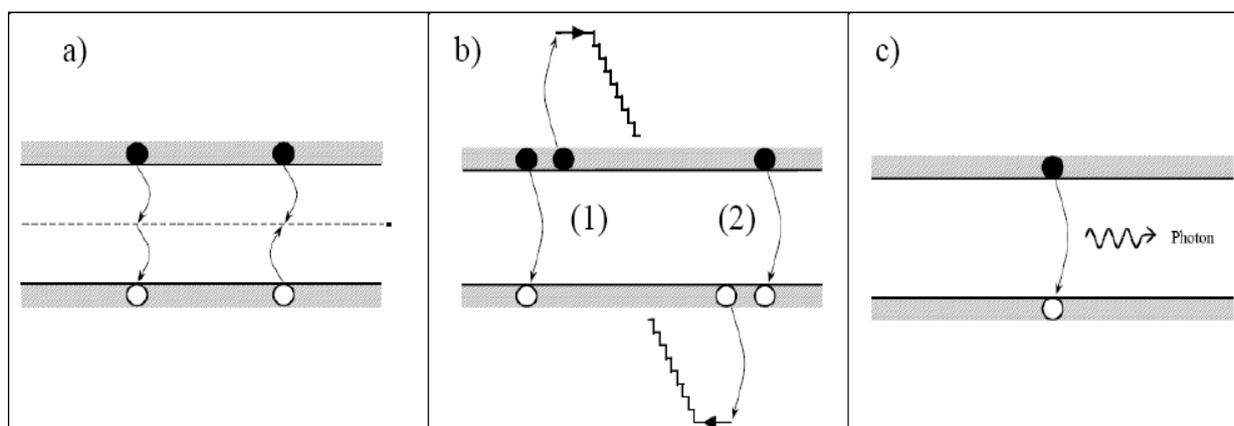
I.2.4.2.2 Recombinaison Auger

Aux niveaux de dopage ou d'injection élevés la recombinaison d'Auger peut être effectuée, c'est une recombinaison à trois particules où l'énergie libérée lors de la recombinaison d'un électron de la bande de conduction avec un trou de la bande de valence est transférée à un autre électron ou un autre trou [26].

I.2.4.2.3 Recombinaison radiative

Les recombinaisons radiatives à la température ambiante dans le silicium sont directes, ou bande à bande, impliquant un électron de la bande de conduction et un trou de la bande de valence. L'excès d'énergie est libéré sous forme d'un photon d'énergie proche du gap. L'émission de photons correspond au taux de recombinaisons radiatives de porteurs. Ainsi le taux global d'émission de photons correspond au taux de recombinaisons radiatives de porteurs [26].

I. Etude bibliographique



a) Recombinaison SRH, b) Recombinaison Auger, c) Recombinaison radiative

Figure I-17 : Mécanismes de recombinaison [26].

I.2.5 Elaboration du silicium métallurgique

Le silicium de grade métallurgique (MG-Si), résulte de la transformation de la silice dont on a extrait l'oxygène dans un four à arc électrique. Cette réaction, appelée réduction carbothermique, consiste à porter à des températures très élevées un mélange de quartz et d'espèces carbonées (réducteurs du type coke, houille et bois), qui vont se combiner avec l'oxygène du quartz pour donner du monoxyde. Le bois permet d'espacer les matériaux [27]

Avant d'aboutir à la réduction carbothermique, plusieurs réactions antérieures se produisent dans différentes zones du four. Ces réactions sont présentées par la figure I-18 :

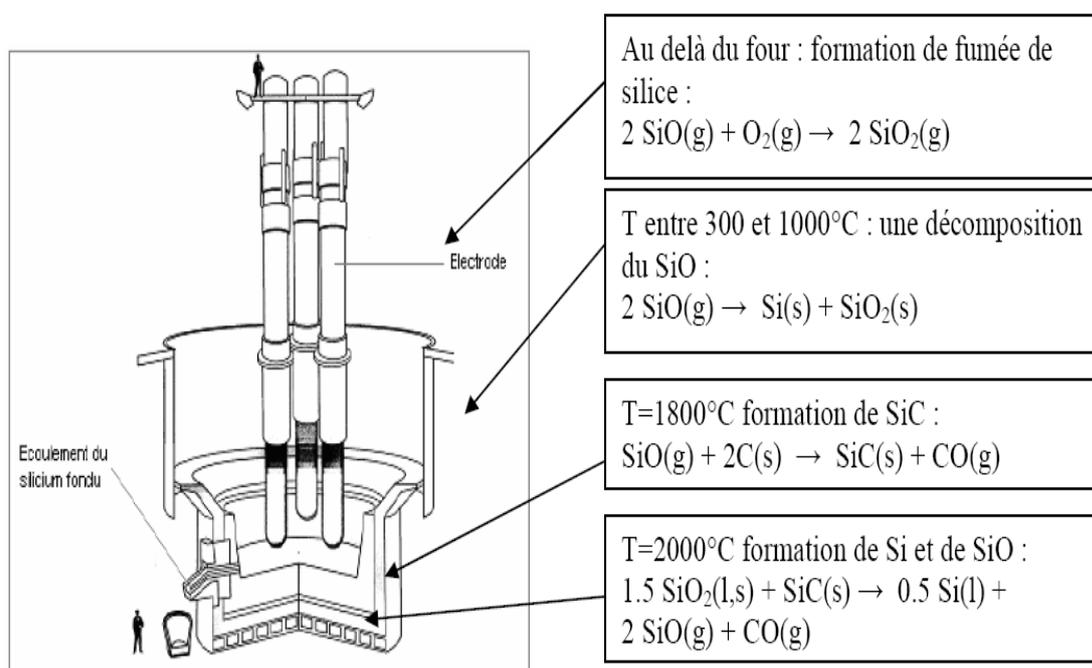


Figure I-18 : Four de production de silicium métallurgique [28].

I. Etude bibliographique

Le silicium en fusion ainsi obtenu est récupéré dans des poches, oxygéné par insufflation d'air pour former des oxydes de calcium et d'aluminium qui vont être extraits par séparation du laitier (phase contenant des oxydes métalliques, silicates, aluminates et chaux, formés lors de la fusion). Le silicium est ensuite mis en forme par refroidissement et moulage en lingotières.

Composition chimique de silicium métallurgique

La pureté finale du silicium de qualité métallurgique est de 98 à 99%, soit un taux d'impuretés d'environ 15000 ppm (Fe, Ca, Mg, Al, C, O, V, Cr, Mn..), avec comme contrainte des teneurs en bore et phosphore de l'ordre de 20 à 500 ppm [27].

Le silicium liquide brut contient 1 à 3% d'impuretés qui dépendent de la matière première et le type des électrodes. Les principales impuretés sont [29] :

Fe : 0.2-1%

Al : 0.4 – 0.7%

Ca : 0.2 -0.6%

Ti : 0.1 – 0.02%

C : 0.1-0.15%

I.2.6 Purification du silicium métallurgique

Il existe des différents procédés pour purifier le silicium métallurgique :

I.2.6.1 Procédé SIEMENS

Cette famille de procédés est basée sur la forte attraction de l'atome de silicium pour les ions chlorures Cl^- . Ils consistent à synthétiser des composés gazeux contenant du silicium, généralement des chlorosilanes, à les purifier par distillation puis à déposer le silicium polycristallin par décomposition thermique. Les principales variantes sont respectivement trichlorosilane, monosilane et tétrachlorosilane [30].

Ce procédé s'opère en trois étapes et génère un dégagement gazeux de trichlorosilane $SiHCl_3$. Son rendement est de 25%, pour une consommation en énergie d'environ 150 KWh EF/Kg. C'est le procédé utilisé historiquement pour l'industrie électronique.

I. Etude bibliographique

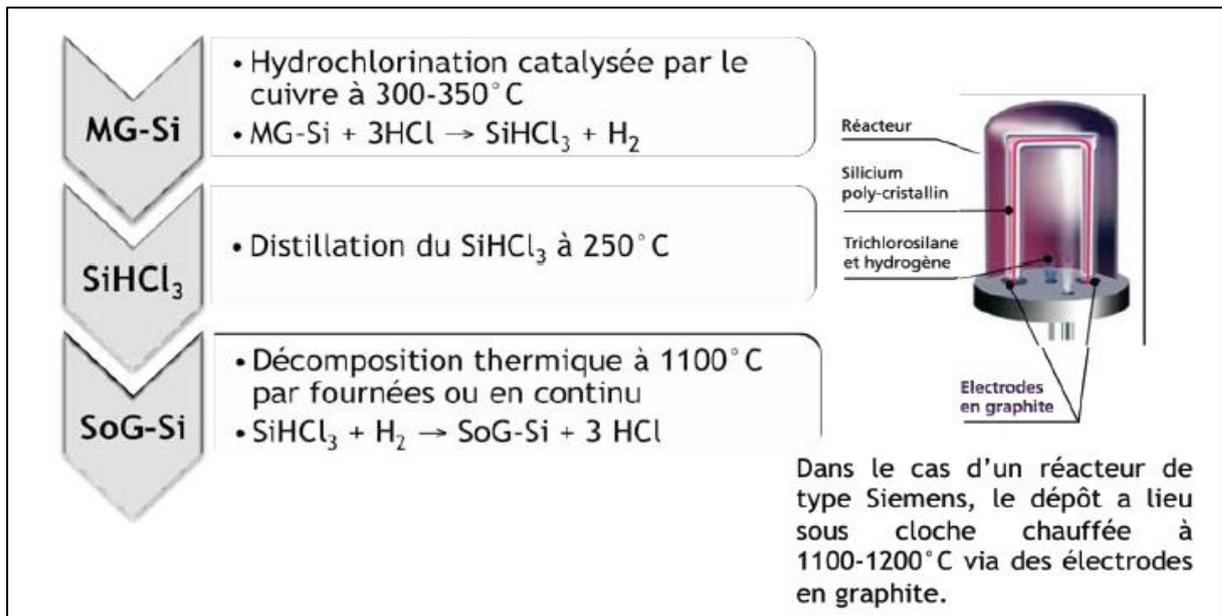


Figure I-19 : procédé Siemens [27].

I.2.6.2 Procédé Elkem

Tout l'enjeu de la voie métallurgique est de diminuer les coûts de production tout en garantissant une qualité suffisante pour les applications solaires. Plusieurs industriels et centres de recherche développent actuellement des procédés qui permettent de s'affranchir du passage par les composés gazeux, dans le but de réaliser une économie d'énergie. Les procédés métallurgiques consistent traditionnellement en une série de fusion et de solidification successives permettant d'éliminer progressivement les impuretés.

Le procédé Elkem consiste en un traitement du silicium métallurgique par un laitier de silicate de calcium à haute température suivi d'un lessivage chimique à basse température. Les impuretés résiduelles sont collectées sur le dessus du lingot obtenu après une solidification directionnelle. Les blocs éliminés sont ensuite réintroduits en amont dans le procédé [27].

I. Etude bibliographique



Figure I-20 : le procédé Elkem [27].

I.2.6.3 Purification par plasma

Description du procédé

Le principe général du procédé consiste à traiter le silicium liquide par un plasma d'argon dans lequel sont ajoutés différents gaz réactifs. Les espèces actives générées au sein du plasma vont réagir en surface du bain de silicium liquide et se combiner avec les impuretés pour créer des composés volatils, évacués hors de l'enceinte de traitement. La figure I-21 montre le dispositif de ce procédé.

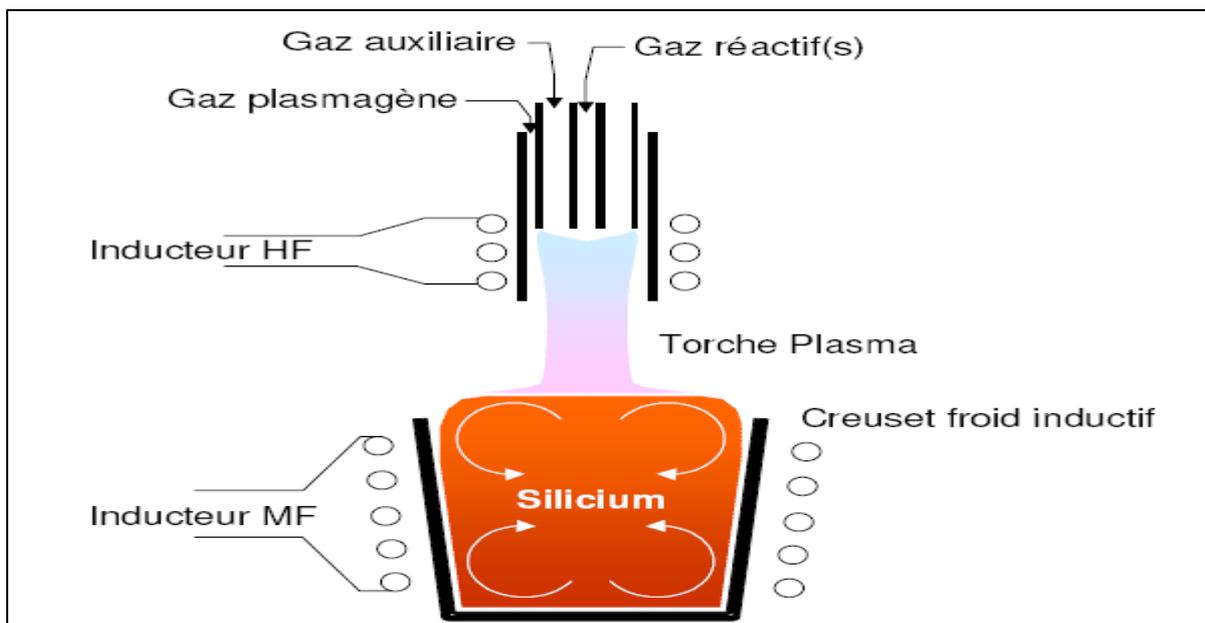


Figure I-21 : dispositif de purification par plasma [31].

Le procédé PHOSTIL

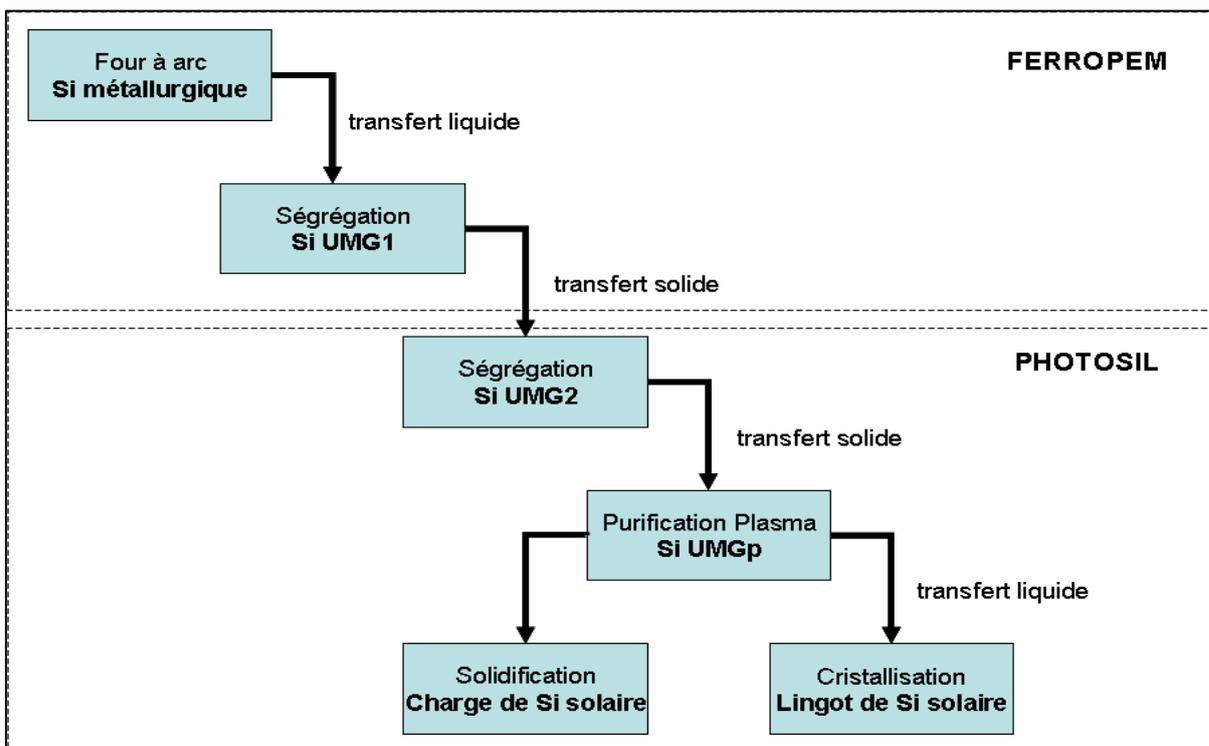


Figure I-22: les différentes étapes du procédé PHOTOSIL [12].

FerroPem

L'expertise de FerroPem sur l'interaction des matières premières sur les impuretés dans le silicium métallurgique permet de produire un silicium à moindre coût avec des teneurs en impuretés acceptables [12].

Ce procédé utilise comme matériau de base le silicium de qualité métallurgique MG (Metallurgic Grade), ce silicium UMG (Upgraded Metallurgic Grade) est fondu et solidifié dans un creuset en graphite. Lors de la première étape de solidification, le rejet de soluté au niveau de l'interface solide-liquide permet d'obtenir un silicium purifié de qualité métallurgique de grade1, UMG1. Les concentrations typiques après ségrégation sont données dans le tableau I.2.

Tableau I.2: concentrations en impuretés dans un lingot de qualité UMG1 selon le procédé Ferropem [32].

Impuretés	Al	B	Ca	Cr	Fe	P	Ti	V
UMG1 (ppm)	140	8	100	4	400	17	20	5

Le brassage du silicium durant sa solidification améliore l'efficacité de la ségrégation des impuretés à faible coefficient de ségrégation. Le silicium produit présente des faibles teneurs en impuretés métalliques.

Le procédé PHOTOSIL

Dans le cadre du procédé PHOTOSIL, le silicium est purifié par l'intermédiaire d'une torche plasma. L'élimination des impuretés contenues dans le silicium métallurgique s'effectue à l'interface silicium-plasma. Les gaz réactifs, O_2 et H_2 , introduits dans le plasma forment des espèces excitées qui réagissent avec les polluants du silicium en créant des espèces volatiles.

Le débit de gaz dans la torche à plasma permet le renouvellement du gaz à la surface du silicium, les impuretés sont ainsi évacuées dans le gaz de sortie. Pour que les espèces réactives du plasma réagissent avec les impuretés, celles-ci doivent diffuser à l'interface du silicium liquide. Le brassage électromagnétique du silicium permet le renouvellement de la surface du bain et favorise la diffusion des impuretés à l'interface. Ce traitement est efficace pour volatiliser le bore et le carbone ainsi qu'une purification du silicium en calcium et en aluminium [12].

Le brassage électromagnétique

Le mécanisme du brassage électromagnétique est basé sur la production d'un champ de force de Lorentz dans le matériau, provoquant l'apparition d'une convection forcée dans la partie liquide et pâteuse. En effet, si on considère un échantillon métallique entouré d'une bobine d'induction, la circulation d'un courant \mathbf{j} dans les spires d'induction, crée un champ magnétique \mathbf{B} , qui pénètre dans l'échantillon et génère un courant induit \mathbf{j}_{ind} , dont le sens est opposé à \mathbf{j} . l'interaction entre le courant induit et le champ magnétique crée un champ de force \mathbf{F} de Lorentz, l'expression de cette dernière est [33] :

$$\mathbf{F} = \mathbf{j}_{ind} \cdot \mathbf{B}$$

Où \mathbf{F} : la force de Lorentz.

\mathbf{j}_{ind} : la densité de courant induite dans le matériau.

\mathbf{B} : le champ magnétique appliqué.

Le point clé du procédé réside dans le brassage qui permet le renouvellement de l'interface. L'induction est un moyen efficace pour brasser et chauffer le silicium [12] :

- Elle favorise le transfert des impuretés du bain vers la surface.
- Elle contrôle et homogénéise la température du silicium liquide dans le bain.

I. Etude bibliographique

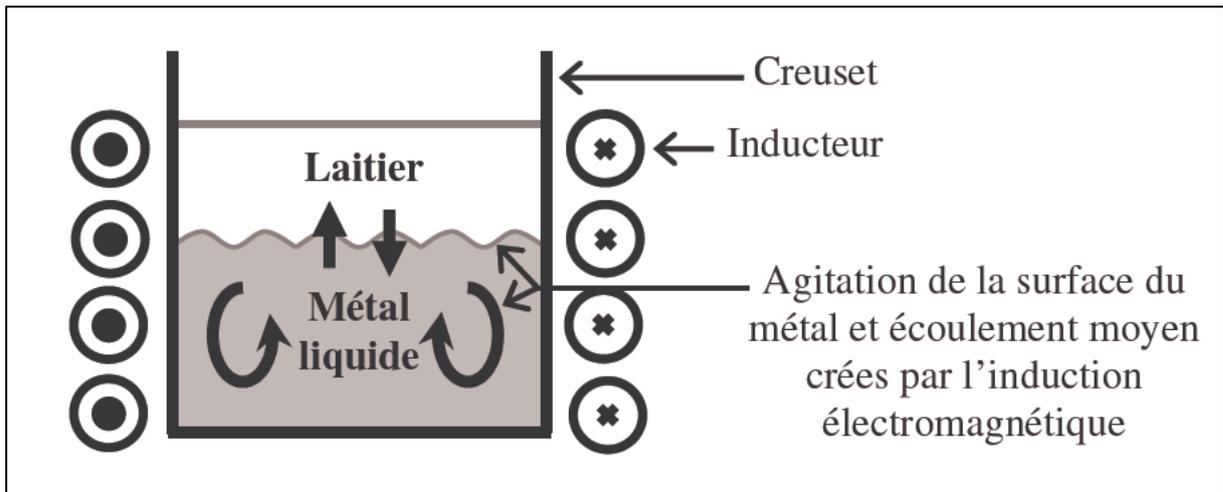


Figure I-23 : Schéma de principe du procédé électromagnétique utilisant un champ magnétique alternatif [33].

Après la purification, le silicium peut être solidifié soit par une solidification contrôlée et dirigée soit elle est effectuée dans une lingotière.

I.2.7 Elaboration des monocristaux

I.2.7.1 La méthode Czochralski

Pour produire du silicium monocristallin, on utilise la même technique que dans l'industrie des composants électroniques. La méthode Czochralski est l'une des seules permettant d'obtenir de gros monocristaux de qualité optique suffisante. Le matériau à élaborer est d'abord porté à la fusion dans un creuset (figure I-24). Un germe monocristallin est approché du centre de la surface du bain, avec laquelle il est mis en contact. Le liquide remonte par capillarité le long du germe, créant une interface triple liquide-solide-gaz. Le germe est ensuite lentement tiré vers le haut, à des vitesses de l'ordre du millimètre par heure, pour former un monocristal. L'ensemble de la croissance est effectuée en maintenant le cristal en rotation, de manière à homogénéiser le bain et à contrôler la forme de l'interface solide/liquide [34].

I. Etude bibliographique

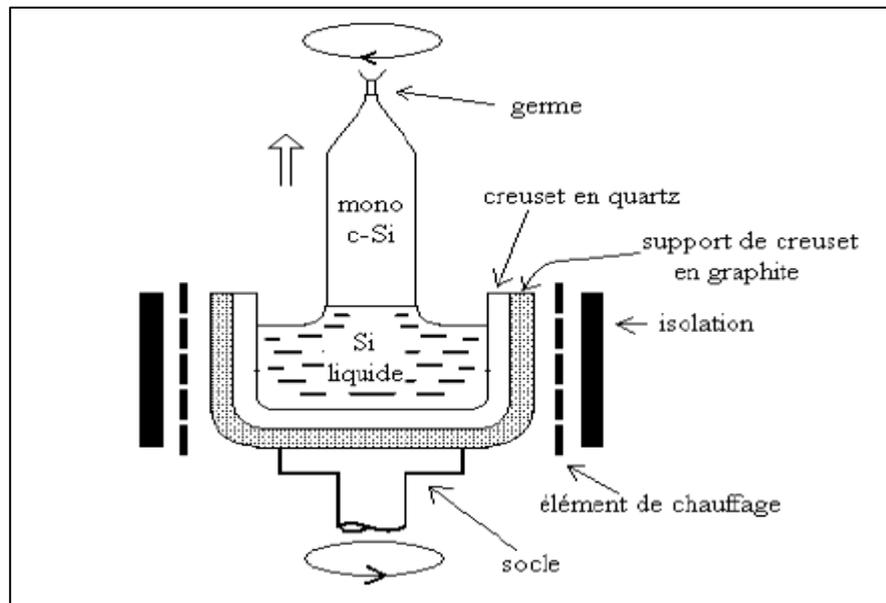


Figure I-24 : Méthode de Czochralski [35].

La figure I-25 présente 2 cristaux obtenus par la méthode Czochralski

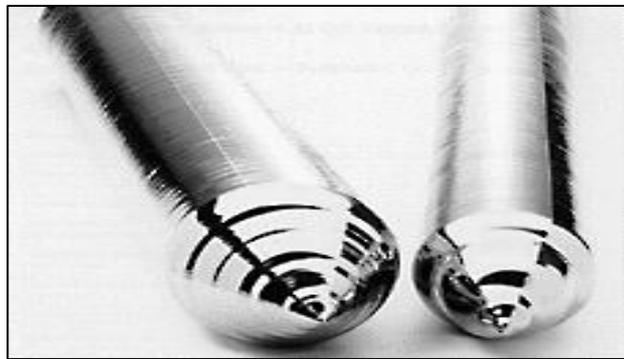


Figure I-25: Lingots de silicium monocristallin [35].

Les avantages du procédé Czochralski proviennent de l'absence de contact cristal-creuset et de la possibilité d'élaborer des cristaux de diamètre important avec des vitesses de tirage relativement élevées (au moins de l'ordre du centimètre par heure).

Par contre, la stabilisation de la position de l'interface de solidification et du diamètre nécessitent un gradient de température axial élevé (de l'ordre de $50^{\circ}\text{C}/\text{cm}$), ce qui augmente les contraintes thermomécaniques dans le cristal ce qui induisent des défauts cristallins.

I. Etude bibliographique

I.2.7.2 La méthode Bridgman

La spécificité de la méthode Bridgman est l'emploi d'un creuset qui contient la charge polycristalline et un germe monocristallin. Cette charge polycristalline est fondue ainsi qu'une partie du germe, puis le creuset est déplacé dans un gradient de température à une vitesse contrôlée. La solidification s'opère ainsi à partir du germe orienté. On distingue la méthode Bridgman verticale (VB) et la méthode Bridgman horizontale (HB).

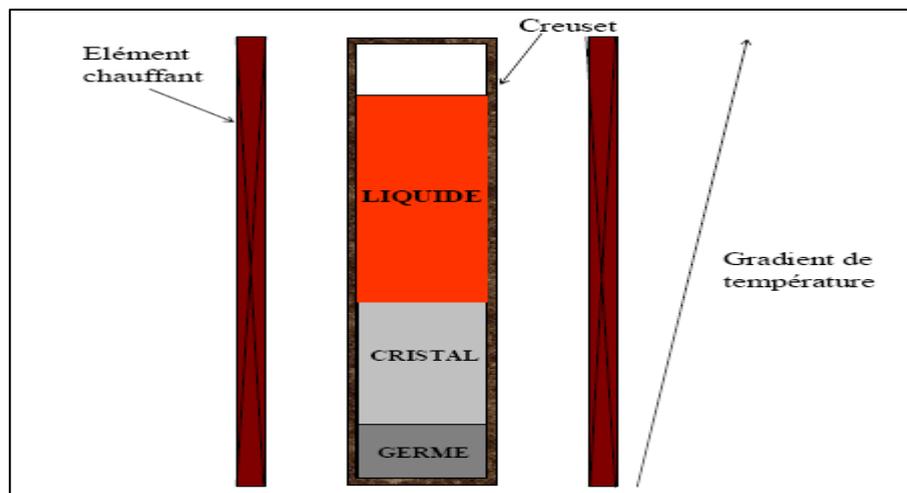


Figure I-26 : Schéma de principe de la méthode Bridgman verticale (VB) [36].

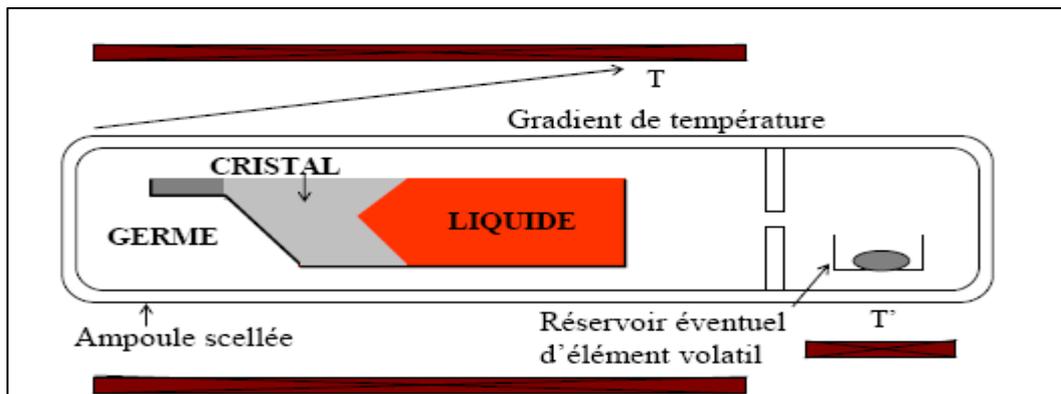


Figure I-27: Schéma de principe de la méthode Bridgman horizontale (HB) [36].

La méthode Bridgman présente plusieurs avantages dont le principal est le contrôle du gradient de température indépendamment de la vitesse de solidification. Les valeurs du gradient de température imposés peuvent être faibles et sont souvent inférieures à $10^{\circ}\text{C}/\text{cm}$. Le creuset permet de contrôler facilement les dimensions et la forme du cristal.

I. Etude bibliographique

L'inconvénient majeur du procédé Bridgman est l'emploi d'un creuset qui constitue une source de pollution et produit des nucléations parasites, des contraintes thermiques dans les cristaux et des contraintes de dilatation différentielle.

I.2.7.3 La méthode de la zone flottante (FZ)

La méthode de la zone flottante permet de fabriquer des monocristaux de très haute pureté. Elle permet d'une part de purifier un barreau de silicium polycristallin et d'autre part de le transformer en un monocristal d'orientation cristalline et de diamètre contrôlés. La solidification est initiée au moyen d'un germe monocristallin qui sélectionne l'orientation du monocristal massif. Les différentes étapes de l'opération sont illustrées schématiquement sur la figure I-28.

L'extrémité inférieure du barreau polycristallin est fondue, après un préchauffage par passage d'un courant à effet joule, dans le barreau. Le germe monocristallin est orienté et plongé depuis le bas dans la goutte de silicium fondu. La zone fondue est progressivement déplacée vers le haut du cristal, elle est maintenue par tensions superficielles. Un contrôle judicieux des températures, des vitesses de déplacement et de rotation conduit à la recristallisation de tout le barreau [35].

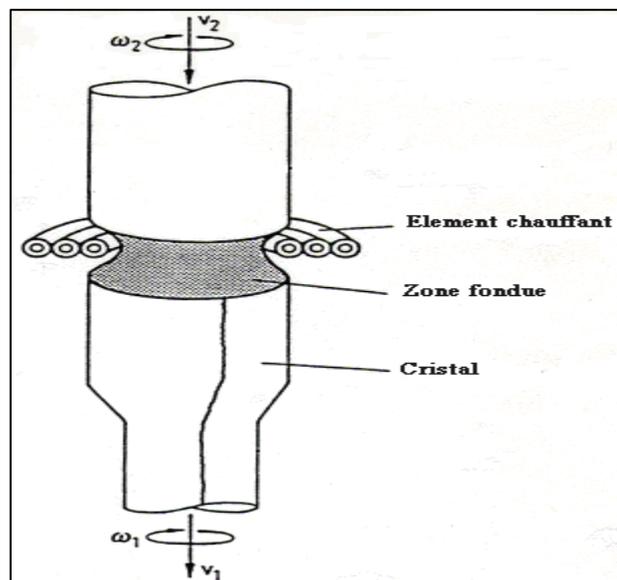


Figure I-28 : Schéma de principe de la méthode de la Zone Flottante (FZ) [35].

L'avantage majeur de ce procédé est l'absence de contact du liquide et du solide avec le creuset, ce qui évite la contamination. Le contrôle de la composition chimique du liquide par l'ajout d'une source externe d'élément volatil est facilité par le rapport surface/volume important de la méthode.

Cette méthode présente un inconvénient majeur de par la limitation du diamètre des échantillons [37].

I. Etude bibliographique

I.2.8 Cristallisation des lingots et mise en forme des plaques en silicium

Le principe d'élaboration des lingots de silicium polycristallin est basé sur une méthode de cristallisation orientée dans un creuset fixe soumis à un écoulement de chaleur unidirectionnel.

La fusion de la charge de silicium est réalisée dans un creuset en graphite calorifugé sur toute sa surface. L'ajout d'un agent encapsulant à la charge permet d'éviter la contamination du silicium par le creuset et facilite la récupération du lingot comme le dépôt d'une couche en nitrure de silicium Si_3N_4 [38].

La température du bain est stabilisée à une température légèrement supérieure à la température de fusion du silicium (1420°C). La cristallisation est obtenue en supprimant une partie du calorifuge de la paroi inférieure du creuset. Ceci permet l'évacuation de la chaleur latente de solidification et conduit à une solidification dirigée qui peut se faire de plusieurs manières :

- Le creuset est fixe (silicium fondu par induction) et on établit un gradient de température entre le haut et le fond (Polix) (figure I-29).

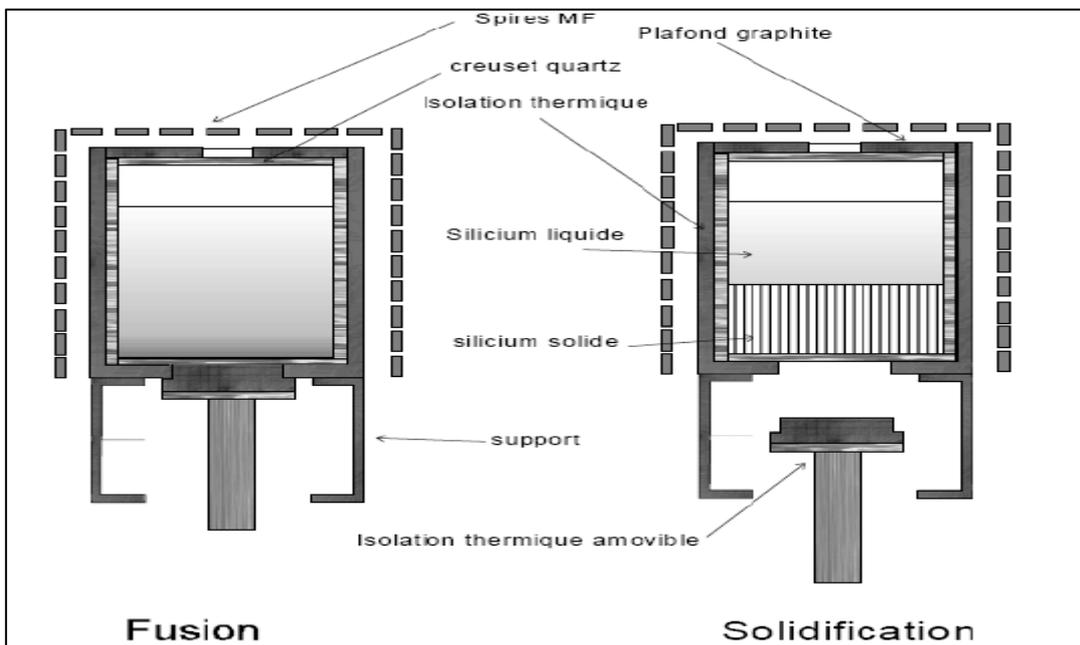


Figure I-29: Procédé Polix pour la solidification unidirectionnelle du silicium multicristallin [39].

Cette technique de cristallisation avec creuset fixe simplifie la technologie et favorise la planéité du front de solidification. L'encapsulation des lingots est aussi utilisée pour éviter la diffusion des impuretés du creuset vers le silicium.

- Le creuset se déplace dans un four à gradient de température (méthode Bridgman) (figure I-30).

I. Etude bibliographique

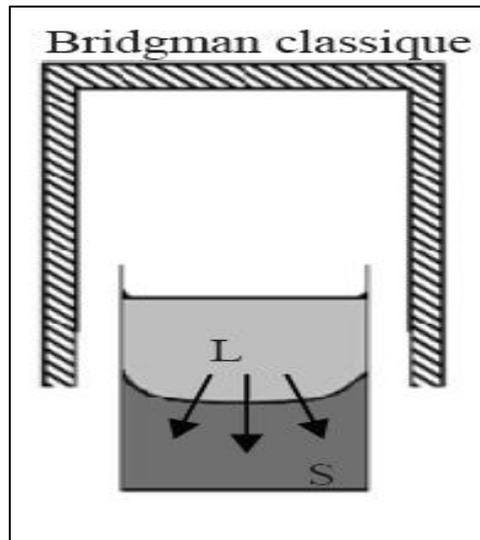


Figure I-30 : Procédé Bridgman pour la solidification dirigée de silicium multicristallin [11].

La phase suivante consiste à récupérer le lingot par retournement du creuset en utilisant les propriétés de l'agent encapsulant.

L'élimination des impuretés se fait par ségrégation. Plus solubles en phase liquide que solide, les impuretés vont migrer vers les zones se solidifiant en dernier. Pour le cas d'un refroidissement par le bas, elles vont se concentrer sur le haut du lingot (figure I-31).

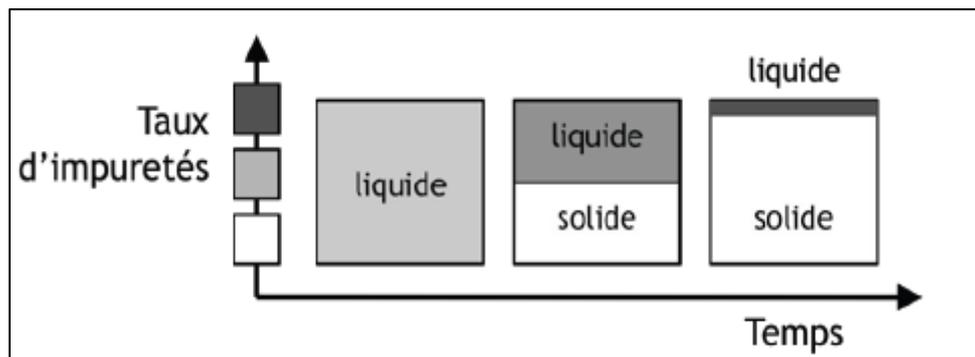


Figure I-31 : Mécanisme de ségrégation des impuretés lors de la cristallisation [27].

Les lingots monocristallins et les briques multicristallines sont ensuite découpés en tranches par une scie à fil, à une épaisseur d'environ 250 μm . il faut souligner une perte importante de matériau lors du sciage (30 à 40 % non recyclé). Les plaquettes sont alors prêtes à suivre les étapes de réalisation de cellules photovoltaïques.

I. Etude bibliographique



Figure I-32 : Blocs de silicium à gauche, plaquette à droite [12] .

I.2.9 Dopage de silicium

I.2.9.1 Dopage de type N

Un atome de Si possède quatre électrons, dont chacun est en liaison covalente avec un des quatre atomes adjacents de Si. On y ajoute maintenant, à titre d'impureté de substitution, un atome d'impureté de valence 5, soit un atome des éléments du groupe VA du tableau périodique (par exemple P, As ou Sb). Seuls quatre des cinq électrons de valence de ces atomes d'impuretés peuvent participer à la liaison puisqu'il n'y a que quatre liaisons possibles avec les atomes voisins. L'électron excédentaire est ici faiblement lié à la région entourant l'atome d'impureté par une légère attraction électrostatique. L'énergie de liaison de cet électron étant relativement peu prononcée, il est alors facile à retirer de l'atome d'impureté et devient ensuite un électron libre ou conducteur [40].

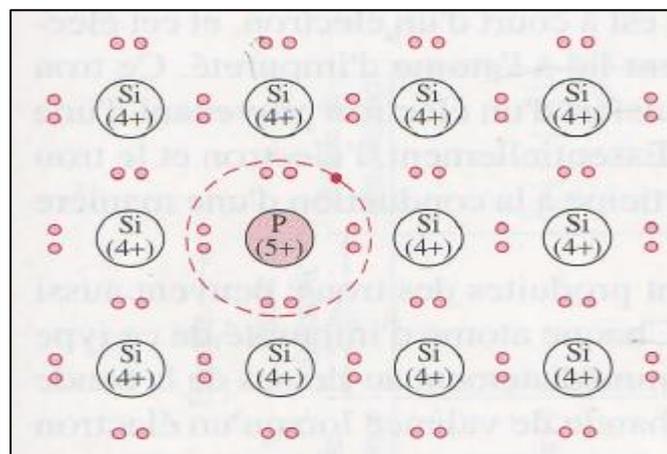


Figure I-33 : le silicium dopé n [40].

I. Etude bibliographique

I.2.9.2 Dopage de type P

L'ajout au silicium d'impuretés de substitution trivalentes telles que l'aluminium, le bore et le gallium, du groupe IIIA du tableau périodique, produit l'effet opposé. Une des liaisons covalentes de chacun de ces atomes est à court d'un électron, et cet électron manquant peut être assimilé à un trou faiblement lié à l'atome d'impureté. Ce trou peut être libéré de l'atome d'impureté par suite du transfert d'un électron provenant d'une liaison adjacente [40].

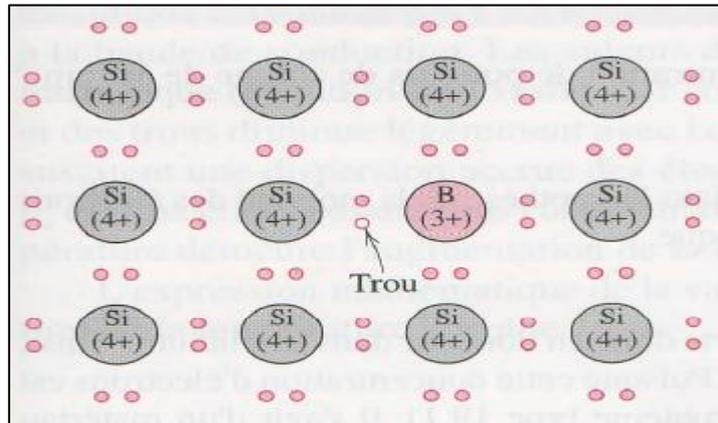


Figure I-34 : le silicium dopé p [40].

I.2.10 La fabrication des cellules photovoltaïques

Pour fabriquer la cellule photovoltaïque il faut suivre l'enchaînement des étapes suivant :

- Décapage : des plaques dopées p à partir de bore lors de la cristallisation ont été décapées dans un bain chimique afin d'éliminer les défauts superficiels créés par le sciage.
- Texturation : la texturation de la surface en petites pyramides ou entonnoirs permet d'améliorer la collecte des photons dans toutes les directions en réduisant la réflexion.
- Dopage : la zone dopée n est formée par diffusion de phosphore.
- Bords de plaque : la couche n+ est retirée des bords de plaque pour séparer l'émetteur de la face arrière.
- La couche anti-reflet : une couche anti-reflet à base d'oxydes ou de nitrure de silicium ou d'oxydes métalliques est déposée en face avant. Elle sert à passiver la surface en limitant les recombinaisons entre charges afin de conserver la conductivité du matériau.
- Champ face arrière : la face arrière est dopée p+ par diffusion d'aluminium. Cette couche joue aussi un rôle de conducteur ohmique avec l'électrode arrière.
- Métallisation : les contacts électriques sont des métaux déposés en face avant (électrode -) et en face arrière (électrode +).

I. Etude bibliographique

La figure I-35 montre en coupe la composition d'une cellule au silicium cristallin

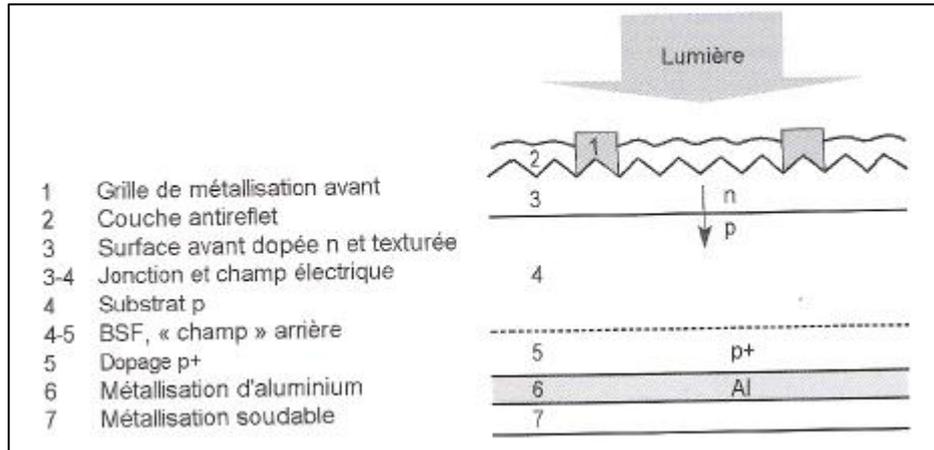


Figure I-35 : la composition d'une cellule au silicium cristallin [3].

Chapitre II :

Techniques expérimentales

II. Techniques expérimentales

II.1 Prélèvement des échantillons

Les échantillons sont tirés de lingot en forme de semi cylindre tiré par la méthode de BRIDJMAN au quel on fait un découpage longitudinal (figure I-1).

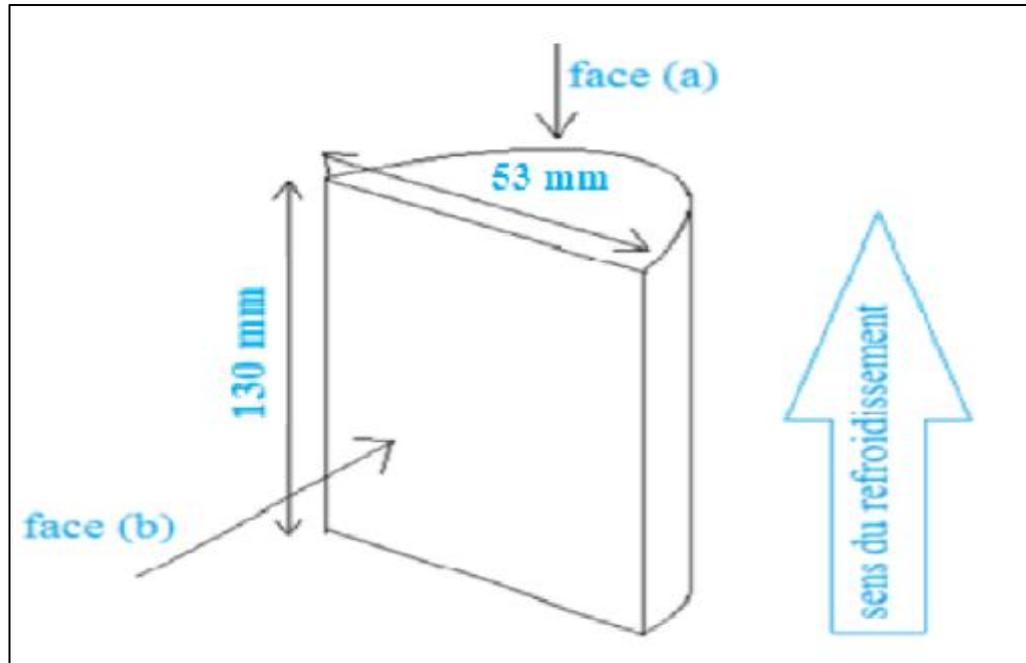


Figure II-1 : Forme, dimension (mm) et plans de découpe des échantillons.

II.1.2 Echantillons de base

Nous avons travaillé avec trois types d'échantillon issus de 3 lingots coulés à l'aide du silicium métallurgique Ferropem par la méthode de Bridgman, sans brassage et avec brassage électromagnétique à 150A et 250A. Le brassage sert principalement à distribuer en volume les éléments chimiques existants d'une manière homogène.

II.1.3 La découpe des échantillons

La découpe des échantillons est faite avec une micro-tronçonneuse (figure II-2), chaque type d'échantillon parallélépipédique est découpé en 4 suivant le refroidissement dirigé de bas vers le haut, et chaque position est découpée en 3 échantillons (un milieu et deux côtés de lingot).

II. Techniques expérimentales



Figure II-2 : micro-tronçonneuse.

La figure II-3 montre la position des différents échantillons de lingot pour les trois types du silicium.

- (a) Silicium métallurgique Ferropem sans brassage électromagnétique (expérience 17).
- (b) Silicium métallurgique Ferropem avec brassage électromagnétique 150 A (expérience 18).
- (c) Silicium métallurgique Ferropem avec brassage électromagnétique 250 A (expérience 19).

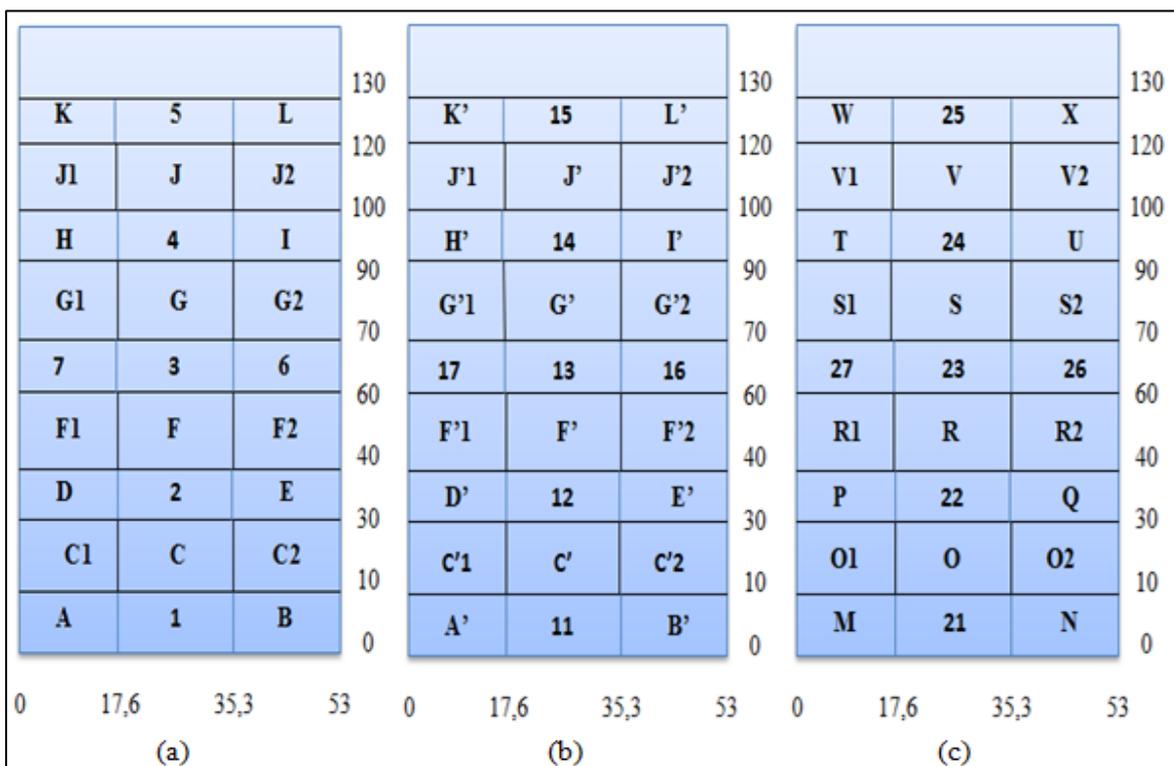


Figure II-3 : les positions des trois types d'échantillons suivant le refroidissement dirigé.

II. Techniques expérimentales

Les positions des échantillons des trois types de silicium sur lesquels on a travaillé sont :

- Pour le silicium Ferropem métallurgique sans brassage : C, F, G et J.
- Pour le silicium Ferropem métallurgique avec brassage 150 A : C', F', G' et J'.
- Pour le silicium Ferropem métallurgique avec brassage 250 A : O, R, S et V.

Vu que les échantillons des deux côtés sont identiques à cause de la symétrie lors de leur refroidissement on travaillera principalement sur un échantillon tiré du milieu et un des deux cotés (figure II-4).

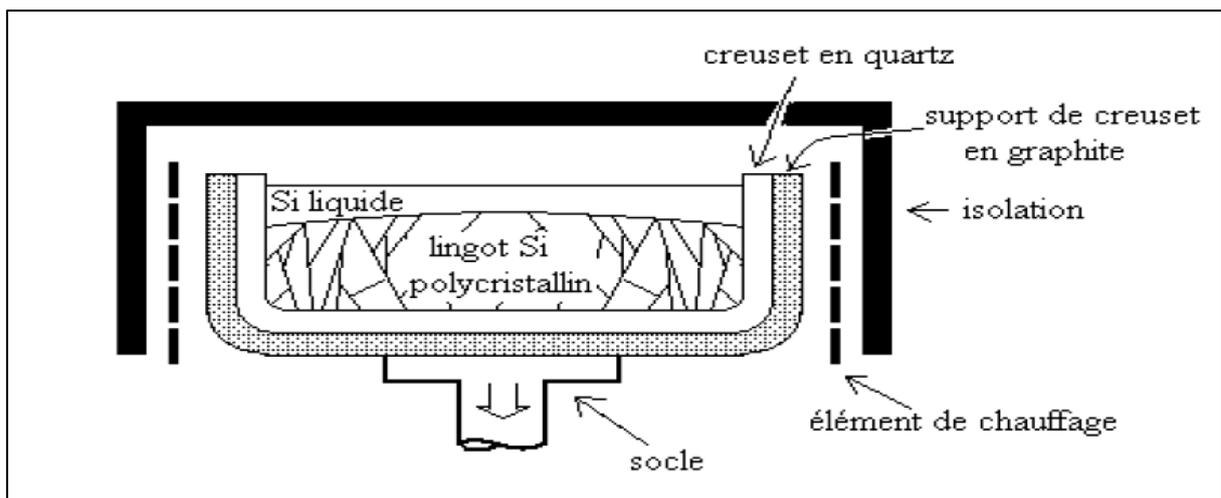


Figure II-4 : le refroidissement unidirectionnel du silicium polycristallin [35].

II.2 Préparation métallographique

II.2.1 Polissage

Le polissage permet d'obtenir une surface lisse, plane, non rugueuse et d'éliminer la couche d'oxyde superficielle.

Le polissage a été effectué en deux étapes :

- Polissage grossier (abrasion) :
Tout d'abord on a enlevé les angles et les arrêtes des échantillons en utilisant un papier abrasif de granulométrie 240 de façon à obtenir des arrondis. Ensuite on a effectué de polissage respectivement avec les papiers 600, 800, 1000 et 1200, en utilisant de l'eau comme lubrifiant, cela pour enlever la couche d'oxyde et améliorer l'état de surface.

II. Techniques expérimentales

- Polissage de finition :

Ce polissage de finition a été réalisé sur un drap fin et doux fixé sur un disque rotatif, en utilisant comme lubrifiant la poudre d'alumine de granulométrie $0,3\mu\text{m}$ mélangée avec l'eau distillée, pour obtenir des surfaces miroirs.

Après le polissage, les échantillons sont rincés avec l'eau distillée et bien séchés.



Figure II-5 : la polisseuse de travail de type HITECH.

II.2.2 L'attaque chimique

II.2.2.1 Mise en évidence des joints de grain

Lors de notre étude bibliographique, on a trouvé deux solutions permettant de révéler les joints de grain ainsi que leur direction:

$\text{H}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ / HF avec des concentrations respectives 1 et 2.

HNO_3 / CH_3COOH / HF avec des concentrations respectives : 5, 3 et 2.

Les produits HNO_3 / CH_3COOH / HF sont d'origine respectivement de concentration 69%, 90% et 48%.

Vue la disponibilité des produits on a eu recours au 2^{ème} réactif:

Ensuite on a rincé avec de l'eau distillée et on a bien séchés.

La durée de l'attaque est de 30 s.

II. Techniques expérimentales

II.2.2.2 Mise en évidence des dislocations et les macles

Pour la mise en évidence des dislocations et les macles, on a eu recours à la solution suivante :

HF/CH₃COOH/HNO₃ avec des concentrations respectives : 36 ; 15 et 2

Les produits HF/CH₃COOH/HNO₃ sont d'origine respectivement de concentration 100%, 99% et 69%.

Démarche suivie pour la mise en évidence des dislocations :

- Rinçage pendant 30 secondes avec (HF/CH₃COOH/HNO₃) de concentrations respectives 1, 0 et 9.
- Attaque chimique avec la solution (HF/CH₃COOH/HNO₃) de concentrations respectives de 36, 15 et 2.
- Rinçage pendant 2 secondes avec (HF/CH₃COOH/HNO₃) de concentrations respectives 1, 0 et 9.
- Lavage à l'eau distillée.
- Lavage au Solvant Alcool méthylique
- Séchage.

II.3 Observation métallographique

Il est important de connaître les éléments structuraux et les défauts qui déterminent les propriétés des matériaux, non seulement pour s'assurer dans un premier temps que l'on comprend bien les relations entre les propriétés, la structure et les défauts des matériaux, mais aussi pour être en mesure ensuite de prévoir leur comportement. En ce sens, les techniques de microscopie les plus courantes sont très utiles.

En microscopie, on utilise couramment le microscope optique. Cet équipement est d'une grande utilité dans l'étude de la microstructure des matériaux, et on leur adjoint souvent des appareils photographiques permettant d'obtenir des images appelées micrographies.

II.3.1 Propriétés optiques des solides

Interactions de la lumière avec des solides

Lorsque la lumière passe d'un milieu à un autre (de l'air à un solide), il se produit plusieurs phénomènes. Ainsi, une partie du rayonnement lumineux est transmise dans le l'échantillon, une autre partie est absorbée et une dernière partie est réfléchi à l'interface des deux milieux (figure II-6). L'intensité totale I_0 du faisceau incident à la surface du milieu solide est égale à la somme de l'intensité partielle des faisceaux transmis, absorbé et réfléchi, notés I_T , T_A , et I_R respectivement :

II. Techniques expérimentales

$$I_0 = I_T + I_A + I_R \quad (1)$$

L'intensité du rayonnement, exprimée en watts par mètre carré, correspond à l'énergie transmise dans le milieu par unité de temps et par unité de surface perpendiculaire à la direction de la propagation.

L'équation (1) peut aussi prendre la forme suivante :

$$T + A + R = 1 \quad (2)$$

Où T, A et R représentent respectivement la transmittance (I_T / I_0), l'absorbance (I_A / I_0) et la réflectance (I_R / I_0), soit les parties du faisceau incident qui sont transmises, absorbées et réfléchies par un matériau, dont la somme doit être égale à l'unité puisque la totalité du faisceau incident est transmise, absorbée ou réfléchi [40].

Où:

- Φ_0 flux du rayonnement incident.
- Φ_r flux du rayonnement réfléchi.
- Φ_t flux du rayonnement réfracté.

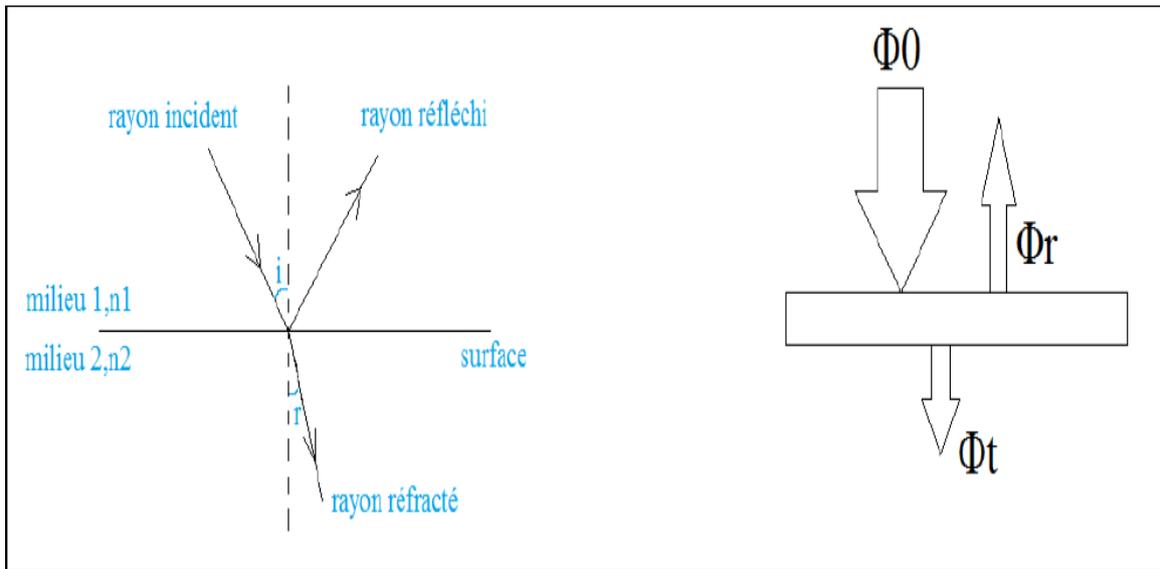


Figure II-6 : Effet de la lumière dans un matériau : réflexion, réfraction, absorption [41].

II. Techniques expérimentales

II.3.2 Observation de la macrostructure (macroscopie)

Après le polissage et l'attaque chimique, on pouvait voir les grains d'une manière approximative à l'œil nu donc pour avoir de bonnes images révélant les joints de grains des échantillons, on a eu recours à un microscope binoculaire ayant des grossissements inférieurs à 50 fois (figure II-7).

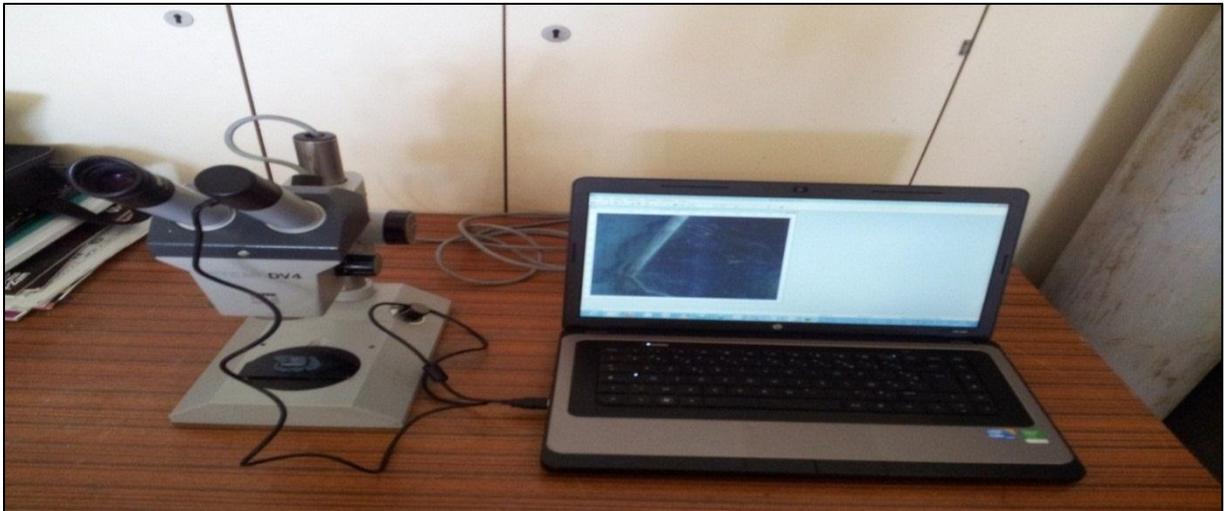


Figure II-7 : microscope binoculaire.

II.3.3 Observation des macles et les dislocations

Après avoir effectué l'attaque chimique pour la mise en évidence des macles et des dislocations, on a eu recours à un microscope optique avec des grossissements de 50, 100 et 200 (figure II-8).



Figure II-8 : Microscope optique.

II. Techniques expérimentales

II.4 Méthode quantitative pour la détermination de la taille moyenne des grains

La norme NFA04-102 permet de définir une taille de grains moyenne pour un matériau polycristallin dense et monophasé à partir d'un champ circulaire ou carré (figure II-9).

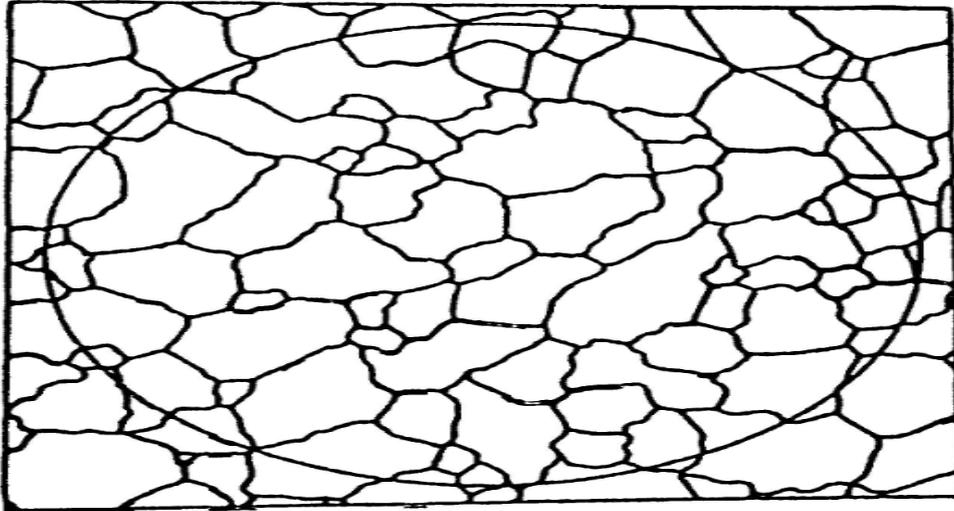


Figure II-9 : image type de la norme NFA04-102, schématisant un alliage monophasé polycristallin pour lequel une taille moyenne des grains est recherchée.

Le nombre de grains pris en compte est :

$$n = n_1 + \frac{1}{2} n_2$$

ou n_1 est le nombre de grains contenus entièrement dans le champ, et n_2 le nombre de grains coupés par le bord du champ. Le facteur $\frac{1}{2}$ est une façon de prendre en compte le problème de bord du champ.

Le nombre de grains par unité d'aire est :

$$m = \frac{n}{A}$$

Ou A est l'aire du champ.

Le diamètre équivalent moyen est défini

$$dm = \frac{1}{\sqrt{m}}$$

II. Techniques expérimentales

II.5 Diffraction aux rayons X

La diffraction des rayons X est une méthode universellement utilisée pour identifier la nature et la structure des produits cristallisés. En effet, cette méthode ne s'applique qu'à des milieux cristallins (roches, cristaux, minéraux, pigments, argiles...) présentant les caractéristiques de l'état cristallin, c'est-à-dire un arrangement périodique, ordonné et dans des plans réticulaires tridimensionnels des atomes constitutifs. Les atomes s'organisent donc en plans réticulaires plus ou moins denses qui sont désignés par leurs coordonnées (h, k, l) dans un système de repérage de l'espace. La méthode permet ainsi clairement de distinguer les produits amorphes (verre..) des produits cristallisés [42].

II.5.1 Nature des rayons X

Les rayons X sont des rayonnements électromagnétiques dont la longueur d'onde λ est comprise entre 10^{-11} et 10^{-9} m, soit entre 0,1 et 10 Å.

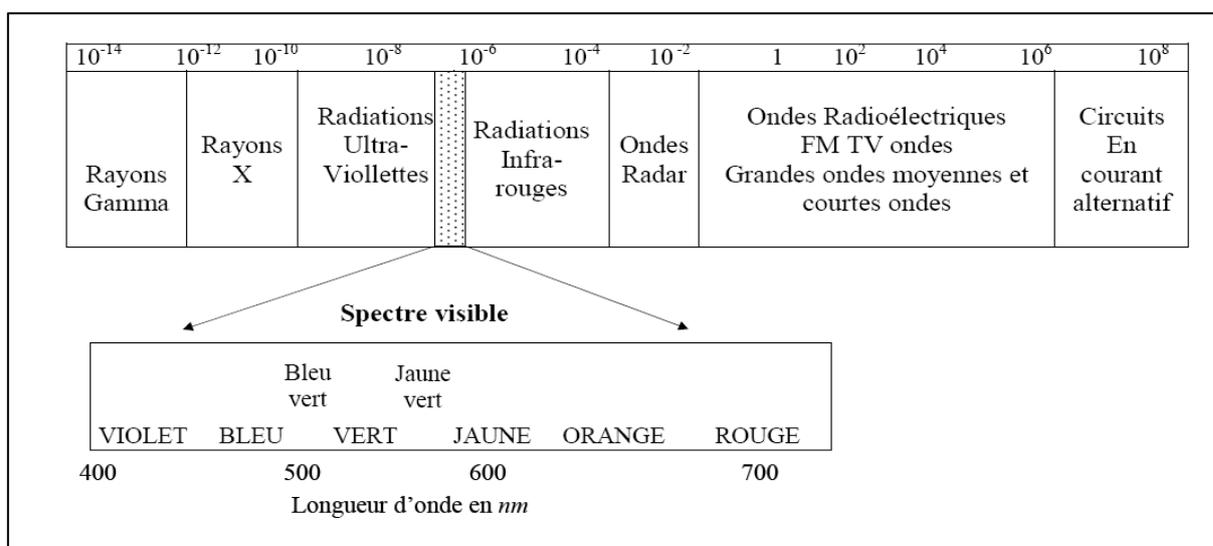


Figure II-10: Les RX dans l'échelle des longueurs d'onde des rayonnements électromagnétiques [42].

II.5.2 Production des rayons

La source actuelle des rayons X est appelée le tube de Coolidge, c'est un tube à vide poussé comportant deux électrodes (figure II-11) [42]:

- Une cathode émettrice d'électrons qui est un filament de tungstène chauffé par effet thermoïonique.
- Et une anticathode représentant la cible métallique qui est portée, dans les tubes ordinaires, à un potentiel positif de l'ordre de 10 à 50 Kv.

II. Techniques expérimentales

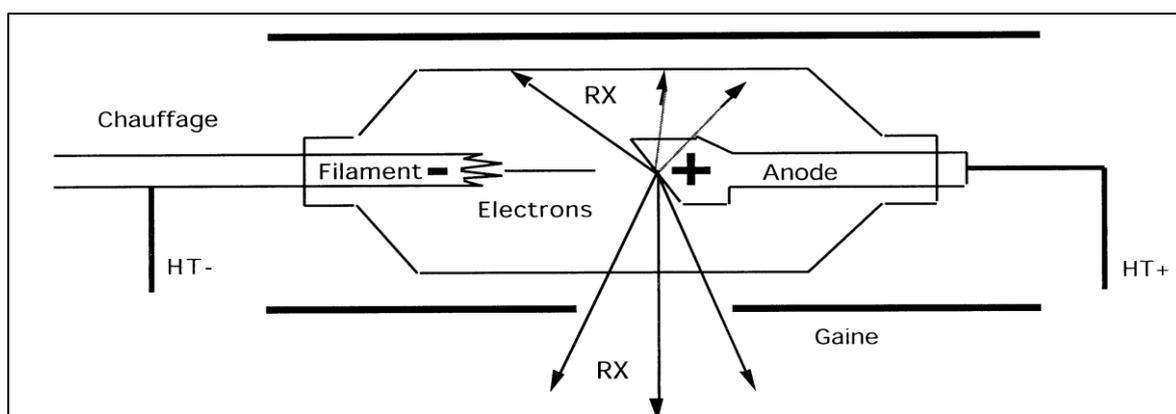


Figure II-11 : Schéma d'un tube à rayons X [42].

C'est cette très haute tension (THT) qui accélère les électrons du filament pour aller bombarder la cible et produire les rayons X. Cette dernière doit être refroidie, car la plus grande partie de l'énergie cinétique des électrons est transformée en chaleur. Moins de 1% de cette énergie est transformée en rayons X. La distribution spectrale d'un tube à rayons X est composée d'un rayonnement continu (rayonnement de freinage) et de radiations caractéristiques du matériau composant la cible. Le tube est muni d'une fenêtre en béryllium pour absorber les rayonnements visibles.

II.5.3 Description de montage

Un diffractomètre conventionnel est composé d'un tube à rayons X, d'un goniomètre, d'un système de fentes, d'un détecteur et de l'échantillon (figure II-12).

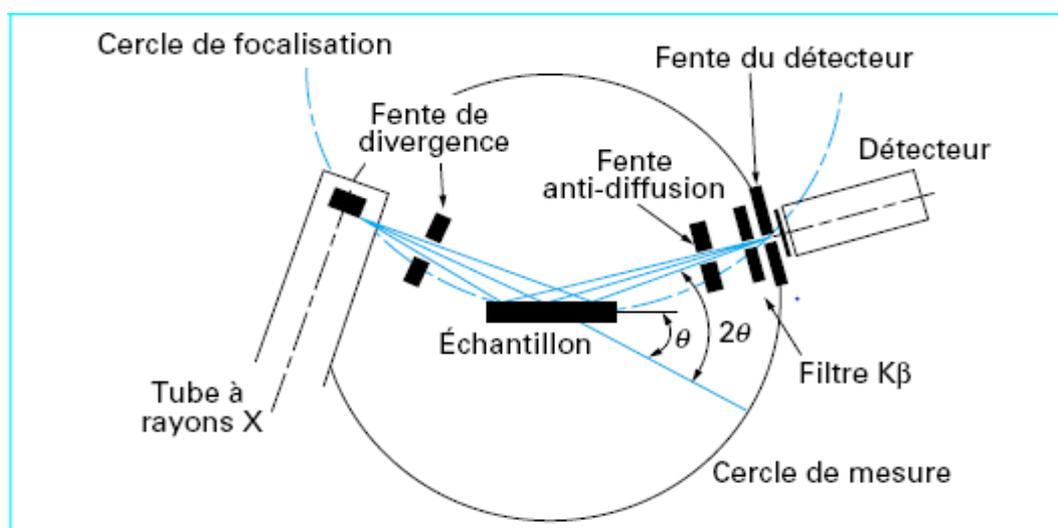


Figure II-12: schéma d'un diffractomètre [43].

Le faisceau divergent, issu du tube à rayons X, est focalisé par l'échantillon s'il existe des plans inter réticulaires d'espacement d correspondant à l'angle θ formé par le faisceau incident et l'échantillon. Ce rayonnement diffracté converge en un point situé sur

II. Techniques expérimentales

le cercle de focalisation. Un balayage de l'angle de diffraction est obtenu à l'aide d'un goniomètre nommé θ - 2θ où l'échantillon plan effectue une rotation avec un mouvement uniforme de vitesse angulaire θ , tandis que le détecteur avec sa fente réceptrice placée sur le point de focalisation tourne autour de l'échantillon avec une vitesse 2θ .

II.5.4 Diffraction des RX par les cristaux

Les corps cristallins peuvent être considérés comme des assemblages des plans réticulaires plus ou moins denses. Ces plans réticulaires sont séparés par des distances caractéristiques (d) selon la nature du cristal considéré [42].

Avec un rayonnement de longueur d'onde suffisamment petit on peut obtenir des diffractions par les plans réticulaires. Cette réflexion est d'autant plus intense que le plan est « dense » c.-à-d. riche en atomes.

On assiste au phénomène de diffraction dans une direction donnée, si les ondes du rayonnement diffusées par les nœuds des différents plans réticulaires du réseau cristallin engendrent une interférence constructive dans cette même direction. Cette condition s'exprime de manière simple soit dans le réseau direct, en considérant les familles des plans (hkl) dans le réseau direct (condition de Bragg), soit par la condition de Laue, en considérant les rangées $[hkl]^*$ du réseau réciproque.

II.5.5 Condition de Bragg

Soient deux ondes arrivant sur deux plans réticulaires sous un angle d'incidence θ et diffusées sous le même angle (figure II-13). La différence de marche entre les ondes, entre les plans (P) et (P') est donnée par :

$$\delta = HO + O'H' = 2d_{(hkl)} \sin \theta_{(hkl)}$$

La diffraction aura lieu quand la condition d'interférence constructive est vérifiée, à savoir :

$$\delta = n \lambda$$

Avec d : distance inter-réticulaire séparant deux plans de même famille (hkl),

λ : longueur d'onde du rayonnement diffracté,

n : l'ordre de diffraction (nombre entier)

La condition de diffraction, dite de Bragg est alors :

$$2d(hkl) \sin \theta(hkl) = n(hkl) \lambda$$

II. Techniques expérimentales

Cette équation représente la relation fondamentale qui régit la diffraction.

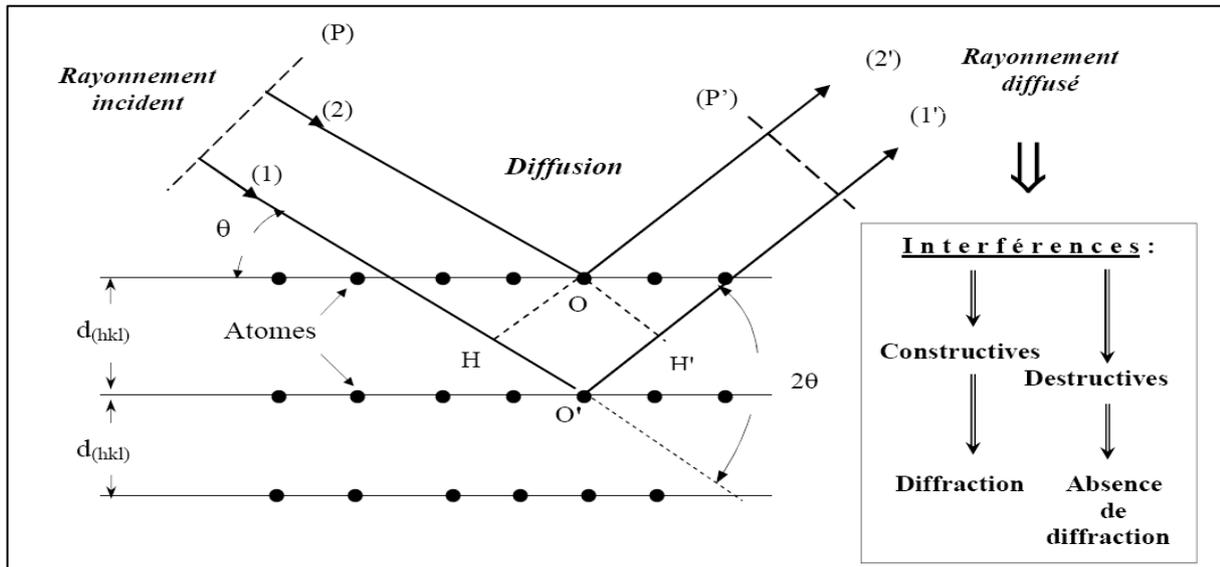


Figure II-13 : Principe de la loi de Wulff-Bragg [42].

Les directions des faisceaux diffractés dépendent des dimensions du réseau cristallin ; par exemple, pour un système cubique de paramètre a , la distance inter-réticulaire d est égale à :

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

D'où

$$a = d \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

Et par conséquent, l'équation de Bragg pour un système cubique s'écrit :

$$n\lambda = \frac{2a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \sin \theta$$

II.5.6 Microdéformations

La diffraction des rayons X permet de déterminer les micro-contraintes (ou microdéformations) et les macro-contraintes. Rappelons que les microdéformations sont liées à des variations à petite échelle autour de la valeur moyenne 'd', entraînant un élargissement des raies (figure II-14-a). Pour les macro-déformations, on considère une déformation uniforme « e » d'un ensemble de grains entraînant une déformation globale des distances inter-réticulaires [43] :

II. Techniques expérimentales

$$e = \frac{\Delta d}{d_0}$$

D'une autre façon :

$$e = 1 - \frac{d}{d_0}$$

e : déformation.

d : distance inter-réticulaire du matériau contraint ou adouci.

d₀ : distance inter-réticulaire du matériau donnée par la fiche ASTM.

Une raie de diffraction correspondant à une famille de plans cristallins subira un déplacement (figure II-14-b).

Le principe de la méthode de mesure est de prendre comme jauge de déformation la distance inter-réticulaire d'une famille de plans cristallins (hkl). La mesure de la déformation 'e' est liée au déplacement $\Delta 2\theta$ d'une raie de diffraction correspondant à la famille de plans (hkl) [43].

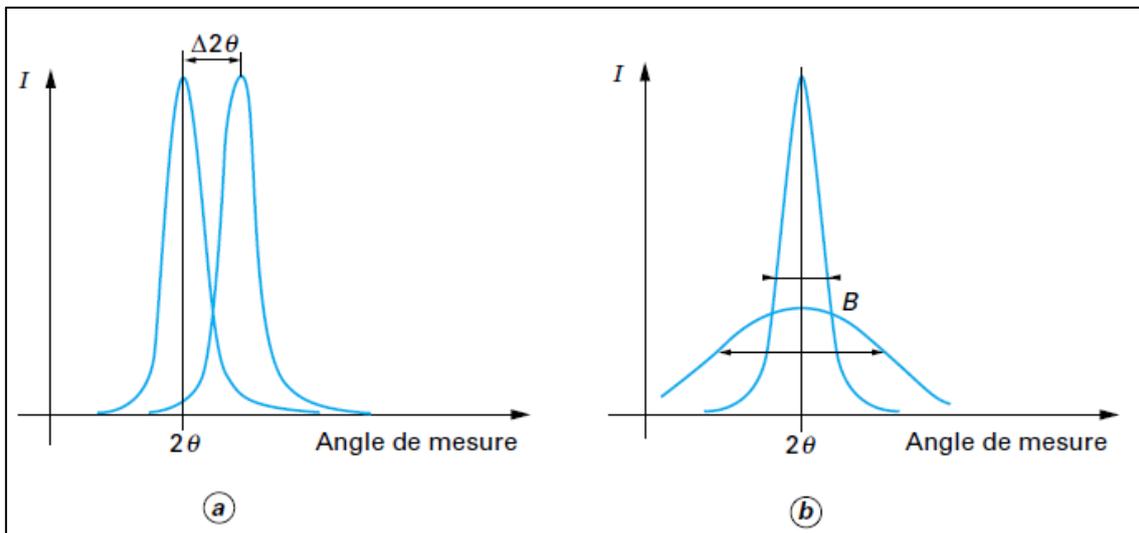


Figure II-14 : Influence des macrocontraintes « a » et des microcontraintes « b » sur les pics de diffraction des rayons X [43].

II.5.7 Conditions expérimentales

Diffractomètre PANalytical: XPERT-PRO, tube radiogène céramique à anticathode de cuivre, puissance du générateur à RX: 40 mA, 45 KV.

Logiciel pour l'acquisition des données: **DataCollector de PANalytical.**

Logiciel pour traitement des données: **HighScore Plus de PANalytical.**

Longueur d'onde CuKα [Å]: 1,5418.

II. Techniques expérimentales

Angle de départ [$^{\circ} 2\theta$]: 20,0000.

Angle final 2θ [$^{\circ}$]: 120,0000 .

Taille du pas 2θ [$^{\circ}$]: 0,0170.

Temps du pas [s]: 85.725.

II.5.8 La fiche ASTM du Si

- **Paramètres cristallographiques**

Réseau cristallin : cubique

$a = b = c = 5,4309 \text{ \AA}$

$\alpha = \beta = \gamma = 90^{\circ}$

La densité : $2,33 \text{ g/cm}^3$

- **La liste des pics**

Tableau II-1 : la liste des pics du Si.

N ^o	(h k l)	d(Å)	2 θ (°)	I (%)
1	1 1 1	3,13550	28,443	100,00
2	2 2 0	1,92010	47,304	55,00
3	3 1 1	1,63750	56,122	30,0
4	4 0 0	1,35770	69,132	6,0
5	3 3 1	1,24590	76,380	11,0
6	4 2 2	1,10860	88,029	12,0
7	5 1 1	1,04520	94,951	6,0
8	4 4 0	0,96000	106,719	3,0
9	5 3 1	0,91800	114,092	7,0
10	6 2 0	0,85870	127,547	8,0
11	5 3 3	0,82820	136,898	3,0

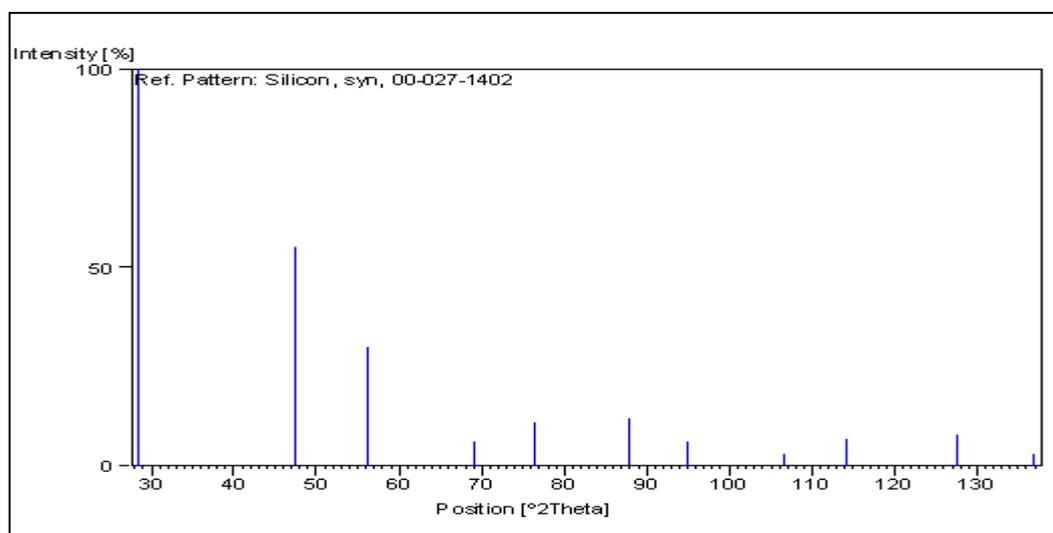


Figure II-15 : les pics des échantillons.

II. Techniques expérimentales

II.6 Détection du type de dopage par effet SEEBECK

C'est une technique qui permet la détection du type de dopage en utilisant deux pointes en contact avec les échantillons, l'une des pointes est chauffée à l'aide d'un fer à souder l'autre est à la température ambiante. Ces pointes sont reliées directement à un voltmètre qui permet de mesurer la différence de potentiel entre ces deux pointes. Si notre échantillon n'est pas dopé le voltmètre affichera des valeurs très proches de zéro, dans le cas contraire on apercevra une fluctuation positive ou négative au dépend du dopage de ce même échantillon. La manipulation réalisée est montrée sur la figure (II-15).

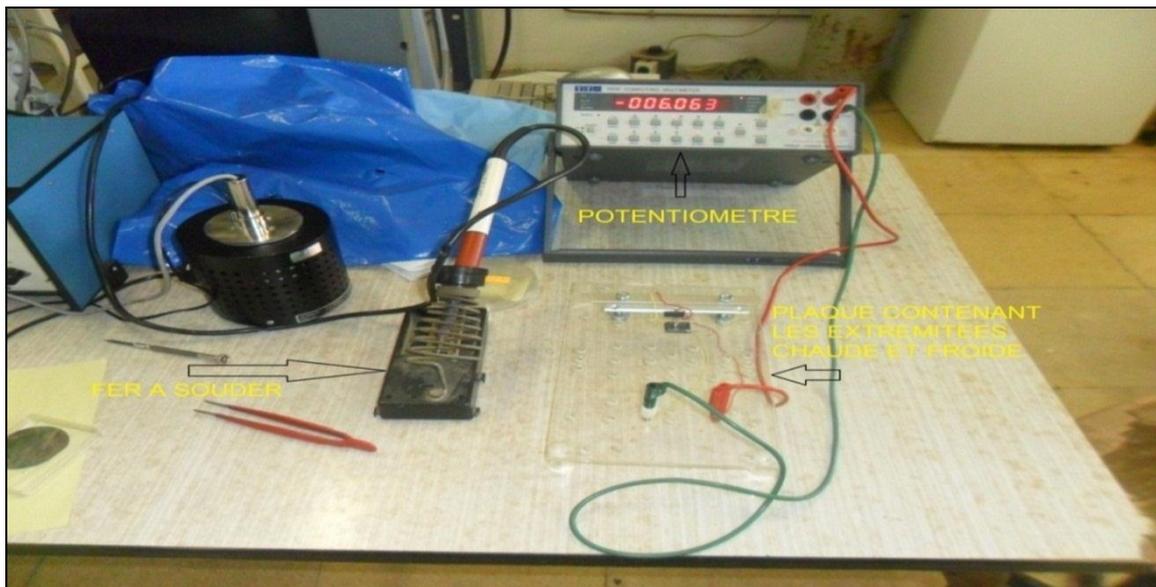


Figure II-16 : Photographie du dispositif de l'effet SEEBECK.

II.7 Mesure de la résistivité électrique par la méthode de quatre pointes

Quatre pointes sont déposées sur l'échantillon, ces dernières sont séparées par la même distance "s" (dans notre cas $s=2\text{mm}$). On applique un courant I par un générateur entre les deux pointes les plus éloignées l'une de l'autre et on mesure la tension ΔV entre les deux autres pointes à l'aide d'un voltmètre (figure II-16).

Les valeurs de courant impliqué sont entre 1 à 100 μA tous dépend des échantillons.

II. Techniques expérimentales

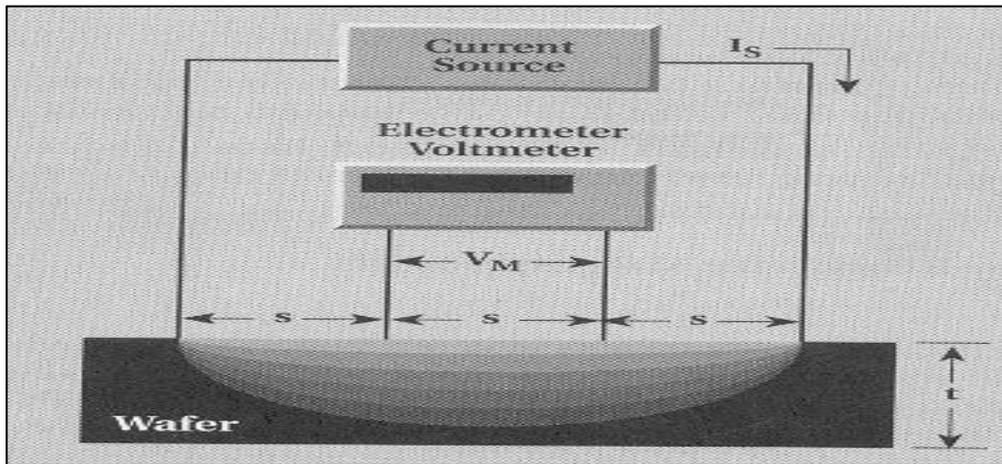


Figure II-17 : Montage électrique de la méthode des quatre pointes [44].

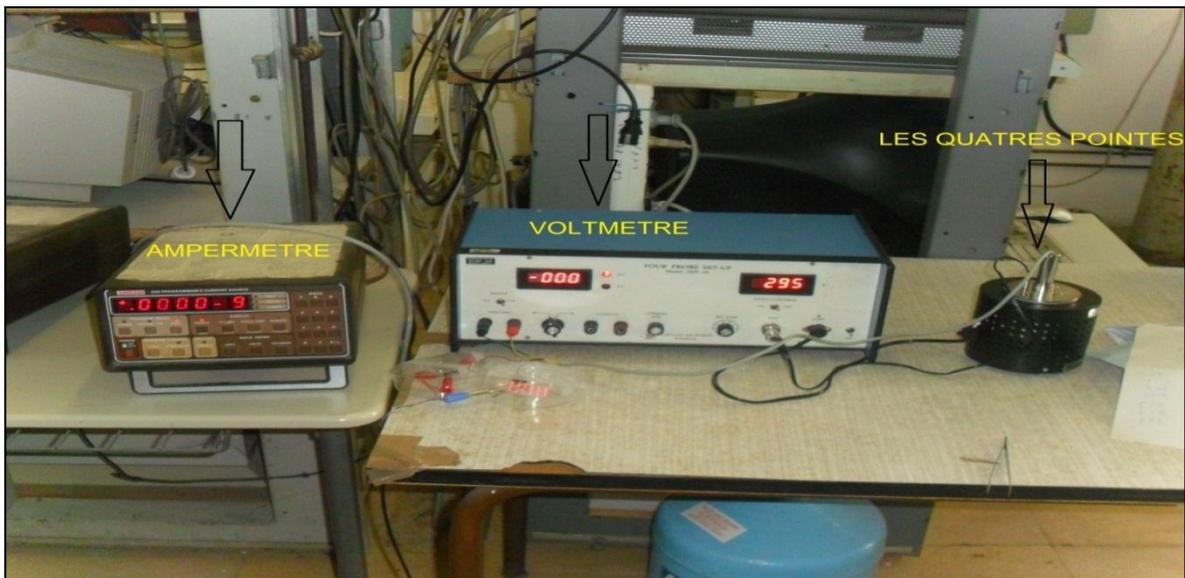


Figure II-18 : Photographie du dispositif de la méthode de quatre pointes.

Après avoir mesuré la différence de potentiel, on trace la courbe $V=f(I)$ pour chaque échantillon; on obtient une droite dont la pente est la résistance électrique R .

En suite on calcule la résistivité électrique en utilisant la relation suivante [44]:

$$\rho = R \frac{\pi \cdot t}{\ln \frac{\sinh \frac{t}{s}}{\sinh \frac{t}{2s}}}$$

II. Techniques expérimentales

Où :

R : la résistance calculée par la méthode des quartes pointes (Ω).

t : l'épaisseur de l'échantillon (cm).

s : distance entre pointes (cm).

Chapitre III :

Résultats et interprétations

III. Résultats et interprétations

Nous présentons les résultats obtenus lors de notre étude pour identifier les caractérisations structurales et électrique des trois types du silicium photovoltaïque mentionnées auparavant énumérés 17,18 et 19.

Pour les caractérisations structurales, on présente quelques micrographies révélant les grains, les dislocations et les macles, ainsi que les diffractogrammes des échantillons mettant en évidence les différents types de plans de diffraction et les paramètres de la maille ainsi que la microdéformation moyenne du réseau cristallin.

Pour les caractérisations électriques, on présente la résistivité électrique et le type de dopage de silicium.

III.1 Caractérisations structurales

III.1.1 Les micrographies révélant les joints de grains

Quelques micrographies révélant les joints de grain des trois lingots de silicium en différentes positions (figure II-3) sont représentés sur les figures III-1, III-2, III-3, III-4, III-5 et III-6.

- **Le silicium Ferropem sans brassage électromagnétique**

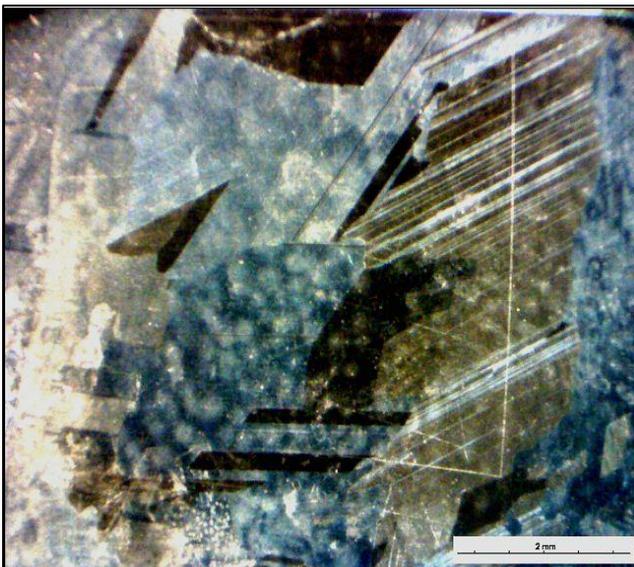


Figure III-1 : structure de l'échantillon 17 C1

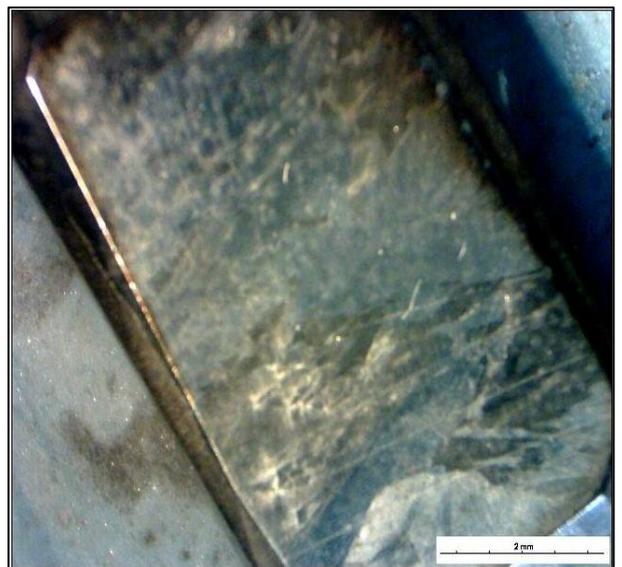


Figure III-2 : structure de l'échantillon 17G

III. Résultats et interprétations

- Le silicium Ferropem avec brassage électromagnétique 150 A

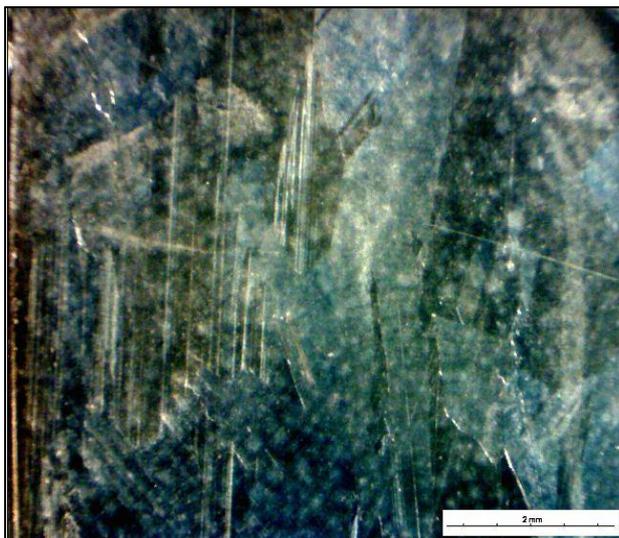


Figure III-3 : structure de l'échantillon 18 C'.

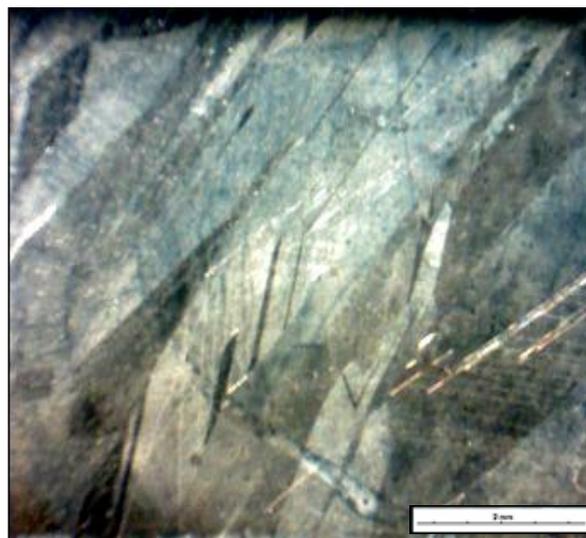


Figure III-4 : structure l'échantillon 18 G1

- Le silicium Ferropem avec brassage 250 A

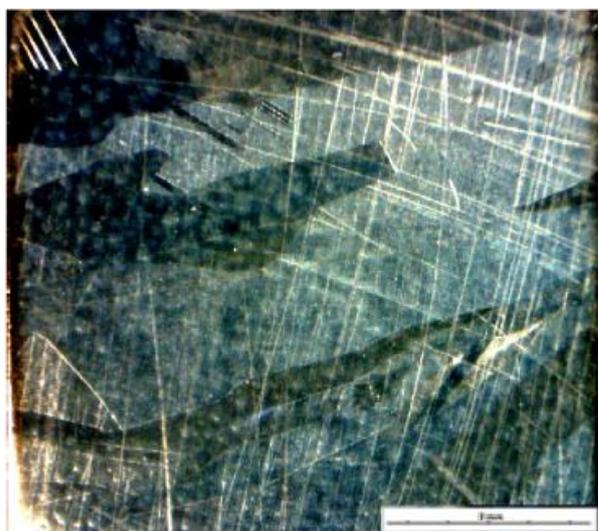


Figure III-5 : structure de l'échantillon 19R.

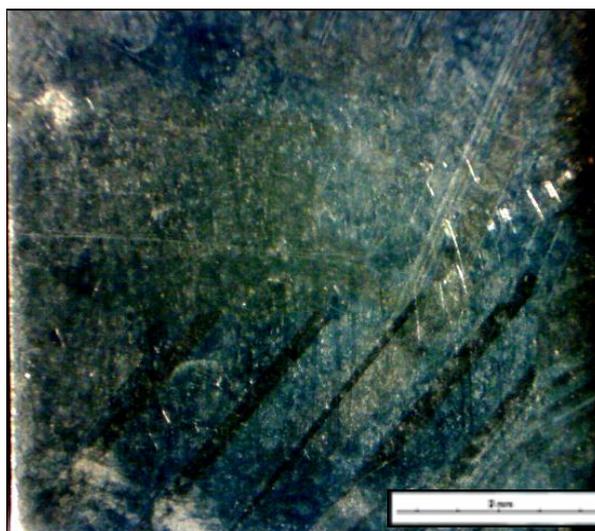


Figure III-6 : structure de l'échantillon 19 S1.

La taille moyenne des grains

Le tableau III-1 représente la taille moyenne des grains des échantillons 17 C1, 17 G, 18 C', 18 G'1, 19 R et 19 S1.

III. Résultats et interprétations

Tableau III-1 : la taille moyenne des grains des différents échantillons.

L'échantillon	17G	17C1	18C'	18G'1	19R	19S1
La taille moyenne (mm)	1,33	1,15	1,4	1,18	1,4	1,17
La largeur (mm)	1,16	0,85	0,9	0,56	1,1	0,5
La longueur (mm)	1,5	1,45	1,8	1,8	1,7	1,84

On remarque que la surface des échantillons est constituée de nombreux grains de tailles différentes sous forme allongée.

En comparant les grains et leurs directions entre les trois types du silicium, on aperçoit que les grains du silicium Ferropem avec brassage 150 A et 250 A sont arrangés de la même manière à travers la surface des échantillons. Ceci s'explique par la contribution des éléments chimiques en volume.

En comparant la taille moyenne des grains entre les trois types du silicium, on aperçoit que la taille moyenne des grains du silicium avec brassage 150 et 250A est plus grande par rapport à la taille moyenne des grains du silicium sans brassage. Ceci s'explique par la contribution des éléments chimiques en volume en migrant vers le réseau cristallin en occupant des sites substitutionnels.

On constate aussi qu'il y a une différence entre les milieux et les cotés plus précisément la taille moyenne des grains des échantillons du milieu est plus grande que celle des côtés, qui est due au refroidissement des échantillons de côté de lingot qui sont en contact avec le creuset.

III.1.2 Micrographies révélant Les dislocations et les macles

Quelques micrographies révélant les dislocations et les macles des trois types de silicium en différentes positions sont représentés sur les figures III-7, III-8, III-9, III-10, III-11, III-12, III-13, III-14 et III-15.

III. Résultats et interprétations

- Silicium Ferropem sans brassage électromagnétique

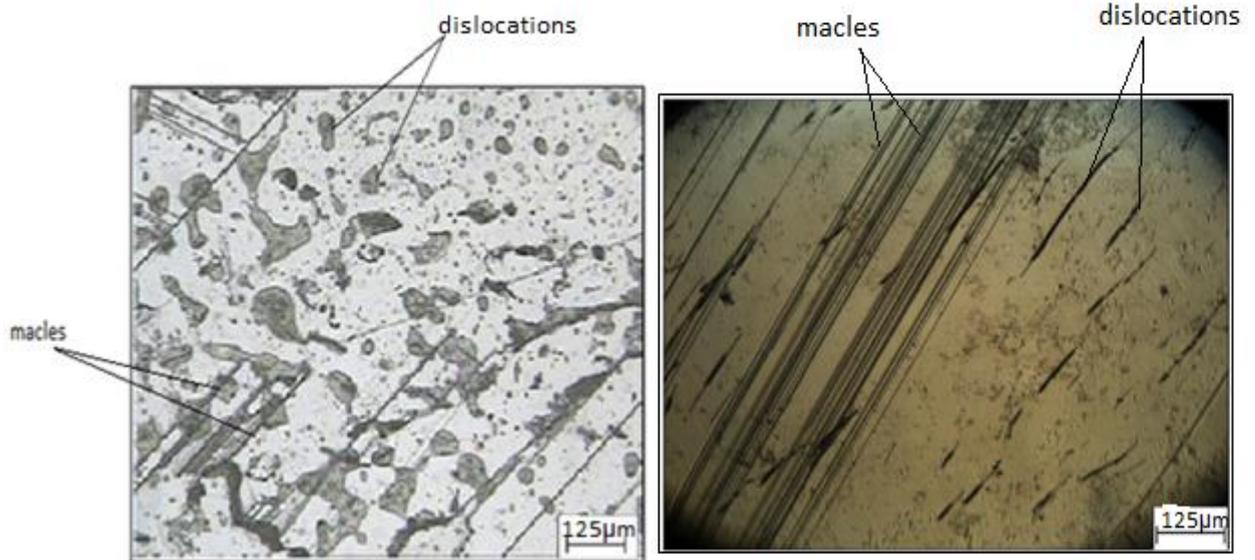


Figure III-7 : mise en évidence des macles et dislocations pour l'échantillon 17F1.

Figure III-8: mise en évidence des macles et des dislocations pour l'échantillon 17 C.

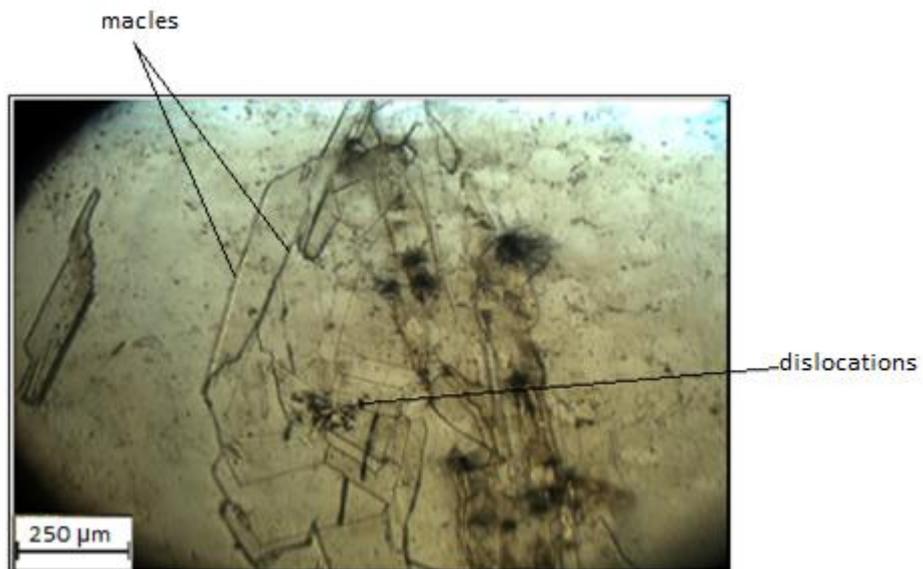


Figure III-9 : mise en évidence des dislocations et des macles pour l'échantillon 17 G1.

III. Résultats et interprétations

- Silicium Ferropem avec brassage électromagnétique 150 A

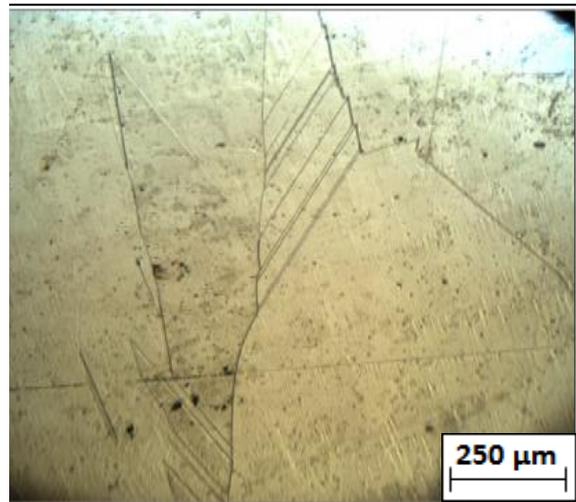
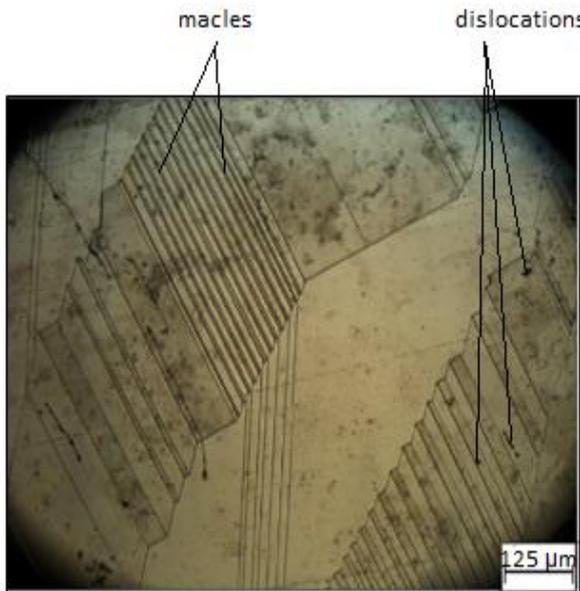


Figure III-10 : mise en évidence des macles et des dislocation pour l'échantillon 18J'1.

Figure III-11 : mise en évidence des macles et des dislocations pour l'échantillon 18 J'.

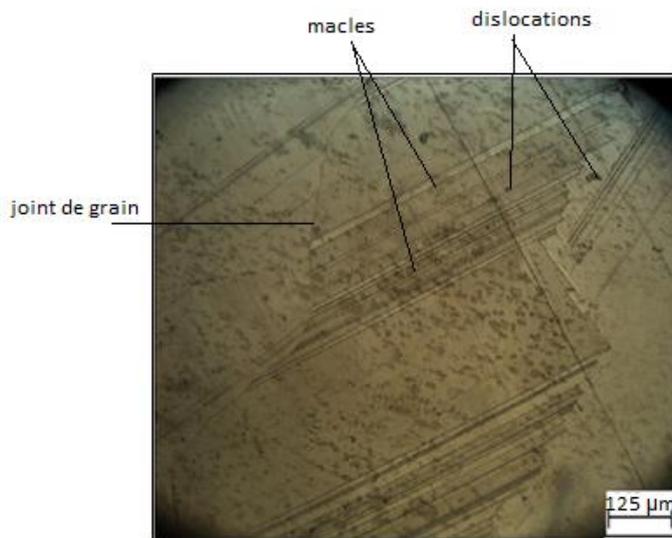


Figure III-12 : mise en évidence des macles et des dislocations pour l'échantillon 18G'.

Figure III-13 : mise en évidence des macles et des dislocations pour l'échantillon 18 F'1.

III. Résultats et interprétations

- **Silicium Ferropem avec brassage électromagnétique 250 A**

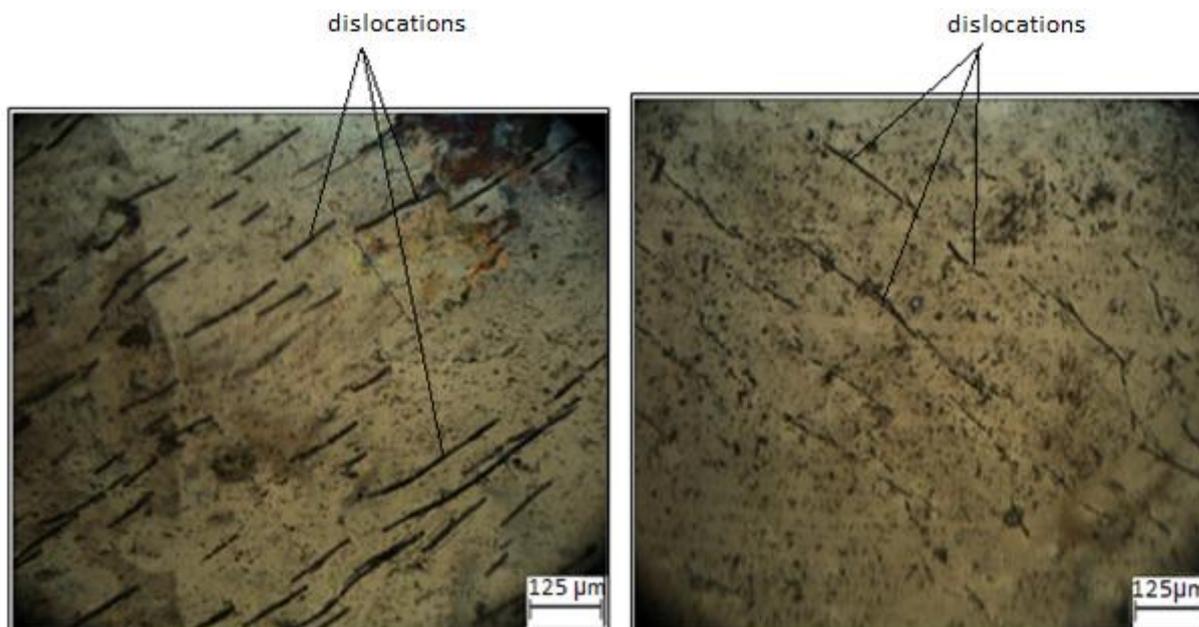


Figure III-14 : mise en évidence des macles et des dislocations pour l'échantillon 19S.

Figure III-15: mise en évidence des macles et des dislocations pour l'échantillon 19R1.

Les micrographies III-7, III-8, III-9, III-10 et III-12 montrent que les joints des grains et les macles constituent des barrières aux mouvements de dislocations ; c'est pour cela que ces dernières sont concentrées au voisinage des joints des grains et des macles.

On constate que les macles apparaissent sous forme de lignes parallèles et peuvent traverser tout le grain (figures III-10 et III-12).

III.1.3 Diffraction de rayons X

Les figures III-16, III-17, III-18, III-19, III-20 et III-21 représentent les diffractogrammes des échantillons de trois types du silicium.

Les tableaux III-2, III-3, III-4, III-5, III-6 et III-7 représentent les valeurs des paramètres de la maille.

- **Silicium Ferropem sans brassage électromagnétique**

La figure III-16, représente le diffractogramme de l'échantillon 17 C1, mettant en évidence un type de plans de diffraction (400).

III. Résultats et interprétations

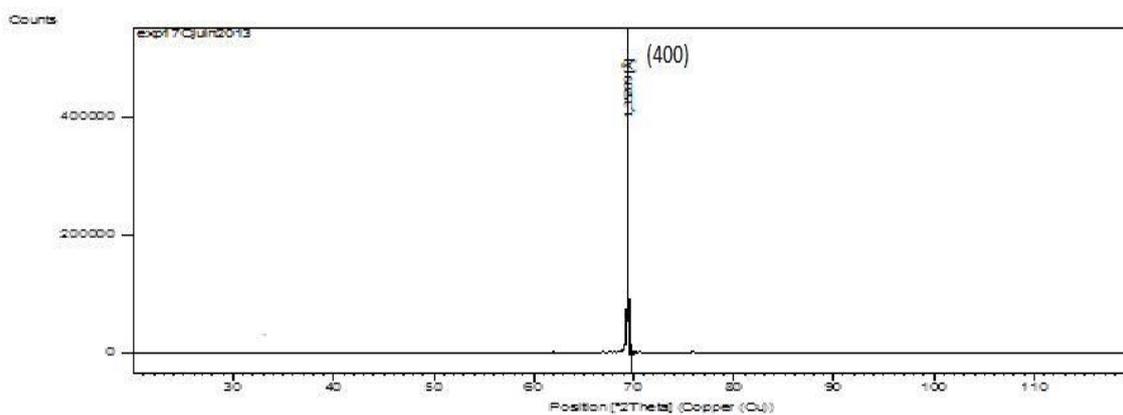


Figure III-16 : Diffraction X de l'échantillon 17 C1.

Tableau III-2 : plans diffractés, distances interréticulaires et le paramètre de la maille de l'échantillon 17C1.

d (Å)	2θ(°)	(h k l)	a (Å)
1,35289	69,4127	(4 0 0)	5,41156

La figure III-17 représente le diffractogramme de l'échantillon 17 J1, mettant en évidence un type de plans de diffraction (331).

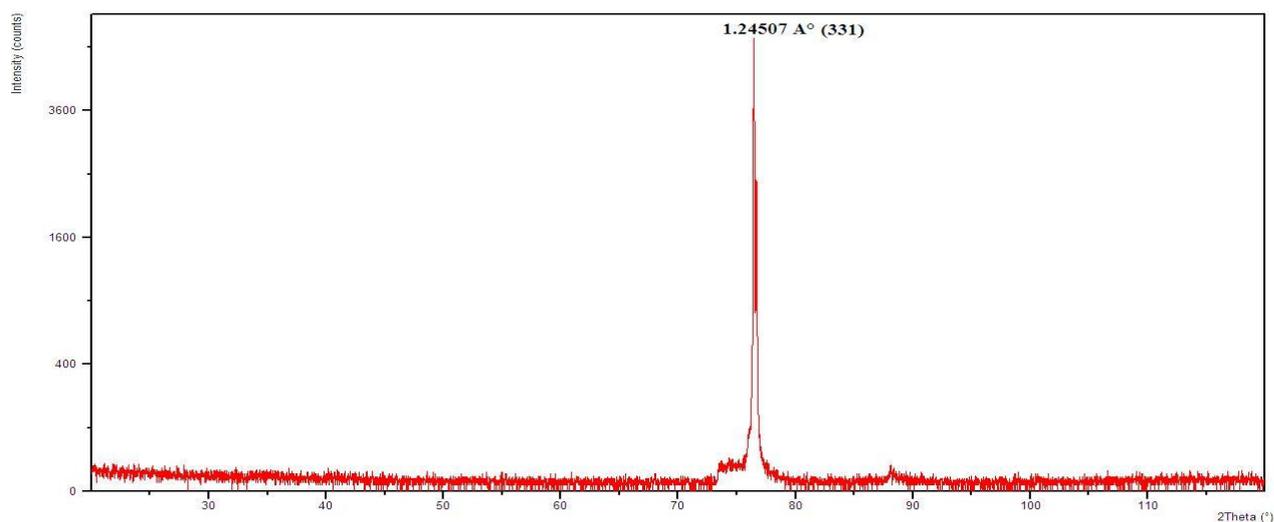


Figure III-17 : Diffraction X de l'échantillon 17 J 1.

III. Résultats et interprétations

Tableau III-3 : plans diffractés, distances interréticulaires et le paramètre de la maille de l'échantillon 17J1.

d (Å)	2θ(°)	(h k l)	a (Å)
1,24507	56,1381	(3 3 1)	5,4271

- **Silicium Ferropem avec brassage électromagnétique 150 A**

La figure III-18 représente le diffractogramme de l'échantillon 18 C', mettant en évidence trois types de plan de diffraction (111), (311) et (511).

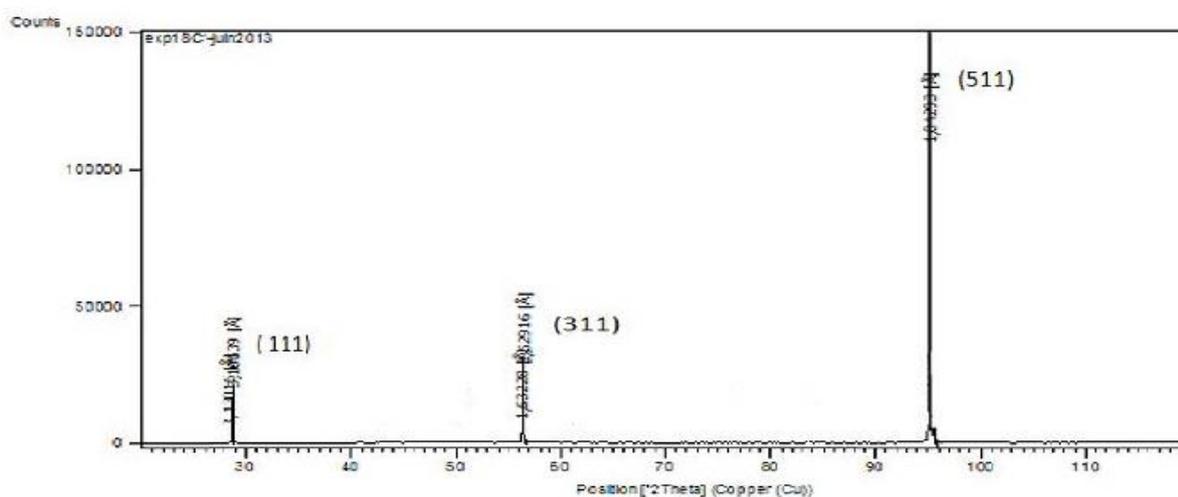


Figure III-18 : diffraction X de l'échantillon 18 C'.

Tableau III-4 : plans diffractés, distances interréticulaires et les paramètres de la maille de l'échantillon 18 C'.

d (Å)	2θ(°)	(h k l)	a (Å)
3,10639	28,7152	(1 1 1)	5,38042
1,63228	56,3176	3 1 1	5,41366
1,04293	95,2229	5 1 1	5,41922

Le paramètre moyen de la maille de l'échantillon 18 C' : $a_{\text{moy}} = 5,4044 \text{ \AA}$.

III. Résultats et interprétations

La figure III-19 représente le diffractogramme de l'échantillon 18 C'1, mettant en évidence un type de plan de diffraction (511).

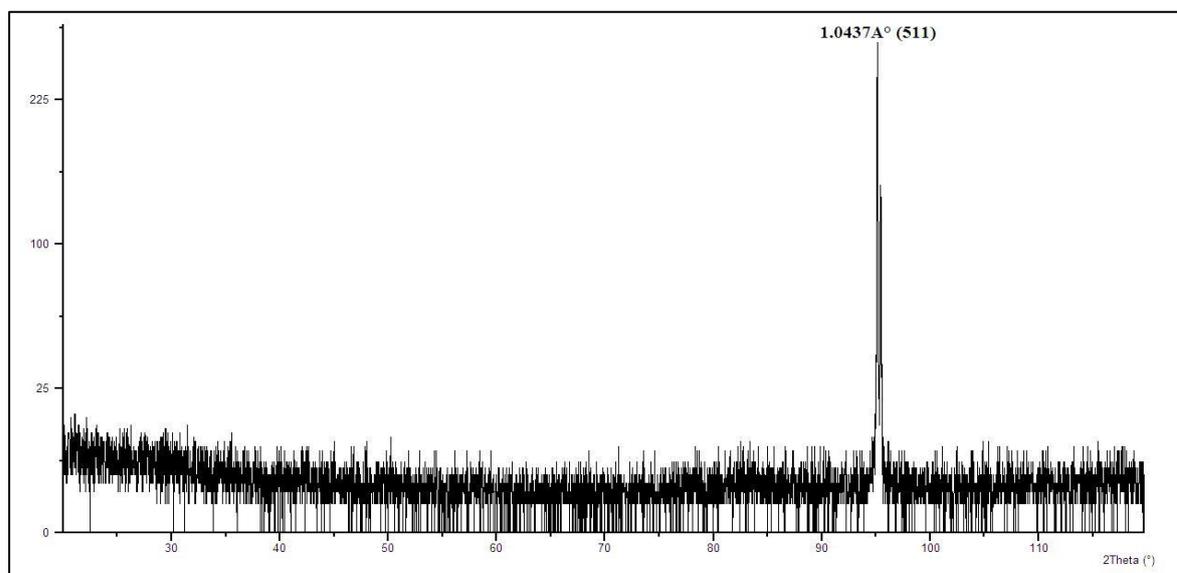


Figure III-19 : diffraction X de l'échantillon 18 C'1.

Tableau III-5 : plans diffractés, distances interréticulaires et le paramètre de la maille et de l'échantillon 18 C'1.

d (Å)	2θ(°)	(h k l)	a (Å)
1,0437	94,9583	(5 1 1)	5,4232

- **Silicium Ferropem avec brassage électromagnétique 250 A**

La figure III-20 représente le diffractogramme de l'échantillon 19 R, mettant en évidence deux types de plans de diffraction (111) et (422).

III. Résultats et interprétations

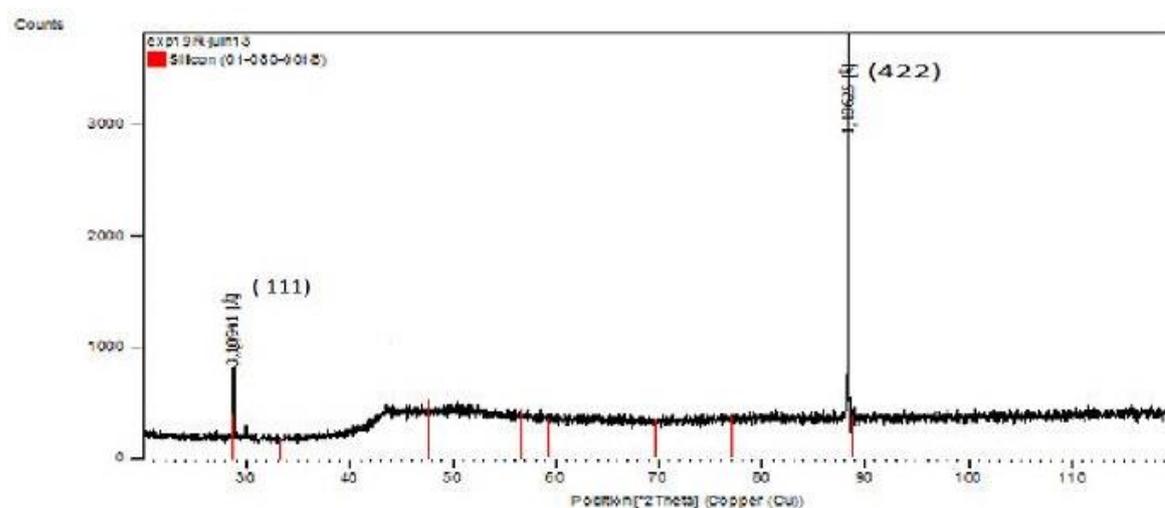


Figure III-20 : diffraction X de l'échantillon 19 R.

Tableau III-6 : plans diffractés, distances interréticulaires et le paramètre de la maille de l'échantillon 19 R.

d (Å)	2θ(°)	(h k l)	a (Å)
3,10941	28,6866	(1 1 1)	5,38565
1,10625	88,2646	(4 2 2)	5,419496

Le paramètre moyen de la maille de l'échantillon 19R est : $a_{\text{moy}} = 5,4025 \text{ \AA}$.

La figure III-21 représente le diffractogramme de l'échantillon 19 S1, mettant en évidence un type de plans de diffraction (311).

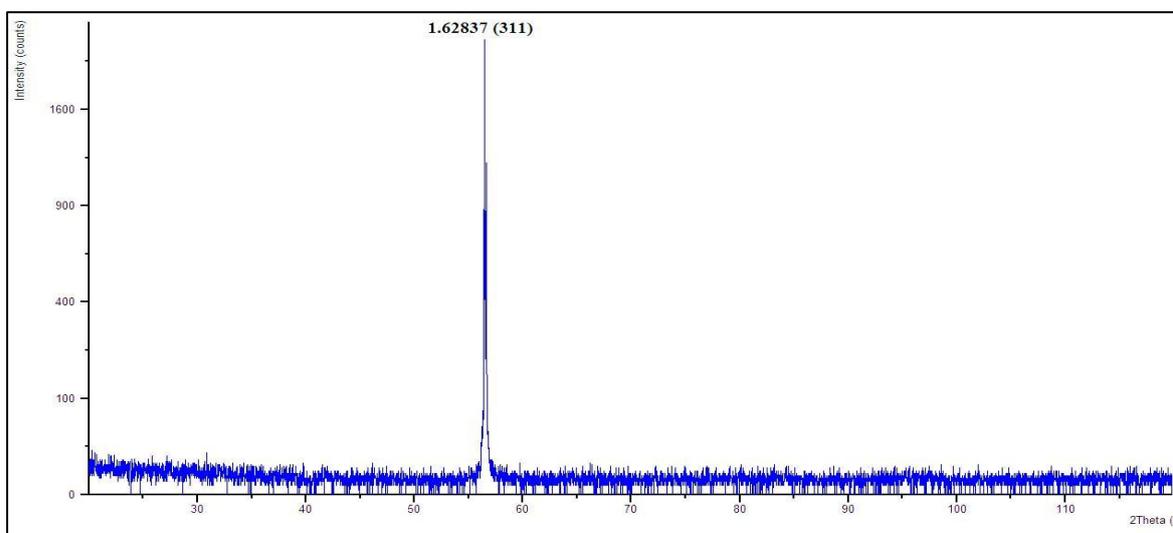


Figure III-21 : diffraction X de l'échantillon 19 S1.

III. Résultats et interprétations

Tableau III-7 : plans diffractés, distances interréticulaires et le paramètre de la maille de l'échantillon 19 S1.

d (Å)	2θ(°)	(h k l)	a (Å)
1,6283	56,6060	(3 1 1)	5,4006

Calcul du taux de microdéformation

La microdéformation correspondante à chaque plan diffracté est calculée à l'aide de l'équation mentionnée dans le paragraphe II.5.7 ; ensuite on en a déduit la microdéformation moyenne de tout le réseau. Les valeurs de cette dernière sont mentionnées dans les tableaux suivants :

➤ **L'échantillon 17 C1**

Tableau III-8 : microdéformation de plan diffracté de l'échantillon 17 C1.

Plan	Distance inter-réticulaire (Å)	Distance inter-réticulaire ASTM (Å)	ϵ (%)
400	1,35289	1,35770	0,35

La microdéformation moyenne : $\epsilon_{\text{moy}} = 0,35 \%$

➤ **L'échantillon 17 J1**

Tableau III-9 : microdéformation de plan diffracté de l'échantillon 17 J1.

Plan	Distance interréticulaire(Å)	Distance interréticulaire ASTM (Å)	ϵ (%)
331	1,24507	1,24590	0,066

La microdéformation moyenne : $\epsilon_{\text{moy}} = 0,066 \%$

III. Résultats et interprétations

➤ **L'échantillon 18 C'**

Tableau III-10 : microdéformation équivalente de chaque plan diffracté de l'échantillon 18C'.

Plan	Distance inter-réticulaire (Å)	Distance inter-réticulaire ASTM (Å)	ε (%)
111	3,10639	3,13550	0,92
311	1,63228	1,63750	0,31
511	1,04293	1,04520	0,21

La microdéformation moyenne : $\varepsilon_{\text{moy}} = 0,48 \%$

➤ **L'échantillon 18 C'1**

Tableau III-11 : microdéformation équivalente de plan diffracté de l'échantillon 18 C'1.

Plan	Distance interréticulaire(Å)	Distance interréticulaire ASTM (Å)	ε (%)
511	1,04337	1,04520	0,17

La microdéformation moyenne : $\varepsilon_{\text{moy}} = 0,17\%$.

➤ **L'échantillon 19 S1**

Tableau III-12 : microdéformation équivalente de plan diffracté de l'échantillon 19 S1.

Plan	Distance interréticulaire(Å)	Distance interréticulaire ASTM (Å)	ε (%)
311	1,6283	1,63	0,56

La microdéformation moyenne : $\varepsilon_{\text{moy}} = 0,56\%$.

III. Résultats et interprétations

➤ **L'échantillon 19 R**

Tableau III-13 : microdéformation équivalente de chaque plan diffracté de l'échantillon 19 R.

Plan	Distance inter-réticulaire (Å)	Distance inter-réticulaire ASTM (Å)	ε (%)
111	3,10941	3,13550	0,83
422	1,10625	1,10860	0,21

La microdéformation moyenne : $\varepsilon_{\text{moy}} = 0,52 \%$.

On remarque que les valeurs des distances interréticulaires des plans diffractés de tous les échantillons sont inférieures à celles des fiches ASTM (d (hkl) échantillons < d (hkl) ASTM) ; ce qui montre que le réseau est sous compression. Cette compression du réseau est due à la présence des contraintes lors du refroidissement.

Le paramètre de la maille cristalline est en corrélation directe avec la microdéformation, plus cette dernière augmente plus le paramètre de la maille diminue à cause toujours de la présence des contraintes dans le réseau cristallin.

Si nous considérons le même plan (311) qui a diffracté sur les 2 échantillons 18C' et 19 S1, on constate que la compression est mise en évidence beaucoup plus que lorsque le brassage est à 250 A qu'à 150 A.

En comparant les microdéformations des trois types d'échantillons, on constate que les microdéformations moyennes des échantillons du silicium sans brassage électromagnétique sont plus petites par rapport à celles des échantillons du silicium avec brassage 150A et 250A. Ces microdéformations augmentent avec l'augmentation de l'intensité de brassage électromagnétique et qui provoque encore la compression du réseau. Cette différence de microdéformation entre les trois lingots est due à la présence des contraintes accumulées lors de la purification avec le brassage électromagnétique qui provoque une distribution des éléments à l'intérieur des grains lors de refroidissement sous forme de substitution et d'insertion et qui auraient éventuellement un rayon atomique inférieur à celui du silicium.

III. Résultats et interprétations

III.2 Caractérisations électriques

III.2.1 Type de dopage

D'après l'effet SEEBECK mentionné dans le paragraphe II.6, on constate une variation de potentiel augmentant vers les valeurs positives pour tous les échantillons des trois types du silicium, donc le type de dopage est P, ce qui se traduit par la présence des impuretés de groupe IIIA du tableau périodique des éléments.

III.2.2 La résistivité électrique

On présente les courbes de l'intensité en fonction de la différence de potentiel qui sont regroupées dans les figures III-22, III-23, III-24, III-25, III-26 et III-27, ainsi que les valeurs de la résistivité électriques.

Les courbes $U=f(I)$ nous permettent de déterminer la résistance électrique de chaque échantillon, ensuite on en déduit la résistivité électrique en utilisant la formule mentionnée dans le paragraphe II.7.

- **Si Ferropem sans brassage électromagnétique**

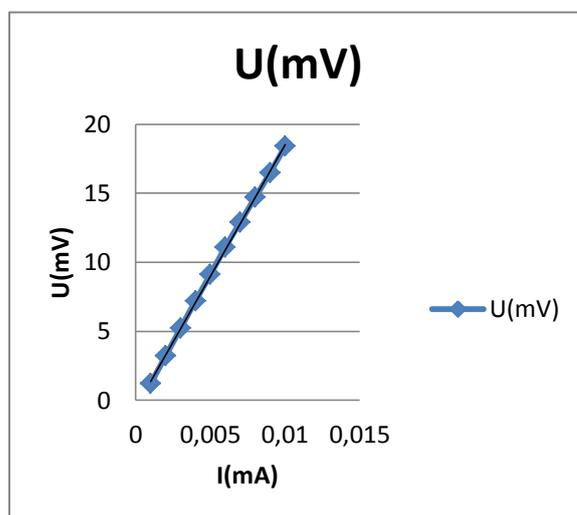


Figure III-22 : courbe $U=f(I)$ 17C1

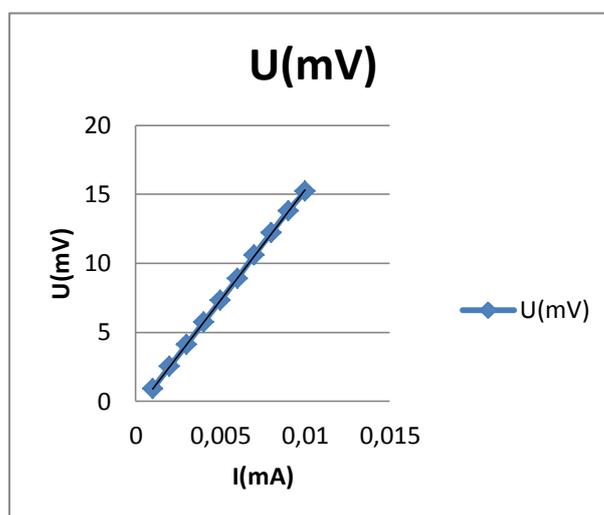


Figure III-23 : courbe $U=f(I)$ de 17 F.

III. Résultats et interprétations

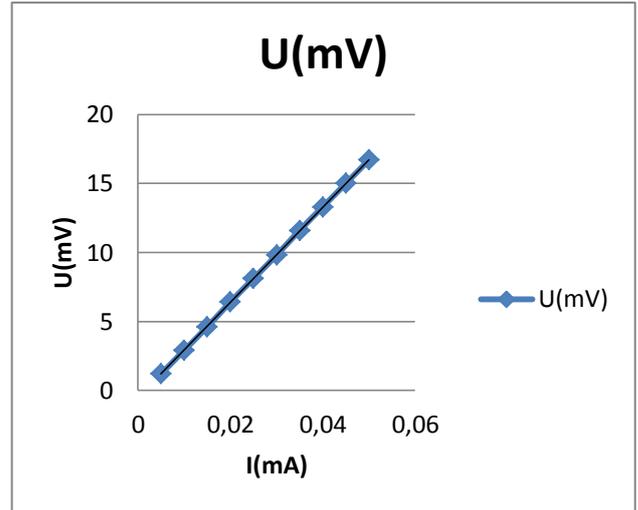
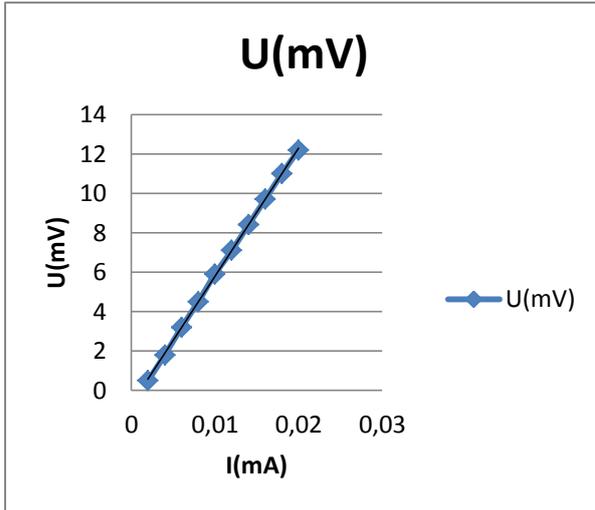


Figure III-24 : la courbe $U=f(I)$ de 17 G.

Figure III-25 : la courbe de 17 J.

Tableau III-14 : les valeurs de la résistivité des échantillons 17 C1, 17F, 17 G et 17 J.

L'échantillon	17 C1	17 F	17 G	17J
La résistivité électrique ($\Omega.cm$)	2390,28	1951,33	1657,59	1310,34

La figure III-26 représente l'évolution de la résistivité électrique en fonction des positions de lingot (du bas vers le haut).

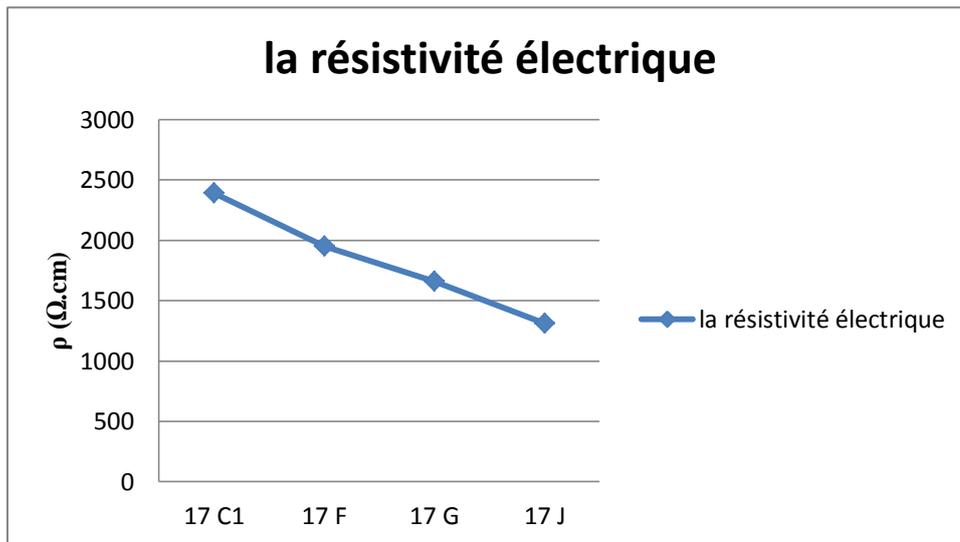


Figure III-26 : évolution de la résistivité électrique en fonction des positions de lingot de bas vers le haut pour le lingot 17 (sans brassage).

III. Résultats et interprétations

- Si Ferropem avec brassage électromagnétique 150 A

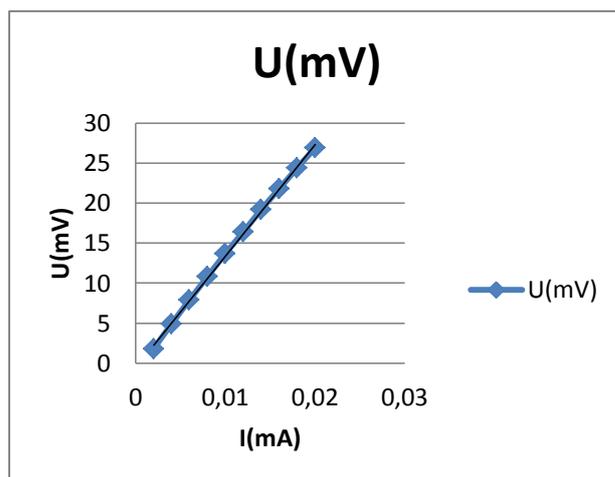


Figure III-27 : la courbe $U=f(I)$ de 18C'.

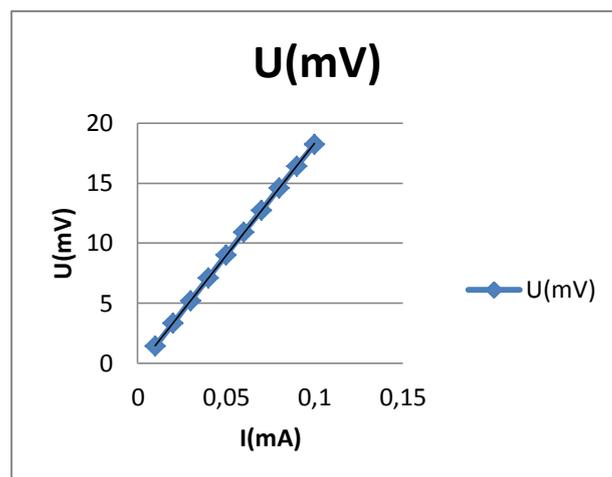


Figure III-28 : la courbe $U=f(I)$ de 18F'.

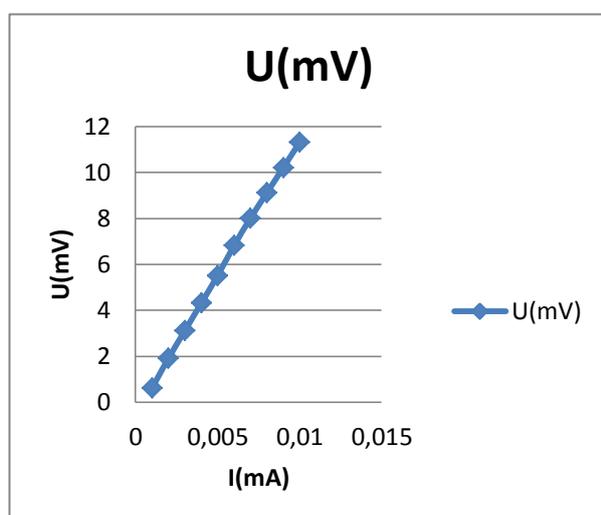


Figure III-29 : la courbe $U=f(I)$ de 18G'1.

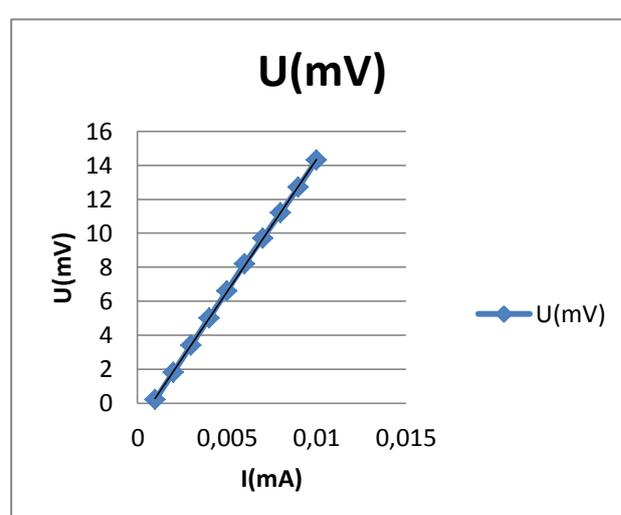


Figure III-30 : la courbe $U=f(I)$ de 18J'.

Tableau III-15 : les valeurs de la résistivité des échantillons 18C', 18F', 18G'1 et 18J'.

L'échantillon	18C'	18F'	18G'1	18J'
La résistivité électrique ($\Omega.cm$)	429,91	1713,55	1518,08	1476,14

III. Résultats et interprétations

- Si Ferropem avec brassage électromagnétique 250 A

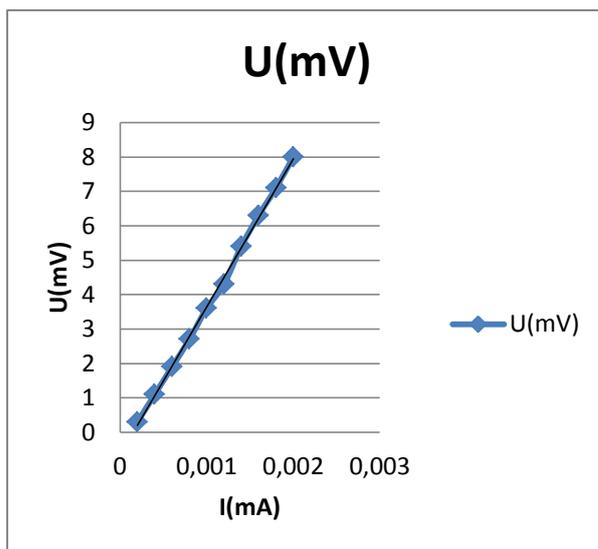


Figure III-31 : la courbe $U=f(I)$ de 19O.

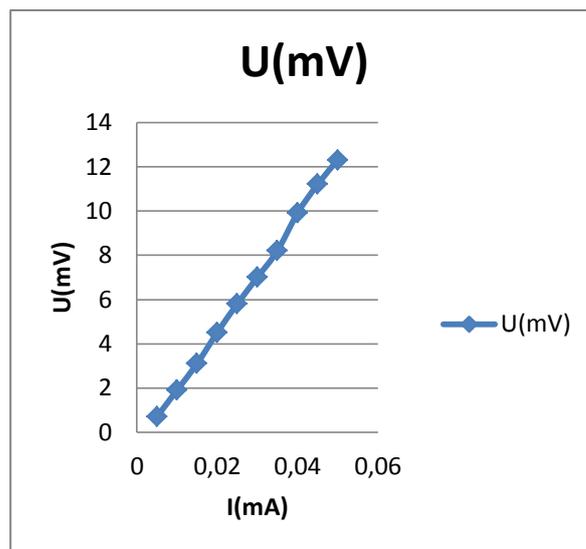


Figure III-32 : la courbe $U=f(I)$ de 19R.

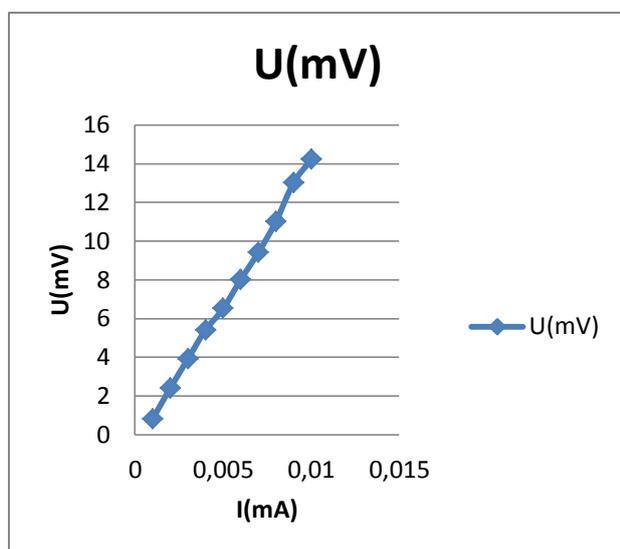


Figure III-33 : la courbe $U=f(I)$ de 19 S1.

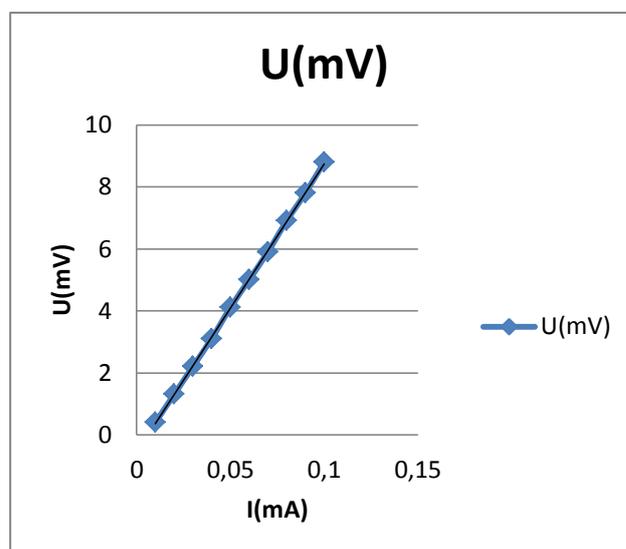


Figure III-34 : la courbe $U=f(I)$ de 19 V.

Tableau III-16 : les valeurs de la résistivité électrique des échantillons 19 O, 19 R, 19 S1 et 19 V.

L'échantillon	19 O	19R	19 S1	19 V
La résistivité électrique ($\Omega.cm$)	1476,14	404,76	1796,37	1420,75

III. Résultats et interprétations

On constate qu'il y a eu une différence entre ces valeurs mesurées de la résistivité électrique et la résistivité théorique du silicium pur qui est de l'ordre de $10^4 \Omega \cdot \text{cm}$, cette différence s'explique par la présence des défauts cristallins et des impuretés dans les trois types du silicium étudiés.

On remarque que la résistivité électrique est en corrélation avec la taille moyenne des grains. Donc les joints de grains sont le siège de phénomène de la recombinaison des porteurs minoritaires. Les combinaisons de charges sont liées à la présence de liaisons pendantes qui se trouvent au niveau des joints de grain et des dislocations.

En comparant les valeurs de la résistivité électrique entre les différents échantillons du silicium sans brassage électromagnétique, on constate que la résistivité diminue suivant la direction du refroidissement (du bas vers le haut). Cela est du principalement à la ségrégation chimique. Ce qui est cohérent avec les résultats obtenus lors de l'expérience II-6 (effet SEEBECK) ou on a conclu que les impuretés présentes dans le silicium sont du groupe IIIA du tableau périodique des éléments (B, Al), qui sont définis comme étant des porteurs de charge positifs avec des masses atomiques inférieures à celle du silicium ce qui explique leur migration vers les positions les plus hautes du lingot (ségrégation chimique).

En revanche, pour les échantillons ayant subis un brassage électromagnétique (150 et 250A), la variation des résistivités électriques suivant les positions des échantillons sur le lingot est aléatoire, du à la répartition des éléments chimiques à travers le volume (effet du brassage). À partir de cette variation aléatoire de la résistivité électrique, on constate que la répartition des éléments chimiques n'est pas vraiment homogène à travers le volume lors de brassage. Les facteurs responsables sont :

- L'intensité de courant induit dans le matériau au cours de brassage,
- La répartition du courant dans le creuset,
- La vitesse de refroidissement,
- Les éléments chimiques.

III.3 Conclusion et perspectives

L'ensemble des caractérisations (structurales cristallographique et électriques) identifiées lors de l'étude des trois lingots du silicium 17, 18 et 19, nous a permis de faire une comparaison et de connaître l'impact du brassage électromagnétique.

- La taille moyenne des grains des échantillons de côté et du milieu de lingot est différente.
- Le réseau cristallin des trois types de lingot est sous compression.
- La présence des éléments chimiques de groupe IIIA du tableau périodique des éléments ayant des rayons atomiques inférieurs à celui du silicium

III. Résultats et interprétations

- La résistivité électrique est en corrélation directe avec la taille moyenne des grains et la répartition des éléments chimiques à travers le volume.
- Le paramètre de la maille cristalline est en corrélation directe avec la microdéformation.
- L'obtention des gros grains arrangés sous brassage électromagnétique
- Le brassage électromagnétique empêche l'accumulation des impuretés à l'interface liquide/solide pendant la cristallisation et favorise la compression du réseau qui augmente avec l'augmentation de densité de courant induit dans le matériau, qui se traduit par l'augmentation des microcontraintes.
- Le brassage électromagnétique effectué (150 A et 250 A) ne permet pas l'homogénéisation totale de la distribution des éléments chimiques à travers le volume.

Notre étude pourrait être améliorée :

- En étudiant la ségrégation chimique des trois types du silicium 17, 18 et 19, afin de mieux connaître l'impact du brassage électromagnétique.
- En analysant quantitativement la densité des dislocations et des macles.
- En analysant la matière première pour distinguer les différents éléments chimiques existants.
- En étudiant le rendement électrique de la cellule photovoltaïque en fonction de la purification chimique et de la purification structurale.
- En étudiant les facteurs influents sur la ségrégation chimique lors de brassage électromagnétique.

Références bibliographiques

- [1] Stéphan ASTIER. « Conversion photovoltaïque : de la cellule aux systèmes »
Techniques de l'ingénieur, D 3936, (2008).
- [2] Sévak AMTABLIAN « Du transfert de films de silicium monocristallin vers un
procédé cellule à faible budget thermique ». Thèse de doctorat, Institut National des
sciences appliquées de Lyon (2008).
- [3] Anne LABOURET. Michel VILLOZ. « Energie solaire photovoltaïque »
(pp 23- 24,55).Dunod. Paris (2003,2005).
- [4] José Miguel NAVARRO. « Cellules photovoltaïques organiques transparentes dans le
visible ». Thèse de doctorat. L'université Toulouse III-Paul Sabatier (2008).
- [5] B.FLECHE ; D.DELAGNES. « Energie solaire photovoltaïque ». STI ELT (juin 2007).
- [6] Stéphan ASTIER. « Conversion photovoltaïque : du rayonnement solaire à la cellule ».
Techniques de l'ingénieur, D 3935, (2008).
- [7] A.LABOURET. P.CUMUNEL.J.-P .BRAUN . B.FARAGGI. « Cellules solaires, les
bases de l'énergie photovoltaïque » (page 60). Dunod. Paris(2010).
- [8] R.MAOUEDJ « Application de l'énergie photovoltaïque au pompage hydraulique sur
les sites de TLEMEN et de BOUZAREAH » .Mémoire de Magister. Université
Abou Bekr Belkaid (faculté des sciences – département de physique) – Tlemcen (2006).
- [9] Zohra. BENMOHAMED. « Caractérisation et analyse des cellules solaires à base de
silicium multicristallin ». Thèse de doctorat. Université MENTOURI de Constantine
(2009).
- [10] Zabardjade SAID-BACAR. « Élaboration et caractérisations du silicium polycristallin
par cristallisation en phase liquide du silicium amorphe », thèse de doctorat,
Université Paris-Sud (2012).
- [11] Fatoumata Bintou SANTARA. « Cristallisation du silicium photovoltaïque sous
induction électromagnétique », thèse de doctorat, Institut Polytechnique de Grenoble
(2010).
- [12] Julien DÉGOULANGE «Purification et caractérisations physico-chimiques de
silicium d'origine métallurgique destiné à la conversion photovoltaïque». Thèse de
doctorat. Institut National Polytechnique de Grenoble (2008).

Références bibliographiques

- [13] C. KITTEL « Physique de l'état solide, 7ème édition » (page 19). Dunod. Paris (1998).
- [14] K. BUTTI, J. PERLIN. « The History of Terrestrial Uses of Solar Energy», in Kreider J, Kreith F, Eds, Solar Energy Handbook, McGraw-Hill, New York (1981).
- [15] Graff. K. « Metal impurities in silicon-device Fabrication ». 29 Springer. Berlin (2000).
- [16] J. DEGOULANGE, I. PERICHAUD, C. TRASSY, and S. MARTINUZZI. «Multicrystalline silicon wafers prepared from upgraded metallurgical feedstock ». Solar Energy Materials and Solar Cells 92. (2008).
- [17] S. MARTINUZZI, S. PIZZINI. «Large grain polysilicon substrates for solar cells» (p. 323), Advanced silicon and semiconducting silicon-alloy based materials and devices. Johan F A Nijs, (1994).
- [18] J.P. DEVILLE, J. QUESADA, et alI. « Incorporation, diffusion et ségrégation d'impuretés dans le silicium polycristallin, journal de physique », Colloque C 1, (1982).
- [19] H. E. GHITANI. M. PASQUINELLI. S. MARTINUZZI. «Influence of dislocations on photovoltaic properties of multicrystalline silicon solar cells», Journal de Physique III (1993).
- [20] Michel DUPEUX. « Aide-mémoire science des matériaux » (Page 34) Dunod. Paris (2004).
- [21] Charles-Henri de NOVION et Daniel LESUEUR. « L'état métallique. Propriétés atomiques ». Techniques de l'ingénieur, M 35 (2008).
- [22] Louise P. PRIESTER. « Les joints de grains de la théorie à l'ingénierie » (Page 80) EDP Sciences. France (2006).
- [23] Jean-Paul BAILON. « Des matériaux », Edition Relié, (2000).
- [24] R. Abbaschian, L. Abbaschian, R.E. Reed-Hill, « Physical metallurgy Principales ». Cengage Learning 2008.

Références bibliographiques

- [25] Philippe LETURCQ. « Physique des semi-conducteurs de puissance » Techniques de l'ingénieur. D3102, (Année 2002).
- [26] Nisrine BENLOUCIF. « Potentialités de films de silicium polycristallin LPCVD destinés à l'étude d'une cellule solaire multicouches ». Mémoire de thèse de doctorat. Université des frères Mentouri Constantine (2008).
- [27] Cécile MIQUEL. « Systèmes photovoltaïques : fabrication et impact environnemental », HESPUL, (juillet 2009).
- [28] A. SCHEI, J. Kr.TSET, H. TVEIT. « Production of high silicon alloys », edition Tapir, (1998).
- [29] Antonio LUQUE. Steven HEGEDUS. « Handbook of Photovoltaic Science and Engineering ». WILEY (2003).
- [30] A. BRAGA, S. MOREIRA, P. ZAMPIERI, J. BACCHIN, et P. MEI. « New processes for the production of solar-grade polycrystalline silicon: A review » (pp. 418-424), Solar Energy Materials and Solar Cells, vol. 92, Apr. (2008).
- [31] Fourmoud ERWANN. « Du matériau silicium aux couches diélectriques ». Thèse d'habilitation à diriger des recherches. Institut National des Sciences Appliquées de Lyon et l'Université Claude Bernard Lyon 1 (2011).
- [32] M. BEAUDHUIN. « Étude expérimentale et numérique de la précipitation d'impuretés et de la formation des grains dans le silicium photovoltaïque ». Thèse de doctorat. Institut polytechnique de Grenoble. (décembre 2009).
- [33] Thomas CAMPANELLA. « Etude de l'effet de brassage électromagnétique sur les microstructures d'alliages cuivreux ». Thèse de doctorat, Ecole polytechnique de Lausanne (2003).
- [34] P.H. HAUMESSER. « Elaboration par croissance Czochralski, caractérisation spectroscopique et propriétés laser de monocristaux dopés par l'Ytterbium ». Thèse de doctorat. L'Université Pierre et Marie Curie (2000).

Références bibliographiques

- [35] Benmedour AMOR. «Etude et simulations numériques des contraintes thermomécaniques dans le silicium photovoltaïque». Thèse de doctorat .Université Mentouri-Constantine (2010).
- [36] Lamine SYLLA. « Etude expérimentale et thermodynamique du procédé de démouillage appliqué aux semiconducteurs ». Thèse de doctorat. Institut national polytechnique de Grenoble France (2008).
- [37] F.M. HERRMANN, G. MULLER, « Growth of 20 mm diameter GaAs crystals by the floating-zone technique with controlled As-vapour pressure under microgravity » (p. 350). J. Crystal Growth 156 (1995).
- [38] FALLY. J., GUENEL. C. « Proceeding of the International Conference of Photovoltaic Solar Energy ».Cannes (1980).
- [39] J. DONON, H. LAUVRAY, P. LAY, P. AUBRIL, « Polix semicrystalline casting process development », Conference Record of the IEEE Photovoltaic Specialists Conference, (1984).
- [40] William D. Callister. Jr «Science et génie des matériaux» (pages 547-548, 630). Dunod (2001).
- [41] S. DEGALLAIX et B. ISCHNER « Caractérisation expérimentale des matériaux 1 ». Presse polytechniques et universitaire romandes. Lausanne (2007).
- [42] Lounis CHEKOUR. « Eléments de diffraction des rayons X ». Université Mentouri de Constantine.
- [43] Norbert BROLL. « Caractérisation de solides cristallisés par diffraction X ». Technique d'ingénieur, PE 1080 (1996).
- [44] M. LOGAN. « An AC bridge for semiconductor resistivity measurement using a four pont probe ». The Bell System Technical Journal. May 1961.