

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

**UNIVERSITÉ de BLIDA 1**  
**Faculté de Technologie**  
**Département de Génie des Procédés**



# Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de

**MASTER EN GENIE DES PROCEDES**

**Spécialité : Génie Chimique**

Intitulé du mémoire

***Traitement De Surface Du Silicium Et Elaboration Par  
Pulvérisation Ultrasonique Des Couches Minces Antireflet.***

Réaliser par :

**Mr : BELLAHSENE Oussama**

**Mr: BRAKNI Mohamed Abderrezak**

Encadré par :

**Promotrice : D.R SALI Samira (CRTSE)**

**Co-Promoteur: Pr. TOUIL Djamel (USDB)**

Année universitaire 2021/2022

---

# **REMERCIEMENT**

---

**REMERCIEMENT**

Avant tout, nous remercions Allah de nous avoir donné le courage et la patience pour terminer ce modeste travail

Nous tenons à exprimer nos plus vifs remerciements à Mr A. BENKRID pour nous avoir aidés à intégrer au sein du centre de recherche

Nous sincères remerciements à Mme Samira.SALI et Mr Djamel.TOUIL, pour tous leurs précieux conseils et les orientations donnés lors de la réalisation de ce travail.

Nous remercions les membres de jury pour voir accepté d'examiner ce mémoire, et nous profitons pour leur exprimer toutes nos considérations.

Nous exprimons nos remerciements à l'équipe du laboratoire de centre de recherche  
CRTSE.

Nous tenons également à remercier M. Salim KERMADI pour ces efforts énorme, afin de réaliser ce travail.

**DEDICACES**

A la source de mes efforts, ma vie et bonheur qui a œuvré pour ma réussite, par son amour, son soutien, tous les sacrifices, pour toute son assistance et sa présence dans ma vie ;

Ma chère mère que j'adore.

A mon père mon exemple éternel, mon soutien moral, celui qui a sacrifié physiquement et financièrement pour me voir réussir, que dieu lui procure bonne santé et longue vie.

A ma chère sœur Zineb et à ma famille du cœur

A mon très chère binôme Oussama qui été bienveillant et travailleur même dans les moments les plus douteuses.

Mes très chères amis Abdelnour, Aymen, Amine et à mes chers cousins Walid et Azzem.

*Abderrezak*

**DEDICACES**

*Je dédie ce travail,*

*A mes chers parents*

*A mes adorables sœurs,*

*Ainsi qu'à toute ma famille et mes amis.*

*Oussama*

---

# **SOMMAIRE**

---

## Sommaire

I.	Généralités sur le traitement des cellules solaires photovoltaïques .....	4
I.1	Les semi-conducteurs.....	4
<b>I.1.1</b>	Le silicium :.....	5
I.2	Principe de fonctionnement d'une cellule solaire photovoltaïque .....	6
<b>I.2.1</b>	Jonction p/n :.....	6
I.3	Les filières photovoltaïques .....	7
<b>I.3.1</b>	1ère génération : .....	8
<b>I.3.2</b>	2ème génération : .....	9
<b>I.3.3</b>	3ème génération .....	10
I.4	Les étapes de fabrication d'une cellule solaire à base de silicium .....	11
I.5	Traitement de surface.....	11
<b>I.5.1</b>	Texturisation .....	13
<b>I.5.2</b>	Couche antireflets.....	13
I.6	Le coefficient de masse d'air (AM1.5).....	14
II.	Couches minces de du dioxyde de Titane (TiO <sub>2</sub> ) : Propriétés et Applications .....	16
II.1	Le dioxyde de titane.....	16
II.2	Les propriétés du dioxyde de titane.....	17
<b>II.2.1</b>	Propriétés cristallographiques .....	17
<b>II.2.2</b>	Propriétés optiques .....	17
<b>II.2.3</b>	Propriétés électroniques .....	17
<b>II.2.4</b>	Propriétés photo-catalytiques .....	18
II.3	Les applications de dioxyde de titane (TiO <sub>2</sub> ) .....	19
<b>II.3.1</b>	Poudre .....	19
<b>II.3.2</b>	Couches minces.....	19
<b>II.3.3</b>	Applications photovoltaïques.....	19
<b>II.3.4</b>	Revêtement antireflet .....	19
III.	Dispositifs Expérimentaux et Techniques de Caractérisation.....	21
III.1	Préparation des plaquettes.....	21
<b>III.1.1</b>	Nettoyage des substrats .....	21
III.2	Traitement du Si-mc.....	22
<b>III.2.1</b>	La texturisation par voie chimique.....	22
<b>III.2.2</b>	Dépôt Des couches minces de TiO <sub>2</sub> : .....	25
III.3	TECHNIQUES DES CARACTERISATIONS.....	28
<b>III.3.1</b>	Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) .....	28

III.3.2	Microscope optique :.....	30
III.3.3	Spectroscopie UV-visible (Absorption optique.).....	32
III.3.4	Diagramme de diffraction des rayons X .....	34
IV.	Résultat et discussions.....	36
IV.1	PARTIE 1.....	36
IV.1.1	La première étape de la texturisation : gravure par (HF- HNO <sub>3</sub> -H <sub>2</sub> O).....	36
IV.1.2	La seconde étape de la texturisation : la deposification par (NaOH).....	38
IV.1.3	Evaluation .....	<b>Erreur ! Signet non défini.</b>
IV.2	PARTIE 2.....	41
IV.2.1	Analyses structurales.....	41
IV.2.2	Analyses optiques.....	43
IV.3	PARTIE 3.....	46
IV.3.1	Caractérisation optique par spectroscopie.....	46
IV.3.2	Calcule la réflexion pondérée.....	47
	Conclusion Générale.....	49

---

# **INTRODUCTION**

---

## **INTRODUCTION GENERALE**

Les technologies de fabrication de cellules solaires photovoltaïques connaissent une progression notable qui affiche de nouveaux records de rendement de conversion de ses filières en deux grandes familles :

- 1- Les cellules solaires en silicium de première génération continuent à jouer un rôle majeur en répondant aux besoins énergétiques mondiaux, le silicium qui s'accapare environ 95% du marché mondial améliore ses performances, accélère ses transferts vers l'industrie à travers de l'évolution de la cellule conventionnelle Al-BSF (Back Surface Field) aux nouvelles cellules alternatives telles que : PERC (Passivated Emitter and Rear Contact), TOPCon (Tunneling Oxide Passivated Contact) , IBC (Interdigitated Back Contact) et le concept HIT (Heterojunction Intrinsic Thin layer).
- 2- Les couches minces émergentes (CIGS et CdTe) qui arrivent aux mêmes niveaux de performance que le mc-Si et avec des coûts moindres. Toutefois, leur part du marché (~5% en 2018) connaît un net déclin d'année en année. Ceux à base de matériaux émergents tels que les Pérovskites avec des rendements record ne sont pas encore commercialisés en raison des problèmes d'instabilité des performances.

Pour pouvoir prétendre occuper à terme une place prépondérante dans l'éventail des sources d'énergie, les filières technologiques photovoltaïques (PV) doivent concilier deux problématiques essentielles qui sous-tendent leur développement pour qu'elles puissent être considérées comme une alternative viable :

- i) l'amélioration des procédés de fabrication des cellules solaires, permettant l'augmentation des performances et la réduction des coûts associés ; Selon ce topic, **le thème de la passivation est au cœur des innovations futures.**
- ii) exclure l'utilisation des polluants et à fortiori toxiques pour le respect des questions relatives à l'environnement.

Les cellules solaires photovoltaïques perdent environ 4 % de leur puissance potentielle en raison des reflets de lumière provenant de la surface. Afin d'accroître l'efficacité et la puissance de ces dispositifs à base de Silicium, un traitement chimique de la surface de Si (texturisation) et une couche antireflet sont nécessaires. Pour cela et de par ses propriétés remarquables, l'étude de dioxyde de titane (TiO<sub>2</sub>) connaît depuis le début des années 70 une active dynamique dans plusieurs domaines d'application. Concernant le domaine

photovoltaïque, ce matériau déposé comme couche antireflet dans les cellules solaires à base de silicium multicristallin constitue le point central de ce travail de mémoire.

### ➤ **Motivation Et Objectif**

Les travaux de ce mémoire s'inscrivent dans cette dynamique. On se propose d'y étudier :

- La morphologie et les propriétés optiques de la surface de Silicium après l'attaque chimique par des solutions acides et après le dépôt de dioxyde de titane par pulvérisation ultrasonique (Spray).

- Les propriétés optiques des couches minces de dioxyde de titane élaborées par spray ultrasonique. L'objectif est l'optimisation des conditions de traitement de surface et l'élaboration des couches minces de  $\text{TiO}_2$  ainsi que la caractérisation de leurs différentes propriétés physico-chimiques afin d'obtenir des couches  $\text{TiO}_2$  avec des propriétés maîtrisables (indice de réfraction, épaisseur et structure). Son élaboration par une technique aisément transposable à l'industrie avec des étapes technologiques qui allient simplicité et faible coût et son optimisation nous permettront d'envisager une application photovoltaïque : Celle des revêtements antireflet (CAR) qui constituent un domaine où la recherche demeure très active pour réduire au maximum les pertes par réflexion de surface et par conséquent, améliorer directement le courant de court-circuit du dispositif (et en final son rendement de conversion).

### ➤ **Structuration Du Manuscrit**

Les travaux de ce mémoire seront structurés en quatre chapitres :

Le premier chapitre présente un bref survol du principe de conversion photovoltaïque, un état de l'art des procédés de texturisation et des couches minces de dioxyde de titane.

Le chapitre deux présente les conditions expérimentales pour effectuer le traitement de surface ainsi que les conditions de dépôt des couches minces. Il détaille la technique de dépôt par spray ultrasonique utilisée pour élaborer les couches minces de  $\text{TiO}_2$  notamment le dispositif expérimental. Les différentes techniques de caractérisation utilisées lors de nos travaux sont explicitées à la fin de ce chapitre.

Le chapitre trois aborde les techniques de texturisation par voie chimique et le dépôt par spray ultra sonique que nous avons utilisé pour l'élaboration des couches minces antireflet

Le chapitre quatre est dédié aux résultats de l'effet des couches antireflets sur les cellules texturisées ; l'objectif visé étant de réduire la réflexion.

---

**SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE**

---

---

# **CHAPITRE I**

---

# **I. GENERALITES SUR LE TRAITEMENT DES CELLULES SOLAIRES PHOTOVOLTAÏQUES**

## **INTRODUCTION**

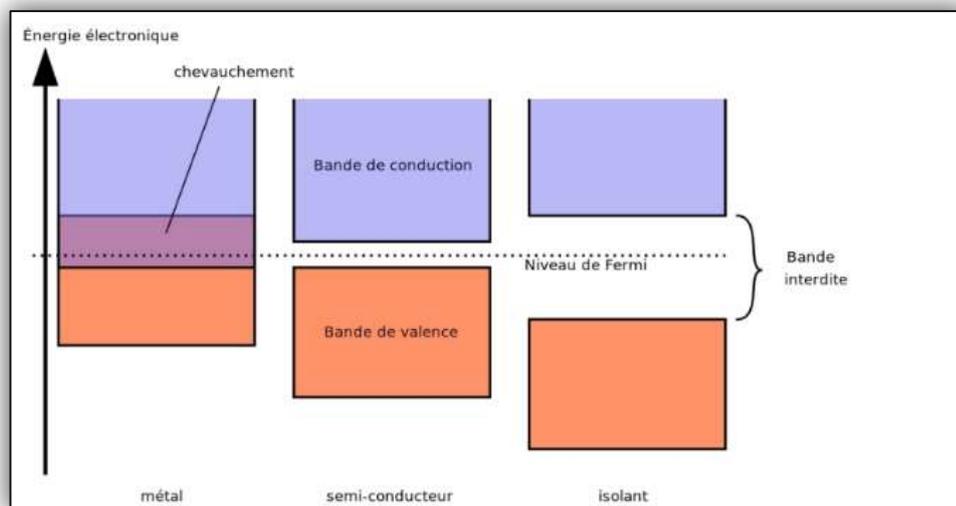
Le traitement de surface des cellules solaires est une étape incontournable afin d'améliorer la conversion d'énergie solaire en énergie électrique dans les applications photovoltaïques. Dans ce contexte, nous commencerons le premier chapitre de cette partie par un aperçu de la physique des semi-conducteurs et des principes généraux qui la sous-tendent. Ensuite, nous reviendrons sur les techniques de fabrication de base et l'amélioration de l'efficacité qui couvrent les perspectives des filières photovoltaïques.

### **I.1 LES SEMI-CONDUCTEURS**

Un semi-conducteur, c'est un matériau qui n'est ni tout à fait un conducteur d'électricité, ni tout à fait un isolant. Il peut être soit l'un, soit l'autre selon diverses conditions. Le caractère conducteur ou isolant prend sa source dans la structure même des atomes : chaque élément du tableau périodique possède un certain nombre d'électrons qui sont agencés autour d'un noyau, cet agencement sous la forme de couches d'électrons, différent selon les éléments, qui est responsable de la conductivité électrique. Les électrons d'un atome peuvent avoir plusieurs rôles au sein d'une structure d'atomes :

- électrons de cœur : ceux-ci sont proche du noyau et n'interagissent pas vraiment avec les autres atomes ;
  - électrons de valence : ceux-ci sont sur les couches externes de l'atome et permettent de créer des liaisons interatomiques et de former les molécules ;
  - électrons de conduction : ceux-ci sont responsables de la circulation du courant électrique.
- On peut schématiser l'ensemble sous la forme de couches (figure I.1).

Sur le schéma suivant, on a représenté les couches d'électrons de valence et d'électrons de conduction :



**Figure I. 1** Couches d'électrons de valence et de conduction.

On voit que dans un métal, certains électrons sont à la fois dans la bande de valence et dans la bande de conduction. Cela signifie qu'un métal peut conduire le courant sans autre forme de traitement physicochimique.

Par contre dans les isolants, les deux bandes sont séparées par un espace appelé « bande interdite », les électrons externes sont tous dans la bande de valence et aucun ne se trouve dans la bande de conduction : ces matériaux ne peuvent donc pas conduire l'électricité.

Enfin, dans le cas des semi-conducteurs, Il existe également une bande interdite mais celle-ci est très fine, Il suffit d'une petite quantité d'énergie pour exciter les électrons afin de passer de la bande de valence à la bande de conduction et ainsi rendre le semi-conducteur... conducteur.

### **I.1.1 Le Silicium :**

Comme cas particulier, le silicium est un élément chimique, de symbole Si et de numéro atomique 14. C'est l'élément le plus abondant sur la Terre après l'oxygène (27,6%).

Il n'existe pas à l'état libre mais sous forme de composés : sous forme de dioxyde silice (dans le sable, le quartz, la cristobalite, etc.) ou de silicates (dans les feldspaths, la kaolinite, etc.).

Le silicium est un faible conducteur d'électricité. Il est quasiment insoluble dans l'eau. Il est attaqué par de l'acide fluorhydrique (HF) ou un mélange acide fluorhydrique/acide nitrique ( $\text{HNO}_3$ ) selon la phase qui a été principalement utilisée pour fabriquer des cellules solaires photovoltaïques [1].

## **I.2 PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT D'UNE CELLULE SOLAIRE PHOTOVOLTAÏQUE**

La cellule solaire photovoltaïque agit comme une photodiode à jonction PN qui génère un signal électrique, quand les rayons du soleil frappent la cellule photovoltaïque, les photons absorbés par ce dernier participent à l'effet photoélectrique (la conversion de rayonnements solaire en énergie électrique). Cette transformation repose principalement sur trois phénomènes physiques, intimement liés et simultanés :

- Absorption des photons par le matériau constituant le dispositif ;
- Conversion de l'énergie du photon en énergie électrique, ce qui correspond à la création de paires électron/trou dans le matériau semi-conducteur ;
- Collecte des charges générées dans le dispositif [2].

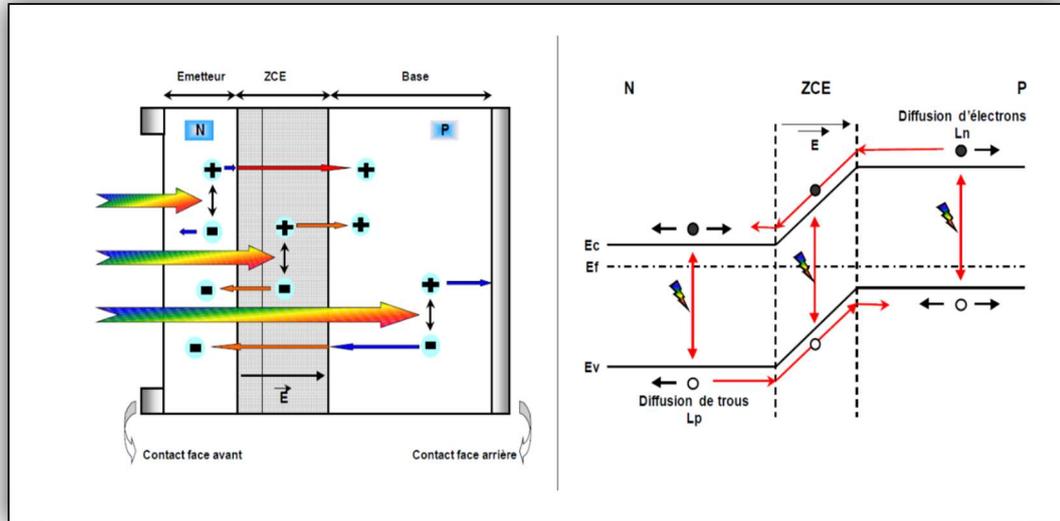
### **I.2.1 Jonction p/n :**

Une jonction PN est l'accolement d'une région dope P (chargée positivement) et d'une région dope N (chargée négativement), l'interface entre ces deux régions s'appelle une jonction.

Lors du contact entre les zones P et N, les porteurs majoritaires de chacune se propagent à travers la surface du contact il se crée une zone chargée positivement du côté de la région N et une zone chargée négativement du côté de la région p, cette zone de transition est appelée zone de charge d'espace (ZCE) ou bien la zone de déplétion, le gradient de concentration des porteurs majoritaires induit la présence d'un champ électrique permanent dans cette zone (ZCE) à l'équilibre [3].

Quand on illumine notre panneau, les photons incidents génèrent des paires électron-trou dans les régions de type N et P et dans la zone de charge d'espace. Les paires électron-trou générées se comportent différemment suivant la région :

Les charges négatives s'accablent dans la couche N, les charges positives dans la couche P. Il suffit de mettre les deux en contacts pour avoir un courant électrique (figure I.2).



**Figure I. 2 .** Structure (à gauche) et diagramme de bande (à droite) d'une cellule photovoltaïque.

Ce phénomène, aussi appelé effet photovoltaïque, ne se produit que si l'énergie des photons est supérieure ou égale à l'énergie de la bande interdite du matériau. La différence de potentiel qui en résulte aux bornes de la structure caractérise l'effet photovoltaïque et se situe, selon les matériaux et la structure de la jonction [4].

### I.3 LES FILIERES PHOTOVOLTAÏQUES

Les cellules photovoltaïques sont composées d'un matériau semi-conducteur qui absorbe l'énergie lumineuse et la transforme directement en courant électrique.

Ces cellules sont regroupées dans trois grandes familles dites de génération, la comparaison entre ces générations se fait en fonction de :

- Structure.
- Dimensions
- Cout de production.
- Rendement électrique et quantique.

Le tableau ci-dessous illustre le rendement de chaque génération

**Tableau I. 1** La structure et le rendement de chaque génération [4].

La generation	Structure	Cout	Rendement
1 <sup>ere</sup> génération	Cristaux simples de silicium	Très chères	$\eta = 21\%$ à $26,3\%$
2 <sup>eme</sup> génération	La miniaturisation par les lois de Moore	Plus faible	$\eta = 28.8\%$
3 <sup>eme</sup> génération	Miniaturisation optimale	Cout élevé	$\eta = 46\%$

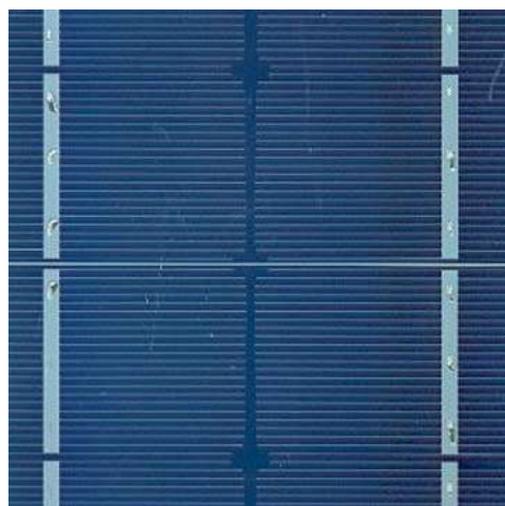
### I.3.1 1ère Génération :

Il existe deux types de cellules solaires classiques à base de silicium, monocristallin (mono c-Si) et multi cristallin (mc-Si) (figure I.3). Ces cellules, ne comprennent qu'une seule jonction p-n. La technique de fabrication de ces cellules, basée sur la production de "wafers" à partir d'un silicium très pur 99,99999 %, à épaisseur supérieure à 100  $\mu\text{m}$ .

Cette technique reste très énergivore et coûteuse avec une limite théorique de rendement de ce type de cellule est de  $\pm 27\%$  [5].



**Figure I. 3** cellule poly cristalline.



**Figure I. 4** poly cristalline. [6].

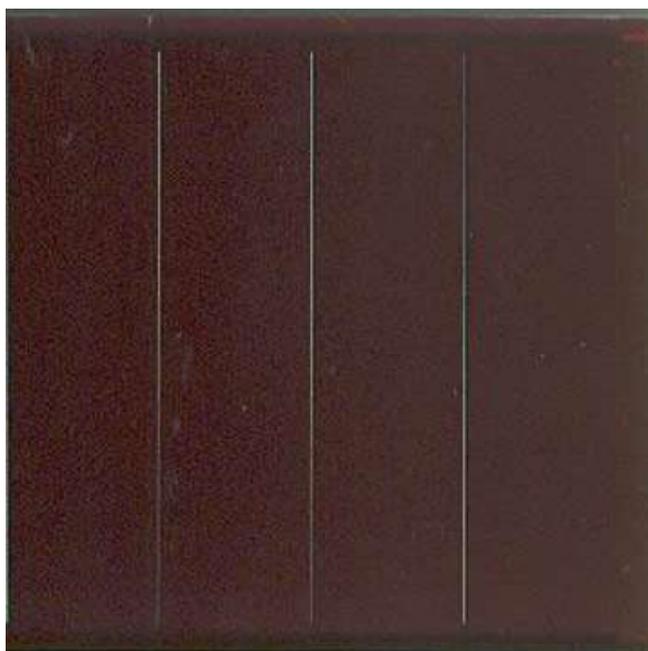
Alors que les cellules amorphes sont caractérisées par un rendement variant de 8 à 10%. En 2012, Le rendement de cellule à base de silicium ainsi que la production mondiale de

cette technologie est de 84 % du marché PV (37% monocristallin, 2% ruban et 45% multicristallin) est amélioré [7].

### **I.3.2 2ème Génération :**

Cette génération de cellule repose sur la déposition de matériaux semi-conducteurs en couches minces. Ces matériaux sont déposés par des procédés tels que PE-CVD (Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition) sur un substrat. L'épaisseur de la couche varie entre quelques nanomètres à des dizaines de micromètres.

Cette technologie utilise le silicium amorphe ou des matériaux de composés II-VI et III-V comme l'arséniure de gallium (Ga-As), le tellure de cadmium (Cd-Te), et le dioxyde de titane (TiO<sub>2</sub>).



**Figure I. 5** Cellule silicium amorphe

La production de ce type de cellules est moins coûteuse que celle de 1ère génération puisqu'elles consomment moins de matériaux semi-conducteurs, mais leur inconvénient réside dans la toxicité de certains éléments (Cadmium).

Le tableau ci-dessous donne les avantages et les inconvénients de cellules de deuxième génération

**Tableau I. 2** Avantages et Inconvénients des cellules de 2eme génération

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Fonctionnent avec éclaircissement faible.</li> <li>• Moins sensible à l'ombrage et aux élévations de température.</li> <li>• Possibilité de créer des panneaux souples.</li> <li>• Panneaux légers.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Rendement global plus faible en ce qui concerne les cellules commercialisées.</li> <li>• Rendement moindre sous éclaircissement direct.</li> <li>• Diminution de performance avec le temps plus importante.</li> <li>• Durée de vie moins grande que les cellules cristallines.</li> </ul>

### I.3.3 3ème Génération

La troisième génération vise à passer la limite maximale de rendement des cellules actuelles, les cellules multi couches à base de semi-conducteurs inorganiques sont réalisées en tandem (sandwich) permet d'absorber le spectre solaire dans sa quasi-totalité. L'avantage de cette génération est le rendement qui peut dépasser 30%. Elle est basée sur l'utilisation de nouveaux matériaux, des concentrateurs, des nanotubes, des fils de silicium, des cellules nanocristallines, des colorants organiques et des polymères, des cellules à encre sensibilisé (Dye-sensitized solar cell, DSSC).

Le cout de production des cellules de 3ème génération est élevé et sa réalisation reste au laboratoire (Tableau I.3) [7].

**Tableau I. 3** Exemples de cellules solaires de 3ère génération [7]

Cellule solaire	Surface (cm <sup>2</sup> )	Rendement (%)	Centre de test
Colorante (Dye-sensitised)	1.005	11.9±0.4	AIST (09/2012)
Organique	0.992	11.2±0.30	AIST (10/2015)
InGaP/GaAs/InGaAs(tandem)	1.047	37.9±1.2	AIST (02/2013)
InGaP/GaAs : GaInAsP/GaInAs (à concentration)	0.0520	46.0±2.2	AIST (10/2014)

#### I.4 Les Etapes De Fabrication D'une Cellule Solaire à Base De Silicium

Les étapes technologiques de base qui permettent la réalisation d'une cellule solaire sont schématisées sur la figure suivante [8]. Le détail est renvoyé en annexe.

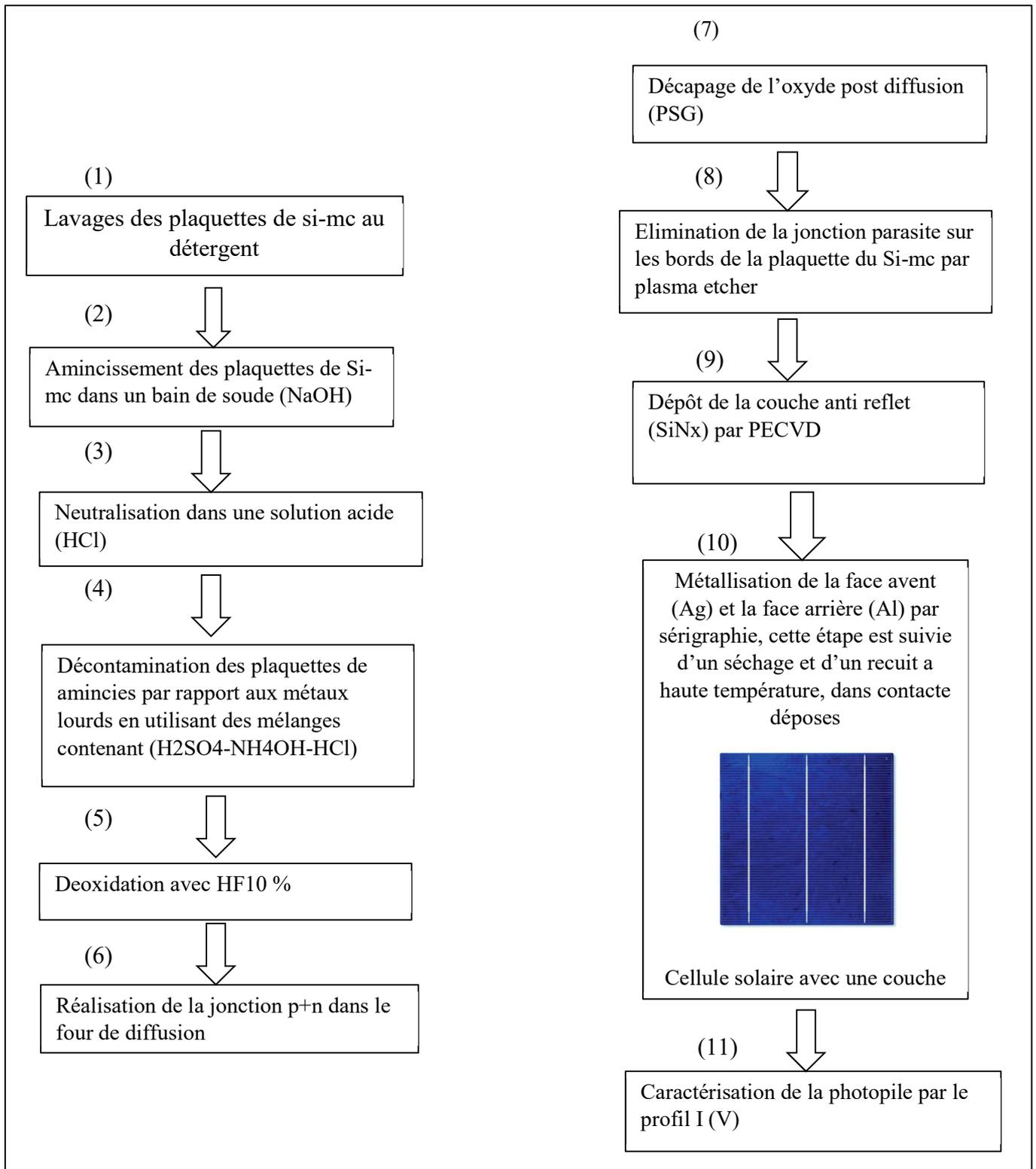


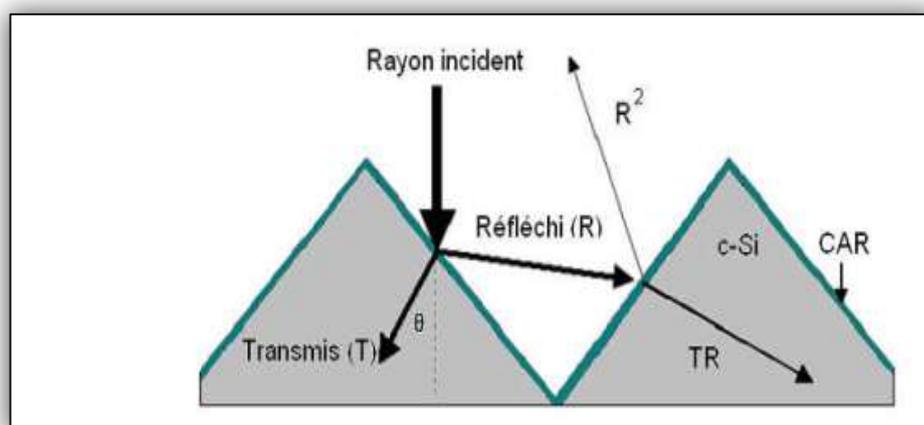
Figure I. 6 : Etapes de réalisation d'une cellule solaire.

## I.5 TRAITEMENT DE SURFACE

Les pertes optiques correspondent aux photons réfléchis sur la face avant et à ceux transmis à travers la cellule sans être absorbés, alors qu'ils auraient pu générer des paires électron/trou. L'utilisation d'une structuration de la surface avant (texturation), alliée à une couche antireflet (CAR), permet de réduire drastiquement la réflexion du rayonnement incident et donc diminuer les pertes optiques correspondent aux photons réfléchis sur la face avant et à ceux transmis à travers la cellule sans être absorbé.

Le procédé de texturation consiste à créer un relief micrométrique à la surface du wafer (tranche d'un semi-conducteur) de silicium [9], les formes pyramidale ou hémisphérique (comme dans notre cas) du relief multiplie les réflexions et donc les chances pour la lumière de pénétrer dans le matériau sont plus grandes. En effet, le rayonnement incident est constitué de longueurs d'onde inférieures aux dimensions des structures réalisées (quelques  $\mu\text{m}$ ). Dans le cas d'une double réflexion (**Figure I.7**), le coefficient de réflexion total devient  $R^2$ , ce qui entraîne une baisse de la réflexion totale de cette surface.

Les techniques industrielles de texturation se font le plus souvent par voie chimique alcaline (KOH, NaOH). Cependant, les voies acides et sèche font l'objet d'un intérêt croissant en particulier pour les matériaux multicristallins [10].

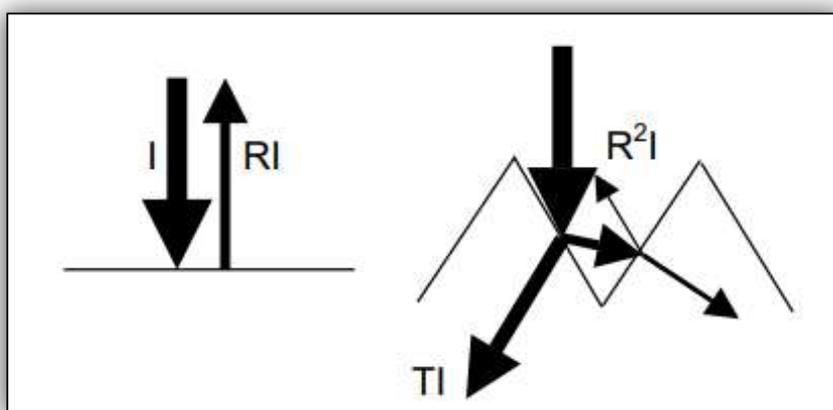


**Figure I. 7** Schéma de principe des réflexions lumineuses

### I.5.1 Texturisation

Toute rugosité de la surface réduit la réflectivité en favorisant les chances pour la lumière de se réfléchir sur le matériau. L'opération de texturisation vise à développer en surface un relief micrométrique (typiquement 5-10  $\mu\text{m}$ ), permettant des réflexions multiples (**Figure I.8**). La longueur d'onde de la lumière incidente étant inférieure aux dimensions des structures ainsi réalisées, les rayons incidents suivent les lois de l'optique géométrique. Par exemple, un rayon arrivant en incidence normale par rapport au plan de la cellule est réfléchi sur la face d'une « pyramide » adjacente, diminuant ainsi le coefficient de réflexion de  $R$  à  $R^2$ . De plus, le rayon transmis dans la cellule l'est avec un angle de réfraction différent de  $0^\circ$ , augmentant son parcours au sein du silicium par rapport au cas d'une surface plane. La probabilité d'absorption des photons en est donc améliorée.

Enfin, la texturisation de la face arrière entraîne un piégeage plus important de la lumière au sein de la cellule.

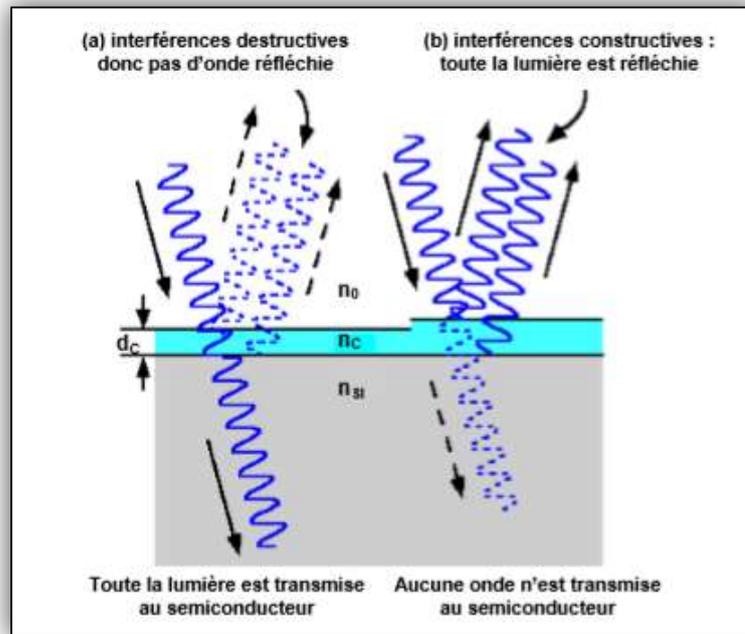


**Figure I. 8** Schéma comparatif des phénomènes de réflexion sur surfaces plane et texturée [11]

### I.5.2 Couche Antireflets

Afin de diminuer d'avantage la réflectivité, l'utilisation d'une couche antireflet (CAR) s'est imposée. Il s'agit ici d'exploiter les phénomènes d'interférences par division d'amplitude résultants de l'introduction d'une couche mince de matériau diélectrique entre le milieu extérieur (d'indice  $n_0$ ) et le substrat (silicium d'indice  $n_{Si}$ ). Comme illustré par la figure **I.9**.

Le choix de l'indice de réfraction  $n_C$  et de l'épaisseur  $d_C$  de la couche mince peut conduire aux cas limites des interférences destructives ou constructives à la réflexion.



**Figure I. 9** Introduction d'une couche mince entraînant la division d'amplitude de l'onde incidente, [12].

Le but de la couche antireflet est d'obtenir des interférences destructives entre les ondes réfléchies sur les deux interfaces, entraînant l'annulation de la réflexion à la longueur d'onde considérée. La couche antireflet peut donc être vue comme une lame quarte d'onde qui va permettre d'éliminer la réflexion pour une longueur d'onde donnée. Pour les applications photovoltaïques, l'indice de réfraction et l'épaisseur de la couche antireflet sont choisis de manière à minimiser la réflexion à la longueur d'onde de 600 nm. Celle-ci est, en effet, proche du maximum d'émission du soleil et autorise une pénétration acceptable des photons au sein du silicium. [13]

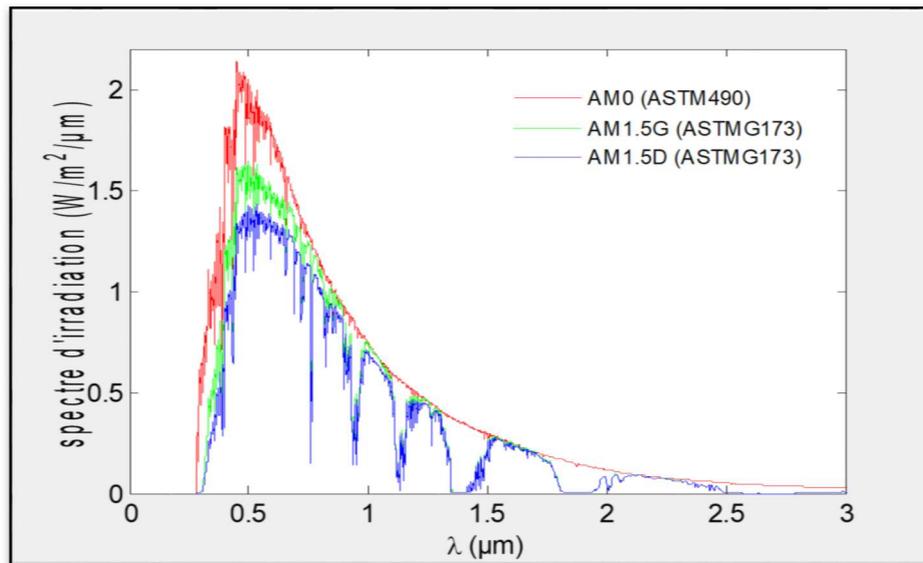
## I.6 LE COEFFICIENT DE MASSE D'AIR (AM1.5)

Le coefficient de masse d'air représente le chemin optique du rayonnement solaire à travers l'atmosphère terrestre par rapport à ce chemin lorsque le Soleil est au zénith.

Dans une première approximation, le spectre solaire hors atmosphère correspond au spectre d'un corps noir à température 5900 K. Lorsque le rayonnement solaire traverse l'atmosphère,

il subit une atténuation et une modification de son spectre à cause des phénomènes d'absorption et de diffusion dans les gaz, l'eau et les poussières (*figure I.10*) [14].

Pour avoir le rayonnement global reçu au sol, on doit ajouter à AM1.5 le rayonnement réfléchi par le sol et le rayonnement dispersé par l'atmosphère (figure suivante). AM1.5G est généralement utilisé pour définir les performances des cellules photovoltaïques avec une puissance normalisée à 1 KW/m<sup>2</sup>



**Figure I. 10** Spectre solaire relevé dans plusieurs conditions [12]

---

# **CHAPITRE II**

---

## II. Couches Minces De Du Dioxyde De Titane (TiO<sub>2</sub>) : Propriétés Et Applications

### INTRODUCTION

Le deuxième chapitre de cette partie est consacré aux couches minces de TiO<sub>2</sub> et nous aborderons plus en détail ses propriétés structurales et photoélectriques. Ensuite, nous aborderons les applications les plus importantes dans le domaine.

### II.1 LE DIOXYDE DE TITANE

Le dioxyde de titane TiO<sub>2</sub> est un matériau semi-conducteur de type N ayant des propriétés physico-chimiques intéressantes dans les plusieurs domaines. En plus de ça il est très stable chimiquement, non volatil, non toxique, ininflammable et il a à la fois un indice de réfraction élevé. Les propriétés de dioxyde de titane dépendent de plusieurs paramètres à savoir la nature de la phase, la structure cristalline et la cristallinité comme les propriétés optiques et électriques [15].

Les principales caractéristiques cristallographiques des phases communes du dioxyde de titane sont réunies dans le tableau suivant :

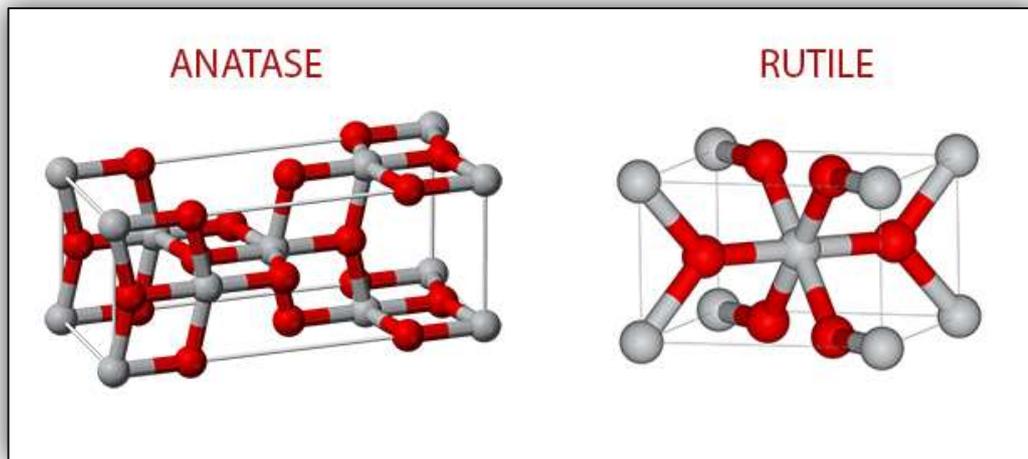
Tableau II. 1 Propriétés structurales des polymorphes TiO<sub>2</sub> [16].

Nom	Dioxyde de Titane, Oxyde de Titane (IV), Titania		
Formule Chimique	TiO <sub>2</sub>		
Polymorphe TiO <sub>2</sub>	Rutile	Anatase	Brookite
Structure	Tétraгонаle	Tétraгонаle	Orthorhombique
Groupe d'espace	P42/mnm	I41/amd	Pdca
Paramètres de maille (Å)	a = 4.594 b=2.958	a =b =3.785 c=9.514	a =5.447 b=9.184 , c=5.143
Z	2	4	8
Masse volumique (g.cm-3)	4.24	3.89	4.12

## II.2 LES PROPRIETES DU DIOXYDE DE TITANE

### II.2.1 Propriétés Cristallographiques

L'oxyde de titane sous des conditions de pression et de température, peut se présenter sous différentes formes allotropiques (**figure II.1**). Il appartient à la grande famille des oxydes, qui sont décrits comme ayant une structure cristalline déformée de type CS, le plus grand oxyde dans cette famille est  $TiO_2$ , qui existe sous différentes formes cristallines : le rutile, l'anatase, la brookite et un grand nombre de phases obtenues sous hautes pressions [17].



**Figure II. 1** La structure cristalline de  $TiO_2$  sous forme (anatase) et (rutile)

### II.2.2 Propriétés Optiques

Le dioxyde de titane est un matériau transparent, dont l'indice de réfraction  $n$  est élevé dans le visible. La variété rutile possède un indice de réfraction  $n$  proche de 2,66 plus élevé que celui de la variété anatase ( $n \sim 2,54$ ). Le  $TiO_2$  se présente ainsi comme un matériau semi-conducteur avec une large bande interdite (band-gap). Les gaps du rutile, d'anatase et de la brookite sont donc indirects et ont pour valeur 3,0 eV (411 nm) ; 3,2 eV (384 nm) et 3,10 eV (400 nm) respectivement. Ces valeurs de gap donnent lieu à des transitions correspondant à des photons se situant dans le domaine de l'ultraviolet [18].

### II.2.3 Propriétés Electroniques

Le dioxyde de titane peut être considéré soit comme un semi-conducteur de type  $n$  à large bande interdite, soit comme un oxyde à band gap étroit. Dans son état stœchiométrique, les états occupés dérivent principalement des atomes d'oxygène ; les états libres dérivent des

atomes de Ti. Une fois réduit, le matériau contient des lacunes d'oxygène. Pour les trois formes cristallines de  $TiO_2$  précédemment citées, la bande de valence est formée par le recouvrement des orbitales eg : du titane et 2p de l'oxygène.

## II.2.4 Propriétés Photo-Catalytiques

Ces dernières années, la photocatalyse à semi-conducteurs utilisant du  $TiO_2$  a été appliquée pour résoudre des problèmes environnementaux tels que la détoxification de l'eau et de l'air. Le mécanisme général des réactions photo-catalytiques sur  $TiO_2$  (*figure II.2*) peut être expliqué à la figure, ce processus d'excitation crée un électron dans la bande de conduction et une vacance d'électron dans la bande de valence. Ces paires électron-trou générées par des photons peuvent soit se recombiner, soit participer à des réactions redox.

La majorité des paires électron-trou générées par des photons se recombinent avec une dissipation de chaleur, car le taux de recombinaison est rapide et se produit en quelques nanosecondes. Certaines paires électron-trou réussissent à migrer vers la surface, où elles réagissent avec les accepteurs et les donneurs d'électrons adsorbés. La migration et les réactions de surface sont des processus lents, de dizaines de nanosecondes à quelques millisecondes. Les particules de dioxyde de titane modifiées ou dopées avec d'autres semi-conducteurs ou métaux ont des états métastables qui peuvent piéger les électrons, ce qui réduit les taux de recombinaison [19].

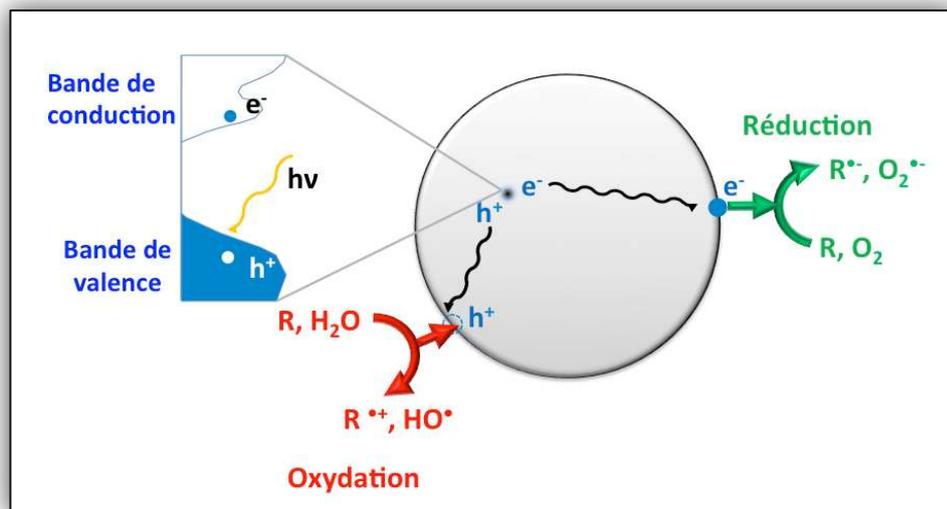


Figure II. 2 Le mécanisme général des réactions photo-catalytiques sur

### **II.3 LES APPLICATIONS DE DIOXYDE DE TITANE ( $TiO_2$ )**

En générale les poudres et les couches minces de dioxyde de titane sont utilisées dans un très large éventail d'applications commerciales et de domaines de recherche, notamment :

#### **II.3.1 Poudre**

En tant que pigment blanc dans les peintures, les plastiques, les encres, le papier et les cosmétiques, dans les lessives en poudre, les dentifrices, les écrans solaires, les produits alimentaires, les produits pharmaceutiques, les plaques photographiques, pour la fabrication de pierres de synthèse et comme catalyseurs.

#### **II.3.2 Couches Minces**

Pour les condensateurs ultraminces et les MOSFET en raison de sa constante diélectrique extrêmement élevée en tant que capteur d'humidité et d'oxygène en raison de la dépendance de sa conductance électrique aux gaz présents, en tant que revêtement optique et matériau pour guides d'onde en raison de son indice de réfraction élevé, en tant que couche protectrice et barrière résistante à la corrosion et en tant que photo-anode dans les cellules solaires en raison de son activité photoélectrique [20].

#### **II.3.3 Applications Photovoltaïques**

L'utilisation de films de  $TiO_2$  a déjà été explorée dans une certaine mesure dans le domaine des revêtements antireflets photovoltaïques.

#### **II.3.4 Revêtement Antireflet**

Des couches minces de dioxyde de titane ( $TiO_2$ ) expérimentées comme revêtement antireflet de cellules solaires sont apparues au début des années 1970. À une longueur d'onde (600 nm), l'indice de réfraction de silicium est 3,94 SiO environ 1,9 et  $TiO_x$  compris entre 1,9 et 2,4 (il est difficile de connaître la stœchiométrie exacte des couches minces de dioxyde de titane déposées par évaporation ou pulvérisation cathodique). Un revêtement antireflet avec un indice de réfraction d'environ 2,45 est optimal pour réduire au minimum les pertes par réflexion. Ainsi, l'utilisation des films de  $TiO_x$  s'est généralisée dans l'industrie photovoltaïque pour permettre un meilleur couplage optique de la lumière dans le silicium. Bien que les films  $TiO_x$  soient plus absorbants à la lumière à courte longueur d'onde [19].

## **CONCLUSION**

Cette partie servira du point de départ afin de se familiariser avec le domaine photovoltaïque, il nous a permis d'explorer le principe de la conversion énergie solaire ainsi nous avons rappelé quelques notions fondamentales à la compréhension de la photovoltaïque comme : les filières photovoltaïques, fonctionnement des cellules photovoltaïques, puis nous avons cité les étapes de fabrication des cellules solaires.

Enfin nous avons présenté quelques généralités sur les couches minces (TiO<sub>2</sub>) et leurs propriétés physico-chimiques et électro-optiques.

---

**PARTIE**  
**EXPERIMENTALE**

---

---

# **CHAPITRE III**

---

### **III. Dispositifs Expérimentaux et Techniques De Caractérisation**

#### **INTRODUCTION**

L'Objectif de notre étude est de minimiser la réflexion de faisceau lumineux incident sur la plaque de si-mc. Afin d'atteindre cet objectif, nous avons mené une série d'expérience au sein de laboratoire du Centre de Recherche en Technologie des Semi-conducteurs pour l'énergétique (CRTSE), qui se résume comme suit :

#### **III.1 PREPARATION DES PLAQUETTES**

Des plaquettes du silicium multi cristallin Si-mc de (10\*10) ont été utilisées pour réaliser ce travail. D'une épaisseur moyenne de 300 $\mu$ m (résistivité=0. 86 $\Omega$ .cm) élaborées par le procédé HEM au sein de l'UDTS.

Ces plaquettes ont été dégraissées à chaud en utilisant le TCE, chauffé à 80°C. Ceci permet de nettoyer les impuretés résiduelles dues au procédé de découpe **slurry** (voir l'annexe pour plus de détails), et des graisses dues à la machine, ainsi que les différentes manipulations intermédiaires. Cette opération est suivie d'un premier rinçage à l'acétone et finalement par de l'eau désionisée. Après un séchage, les plaquettes de Si-mc sauront prêt pour le procédé de texturisation.

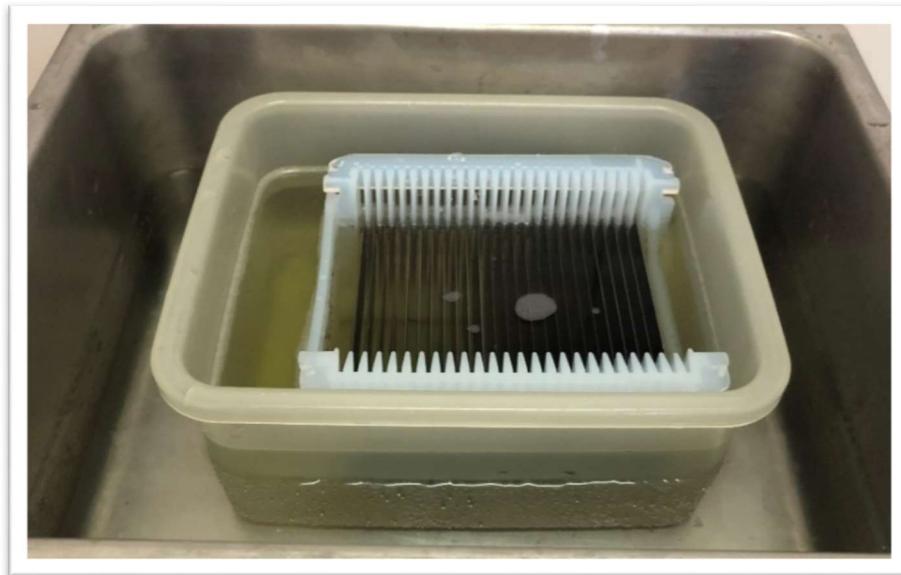
##### **III.1.1 Nettoyage Du Substrats**

L'étape de nettoyage consiste à l'élimination de toute trace de graisse et de poussière. Quant à l'état de surface, une vérification à l'œil nu permet de s'assurer que la surface du substrat ne présente aucune rayure ou défauts de planéité. Ces conditions sont indispensables à la bonne gravure sur le substrat, et à son uniformité (homogène).

Le nettoyage de nos échantillons de si-mc se fait selon les étapes suivantes :

- Le premier nettoyage est effectué dans un bac rempli de détergent et l'eau désionisée.
- Ensuite on plonge nos échantillons dans un bain ultrasonique rempli d'acétone, on laisse les échantillon durant 15 minutes.
- Pour garantir le bon nettoyage, nous avons répété la même opération une seconde fois, mais en remplaçant la solution d'acétone par l'éthanol.

Pour éviter toute contamination extérieure, nous avons rincé les plaquettes à l'eau déminéralisée pendant 5 min et on procède au séchage à gaz inerte (N<sub>2</sub>).



**Figure III. 1** Image du processus de nettoyage dans une bain ultrasonique (photo prise au sein du Laboratoire CRTSE)

### **III.2 TRAITEMENT DU SI-MC**

- Le traitement se fait en deux procédés principaux :
  - La texturisation par voie chimique.
  - Dépôt des couches minces de TiO<sub>2</sub>.

#### **III.2.1 La Texturisation Par Voie Chimique**

Cette technique repose principalement sur la réalisation des trous microscopique hémisphérique au niveau de la surface de la plaquette (si-mc) avec une solution acide a des propriétés qui approuve l'interaction avec des molécules de substrat (Si), la nouvelle morphologie de surface texturisée a des caractéristiques qui permet de piéger les photons incidents.

Cette technique d'intensification contribue directement à réduire le taux de réflexion sur les échantillons susmentionnés et donc à augmenter le rendement de conversion énergétique.

Plusieurs techniques industrielles de texturisation existent, Cependant, nous nous sommes ainsi orientés vers une attaque acide humide avec une seule solution HF/ HNO<sub>3</sub>/ H<sub>2</sub>O.on texturise des plaques dopées en Bohr.

**III.2.1.1 Préparation des solutions :**

La solution de gravure utilisée est un mélange constitué d'acides fluorhydrique (HF), l'acide nitrique (HNO<sub>3</sub>) et l'eau (H<sub>2</sub>O) par des proportions volumiques suivantes 7,5, 1,5 et 2 respectivement.

La température opératoire de l'attaque chimique est fixe à 20 C. Cette température a été optimiser parallèlement avec notre solution d'attaque, Prendre en considération la cinétique de la réaction.

Nous présentons dans ce qui suit les volumes nécessaires de chaque solution d'avoir obtenir 2,5 L (HF HNO<sub>3</sub> H<sub>2</sub>O) désiré pour mener la réaction

- $V(\text{HF}) = (2500\text{cc} / 11) * 7,5 = 1705\text{cc}$
- $V(\text{HNO}_3) = (2500\text{cc} / 11) * 1,5 = 340\text{ cc}$
- $V(\text{H}_2\text{O}) = (2500\text{cc} / 11) * 2 = 455\text{ cc}$

**Tableau III. 1** Les proportion volumique de la solution de la texturisation

La solution	La proportion volumique	Le volume (cc)
HF	7,5	1705
HNO <sub>3</sub>	1,5	340
H <sub>2</sub> O	2	455

**III.2.1.2 Description De La Manipulation**

Une fois la solution préparée, celle-ci est refroidie dans un récipient en silicone contenant des morceaux de glace car durant l'attaque la température augmente légèrement peut allez jusqu'à 27degré, une sonde plongée dans la solution tout au long du processus pour contrôler la température, L'ensemble est placé sous une hotte pour aspirer les gaz résultants.

Au moment où la température de fonctionnement est atteinte, nous avons immergé les échantillons si-mc verticalement dans la solution de gravure jusqu'à épuisement du temps d'attaque.

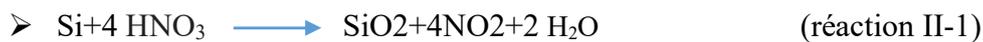
Dans les mêmes conditions expérimentales, nous avons répété le processus de texturisation à trois reprises en variant le temps de réaction. On immerge 3 échantillons simultanément à chaque durée (t1, t2 et t3).

**Tableau III. 2** Représent les reprises de la texturisation

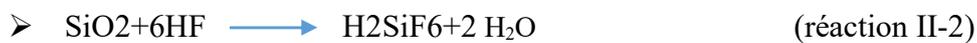
Reprise	Durée
<b>t 1</b>	60
<b>t 2</b>	90
<b>t 3</b>	120

Au cours du processus de texturation, l'oxydation de Si par le HNO<sub>3</sub> et le décapage de SiO<sub>2</sub> par HF se produisent simultanément, comme indiqué ci-dessous [1] :

*(Oxydation du silicium)*



*(Dissolution du SiO<sub>2</sub>)*



La réaction chimique (oxyde-réduction) du silicium dans le mélange HF- HNO<sub>3</sub> est la suivante [2] :



Lorsque la première étape du processus de texturisation est terminée, nous avons placé 3 de nos échantillons (on prend un échantillon des 3 de chaque durée) dans une solution d'hydroxyde de sodium de concentration [1%] pendant 3 secondes.

Le but de ce processus est de déporosifier (éliminer) certains trous (indésirable) au niveau de surface des cellules qui affectent négativement sur la surculation des électrons. Immédiatement à la fin du processus, nous avons rincé les plaquettes de silicium avec de l'eau déminéralisée puis séchées avec un gaz inerte (N<sub>2</sub>).



**Figure III. 2** Image de la manipulation du process de texturisation par voies acide (photo prise au sein du Laboratoire CRTSE)

### **III.2.2 Dépôt Des Couches Minces De $TiO_2$ :**

Plusieurs équipes de recherche se sont penchées ces dernières années sur la préparation de couches minces des oxydes métalliques par des méthodes simples de fabrication (évaporation, sol-gel, pulvérisation chimique,). Ces méthodes ont l'avantage d'être moins coûteuses, faciles à manier et permettant de déposer des films minces de grande surface. au sein de notre travail de réalisation des couches minces,

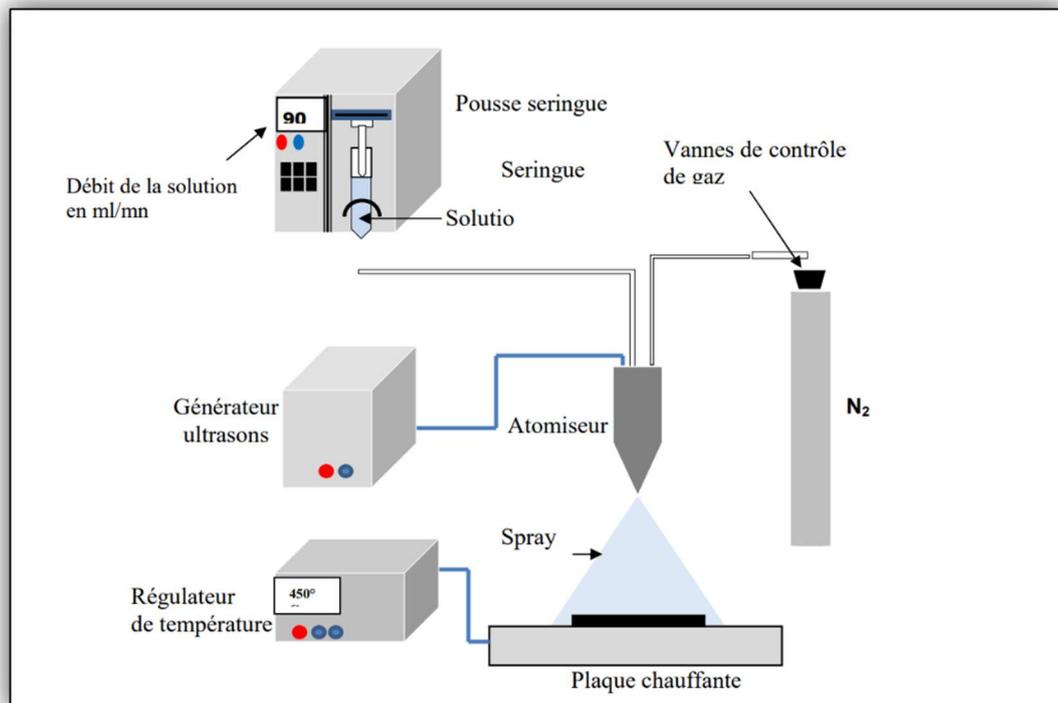
Nous avons adopté une autre méthode, complémentaire de l'étape précédente, afin de réduire la réflexion. Cette étape consiste sur la déposition d'une couche mince de  $TiO_2$  comme couche antireflet sur la surface du wafer si-mc texturiser, effectué par spray ultrasonique.

Les propriétés optiques des couches minces antireflet ( $TiO_2$ ) jouent un rôle primordial dans l'augmentation des performances des cellules.

#### **III.2.2.1 Description de dispositif de spray ultrasonique.**

Ce dispositif est constitué essentiellement des éléments suivants :

- Un générateur ultrason destiné à la production des ondes ultrasoniques courtes, nécessaires pour la transformation de la solution au niveau de l'atomiseur en jet de gouttelettes très fines.
- Une solution de précurseurs : sa composition est déterminée par les corps, les réactifs dissous dans le dissolvant, selon un rapport stœchiométrique prédéterminé [3].
- Un atomiseur ultrasonique : La partie la plus importante. Il crée un brouillard en soumettant la solution à une vibration haute fréquence générée par un transducteur ultrasonique. En général sa distribution est de l'ordre de 1-10 micromètre [4].
- D'une plaque chauffante (pour le substrat) et d'un régulateur de température.



**Figure III. 3** Schéma détaillé de la technique spray ultrasonique

### III.2.2.2 Conditions expérimentales :

On peut résumer dans le tableau ci-dessous l'ensemble des conditions expérimentales dans laquelle le dépôt a été fait.

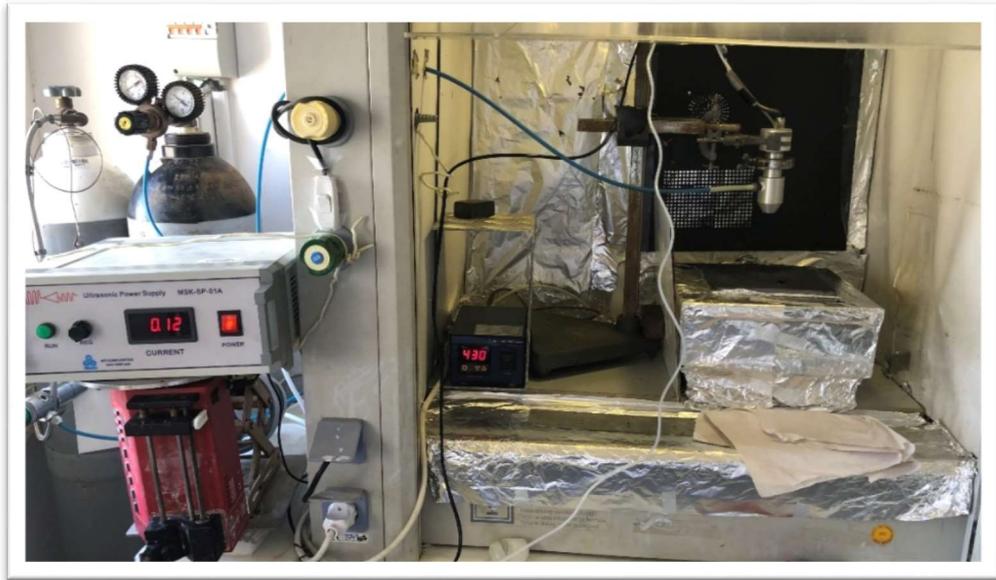
**Tableau III. 3** : conditions expérimentales de dépôt

Substrat	Silicium, et Silicium texturisé, verre
Précurseur de base	l'iso-Propoxide Orthotitanate Titanium (TPOT)
Solvant	2-propanol (i-PrOH) et stabilisé par Acetylacétone (AcAc).
Gaz porteur	Azote
Température du substrat	450°C
Rapport molaire TPOT:AcAc	1 :1.5
Concentration de la solution	0.1mol/l
Durée du dépôt	Jusqu'à la couleur est atteinte

### III.2.2.3 Principe De Dépôt Par La Technique Spray ULTRASONIQUE

Le principe de base de cette méthode est la formation de gouttes très fines qui forment un brouillard par l'utilisation d'une onde mécanique. Dans un premier temps, le substrat est placé sur une plaque chauffante reliée à un thermomètre afin que la température de la plaquette monte progressivement jusqu'à 450°C, Ensuite on déclenche le générateur ultrason à 40 KHz, et en fixant le débit de la solution à l'aide d'un pousse-seringue électrique (48ml/heure).

A partir du bec de la sonde ultrasonique, tel que la distance bec-substrat est 15 cm, les gouttelettes sont pulvérisées sur le substrat chauffé. A la fin du processus de dépôt (après quelques minutes), on arrête le chauffage et on laisse les substrats refroidir jusqu'à la température ambiante pour éviter de casser les échantillons, ensuite on récupère nos échantillons.



**Figure III. 4** Image du dispositif spray ultrasonique (photo prise au sein du Laboratoire CRTSE).

### **III.3 TECHNIQUES DE CARACTERISATIONS**

L'étude de notre substrat nécessite d'effectuer différentes caractérisations, pour optimiser et observer l'influence de nos paramètres tel que le temps de séjour et le dépôt  $\text{TiO}_2$  sur nos plaques multi cristallin texturisé, analysées par différentes techniques de caractérisations des matériaux.

La caractérisation des couches minces s'appuie sur des méthodes fortes variées : Nous présentons les différentes techniques auxquelles nous avons eu recours pour caractériser notre matériau, ces techniques nous permis d'avoir accès aux caractéristiques morphologiques, cristallines, chimiques, optiques, électriques, thermiques des couches minces du  $\text{TiO}_2$ .

#### **III.3.1 Spectroscopie Infrarouge A Transformée De Fourier (FTIR)**

la spectroscopie d'absorption infrarouge est considérée comme une méthode analytique très puissante car elle permet d'identifier un grand nombre d'espèces chimiques de façon non ambiguë car tous les composés chimiques (sauf les atomes et les molécules diatomiques symétriques).

La spectroscopie infrarouge est une technique d'analyse largement utilisée pour une grande variété de composés chimiques. La bonne connaissance des fréquences d'absorption et des

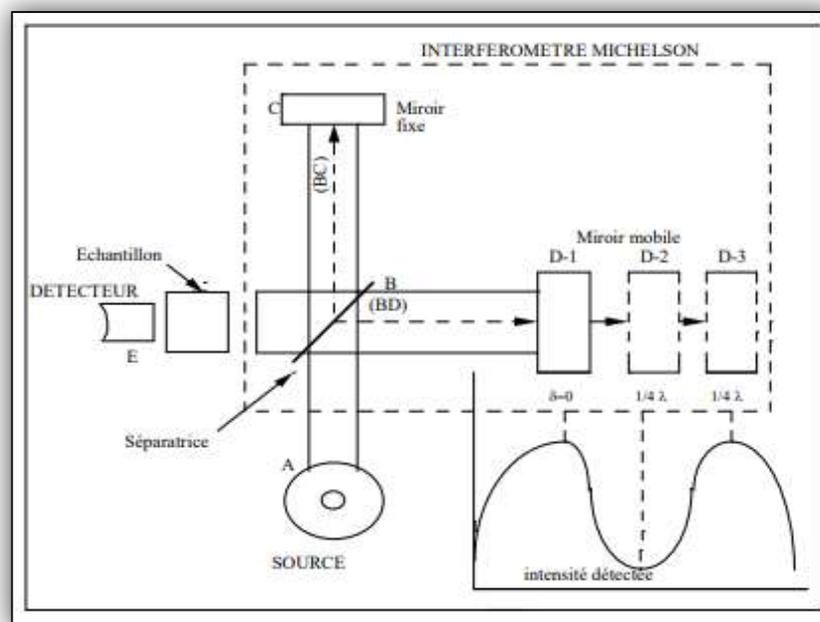
forces d'oscillateurs des groupements fonctionnels rend cette technique particulièrement utile pour l'identification et la caractérisation des matériaux.

L'absorption du faisceau incident intervient lorsque sa fréquence coïncide avec l'une des fréquences vibrationnelles des molécules ou groupements de molécules présents dans l'échantillon.

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) permet un enregistrement simultané d'une vaste plage du spectre infrarouge. Le signal obtenu est décomposé en série de Fourier et traité mathématiquement de façon à éliminer au maximum le bruit de fond (le spectre de H<sub>2</sub>O par exemple).

Le spectromètre FTIR a trois composants fondamentaux qui sont :

- Une source de lumière dont les radiations correspondent à une certaine gamme continue de longueurs d'ondes infrarouges
- Un interféromètre
- Un détecteur



**Figure III. 5** Schéma simplifié du spectromètre F.T.I.R.

(La figure) montre un schéma simplifié du spectromètre FTIR. La lumière émise par la source IR (A) est également divisée par la séparatrice (B), qui est constituée d'une plaque en KBr avec inclusion de germanium, en deux faisceaux. La lumière est globalement

reconstituée après les réflexions sur les miroirs (D) et (C) au niveau de la lame semi-transparente (B). Les deux faisceaux interfèrent avant d'être analysés dans le détecteur (E). Ils passent à travers l'échantillon où des absorptions sélectives ont lieu. Le détecteur enregistre donc les interférences de ces faisceaux. [6]

### **III.3.2 Microscope Optique**

Le microscope optique est un système optique à lentilles dont le but est d'obtenir une image agrandie de l'échantillon à observer. Le premier groupe de lentilles, dirigé vers l'objet à examiner, constitue l'objectif. Il donne une image réelle, inversée et agrandie de l'objet. Cette image n'est pas formée sur un verre dépoli, mais se trouve quelque part dans le tube optique, c'est l'image intermédiaire. Le deuxième groupe de lentilles, dirigé vers l'œil de l'observateur, est appelé l'oculaire ; il fonctionne comme une simple loupe et grossit l'image précédente. On obtient alors l'image définitive virtuelle, plus ou moins fortement grossie et renversée de l'objet initial.

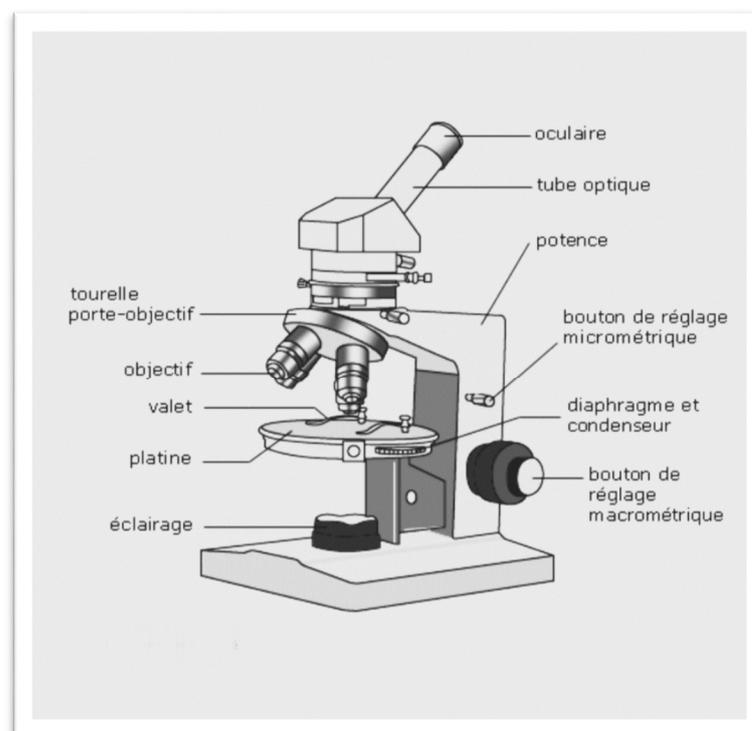
Le grossissement total du microscope est égal au produit du grandissement de l'objectif et du grossissement de l'oculaire.



**Figure III. 6** Photo de microscope optique au laboratoire de CRTSE

### III.3.2.1 Constituants Du Microscope

- Miroir : sert à réfléchir la lumière ambiante pour éclairer l'échantillon par en dessous ;
- Source de lumière : artificielle de meilleure température de couleur et de stabilité et par l'usage d'un condenseur qui permet à cette lumière de remplir d'une façon homogène et régulière le champ observé,
- Diaphragme : ouverture de diamètre variable permettant de restreindre la quantité de lumière qui éclaire l'échantillon.
- Platine porte-échantillon : où l'on pose l'échantillon ; les « valets » servent à tenir l'échantillon lorsque celui-ci est mince (par exemple une lame).
- Objectifs : lentille ou ensemble de lentilles réalisant le grossissement. Il y a en général plusieurs objectifs, correspondant à plusieurs grossissements, montés sur un barillet.
- Mise au point rapide et micrométrique ; pour que l'image soit nette, il faut que l'objet soit dans le plan focal de l'objectif ; ces molettes font monter et descendre l'ensemble objectif-oculaire avec un système de crémaillère, afin d'amener le plan focal sur la zone de l'échantillon à observer ;
- Oculaire : L'oculaire est un appareil photographique dans la plupart des microscopes moderne.[7]



**Figure III. 7** Schéma d'un microscope optique [7]

### III.3.3 Spectroscopie UV-Visible (Absorption Optique.)

Dans le domaine ultraviolet-visible, la méthode de spectroscopie d'absorption optique qui est l'une des méthodes les plus répandues pour mesurer les composés atmosphériques. Il s'agit de l'une des méthodes continues les plus fiables et les plus utilisées dans le domaine UV-visible. Utilisant un émetteur et un détecteur distants l'un de l'autre d'un trajet optique de plusieurs centaines de mètres. Cette technique permet de mesurer plusieurs polluants sur une certaine distance avec un seul instrument et surtout elle permet de s'affranchir de la mesure d'un spectre de référence  $I_0$ , impossible à obtenir en atmosphère réelle en temps normal.

#### III.3.3.1 Fonctionnement de base :

L'action d'un rayonnement sur une molécule se traduit par une diffusion spatialement hétérogène, appelée diffusion Rayleigh, ainsi que par une absorption plus ou moins forte. L'absorbance mesure la capacité d'un milieu à absorber la lumière qui le traverse (Figure). Elle est également appelée densité optique ou extinction.

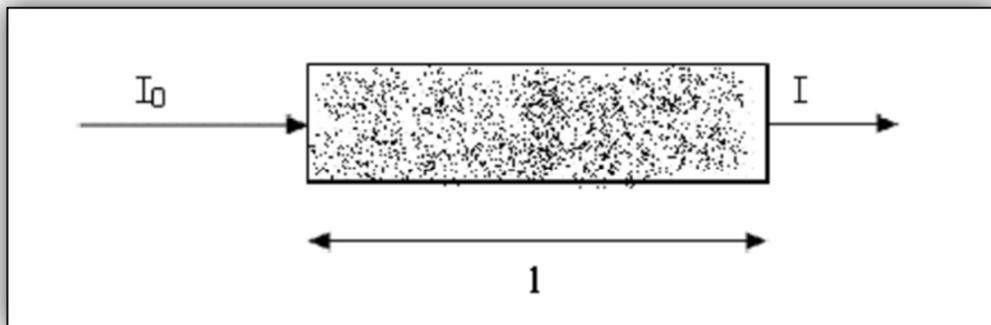


Figure III. 8 Atténuation d'une lumière incidente après passage dans une cellule de longueur  $l$  contenant un composé de concentration  $C$

#### III.3.3.2 Description de l'appareil :

La spectrométrie d'absorption UV-visible repose sur la transition d'électrons de valence qui passent d'un état fondamental à un état excité après absorption d'un photon dans l'UV-visible. Cette transition s'accompagne de changements de niveaux rotationnels et vibrationnels. Elle requiert une énergie assez forte qui correspond aux longueurs d'onde UV-visible.

L'étude est faite à l'aide d'un spectromètre double faisceau (Mesures effectuées au centre de recherche CRTSE). L'appareil couvre la gamme UV, visible et proche infra-rouge (185-3152

nm) ; il est muni de deux détecteurs, un photomultiplicateur pour l'UV / visible et un détecteur au sulfure de plomb pour le proche infra-rouge. Les sources utilisées sont une lampe au deutérium pour l'UV (185-340 nm) et une lampe au tungstène halogène pour la gamme visible, proche IR (340-3152 nm). Notons enfin que l'enregistrement et le stockage des spectres peuvent être exécutés entièrement par ordinateur.

### **III.3.3.3 Mesure Des Propriétés Optiques**

- Transmission et réflexion :

L'utilisation de la transmission et de la réflexion optique permet de déterminer les paramètres et les propriétés optiques de la couche mince déposée essentiellement sur un substrat en verre.

Le coefficient d'absorption( $\alpha$ ) est lié à la transmission (T) par la relation (III-1) suivante [8] :

$$\alpha = \frac{1}{d} \ln \left( \frac{T_0(\lambda)}{T(\lambda)} \right)$$

$d$  : épaisseur de la couche .

- Mesure du gap optique :

La relation entre le coefficient d'absorption et le gap optique d'un matériau est donnée par l'équation (III-2) :

$$\alpha (h\nu) = A (h\nu - E_g)^n$$

$A$  : Constante.

$E_g$  : Gap Optique.

- Pour un gap direct,  $n = 1/2$  ; ainsi, le tracé de  $(\alpha h\nu)^2$  en fonction de  $(h\nu)$  et par extrapolation de la partie linéaire avec l'axe des abscisses, on détermine la valeur du gap optique  $E_g$ .
- Pour un gap indirect, tel que celui de  $TiO_2$ ,  $n = 2$  ; le tracé de  $\sqrt{(\alpha h\nu)}$  en fonction de  $(h\nu)$  et par extrapolation de la partie linéaire avec l'axe des abscisses, on peut déterminer la valeur de gap optique  $E_g$  [9].

### III.3.4 Diagramme De Diffraction Des Rayons X

La diffraction de rayons X permet d'avoir des informations sur les directions de croissance cristallographique de notre couche tel que la nature et la structure des produits cristallisés. En effet, cette méthode ne s'applique qu'à des milieux cristallins, 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 (verres ...) des produits cristallisés

#### III.3.4.1 Principe De Fonctionnement

Lorsqu'un faisceau de rayons X monochromatique est dirigé sur un matériau solide, il est en partie réfléchi par les plans atomiques de certaines cristallites. Pour que la diffraction des photons X soit mesurée, l'incidence du faisceau par rapport aux plans atomiques doit avoir lieu sous un angle particulier. Il faut en effet que les ondes réfléchies soient en phase de sorte à interférer de manière constructive pour ensuite être mesurées par le détecteur, comme il est illustré à la figure

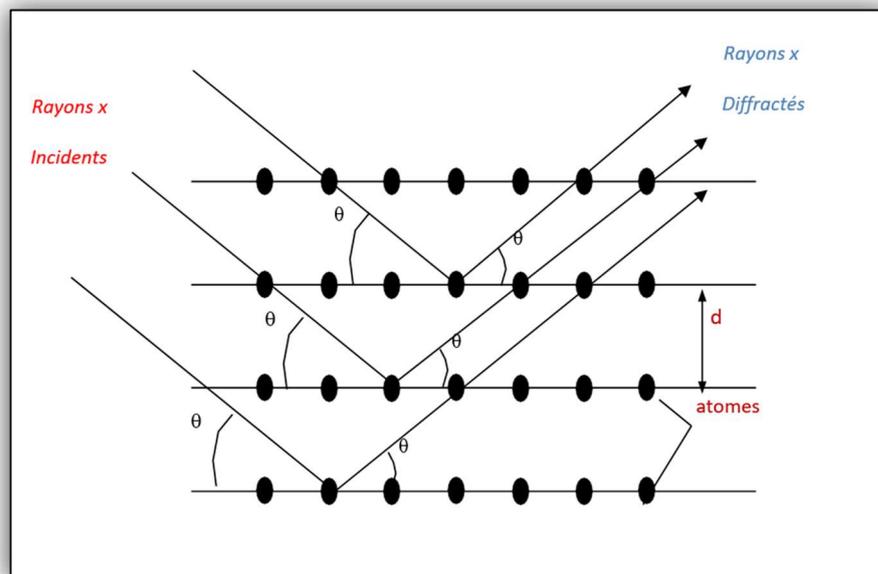


Figure III. 9 Représentation des conditions de Bragg dans un cristal.

Les conditions nécessaires à cette interférence constructive sont données par la loi de Bragg [10] (III-3) :

$$2d_{hkl} \cdot \sin(\theta_{hkl}) = n \cdot \lambda$$

Avec :

- $\theta_{hkl}$  : l'angle entre le faisceau incident et les plans diffractant d'indices de Miller (hkl).  $d_{hkl}$  : la distance inter-réticulaire entre les plans diffractant.
- $\lambda$  : la longueur d'onde du faisceau incident.
- $n$  : l'ordre de la diffraction.
- 

### **CONCLUSION :**

Nous avons présenté dans ce chapitre, les techniques de texturisation par voie chimique et le dépôt par spray ultra sonore que nous avons utilisé pour l'élaboration des couches minces antireflet, Ensuite, nous avons décrit les différentes techniques mises en œuvre pour la caractérisation physico-chimique afin d'éclaircir la façon d'où on a eu nos résultats obtenus.

Avec une bonne assistance empirique, nous avons pu mesurer les principales propriétés qui seront détaillées dans le chapitre suivant.

---

# **CHAPITRE IV**

---

## **IV. Résultat et discussions**

### **INTRODUCTION**

Dans le but d'évaluer les caractéristiques morphologiques, structurales et optiques de nos échantillons élaborés, Ce chapitre présente en trois parties les résultats obtenus pour discuter et évaluer sur une base méthodologique solide.

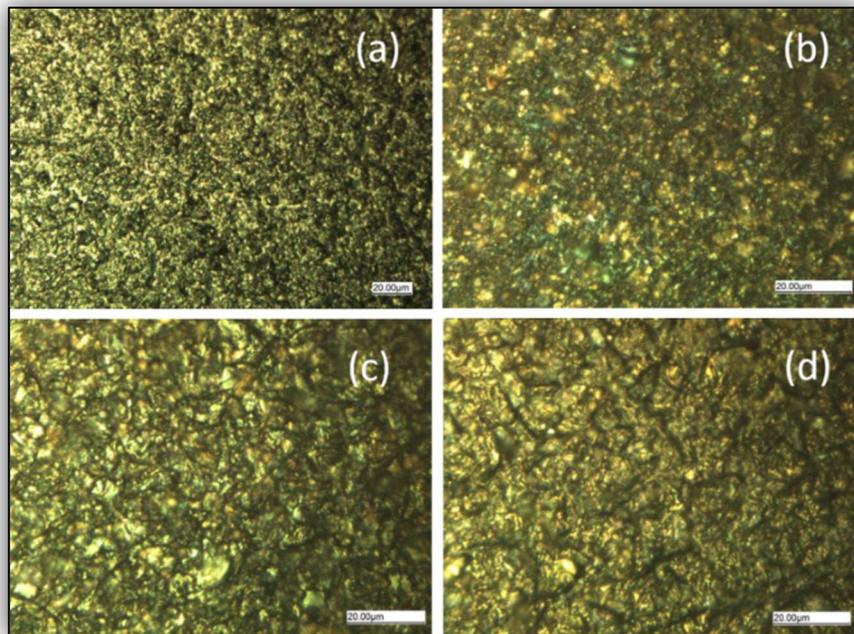
### **IV.1 PARTIE 1**

Nous présentons dans cette partie les déférant résultats de caractérisation des surfaces texturisée de si-mc par voie chimique à différents instants.

#### **IV.1.1 LA PREMIERE ETAPE DE LA TEXTURISATION : GRAVURE PAR (HF- HNO<sub>3</sub>- H<sub>2</sub>O)**

##### **IV.1.1.1 Caractérisation Morphologique Au Microscope Optique**

La figure (1) représente des images au microscope optique de cellules texturisées par voie chimique. Les cellules ont été placées sous un microscope optique afin de connaître l'effet de la solution de gravure sur l'évolution de la morphologie faciale des plaquettes au cours de différentes périodes de temps.



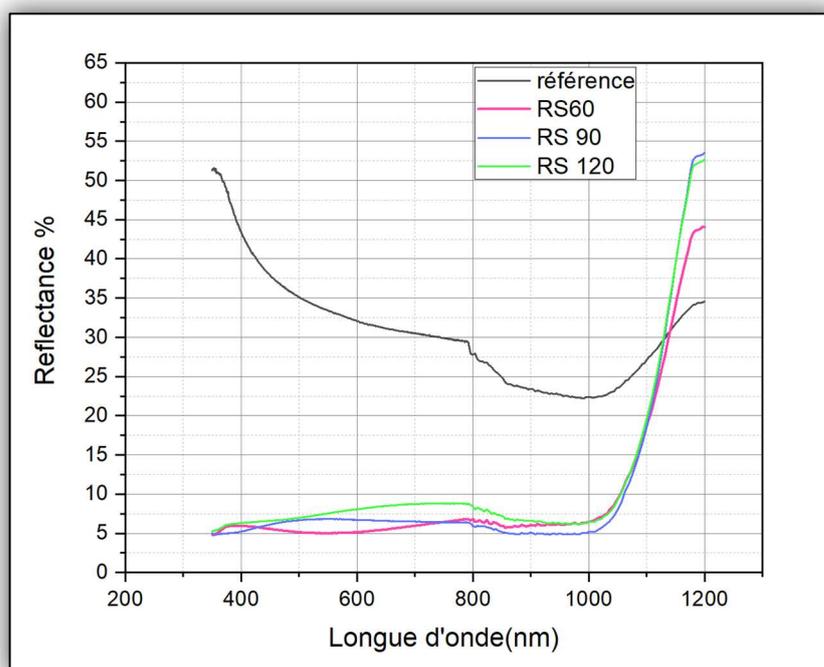
**Figure IV. 1** Image par microscope optique de plaquettes Si-mc gravées à différents instants (b-d) :60s,90s,120s , Toutes les barres d'échelle sont de 20 µm

A travers la structure des surfaces texturées, on peut clairement observer que les parties lumineuses des crêtes sont plus intense que celle des trous hémisphériques (Raison de la conception technologique du microscope), ce qui montre un changement de forme à la surface des plaquettes, dû à l'effet de la solution acide sur le substrat via la réaction redox précitée.

A partir de la figure (IV.1), on peut constater que les surfaces texturées de Si-mc présentent de nombreux trous formés au cours de la réaction, où la densité de ces trous augmente avec le temps de réaction comme est indiqué en [b, c, d], cette texturisation est une gravure isotropique, Grâce à la répartition uniforme des pointes claires sur les tranches de silicium.

#### IV.1.1.2 Analyses Optiques Par Spectromètre

Afin de confirmer l'efficacité des produits texturée, leurs réflexions est mesurée par un spectromètre de longueurs d'onde couvrant la gamme de 350 nm à 1200 nm, la Figure (2) résume les résultats obtenus pour différents temps de traitement.



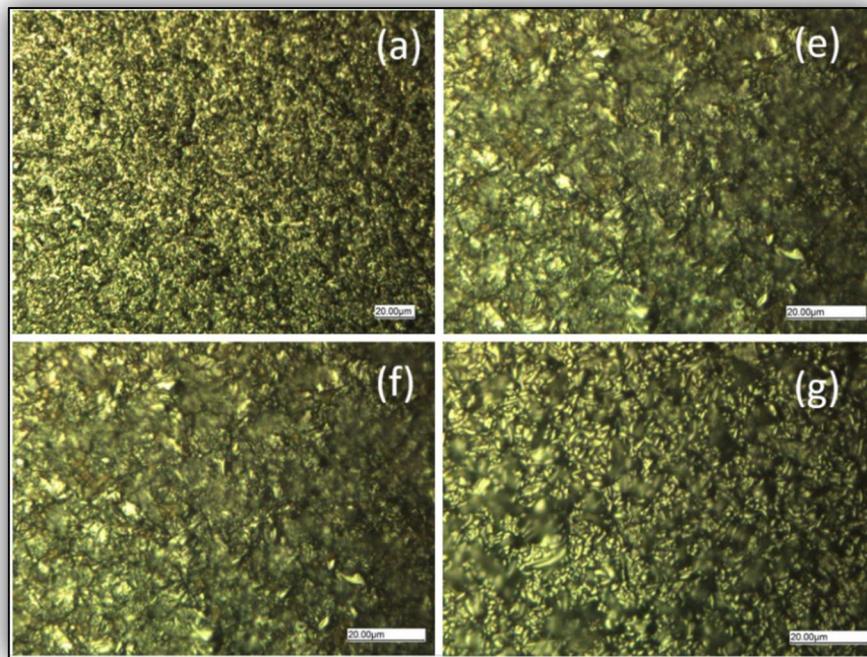
**Figure IV. 2** La réflectance des surfaces de Si en fonction de la longueur d'onde à différents intervalles de temps

D'après les courbes de la figure (IV.2), On peut affirmer que la réflectance du silicium texturé est inférieure à celle du silicium non traité, Ce contraste dans le rapport de réflectance est dû au changement de la morphologie des surfaces texturées, qui affecte le piégeage des photons du faisceau lumineux.

**IV.1.2 LA SECONDE ETAPE DE LA TEXTURISATION : LA DEPOROSIFICATION PAR (NAOH)**

**IV.1.2.1 Caractérisation Morphologique Au Microscope Optique**

La connaissance précise de la morphologie du surface déporosifier à L'hydroxyde de sodium est une étape nécessaire afin de capter toutes les caractéristiques de la texturisation des cellules Si-mc, nous avons effectué les mêmes analyses précédentes en microscope optique avec des cellules gravées et traitées au NaOH, ce qui nous a permis d'obtenir les images suivantes :



**Figure IV. 3** Image par microscope optique de plaquettes Si-mc gravées à différents instants (e-g) :60s,90s,120s (avec NaOH), Toutes les barres d'échelle sont de 20 µm

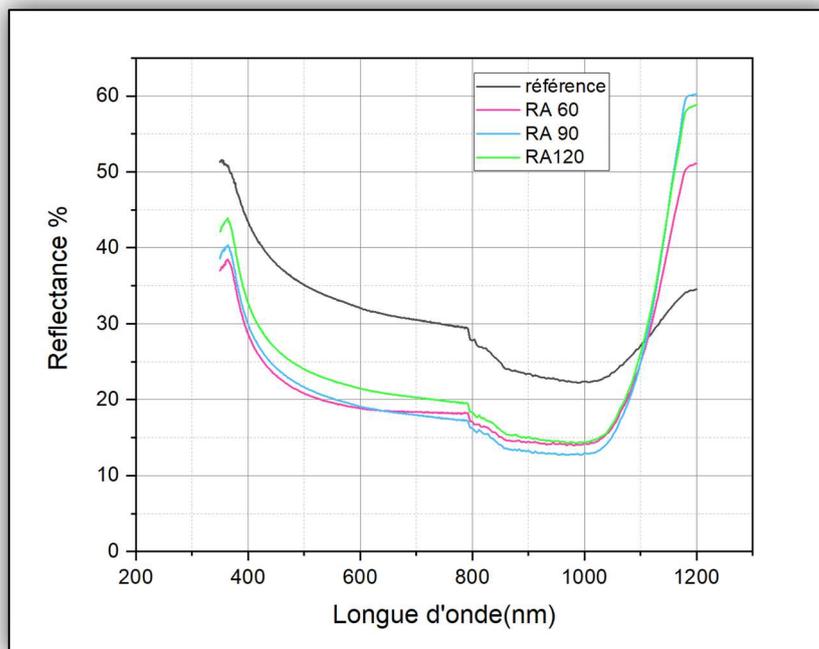
La figure (IV.3) représente des images de la deuxième étape du processus de texturisation obtenues par microscopie optique, à différents instants où l'on remarque :

La déporosification des micro trous sur les plaquettes précédentes avec la soude a entraîné une modification sur l'aspect extérieur de la surface, où l'on constate une diminution de la densité des parties lumineuses (les crêtes) sur les cellules traitées [e, f, g] (déporosifier) par rapport à son homologue non traité.

L'observation de l'évolution morphologique de la surface en fonction de la durée de la texturisation a montré que la densité des crêtes de corrosion devient plus faible lorsque le temps de traitement optimale est franchi

**IV.1.2.2 Analyses Optiques Par Spectromètre**

Sur le même chemin que les cellules précédentes, le spectrophotomètre nous a permis de mesurer la réflectance des cellules traitées en fonction de la longueur d'onde dans une gamme [350-1200], ce qui nous a donné les courbes suivantes :



**Figure IV. 4** la réflectance des surfaces texturisée deposififier avec (NaOH) en fonction de la longueur d'onde à différents intervalles de temps

D'après les courbes de la figure (VI.4), on remarque que l'intensité de réflexion des cellules deposififier a augmenté par rapport à celle non traité, cette augmentation de la réflectance est due au fait que la solution de d'hydroxyde de sodium élimine certains trous indésirables qui trompent la lumière, comme le montrent les pics décroissants des micrographies optiques.

Le traitement des cellules grave avec l'hydroxyde de sodium est une étape essentielle dans l'amélioration du rendement global, malgré que la réflexion dans les cellules augmente après cette étape, La destruction des micropores assure une bonne mobilité des électrons au niveau de surface de silicium, Cela se fait en réduisant les recombinaisons (électrons/trous) dans les puits quantiques, et augmente la densité de courant.

**IV.1.3 EVALUATION**

Dans le même contexte et à la lumière ces résultats précédente des deux types d'échantillons, nous avons calculer la réflectivité moyenne pondérée de chaque cellule au spectre AM1.5, selon l'équation suivante (IV-1) :

$$R = \frac{\int f(\lambda) R(\lambda)d(\lambda)}{\int f(\lambda) d(\lambda)}$$

Où :  $R(\lambda)$  : Réflectivité en fonction de longueur d'onde

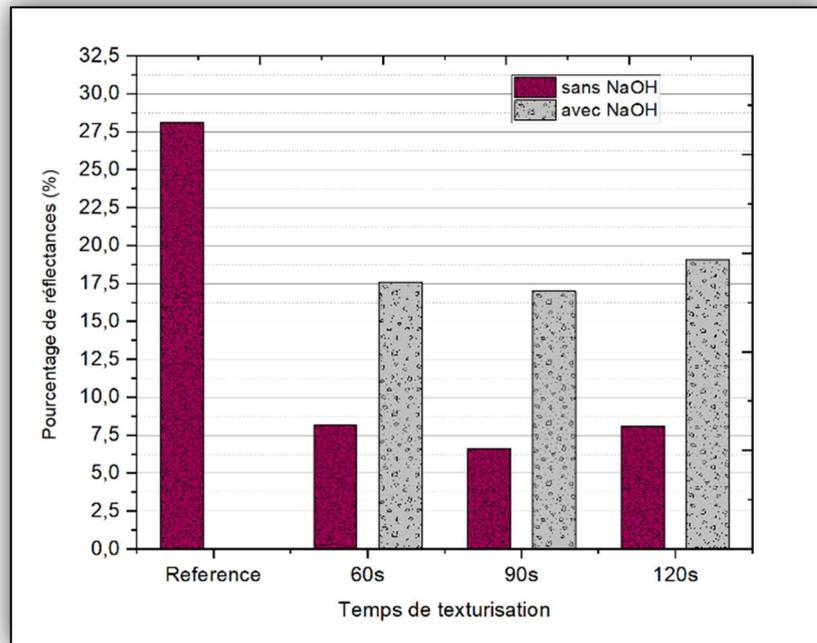
$f(\lambda)$  : Flux de photon incident du spectre AM1.5 [11].

Les limites de l'intégration représentant l'intervalle de calcul ont été fixées égales à la gamme utile des cellules solaires au silicium, qui s'étend de 400 à 1100 nm

**Tableau IV.1** Les réflectances des substrats texturiser avec et sons (NaOH)

	Reference	60s	90s	120s
Pourcentage des cellules texturisées (%)	28.1%	8.1419	6,6%	8,1%
Pourcentage des cellules déporosifier	28.1%	17,6%	17%	19,1%

Pour clarifier les résultats, L'histogramme (IV.5) suivant montre les rapports de l'intensité de la réflexion des deux phases de gravure à différente durée



**Figure IV. 5** L'histogramme de réflectances des deux types de cellules

Tous ces résultats expérimentaux signifient qu'il est préférable d'utiliser la solution de gravure (HF- HNO<sub>3</sub> - H<sub>2</sub>O) pendant un temps estimé à environ 90 secondes pour obtenir des résultats optimaux. Ce temps de texturisation spécifique affecte la structure de surface appropriée, par diminution de l'intensité de la réflectance.

## **CONCLUSION**

Nous pouvons conclure de tout ce qui précède qu'il existe une forte relation entre la morphologie des surfaces et l'intensité de leur réflexion, ou l'intensité de la réflexion est inversement proportionnelle à la rugosité de surface des plaquettes

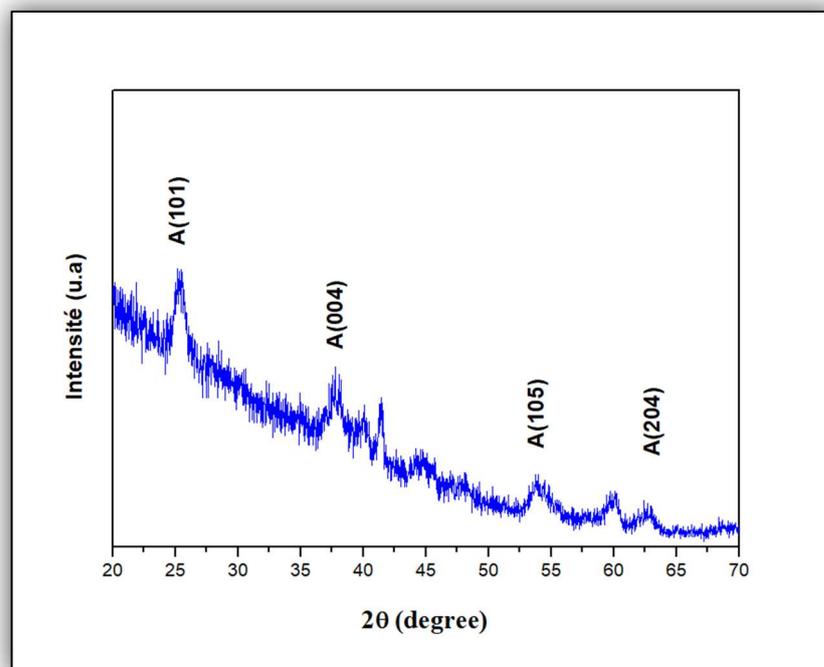
## **IV.2 PARTIE 2**

La deuxième partie de ce chapitre est consacrée à la présentation des résultats expérimentaux obtenus de caractérisation des couches minces de TiO<sub>2</sub> élaborées par spray ultrasonique.

### **IV.2.1 Analyses Structurales**

#### **IV.2.1.1 Caractérisation Par DRX**

La figure (IV.6) présente un diagramme de diffractions X de couches minces de TiO<sub>2</sub> déposées par spray ultrasonique.



**Figure IV. 6 :** Diffractogrammes XRD de TiO<sub>2</sub> déposés à différentes températures du substrat de quartz.

La comparaison des données aux références du fichier JCPDS (fiche N° 21-127) a permis de confirmer la structure anatase de nos dépôts. Une structure polycristalline est obtenue.

Les résultats obtenus sont en bon accord avec la littérature qui montre que la phase anatase correspond à présence des plans (101), (200), (105) [12-13].

La taille des grains des différents échantillons a été déterminée à partir des spectres de diffractions en utilisant la formule de Scherrer (eq.III.1).

$$D = \frac{\lambda(0.9)}{\beta \cos(\theta_{hkl})} \quad (\text{IV-1})$$

Où :  $D$  : est la taille moyenne des grains,

$\lambda$ : La longueur d'onde du faisceau incident,

$\beta$ : La largeur du pic a mi-hauteur (exprimée en rd),

$\theta$ : L'angle de diffraction (exprime en rd)

Dans ce tableau (III.1) nous présentons la position des pics et la taille des grains.

**Tableau IV.2** les paramètres de structure des couches de TiO<sub>2</sub>

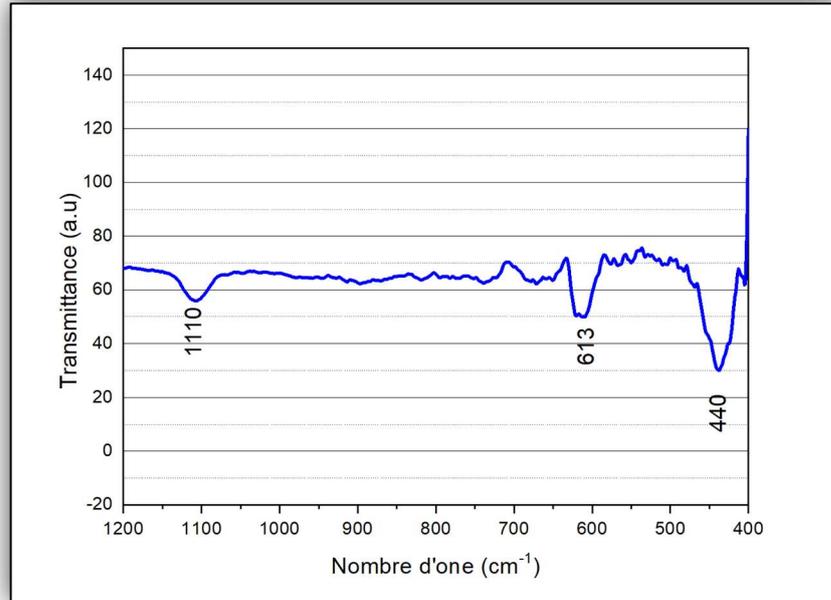
Echantillon en fonction de (T)	Pic (hkl)	Position des pics (2 $\theta$ )	Taille des grains (nm)
480	(101)	25,22	12,8

#### 4.2.1.1.III.1.2. Caractérisation Par FTIR

Les mesures FTIR ont été effectuées pour identifier la liaison chimique des espèces dans nos échantillons. La figure (III.2) montre un spectre de transmittance infrarouge des films minces TiO<sub>2</sub> déposées sur silicium.

La spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier informe sur les types de liaison O-Ti-O qui sont situés dans la zone 400-1200 cm<sup>-1</sup>[14,15]. D'après la figure (IV.7), on remarque la présence de ces liaisons qui indiquent une grande concentration de O-Ti-O dans les couches élaborées.

le pic à 613 cm<sup>-1</sup> est associé à des vibrations Si-Si du substrat de silicium [16]. Le pic à 1100 cm<sup>-1</sup> est affecté à la vibration Si-O-Si. Un pic intense à 440 cm<sup>-1</sup> correspond aux vibrations O-Ti-O. On détecte un pic de faible intensité situé à 730 cm<sup>-1</sup> relatif à la liaison Ti-O.



**Figure IV. 7** Spectre de transmittance IR des couches minces de **TiO<sub>2</sub>**

Les résultats obtenus sont en bon accord avec la littérature qui montre que pour les faibles fréquences il est possible de détecter les vibrations des liaisons Ti–O.

#### **IV.2.2 Analyses Optiques**

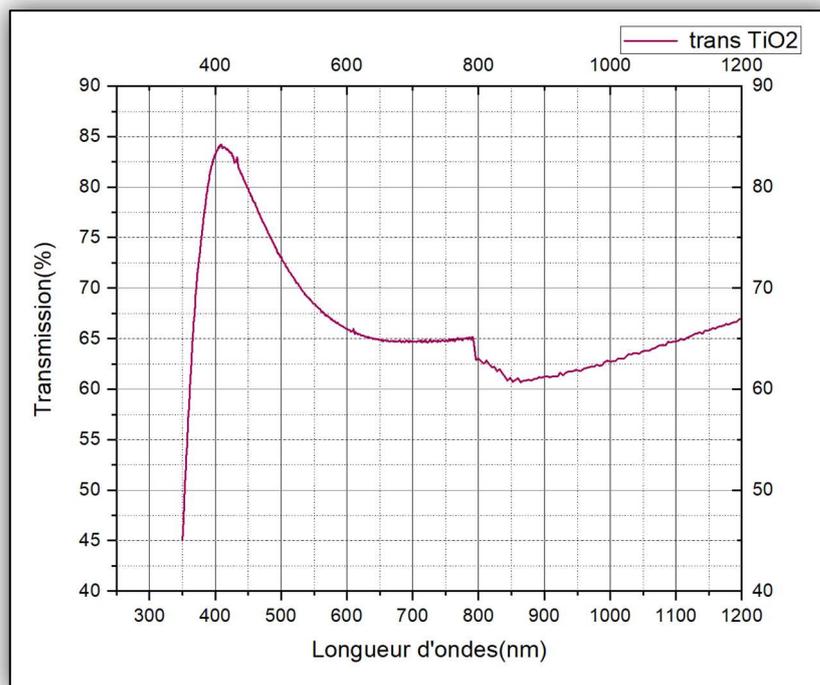
##### **IV.2.2.1** Caractérisation Par Spectroscopie Optique de Transmission

Les films de TiO<sub>2</sub> préparés par les différentes méthodes telles que : sol-gel, ALD, sputtering, spray ultrasonique présentent une transmission supérieure à 80 % dans la région du visible. Le tableau (III.2) résume les valeurs de la transmission des films de TiO<sub>2</sub> préparés par différentes méthodes d'élaboration.

**Tableau IV. 3** La transmission des films TiO<sub>2</sub> élaborée par les différentes méthodes.

Technique	Sol-gel	sputtering	CVD	Spray pyrolyse
T [%]	90	90.1	85	90
Référence	[17]	[18]	[19]	[20]

Les couches minces de TiO<sub>2</sub> déposées sur le verre par spray ultrasonique sont analysées par des mesures de transmission optique. Le spectre de transmission est illustré à la figure (III.3).



**Figure IV. 8** Spectre de Transmittance des couches minces de TiO<sub>2</sub> déposées sur le verre

Le spectre de transmission montre que le film est transparent dans la région de la lumière visible cela est dû à la transmission lumineuse élevée dans cette plage, le seuil de transmission (T) commence à baisser au-delà de 400 nm, donc la zone de forte absorption se situe dans l'UV. Cette chute de courbure correspond au gap optique du TiO<sub>2</sub>, qui est d'environ 3,3 eV d'après notre résultat, pour la phase anatase.

En ce qui concerne tous les photons d'énergie supérieure au gap (et donc tous les photons ayant une longueur d'onde inférieure à 375 nm) sont absorbés au lieu d'être transmis par le dépôt. La transmission de couches élaborées est de l'ordre de 85%.

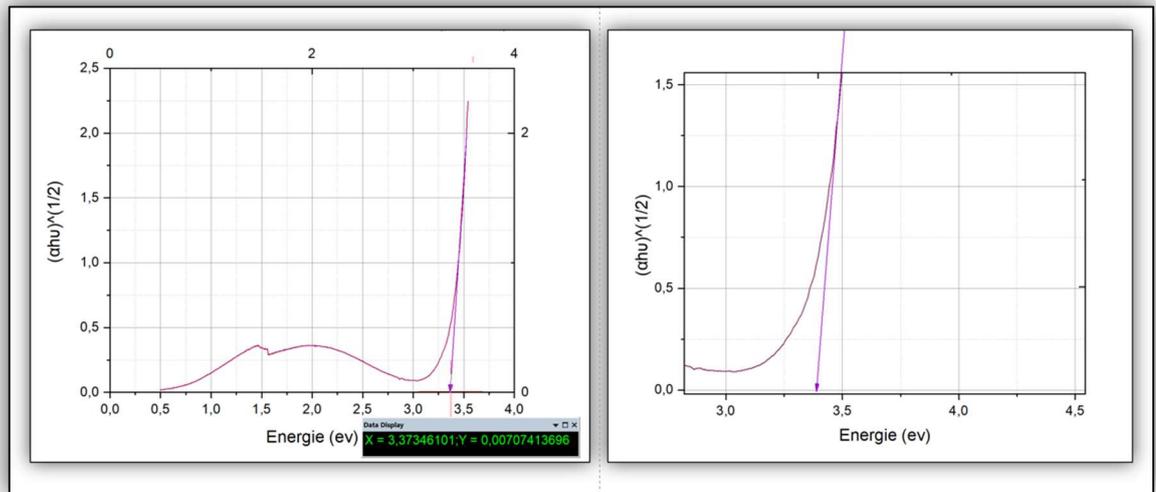
Les résultats obtenus sont en accord avec la littérature qui montre que les films de TiO<sub>2</sub> déposés par différentes techniques présentent un taux de transmission très élevé (de l'ordre de 80 %) [21,22] dans la gamme du visible entre 400 et 800 nm.

#### **IV.2.2.2** Caractérisation Par Mesures Dans l'UV-Visible :

L'exploitation du spectre de la transmission en fonction de l'énergie des photons,  $h\nu$  est souvent utilisée pour déterminer l'épaisseur des couches minces ainsi que les paramètres optiques du matériau, tels que le coefficient d'absorption ( $\alpha$ ), le gap optique ( $E_g$ ) et l'indice

de réfraction statique ( $n_s$ ). La limite de transmission dans le domaine UV-Visible est due à des transitions d'ordre électronique. Ceci n'est possible que si les électrons reçoivent une énergie supérieure ou égale à la différence des niveaux d'énergie qui existent entre leur bande de valence et leur bande de conduction (appelé gap).

Le diagramme de bande de  $TiO_2$  présente un gap indirect, l'extrapolation de la partie linéaire de la variation de  $(\alpha hv)^{1/2}$  en fonction de l'énergie  $hv$  sur l'axe des abscisses. La figure (IV.9), permet de déterminer le gap optique  $E_g$  de  $TiO_2$ .



**Figure IV. 9**  $(\alpha hv)^{1/2}$  en fonction de  $hv$  pour des couches de  $TiO_2$

D'après la figure ( IV.9), nous constatons que notre résultat concernant l'énergie d'(gap) est cohérent avec la littérature, ce qui montre l'identification de notre matière déposé [ $TiO_2$ ].

Dans les applications de couches minces antireflets, L'énergies de gap élevé de fenêtre antireflet comme [ $TiO_2$ ] par rapport au substrat, peuvent être considérées comme une propriété fondamentale souhaitable pour obtenir une bonne transmission dans l'intervalle (UV-Visible).

## **CONCLUSION**

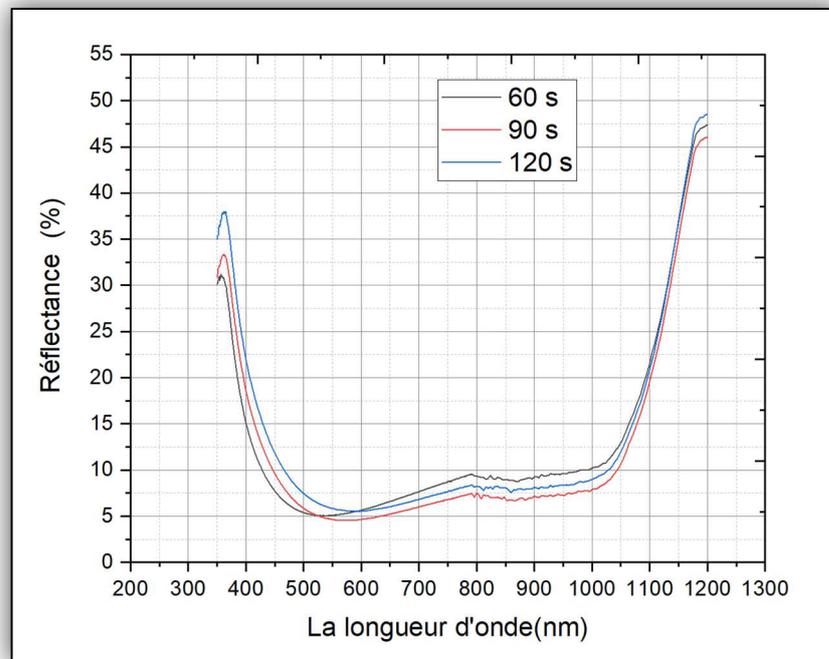
Dans cette section, l'identité du matériau antireflet a été identifiée par divers analyses qui nous ont permis de déterminer ses caractéristiques optiques et morphologiques, afin de connaître l'étendue de son adéquation avec notre substrat et de l'inclure dans nos expériences finales.

**IV.3 PARTIE 3**

Afin d'atteindre à l'objectif souhaité, nous ciblerons dans la troisième partie les résultats expérimentaux obtenus par la caractérisation du coche mince antireflet de [TiO<sub>2</sub>] sur le substrat texturisé [si-mc].

**IV.3.1 Caractérisation Optique Par Spectroscopie**

Pour déterminer la performance optimale des cellules élaborées, nous avons mesuré sa réflectance par spectrophotométrie des longueurs d'onde couvrant la gamme de 350 nm à 1200 nm, le graphique suivant représente les courbes de réflectance des substrats à texturisée revêtus d'une couche antireflet TiO<sub>2</sub>, où l'on remarque :



**Figure IV. 10** la réflectance des surfaces texturisée avec le la couche antireflet (TiO<sub>2</sub>) en fonction de la longueur d'onde

D'après la figure (IV.10), on remarque une régression significative des courbes de réflectance dans les domaines visible et infrarouge, et cela est dû à la bonne absorption des spectres par les cellules dans ce domaine, Ce résultat prometteur peut être attribué à la synergie de l'indice de réfraction de la couche antireflet, avec la nouvelle morphologie de la surface traitée qui a la capacité de mieux piéger les photons.

D'après la figure précédente, on remarque une régression significative de réflectance dans le domaine visible, Ce résultat prometteur peut être attribué à la synergie de l'indice de

réfraction, avec la nouvelle morphologie de la surface traitée qui a la capacité de mieux piéger les photons.

**IV.3.2 Calcule La Réflexion Pondérée**

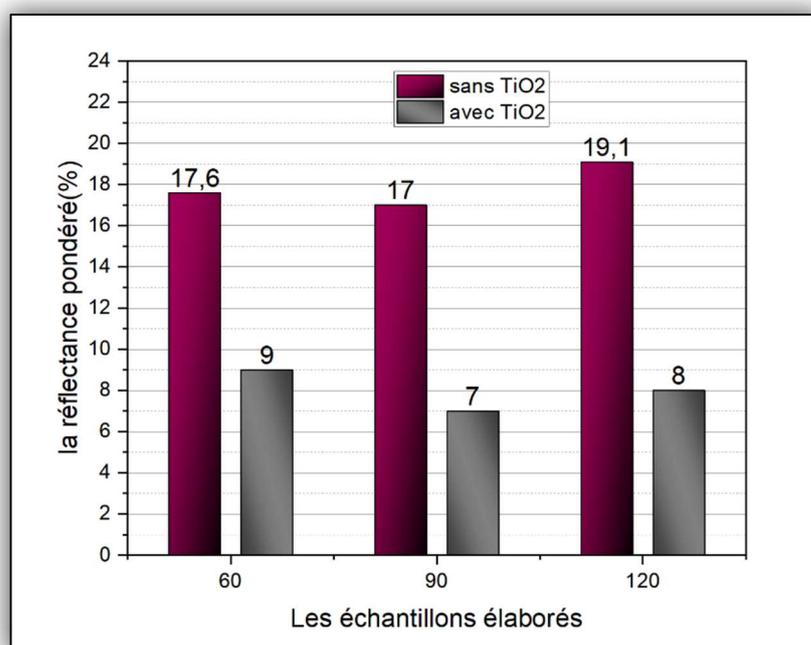
A la lumière des résultats précédents et à l'aide de l'équation de toc qui déjà précité, nous avons calculé les pourcentages suivants :

**Tableau IV. 4** La réflectance moyenne des substrats texturisée avec le dépôt de TiO<sub>2</sub>

Temps	60 s	90s	120s
La réflectance des substrat texturisée	17,6%	17%	19,1%
La réflectance des substrats texturisée avec le dépôt de TiO <sub>2</sub>	9%	7%	8%

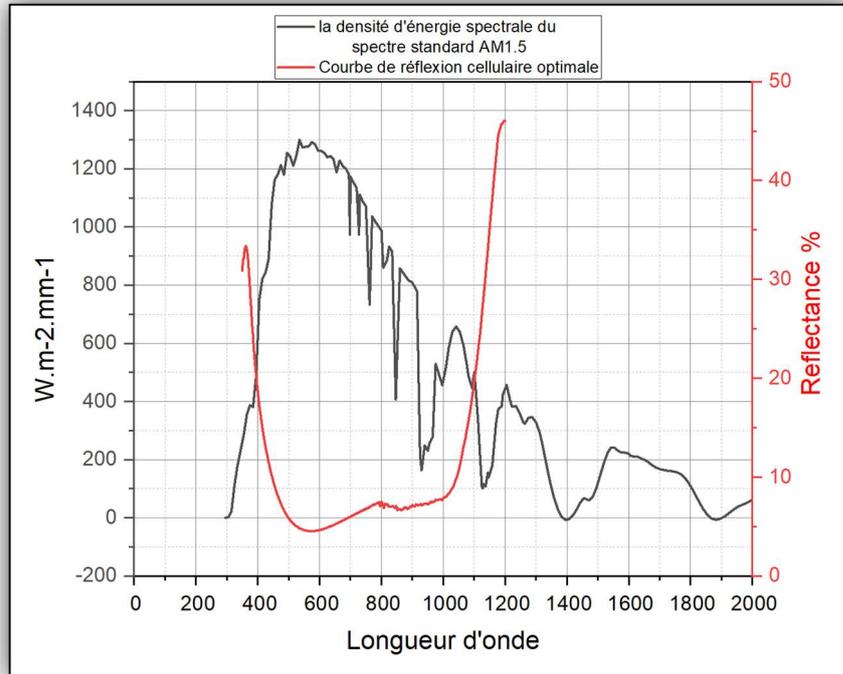
Le tableau (IV.4) représente les pourcentages de réflectance pondérés des cellules texturisée avec et sans TiO<sub>2</sub>. Nous observons une diminution de la réflectance dans toutes les cellules après qu'elles sont recouvertes de TiO<sub>2</sub>.

- Afin de clarifier les résultats obtenus, nous avons utilisé le programme Origin pour dessiner l'historgramme suivants



**Figure IV. 11** les colonnes de la réflectance moyenne des substrats texturisée avec le dépôt de TiO<sub>2</sub>

Pour connaître la compatibilité de ces cellules élaborées avec la densité d'énergie spectrale du spectre standard AM1.5. Nous avons intersecté la courbe de réflectance cellulaire optimale au spectre de rayonnement solaire (IV.12). Ce qui a donné la courbe suivante ;



**Figure IV. 12** Intersection entre la courbe de réflectance cellulaire optimale au spectre de rayonnement solaire

La courbe de densité d'énergie spectrale du spectre standard AM1.5 occupe ses niveaux maximums dans la plage visible, ce qui est cohérent avec l'exploitation maximale de cellule silicium pour l'intensité spectrale du faisceau dans ce domaine. Comme il se situe dans la plage de [400-1000], la réflexion des cellules est faible ce qui résulte de sa bonne absorption des rayons.

Ces conditions empiriques assurent une bonne exploitation énergétique de la cellule, notamment en termes de conversion photoélectrique.

## CONCLUSION

Dans ce chapitre, nous avons étudié l'effet des couches antireflets sur les substrats texturisés, les résultats obtenus ont montré une amélioration significative au niveau de piégeage de la lumière incidente par la déposition de couche antireflet sur les substrats texturisés

---

# **CONCLUSION**

---

# Conclusion Générale

## &

# Perspectives

La texturisation de surface de silicium multi cristallin par des solutions acides ainsi que la synthèse et la caractérisation des couches minces de dioxyde de titane ( $\text{TiO}_2$ ) dans le but de l'utiliser comme couche antireflet pour améliorer les performances globales d'un dispositif photovoltaïque sont les points centraux de ce travail.

Dans une première partie, les résultats expérimentaux signifient qu'il est préférable d'utiliser la solution de gravure ( $\text{HF}-\text{HNO}_3-\text{H}_2\text{O}$ ) pendant un temps estimé à environ 90 secondes pour obtenir des résultats optimaux. Ce temps de texturisation spécifique affecte la structure de surface appropriée, par diminution de l'intensité de la réflectance.

Dans une deuxième partie, le  $\text{TiO}_2$  a été élaboré en couches minces par 'spray ultrasonique', une technique simple et peu coûteuse. L'étude de propriétés optiques, électriques et structurales de ce matériau a montré qu'il est possible de contrôler les paramètres caractéristiques des couches déposées (structure, gap optique, transmission, indice de réfraction et résistivité électrique) en fonction des conditions de dépôts telles la température de substrat et la durée de dépôt.

La diffraction des rayons X a permis d'identifier la phase cristalline Anatase. Les mesures FTIR ont montré la présence des liaisons indiquant une grande concentration de O-Ti-O dans les couches élaborées. Le gap optique de 3,3 eV est obtenu. Les couches obtenues présentent des transmissions élevées de l'ordre de 85 %..

La troisième partie porte sur l'application photovoltaïque du  $\text{TiO}_2$  comme couche antireflet ; notamment sur un substrat de silicium multi cristallin préalablement texturisé avec des solutions performantes. Le dépôt d'une couche antireflet  $\text{TiO}_2$  a permis de réduire la réflectivité à 7 %, Ce résultat est susceptible d'améliorer fortement le courant de court-circuit.

De cette étude et en termes de perspectives, nous avons pu identifier des pistes de recherche susceptibles de déboucher sur des résultats probants :

- a- Dopage de  $\text{TiO}_2$  pour améliorer sa conductivité pour une application comme fenêtre optique.
- b- Approfondissement des analyses électriques.
- c- Dépôt des couches minces de  $\text{TiO}_2$  comme couche antireflet sur silicium mono cristallin texturisé.
- d- Elaboration de prototypes de cellules solaires à base de  $\text{TiO}_2$ .

---

**REFERENCES**  
**BIBLIOGRAPHIES**

---

Références de synthèse bibliographique

- [1] actu-environnement.com le silicium
- [2] A. LABOURET M. VILLOZ (ENERGIE SOLAIRE PHOTOVOLTAÏQUE 2em Edition)
- [3] B. Fleche et D. Delagnes, STI ELT ELECTROTECHNIQUE Approche générale Production d'énergie électrique : ENERGIE SOLAIRE PHOTOVOLTAÏQUE. (n.d.),doc, juin 07
- [4] Alonso Corinne « Contribution à l'optimisation, la gestion et le traitement de l'énergie ». Mémoire d'habilitation à diriger les recherches, Université Paul Sabatier Toulouse III, 2003.
- [5] A. Mekemeche, « Modélisation à deux dimensions des propriétés physiques de cellules solaires au silicium à base de substrat de type n. Étude de quelques cas particuliers de cellules innovantes, thèse de doctorat, université de Abd Hamid Ibn badis, Mostaganem, 2017..
- [6] : Article de « ecosources » Les différents types de cellules photovoltaïques
- [7] M. Belarbi, « Étude à deux dimensions et optimisation des paramètres physiques et Géométriques de cellules solaires de divers contacts interdigités. », thèse de doctorat, université de Abd Hamid Ibn badis, Mostaganem, 2016
- [8] article de « Hallou Solaire » la fabrication des cellules photovoltaïques. (n.d.).
- [9] J. Haynos, J. Allison, R. Arndt, A. Meulenberg. The Comsat non-reflective silicon solar cell: a second-generation improved cell. International Conference on Photovoltaic Power Generation, Hamburg, pages 487-490, 1974
- [10] D. Thibaut. Développement de cellules photovoltaïques à hétérojonctions silicium et contacts en face arrière. 30/11/2009
- [11] Cours chapitre 01 GENERALITES SUR LES CELLULES PHOTOVOLTAÏQUES université Djelfa
- [12] HONSBURG C. and BOWDEN S. Photovoltaics: Devices, Systems and Applications [CDROM]. Sydney, Australia : University of New South Wales, 1998.
- [13] Jean-François LELIEVRE : Elaboration de SiNx:H par PECVD : optimisation des propriétés optiques, passivantes et structurales pour applications photovoltaïques , 24/4/ 2007
- [14] Article de « nrel » solar-resource (Reference Air Mass 1.5 Spectra) .
- [17] R. Ben atia, « Elaboration et caractérisation des couches minces d'oxyde de titane (TiO<sub>2</sub>) obtenue par procédé Sol-Gel : l'effet de la température du recuit
- [18] University of Colorado Mineral Structure and Property: TiO<sub>2</sub> Group
- [19] M. MELOUKI, « Réalisation et caractérisation des couches minces SnO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub> pour cellules solaires de type Gratzel», mémoire de magister, université des Sciences et de la Technologie d'Oran Mohamed BOUDIAF, (2013).
- [20] K. Lemounes , «Caractérisation des couches minces d'oxyde de titane(TiO<sub>2</sub>) élaborées par voie Sol-Gel (spin coating) : L'effet des différents catalyseurs.».

**Références de la partie expérimentale**

- [1] Institute of Electrical and Electronics Engineers Beijing Section, Zhong guo neng yuan xue hui, International Conference on Materials for Renewable Energy and Environment 2013.08.19-21 Chengdu, ICMREE 2013.08.19-21 Chengdu, & Xinnengyuan Cailiao Guoji Xueshu Yantaohui 2013.08.19-21 Chengdu. (n.d.). International Conference on Materials for Renewable Energy and Environment (ICMREE), 2013 19-21 Aug. 2013, Chengdou [i.e. Chengdu], China ; proceedings.
- [2] R.R Bilyalov, R.Ludemann, W.Wettling , L.Stalmans, J. Poortmans, J. Nijs, L. Schirone, G. Sotgiu, S. Strehlke, C. levy-clément. «Multicrystalline silicon solar cells with porous silicon emitter». solar Energy Materials & solar Cells 60 (2000) 391-420
- [3] L.A. Goodman, RCA (1974), 613.
- [4] D.Vaufrey, These de doctorat, UMR CNRS 5512, (2003)
- [5] Etude du semi TiO<sub>2</sub> (Photovoltaïque Proposé et dirigé par : Mme : LAGHA KAHINA Soutenu le DEPARTEMENT D'ELECTRONIQUE Mémoire de fin d'études Présenté en vue de l'obtention Diplôme d'Ingénieur d'Etat en Electronique Option 2008-2009.
- [6] REALISATION ET CARACTERISATION DE CELLULES SOLAIRES ORGANIQUES A BASE DE COUCHES MINCES DE C<sub>n</sub>Pc ET PTCDI-C7 UNIVERSITE D'ORAN FACULTE DES SCIENCES DEPARTEMENT DE PHYSIQUE MEMOIRE Présenté par Monsieur DRAOU Mohamed.
- [7]. (n.d.). <https://fr.wikipedia.org/wiki/Spectrophotom%C3%A9trie>, visité le 02/04/2018.
- [8] P.C.Serason and X.G.Zhang.Soc. (1990).137.8.6
- [9] Etude par les techniques avancées de microscopie électronique en transmission de matériaux fragiles Dris Ihiawakrim.
- [10] . Lardé. Influence des conditions de broyage sur les nanoparticules magnétiques (Fe, Co) dans une matrice de cuivre. PhD thesis, Université Paris 7, 2004.
- [11] R.B. Pettit, C.J. Brinker, C.S. Ashley, Solar Cells. (1985) 267-278
- [12] Mukund G.Malia, Hyun Yoona, Seongpil Ana, Jae-Young Choia, Ha-Yong Kima, Byung Cheol Leeb, Byung Nam Kimb, Ji Hyun Parkb, Salem S.Al-Deyabc, Sam S.Yoona, Applied Surface Science (2014) 205–210.
- [13] Baozhu Tiana, Chunzhong Li, Jinlong Zhanga Chemical Engineering Journal (2012) 402– 409
- [14] Zahra Sayar, Ali Akbar Babaluo, Javad Rahbar Shahrouzi (2015).
- [15] Merouani, H. Amardjia-Adnani International Scientific Journal for Alternative Energy and Ecology (2008) Scientific Technical Centre «TATA»
- [16] G.Sahu, H.P.Lenka, D.P.Mahapatra. McDaniel, J. Phys. Condens. Matter (2010).
- [17] N.R. Mathews, Erik R. Morales, M.A. Cortes-Jacome, J.A. Toledo Antonio Solar Energy (2009) 1499–1508
- [18] Shumei Song, Tianlin Yang, Yanhui Li, ZhiYong Pang, Liang Lin, Maoshui Lv, Shenghao Han, (2009) 1091–1094.
- [19] Su-Shia Linn, Ceramics International (2014) 217–225.
- [20] Deshmukh, P.S. Shinde, P.S. Patil Materials Science and Engineering (2006) 220–227.
- [21] Abou-Helal, W.T. Seeber Applied Surface Science (2002) 53–62
- [22] Fang Li, Qiming Li, Hern Kim Applied Surface Science (2013) 390– 39

---

# **ANNEXE**

---

## INTRODUCTION

L'énergie solaire photovoltaïque provient de la transformation directe d'une partie du rayonnement solaire en énergie électrique. Cette conversion d'énergie s'effectue par le biais des cellules qui compose un panneau solaire. Deux technologies de cellules photovoltaïques sont présentes aujourd'hui :

- Les cellules dites cristallines (poly et mono).
- Les cellules dites couches minces.

Le constituant essentiel d'une cellule photovoltaïque est un semi-conducteur, Le plus utilisé aujourd'hui est le silicium.

Le travail présenté dans ce rapport a porté sur la fabrication photovoltaïque, de la matière première jusqu'au panneaux prêt à être utiliser. Pour se faire nous avons présenté ce dernier de la façon suivante :

- En premier temps on va présenter de manière brève les procédés de production des cellules de silicium au niveau de l'annexe CRTSE.
- Ensuite on va aborder les procédés pour faire une Junction PN ainsi qu'un revêtement antireflet.
- Et pour clôturer ce travail on terminera avec le montage des modules photovoltaïque et finalement une conclusion générale.

On a résumé la fabrication des cellules photovoltaïques en **5 étapes** :

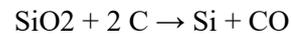
### 1. Extraction de la silice et Obtention des lingots de silicium

Les lingots sont belle-et-bien produits au sein de l'annexe CRTSE mais la matière première est directement importée d'une usine de production métallurgique, le silicium utilisé pour la production photovoltaïque ont un niveau de pureté de 99 % appelé silicium électronique.

#### 1.1 - Extraction et purification :

On aborde brièvement cette étape de production :

Le silicium (Si) est donc extrait de la silice (SiO<sub>2</sub>) grâce à la réaction suivante :



Cette réaction se réalise dans un four à 3000 °C pour faire fondre la silice et d'enclencher les réactions chimiques. Par conséquent le silicium est obtenu sous forme liquide. Sa pureté est de 99 %. Après vient l'étape de purification afin d'obtenir un matériau adéquat pour les applications photovoltaïques.

#### 1.2 Obtention des lingots de silicium :

Une fois l'étape de purification terminée, on cristallise et on dope en P le silicium liquide. Le produit issu de cette étape est un lingot de silicium à l'état solide. Il existe deux grandes méthodes de cristallisation, c'est ces méthodes qui déterminent le type de cellule qu'on va obtenir (Le silicium mono/multi – cristallin).

##### 1.2.1 Description du procédé :

On met la matière première dans un récipient fait en nitrile SiO<sub>2</sub> ce réceptions de forme parallélépipédique est utilisé comme un moule. Ce dernier est introduit dans un four. Pour que le dopage en P de notre lingot se fait on met un morceau de Bohr dans le récipient, la masse de ce dernier est calculer et optimiser auparavant.

Une fois toute est prêt, la production du lingot se fait selon ces étapes :

- Le four est allumé sous vide avec une pression de 600mBar et une température maintenue à T=1500degré, le four prend 4 heures pour arriver à cette température.
- A cette température, le Bohr et le silicium liquide se mélangent et devient pratiquement homogène.

- On fait un traitement thermique de notre mélange liquide en fixant la température à 1400 degrés à un certain temps.
- On refroidit notre lingot en baissant la température progressivement pendant une durée de 14 heures. Cette étape appelée solidification, le refroidissement est relativement lent pour éviter le choc thermique et éventuellement des fissures au niveau du lingot.



Figure 1 : lingot de silicium.

Une fois le traitement thermique terminé, notre lingot est prêt à être découpé en plaques de silicium.

## 2- Découpe et Obtention des wafers photovoltaïques

Les lingots cylindriques parallélépipédiques de silicium obtenus à l'issue de l'étape de solidification sont ensuite sciés en fines plaques de 200 micromètres d'épaisseur qui sont appelées « wafers ». L'annexe de CRTSE utilise deux procédés pour avoir nos tranches :

### 2.1- Découpe avec scie de fil :

Compte-tenu de la faible épaisseur des tranches à découpées (300  $\mu\text{m}$ ), le principal problème du sciage est la perte de découpe. Afin de minimiser ces pertes, la solution technique retenue est la scie à fil. En effet, la perte de découpe typique des scies à fil est de 200  $\mu\text{m}$  à 240  $\mu\text{m}$ , ce qui représente 55% de perte en moins par rapport aux scies à

diamètre intérieur. L'étape du sciage représente un élément déterminant dans le coût de la production des cellules photovoltaïques.

### 2.2- Découpe avec le procédé « slurry » :

L'outil de découpage est un fil d'acier continu très fin bobiné autour de rouleaux de guidage à gorges, formant de la sorte un dense réseau appelé trame. La coupe est assurée par un bain abrasif (des particules extrudées en suspension dans un médium fluide appelé « slurry »). Ces fils d'acier, qui ne servent qu'une seule fois, peuvent mesurer jusqu'à plusieurs centaines de kilomètres. D'un seul coup, des milliers de wafers sont ainsi débités à partir d'une « brique ».

La machine doit tenir constamment compte des paramètres importants qui sont le diamètre du fil de coupe. Des systèmes d'entraînement puissants déplacent le porte-rouleau à une vitesse de 10 à 20 mètres par seconde. Le lingot (brique) de silicium est poussé au travers de la trame, produisant ainsi toute une série de plaquettes simultanément.

Une fois nos wafers produits, on leur sébile un immensement.

## 3- Réalisation de la jonction P-N

Une fois qu'on a nos « wafers » prêts, ils sont envoyés directement vers le centre CRTSE pour réaliser la jonction.

Pour que la jonction soit fonctionnelle et produise un courant électrique, il faut avoir deux surfaces, une dopée en P et l'autre en N.

### 3.1- Le dopage :

Le dopage est une méthode permettant de réaliser la jonction P-N. Cela consiste à introduire des impuretés dans un cristal intrinsèque pour modifier ces propriétés électriques. Le semi-conducteur dopé est alors appelé "semi-conducteur extrinsèque". Il existe deux types de dopage :

- Dopage de type N (dopage négatif avec de phosphore).
- Dopage de type P (dopage positif avec de Bohr).

Comme nos plaques sont dopé en P, on la dope en N par procédé de DIFFUSION dans un four.

### 3.1.1 - Dopage en N :

Le dopage de type N consiste à ajouter un atome de phosphore au sein de la structure cristalline du silicium. Le phosphore disposant de 5 électrons sur sa couche électronique externe va s'associer avec 4 atomes de silicium, laissant ainsi libre un électron : Cet ajout donne une charge globale négative.

### 3.2 - la diffusion :

On utilise un four, dans lequel on injecte des gaz avec une solution dopante pour le silicium, le gaz porteur est le N<sub>2</sub> et la solution contient du phosphore. Avec la chaleur, le dopant a une énergie suffisante pour entrer dans la plaquette de silicium. Cette méthode est assez ancienne, et nécessite d'avoir une température uniforme dans le four.



Figure 2 : le four au sein de centre de recherche CRTSE.

### 3.3 - Couche anti reflet SiNx :

Afin de minimiser la réflexion de la lumière incidente, une couche antireflet (CAR) est déposée sur la face avant de la cellule. Son principe repose sur les interférences destructives des faisceaux lumineux dans les

couches diélectriques minces. Le choix d'une couche antireflet se fait suivant des paramètres.

Le principe n'est pas loin de la diffusion, avec le même four sous vide de puissance de 4.5KW. On augmente la pression progressivement jusqu'à 1700mTorr, se vide est créé artificiellement par une pompe, on dispose d'électrovannes pour gérer le débit des gaz.

Le processus PECVD se fait en :

- On me nos plaques de silicium ont l'intérieure de tube cylindrique fait en graphite, on ferme le tube a l'intérieure du four et on commence à augmentant la pression progressivement.
- On télécharge notre recette depuis le Pc qui permet le contrôle du four
- Le four déclenche le gaz N<sub>2</sub> qui est un gaz d'ambiance porteur puis un test de plasma factices se fait.
- À une température entre 350 et 380 degrés le gaz NH<sub>3</sub> se déclenche en même temps que le SiH<sub>4</sub> jusque' on arrivera l'état plasma et devient le SiNx, le temps de dépôt est entre 30 et 60 secondes.
- Le processus s'arrête automatiquement, la température et pression se stable, et nos échantillons sont prêts.
- Dans certain cas on fait deux couches de dépôt, pour ce faire on refait le procédé sans passer par la préparation du début.

Donc on aura une jonction mais la cellule n'est pas fonctionnelle car le contact entre les deux surfaces est direct.

## 4 **Métallisation et montage d'un module photovoltaïque**

### 4.1 - Sérigraphie :

Ce procédé d'impression sert à créer des cellules fonctionnelles. Il faut plusieurs

presses sérigraphiques mais aussi des fours. En effet, une couche est déposée par sérigraphie puis cuite sous atmosphère azotée. De plus, ce procédé peut être utilisé pour la dépose des contacts métalliques.

Avant de faire la sérigraphie, une gravure avec le laser est indispensable pour rompre le contacte entre les deux faces.

On trouve deux face (avant et arrière) chaque face de la cellule a un motif de contact. Ce dernier représente la majorité des processus de métallisation des cellules solaires à plaquettes de silicium.

La métallisation par contact par co-cuisson de pâtes métalliques sérigraphées avant et arrière pour les cellules solaires standard de type p grand public est un processus principalement utilisé.

#### 4.1.1 - Contact frontal :

Le motif de contact frontal argenté est imprimé directement sur le revêtement antireflet en nitrure de silicium. Par conséquent, le motif en argent est nécessaire pour pénétrer à travers le revêtement antireflet pour établir un contact électrique avec le silicium. Le processus de co-cuisson implique une température de cuisson maximale dans une plage de 750 à 870 °C pendant 5 secondes ou moins.

#### 4.1.2 - Contact arrière

La majeure partie de la surface arrière de la cellule solaire est sérigraphié avec de la pâte d'aluminium pour former l'électrode arrière. De plus, les languettes sont également imprimées avec de la pâte d'argent pour l'interconnexion à d'autres cellules par soudure. La cuisson par four en ligne implique un chauffage et un refroidissement rapides.

## 5 Montage d'un module photovoltaïque

Après la Sérigraphie au niveau centre de recherche CRTSE, les cellules sont prêtes à être fonctionnelle, le montage des cellules se fait au niveau de l'annexe soit en série ou en parallèle connecté les une-au-autre avec un câblage.

### 5.1 - Montage en série :

La plupart de temps on fait un montage en série. Car la mise en série des cellules permet d'augmenter la tension a tout en conservant le courant d'une cellule (nécessité d'appairage des cellules).

### 5.2 - Le câblage :

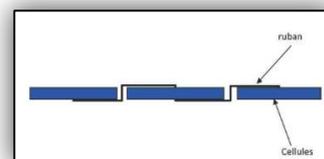


Figure 3 : représentation du câblage.

Les cellules sont connectées entre elles par des fins rubans métalliques (cuivre étamé), de contact en face avant (-) au contact en face arrière (+).

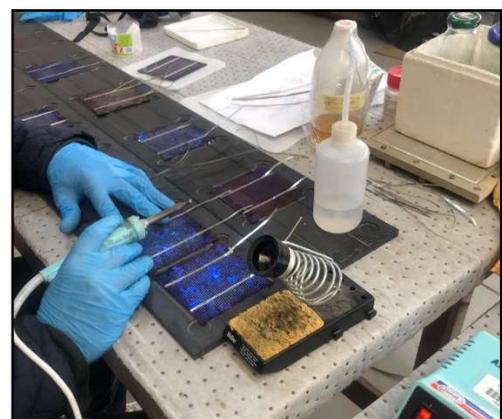
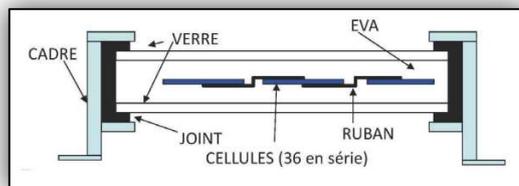


Figure 4 : montage en série à l'annexe CRTSE.

### 5.3 - La constitution d'un module photovoltaïque :

Les cellules connectées entre elles ont été exposées à l'environnement extérieur naturel, donc une protection physique est nécessaire d'où l'existence de l'encapsulation des cellules dans un module.

Ce module se constitue de :

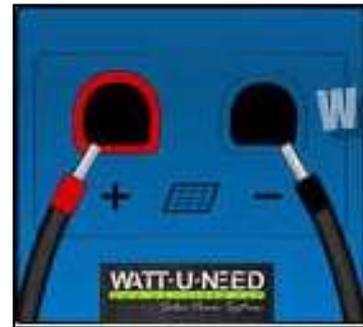


*Figure 05 : constitution d'un module photovoltaïque.*

- 2 films thermoplastiques transparents où les cellules sont encapsulées.
- Un cadre en aluminium.
- Un verre trempé en face avant protège les cellules le plan mécanique et laisse passer la lumière.
- La face arrière est recouverte d'une feuille TEDLAR.

### 5.4 - Connexion :

- La boîte de connexion étanche avec deux bornes de raccordement
- Les deux câbles unipolaires



*Figure 06 : représentation des bornes.*

### **Conclusion générale**

Nous venons donc de vous présenter les étapes de fabrication d'un module photovoltaïque. Cela :

- ✓ Nous a permis de mieux comprendre le fonctionnement des panneaux solaires qui depuis plusieurs années font partie intégrante de notre milieu de vie.
- ✓ Nous avons vu un aperçu de l'efficacité de cette énergie nouvelle.

Pour nous, futurs scientifiques, cette expérience a été enrichissante et a répondu à nos attentes. De plus, ce projet nous a appris à utiliser une démarche scientifique, ainsi qu'à travailler en groupe, à confronter nos idées et nos différents points de vue, tout cela dans une ambiance agréable.

---

# **TABLE DES ILLUSTRATIONS**

---

**LISTE DES FIGURES**

Figure I. 1 Couches d'électrons de valence et de conduction.....	5
Figure I. 2 . Structure (à gauche) et diagramme de bande (à droite) d'une cellule photovoltaïque..	7
Figure I. 3 cellule poly cristalline. Figure I. 4 poly cristalline. [6].....	8
Figure I. 5 Cellule silicium amorphe.....	9
Figure I. 6 : Etapes de réalisation d'une cellule solaire. ....	11
Figure I. 7 Schéma de principe des réflexions lumineuses .....	12
Figure I. 8 Schéma comparatif des phénomènes de réflexion sur surfaces plane et texturée [11]..	13
Figure I. 9 Introduction d'une couche mince entraînant la division d'amplitude de l'onde incidente, [12].....	14
Figure I. 10 Spectre solaire relevé dans plusieurs conditions [12].....	15
Figure II. 1 La structure cristalline de TiO <sub>2</sub> sous forme (anatase) et (rutile).....	17
Figure II. 2 Le mécanisme général des réactions photo-catalytiques sur.....	18
Figure III. 1 Image du processus de nettoyage dans une bain ultrasonique (photo prise au sein du Laboratoire CRTSE) .....	22
Figure III. 2 Image de la manipulation du process de texturisation par vois acide (photo prise au sein du Laboratoire CRTSE).....	25
Figure III. 3 Schéma détaillé de la technique spray ultrasonique .....	26
Figure III. 4 Image du dispositif spray ultrasonique (photo prise au sein du Laboratoire CRTSE). .....	28
Figure III. 5 Schéma simplifié du spectromètre F.T.I.R. ....	29
Figure III. 6 Photo de microscope optique au laboratoire de CRTSE.....	30
Figure III. 7 Schéma d'un microscope optique [7].....	31
Figure III. 8 Atténuation d'une lumière incidente après passage dans une cellule de longueur le contenant un composé de concentration C.....	32
Figure III. 9 Représentation des conditions de Bragg dans un cristal.....	34
Figure IV. 1 Image par microscope optique de plaquettes Si-mc gravées à différents instants (b-d) :60s,90s,120s , Toutes les barres d'échelle sont de 20 µm .....	36
Figure IV. 2 La réflectance des surfaces de Si en fonction de la longueur d'onde à différents intervalles de temps.....	37
Figure IV. 3 Image par microscope optique de plaquettes Si-mc gravées à différents instants (e-g) :60s,90s,120s (avec NaOH), Toutes les barres d'échelle sont de 20 µm.....	38
Figure IV. 4 la réflectance des surfaces texturisée deporosifier avec (NaOH) en fonction de la longueur d'onde à différents intervalles de temps .....	39
Figure IV. 5 L'histogramme de réflectances des deux types de cellules.....	40
Figure IV. 6 : Diffractogrammes XRD de TiO <sub>2</sub> déposés à différentes températures du substrat de quartz.....	41
Figure IV. 7 Spectre de transmittance IR des couches minces de TiO <sub>2</sub> .....	43
Figure IV. 8 Spectre de Transmittance des couches minces de TiO <sub>2</sub> déposées sur le verre .....	44
Figure IV. 9 ( $\alpha h\nu$ ) <sup>1/2</sup> en fonction de $h\nu$ pour des couches de TiO <sub>2</sub> .....	45

Figure IV. 10 le taux du réflectance des surfaces texturisée avec le la couche antireflet ( $\text{TiO}_2$ ) en fonction de la longueur d'onde ..... 46

Figure IV. 11 les colonnes de la réflectance moyenne des substrats texturisée avec le dépôt de  $\text{TiO}_2$  ..... 47

Figure IV. 12 Intersection entre la courbe de réflectance cellulaire optimale au spectre de rayonnement solaire ..... 48

**LISTE DES TABLEAUX**

Tableau I. 1 La structure et le rendement de chaque génération ..... 8

Tableau I. 2 Avantages et Inconvénients des cellules de 2eme génération..... 10

Tableau I. 3 Exemples de cellules solaires de 3ère génération ..... 10

Tableau II. 1 Propriétés structurales des polymorphes  $\text{TiO}_2$  ..... 16

tableau III. 1 Les proportion volumique de la solution de la texturisation ..... 23

Tableau III. 2 Représentent les reprises de la texturisation ..... 24

Tableau III. 3 : conditions expérimentales de dépôt ..... 27

Tableau IV.1 Les réflectances des substrats texturiser avec et sons ( $\text{NaOH}$ ) ..... 40

Tableau IV.2 les paramètres de structure des couches de  $\text{TiO}_2$  ..... 42

Tableau IV. 3 La transmission des films  $\text{TiO}_2$  élaborée par les différentes méthodes..... 43

Tableau IV. 4 La réflectance moyenne des substrats texturisée avec le dépôt de  $\text{TiO}_2$  ..... 47

## الملخص

تشير المعرفة المتعمقة للمعالجات السطحية للسيليكون متعدد البلورات وأحادي البلورية اهتمامًا كبيرًا بسبب تطبيقاتها في العديد من المجالات. ففي الواقع، تعطي عمليات المعالجة المختلفة للأسطح خصائص جديدة ، مما يؤدي إلى تطبيقات تغطي مجموعة واسعة من المجالات (الكهروضوئية الكهروضوئية ، وأجهزة الاستشعار ، ...).

في هذا العمل، نقترح دراسة خصائص ركائز السيليكون متعددة البلورات المعالجة بطريقة الحفر الكيميائي ودمجها مع طبقات محددة مضادة للانعكاس مخصصة لتطبيقات الخلايا الشمسية الكهروضوئية. الهدف الرئيسي من هذا الموضوع التجريبي هو معالجة السيليكون من أجل نسيج السطح لـ Si-mc، لتطوير أغشية رقيقة من  $TiO_2$  عن طريق الرش بالموجات فوق الصوتية ودراسة تأثير الطبقة المضادة للانعكاس على ركائز السيليكون المحكم.

**الكلمات المفتاحية:** السيليكون متعدد البلورات، الخلايا الكهروضوئية، الأغشية الرقيقة المضادة للانعكاس، نسيج، الرش بالموجات فوق الصوتية، ثاني أكسيد التيتانيوم

**Abstract**

The deep knowledge of surface treatments of multicrystalline and monocrystalline silicon is of great interest due to their applications in many fields. Indeed, the different treatment processes give new properties to the surfaces, leading to applications covering a wide range of fields (PV photovoltaics, sensors, ...). In this work, we propose to study the properties of multicrystalline silicon substrates treated by chemical etching and combined with specific anti-reflection layers for photovoltaic solar cell applications.

The main objective of this experimental subject is to process silicon for surface texturing of Si-mc, to elaborate thin film of  $\text{TiO}_2$  by ultrasonic sputtering and to study the effect of the anti-reflection layer on textured silicon substrates.

**Keywords:** Ultrasonic Spray,  $\text{TiO}_2$ , Photovoltaics, Multi-Crystalline Silicon, Si-Mc, Texturization, Anti-Reflective Thin Layers,

**Résumé**

La connaissance approfondie des traitements de surface du silicium multicristallin et monocristallin suscite un grand intérêt dû à leurs applications dans de nombreux domaines. En effet les différents procédés de traitements donnent aux surfaces des propriétés nouvelles, débouchant sur des applications couvrant des domaines très variés (photovoltaïque PV, capteurs, ...). Dans ce travail, nous nous proposons d'étudier les propriétés des substrats du silicium multicristallin traité par attaque chimique et combiné à des couches antireflets spécifiques destinés aux applications des cellules solaires photovoltaïques.

L'objectif principal de ce sujet à caractère expérimental consiste à traiter le silicium pour la texturisation de surface du Si-mc, et l'élaboration de couche mince de  $\text{TiO}_2$  par pulvérisation ultrasonique et étudier l'effet de la couche antireflet sur les substrats du silicium texturisés.

**Les Mots clés :** silicium multicristallin, si-mc, photovoltaïque, couches minces antireflets, texturisation, pulvérisation ultrasonique,  $\text{TiO}_2$

---

# Liste des abréviations

---

**Liste des abréviations**

**ALD**: Atomic Layer Deposition.

**AM1.5** : Air Mass 1.5 Spectrum.

**a-Si** : Silicium Amorphe

**C<sup>0</sup>** : Degré Celsius.

**CAR** : Couche Antireflet.

**CdTe** : Tellure De Cadmium

**CRTSE** : Centre De Recherche En Technologie Des Semi-Conducteurs Pour L'énergétique.

**DRX** : La Diffractometrie De Rayons X.

**DSSC**: Dye-Sensitized Solar Cell,

**Eg**: Energie De Gap.

**eV**: Electron Volt.

**FTIR**: Fourier-Transformed Infrared Spectroscopy.

**HF** : Acide Fluorhydrique.

**HEM**: Heat Exchanger Method

**HNO<sub>3</sub>**: Acide Nitrique.

**IR** : Infrarouge.

**k** : Degré Kelvin

**KBr** : Bromure De Potassium.

**KHZ** : Kilohertz.

**KV** : Kilovolts.

**NaOH** : Hydroxyde De Sodium.

**ECVD** : Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition.

**P.V** : Photovoltaïque.

**Si-Mc** : Silicium Multi Cristallin.

**TiO<sub>2</sub>** : Dioxyde De Titane.

**TCE** : Trichloréthylène

**UDTS** : l'Unité de Développement de la Technologie du Silicium.

**UV-visible** : Ultraviolet–Visible.

**ZCE** : La Zone De Charge D'espace.