

Caractérisation et valorisation du Quartz d'Edough pour application photovoltaïque

S. Anas Boussaa ^{1,2 *}, A. Kheloufi ¹ et N. Zaourar Boutarek ²

¹ Division Croissance Cristalline et Procédés Métallurgiques, CCPM
Centre de Recherche en Technologie des Semi-conducteurs pour l'Energétique, C.R.T.S.E.
02 Bd Frantz Fanon, B.P. 140, Alger 7 merveilles, 16200 Alger, Algeria

² Laboratoire des Technologies des Matériaux, Université des Sciences et de Technologie
Houari-Boumediène, USTHB, B.P. 32 El Alia, Bab Ezzouar 16111, Alger, Algeria

(reçu le 25 Août 2018 - accepté le 25 Septembre 2018)

Résumé - Le quartz est la matière première principale pour la production du silicium. De nos jours, les industriels ont retenu le quartz en morceau pour la production du silicium et cela pour éviter la production des fines qui affectent négativement le fonctionnement du four et le procédé de carbo-réduction. Malheureusement, obtenir du quartz pur devient de plus en plus difficile. La caractérisation du quartz ayant les propriétés exigées pour la carbo-réduction dans le but d'obtenir le silicium s'avère primordiale, ainsi différentes recherche dans ce contexte ont été établies ces dernières années. Les industriels ont retenus une liste de propriétés exigées sur le quartz pour optimiser le bon déroulement de la carbo-réduction, à savoir, • Propriétés chimiques (ex: Al, Fe, Ti, B, P et Ca), • Dimension des grains de quartz (10 à 150 mm), • Comportement mécanique, • Comportement thermique. Les propriétés chimiques et les dimensions des grains du quartz s'avèrent les propriétés les plus importantes pour la fabrication du silicium. Le but principal dans ce travail consiste, dans un premier temps, à caractériser le quartz d'Edough en utilisant différentes techniques de caractérisation 'la spectrométrie à fluorescence X, la microscopie électronique à balayage, micro dureté Vickers, spectrométrie infra rouge, doseur de carbone et microscopie optique', et dans un deuxième temps, de le valoriser en tant que matière première ultra pure pour son application en électrometallurgie. Parmi les phases minérales qui se présentent dans ce type de quartz (filonien), on constate les éléments comme le fer, le magnésium, le manganèse, le titane, le calcium, le potassium et le carbone, ainsi que d'autres éléments en traces. On a pu relever plusieurs valeurs de micro dureté qui concordent avec l'échelle de Mohs spécifique pour les minerais, ainsi que plusieurs observations métallographiques ont été effectuées dans le but de visualiser l'aspect micrographique du quartz et de mettre en évidence la présence des inclusions dans ce dernier. A travers le spectre infrarouge on a pu mettre en évidence les différentes vibrations des liaisons du quartz. Les résultats obtenus à travers cette étude sont très satisfaisants et montrent que le quartz d'Edough possède une pureté élevée en silice 97-98 % SiO₂. Cependant un enrichissement préalable est nécessaire pour une application ultérieure à la carbo-réduction.

Abstract - Quartz is the main raw material for the production of silicon. Nowadays, manufacturers have retained quartz in pieces for silicon production to avoid the production of fines that negatively affect the operation of the furnace and the carbo-reduction process. Unfortunately, obtaining pure quartz is becoming more and more difficult. The characterization of quartz with the properties required for carbo-reduction in order to obtain silicon is essential, so various research in this context has been established in recent years. The manufacturers have chosen a list of properties required on quartz to optimize the good progress of carbo-reduction, namely: * Chemical properties (e. g. Al, Fe, Ti, B, P and Ca), * Size of quartz grains (10 to 150 mm), * Mechanical behaviour, * Thermal behaviour. The chemical properties and dimensions of quartz grains are the most important properties for silicon manufacturing. The main purpose of this work is, first, to characterize Edough quartz using different characterization techniques such as X-ray fluorescence spectrometry, scanning electron

* anassabiha@crtse.dz, sabiha.anas@gmail.com

microscopy, vickers microhardness, infrared spectrometry, carbon metering and optical microscopy, and, second, to valorize it as an ultra-pure raw material for its application in electrometallurgy. Among the mineral phases that occur in this type of quartz (vein) are elements such as iron, magnesium, manganese, titanium, calcium, potassium and carbon (C) as well as other trace elements. Several microhardness values that are consistent with the Mohs scale specific to ores were identified, as well as several metallographic observations were made to visualize the micrographic aspect of quartz and to highlight the presence of inclusions in it. Through the infrared spectrum, we were able to highlight the different vibrations of the quartz bonds. The results obtained through this study are very satisfactory and show that Edough quartz has a high purity of silica 97-98 % SiO₂. However, prior enrichment is required for subsequent application to the carbo-reduction.

Mots clés: Silice - Quartz - Edough - Photovoltaïque.

1. INTRODUCTION

La montée en puissance de l'énergie photovoltaïque devient aujourd'hui une réalité industrielle et économique qui doit relever les défis technologiques.

Indépendamment des points communs avec les autres énergies renouvelables, l'énergie solaire photovoltaïque présente plusieurs autres avantages. Tout d'abord, elle est relativement bien répartie à la surface du globe et facilement disponible, ce qui la rend particulièrement appropriée aux régions isolées. Ensuite, le caractère modulaire des panneaux photovoltaïques permet un montage simple et adaptable à des besoins énergétiques divers [1].

L'obstacle que rencontre la production de l'électricité solaire est lié à l'augmentation de son prix de revient en comparaison aux sources des énergies conventionnelles.

Le paramètre important qui maintient le coût élevé de l'électricité solaire est le prix de revient de la production des panneaux solaires dû au prix de revient de la fabrication des cellules solaires qui les constituent. Ces panneaux solaires sont réalisés à partir de différents types de semi-conducteur, les plus employés: silicium cristallin (mono ou poly) ou silicium amorphe [2].

En 2005, plus de 90 % des cellules photovoltaïques ont été élaborées à partir de silicium cristallin obtenu par des procédés de fusion - cristallisation directionnelle d'une charge de départ essentiellement issue de la filière de l'industrie électronique qui consiste à purifier des chlorures de silicium (SiCl₄, SiHCl₃,...) [3].

Ainsi, en raison de cette dépendance, et du fait de la forte demande en énergie solaire, l'industrie du photovoltaïque a connu une pénurie de silicium répondant à des critères exigeants (pureté, cristallographie,...) [4].

Dans le but d'avoir des alternatives à la voie actuellement retenue, un certain nombre de solutions sont étudiées, parmi lesquelles, l'élaboration de couches minces et la purification de silicium de qualité métallurgique [5]. Cette dernière solution fait l'objet de nombreux programmes de recherches et de procédés.

A cet effet, les scientifiques et les industriels ont fait recours à d'autres sources d'approvisionnement principalement la réduction de la silice [6, 8]. Différentes raisons ont conduit à ce choix, en amont, l'abondance et la très grande variété des structures minérales à base de silicium dans le globe terrestre et en particulier dans l'écorce continentale et en aval, la très grande diversité de ses utilisations [9].

2. TECHNIQUES EXPERIMENTALES

La production du silicium de haute pureté exige le contrôle des concentrations en impuretés de la matière première [10]. De plus, la qualité du minerai est un paramètre qui dépend de ses caractéristiques.

La caractérisation a pour but d'établir les propriétés chimiques et physiques des quartz considérés afin de pouvoir sélectionner ces derniers en fonction de leurs utilisations ultérieures et de prévoir leurs comportements dans ces applications.

- La composition chimique a été déterminée par un spectromètre à fluorescence X au laboratoire des matériaux de l'université M; Bouguera, Boumerdès
- Le dosage de carbone a été mesuré par un doseur de carbone type Eltra CS 800, SNVI.
- Pour nos observations métallographiques, on a utilisé un microscope optique type Axiovert 10 Zeiss, 'Laboratoire Zouiyed'.
- Le microscope électronique à balayage utilisé est de type JSM-5500LV/JSM-5500, 'USTHB'.
- Le micro duromètre Vickers utilisé est de type OSI, une charge appliquée de 100 grammes, 'SNVI'.
- Le spectromètre infrarouge utilisé est de type Brucker, 'CRTSE'.

3. RESULTATS ET DISCUSSIONS

3.1 Observations au microscope optique des échantillons de quartz

L'observation des micrographies a été faite sans et avec attaque chimique.

Les observations au microscope optique dans la figure 1 ont révélé la présence d'inclusions de différentes morphologies à savoir: nodulaire, allongée, quelconque, réparties d'une façon aléatoire dans la matrice du quartz.

Dans la figure 2 on observe la présence du grain quartzeux, ainsi que les microfissures.

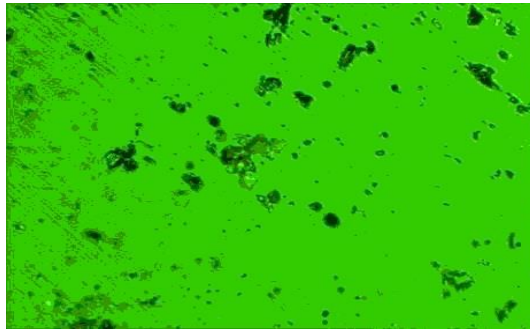


Fig. 1: Micrographie du quartz sans attaque
(Echantillon 1 ; Grossissement 50)

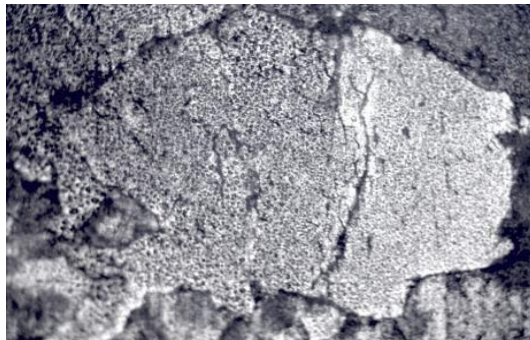


Fig. 2: Micrographie du quartz avec attaque, HF à 40%
(Echantillon 2 ; Grossissement 50)

3.2 Observations au microscope électronique à balayage des échantillons de quartz

Les présentes observations ont été effectuées au microscope électronique à balayage.

On a pu mettre en évidence sur la figure 3 les grains, ainsi que les joints de grains du quartz.

La forme des grains (structure morphologique) n'est pas complètement arrondie.

On remarque, d'après ces images, que le quartz possède de fines particules qui débouchent des grains; ces particules représentent les inclusions.

Sur la figure 4, on remarque la présence de plusieurs micros fissures réparties dans la matrice d'une façon aléatoire fracturant ainsi le grain quartzueux.

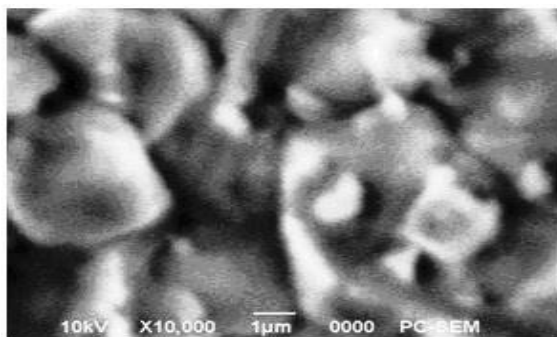


Fig. 3: Micrographie du quartz au microscope électronique à balayage



Fig. 4: Micrographie du quartz au microscope électronique à balayage

3.3 Micro dureté Vickers

Les défauts présents dans le quartz sont considérés comme des concentrations et des hétérogénéités de contraintes, ainsi ils favorisent la défragmentation et la rupture de la silice au cours du chauffage.

Pour mettre en évidence cette hétérogénéité de contrainte on a eu recours à la micro dureté Vickers comme moyen d'analyse. On constate que la dureté du quartz pur varie très peu, elle est en moyenne de l'ordre de 1050 Hv0.1, cette valeur concorde à la valeur de dureté selon l'échelle de Mohs qui est de l'ordre de 7 [11]. Par contre, la présence des inclusions solides dans la matrice affecte la dureté car ces dernières ont des duretés variables qui vont pratiquement de 380 Hv0.1 à 900 Hv0.1

3.4 Caractérisation du quartz par fluorescence X (XRF)

D'après les résultats obtenus dans le **Tableau 1**, on constate que les quartz massif d'Edough possèdent une très grande concentration en SiO_2 de l'ordre de 97.51 % avec

Les inclusions présentes dans le quartz sont de différentes morphologies et d'origines d'après les observations effectuées.

Les principaux pics observés sur le spectre infra rouge du quartz naturel se situent aux alentours de 450 cm^{-1} , 690 cm^{-1} , 800 cm^{-1} et à 1000 cm^{-1} .

L'apparition d'autres pics révèle la présence des impuretés. La dureté du quartz est de l'ordre de $1050\text{ Hv}_{0.1}$.

la présence des inclusions dans ce dernier modifie la dureté qui va pratiquement de $380\text{ Hv}_{0.1}$ à $900\text{ Hv}_{0.1}$.

Reconnaissance: Ce travail a été réalisé grâce au Fonds National de la Recherche, DGRSDT / MESRS.

REFERENCES

- [1] A. Benmeddour, '*Etude et simulations numériques des contraintes thermo mécaniques dans le silicium photovoltaïque*', Thèse de Doctorat en Sciences, 05/2010.
- [2] M. Ouddah, '*Etude du silicium poreux destiné aux cellules solaires*', Mémoire de Magister en Physique, Université des Frères Mentouri, Constantine, 2009.
- [3] S. Rousseau, M. Benmansour, D. Morvan et J. Amouroux, '*Purification du silicium de qualité métallurgique par plasma thermique RF couplé à la polarisation du bain fondu*', Revue des Energies Renouvelables ICRES-07, Tlemcen, pp. 53 - 60, 2007.
- [4] S.M. Karabanov et al., '*Study of solar grade silicon by the method of carbothermic reduction; Ryazan metal ceramics instrumentation plant JSC*, 17th EPVSEC, pp. 77-79, Germany, 2001.
- [5] Dossier de la Recherche, '*Les Energies de Demain*', N°47, Février 2012.
- [6] D. Sarti and R. Einhaus, Solar Energy Material and Solar Cell's, Vol. 72, 27 -2002.
- [7] J. Degoulange, I. Perichaud, C. Trassy and S. Martinuzzi. Solar Energy Material and Solar Cell's, Vol. 92, 1269- 2008.
- [8] Y. Delannoy, '*Purification of silicon for photovoltaic applications*', Journal of Crystal Growth, Vol. 360, pp. 61 - 67, 2011.
- [9] L. Désindes, '*Silice ultra-pure pour l'électrométallurgie : gîtologie et caractéristiques physiques et chimiques de minerai de quartz*', Thèse de Doctorat, Université Henri Poincaré, Nancy, Décembre 2004.
- [10] Paul Tréguer, '*Le cycle biogéochimique du silicium*', 2005.
- [11] J.J. Chevallier '*Les fiches minéralogiques et géologiques*', Décembre 2011.
- [12] A. Tourmié, '*Analyse Raman sur site de verres et vitraux anciens : modélisation, procédure, lixiviation et caractérisation*', Thèse de Doctorat en Chimie - Physique, Paris, 2009.