



République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche
scientifique



Université Echahid Hamma Lakhdar d'El-Oued

FACULTE DE TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE

Mémoire de fin d'étude
Présenté pour l'obtention du diplôme de
MASTER ACADEMIQUE

Domaine : Sciences et Technologies
Filière : Génie mécanique
Spécialité : Energie Renouvelable

Thème

Réalisation d'un système de Dépôt de couches minces

Devant le jury composé de : Présenté par :

.....
.....
.....
Dr. AOUN Yacine

Président
Examineur
Examineur
Encadreur

- Saighi Mohammed Fouad
-Rahal Abdelbasset
- Fridjat Anis
- Khezzane Bilal

2022-2023

Remerciements

Nous adressons nos sincères remerciements au directeur de thèse, **le Dr Yacine Aoun**, pour ses efforts et sa patience à nos côtés tout au long de la période d'encadrement, sans oublier tous les docteurs qui nous ont enseigné durant la période universitaire. Nous remercions également

Fathi gharaisa

pour son aide dans la recherche scientifique. industrie de la recherche

Dédicace

Nous remercions Dieu Tout-Puissant de nous

avoir accordé la réussite dans notre

cheminement académique, ainsi que nos

familles, nos proches, tous nos amis et tous

ceux qui ont une faveur pour nous de près ou

de loin.

TABLE DE MATIERE

		Page
	Remerciement	
	Dédicace	
	Table des matières	
	Liste des figures	
	Liste des tableaux	
	Liste des symboles et acronymes	
	Introduction général	1
Chapitre I : Informations générales sur les techniques de dépôts et les couches minces		
I.1	Introduction	3
I.2	Films minces	3
I.2.1	Définition du film mince	3
I.2.2	Applications de la couche mince	4
I.2.3	Couches minces de ZnO	5
I.2.3.1	Définition Dioxyde d Zinc (ZnO)	5
I.2.3.2	Propriétés structurales	6
I.2.3.3	Structurales électronique de bandes	9
I.3.3.4	Propriétés électriques	10
I.3.3.5	Propriétés optiques	11
I.3.3.6	Applications de ZnO	13
I.3.3.7	Application au photopile solaire	13
I.3.3.8	Autres applications	14
I.4	Techniques d'élaboration des couches minces	15
I.4.1	Méthodes de dépôt de couches minces	17
I.4.1.1	Dépôt physique en phase vapeur (PVD)	17
I.4.1.2	Dépôt chimique en phase vapeur (CVD)	18
I.4.1.2.1	Un aperçu du dépôt chimique en phase vapeur	18
I.4.1.2.2	Définition des MCV	19
I.4.2	spray Pyrolyse	21
I.4.2.1	Principe	21
I.4.2.2	Schéma de pyrolyse et dépôt de couches minces	23

I.4.2.3	Facteurs influençant la création de couches minces à l'aide de la méthode de spray pyrolyse	23
I.4.2.4	Mérite de la technique de pyrolyse par spray	24
I.4.2.5	Spray pyrolyse Solaire	24
I.5	Conclusion	25
Chapitre II : Réalisation Du Montage De Système De Spray Pyrolyse		
II.1	Etudes et réalisation du montage	27
II.1.1	Table	27
II.1.2	Substrat	29
II.1.3	Support mobile pour le tube de pulvérisation	31
II.1.4	Boîte de résistance	33
II.1.5	Support interne	35
II.1.6	Fenêtre de projet	37
II.2	Mise en marche de l'évaporateur :	41
II.3	Conclusion	42
Chapitre III : Techniques d'élaboration et caractérisation des couches minces (ZnO)		
III.1	Introduction	44
III.2	Techniques d'élaboration de films minces (ZnO)	44
III.2.1	Montage expérimental utilisé	44
III.2.2	Sélection et préparation du support et substrats	45
III.2.3	Préparation des solutions	46
III.2.4	Instruments de mesure	47
III.2.4.1	Mesure de Température	47
III.2.4.2	Mesure de Pression	47
III.2.4.3	Mesure de masse	48
III.2.5	Conditions expérimentales	48
III.2.6	Étapes de l'expérience	50
a-	Emplacement du multimètre	50
b-	Préparation de substrat	51
c-	processus de pulvérisation	51
III.3	Techniques de caractérisation	51
Partie A	: Caractérisation structurale	52
III.3.1	Diffraction des rayons X (DRX)	52
III.3.1.1	Principe de l'analyse DRX	52
III.3.1.2	Détermination des paramètres cristallins	53

III.3.1.3	Détermination de la taille cristalline	53
III.3.1.4	Informations pouvant être obtenues à partir d'un diffractogramme	54
Partie B	Caractérisation Optique	55
III.3.2	Spectroscopie UV-Visible	55
III.3.3	Détermination du gap optique	56
III.3.4	Détermination de l'énergie d'Urbach	57
Partie C	Caractérisation électrique	57
III.3.5	Mesure de résistivité par la méthode des quatre pointes	57
III.4	Conclusion	59
Chapitre IV : Résultats et discussion Introduction		
IV-1	Introduction	61
IV-2	Propriétés structurales des films minces de ZnO	61
IV-3	Caractéristiques optiques des films minces de ZnO	63
IV-4	Propriétés électriques des couches minces de ZnO	65
IV-5	Conclusions	67
	Conclusions Général	69
	Références bibliographiques	71-76
	Résumé	77

TABLE DE FIGURE

N°	Le Figure	Page
Figure I.1	Schéma d'un film mince déposé sur un substrat de verre	3
Figure I.2	Applications des couches minces	5
Figure I.3	Représentation des structures cristallines du ZnO : (a) rocksalt cubique, (b) zinc blende, (c) hexagonale wurtzite. Atomes de zinc en gris et oxygène en noir	6
Figure I.4	Structure des bandes d'énergie du ZnO	10
Figure I.5	La structure de base d'une cellule solaire	13
Figure I.6	Transistor à base d'oxyde de zinc	14
Figure I.7	Exemples de la méthode de dépôt physique et chimique	16
Figure I.8	Schéma de principe du dépôt de couches minces	16
Figure I.9	Vues schématiques de la technique de traitement PVD	18
Figure I.10	Schéma d'un procédé CVD : agencement d'un système CVD	19
Figure I.11	Schéma d'un procédé CVD : un modèle CVD	20
Figure I.12	Schéma de principe du système de spray pyrolyse	22
Figure I.13	Schéma de principe d'un équipement de spray pyrolyse	23
Figure II.1	Table	27
Figure II.2	Dessin définition de Table	28
Figure II.3	porte-échantillon	29
Figure II.4	Dessin de définition de porte-échantillon	30
Figure II.5	Support mobile	31
Figure II.6	dessin de définition de support de tube de pulvérisation mobile	32
Figure II.7	boîte de résistance	33
Figure II.8	Dessin définition de chauffage à convection surélevé	34
Figure II.9	Support interne	35
Figure II.10	dessin définition de support interne	36
Figure II.11	Porte	37
Figure II.12	Fenêtre de projet	38
Figure II.13	Montage complet de spray pyrolyse	39
Figure II.14	Montage complet de spray pyrolyse	40
Figure III.1	Schéma de l'appareil Spray pyrolyse .	44
Figure III.2	Le type de substrat utilisé	45

Figure III.3	Le mélangeur des solutions utilisé	46
Figure III.4	multimètre numérique (ALTAY	46
Figure III.5	mesure de pression	47
Figure III.6	échelle numérique	47
Figure III.7	La température à laquelle le substrat est chauffé (450 C°)	48
Figure III.8	Balance électrique sensible	48
Figure III.9	oxyde de zinc	50
FigureIII.10	Figure II. 16 : Appareil de mesure de la température et le détecteur	51
FigureIII.11	Figure II. 17: Schéma de fonctionnement d'un diffractomètre de rayons X	52
FigureIII.12	Figure II. 18 : Le principe de la diffraction des rayons X par les plans réticulaires d'indices h, k et	53
FigureIII.13	Figure II. 19 : Illustration montrant la définition de β (la largeur à mi-hauteur du rayon X de diffraction)	54
FigureIII.14	Figure II. 20 : Dispositif expérimental de spectroscopie UV-visible utilisé (laboratoire des matériaux organiques. Université Echahid Hamma Lakhdar)	55
FigureIII.15	Figure II. 21 : La disposition d'un spectrophotomètre imaginaire	56
FigureIII.16	Figure II. 22 : Le montage expérimental de l'équipement utilisant la méthode des quatre sondes (Laboratoire, Université Echahid Hamma Lakhdar, ElOued)	58
FigureIII.17	Figure II. 23 : Schéma d'un dispositif à quatre points	59
Figure IV.1	Fig IV.1 Les spectres XRD des films minces ZnO avec divers volumes de précurseur	62
Figure IV.2	Fig IV.5 représente la transmission optique des films minces de ZnO avec différents volumes de précurseur	63
Figure IV.3	Fig IV.4 La variation de la bande interdite E_g et énergie d'Urbach E_u de ZnO films minces en fonction de volume de précurseur	64
Figure IV.4	La variation de la conductivité électrique et l'épaisseur des films minces de ZnO en fonction de volume de précurseur	66

TABLE DE TABLEAUX

N°	Le Tableaux	Page
Tableau I.1	Rayons atomiques et ioniques des atomes de zinc et d'oxygène dans ZnO	7
Tableau I.2	Structure, taille des grains et orientation préférentielle des films minces de ZnO élaborés par différentes techniques.	8
Tableau I.3	Propriétés des couches ZnO élaborées par différentes techniques	12
Tableau III.4	: Conditions expérimentales pour l'élaboration des couches minces de ZnO (5 10, 15ml).	46
Tableau III.5	caractéristiques oxyde de zinc	46
Tableau IV.6	La variation de TC(hkl) des pics (100) des couches minces ZnO dopées	62

Nomenclature

TCO : oxydes conducteurs transparents
NiO : oxyde de l'étain
PTC : Collecteurs paraboliques de temperature
HFC : Collecteur de champ Heliostat
CLFR : Réflecteur de Fresnel linéaire à concentration
PDC : Concentrateurs Paraboliques
ALD : Atomic Layer Deposition
TN : Température de Néel
ALE : Atomic Layer Epitaxy
CBD : Chemical Bath Deposition
LPE : Liquid Phase Epitaxy
IBAD : dépôt assisté par faisceau d'ions
BLT : théorie de la couche limite
SPT : technique de spray pyrolyse
XRD : diffraction des rayons X
UV : ultraviolets
FWHM : pleine largeur à mi-hauteur
PVD : dépôt physique en phase vapeur
CVD : dépôt chimique en phase vapeur
 σ : conductivité électrique [$\Omega^{-1}\text{cm}^{-1}$]
 E_x : énergie de bande interdite (gap optique) [eV]
 ε : Constante diélectrique [F/m]
 d_{hkl} : Distance inter-réticulaire [\AA]
 a : Paramètre de maillage [\AA]
 θ : Angle d'incidence (angle de réflexion) [degré]
 λ : longueur d'onde des photons X incidents [\AA]
 n : Ordre de diffraction (nombre entier)

D : Taille des cristallites [nm]	
α : Coefficient d'absorption [m^{-1}]	
h : la constante de Planck est $6,63 \cdot 10^{-34}$ [J.s]	
ν : fréquence d'onde [Hz]	
E_u : énergie d'Urbach	[J]
R_s : Résistance superficielle	[Ω]
ρ : Résistivité électrique	[$\Omega \cdot cm$]
I : Intensité du courant	[A]
U : Tension actuelle	[V]
T : Transmission	[%]
d : Épaisseur	[nm]
n :Quantité de matière [taupe]	
m :Masse[g]	
M :Masse molaire[g/mole]	
C :Concentration[mole/l]	
V :Volume [ml]	

Introduction générale

Introduction générale

La technologie de fabrication de couches minces a connu de nombreuses applications dans divers secteurs industriels, notamment dans les composants électroniques, les capteurs, l'optique et la protection des surfaces. Les oxydes transparents et conducteurs (TCO) sont des matériaux particulièrement intéressants en raison de leur double propriété de conductivité électrique et de transparence, ce qui les rend adaptés à des applications en optoélectronique, en photovoltaïque et dans les fenêtres électrochromiques. Les TCO sont également utilisés dans d'autres domaines tels que les capteurs optiques, les contacts électriques transparents dans les cellules solaires, les écrans plats, les écrans à cristaux liquides et les écrans tactiles. L'utilisation de couches minces est particulièrement attrayante dans les industries nécessitant des dispositifs de petite taille et à faible dimensionnalité, notamment dans l'industrie de la microélectronique [1].

Il existe de nombreuses méthodes de préparation des couches minces, dont les principales sont la dépôt en phase vapeur chimique (CVD) et la dépôt en phase vapeur physique (PVD). La technique de spray pyrolyse, qui combine pulvérisation et pyrolyse, est largement utilisée pour la fabrication de couches minces. La pulvérisation consiste en la projection d'un liquide sous forme de fines gouttelettes à l'aide d'un pulvérisateur, tandis que la pyrolyse est un processus de décomposition thermique d'un solide ou d'un liquide en petites molécules volatiles, sans interaction avec l'oxygène ou tout autre oxydant [2].

Dans ce mémoire, nous avons réalisé un système de dépôt par spray pyrolyse.

Après une introduction générale, le mémoire est structuré de la manière suivante :

- le premier chapitre présente les différents procédés de dépôt de couches minces existants, ainsi que le principe de croissance de ces couches.
- Le deuxième chapitre est consacré à la description de notre montage de spray pyrolyse et à son fonctionnement.
- Le troisième chapitre présente les techniques d'élaboration et de caractérisation des couches minces.
- Le quatrième chapitre regroupe les résultats de caractérisation obtenus au cours de notre étude, accompagnés de discussions sur ces résultats.
- Enfin, une conclusion générale résume les principaux aspects de notre sujet de recherche.

Chapitre I

**Informations générales sur les
techniques de dépôts et les
couches minces de ZnO**

I.1. Introduction

Ce chapitre présentera une introduction générale sur les films minces, ainsi que des techniques spécifiques pour leur dépôt physique et chimique, en mettant en évidence les caractéristiques des substances sélectionnées. Enfin, une attention particulière sera accordée au procédé de spray pyrolyse.

I.2. Films minces

I.2.1. Définition du film mince

D'un point de vue théorique, on fait référence à une partie d'un matériau spécifique comme une couche mince lorsque son épaisseur a été considérablement réduite au point qu'elle puisse être mesurée en nanomètres. Cette proximité étroite des deux surfaces frontières, créant un quasibidimensionnel, entraîne des perturbations significatives dans la plupart des propriétés physiques [1]. Une différence fondamentale entre un matériau solide et une couche mince réside dans le fait que, dans un matériau solide, les effets des limites sont souvent négligés, tandis que dans une couche mince, les effets des surfaces frontières prédominent [2]. L'effet bidimensionnel s'intensifie à mesure que l'épaisseur de la couche mince diminue, et au-delà d'une certaine limite, l'influence de l'épaisseur devient négligeable, permettant ainsi au matériau de retrouver ses caractéristiques intrinsèques. On observe cela dans une substance solide bien connue [3] (Figure I.1).

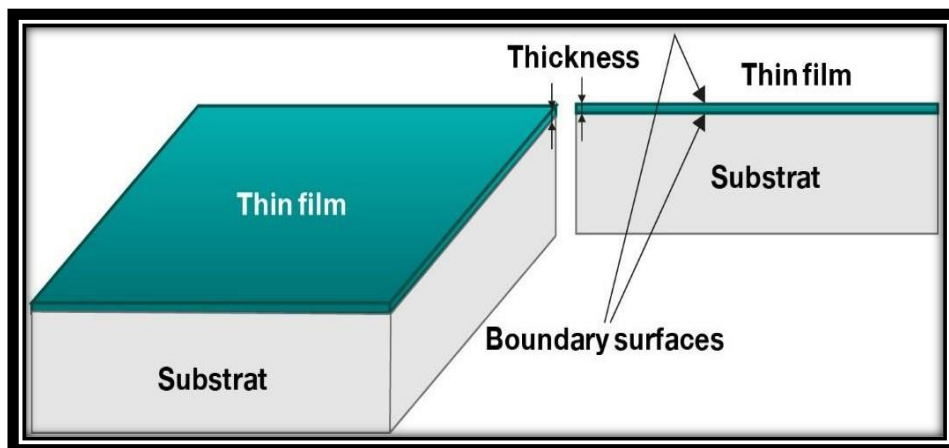


Figure I.1 : Schéma d'un film mince déposé sur un substrat de verre [3].

Une autre caractéristique fondamentale d'un film mince est qu'il est toujours intégré au support sur lequel il est fabriqué, quelle que soit la méthode de fabrication utilisée. Par conséquent, il est crucial de prendre en compte cet aspect lors de la conception, car le support a un impact significatif sur les propriétés structurales de la couche déposée. Ainsi, une couche mince du même matériau et de même épaisseur peut présenter des caractéristiques physiques très différentes en fonction du fait qu'elle soit déposée sur un substrat isolant amorphe, tel que le verre, ou sur un substrat monocristallin en silicium. La conclusion tirée des deux caractéristiques clés d'un film mince est que sa construction est anisotrope.

La préparation de films minces peut être réalisée de différentes manières [4]. Nous ne mentionnerons ici que les méthodes les plus couramment utilisées dans le domaine de l'électronique, en omettant ainsi de nombreuses applications et procédés spécifiques utilisés en chimie, pharmacie et biologie.

Les méthodes les plus couramment utilisées par les fabricants de composants électroniques actifs et passifs pour déposer un matériau sur un substrat initialement exempt de dépôt sont les procédés physiques. Par conséquent, l'épaisseur du film mince augmentera progressivement à partir de zéro [5,6]. Bien qu'il existe des techniques de décapage permettant de créer un revêtement mince d'une épaisseur spécifique en ajoutant le matériau couche par couche, cette méthode est rarement mise en pratique.

En pratique, il existe deux principales catégories de procédés : ceux qui utilisent un gaz vecteur pour transporter le matériau à déposer d'un contenant vers le substrat, similaires aux techniques de diffusion utilisées dans la fabrication de composants actifs, et ceux qui opèrent dans un environnement à très basse pression, où le matériau à déposer est transporté par une impulsion initiale thermique ou mécanique [7].

I.2.2. Applications de la couche mince

La fabrication de couches minces a été largement appliquée dans divers secteurs industriels, tels que les composants électroniques, les capteurs, l'optique et les revêtements de protection (voir Figure I.2).

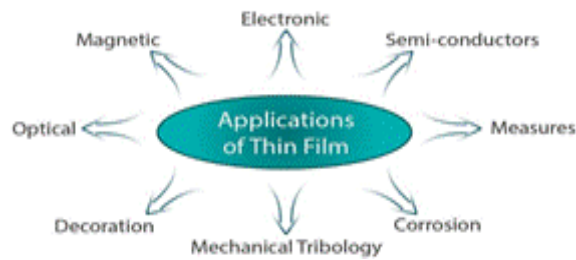


Figure I.2 : Applications des couches minces [8].

Les applications des couches minces dans le domaine de l'électronique sont variées, principalement pour établir des liaisons entre différents dispositifs distants sur une puce. Des matériaux tels que l'aluminium, l'or ou le cuivre sont utilisés sous forme de fines couches en raison de leur conductivité élevée et de leur coût abordable. De plus, les couches minces sont utilisées dans les têtes de lecture des disques durs, où des films minces magnétiques sont employés.

Dans le domaine de l'optique, les couches minces jouent un rôle essentiel dans la fabrication de films anti-reflet, de verres, de pare-brise pour automobiles et de films réfléchissants. Par ailleurs, elles peuvent être utilisées pour créer des revêtements anti-corrosion, des surfaces qui favorisent la solidification des matériaux lors de leur application, ainsi que des surfaces décoratives.

I.2.3. Couches minces de ZnO

I.2.3.1. Définition Dioxyde de Zinc (ZnO)

L'oxyde de zinc est généralement trouvé sous forme d'une poudre blanche incombustible connue sous les noms de "zinc blanc", "blanc de zinc" ou "fleur de zinc", et il est pratiquement insoluble dans l'eau. Dans le passé, cette substance blanche et pulvérulente était appelée "pompholix" en raison de sa texture floconneuse et légère. Elle était également connue sous les

Noms latins de "nihil album" (blanc de rien des alchimistes) et "lanaphilosophica" (laine philosophique). On la considérait comme un matériau "infusible et stable".

Au laboratoire, on peut obtenir l'oxyde de zinc en chauffant le carbonate de zinc ou le nitrate de zinc, ce qui entraîne respectivement la libération de dioxyde de carbone et de dioxyde d'azote. Il convient de noter que ce dernier est nettement plus explosif [9].

I.3.3.2. Propriétés structurales

L'oxyde de zinc peut prendre trois formes cristallines différentes : la structure wurtzite hexagonale, la structure zinc blende et la structure rocksalt. La figure II.1 représente de manière schématique ces différentes structures. En conditions normales, le ZnO se cristallise généralement dans la phase hexagonale compacte B4 (Wurtzite), qui est la plus stable [10-11].

Cependant, lorsqu'il est déposé sur certains substrats avec une symétrie cubique et dans des conditions de pression élevée, le ZnO peut être synthétisé dans la phase cubique B3 (Blende).

L'application d'une forte pression hydrostatique (10-15 GPa) sur la structure Wurtzite du ZnO entraîne sa transformation en phase B1 (Rocksalt), qui est une phase métastable.

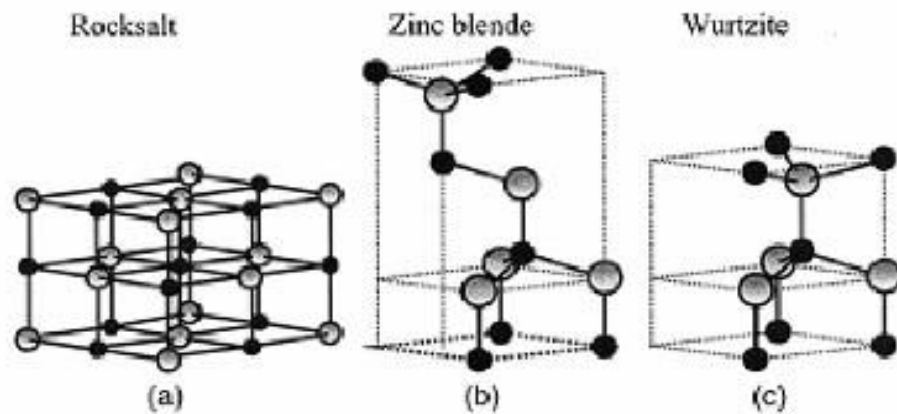


Figure 1.3: Représentation des structures cristallines du ZnO : (a) rocksalt cubique, (b) zinc blende, (c) hexagonale wurtzite. Atomes de zinc en gris et oxygène en noir.

La distance entre les atomes de zinc et les atomes d'oxygène adjacents dans le ZnO est légèrement plus courte que celle entre les trois autres atomes d'oxygène adjacents. Cette différence de distance est responsable de la piézoélectricité du ZnO. Chaque atome de zinc est entouré de quatre atomes d'oxygène, et vice versa. Cependant, l'atome de zinc n'est pas exactement situé au centre du tétraèdre formé par les atomes d'oxygène. Il est déplacé de $0,11 \text{ \AA}$ dans une direction parallèle à l'axe c. Ainsi, les molécules d'oxyde conservent une certaine individualité, contrairement à ce qui serait attendu dans un cristal purement ionique. Ce phénomène est attribué à l'homopolarité des liaisons Zn-O [12].

En se référant aux valeurs des rayons ioniques du cation et de l'anion mentionnées dans le tableau II.1, on peut constater que la structure du ZnO est relativement ouverte. En effet, les atomes de zinc et d'oxygène occupent seulement 40 % du volume du cristal [13], laissant ainsi des espaces vides d'un rayon de $0,95 \text{ \AA}$. Par conséquent, il est possible que dans certaines

conditions, des atomes de zinc en excès puissent occuper ces espaces, appelés positions interstitielles. Cette caractéristique explique certaines propriétés particulières de l'oxyde, telles que sa semi-conductivité, sa photoconductivité, sa luminescence, ainsi que ses propriétés catalytiques et chimiques en tant que matériau solide [14-15].

Tableau 0-1: Rayons atomiques et ioniques des atomes de zinc et d'oxygène dans ZnO.

Liaison covalente	Zn neutre : 1,31 Å	O neutre : 0,66 Å
Liaison ionique	Zn ²⁺ : 0,70 Å	O ²⁻ : 1,32 Å (Pauling) [79]
	Zn ²⁺ : 0,78 Å	O ²⁻ : 1,24 Å (Goldsmith)[80]
	Zn ²⁺ : 0,60 Å	O ²⁻ : 1,38 Å (Shannon) [81]

L'orientation des cristaux joue un rôle essentiel dans l'application potentielle des couches minces, ce qui rend crucial de la déterminer. Par exemple, pour exploiter pleinement l'effet piézoélectrique, il est nécessaire que les cristaux constituant la couche soient orientés selon l'axe (c) perpendiculaire à la surface du substrat [16].

En général, les couches minces de ZnO présentent une texture avec une préférence d'orientation le long de l'axe (c), bien que d'autres orientations aient également été observées, comme l'orientation le long de l'axe (a) [17]. De nombreux chercheurs se sont penchés sur ce sujet et ont étudié les paramètres déterminant l'orientation. Par exemple, Morinaga et al. [18] ont suggéré que l'orientation préférentielle des cristaux dans une couche mince est liée à la minimisation de l'énergie libre de surface de chaque plan cristallin, ce qui conduit à un développement des films visant à réduire leur énergie libre de surface. Selon cette théorie, les couches minces de ZnO ont tendance à se développer facilement le long de l'axe (c), car l'énergie de surface du plan (0002) est de 0,099 eV [19].

Effectivement, dans de nombreux travaux, quelle que soit la méthode de fabrication utilisée et en respectant des conditions expérimentales bien définies, l'orientation le long de l'axe (c) prédomine [20-21]. La structure cristalline et les propriétés physiques des couches minces de ZnO sont sensibles à la méthode et aux conditions de dépôt. Le tableau II.2 récapitule la

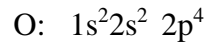
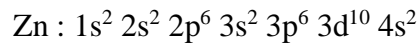
structure, la taille des grains et l'orientation préférentielle rapportées dans la littérature pour le ZnO déposé par différentes techniques de dépôt

Tableau I. 2 : Structure, taille des grains et orientation préférentielle des films minces de ZnO élaborés par différentes techniques.

Technique	Paramètres étudiés	Structure	D(nm)	(hkl)
Sol gel [79]	Variation de l'épaisseur	Hexagonal	2.7909 2.5899 2.4654	(100) (002) (101)
	Dopage avec Cd	Hexagonal	2.7909 2.5899 2.4654	(100) (002) (101)
Electronbeam evaporation [80]	Avant recuit	Amorphe		
	Recuit 250	Hexagonal	22.5	(002)
	350	hexagonal	23.8	(002)
	450	Hexagonal	25.3	(002)
	550	Hexagonal	26 .1	(002)
PLD [81]	Variation de la pression d'oxygène 0.02 -0.1 Pa	Wurtzite	31-26	(002)
CVD [82]	Si substrat Inp substrat	Wurtzite Wurtzite	18- 27	(002) et (112) (002)
RF magnétron sputtering [83]	Dopé avec F Recuit à différente température	Hexagonal wurtzite,	18-24	(002)
Spray pyrolyse [84]	Variation de la concentration 0.05M à 0.150M	wurtzite,	95 -115	(002),(101),(110), (100)

I.2.3.3. Structure électronique de bandes

On rappelle que les configurations électroniques de bande de l'oxygène et du zinc sont :



Les niveaux d'énergie 2p de l'oxygène forment la bande de valence, tandis que les niveaux d'énergie 4s du zinc constituent la bande de conduction. La figure I.4 illustre le schéma de la structure de bande du ZnO. En réalité, il existe six bandes Γ résultant des niveaux d'énergie 2p de l'oxygène, et les bandes de conduction les plus basses ont une forte contribution des niveaux d'énergie 4s du zinc.

La structure électronique des bandes indique que le ZnO est un semi-conducteur à gap direct [22]. Le minimum de la bande de conduction et le maximum de la bande de valence se trouvent tous les deux au point Γ de la zone de Brillouin. La largeur de la bande interdite est d'environ 3,3 eV. De plus, le ZnO présente une bande excitonique très large (environ 60 meV), la plus large parmi les composés de la famille II-VI [23]. Cela permet l'observation de l'effet excitonique même à température ambiante.

est plus difficile en raison de la compensation des dopants par les défauts natifs (Zn^{2+} et V^{2+}) [33]. Cependant, dans la pratique, on obtient principalement une conductivité de type n par dopage. Des taux de dopage élevés peuvent être atteints (de l'ordre de 10^{20} atomes/cm³), ce qui permet d'obtenir des résistivités très faibles (de l'ordre de 10^{-4} Ω.cm) [101]. Le ZnO de type n peut présenter une conductivité élevée ($> 5 \times 10^3$ Ω.cm)⁻¹ en raison des défauts intrinsèques, des dopants (Al, In, Ga, B, F) ou de leur combinaison [34].

La conductivité élevée des couches minces d'oxydes purs est attribuable à la présence d'une concentration élevée de porteurs (électrons) en raison de la déviation de la stœchiométrie ou des défauts de structure. Les mobilités des électrons dans les couches minces de ZnO se situent généralement autour de 20 à 30 cm²/V.s [34]. Cependant, la nature précise des défauts de structure dans la plupart des cas demeure incertaine.

I.3.3.5. Propriétés optiques

L'étude des propriétés optiques du ZnO revêt une grande importance en raison de son utilisation pratique en tant qu'électrode transparente dans les cellules solaires. Les propriétés optiques les plus couramment étudiées sont la transmittance, l'absorbance optique, le gap optique et quelques études sur la photoluminescence.

L'oxyde de zinc est un matériau transparent, avec un indice de réfraction égal à 2 dans sa forme massive [34]. Cependant, sous forme de couche mince, son indice de réfraction et son coefficient d'absorption varient en fonction des conditions de fabrication. L'amélioration de la stœchiométrie du ZnO entraîne une diminution du coefficient d'absorption et une augmentation de l'énergie de la bande interdite [35, 36]. Par ailleurs, Pawar et al. [37] ont observé que la transparence optique du ZnO dans les régions visibles et proche infrarouge du spectre solaire est le résultat de son large gap ($E_g=3.3$ eV), le seuil d'absorption fondamental du ZnO se situant dans l'ultraviolet. De plus, le ZnO très peu dopé peut être utilisé en tant que matériau luminescent. Le tableau I.3 présente les propriétés des couches de ZnO élaborées par différentes techniques.

Tableau I.3 : Propriétés des couches ZnO élaborées par différentes techniques.

Procédé	Matériau	Épaisseur (nm)	Taille des grains (nm)	Transmittance (%)	Gap E_g (eV)	Résistivité ($\Omega \cdot \text{cm}$)	Année
Spray pyrolyse	ZnO	290-310	31 - 60	91-95	3.242 - 3.272	5.63-1.47	2013 [106]
Spray ultrasonique	ZnO		29.71 - 33.28	80-85	3.168 - 3.250	6.579-7.547	2012 [107]
Spray ultrasonique	ZnO : Co		39,61 - 55,46	62-90	3.348 - 3.362	6.734 - 7.634	2012 [108]
Spray	ZnO : Mo	632-2290	22.13 - 39.20	82.5-63.6	3.216 - 3.277	1,0.4 - $5.24 \cdot 10^{-3}$	2013 [109]
Sol gel	ZnO Al	273-425	35-25	>83	3.26-3.29	$1.06 \cdot 10^{-7}$ - $4.42 \cdot 10^{-5}$	2012 [110]
PLD	ZnO Al	320-278	31-26	>80	3.53-3.61	$3.06 \cdot 10^{-4}$ - $3.72 \cdot 10^{-4}$	2011 [111]
RF Magnétron	ZnO In		14-29nm	>85	3.35-3.46	$2.4 \cdot 10^{-3}$	2009 [112]
Electronbeam évaporation	ZnO		22.5 - 26.1	10-95	3.26 - 3.29	$8.5 \cdot 10^{-5}$ - $500 \cdot 10^{-5}$	2011 [113]

I.3.3.6.Applications de ZnO

L'oxyde de zinc offre une grande diversité d'applications dans divers secteurs. Historiquement, il a trouvé des utilisations importantes dans l'industrie chimique et pharmaceutique. Cependant, récemment, de nouvelles perspectives de recherche se sont ouvertes dans les domaines de l'optoélectronique et de l'électronique de spin, suscitant un intérêt considérable pour ce matériau. En réalité, l'oxyde de zinc peut être considéré comme l'un des rares matériaux multifonctionnels disponibles aujourd'hui, grâce à sa combinaison unique de propriétés. Ces propriétés chimiques, optiques, électriques et magnétiques en font un matériau polyvalent et prometteur pour de nombreuses applications.

I.3.3.7.Application au photopile solaire

Des progrès significatifs ont été réalisés ces dernières années dans le domaine des cellules solaires à base de couches minces de ZnO. Une étude récente a démontré que l'utilisation du ZnO en tant que couche de surface, dans certaines conditions, peut améliorer l'efficacité de la cellule solaire. Les chercheurs ont constaté que la méthode de fabrication du ZnO peut influencer la rugosité de sa surface. La rugosité joue un rôle crucial dans la réalisation des cellules solaires, car une surface plus rugueuse permet une meilleure diffusion de la lumière dans le matériau.

Dans une cellule photovoltaïque, une couche mince de ZnO est utilisée pour le transport des électrons vers l'électrode, facilitant ainsi la collecte et la transmission du courant électrique. Cela permet d'éviter les fuites de courant entre la couche d'absorption de la lumière et le contact de la cellule. La structure de base d'une cellule solaire est illustrée dans la figure I.5, où l'on peut observer la présence de la couche de ZnO dans le dispositif.

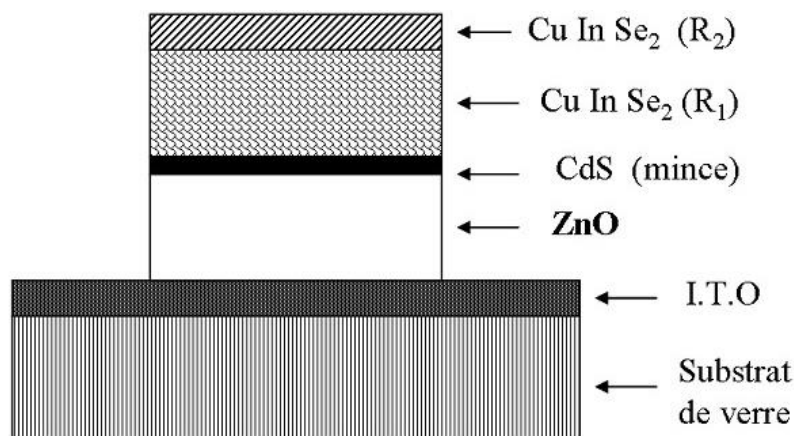


Figure I.5 : La structure de base d'une cellule solaire [38].

L'introduction du ZnO dans les photopiles, par rapport aux photopiles de type CdS ou ZnS/CuInSe₂, présente l'avantage d'élargir la fenêtre de capture. Cette extension de la gamme de longueurs d'ondes captées permet d'augmenter le courant de court-circuit de la cellule solaire. En effet, le ZnO transmet les photons ayant des longueurs d'ondes comprises entre 380 nm et 520 nm jusqu'au matériau CuInSe₂, tandis que ces photons seraient normalement absorbés dans les couches minces de CdS ou ZnS. De plus, le ZnO contribue à réduire les pertes dues à la réflexion des photons au-delà du spectre visible

I.3.3.8. Autres applications

Les couches minces de ZnO ont démontré d'excellentes propriétés piézoélectriques, ce qui les rend utilisables dans des dispositifs tels que les ondes acoustiques de surface (SAW), les capteurs et les micro-capteurs à couplage thermomécanique. Ces propriétés sont attribuées à leur coefficient élevé de couplage électromécanique [38].

Le ZnO trouve également une utilisation croissante dans divers domaines d'application tels que les transducteurs piézo-électriques, les guides d'ondes optiques, les médias acousto-optiques, les capteurs de gaz et les varistances.

Le ZnO présente d'autres propriétés intéressantes pour les applications technologiques, notamment sa capacité d'absorption en surface. En effet, sa conductivité électrique peut être modulée par la nature et la quantité de substances chimiques absorbées à sa surface, ce qui en fait un candidat prometteur pour des applications en tant que capteur d'humidité [39] ou chimique [40]. Des recherches menées par Nanto et al. [41] ont démontré que les couches minces de ZnO dopées à l'aluminium présentent une sensibilité élevée et une excellente sélectivité pour les gaz aminés tels que la diméthylamine et la triéthylamine.

Plus récemment, des transistors basés sur l'oxyde de zinc ont été développés, ouvrant ainsi la voie à la conception de dispositifs microélectroniques transparents et capables de fonctionner à des températures élevées. Ces avancées sont illustrées dans la Figure I.6.



Figure I.6: Transistor à base d'oxyde de zinc [42].

Les propriétés physiques du ZnO, telles que sa large bande interdite et son importante énergie de liaison (60 meV), en font un candidat idéal pour la fabrication de diodes électroluminescentes émettant dans l'ultraviolet, même à température ambiante.

Une particularité du ZnO est qu'il absorbe le rayonnement ultraviolet tout en restant transparent à la lumière visible, ce qui en fait un matériau adapté pour les couches de protection anti-UV. D'autres études ont révélé que les couches minces de ZnO présentent des propriétés électrochromes [43], ce qui les rend utilisables dans la fabrication de fenêtres intelligentes capables de moduler la transmission de la lumière en fonction du rayonnement incident. Chen et al. [44] ont démontré la possibilité d'obtenir une émission optique laser à partir de couches minces de ZnO réalisées par jets moléculaires assistés par plasma, ouvrant ainsi des perspectives dans le domaine des dispositifs photoniques.

Un autre domaine prometteur d'application de l'oxyde de zinc est son alliage avec des atomes magnétiques tels que le manganèse, le cobalt ou le nickel, permettant la création de semi-conducteurs magnétiques dilués. Ces matériaux combinent les propriétés des semi-conducteurs avec le spin des électrons, offrant ainsi de nouvelles fonctionnalités [45].

Il a été récemment démontré que les nanostructures à base de ZnO sont d'excellents émetteurs de lumière ultraviolette, conservant leurs propriétés quantiques même à température ambiante [46].

Le ZnO est également utilisé en tant que photocatalyseur dans le traitement de l'eau, de l'air et la désodorisation, ainsi que comme agent antibactérien. Il trouve également des applications dans le domaine médical pour lutter contre les cellules infectées. De plus, il est utilisé dans la décoloration d'effluents aqueux colorés dans les industries textiles, l'élimination des odeurs et les revêtements auto-nettoyants de surfaces telles que le verre, les métaux, les bétons.

I.4. Techniques d'élaboration des couches minces

En fonction du matériau de source utilisé (solide, gaz, liquide) pour le dépôt de couches minces et de la méthode de transport vers le substrat, on peut classer les méthodes d'élaboration de couches minces en deux catégories principales (voir la figure I-7) : les méthodes physiques, telles que la pulvérisation ou l'évaporation, et les méthodes chimiques, telles que la décomposition en phase vapeur ou CVD (Chemical Vapor Deposition).

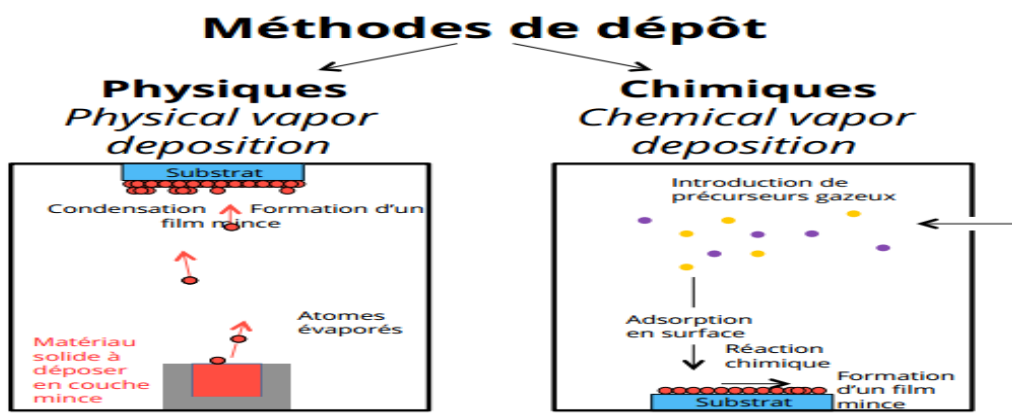


Figure I.7: Exemples de la méthode de dépôt physique et chimique [47].

L'un des procédés physiques, comprenant des techniques telles que l'ablation laser [39], l'épitaxie par faisceau moléculaire [40] et la pulvérisation magnétron [41, 42], correspond au dépôt physique en phase vapeur. D'autre part, les techniques de dépôt chimique englobent à la fois le dépôt en phase gazeuse et le dépôt en phase liquide (voir la Figure I.9). Le dépôt chimique en phase vapeur (CVD) et l'épitaxie en couche atomique (ALE) [43] sont des méthodes utilisées en phase gazeuse, tandis que la pyrolyse par pulvérisation [44, 45], le sol-gel [46], l'électrodéposition [47], le dépôt en bain chimique (CBD) [48], l'épitaxie en phase liquide (LPE) [49], le spin-coating [50] et le dip-coating [51] sont des techniques utilisées en phase liquide

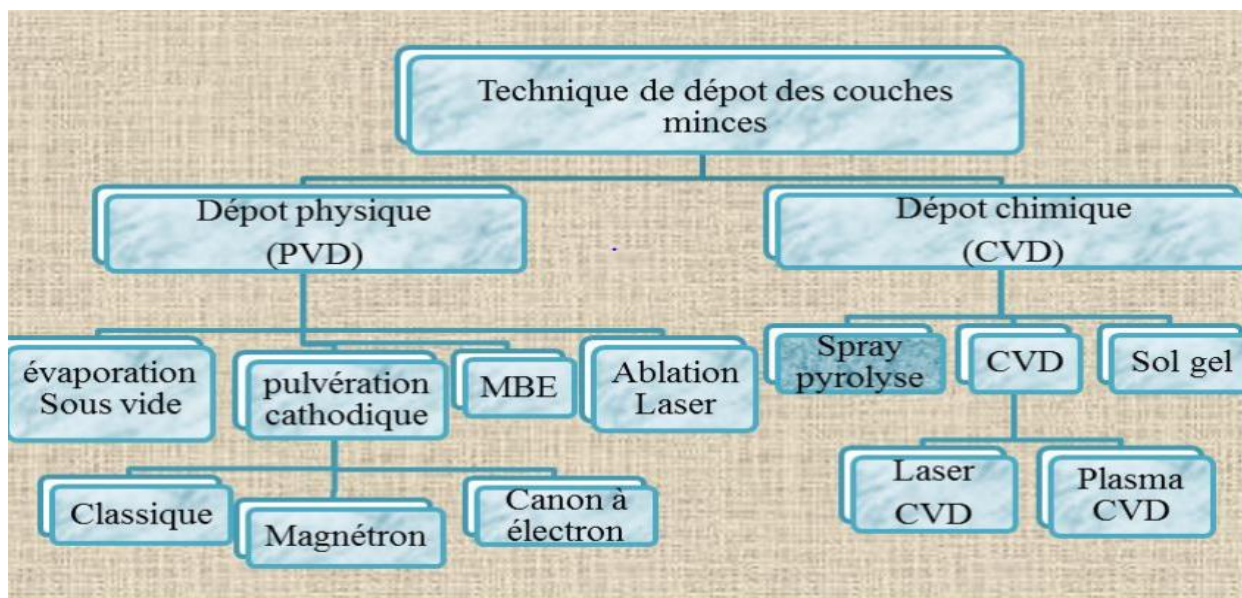


Figure I.8: Schéma de principe du dépôt de couches minces [52]

I.4.1. Méthodes de dépôt de couches minces

I.4.1.1. Dépôt physique en phase vapeur (PVD)

Les techniques de dépôt physique en phase vapeur (PVD), illustrées dans la Figure I.9, sont des procédés de dépôt qui consistent à volatiliser les atomes ou les molécules d'un matériau à partir d'une source solide ou liquide. Ces particules volatilisées sont ensuite transportées sous forme de vapeur à travers un environnement gazeux à basse pression ou un vide, puis finalement condensées sur un substrat. Les méthodes PVD permettent le dépôt de films contenant des matériaux élémentaires, alliés, composés, ainsi que certains matériaux polymères.

Les procédés PVD sont classés comme suit :

1. Dans ce procédé d'évaporation sous vide, le matériau issu d'une source de vaporisation thermique parvient au substrat sans entrer en contact avec les molécules de gaz présentes dans l'espace entre la source et le substrat lors de la vaporisation sous vide.

2. La pulvérisation : Ce procédé implique l'utilisation d'une surface, appelée cible, exposée à une pulvérisation physique qui sert de source de matière évaporée. Le dépôt par pulvérisation peut ensuite être classé en pulvérisation à haute pression ou à basse pression, selon les propriétés du film obtenu.

3. Évaporation par arc : Ce procédé fait appel à un arc électrique à basse tension et à courant élevé dans un gaz à basse pression pour éroder la cathode solide ou fondre et évaporer l'anode.

4. Placage ionique : Le placage ionique est une méthode visant à altérer et à contrôler la composition ainsi que les propriétés d'une couche de dépôt en la bombardant avec des particules atomiques énergétiques de manière continue ou périodique. Dans cette technique, la source de matériau pour le dépôt peut être obtenue par évaporation sous vide ou par vaporisation à l'arc.

5. Dépôt assisté par faisceau d'ions (IBAD) : Cette méthode consiste à soumettre la couche de dépôt à un bombardement d'ions stables ou réactifs afin de modifier ses caractéristiques. L'utilisation d'ions réactifs permet également de favoriser des réactions chimiques.

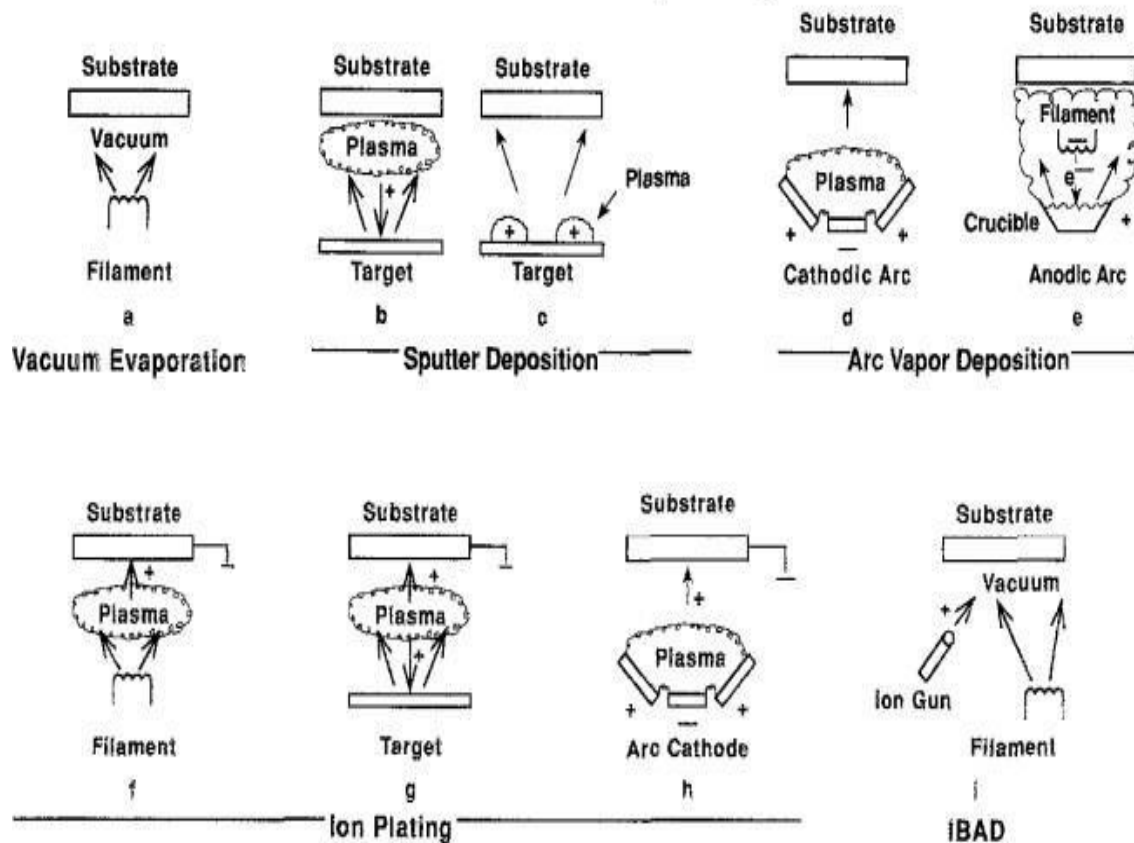


Figure 1.9: Vues schématiques de la technique de traitement PVD [53].

I.4.1.2. Dépôt chimique en phase vapeur (CVD)

I.4.1.2.1. Un aperçu du dépôt chimique en phase vapeur

Le dépôt chimique en phase vapeur (CVD) est un processus utilisé pour déposer un matériau solide sur une surface chauffée grâce à une réaction chimique en phase vapeur. Cette technique implique le transfert de vapeur atomique, composée d'atomes, de molécules ou d'une combinaison des deux, pour former la couche de dépôt. En plus du CVD, il existe d'autres méthodes de dépôt telles que l'évaporation, la pulvérisation, l'épithaxie par jet moléculaire et le placage ionique, qui font partie des techniques de dépôt physique en phase vapeur (PVD).

Le CVD est largement utilisé dans l'industrie des semi-conducteurs et constitue un outil essentiel. La compréhension de la théorie de la couche limite (BLT), qui décrit le mécanisme du CVD, est cruciale pour les ingénieurs en semi-conducteurs afin d'optimiser les processus complexes. Cette compréhension est particulièrement importante lors de l'exploration de nouvelles méthodes CVD telles que le dépôt épithaxial, à moyenne température, à basse température et amélioré par plasma .

Le CVD, sous ses différentes formes, joue un rôle essentiel dans le dépôt de couches minces. Les éléments constitutifs du film à déposer sont introduits dans une chambre de réaction sous forme de vapeur ou de gaz. Dans de nombreux cas, les précurseurs sont des liquides ou des solides qui doivent être chauffés à basse pression pour générer suffisamment de vapeur et permettre des taux de dépôt appropriés. Certains précurseurs peuvent être instables et se décomposer dans ces conditions spécifiques. De plus, de nombreux précurseurs CVD sont coûteux et le dépôt de revêtements composés nécessite souvent des systèmes complexes pour gérer les différents précurseurs élémentaires.

La Figure I.10 illustre un système CVD détaillé où des gaz réactifs, tels que le CH_3SiCl_3 et le H_2 , connus sous le nom de gaz précurseurs, sont injectés dans une chambre de réaction maintenue à une température prédéfinie. Ces gaz réagissent et forment une couche solide de SiC à la surface du substrat chauffé. Dans la plupart des cas, un gaz inerte, comme l'azote, est utilisé comme gaz diluant. La température et la pression de dépôt jouent un rôle critique dans ce processus. Les gaz d'échappement contenant du HCl sont collectés, condensés puis éliminés de manière appropriée.

I.4.1.2.2. Définition des MCV

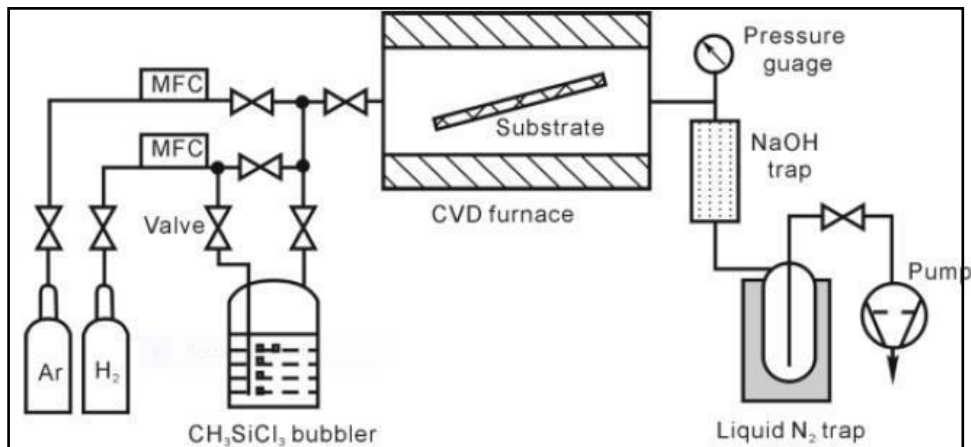


Figure I.10: Schéma d'un procédé CVD : agencement d'un système CVD[53].

Le CVD regroupe différentes techniques qui consistent à former une couche mince par réaction chimique et à déposer un matériau solide sur des substrats.

(Figure I.11) Spear [54] propose un modèle qui décrit les différentes phases physiques et chimiques qui se produisent lors d'un processus de CVD. Ces phases sont les suivantes :

1. Transport des espèces gazeuses réactives vers le substrat.
2. Diffusion des espèces réactives à la surface du substrat à travers la couche limite ou réactions chimiques homogènes pour former des intermédiaires.

3. Adsorption des espèces réactives ou des intermédiaires à la surface du substrat.
4. Migration de surface impliquant une réaction hétérogène, l'intégration d'atomes de revêtement dans la surface en croissance et la formation d'espèces sous-produits.
5. Désorption des espèces sous-produits de la surface réactive.
6. Diffusion des espèces sous-produits dans le gaz environnant.
7. Élimination des espèces sous-produits gazeux du substrat (échappement).

Ces étapes successives décrivent le processus complexe du CVD et contribuent à la formation d'une couche mince désirée sur le substrat.

Haute qualité. De plus, cette méthode polyvalente permet la préparation de films multicouches.

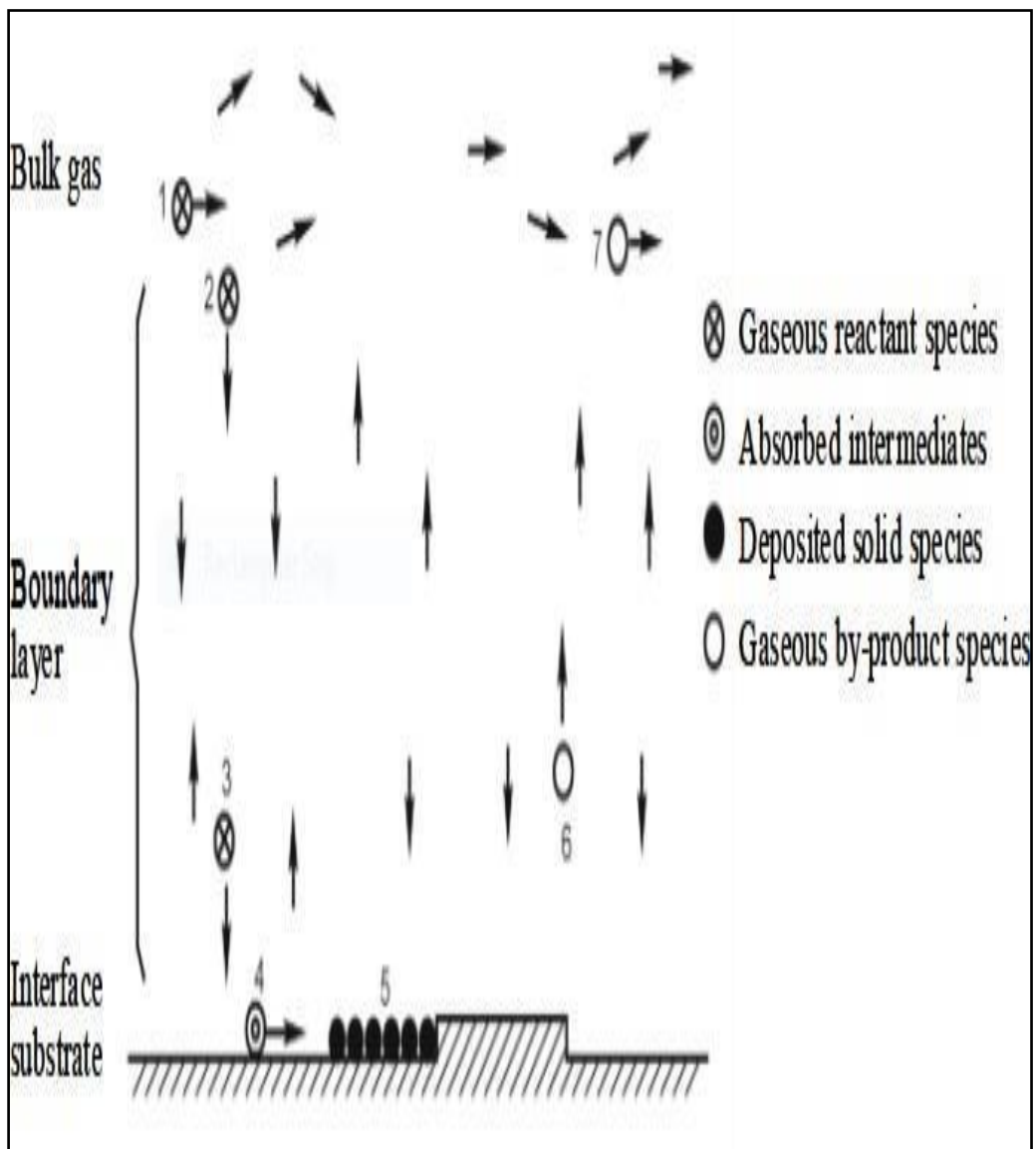


Figure I.11 : Schéma d'un procédé CVD : un modèle CVD [55].

Les techniques de dépôt physique en phase vapeur (PVD) (voir la figure I-11) sont utilisées lorsque le matériau à déposer est solide et qu'il est transporté vers le substrat par évaporation. Ces méthodes comprennent l'évaporation thermique, le canon à électrons, l'ablation laser et la pulvérisation par ions positifs.

D'un autre côté, les techniques de dépôt chimique en phase vapeur (CVD) (voir la figure I-10) sont utilisées lorsque le matériau de base est évaporé sous forme de gaz ou de solide par voie chimique. Certaines de ces méthodes comprennent l'épitaxie en couches atomiques (Atomic Layer Epitaxy), la spray pyrolyse, le sol-gel, le spin-coating et le dip-coating.

Ces deux types de méthodes de dépôt en phase vapeur, PVD et CVD, offrent des approches distinctes pour le dépôt de couches minces sur des substrats, en fonction des caractéristiques du matériau et des objectifs spécifiques de fabrication. [55]

I.4.2. Spray Pyrolyse

I.4.2.1. Principe

La technique de dépôt par spray pyrolyse est une méthode de dépôt chimique qui fait partie des méthodes illustrées dans la figure I-12. Elle est appréciée pour sa simplicité d'utilisation et son efficacité relative en termes de qualité des couches par rapport au coût de l'équipement. Cette technique permet de produire un grand nombre d'échantillons dans une seule synthèse.

Le procédé de spray pyrolyse est utilisé pour fabriquer des couches minces ou épaisses, qu'elles soient denses, poreuses ou multicouches, et il peut même être employé pour produire des poudres. Une particularité remarquable de cette technique par rapport à d'autres méthodes de dépôt de films est sa simplicité, qui ne requiert pas de substrats ou de produits chimiques.

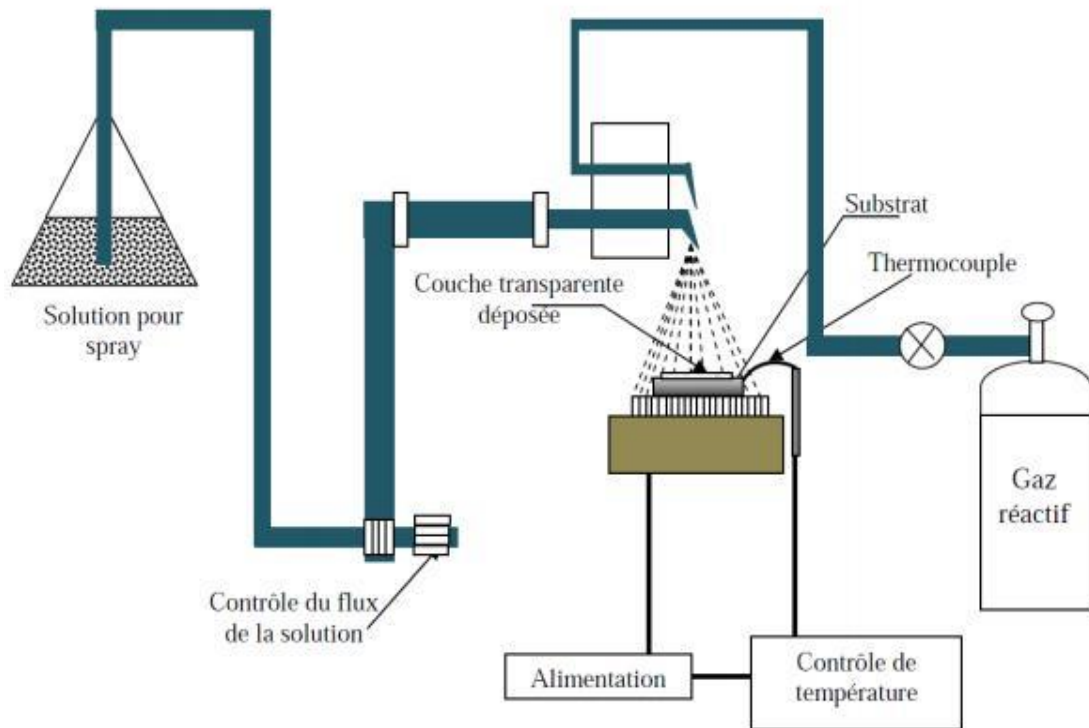


Figure I.12: Schéma de principe du système de spray pyrolyse [56].

L'équipement utilisé pour la pyrolyse par spray comprend généralement plusieurs composants essentiels. Il comprend un atomiseur, qui est chargé de disperser la solution précurseur sous forme de fines gouttelettes. Ensuite, on trouve la solution précurseur elle-même, qui contient les éléments nécessaires à la formation de la couche ou du matériau désiré. Un réchauffeur de substrat est également présent pour chauffer la surface sur laquelle les gouttelettes seront déposées. Enfin, un contrôleur de température est utilisé pour réguler et maintenir une température spécifique pendant le processus de pyrolyse.

Différentes méthodes d'atomisation peuvent être employées dans la pyrolyse par spray. Le souffle d'air consiste à exposer le liquide à un jet d'air, ce qui provoque la fragmentation des gouttelettes. Les ultrasons sont également utilisés pour générer des ondes ultrasonores à des fréquences spécifiques, permettant une atomisation précise des gouttelettes. De plus, les atomiseurs électrostatiques exploitent un champ électrique élevé pour disperser le liquide en fines particules.

Ces différentes techniques d'atomisation sont fréquemment employées dans la pyrolyse par spray, offrant des options variées pour le processus de dépôt de couches minces ou d'autres matériaux. [57]

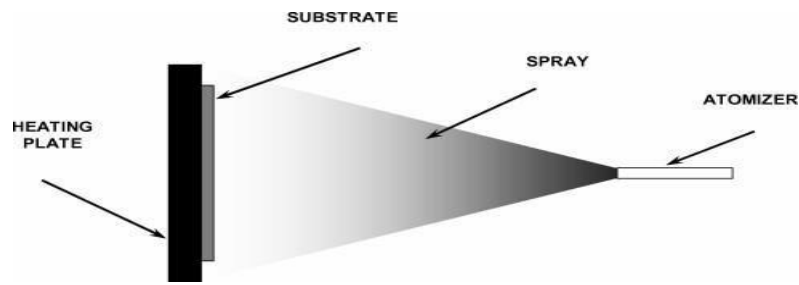


Figure I.13: Schéma de principe d'un équipement de spray pyrolyse [53].

I.4.2.2. Schéma de pyrolyse et dépôt de couches minces

Les paramètres expérimentaux de la technique de pyrolyse par spray, tels que la formulation de la solution précurseur, la décomposition du précurseur, l'atomisation et le transport des aérosols, jouent un rôle crucial dans la détermination des caractéristiques structurales, compositionnelles, topologiques de surface, électriques et optiques des couches minces. Ces facteurs expérimentaux sont essentiels pour évaluer et maîtriser les propriétés des films déposés. Dans la section suivante, nous examinerons en détail plusieurs de ces aspects afin de les approfondir et de les étudier plus en profondeur.

I.4.2.3. Facteurs influençant la création de couches minces à l'aide de la méthode de spray pyrolyse

Deux variables qui ont un impact sur le processus de formation du film sont la fragmentation de la solution en petites gouttelettes, ce qui dépend de la configuration de la buse de pulvérisation, et la pression du gaz porteur. La température du substrat, l'évaporation du solvant, la taille des gouttelettes, le gaz porteur, le débit de pulvérisation dans l'environnement ambiant et le temps de refroidissement après le dépôt jouent tous un rôle significatif dans les caractéristiques des films obtenus.

Quant à l'épaisseur du film, elle est directement liée à la concentration de la solution, à la distance entre le substrat et la buse de pulvérisation, ainsi qu'à la température du substrat [58].

I.4.2.4. Mérite de la technique de pyrolyse par spray

La pyrolyse par pulvérisation offre une approche simple pour déposer des films contenant pratiquement tous les composants et dans n'importe quelle proportion en les ajoutant simplement à la solution de pulvérisation. Comparée à l'approche traditionnelle du dépôt chimique en phase vapeur (CVD), la pyrolyse par pulvérisation présente plusieurs avantages pour les applications industrielles. Elle ne nécessite pas de cibles ou de substrats de haute qualité, ni de vide à aucun moment, ce qui est considéré comme un avantage significatif. De plus, l'épaisseur des films et la vitesse de dépôt peuvent être facilement contrôlées en ajustant les paramètres de pulvérisation, éliminant ainsi les limitations inhérentes aux méthodes chimiques telles que le sol-gel, qui produisent des films d'épaisseur limitée. La pyrolyse par pulvérisation fonctionne à des températures modérées allant de 200°C à 600°C, évitant ainsi toute surchauffe pouvant endommager les matériaux à déposer. De plus, il n'y a pratiquement aucune limitation quant au choix du matériau du substrat, à sa taille ou à son profil de surface [59].

I.4.2.5. Spray pyrolyse Solaire

La méthode de spray pyrolyse est largement reconnue comme l'une des approches les plus performantes et simples pour le dépôt de films minces. Elle fait appel principalement à deux types de dispositifs : le four électrique, couramment utilisé à l'échelle mondiale, et le four solaire [60].

I.4.2.6. Four solaire

La méthode de spray pyrolyse utilisant un four solaire se différencie de la méthode traditionnelle par sa méthode de chauffage. Dans cette approche, la chaleur est générée en concentrant les rayons solaires sur le porte-substrat, atteignant ainsi la température requise pour l'expérience. Parallèlement, le PDC (Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition) est utilisé comme un four conventionnel plutôt que comme un four à chauffage électronique.

I.5. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons exposé les diverses caractéristiques structurales, électroniques, électriques et optiques des films minces de ZnO. De plus, nous avons examiné les techniques de dépôt de films minces, en accordant une attention particulière au principe du dépôt solaire par spray pyrolyse. Dans le prochain chapitre, nous explorerons plus en détail la mise en place d'un nouveau système de spray pyrolyse qui servira de support d'équipement pour notre laboratoire de recherche.

Chapitre II :

**REALISATION DU MONTAGE DE
SYSTEME DE SPRAY PYROLYSE**

II.1. Etudes et réalisation du montage

Le but de ce travail était de concevoir un pulvérisateur destiné à servir de support d'équipement pour le laboratoire de recherche. Pour réaliser cet appareil, nous avons commencé par établir les dessins de définition, puis nous avons réalisé le dessin d'ensemble.

Au cours de la réalisation, le choix des matériaux composant l'appareil a été ajusté en fonction des caractéristiques de chaque élément. Ensuite, nous avons procédé à l'usinage des différentes pièces constituant l'évaporateur sous vide.

Nous avons réalisé les pièces suivantes :

- Table
- substrat
- Support mobile pour le tube de pulvérisation
- boîte de résistance
- Support interne
- Fenêtre de projet

II.1.1.Table :

Le support est constitué d'un tube carré soudé par arc électronique et se compose de deux étages distincts. Le premier étage est utilisé pour positionner le cric et soulever le support interne, tandis que le deuxième étage est réservé à l'emplacement de la résistance.



Figure II.1 :Table

II.1.2. Substrat

Le port échantillon est fabriqué par le fer qui port paire de pence. Son rôlea fixé la lame pour la répartition du produit égale sur le long de la lame. L'échantillon est étiré

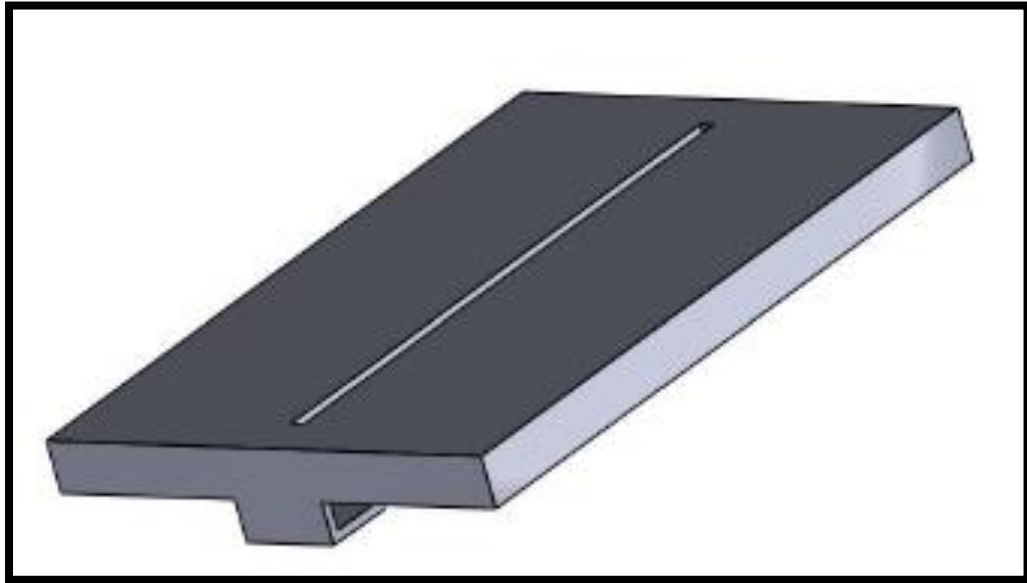


Figure II. :3 porte-échantillon

II.1.3. Support mobile pour le tube de pulvérisation

Le support du tube de pulvérisation se déplace de gauche à droite jusqu'à 10 secondes

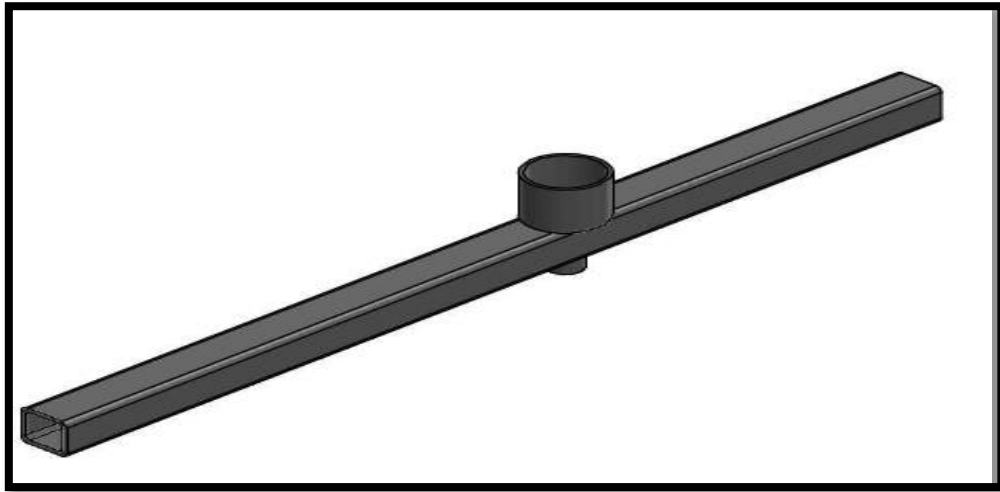


Figure II.5 : Support mobile

II.1.4.Boîte de résistance

Le chauffage à convection surélevé, il s'agit d'une résistance enrobée sur tous les côtés avec du fer résistant aux températures élevées afin de permettre la température de 400 ou plus requise par la recherche. Chauffer l'échantillon pour le ramollir



Figure II.7 : boîte de résistance

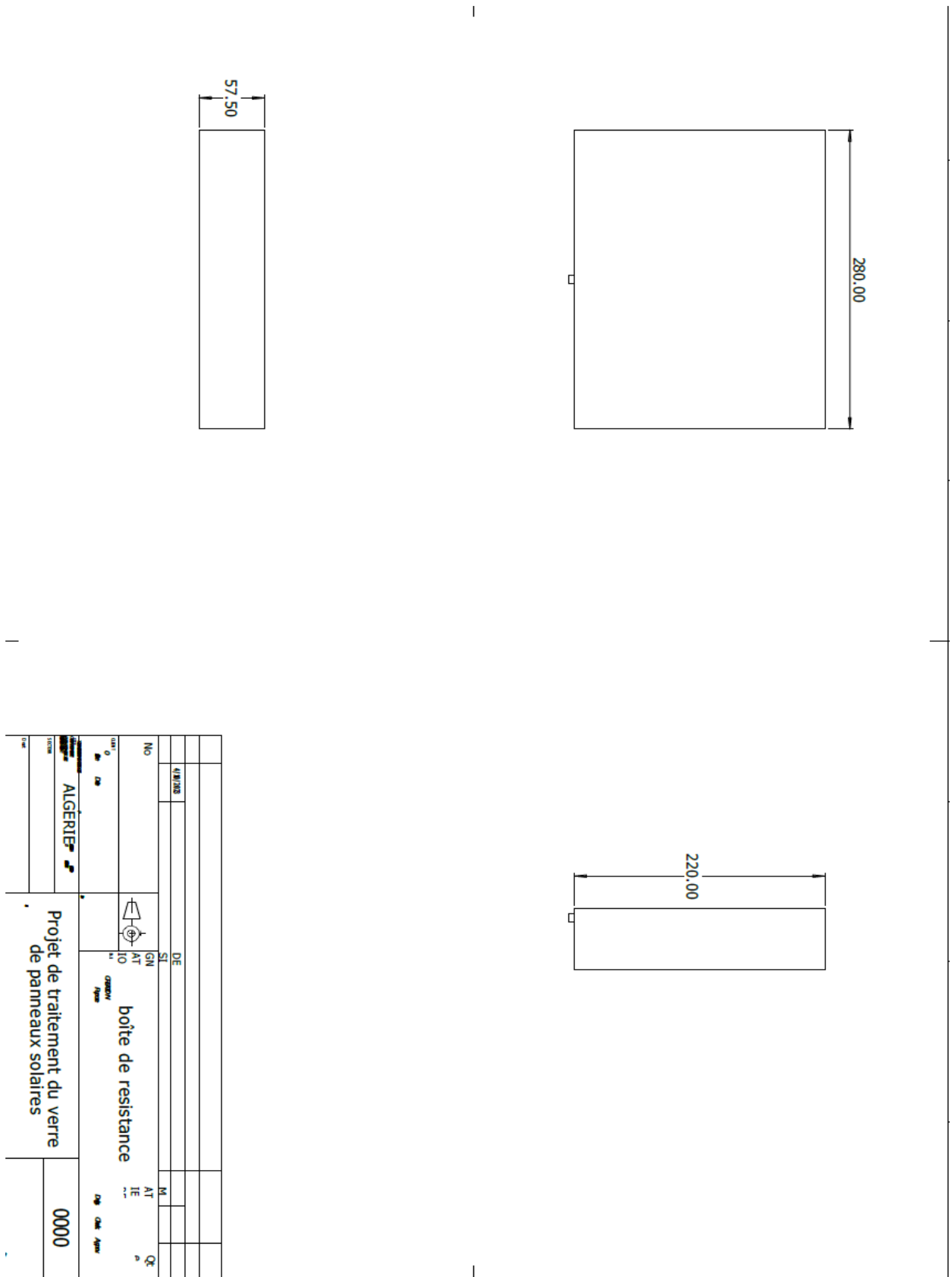


Figure II.8 :Dessin définition de chauffage à convection surélevé

II.1.5. Support interne

Le support interne il se compose d'une base inférieure et d'un support au-dessus qui se déplace du haut vers le bas par la cric qui est sous la base inférieure pour contrôler le degré de pulvérisation du produit dirigé vers la lame. Le dessus porte le bâton qui contrôle la pulvérisation du produit le long de la lame

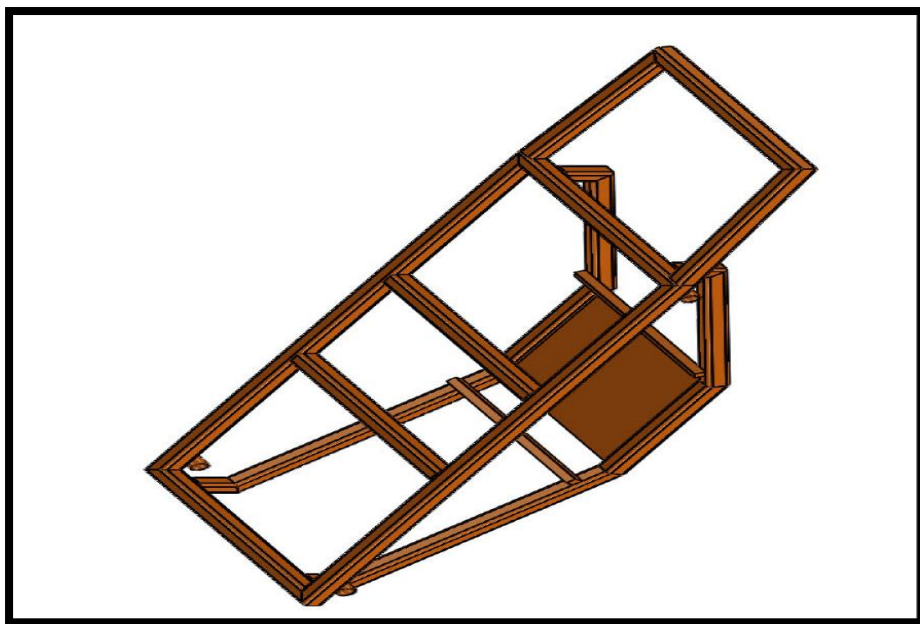


Figure II.9 :Support interne

II.1.6.Fenêtre de projet

Une porte nous protège des effets chimiques lors de la pulvérisation de l'échantillon et pour éviter les risques chimiques.

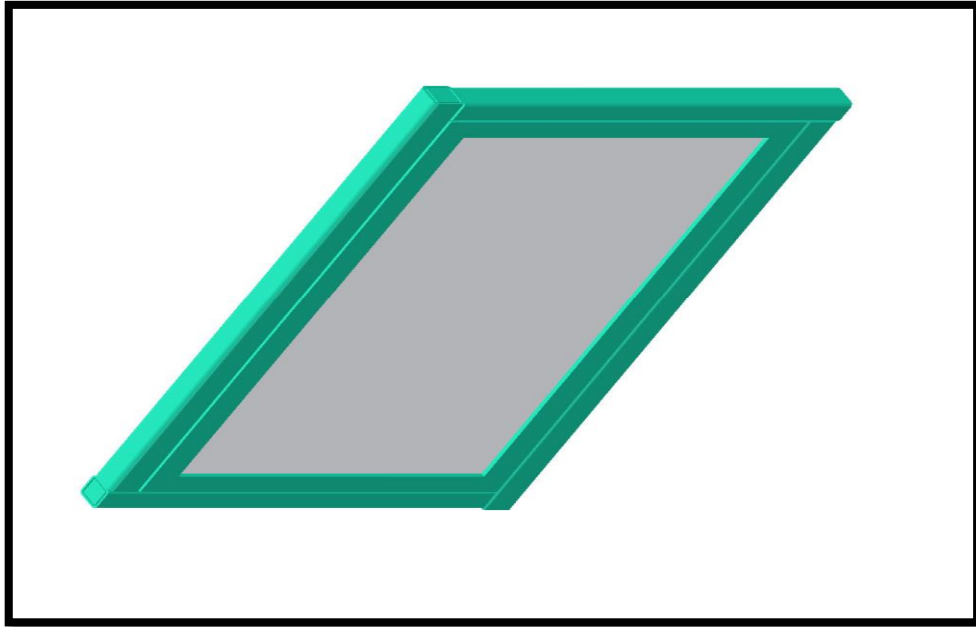


Figure II.11 : porte

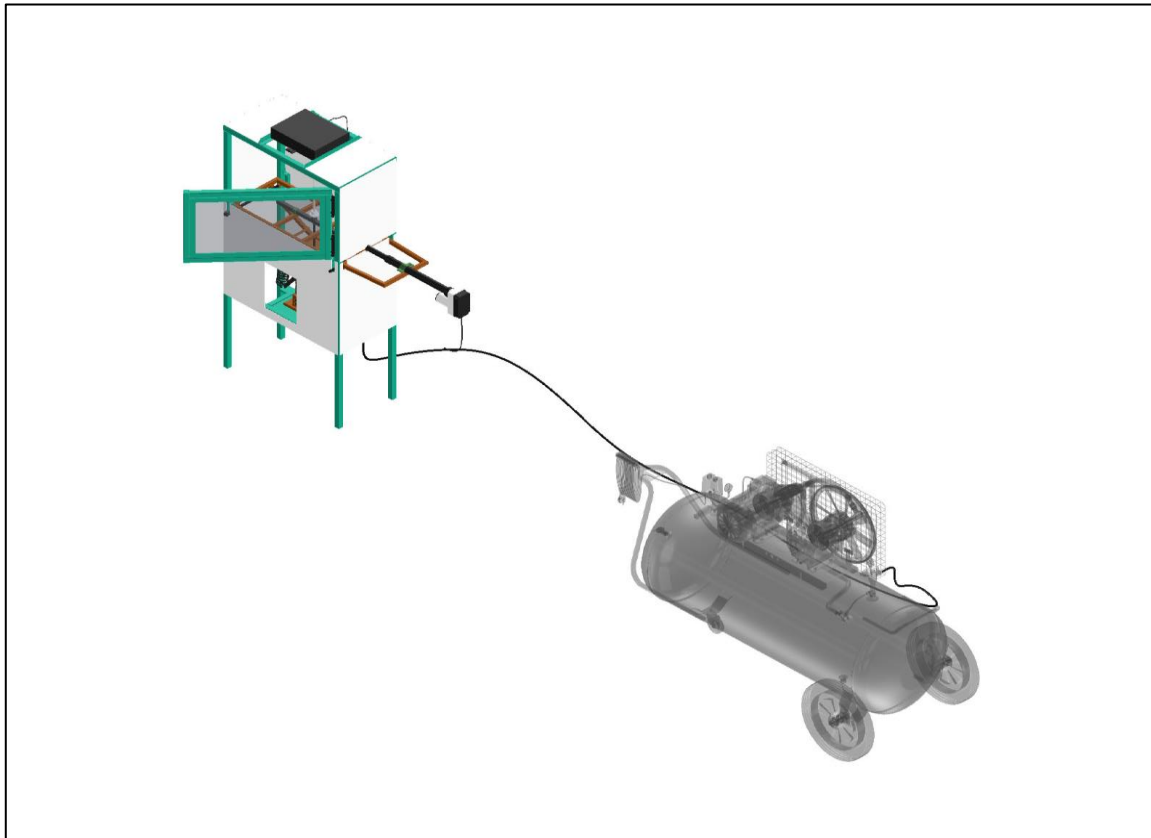


Figure II.13 : Montage complet de spray pyrolyse

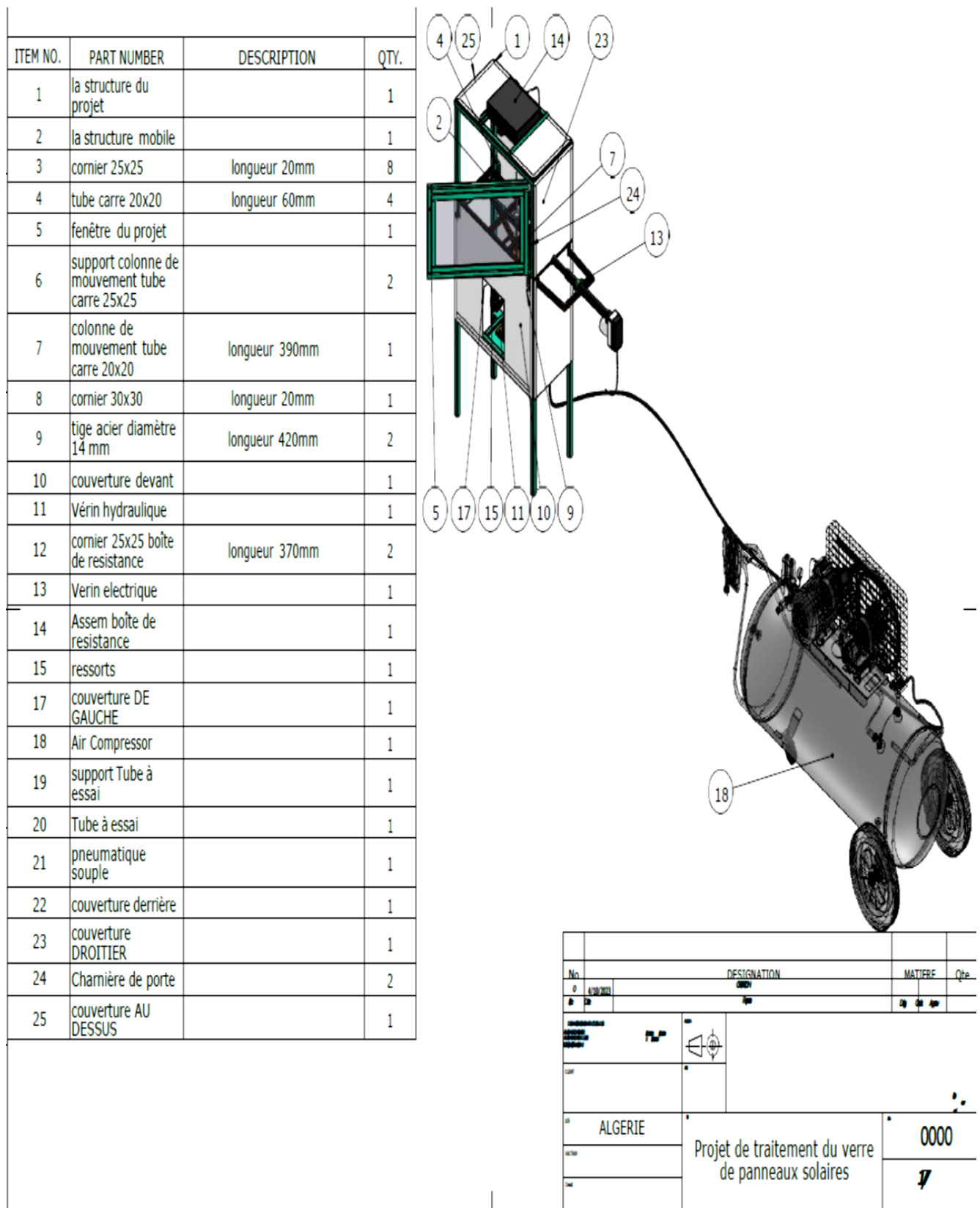


Figure II.14. Montage complet de spray pyrolyse.

II.2. Mise en marche de l'évaporateur :

Pour la mise en marche de l'appareil, on a procédé de la manière suivante :

La procédure de dépôt vient tout de suite après la préparation des substrats et des solutions et se présente en plusieurs étapes :

On place le porte substrat au-dessus d'un port substrat au foyer du four solaire. Pour éviter le choc thermique des substrats le porte substrat est chauffé progressivement de la température ambiante progressivement jusqu'à la température choisie pour les dépôts. Lorsque le chauffage est réalisé, on fixe le débit de la solution l'amplitude de l'on des on ore et le type de pulsation (dans notre travail nous avons utilisé des pulsations continues). Des gouttelettes très fines sont pulvérisées sur le substrat chauffé qui provoque, par pyrolyse, l'activation de la réaction chimique entre les composés, le dissolvants' évapore en raison de la réaction en do thermique des deux composés formant la couche mince. En fin du processus de dépôt, on arrête le chauffage par cocher les échantillons et on laisse les substrats se refroidir au-dessus du porte substrat jus qu'à la température ambiante, afin d'éviter les chocs thermiques qui risquent de casser les verres, en suite on récupère nos échantillons.

II. 3. Conclusion

Le pulvérisateur spray pyrolyse réalisé est simple mais de conception très originale et il se distingue par sa mobilité (faible poids), sa flexibilité (choix de calibrage) et la possibilité de chauffage de substrat.

Chapitre III :

**Techniques d'élaboration et
caractérisation des couches
minces (ZnO)**

III.1. Introduction :

Dans ce chapitre, nous exposons de manière détaillée les aspects expérimentaux liés au dépôt de ZnO, ce qui comprend une description approfondie de l'équipement et des procédures de dépôt employées. Par la suite, nous détaillons la préparation des solutions de substrat et de précurseur. Pour l'analyse et la détermination des propriétés structurales, optiques et électriques des couches minces de ZnO, nous utilisons diverses techniques de caractérisation telles que la diffraction des rayons X (DRX), la technique à quatre points et la spectroscopie UV-visible.

III.2. Techniques d'élaboration de films minces (ZnO) :

III.2.1. Montage expérimental utilisé :

La structure a été construite au sein du laboratoire de génie mécanique 22 de l'Université d'El Oued. Elle est constituée d'éléments simples. Nous avons apporté des modifications à cette structure afin de mettre en œuvre une méthode novatrice pour le dépôt d'un film mince d'oxyde de zinc (ZnO).

Le concentrateur solaire est constitué des éléments suivants :

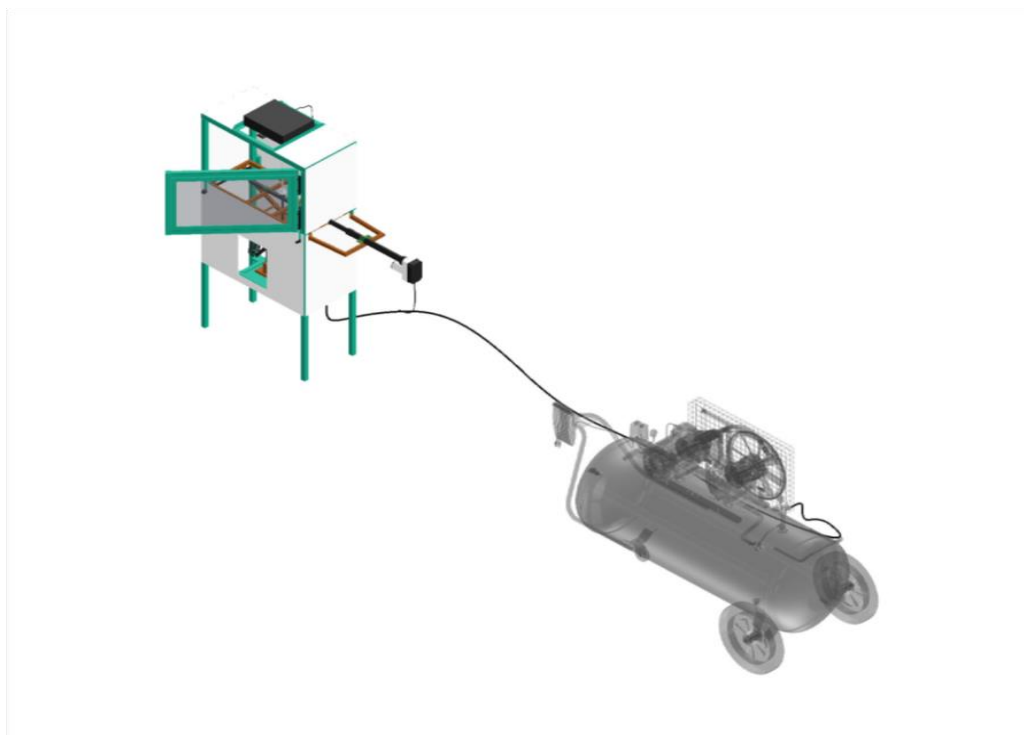


Figure III. 1 : schéma de l'appareil Spray pyrolyse .

III.2.2. Sélection et préparation du support et substrats

La qualité des dépôts et des échantillons dépend étroitement de la propreté et de l'état du support. Par conséquent, le processus de nettoyage revêt une importance capitale. Il est essentiel d'éliminer toute trace de graisse et de poussière, et de procéder à une inspection visuelle de la surface du substrat afin de détecter les rayures ou les irrégularités. Ces conditions sont nécessaires pour assurer une bonne adhésion du dépôt au substrat et une homogénéité de l'épaisseur.

Dans notre étude, nous utilisons des substrats en verre de type CITOPLUS-REF-0302-0004, comme illustré dans la Figure III.2. Avant le dépôt, ces substrats ont été soigneusement nettoyés pour garantir une adhérence optimale de la couche. Le processus de nettoyage est réalisé en plusieurs étapes :

Les substrats sont d'abord lavés dans un bain acide pendant 5 minutes.

Ensuite, ils sont rincés à l'eau distillée, puis immergés dans de l'acétone pendant 15 minutes.

Après cela, un dernier rinçage à l'eau distillée est effectué.

Enfin, les substrats en verre sont séchés soigneusement.

Ces étapes de nettoyage rigoureuses assurent la préparation adéquate des substrats avant le dépôt, favorisant ainsi une adhésion solide de la couche et une épaisseur uniforme.



Figure III. 2 : Le type de substrat utilisé.

III.2.3. Préparation des solutions

Dans notre étude, nous avons utilisé l'oxyde de zinc ($Zn+H_2O$) comme matériau source de ZnO. Nous l'avons dissous dans de l'eau distillée, en utilisant des volumes de 5, 10 et 15 ml pour les dépôts, avec une concentration de 0,1 mol/litre. Pour examiner l'effet du volume de précurseur, nous avons préparé trois solutions avec des volumes variables (5, 10 et 15 ml). Les conditions expérimentales utilisées pour élaborer ces couches minces de ZnO sont présentées dans le tableau III.1.

Tableau III.1 : Conditions expérimentales pour l'élaboration des couches minces de ZnO (5, 10, 15ml).

Solutions le chlorure d'étain ($Zn \cdot 2H_2O$) (0.1mol/litre)	Volume ml	Distance bec substrat, (cm)	Température de substrat, ($^{\circ}C$)
Source du dopant (ZnO)	5	05	450
	1	05	450
	2	05	450
	3	05	450

Dans ce travail nous avons choisir comme source de zinc le Oxyde de zinc (Zn_2H_2O), qui présente les propriétés physiques et chimiques suivantes :

Tableau III.2 : caractéristiques oxyde de zinc[61].

Densité	5,606
Pointdefusion	1975 $^{\circ}C$
Conductivitéthermique	0,6;1-1,2 W.cm $^{-1}$.K $^{-1}$
Coefficientdedilatation linéaire	a_0 : 6,510 $^{-6}$ et c_0 : 3,0.10 $^{-6}$ (/ $^{\circ}C$)
Constantediélectriquestatique	8,656
Indicederéfraction	2,008
Énergiedegap	3,37eV(gapdirect)
Concentrationdesporteursintrinsèques	<106 cm $^{-3}$
Énergiedeliaisondesexcitons	60 meV
Largeurdelabandeinterditeà300K	3,34eV
Typeconductivité	n
Masseeffectivedesélectrons	0,28 m0
Masseeffectivedestrous	0,6 m0
Résistivitémaximale	10 6 Ω .cm

Pour préparer nos solution nous utilisation l'équations chimiques suivantes

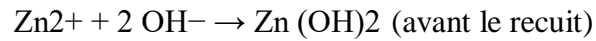


Figure III. 3 : Le mélangeur des solutions utilisé.

III.2.4. Instruments de mesure :

III.2.4.1. Mesure de Température :

Nous avons utilisé un multimètre numérique professionnel (ALTAY) conforme au modèle IEC61010-1. Il possède une plage de fonctionnement allant de 0 à 1000°C. Il est alimenté par une pile unique de 9V.



Figure III.4 : multimètre numérique (ALTAY).

III.2.4.2. Mesure de Pression :

Aussi, nous avons utilisé une mesure de pression avec les caractéristiques suivantes :

- Modèle DAC 24D

- Plage de fonctionnement : 0 – 12 bars.



Figure III.5 : mesure de pression.

III.2.4.3. Mesure de masse :

Nous avons utilisé une balance numérique (MIHEE) avec les caractéristiques suivantes :

- Modèle : MH-999
- Capacité : 600 g × 0,01 g.
- Plage de température de fonctionnement : 10 – 30°C.



Figure III.6: échelle numérique

II.2.5. Conditions expérimentales :

- Volume de solution : 5.10et15 ml. (3 échantillons)
- Concentration de la solution : 0,1 mole l^{-1}
- Température du support : 450°C
- La distance entre le bec et le support : 5 cm.

- Pression : 2 bars. . Comme la montre la figure II.9



Figure III. 7 : La température à laquelle le substrat est chauffé (450 C°).



Figure III. 8 : Balance électrique sensible.

La solution a été préparée selon les relations :

$$n = C \times V \quad (\text{III.1})$$

$$n = m / M \quad (\text{III.2})$$

$$m = M \times C \times V \quad (\text{III.3})$$

n : Quantité de matière

m : masse

M : masse molaire

C:Concentration

V:Volume

III.2.6. Étapes de l'expérience :

Dans cette expérience, nous avons mis en œuvre un procédé pour fabriquer des couches minces de zno en utilisant des concentrateurs solaires. Voici les différentes étapes du processus :

a- Préparation de la solution :

Une quantité de 1,47 g d'oxyde d'étain ZnO est préparée et placée dans un récipient en bois contenant 600 ml d'eau distillée. Le mélange est ensuite agité à l'aide d'un agitateur magnétique pendant une durée de 30 minutes, à une température de 20°C.pendant une durée de 30 minutes, à une température de 20°C.



Figure III. 9 : oxyde de zinc [66].

b- Emplacement du multimètre :

Pour mesurer la température atteinte à la surface du four, nous avons placé la sonde multimètre sur la surface du récepteur.

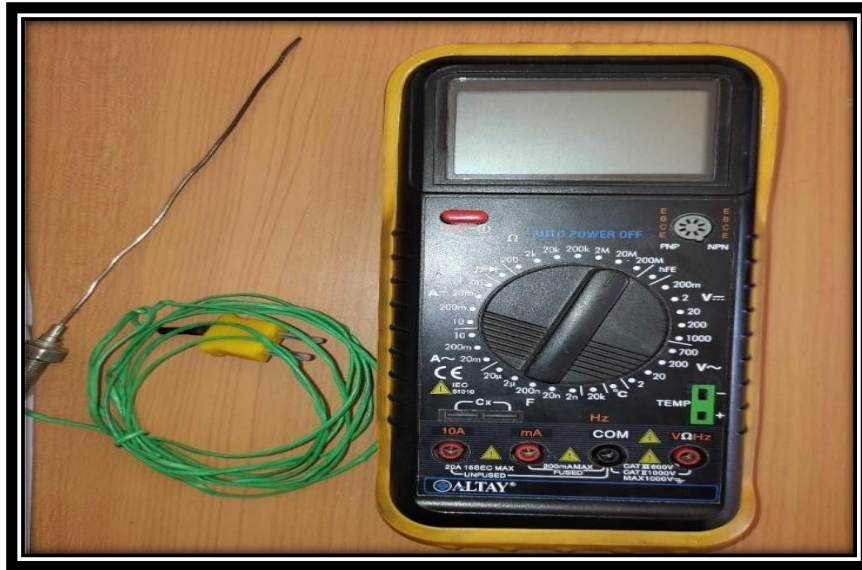


Figure III. 10 : Appareil de mesure de la température et le détecteur

c- Préparation de substrat :

Pour éliminer toute présence d'éléments organiques pouvant influencer les résultats de l'expérience, le substrat est soumis à un processus de nettoyage en étant immergé successivement dans une solution d'éthanol puis dans de l'eau distillée.

d- processus de pulvérisation :

Nous mesurons des volumes de 5, 10 et 15 ml de la solution à l'aide d'une seringue et les transférons dans le réservoir du dispositif de pulvérisation. Ensuite, nous vaporisons la solution sur le substrat à une température précise de 450 °C.

III.3. Techniques de caractérisation

Dans les paragraphes qui suivent, nous avons détaillé les diverses méthodes employées pour évaluer et analyser les caractéristiques structurales, optiques et électriques de nos couches minces de ZnO.

Partie A : Caractérisation structurale

III.3.1. Diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X (DRX) est une méthode qui permet d'analyser qualitativement et quantitativement les matériaux solides. En étudiant la forme des pics de diffraction, il est possible d'obtenir des informations sur la structure cristalline. En examinant les positions et les intensités des pics de diffraction, on peut identifier les différentes phases présentes, mesurer les contraintes résiduelles, déterminer les paramètres de maille et évaluer la taille des cristallites.

III.3.1.1. Principe de l'analyse DRX

Lorsque des rayons X monochromatiques sont dirigés vers un matériau composé de multiples cristaux, une fraction du faisceau est réfléchi par les plans atomiques spécifiques de certains cristaux. La diffraction se produit uniquement dans les matériaux qui possèdent une structure cristalline et lorsque la condition de Bragg est remplie [62] :

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (\text{III.4})$$

d_{hkl} : est la distance inter-réticulaire, c'est-à-dire la distance entre deux plans cristallinographiques,

θ : l'angle d'incidence et donc l'angle de réflexion par rapport à ces plans,

λ : la longueur d'onde des photons X incidents,

n : l'ordre de diffraction (entier).

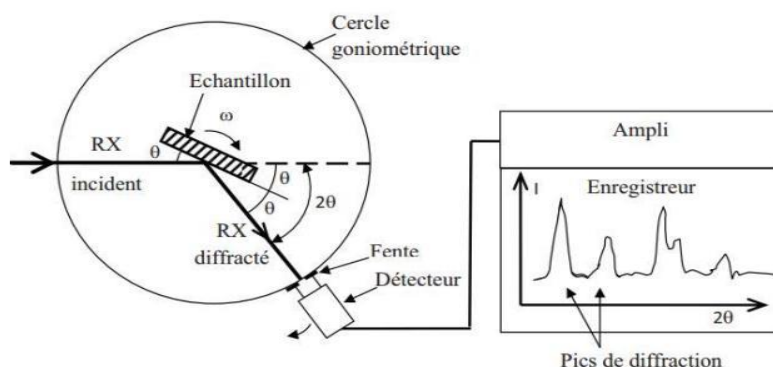


Figure III.11 : Schéma de fonctionnement d'un diffractomètre de rayons X [62].

Les spectres enregistrés peuvent être comparés aux bases de données des fiches ASTM (American Society for Testing Materials) pour identifier les phases et les structures cristallines

de l'échantillon. L'analyse des spectres de rayons X fournit des informations précises, notamment les phases cristallines présentes (déterminées par la position des pics), la taille des cristallites (évaluée par la largeur des pics à mi-hauteur), les défauts d'empilement (déduits de la forme des pics) et l'orientation des cristallites (détectée par la présence ou l'absence de réflexions).

Dans notre diffractomètre, les rayons X ont été générés à partir d'une source de rayonnement CuK α ayant une longueur d'onde de 1,540593 Å.

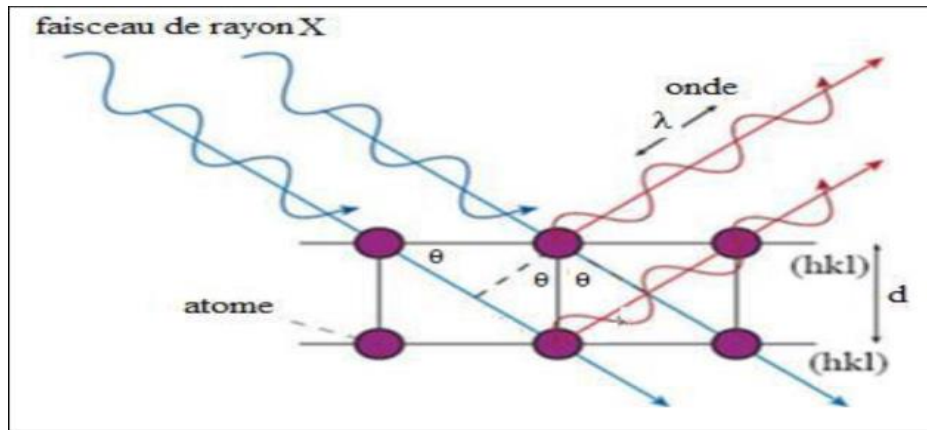


Figure III. 12: Le principe de la diffraction des rayons X par les plans réticulaires d'indices h , k et l [62].

II.3.1.2. Détermination des paramètres cristallins

$$1/d_{hkl}^2 = (h^2 + k^2 + l^2)/a^2 \quad (\text{III.5})$$

II.3.1.3. Détermination de la taille cristalline

Pour estimer la taille des cristaux des échantillons à partir des spectres de diffraction, nous avons appliqué la formule de Scherrer [63, 64] :

$$D = 0,9 \lambda / \beta \cos \theta \quad (\text{III.6})$$

D : la taille des cristaux,

λ : la longueur d'onde du faisceau de rayons X,

β : la largeur à mi-hauteur de la raie de diffraction, exprimée en radian (figure III.13),

θ : l'angle de diffraction.

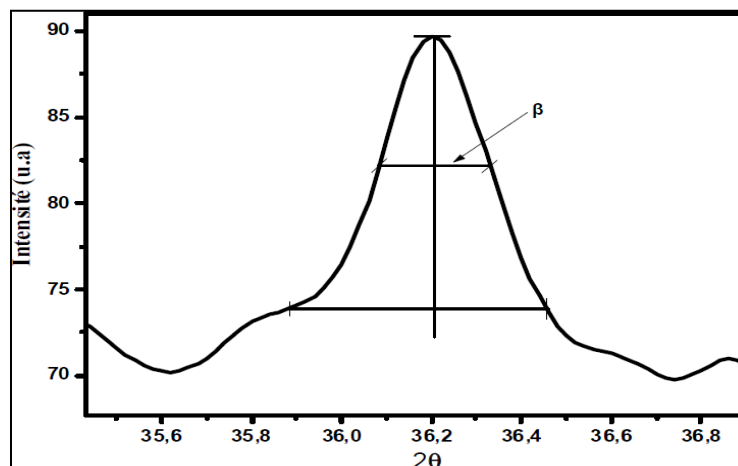


Figure III. 13 : Illustration montrant la définition de β (la largeur à mi-hauteur du rayon X de diffraction) [65].

II.3.1.4. Informations pouvant être obtenues à partir d'un diffractogramme

L'analyse par diffraction des rayons X (XRD) offre plusieurs informations clés sur les échantillons cristallins [66]:

- Analyse qualitative : Chaque substance cristalline possède une signature de diffraction unique, qui fonctionne comme une empreinte digitale de l'échantillon. En comparant les résultats expérimentaux à une base de données de référence, il est possible de déterminer la composition du matériau étudié.
- Analyse quantitative : Si l'échantillon est un mélange de différentes phases cristallines, l'analyse XRD permet d'estimer les proportions relatives de chaque phase, fournissant ainsi une mesure quantitative de la composition du matériau.
- Paramètres de réseau : La structure cristalline est caractérisée par une cellule unitaire, qui est la plus petite unité de répétition dans la structure régulière. Les mesures XRD permettent de déterminer les paramètres de réseau, qui décrivent les distances entre les atomes dans la structure cristalline.
- Taille et déformation des cristallites : La largeur des pics de diffraction est influencée par la taille des cristallites dans l'échantillon. Des pics plus larges indiquent la présence de cristallites de petite taille, généralement inférieurs à 120 nm. De plus, l'élargissement des pics peut également révéler la présence de contraintes microscopiques dans l'échantillon, qui peuvent être quantifiées grâce à l'analyse XRD.

Partie B : Caractérisation Optique

Les techniques optiques sont largement utilisées pour caractériser de nombreux paramètres des matériaux. Comparées aux techniques électriques, elles offrent l'avantage d'être non destructives et de ne pas nécessiter d'interactions chimiques pour obtenir des résultats.

Les techniques optiques sont généralement classées en deux catégories distinctes. D'une part, il y a les méthodes qui étudient la réponse optique d'un matériau lorsqu'il est stimulé, telles que la photoluminescence et la cathodoluminescence. Ces méthodes permettent d'analyser les propriétés émissives d'un matériau, donnant des informations sur les niveaux d'énergie et les défauts présents.

D'autre part, il existe des méthodes qui analysent les caractéristiques optiques d'un matériau, telles que les mesures de transmission et de réflectance. Ces techniques permettent de déterminer des paramètres tels que l'indice de réfraction optique, l'épaisseur du matériau et la bande interdite. Ces mesures spectroscopiques sont essentielles pour comprendre les propriétés optiques des matériaux et leurs applications potentielles.

III.3.2. Spectroscopie UV-Visible

Les appareils de mesure optique (comme représenté dans la Figure III.14) fonctionnent en observant les interactions et les effets résultant de l'interaction entre le rayonnement électromagnétique et la matière. Sur le plan technologique, leur objectif est de produire un rayonnement électromagnétique, de modifier ses propriétés et de le contrôler de manière ciblée. De plus, ils doivent également être capables de traduire l'influence de la substance sur le rayonnement dans un format intelligible (comme illustré dans la Figure...). III.15). [65]



Figure III. 14 : Dispositif expérimental de spectroscopie UV-visible utilisé (laboratoire des matériaux organiques. Université EchahidHamma Lakhdar).

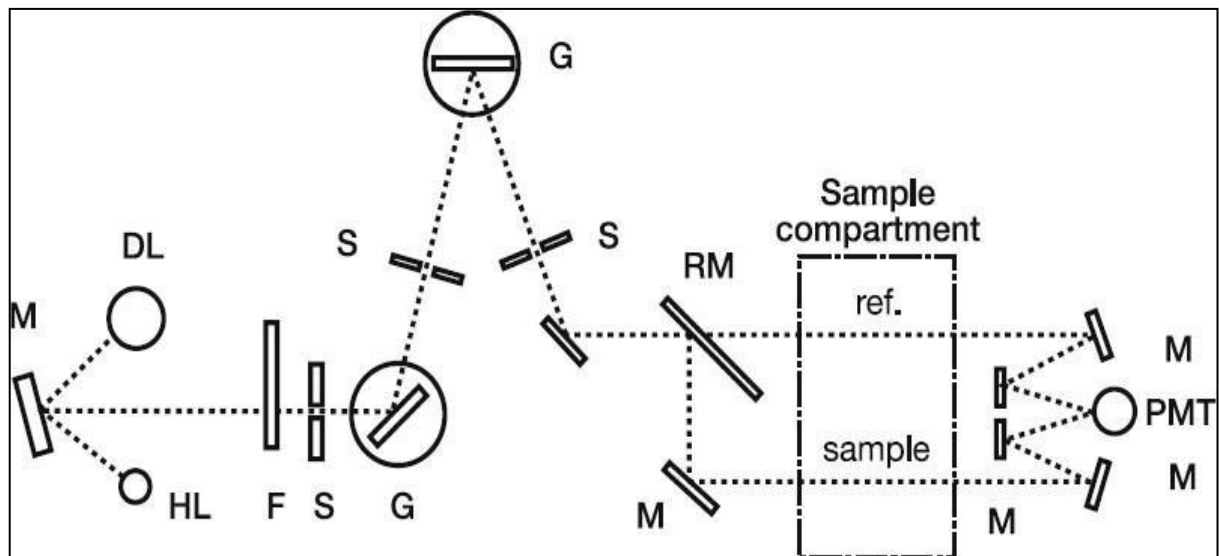


Figure III. 15 : La disposition d'un spectrophotomètre imaginaire [66].

La trajectoire de la lumière est représentée par une ligne en pointillés. Les différents composants sont représentés sous forme de...

Suit : HL = lampe halogène.

DL = lampe au deutérium.

M = miroir.

F = roue à filtres.

S = fente.

G = grille.

RM = miroir tournant.

PMT = détecteur (tube photomultiplicateur)

III.3.3. Détermination du gap optique

L'oxyde de zinc (ZnO) est un matériau à bande interdite directe. Par conséquent, la relation entre le coefficient d'absorption (α), le gap optique (E_g) et l'énergie des photons ($h\nu$) peut être exprimée à l'aide de l'équation de Tauc [68] de la manière suivante :

$$\alpha h\nu = (h\nu - E_g)^{1/2} \quad (\text{III.7})$$

Où :

A : une constante,

E_g : la bande interdite (ou gap optique exprimé en eV).

$h\nu$: l'énergie d'un photon en eV.

α : le coefficient d'absorption.

n : égal à 1/2 pour une transition droite autorisée. L'extrapolation de la zone linéaire du tracé $(h\nu)^2$ contre $h\nu$ [67] donne la valeur d'énergie de la bande interdite optique E_g .

III.3.4. Détermination de l'énergie d'Urbach

Dans le contexte des propriétés optiques, nous avons effectué un calcul de l'énergie d'Urbach (E_u) afin d'évaluer le degré de désordre présent dans le matériau. Cette quantité peut être déterminée à partir du coefficient d'absorption, qui obéit à la loi d'Urbach. La relation correspondante est donnée par [68, 69]:

$$\alpha = \alpha_0 + e^{(h\nu/E_u)} \quad (\text{III.8})$$

α : est le coefficient d'absorption.

E : est l'énergie du photon et est égale à $h\nu$

E_u : est l'énergie d'Urbach.

Partie C : Caractérisation électrique

III.3.5. Mesure de résistivité par la méthode des quatre pointes

Pour effectuer une mesure directe de la résistance de surface R_s , nous avons utilisé un dispositif à quatre points (comme représenté dans la Figure III.16). Ce dispositif est équipé d'une sonde comportant quatre contacts alignés et régulièrement espacés (comme illustré dans la Figure III.17). Une source de courant I est utilisée pour traverser les bornes extérieures, tandis que la tension U est mesurée aux bornes des deux contacts intérieurs.

L'utilisation de quatre contacts, contrairement à la mesure classique à deux contacts, permet d'éliminer les effets de résistance de contact et de mesurer exclusivement la résistance de l'échantillon lui-même. Lorsque la distance "a" entre les bornes est beaucoup plus grande que l'épaisseur du film mince "d", les dimensions latérales peuvent être considérées comme infinies. Dans ce cas, un modèle bidimensionnel de conduction est utilisé pour analyser les résultats de mesure

$$U/I = K\rho/d \quad (\text{III.9})$$

ρ : la résistivité de la couche

d : l'épaisseur.

Le rapport caractérisant cette couche est exprimé par les valeurs de R_S et Ω . Le facteur de préparation K est déterminé par le rapport de la tension U au courant I . En tenant compte de la propagation cylindrique des lignes de champ à travers le film, le coefficient K est équivalent à $(\ln 2 / \pi)$.

À partir de la relation (III.9), nous obtenons la formule (III.10) permettant de calculer la résistivité de la mesure en utilisant la méthode des quatre points, à condition que l'épaisseur d de la couche mince soit connue.

$$\rho = (\pi/\ln 2 \times U/I) d = R_S \times d \quad (\text{III.10})$$

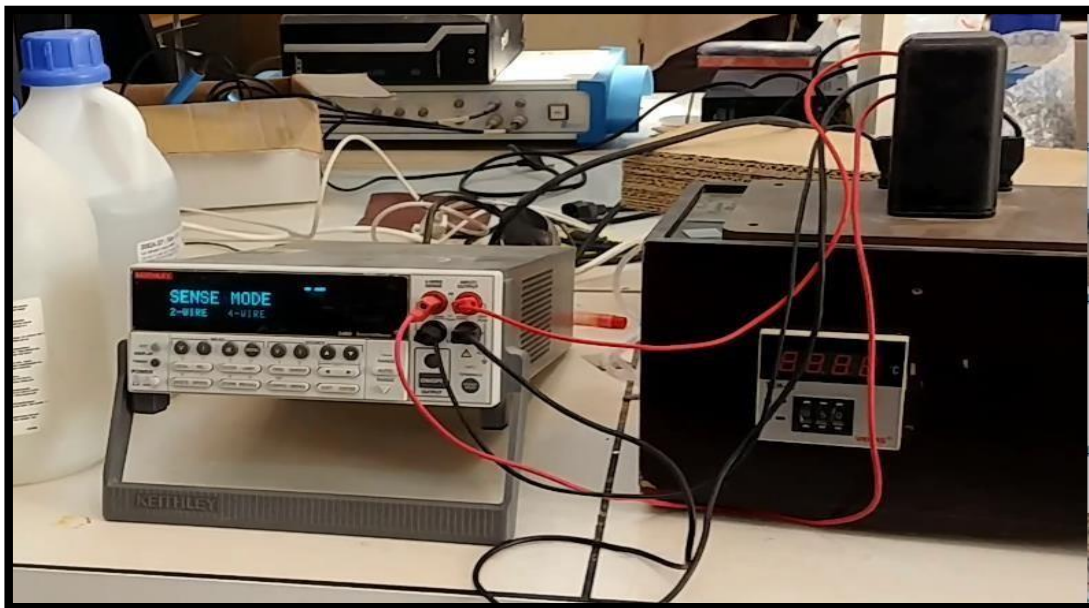


Figure III. 16 : Le montage expérimental de l'équipement utilisant la méthode des quatre sondes (Laboratoire, Université Echahid Hamma Lakhdar, ElOued).

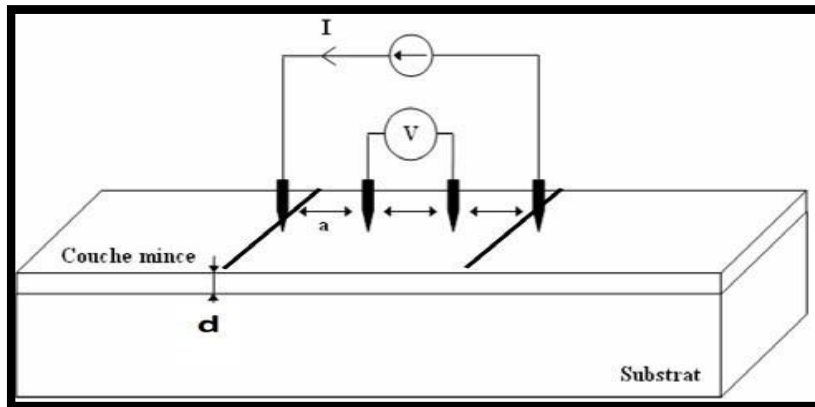


Figure III. 17 : Schéma d'un dispositif à quatre points [70].

II.4. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons récapitulé le concept du dépôt par pulvérisation solaire, puis introduit le système de dépôt que nous avons développé au sein du laboratoire. Nous avons également décrit les diverses techniques de caractérisation employées pour analyser et évaluer les propriétés structurales, optiques et électriques des films minces de ZnO.

Chapitre IV :

Résultats et discussion

IV-1 Introduction

Dans ce chapitre, nous avons effectué la préparation de films minces de ZnO en utilisant des solutions d'acétates de zinc dihydratés. Différents précurseurs de ZnO ont été préparés avec des volumes variables (5 ml, 10 ml, 15 ml). Ces précurseurs ont été dissous dans de l'eau distillée, avec l'ajout d'acide nitrique (HNO₃) comme stabilisateur. Les solutions obtenues ont été agitées à température ambiante pendant 30 minutes à l'aide d'un agitateur magnétique, jusqu'à ce qu'elles deviennent claires et transparentes. Par la suite, ces solutions ont été utilisées comme solutions mères pour la technique de pulvérisation pyrolytique.

Des lames de verre microscopiques (Réf 7105) de dimensions 25.4 × 76.2 × 1,1 mm³ ont été utilisées comme substrats. Avant utilisation, ces substrats ont été préalablement nettoyés dans un bain à ultrasons en utilisant de l'alcool et de l'eau distillée, puis séchés à l'air. Les substrats chauffés ont été maintenus à une température comprise entre 450 et 500°C, avec une distance de 10 cm entre le bec de pulvérisation et le substrat. Le débit de pulvérisation a été réglé à 0.25 ml/min. Les différentes solutions concentrées ont été pulvérisées séparément sur les substrats chauffés, permettant ainsi la formation de films minces de ZnO. Après la pulvérisation, les échantillons ont été refroidis jusqu'à atteindre la température ambiante.

IV-2 Propriétés structurales des films minces de ZnO

Les résultats concernant la structure cristalline des films minces de ZnO sont présentés dans la Figure IV.1. Des spectres de diffraction des rayons X (XRD) ont été obtenus pour différentes quantités de précurseur (5 ml, 10 ml et 15 ml). On peut observer que tous les échantillons présentent sept pics de diffraction autour de $2\theta \sim 32$, correspondant aux pics de diffraction (100) de la structure cristalline du ZnO. Les pics de diffraction (100) sont particulièrement intenses, ce qui suggère que les films minces de ZnO possèdent une structure cristalline monodomaine, similaire à la structure hexagonale de Wurtzite.

Le coefficient de texture $TC(hkl)$ pour les pics de diffraction (100) a été calculé à partir des intensités de ces pics pour comparer les orientations exprimées dans les échantillons :

$$TC(hkl) = \frac{\frac{I(hkl)}{I_0(hkl)}}{N^{-1} \sum_n \frac{I(hkl)}{I_0(hkl)}} \quad (IV.1)$$

Où: $I(hkl)$ est l'intensité relative mesurée d'un plan (hkl),

$I_0(hkl)$ est l'intensité standard du plan (hkl),

N est le numéro de reflection, et n est le nombre de pics de diffraction.

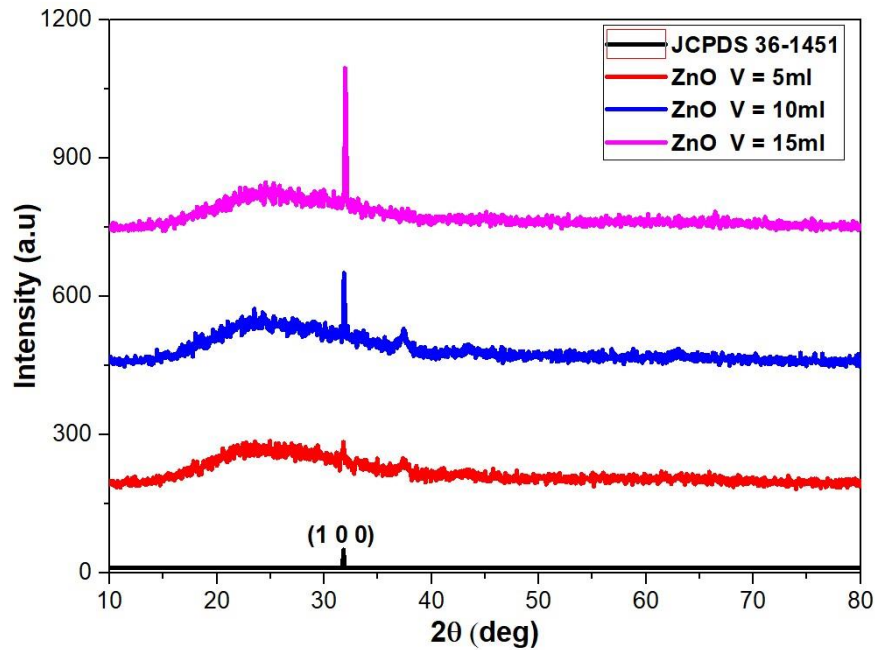


Figure IV.1 Les spectres XRD des films minces ZnO avec divers volumes de précurseur.

Tableaux IV.1 : La variation de $TC(hkl)$ des pics (100) des couches minces ZnO dopées .

Precursor Volume (ml)	2θ (deg)	interplanarspacing dhkl(A°)	β (deg) FWHM	D (nm)	δ x 1015 (lines/m2)
5	10.30	2,809	0,661	12,700	6,200
10	20.55	2,810	0,331	25,600	1,526
15	30.20	2,801	0,264	32,300	0,959

Comme observé, le pic de diffraction (001) présente l'intensité la plus élevée, ce qui indique que les couches minces ont une forte orientation préférentielle le long de l'axe c. Cependant, l'intensité de ces pics de diffraction augmente significativement avec l'augmentation du volume de 5 à 10 ml, en raison de l'amélioration de la cristallinité du réseau, comme le montre la diminution de la largeur à mi-hauteur (FWHM).

Par ailleurs, des informations détaillées sur la structure des films minces de ZnO dopés peuvent être obtenues en calculant la taille des cristallites à l'aide de l'équation de Scherrer [71] :

$$G = \frac{0.9 \lambda}{\beta \cos \theta_{hkl}} \quad (IV.2)$$

Où G est la taille de cristallite mesurée, λ est la longueur d'onde de la source de rayons X ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$), β est le FWHM, et θ est l'angle de diffraction des pics.

À partir d'Eq. (2), la taille cristalline des plans (100) avec des volumes variables est indiquée dans le tableau IV.1.

Cette expérience se traduit par que les tailles de cristallite des films minces ZnO dopés augmenté considérablement avec l'augmentation de volume. La densité de dislocation (δ) des films minces ZnO a été calculée à l'aide de la formule suivante [72, 73]:

$$\delta = \frac{1}{G^2} \text{(IV.3)}$$

La Figure IV.4 présente la relation entre la densité de dislocation et le volume, calculée pour les plans (100). Nous avons remarqué que les valeurs de densité de dislocation diminuent significativement avec l'augmentation du volume. Il a été observé que le film déposé avec un volume de 15 ml présente une valeur maximale de densité de dislocation.

IV-3 Caractéristiques optiques des films minces de ZnO

Les spectres de transmission optique de tous les films dans la gamme spectrale de longueurs d'onde du 300 à 900 nm avec des différents volumes sont présentés dans la figure IV.2

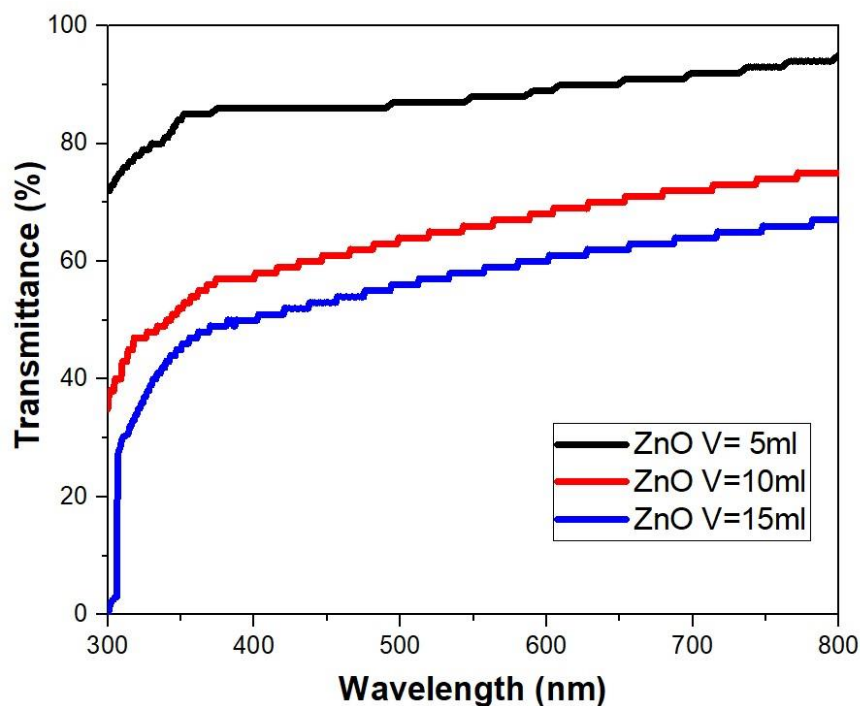


Figure IV.2 : représente la transmission optique des films minces de ZnO avec différents volumes de précurseur.

Les films minces de ZnO affichent une transmission optique moyenne d'environ 87% dans la région visible. Cependant, la transmission diminue à mesure que le volume de ZnO augmente, en particulier pour les films minces ayant une plus petite bande interdite (E_g). La bande interdite des films minces de ZnO a été déterminée en supposant que les transitions directes autorisées se

produisent entre le bord d'absorption de la bande de valence et la bande de conduction. Les spectres de transmission ont été utilisés pour calculer la bande interdite selon les équations suivantes [72]:

$$A = \alpha d = -\ln T \tag{IV.4}$$

$$(Ahv)^2 = B(hv - E_g) \tag{IV.5}$$

Où A est l'absorption, d est l'épaisseur du film, T est le spectre de transmission des films minces, α est la valeur du coefficient d'absorption, B est une constante, hv est l'énergie photon, et E_g est l'énergie de gap (bande interdite) de films minces ZnO. Lagap optique E_g a été obtenu en extrapolant la partie linéaire de courbe $(Ahv)^2$ versus hv à A = 0 (voir fig IV.7a). L'énergie d'Urbach (E_u) des couches minces ZnO dopées par le znoa également été calculée par les spectres de transmission à l'aide de l'équation suivante [73]:

$$A = A_0 \exp\left(\frac{hv}{E_u}\right) \tag{IV.6}$$

Où A_0 est une constante et que l' E_u est l'énergie d'Urbach, elle est déterminée par les courbes de $\ln A$ en fonction de l'énergie photon hv, qui est présentée dans la figure IV.3. [74]:

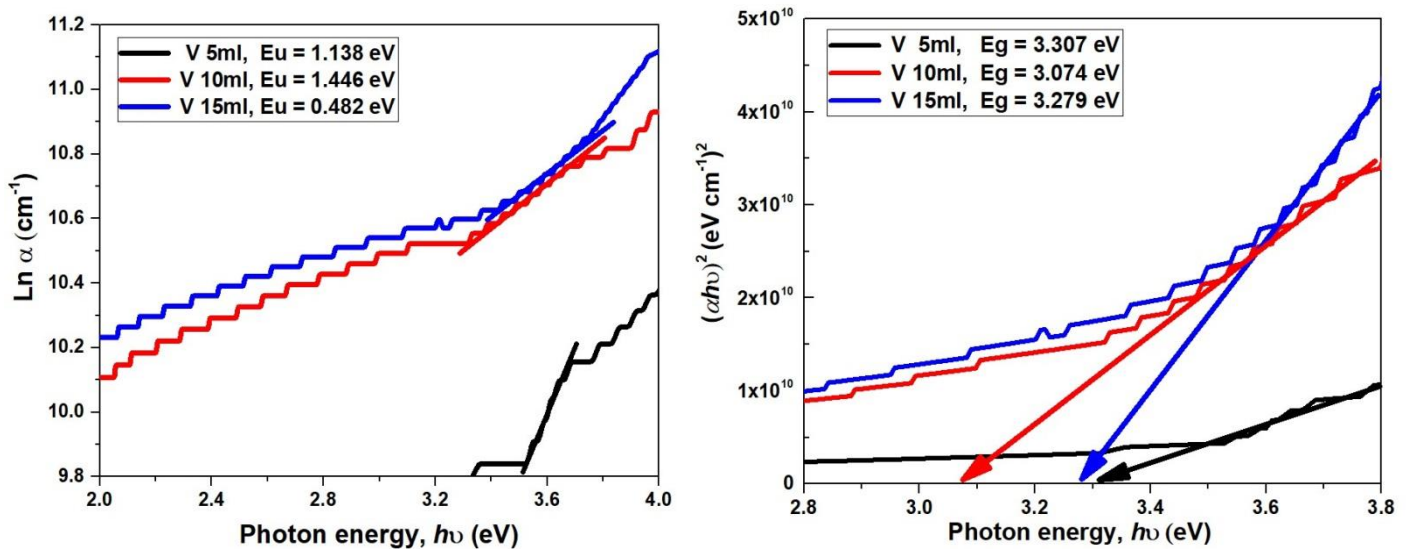


Figure IV.3 La variation de la bande interdite E_g et energie d'Urbach E_u de ZnO films minces en fonction de volume de précurseur[75]:

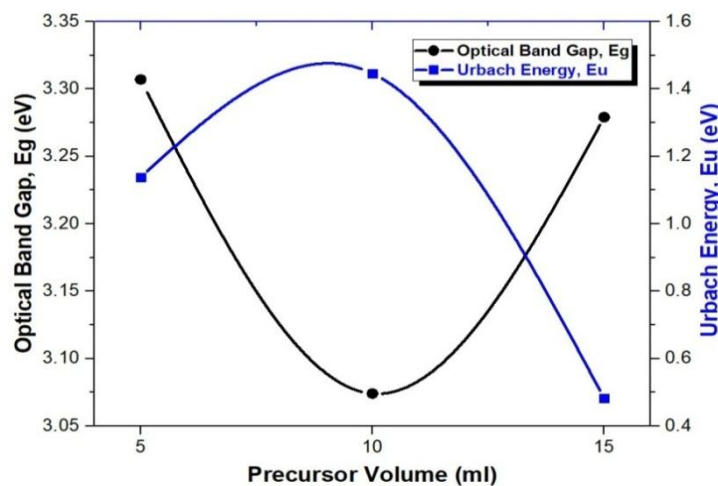
- a) La variation de $(Ahv)^2$ en fonction de hv pour chaque épaisseur des films pour l'énergie optique E_g calculée ; [76]:
- b) Variation de $\ln A$ en fonction de hv pour estimer l'énergie d'Urbach E_u . Les deux variations sont illustrées pour le ZnO avec différents volumes de précurseur.

Les résultats expérimentaux de la bande interdite et de l'énergie d'Urbach des couches minces de ZnO dopées avec différents volumes de précurseur sont présentés dans la figure IV.4.

Tout d'abord, la bande interdite optique diminue à partir d'un volume de précurseur de 10 ml, et avec l'augmentation du volume de précurseur, cette bande atteint une valeur minimale de 3,3 eV pour l'échantillon déposé avec 10 ml de précurseur (voir figure IV.4).

Deuxièmement, nous avons observé une augmentation et une diminution de l'énergie d'Urbach avec l'augmentation des volumes de précurseur. L'augmentation peut être expliquée par la croissance de la taille des cristallites (voir figure IV.4). En ce qui concerne le désordre, il est également observé que le film mince préparé avec 15 ml de précurseur présente un désordre maximum avec de nombreux défauts. [77 ;78 ;79]:

Cependant, la diminution de la bande interdite avec l'augmentation des volumes de précurseur peut s'expliquer par la coopération de l'oxygène dans la formation des films.



Minces de ZnO.

Figure IV.4 : La variation de la bande interdite Eg et énergie d'Urbach Eu de ZnO films minces en fonction de volume de précurseur. [80.83]:

IV-4 Propriétés électriques des couches minces de ZnO

La figure IV.5 présente l'évolution de la conductivité électrique et de l'épaisseur du film des couches minces de ZnO en fonction des différents volumes de précurseur.

Par conséquent, en augmentant le volume de précurseur. Nous observons une augmentation de la conductivité électrique σ jusqu'à une valeur maximale obtenue à 15ml, qui est de $0.7 (\Omega \text{ cm})^{-1}$ (voir la figure IV.5).

L'augmentation a été causée par la coopération en oxygène dans la formation de films minces de ZnO. [81.84]:

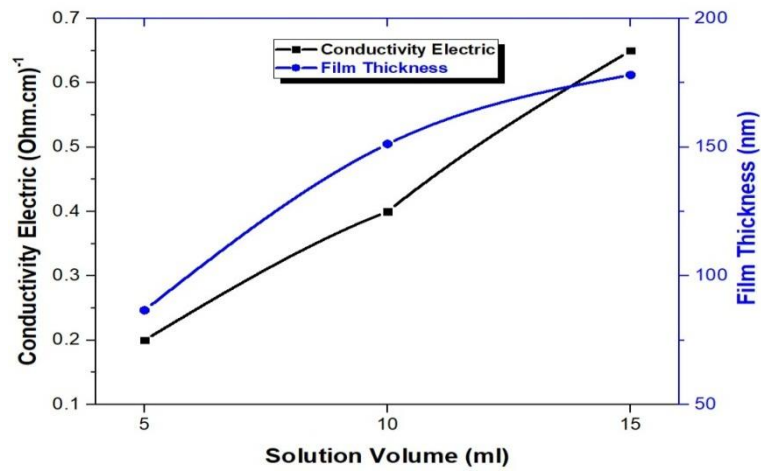


Figure IV.5 : La variation de la conductivité électrique et l'épaisseur des films minces de ZnO en fonction de volume de précurseur. [82.83]

IV-5 Conclusion

En résumé, cette étude a réussi à déposer des couches minces de ZnO sur un substrat en verre en utilisant la méthode de pulvérisation pyrolytique à une température de 450°C. L'effet du volume de précurseur sur les caractéristiques structurales, optiques et électriques des films minces de ZnO a été examiné, et les principales conclusions sont les suivantes :

L'analyse par diffraction des rayons X (XRD) a révélé que les films minces de ZnO obtenus étaient monocristallins, avec une phase dominante de ZnO et des pics de diffraction très intenses correspondant à l'orientation (100). La structure cristalline des films s'est améliorée lorsque le volume de précurseur était inférieur à 15 ml, et la taille des cristallites a augmenté avec l'augmentation du volume de précurseur jusqu'à 15 ml.

Tous les films minces ont présenté une transmission optique élevée d'environ 87% dans la région visible du spectre. L'énergie de la bande interdite a augmenté à partir de 3,32 eV pour un volume de précurseur de 10 ml. Le film mince déposé avec un volume de 15 ml a montré la plus faible valeur d'énergie d'Urbach, qui était de 0,082 eV.

La conductivité électrique des films minces dopés au ZnO a été mesurée, et il a été observé qu'elle augmentait de $0,006 (\Omega \text{ cm})^{-1}$ pour un dopage de 5% de zno à $0,008 (\Omega \text{ cm})^{-1}$ pour un dopage de 15% de zno

Ces résultats mettent en évidence l'influence du volume de précurseur sur les propriétés des films minces de ZnO et fournissent des informations précieuses pour la conception et la fabrication de dispositifs basés sur le ZnO pour diverses applications.

Conclusion générale

Conclusion générale

Conclusion générale

Dans le cadre de ce mémoire de Master, nous avons examiné la fabrication et la caractérisation de couches minces de ZnO non dopé sur des substrats en verre ordinaire en utilisant la technique de pulvérisation pyrolytique. L'objectif de cette étude était de développer un procédé de dépôt de couches minces et d'analyser l'impact du volume de précurseur sur les propriétés physiques des films obtenus, notamment leurs propriétés structurales, optiques et électriques.

Dans un premier temps, nous avons présenté les diverses caractéristiques des couches minces de ZnO, qu'elles soient liées à leur structure, leurs propriétés électroniques, électriques ou optiques. Nous avons également discuté des méthodes de dépôt des couches minces, en mettant en évidence le principe du dépôt solaire par pulvérisation pyrolytique.

Par la suite, nous avons exposé le dispositif de dépôt que nous avons mis en place en laboratoire afin de réaliser nos couches minces de ZnO. Nous avons également détaillé les diverses méthodes de caractérisation que nous avons employées pour étudier et évaluer les propriétés structurales, optiques et électriques des films minces de ZnO.

Nous avons exposé les résultats expérimentaux obtenus lors de nos différentes caractérisations, incluant la diffraction des rayons X (DRX), la spectroscopie UV-Visible et la mesure à quatre pointes. Les résultats de la caractérisation par DRX ont démontré que les films minces obtenus étaient monocristallins et possédaient une structure cubique, comme en témoigne la présence d'un pic d'intensité élevée correspondant à l'orientation (100) à un angle d'environ $31,61^\circ$. L'analyse UV-Visible a révélé une transmission optique moyenne d'environ 69,15%. L'augmentation du volume de précurseur jusqu'à 5 ml a entraîné une augmentation de la largeur de la bande interdite, mais au-delà de cette valeur, la bande interdite est restée inférieure à celle du ZnO. La conductivité électrique de nos films a été influencée par le volume de précurseur, avec une meilleure conductivité observée pour un volume de 15 ml.

En résumé, nos travaux de recherche ont mis en évidence l'influence du volume de précurseur sur les caractéristiques des couches minces de ZnO déposées par la technique de spray pyrolyse. Ces résultats fournissent des informations précieuses pour la compréhension et l'amélioration du processus de dépôt de couches minces de ZnO, en vue de leur application dans divers domaines.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] Toumi N., Kouda I., « Energie solaire photovoltaïque et système photovoltaïque autonome », Université Badji Mokhtar –Annaba, 2021.
- [2] Tetsuya T., Susumu T., Kohjiro H., Kiyoshi Y. « Control of measurement environment for high-efficiency organic photovoltaic cells » Japanese Journal of applied physics vol. 45 n° 8-2006.
- [3] FPGA en utilisant la carte ML605 ‘’, Université Mohamed Boudiaf M’sila, 2018.
- [4] ‘’ biomasse’’, http://www.voltalia.com/fr/biomasse/presentation_88.html
- [5] Douadi F., Derrou L., Abadi L., Ahmad Salah M B., «Étude les propriétés des couches minces de SnO₂ dopées Cuivre déposées par spray pyrolyse solaire », Mémoire de Master, Université de d’El-Oued, 2022.
- [6] A. Messai, Y. Benkedda, S. Bouaichaoui, and M. J. E. P. Benzerga, ‘‘Feasibility study of parabolic trough solar power plant under Algerian climate,’’ vol. 42, 2013.
- [7] « Introduction aux couches minces », Université Caen Normandie, 2018.
- [8] daranfadouarda., Le diplôme de magister élaboration et caractérisation des couches minces de sulfure de zinc préparées par spray ultrasonique. Université mentouri-Constantine, 2017.
- [9] A. Ashrafi, and C. Jagadish, Review of zinc blende ZnO: Stability of metastable ZnO phases. Journal of Applied Physics, 102(7): p. 071101, 2007.
- [10] V. Coleman and C. Jagadish. Chapter 1 Basic Properties and Applications of ZnO. 2006.
- [11] S. Benramache, O. Belahssen, A. Arif, A. Guettaf, Optik. 125, 1303 (2014).
- [12] J. Fang, H. Fan, H. Tian, G. Dong, Mater. Charact. 108, 51 (2015).
- [13] J. Kim, J. H. Ji, S. W. Min, G. H. Jo, M. W. Jung, M. J. Park, S. K. Lee, J. H. Koh, Ceram. Int. 43, 3900 (2017).
- [14] C-Y. Lee, J-S. Huang , S-H. Hsu b, W-F. Su, C-F. Lin. Thin Solid Films. 518, 6066 (2010).
- [15] M. Grätzel, Nature. 414, 338 (2001).
- [16] A. Dal Corso, Ab initio study of piezoelectricity and spontaneous polarization in ZnO. Physical Review B, 50(15): p. 10715-10721, 1994.

- [17] David C. Look, D. C. Reynolds, C. W. Litton, R. L. Jones, D. B. Eason, and G Cantwell, "Characterization of homoepitaxial p-type ZnO grown by molecular beaepitaxy", Applied Physics Letter, Vol. 81, No. 10,1830-1832, 2002.
- [18] A. M. Reddy, A. S. Reddyb and P. S. Reddy, "Annealing effect on the physical proper- ties of dc reactive magnetron sputtered nickel oxide thin films. Physics Procedia, Vol. 49, 9-14, 2013.
- [19] P.J. Kelly and R.D. Arnell, "Magnetron sputtering: a review of recent developments and applications",, Vacuum, Vol. 56, 159-172, 2000.
- [20] M. Leskelä, and M. Ritala, "Atomic layer deposition (ALD): from precursors thin film structures",. Thin Solid Films, Vol. 409, No. 1, 138-146, 2002.
- [21] D. Perednis and L. J. Gauckler, "Thin film deposition using spray pyrolysis";Journal de l'électrocéramique, Vol. 14, 103-111, 2005.
- [22] S. A. Mahmoud, S. Alshomer and M. A. Tarawnh, "Structural and optical dispersion characterization of sprayed Nickel Oxide thin films",, Journal de Physique moderne, Vol. 2, 1178-1186, 2011.
- [23] R. C. Korošec and P. Bukovec, "Sol-Gel Prepared NiO thin films for electrochromicap- plications",, ActaChim. Slov, Vol. 53, 136-147, 2006.
- [24] [21] F. Y. Yang, Kai Liu, Kimin Hong, D. H. Reich, P. C. Searson and C. L.Chien"; Large magnetoresistance of electrodeposited Single-Crystal Bismuth thinfilms.Science, Vol. 284, No. 5418, 1335-1337, 1999.
- [25] J. C. Osuwa and G. I. Onyejiuwa, "Structural and electrical properties ofannealed Nickel Oxide (NiO) Thin Films prepared by chemical bath deposition",,Journal of Ovonic Research, Vol. 9, No. 1, 9-15, 2013.
- [26] Sulfure De Zinc Obtenues Par Spray Pyrolyse'', Mémoire Master, Université d'Ouargla, 2017.
- [27] V. Neeranartvong, Etude d'un concentrateur solaire à simple réflexion. Thèse de Docteur,Institut National Polytechnique, Toulouse, 1983.
- [28] K.Kamli, "Elaboration et caractérisations physico-chimique des couches minces de sulfure d'étain par spray ultrasonique : Effet des sources d'étain",, Mémoire de Magister,Université Mohamed Khider-Biskra, Algérie, 2013.
- [29] D. J. Sirbulu, M. Law, H. Yan and P. Yang, « The chemistry and physics of semiconductor nanowires forsub wavelength, Journal Physical Chemistry », (109), p. 15190- 15213, 2005.
- [30] S. Benramache, O. Belahssen, A. Arif, A. Guettaf, Optik. 125, 1303 .2014.

- [31] S.J. Pearton, D.P. Norton, K. Ip, Y.W. Hea, T. Steiner, *Prog. Mater. Sci.* 50, p. 293, 2005.
- [32] K.S. Babu, A. R. Reddy, C. Sujatha, K. V. Reddy, A. N. Mallika . "Synthesis and Optical characterization of porous ZnO." *Journal of Advanced Ceramics* 2 (3) p.260-265, 2013.
- [33] H.Nanto, T.Minami, S.Takata, *Phys. Stat. Sol. A.* 65, K 131, 1981.
- [34] M. Amara Saâd, *Caractérisation optique et structurale des couches minces d'oxydes complexes pour applications photoniques*, Thèse de Doctorat, Université Ferhat Abbas Sétif 1, p.34, 2015.
- [35] F. Collignon -cahier-techno-sol-gel, centre de ressources technologiques en Chimie, 2008.
- [36] H. Belkacemi, *Dépôt et caractérisations des couches minces de ZnO avec différentes sources de Zinc*, Mémoire de Magister, Université Mohamed Khider-Biskra, p.8 ,2011.
- [37] W. Hamd, *Elaboration par voie sol-gel et étude microstructurale de gels et de couches minces de SnO₂*, Thèse de Doctorat, Université de Limoges, France, p.7, 2009.
- [38] P.J. Kelly and R.D. Arnel *Magnetron sputtering: a review of recent developments and applications* *Vacuum*, Vol. 56, 159-172, 2000.
- [39] S. Hamdelou, *Préparation et étude électrique de poudres nanocristallines de ZnO pur et dopé par différents oxydes*, Thèse de Doctorat, Université Mentouri-Constantine, p.39, 2017.
- [40] H. Abdelkader -*Étude du Dopage des Couches Minces de ZnO Élaborées par Spray Ultrasonique*, thèse magister, Université de Constantine, Algérie, 2007.
- [41] M. Attallah, « *Elaboration et caractérisation des couches minces d'oxyde de silicium, obtenues par voie sol-gel* », thèse magister, Constantine (Algérie), 2010.
- [42] A. Bouzidi, *Thèse de Doctorat, Université Mohamed Boudiaf, M'sila*, 2016.
- [43] Y.Z. Liu, C.C. Wang and M. Chu, "Low threshold 1.3- μm InGaAsP/InP lasers prepared by a single-step liquid-phase epitaxy", *Journal of Applied Physics*, Vol. 63, 2151-2151, 1988.
- [44] A. Mahroug, *Etude des couches minces d'oxyde de zinc dopé aluminium et cobalt élaborées par la technique sol gel-spin coating. Application à la photodétection et au photocourant*, Thèse de Doctorat, Université des Frères Mentouri-Constantine, p.19, 2015.

- [45] K. Zanoune, Synthèse, caractérisation et mise en œuvre de membranes composites à base d'oxyde de titane, Thèse de Magister, Université Hassiba Ben Bouali – Chlef, 2011.
- [46] R. Hay, Sol-gel : un procédé issu de la chimie douce, Institut Marocain de l'information Scientifique et Technique – IMIST, 2013.
- [47] P. Baudry, A. C. M. Rodrigues, M. A. Aegerter and L. O. Bulhões,. Dip-coated TiO₂-CeO₂ films as transparent counter-electrode for transmissive electrochromic devices. *Journal of Non-Crystalline Solids*, Vol. 121, 319-322, 1990.
- [48] <https://www.maxicours.com/se/cours/emission-et-absorption-quantiques/>
- [49] R. Cherrak, Thèse de Doctorat, Université de Mostaganem-Abdelhamid Ibn Badis, 2018.
- [50] S. Merazga, Thèse de Doctorat, Université de Constantine, 2015.
- [51] F. Dris, Mémoire de Master, Université A. MIRA – Bejaia, 2018.
- [52] J. L. Martin, A. George, Caractérisation expérimentale des matériaux, (2). PPUR presses polytechniques, 1998.
- [53] O. Marin, V. González, N. Budini • M. Tirado, D. Comedi, The influence of methanol and NH₄Cl on solvothermal ZnO synthesis and properties, *Applied Physics A* (2020) 126:466
- [54] R Shi., P Yang., X Dong., MaQ., ZhangA., Growth of flower-like ZnO on ZnO nanorod arrays created on zinc substrate through low-temperature hydrothermal synthesis, *Applied Surface Science* 264 162–170 (2013).
- [55] G. Samira et D. Sara, Étude photocatalytique des poudres nanométriques de TiO₂ pures et dopées par Ag préparées par sol-gel, Mémoire de Master, Université Larbi ben Mhidi Oum El Bouaghi, p.30, 2018.
- [56] S. F. Johnston, Fourier transform infrared: a constantly evolving technology, Ellis Horwood, 1991.
- [57] Dossier technique le procédé sol-gel [<https://rescoll.fr/wp-content/uploads/2009/04/dossier-technique-sol-gel-blog-rescoll1>].
- [58] J. J. Rousseau, Cristallographie géométrique et radiocristallographie : avec exercices corrigés, Masson, 1995.
- [59] Y AOUN Conception et développement d'un four solaire pour l'élaboration des oxydes métalliques-caractérisation des oxydes Université Mohamed Khider-Biskra(2016).
- [60] A. Djelloul, Thèse de Doctorat, Université d'Oran, 2017.

- [61] F. Denat, spectroscopie UV-Visible.
- [62] H. Benelmadjat, Thèse de Magister, Constantine, 2007.
- [63] C. A. Jouenne, Traité de céramiques et matériaux minéraux, Société de l'industrie minérale-Paris-réimpression, 2010.
- [64] K. Zhour, Élaboration et caractérisation des nanopoudres de ZnO par voie chimique sol-gel, Mémoire de Master, Université Mohamed Khider Biskra, p.18-19, 2014.
- [65] S. Kumar, P.D. Sahar, Nd-doped ZnO as a multifunctional nanomaterial, Journal of rare earths, Vol. 30, N° 8, 761 (2012)
- [66] J.Dien, J.M. Laurent et A. Smith, Journal of the European Ceramic Society, 19,pp. 787- 789, 1990.
- [67] Y. Zong, Z. Li, X. Wang, J. Ma, Y. Men, Synthesis and high photocatalytic activity of Eu-doped ZnO nanoparticles, .Zong et al. / Ceramics International 40, 10375–10382(2014).
- [68] J. Yang, X. Li, J. Lang, L. Yang, M. Wei, M. Gao, X. Liu, H. Zhai, R. Wang, Y. Liu,
- [69] A.B. Anandhi, G.A. Shankar, R. Thangarasu, R. Sakthivel, R. Kannusamy and R.K. Tamilselvan, Structural, Morphological and Optical Properties of Aluminium Doped ZnO Thin Film by Dip-Coating Method. Orient Journal of Chemistry, 34, 1619-1624 (2018).
- [70] J. Cao Synthesis and optical properties of Eu-doped ZnO nanosheets by hydrothermal method, Materials Science in Semiconductor Processing, 14 (3-4), 247-252 (2011).
- [71] Y. Liu, W. Luo, R. Li, G. Liu, M. R. Antonio, and X. Chen, Optical Spectroscopy of Eu³⁺ Doped ZnO Nanocrystals, J. Phys. Chem. C, 112, 686-694 (2008).
- [72] A. S. Haja Hameed, C. Karthikeyan, A. Parveez Ahamed, N. Thajuddin, N. S. Alharbi S. Ali Alharbi & G. Ravi, In vitro antibacterial activity of ZnO and Nd doped ZnO nanoparticles against ESBL producing Escherichia coli and Klebsiella pneumonia, Scientific Reports 6:24312 (2016).
- [73] M. Wang, C. Huang, Z. Huang, W. Guo, J. Huang, H. He, H. Wang, Y. Cao, Q. Liu, J. Liang, Synthesis and photoluminescence of Eu-doped ZnO microrods prepared by hydrothermal method, Optical Materials 31, 1502–150 (2009).
- [74] W Tang ., J Wang ., Mechanism for toluene detection of flower-like ZnO sensors prepared by hydrothermal approach: Charge transfer Sensors and Actuators B 207 66–73 (2015).

- [75] G. Vijayaprasath, R. Murugan, T. Mahalingam, Y. Hayakawa and G. Ravi, Enhancement of Ferromagnetic Property in Rare Earth Neodymium Doped ZnO Nanoparticles, *Ceramics International*, 41(9 A),10607-10615.2015.
- [76] A. Singh, P. Arya, D. Choudhary, S. Kumar, A. K. Srivastava, I. B. Singh, Cost-effective ZnO–Eu³⁺ films with efficient energy transfer between host and dopant, *SN Applied Sciences* 2:870 .2020.
- [77] A. Ishizumi, Y. Kanemitsu, Structural and luminescence properties of Eu-doped ZnO nanorods fabricated by a microemulsion method, *Applied Physics Letters* 86, 253106 2005.
- [78] Zerouti KENZA, Ziane Zineb, ‘‘Étude les propriétés des couches minces de SnO₂ dopées
- [79] Cuivre déposées par spray pyrolyse’’, Mémoire de Master, Université Mohamed Boudiaf M’sila.
- [80] Y Aoun, B Benhaoua, B Gasmi, S Benramache Study the structural, optical and electrical properties of sprayed Zinc oxide (ZnO) thin films before and after annealing temperature *Main Group Chemistry* 14 (1), 27-33.2015.
- [81] S Benramache, Y Aoun, S Lakel, H Mourghade, R Gacem, B Benhaoua Effect of annealing temperature on structural, optical and electrical properties of ZnO thin films prepared by sol-gel method *Sumy State University*.2018.
- [82] S Benramache, Y Aoun, S Lakel, B Benhaoua The effect of film thickness on the structural, optical and electrical properties of ZnO thin films deposited by ultrasonic spray deposition *Materials Research Express* 6 (12), 126418.2019.
- [84] A Yacine, B Boubaker, B Said A study the aluminum doped zinc oxide thin films *Журнал нано-та електронної фізики*, 03006-1-03006-3.2015.

Réalisation d'un système de Dépôt de couches minces

ملخص:

تم في هذا البحث دراسة وانجاز نظام الرش، ابتداء من مرحلة التصميم ثم الإنشاء، باختيار شكل ومادة القطع المستعملة مع ما يتلاءم وظروف عمل الجهاز ومراعاة الشروط العملية من جانب آخر تم إجراء دراسة تطبيقية لرش الزنك للتحقق من مدى فعالية الجهاز، ولهذا الغرض تم إجراء فحص جزئي باستعمال انعكاس الأشعة السينية، البصرية والكهربائية على طبقة رقيقة من أكسيد الزنك والتي أظهرت ترسب طبقة من أكسيد الزنك.

الكلمات المفتاحية: أكسيد الزنك - رذاذ - طبقات رقيقة - حيود الأشعة السينية - ضوئي - كهربائي.

Résumé

L'objectif principal de ce travail est l'étude et la réalisation d'un système de spray à partir de la phase de conception jusqu'à le choix des pièces utilisées avec le respect des conditions de fonctionnement.

D'autre part, pour tester l'efficacité de notre appareil, une étude de caractérisation par la diffraction des rayons X , des réflexions optiques et électriques sur une couche mince de l'oxyde de Zinc a été effectuée et qui a montré le dépôt de couche d'oxyde de Zinc.

Mots clés : oxyde zinc- Spray - couches minces –diffraction des rayons X - optique - électrique.

Abstract

The main objective of this work is the study and the realization of a spray system from the design phase until the choice of the parts used with the respect of the operating conditions.

On the other hand, to test the effectiveness of our device, a characterization study by X-ray diffraction, optical and electrical reflections on a thin layer of Zinc oxide was carried out and which showed the deposition of zinc oxide layer

Key words: zinc oxide - Spray - thin layers - X-ray diffraction - optical - electrical.