



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA BOUMERDES

Faculté de Technologie

Département Génie des procédés

Mémoire de Fin d'études

En vue de l'obtention du diplôme de **MASTER** en :

Filière : Génie des procédés

Spécialité : Génie chimique

THEME

Elaboration et caractérisation des nanoparticules d'oxyde de Nickel
Par la méthode SOL-GEL

Présenté par :

- ❖ DROUCHE Sabrina
- ❖ BOUHARAMA Amina

Devant le jury composé de

Mme LECHEB. F.	Présidente	UMBB
Mme BELIZAK. D.	Examinatrice	UMBB
Mme BOUGHERARA. S.	Promotrice	UMBB
Mme CHERIK. D.	Co-promotrice	UMBB

REMERCIEMENT

Grace à l'aide d'Allah, le clément et le miséricordieux, nous sommes parvenues au terme de notre formation avec, à la clé, ce modeste travail à soumettre à l'appréciation du jury.

Nous tenons à remercier particulièrement **Mme. BOUGHERARA Saliha**, Maitre de conférences à l'université M'Hamed BOUGARA de Boumerdès pour nous avoir proposé ce sujet si intéressant, pour la qualité de son encadrement, pour toutes les connaissances scientifiques, qu'elle nous a transmis, pour son suivi permanent de notre travail et pour les conseils précieux qu'elle nous a apportés. Nous remercions aussi notre Co-promotrice **Mme.CHERIK Dalila**, pour le temps qu'elle a consacré à nous apporter les outils méthodologiques indispensables à la conduite de ce travail.

Son exigence nous a grandement stimulé.

Nos remerciements les plus sincères s'adressent de même au jury pour bien avoir consacré leur temps précieux pour commenter, discuter et juger notre travail.

Nos remerciements à nos enseignants de l'université de Boumerdes, qui nous ont fourni les outils nécessaires à la réussite de nos études universitaires.

Nous tenons à adresser nos plus vifs remerciements à **Mme.BELIZAK Djinet** et **Mme.DAHMANE Yasmina** pour leurs conseils et leurs critiques ont guidé nos réflexions et ont accepté de nous rencontrer et de répondre à nos questions durant nos recherches.

DÉDICACE

Je dédie cet humble travail à : mes **Chers parents** sans leur amour, leurs sacrifices et leurs encouragements, je n'aurais jamais réussi mes études. Je sais très bien, quels que soient les remerciements que je leur adresse, il y en a peu, que Dieu les protégera et leur accordera santé et longue vie. Mes chères sœurs **Hamida, Asiya, Nawel**. Mes chers frères **Ahmed et Oussama**. Et ma chère cousine **Ahlem**, qui est dans la position de ma sœur, à toute la famille **BOUHARAMA**, que Dieu le Tout puissant vous garde et vous procure santé et bonheur.

Une dédicace toute particulière à mon cher **mari** à qui j'exprime mon profond amour, ma gratitude et mon attachement inconditionnel et qui m'a toujours offert le soutien et le confort.

A mes amies **Sabrina, Ikram, Soumia, Selma, Zineb, Houria, Yasmine et Wafa,**

Je ne peux trouver les mots justes et sincères pour vous exprimer mon affection et mes pensées, vous êtes pour moi des sœurs et des amies sur qui je peux compter. En témoignage de l'amitié qui nous unit et des souvenirs de tous les moments que nous avons passés ensemble, je vous dédie ce travail et je vous souhaite une vie pleine de santé et de bonheur.

AMINA

DÉDICACE

Je dédie le présent mémoire :

À celui qui m'a été un soutien et une aide et m'a facilité les difficultés de la vie, à celui qui a éclairé mon chemin avec des conseils, au plus grand cœur et au plus cher Mon Père, que dieu prolonge sa vie.

À celle qui a élevé son statut et fait le paradis sous ses pieds et la première personne à m'accompagner, à celle qui m'a appris qu'avec la patience les souhaits se réalisent et avec la volonté nous faisons des miracles, à laquelle qui m'a rendu mon chemin facile avec les meilleurs prières ma Mère que dieu prolonge sa vie.

À ma sœur **Manel** mon bras droit qui ne me quitte jamais, ma chérie qui a toujours partagé le chemin avec moi, que dieu la protège.

À ma petite sœur adorable **Ouarda**, qui apporte de la joie et de l'amour dans ma vie chaque jour. Etoile brillante qui éclaire notre maison je suis très fière d'elle.

A la prune de mes yeux et un morceau de mon cœur à mon cher frère **Nadji**, que dieu te protège et prenne soin de toi.

À toute ma grande famille « **DROUICHE** et **RAHAL** » qui a toujours partagé avec moi joies et réussites.

A mes chères cousines et meilleurs cousins chacun avec sans nom

Aux chers amis de la vie, à ceux avec qui j'ai partagé les moments les plus sincères, **Yousra** et **Dounia**.

Aux accompagnons de voyage et de chemin avec qui j'ai parcouru un chemin de cinq ans et nous avons partagé en coopération, ma collègue dans ce travail **Amina**, que dieu éclair son chemin et perpétue sa bonté.

Aux amis qui m'ont donné les jours et partagé mes jours d'université avec eux, et ils étaient les meilleurs compagnons **Ikram, Selma, Soumia, Wafa, Yasmine, Zakia, Manel, Asma, Lydia**.

Les chemins de vie continuent, et de notre soutien reste dans la mémoire, à chaque personne que la vie universitaire m'a donnée l'occasion de la rencontrer et à qui m'a donné une lueur d'espoir de continuité.

« A tous ceux que mon cœur a mentionné mais ma plume n'a pas mentionné. »

SABRINA

Liste des abréviations

[NPs] : Les nanoparticules

[NP] : Nanoparticule

[NiO] : Oxyde de Nickel

[Ni] : Nickel

[ISO] : International Organisation for Standardisation

[ANSES] : L'Agence nationale française de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail

[OCDE] : Organisation internationale de coopération et de développement économique

[Fig] : Figure

[UV] : Ultraviolets

[CFC] : Cristallise dans une structure cubique à faces centrées

[FTIR] : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

[IR] : Spectroscopie infrarouge

[MEB] : Microscope électronique à balayage

[EDAX] : Spectroscopie à dispersion d'énergie à rayons X

[DRX] : Diffraction de rayon X

[PDF-ICDD] : Powder Diffraction File - International Center for Diffraction Data

[MET] : Microscopie électronique à transmission.

Liste des tableaux et Figures

Liste des tableaux

Tableau 1 : Classification des nanoparticules en fonction de leur composition chimique	9
Tableau 2 : Quelques propriétés générales de NiO	20
Tableau 3 : Quelques propriétés cristallographiques d'oxyde de Nickel	21
Tableau 4 : Composition chimique des nanoparticules.	43

Listes des figures

Figure 1 : Gamme de tailles des nanoparticules comparées à celles des principales structures chimiques et biologiques	7
Figure 2 : Schéma de principe d'un réacteur de pyrolyse laser	10
Figure 3 : Méthode de Co-précipitation	11
Figure 4 : Schéma de la synthèse solvothermique des NPs d'oxyde métallique	12
Figure 5 : Illustration schématique de la synthèse hydrothermale de nanoparticules.	12
Figure 6 : Étapes impliquées dans le processus sol-gel pour synthétiser	14
Figure 7 : Poudre d'oxyde de Nickel.....	19
Figure 8 : Structure cristallographique a(du Nickel) ,b(d'oxyde de Nickel).....	20
Figure 9 : Structure d'acétate de Nickel.....	30
Figure 10 : Structure d'acide citrique.....	30
Figure 11 : Structure d'éthylène glycols.....	31
Figure 12: Structure d'hydroxyde d'ammonium	31
Figure 13 : Produit nécessaire pour la préparation	32
Figure 14 : Masse d'acétate de nickel	33
Figure 15 : Acétate de Nickel+eau distillit.....	33
Figure 16 : Dissolution de produit.....	33
Figure 17: Mesure de pH.....	33
Figure 18 : Gel « verdâtre ».....	33
Figure 19: Produit première	33
Figure 20 : Diagramme de calcination.....	34
Figure 21: Produit après calcination « oxyde de Nickel »	34
Figure 22 : Lavage des nanoparticules	35
Figure 23 : Les étapes d'élaboration de l'oxyde de Nickel par la méthode sol-gel.....	36
Figure 24 : Schéma synoptique du fonctionnement d'appareil FTIR.....	37
Figure 25 : Schéma synoptique du fonctionnement d'appareil MEB	38

Liste des tableaux et Figures

Figure 26 : Schéma synoptique diffraction des rayons X (DRX)	39
Figure 27 : Spectre IR des nanoparticules.....	41
Figure 28 : Image du MEB d'ensemble des particules préparées.....	42
Figure 29 : Spectre EDAX des nanoparticules.	43
Figure 30 : Diffractogramme des nanoparticules.	44

Table de matière

Table de matière

Remerciement

Dédicace

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Listes des figures

Table de matière

Résumé

Introduction générale.....	2
Chapitre I : Cadre théorique	6
Partie 1 : Généralités sur les nanoparticules.....	6
1. L'introduction.....	6
2. Les nanoparticules.....	7
3. Classification des nanoparticules (NPs) en fonction de leur composition chimique	8
3.1. Les nanoparticules organiques.....	8
3.2. Nanoparticules inorganiques	8
3.2.1. Les métaux	8
3.2.2. Les oxydes métalliques	9
4. Les méthodes d'élaboration des NPs d'oxydes métalliques.....	10
4.1. Méthode de pyrolyse laser	10
4.2. Méthode de Co-précipitation.....	11
4.3. La méthode solvothermale	11
4.4. La méthode hydrothermale.....	12
4.5. La méthode SOL GEL	13
4.5.1. Méthode de « PECHINI ».....	14
4.5.2. Mécanismes réactionnels de la synthèse sol-gel	14
5. Application des nanoparticules	16

Table de matière

5.1. Énergie renouvelable et traitement de l'environnement.....	16
5.2. Alimentation.....	16
5.3. Médecine	17
5.4. Catalyse.....	17
5.5. Crèmes solaires cosmétiques	17
Partie 2 : L'oxyde de Nickel	19
1. Présentation des matériaux.....	19
1.1. Le Nickel (Ni).....	19
1.2. L'oxyde de Nickel (NiO).....	19
2. Les propriétés d'oxyde de nickel (NiO).....	20
2.1. Propriétés structurales de NiO	20
2.2. Propriétés électroniques.....	21
2.3. Propriétés optiques	21
2.4. Propriété de photo catalytique :	22
Chapitre II : Matérielle et méthodes.....	28
1. Introduction	28
2. Verreries	28
3. Produit :	29
3.1. Acétate de Nickel tétra hydraté « $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ » :.....	29
3.2. Acide citrique $\text{H}_3(\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7)\text{H}_2\text{O}$	30
3.3. Ethylène glycols $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$	30
3.4. Hydroxyde d'ammonium NH_4OH	31
3.5. Mesure de pH.....	32
4. L'élaboration de la solution sol-gel.....	32
5. Calcination :	34
6. Lavage des échantillons	35
7. Technique d'analyse expérimentale	37

Table de matière

7.1. Analyse structurale par spectroscopie FTIR.....	37
7.1.1. Principe de fonctionnement de l'appareil FTIR.....	37
7.2. Analyse par microscope électronique à balayage (MEB)	37
7.3. Analyse diffraction des rayons X (DRX ou XRD) :.....	38
Chapitre III : Résultats et Discussions	41
1. Caractérisation par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier.....	41
2. Microscopie électronique à balayage (MEB).....	42
3. Diffraction des rayons X	43
Conclusion générale :	46

Résumé

Résumé :

Les nanoparticules sont l'une des études scientifiques et technologiques les plus en vogue au monde. Dans cette étude, nous avons essayé s'élaborer des nanoparticules d'oxyde de Nickel par la méthode SOL-GEL de PECHINI.

Les nanoparticules ainsi obtenues ont subi diverses analyses et caractérisations par les différentes techniques à savoir : la microscopie électronique à balayage, la transformée de Fourier infrarouge (IRFT), supportant la spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDAX), et la diffraction des rayons X (DRX).

L'analyse a révélé que la poudre synthétisée était constituée de nanoparticules de NiO avec une structure amorphe homogène et que la taille des particules dépend du procédé d'élaboration ou de synthèse utilisé.

Abstract

Nanoparticles are one of the hottest science and technology studies in the world. In this study, the nanoparticles are made of nickel oxide according to PECHINI's SOL-GEL method. Characterization is carried out by various analyses, such as scanning electron microscopy, infrared Fourier transform (IRFT), supporting energy dispersive X-ray spectroscopy (EDAX),) and X-ray diffraction (XRD).

The analysis revealed that the synthesized powder consisted of NiO nanoparticles with a homogeneous amorphous structure and that the particle size depends on the elaboration or synthesis process used.

ملخص

تعد الجسيمات النانوية واحدة من أهم الدراسات العلمية والتكنولوجية في العالم. في هذه الدراسة، حاولنا تطوير جزيئات أكسيد النيكل النانوية بطريقة PECHINI SOL-GEL.

وهكذا خضعت الجسيمات النانوية التي تم الحصول عليها لتحليلات وتوصيفات مختلفة بتقنيات مختلفة، وهي: المسح المجهر الإلكتروني، وتحويل فورييه للأشعة تحت الحمراء (IRFT)، ودعم التحليل الطيفي للأشعة السينية المشتتة للطاقة (EDAX)، والأشعة السينية الانعراجية (XRD).

Résumé

كشف التحليل أن المسحوق المركب يتكون من جزيئات NiO النانوية ذات البنية غير المتبلورة المتجانسة وأن حجم الجسيمات يعتمد على عملية التفصيل أو التوليف المستخدمة.



Introduction générale

Introduction générale

Ces dernières années ont vu l'émergence de la nanotechnologie qui englobe le vaste domaine de l'étude de la synthèse contrôlée, des nouvelles propriétés et des applications multiples de la matière ultra divisée, basée sur des systèmes constitués d'un assemblage d'un très petit nombre d'atomes ou de molécules identiques, appelés agrégats ou aussi clusters. La nanotechnologie va bouleverser notre environnement quotidien dans de très nombreux domaines, comme l'électronique, la communication, l'imagerie, le médical, la chimie, ... [1].

Une nanoparticule est le composant le plus fondamental dans la fabrication d'une nanostructure. Elle est beaucoup plus petite que les objets de la vie quotidienne qui suivent les lois du mouvement de Newton, mais plus grande qu'un atome ou une simple molécule qui sont gouvernés par les lois de la mécanique quantique. La taille d'une nanoparticule est comprise entre 1 et 100nm. Néanmoins, la définition et l'étude d'une nanoparticule dépendent beaucoup de son application spécifique [2].

La méthode Sol-gel est une méthode chimique utilisée pour la synthèse de nanoparticules d'oxyde de nickel. Cette méthode est basée sur la formation d'un gel colloïdal qui est ensuite transformé en nanoparticules d'oxyde de nickel [3]. Les avantages de cette méthode sont la simplicité, la flexibilité et la possibilité de contrôler la taille et la forme des nanoparticules.

Les nanoparticules d'oxyde de nickel sont des particules extrêmement petites. Elles sont utilisées de nombreux domaines, notamment la catalyse, l'électrochimie, le magnétisme, la médecine et l'industrie [4]. Cependant, il est important de noter que se sont dangereuses pour la santé s'il y a une exposition prolongée ou si elles sont inhalées. L'oxyde de nickel est un composé chimique inorganique, de formule NiO. Il est utilisé dans la production de piles et de céramiques.

L'objectif de ce travail consiste à l'élaboration et caractérisation des nanoparticules d'oxyde de nickel par la méthode de Sol-Gel.

Introduction générale

Cette mémoire contient trois chapitres :

Le cadre théorique correspond à un chapitre divisé en deux parties :

Partie (1) consacré à la description des nanoparticules et les méthodes d'élaboration, la classification et domaine d'application, alors que la partie (2) comporte la présentation des matériaux Nickel (Ni) et l'oxyde de Nickel (NiO), ses présentations et propriétés.

Le chapitre 2 a été consacré aux différentes étapes du travail expérimental préparation et analyses (IR, MEB, EDAX, DRX) que nous avons suivi pour atteindre les objectifs de l'étude.

Le chapitre 3 s'intitule sur les différents résultats expérimentaux obtenus grâce à cette étude a également été présentés, analysés et discutés.

À la fin notre recherche termine avec une conclusion générale.

- [1] : Jupille, J., & Khalatbari, A. (2018). La Nanorévolution: Comment les nanotechnologies transforment déjà notre quotidien. La Nanorévolution, 1-152.
- [2] : S. Horikoshi and N. Serpone, —Introduction to Nanoparticles, in Microwaves in Nanoparticle Synthesis, S. Horikoshi and N. Serpone, Eds. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2013, pp. 1–24.
- [3] : Zrikem, K. (2019). Influence du traitement UV et du dopage au lithium sur les propriétés électrochromes de couches minces d'oxyde de nickel préparées par sol-gel (Doctoral dissertation, Bordeaux).
- [4] : Touaitia, A., & MEKHAZNIA, O. (2021). Etude sur le stress oxydatif induit par les nanoparticules d'oxyde de nickel et l'effet protecteur de l'écorce de grenade et du rétama (Doctoral dissertation, Université Larbi Tébessi Tébessa).

A vertical blue decorative bar with a gradient, transitioning from a darker blue at the top to a lighter blue at the bottom, located on the left side of the page.

Chapitre I : Cadre Théorique

Chapitre I : Cadre théorique

Partie 1 : Généralités sur les nanoparticules

1. L'introduction

Les nanotechnologies se sont développées sous l'impulsion, entre autres, du Nobel Richard Feynman, décrit comme « l'homme qui a osé penser petit ». Une nanoparticule (ou particule ultrafine, qualificative surtout usitée en sécurité environnementale, est définie par la norme International Organisation for Standardisation (ISO) comme étant un nano-objet dont les trois dimensions sont à l'échelle nanométrique, c'est-à-dire une particule dont le diamètre nominal est inférieur à 100 nm environ. Une autre définition, plus large, qualifie de « nanoparticule » un assemblage d'atomes dont au moins une des dimensions se situe à l'échelle nanométrique, entre l'Angström, échelle de l'atome et le micromètre ou micron, échelle d'une cellule eucaryote $\approx 10\text{--}100\text{ }\mu\text{m}$, une nanoparticule étant environ 100 000 fois plus petite qu'une cellule humaine moyenne. Les nanotechnologies consistent à fabriquer des matériaux à l'échelle du nanomètre et se sont développées à partir des années 1970 dans les domaines de la physique, de la chimie et des biomatériaux avec des développements en médecine depuis les années 1980. L'Agence nationale française de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail (ANSES) contrôle et encadre l'expansion des nanoparticules dans le domaine de la santé. Les propriétés physiques (température de fusion, dureté, durabilité...) de la matière changent lorsque la taille des objets se rapproche du nanomètre par un effet de surface qui est négligeable pour un matériau macroscopique mais significatif pour un objet nanométrique en rapport avec la fraction des atomes appartenant à la surface. La taille des nanoparticules leur confère des propriétés spécifiques d'intérêt pour un usage en thérapeutique. Une, deux ou trois de leurs dimensions de taille sont dans le domaine nanométrique. Ainsi, les nanotubes ont deux dimensions nanométriques [1].

Plusieurs méthodes physiques et chimiques ont été développées pour synthétiser les NPs. À partir d'oxydes métalliques. La méthode SOL-GEL est largement utilisée en raison de sa simplicité. Ces dernières années, de nombreux chercheurs ont mené des recherches dans le domaine des NPs. En raison de ce besoin, la biosynthèse cible diverses nanoparticules métalliques [2].

2. Les nanoparticules

D'après les définitions de l'organisation internationale de normalisation (ISO) et adoptées, entre autres, par l'organisation internationale de coopération et de développement économique (OCDE), un nanomètre est une unité de mesure métrique qui exprime une grandeur de 10^{-9} mètres. Ce faisant, la nano échelle varie de 1 à 100 nanomètres (nm) (Fig 01).

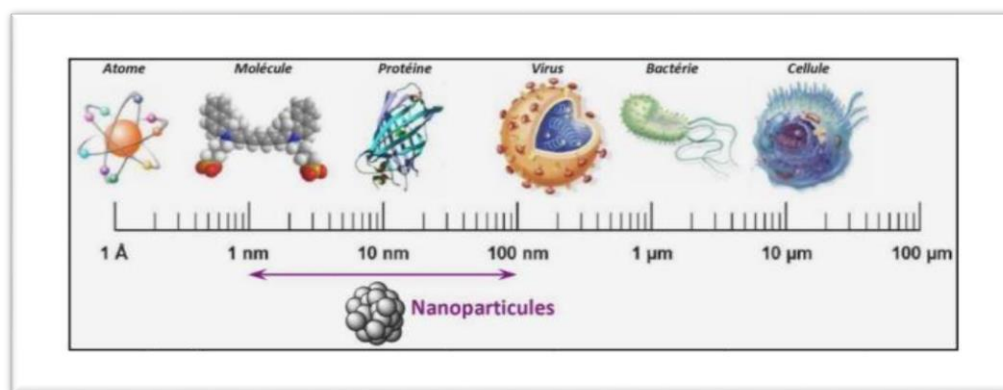


Figure 1 : Gamme de tailles des nanoparticules comparées à celles des principales structures chimiques et biologiques [10]

Un nano-objet possède une, deux ou trois dimensions à la nano échelle [3]. Ceci inclus les nanoparticules (qui ont trois dimensions à la nano-échelle), les nanofibres (qui ont deux dimensions à la nano-échelle) et les nano plaques (qui ont une dimension à la nano-échelle) [4]. Les nanoparticules ont tendance à diffuser et ont un mouvement désordonné en suspension dans un milieu, ce qui fait qu'elles ont une tendance naturelle à s'agglomérer [5]. Un agglomérat de nanoparticules survient si la cohésion d'un groupe de particules est favorisée par des forces de nature électrostatiques. Des particules formant un agglomérat sont considérées comme étant faiblement liées. Par opposition, un agrégat est un ensemble de particules étant fortement liées par des liaisons covalentes, qui ne peuvent pas être séparées facilement [6-9].

La plupart des matériaux à l'échelle du micromètre présentent les mêmes propriétés physiques que le matériau massif, par contre à l'échelle du nanomètre ils peuvent posséder des propriétés physiques distinctement différentes du matériau massif. Les nanoparticules présentent un grand intérêt en raison de leur taille extrêmement petite, ce qui entraîne des différences chimiques et physiques dans leurs propriétés par rapport à l'ensemble de la même composition chimique. Ces différences donnent des caractéristiques spéciales aux nanoparticules [11]. Elles sont donc considérées comme les éléments constitutifs de la prochaine génération dans de nombreux domaines, tels que la chimie, la physique,

l'électronique, la mécanique et la biotechnologie [12].

3. Classification des nanoparticules (NPs) en fonction de leur composition chimique

Il y a une grande variété des NPs et leur nombre ne fera que s'accroître. Ainsi, il faut tenir compte du fait que la classification des nanoparticules est dynamique et évoluera avec le temps. Il y a plusieurs façons de regrouper les NPs en fonction des paramètres comme la taille, la morphologie, la composition chimique, l'uniformité et l'état d'agrégation [13].

3.1. Les nanoparticules organiques

Les nanoparticules organiques bien connues comprennent les dendrimères, les micelles, les liposomes et la ferritine. Ces nanoparticules sont biodégradables et non toxiques, et il existe également des particules telles que les micelles. Les liposomes ont des noyaux creux, également appelés nano-capsules et sont sensibles à la chaleur et à la température, rayonnement électromagnétique, comme la chaleur et la lumière [14]. Ces propriétés uniques en font un produit idéal pour les médicaments. En outre, la capacité de transport du médicament, sa stabilité et son système d'administration Le médicament piégé ou le système de médicament adsorbé détermine sa portée et son efficacité Outre les propriétés habituelles telles que la taille, la composition et la morphologie de surface. La forme la plus connue de matière organique ou les nanoparticules polymères sont des nano-sphères ou des nano-capsules [15].

3.2. Nanoparticules inorganiques

Les nanoparticules inorganiques sont des particules qui ne sont pas constituées de carbone. Elles peuvent être classées en métaux et oxydes métalliques [16].

3.2.1. Les métaux

Des nanoparticules synthétisées à partir de métaux de taille nanométrique Les nanoparticules à base de métal sont formées par des méthodes destructives ou constructives. Les nanoparticules métalliques (or, cuivre, silicium, fer, argent, Nickel etc.) sont couramment utilisées en catalyse, électronique, capteurs, photonique, thérapie environnementale, médecine. Ces dernières ont des propriétés distinctives telles qu'une taille de seulement 10 à 100 nm et la sensibilité aux facteurs environnementaux tels que l'air, l'humidité, la chaleur et la lumière solaire [17].

3.2.2. Les oxydes métalliques

Les nanoparticules à base d'oxyde métallique sont synthétisées pour modifier les propriétés de leurs nanoparticules à base de métal respectif, par exemple des nanoparticules de fer (Fe) s'oxyde instantanément en oxyde de fer (Fe_2O_3) en présence d'oxygène à température ambiante qui augmente sa réactivité par rapport aux nanoparticules de fer. Les nanoparticules d'oxydes métalliques sont synthétisées principalement en raison de leur réactivité et leur efficacité accrue. Les composés couramment synthétisés sont l'oxyde d'aluminium (Al_2O_3), l'oxyde de cérium (CeO_2), l'oxyde de fer (Fe_2O_3), la magnétite (Fe_3O_4), le dioxyde de silicium (SiO_2), l'oxyde de titane (TiO_2), Oxyde de zinc (ZnO). Ces nanoparticules possèdent des propriétés exceptionnelles par rapport à leurs homologues métalliques [18].

Tableau 1 : Classification des nanoparticules en fonction de leur composition chimique [19].

	Matériaux à base de carbone	Matériaux à base de métaux	Dendrimères	Matériaux Composites
Définition	Matériaux à base de carbone qui ont soit une forme sphérique ou tubulaire.	Matériaux ayant un élément chimique métallique.	Polymères assemblés de façon ramifiée et aux cavités intérieures vides.	Matériaux résultant d'une combinaison entre des NPs et un autre matériau à la nano-échelle.
Exemples parmi les plus connus	-Fullerènes -Nanotubes de carbone à simple paroi -Nanotubes de carbone à parois multiples	-Points quantiques -NPs d'or / d'argent -NPs de type "oxyde métal" (dioxyde de zinc ou cérium ou titane)	-On trouvera des dendrimères dont le nombre de générations varie en fonction des couches d'unités répétées. -Chaque dendrimère peut- être couplé à des molécules de surface lui donnant ainsi de nouvelles propriétés.	-NPs de silice mésoporeuses jumelées à du Gadolinium ou Manganèse (pour application liée à imagerie à résonance magnétique).

Il faut également savoir que les particules de taille nanométrique sont présentes de manière abondante dans la nature. Elles sont produites lors de phénomènes naturels tels que les éruptions volcaniques, les feux de forêts, l'érosion, le renouvellement de la peau et des cheveux, etc. La taille de ces NPs peut varier (dimensions allant de 1 à 3000nm de diamètre) [13,20].

4. Les méthodes d'élaboration des NPs d'oxydes métalliques

4.1. Méthode de pyrolyse laser

La pyrolyse laser est une méthode flexible et efficace pour la synthèse de particules de taille nanométrique. Elle se repose sur l'interaction cross-jet de l'émission laser CO_2 et le flux de réactifs. La résonance transfère l'énergie provoquant une augmentation rapide de la température dans la région de la réaction, responsable de produire la décomposition chimique de certaines espèces présentes dans le mélange réactif (précurseurs gazeux ou liquides présents dans le réacteur) (**Fig 02**). Ainsi, l'irradiation de composés organométalliques avec des lasers infrarouges conduit principalement à l'obtention des nanoparticules métalliques. Cette méthode a plusieurs atouts : elle permet la synthèse de grandes quantités des NPs [21].

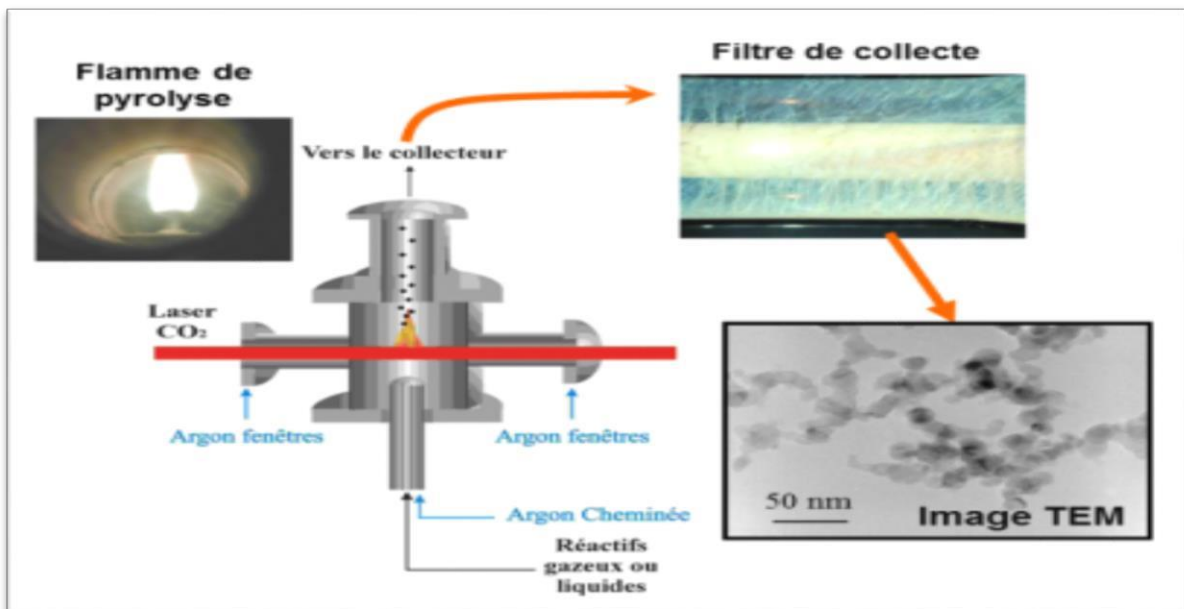


Figure 2 : Schéma de principe d'un réacteur de pyrolyse laser [21].

4.2. Méthode de Co-précipitation

La méthode de Co-sédimentation consiste à sédimenter au moins deux composants métalliques en solution. Le précipité obtenu est lavé, filtré, séché et calciné pour obtenir des oxydes mixtes. La synthèse par Co-précipitation permet la production de précurseurs par précipitation simultanée de deux cations. En utilisant cette méthode, les NPs d'oxyde de Nickel peuvent être produites à partir de sels métalliques tels que le chlorure de sulfate, la (Fig 03) montre toutes les étapes de la procédure [22].

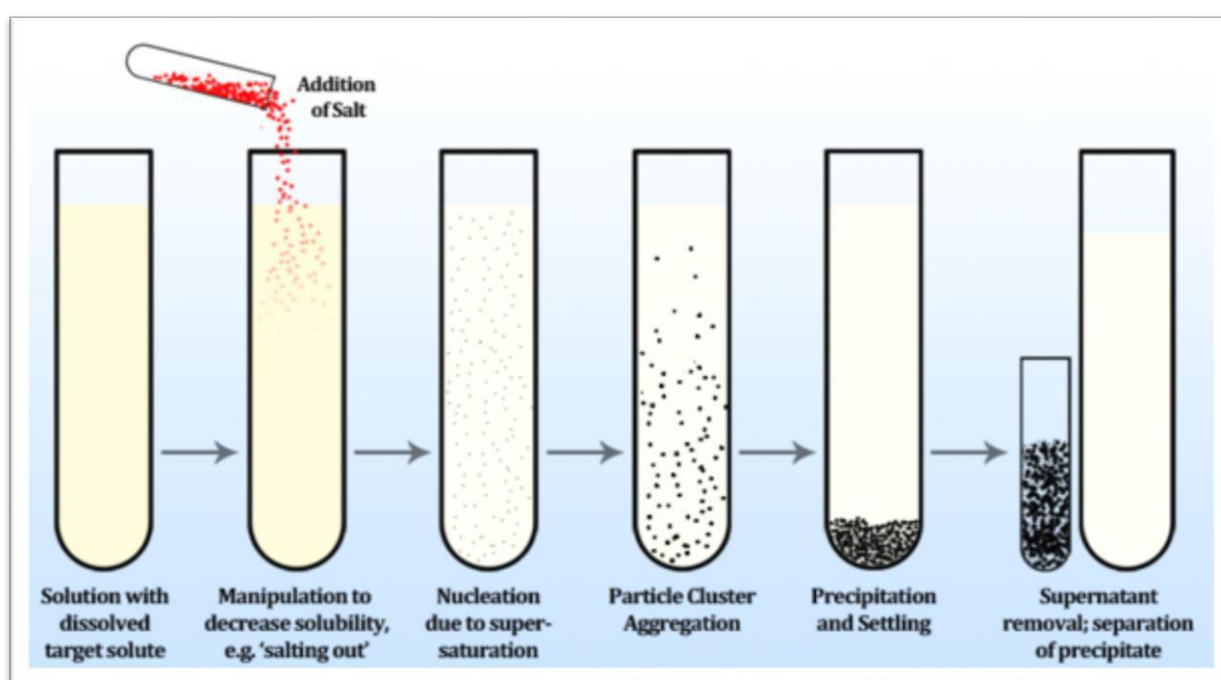


Figure 3 : Méthode de Co-précipitation [23].

4.3. La méthode solvothermale

La méthode Solvothermale conventionnelle met en jeu les mécanismes réactionnels vus précédemment mais à plus haute température et sous pression ($> 0,1$ MPa afin de rester en milieu liquide). Ces techniques permettent de s'affranchir de certaines limitations des méthodes précédentes, tels que le contrôle précis du pH ou l'obtention de matériaux amorphes, tout en permettant un contrôle aisé des tailles morphologiques et l'état d'agrégation des particules. Ces méthodes permettent en outre l'obtention de nanoparticules parfaitement cristallisées sans étape de calcination. Cependant, les techniques

hydrothermales requièrent de longs traitements thermiques (plusieurs heures) en raison de la cinétiques chimiques et cristallisation lentes [24].

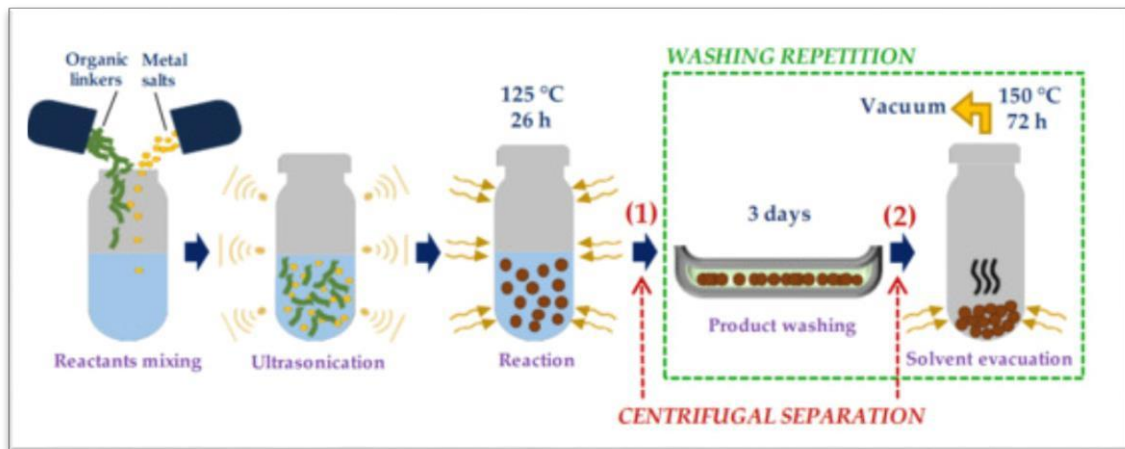


Figure 4 : Schéma de la synthèse solvothermique des NPs d'oxyde métallique [25].

4.4. La méthode hydrothermale

Le processus hydrothermal met en jeu une réaction hétérogène qui requiert la présence des solvants aqueux sous haute pression et à haute température pour la dissolution et la recristallisation des matériaux qui sont relativement insoluble dans les conditions ordinaires. Il s'agit d'un procédé régulièrement utilisé lors de la synthèse des couches avec une composition de phases particulières. Il peut également être utilisé pour la synthèse des nano cristaux, ou pour la conception des matériaux destinés à une application spécifique. La méthode hydrothermale est très importante dans le processus industriel. (**Fig 05**) montre l'utilisation de cette méthode pour préparer des NPs d'oxyde de nickel [26].

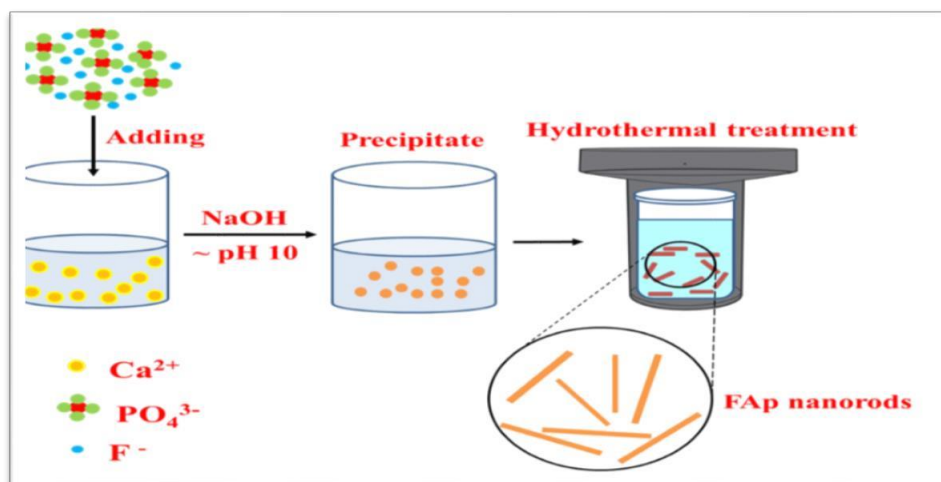


Figure 5 : Illustration schématique de la synthèse hydrothermale de nanoparticules [27].

4.5. La méthode SOL GEL

La méthode sol-gel est une méthode de synthèse de verre, de céramiques ou de matériaux hybrides à partir de précurseurs en solution. C'est une technique de « chimie douce » qui permet de réaliser des poudres ou des gels en plus des couches minces à partir d'empilement des nanoparticules d'oxydes métalliques. L'appellation sol-gel est une contraction des termes « solution-gélification ». Le système est en état liquide avant sa conversion en gel en fonction des paramètres de synthèse ainsi que le degré d'avancement de la réaction.

La technique sol-gel est devenue déployée par un nombre croissant de chercheurs pour l'élaboration de nouveaux matériaux en forme massive, couches minces ou bien fibres. L'élément important de ce procédé est la possibilité qu'il offre pour élaborer des matériaux en gel polymère via une polymérisation de composés organométalliques (alcoxydes métalliques, acétyl-acétonates de métaux, etc...) [28]. Le procédé se base sur deux réactions chimiques : hydrolyse et polycondensation qui aboutissent à une solution colloïdale d'oligomères en suspension appelée « sol ». Ces deux réactions peuvent être contrôlées par l'ajout de catalyseur acide ou basique approprié. Selon la nature des précurseurs moléculaires utilisés, on distingue deux voies de synthèse organique et inorganique [29].

- **Voie inorganique** : le précurseur utilisé est un sel métallique dissous dans une solution aqueuse, cela conduit à des hydrolyses successives, suivies de précipitation par condensation.
- **Voie organique** : La précipitation se produit par le mélange en solution organique d'un précurseur organométallique avec de l'eau ce qui conduit à une succession de réactions d'hydrolyse condensation. Cette voie est la plus utilisée vu la facilité de contrôle de la réaction [30].

Il existe deux méthodes différentes de technique de sol-gel, selon la nature de gel formé où l'on distingue :

- **Particule gel** : c'est un réseau de granules résultant de gélification de grains en suspension.
- **Polymérique gel** : ce sont des chaînes polymériques.

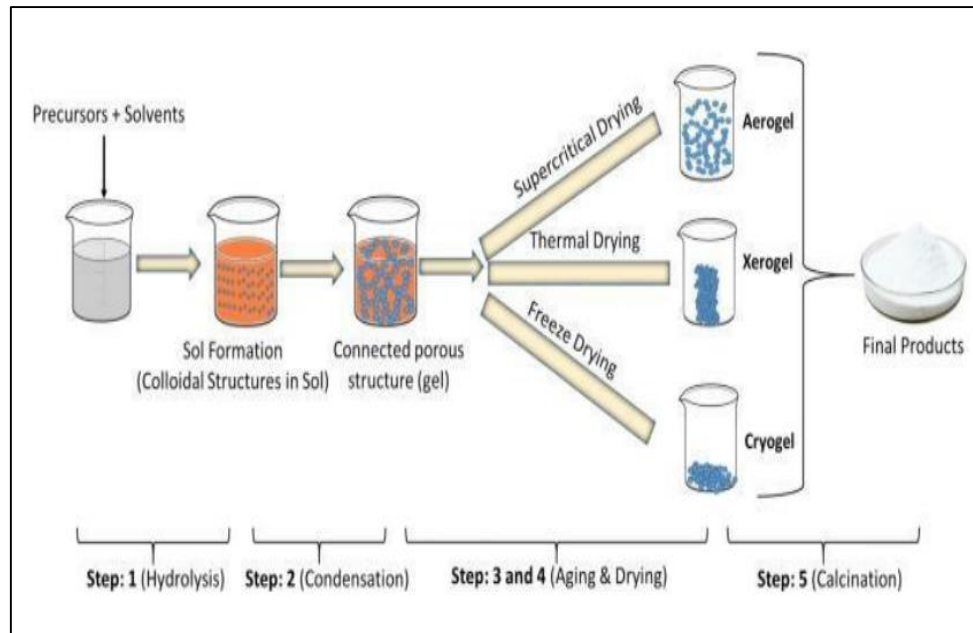


Figure 6 : Étapes impliquées dans le processus sol-gel pour synthétiser [31].

4.5.1. Méthode de « PECHINI »

Une technologie alternative à la méthode sol-gel traditionnelle est la méthode sol-gel modifiée ou le procédé sol-gel modifié. « PECHINI », également appelée méthode complexe polymérisable. Le début de cette technique est le retour sur le brevet "PECHINI" de 1967. Le processus est basé sur la formation de complexes. Les catalyseurs tels que les métaux ou les acides carboxyliques contenant au moins un mélange de groupes hydroxyle (comme l'acide citrique) et de cations métalliques.

Les alcools polyfonctionnels tels que l'éthylène glycol accélèrent la réaction de poly estérification, entraînant la formation de matériaux de type gel contenant des chaînes polymères tridimensionnelles [32].

4.5.2. Mécanismes réactionnels de la synthèse sol-gel

Le mécanisme chimique de transformation se décompose en deux étapes : l'hydrolyse qui correspond à la réaction d'activation et la polymérisation qui est l'étape de croissance des chaînes[33].

a) L'hydrolyse : la réaction d'hydrolyse est fortement accélérée par l'ajout d'un catalyseur, acide ou basique de nature organique ou inorganique [34].

b) La polymérisation :

La polymérisation commence souvent avant que l'hydrolyse ne soit complètement achevée. Le phénomène est complexe car quatre mécanismes (l'alcoxolation, l'oxolation,

l'alcoolation, et l'olation) peuvent être en concurrence pour la polymérisation. Toutefois, dans le cas du silicium seules l'alcoxolation et l'oxolation existent [35].

c) Gélification et structure de gel :

Les solvants et les précurseurs ne réagissent pas entièrement lors des réactions qui conduisent à la gélification. Ainsi, un "squelette" solide en 3D dans une phase liquide se distingue de la phase gel composée de chaînes M-O-M (ou M-OH-M). La phase solide est généralement un sol. La condensation polymérique se produit là où les particules se sont enchevêtrées pour former un réseau tridimensionnel. La température, le pH, la nature du précurseur et du solvant et la concentration des réactifs sont tous des facteurs qui affectent considérablement la structure du gel [36].

d) Influence de PH :

Contrairement au pH basique, un pH acide accélère l'hydrolyse et ralentit la condensation. Ainsi, un pH acide élevé stimule la croissance du réseau et crée une solution polymérique. En utilisant une catalyse acide, une structure ouverte est créée en produisant un « gel polymérique » après gélification. Au lieu de cela, un taux d'hydrolyse bas (pH basique) favorise la nucléation et entraîne la formation d'une solution colloïdale. Contrairement à la catalyse acide, la taille des pores peut être réglée dans la catalyse basique. Le gel colloïdal possède une structure à larges processus (clusters) [37].

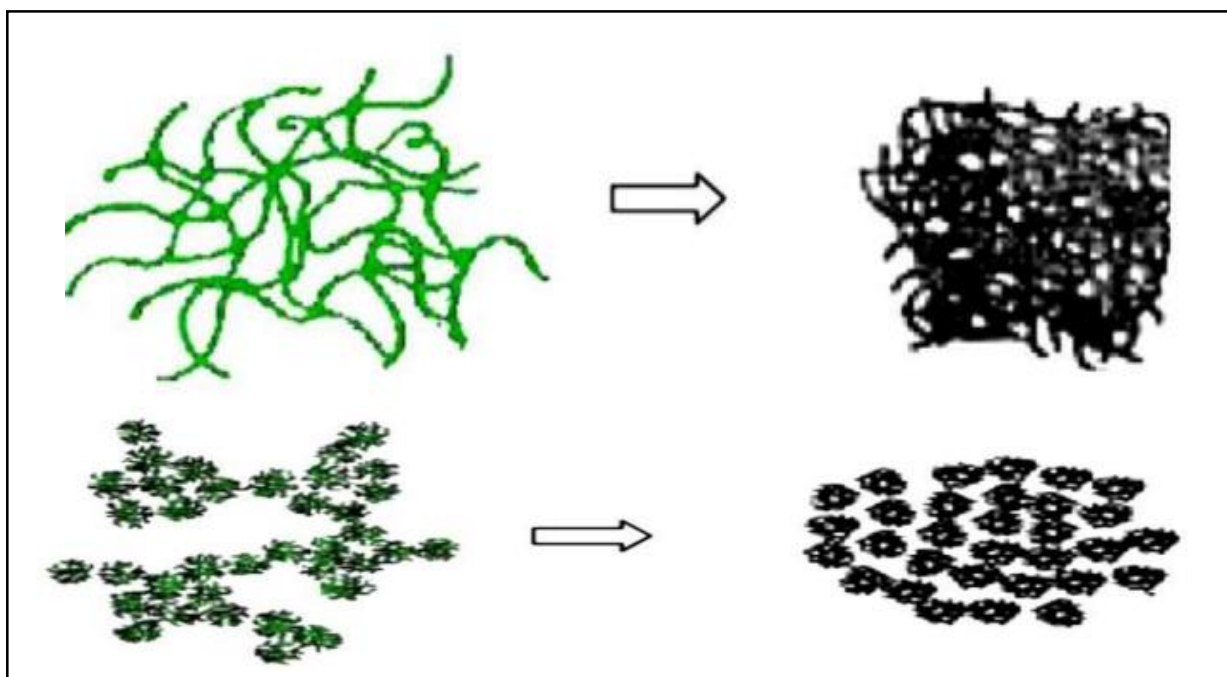


Figure 7 : Formation d'un gel polymérique (pH acide) et d'un gel colloïdal [37]

5. Application des nanoparticules

5.1. Énergie renouvelable et traitement de l'environnement

Les propriétés physiques et chimiques uniques des nanoparticules en font un choix idéal aujourd'hui utilisé dans l'assainissement de l'environnement pour améliorer les performances dans le secteur des énergies renouvelables. Les nanoparticules sont présentes dans la nature elle-même et certaines d'entre elles ont été trouvées pour traiter l'environnement.

La remédiation environnementale à l'aide de nanoparticules ou nanoremédiation est utilisée avec succès pour traiter ou désinfecter l'air, l'eau et le sol depuis plus d'une décennie. Le nano- traitement est l'une des solutions efficaces car il offre un traitement sur site qui élimine le besoin de pomper les eaux souterraines à l'extérieur pour le traitement et le besoin de forage pour atteindre la destination cible. Des nanoparticules sont injectées à l'endroit souhaité et transportées le long du flux d'eau souterraine, désinfectant l'eau en immobilisant les polluants [38].

Le mécanisme général impliqué dans la décontamination est la réaction redox. Les nanoparticules sont utilisées pour traiter les eaux de surface par désinfection, purification et dessalement. Certains polluants sont susceptibles d'être des métaux lourds, des agents pathogènes et des polluants organiques. La marée noire est l'un des problèmes majeurs dans le monde entier car elle peut se propager sur de très longues distances.

Nettoyer avec des méthodes traditionnelles est difficile et prend du temps, ce qui aggrave la situation car ils peuvent se propager davantage. Les nanoparticules sont également utilisées pour nettoyer les déversements de pétrole et se sont avérées être une méthode efficace. La pollution des sols est également une préoccupation croissante. Les sols contaminés sont nettoyés ou traités avec des nanoparticules en injectant des nanoparticules dans des sites cibles spécifiques pour la pollution par les métaux lourds, les déchets industriels toxiques, etc. [39].

5.2. Alimentation

L'amélioration de la production, de la transformation, de la protection et de l'emballage des aliments est obtenue par l'intégration de la nanotechnologie. Par exemple, un revêtement nano-composite dans un procédé d'emballage alimentaire peut introduire directement des substances antimicrobiennes sur la surface du film revêtu. Nous citons aussi ; le côté sensorielle (amélioration de la saveur et de la couleur et modification de la texture),

l'absorption accrue, l'administration ciblée de composés bioactifs nutritifs, la stabilisation d'ingrédients actifs comme les nutraceutiques (aliment) dans les sources alimentaire et l'amélioration des produits pour prolonger la durée de vie des coquilles.

Les NPs sont des éléments importants dans les capteurs pour la sécurité alimentaire et dans les antimicrobiens pour éliminer des microbes pathogènes dans les aliments [40].

5.3. Médecine

La nanotechnologie a amélioré le domaine médical avec des nanoparticules, qui peuvent être utilisées pour administrer des médicaments à des cellules spécifiques. L'utilisation globale et les effets secondaires du médicament se font principalement en mettant la dose requise du médicament là où elle est nécessaire. Cette méthode réduit les coûts et les effets secondaires. Prolifération et réparation des tissus endommagés, ce qui peut être réalisé par la nanotechnologie (ingénierie tissulaire). Les traitements conventionnels tels que les implants artificiels et les greffes d'organes peuvent être remplacés par l'ingénierie tissulaire. Un exemple est les échafaudages de croissance osseuse constitués de nanotubes de carbone [41].

5.4. Catalyse

Les nanoparticules de platine dans les automobiles pots catalytiques car ils réduisent la quantité de platine nécessaire en raison de la très grande surface. Les nanoparticules ont une grande surface, ce qui assure une activité catalytique plus élevée. En raison du grand rapport surface/volume des nanoparticules, elles agissent comme des catalyseurs efficaces dans la production de produits chimiques. Utilisation d'applications critiques Nanoparticules de platine utilisées dans les convertisseurs catalytiques automobiles. Une très grande surface réduit la quantité de platine nécessaire. Les nanoparticules réduisent donc considérablement les coûts et améliorent les performances. Certaines réactions chimiques, telles que la réduction de l'oxyde de nickel en nickel métallique (Ni), sont réalisées à l'aide de nanoparticules [42].

5.5. Crèmes solaires cosmétiques

L'écran solaire conventionnel de protection contre les ultraviolets (UV) manque de stabilité à long terme pendant l'utilisation. Un écran solaire comprenant des nanoparticules telles que le dioxyde de titane offre de nombreux avantages. UV Propriété de protection des nanoparticules d'oxyde de titane et d'oxyde de zinc car elles sont bien visibles. Les rayons UV légers, absorbants et réfléchissants ont trouvé leur place dans certains écrans solaires. Quelques rouges à lèvres utilisent des nanoparticules d'oxyde de fer comme

pigment [43].

Partie 2 : L'oxyde de Nickel

1. Présentation des matériaux

1.1. Le Nickel (Ni)

Le nickel est un élément de transition avec le numéro atomique 28 et le symbole Ni. C'est un solide cristallisé. Sa masse molaire est de 58,69 g/mol et son point d'ébullition sous pression est la température normale est de 2730°C. La densité est de 8,9 g/cm³ non soluble dans l'eau [44]. Il est utilisé dans la production d'aciers spéciaux. Nous le trouvons dans les pièces de monnaie, les outils, les ustensiles de cuisine, les batteries alcalines nickel/cadmium, les pigments minéraux des catalyseurs, le nickelage électrolytique et aussi en chimie organique [45].

1.2. L'oxyde de Nickel (NiO)

L'oxyde de nickel est un composé chimique de formule NiO, il existe dans la nature sous forme d'octaèdres. Cet oxyde se présente généralement sous la forme d'une poudre grise verdâtre suivant le mode de préparation, plus ou moins dense et plus moins noire (**Fig**



08) [46].

Figure 7 : Poudre d'oxyde de Nickel[47] .

L'oxyde de nickel présente un ordre antiferromagnétique qui est lié aux propriétés de symétrie du cristal (structure cubique corps centré, cubique face centré,...etc).Grande stabilité chimique et thermodynamique .très résistant à l'oxydation [42]. Le (**Tableau02**) montre quelques propriétés générales de NiO [43] .

Tableau 2 : Quelques propriétés générales de NiO [42] .

Numéro atomique moyen	18
Masse atomique moyen (g)	27.35
Masse molaire (g/mol)	74.69
Point d'ébullition (°C)	> 2000
Solubilité dans l'eau (mg/L)	1.1 à 20 °C. insoluble
Point de fusion (°C)	1990 – 1960
Enthalpie de formation à 298k	-240 KJ/mole d'atomes
Entropie S0 (JK-1 .mol-1)	38.00

2. Les propriétés d'oxyde de nickel (NiO)

2.1. Propriétés structurales de NiO

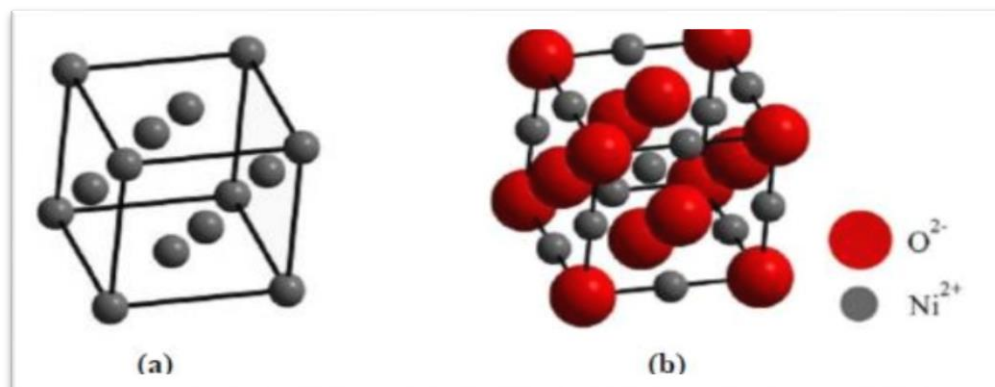


Figure 8 : Structure cristallographique a(du Nickel) ,b(d'oxyde de Nickel).[52]

Le NiO se cristallise dans une structure cubique à faces centrées (CFC) de type NaCl, avec un paramètre de maille d'environ 4,17 Å, soit 18 % plus grand que celui du nickel métallique. Quelques propriétés cristallographiques du NiO sont illustrées dans le **(tableau 03)** [52].

La structure cubique de ce matériau est composée de deux sous réseaux similaires A (sous réseau de l'anion (O^{2-})) et B (sous réseau de cation(Ni^{2+})) qui ont une structure CFC et de telle sorte que tout atome du sous réseau A n'a que des voisins appartenant au sous réseau B et inversement. Les rayons ioniques : $R(Ni^{2+})=0,72$ Å et $R(O^{2-})=1,40$ Å.[52, 53] .

Tableau 3 : *Quelques propriétés cristallographiques d'oxyde de nickel [52].*

Parameter crystalline	a=4.177 Å
Coordination	4
Coordinance	6
Density volumique	6.67 g/cm3

2.2. Propriétés électroniques

Les structures électroniques de Nio :

O: $1S^2 2S^2 2P^4$

Ni: $1S^2 2S^2 2P^6 3S^2 3P^6 3d^8 4S^2$

La propriété magnétique de ce composé est due à l'existence de la bande d. La bande d peut contenir 10 électrons et sa largeur est de l'ordre de 5 eV. Le niveau d'énergie de sous couche électronique 3d (responsable du magnétisme) est légèrement supérieur à celui de la sous couche de conduction 4S [52].

2.3. Propriétés optiques

Le composé NiO est un matériau transparent dans le visible de gap optique direct et sa valeur dans le cas général comprise entre 3,6 et 4 eV [54]. La transmittance est varié entre 40% - 80% et l'indice de réfraction est de l'ordre de 2,33. Il est à noter que les conditions d'élaboration des dépôts influent sur les différentes propriétés de ce matériau (optiques, électriques,...) [55].

Pour comprendre les propriétés optiques de NiO, diverses expériences optiques ont été menées telle que des études photoémissions inverses [56]. Elles ont donné une compréhension très claire de la structure de bande d'un semi-conducteur comme le NiO. Ce sont des bandes d'énergie, dans lesquelles la bande de valence regroupe les niveaux énergétiques occupés par les électrons et la bande de conduction regroupe les niveaux occupés par les électrons libres (les trous). Les deux bandes ne sont pas complètement remplies ce qui favorise le déplacement d'électrons dans la bande de conduction et déplacement de trous dans la bande de valence [57].

2.4. Propriété de photo catalytique :

De nombreuses études sur le thème de la pollution de l'environnement ont montré la grande efficacité des photocatalyseurs pour éliminer de nombreux polluants, en particulier les polluants organiques. La photocatalyse est la substance qui provoque certaines réactions avec la lumière. Tout comme la chlorophylle dans la photosynthèse [58]. Les photocatalyses les plus utilisés, parce qu'ils sont efficaces et moins chères, sont les oxydes métalliques comme l'oxyde de nickel. NiO un semi-conducteur de type p, très important en raison de ses larges applications dans les dispositifs photovoltaïques. Sa large bande interdite de 3,25 à 4,0 eV lui permet de jouer un rôle critique dans le processus de photocatalyse, qui est une méthode efficace et économique pour décomposer les composés organiques polluants [59].

- [1] : Valentin Calugaru, Nicolas Magné, Joel Hérault, Sylvie Bonvalot, Christophe Le Tourneau, Juliette Thariat, Nanoparticules et radiothérapie, Bulletin du Cancer, Volume 102, Issue 1, 2015, Pages 83-91, ISSN 0007-4551,
- [2] : Saranyaadevi, K., et al. "Synthesis and characterization of copper nanoparticle using Capparis zeylanica leaf extract." Int J Chem Tech Res 6.10 (2014): 4533-4541.
- [3] : David Gonsalves a soutenu une thèse Pour obtenir Docteur en philosophie (PhD) En biologie sur les propriétés des propriétés inflammatoires et Effets sur les nanoparticules de type neutrophile oxyde métallique et fullerenols. Université du Québec INRS-Institut Armand Frappier, 2015.
- [4] : International Organisation for Standardization (2008) Nanotechnologies -- Terminology and definitions for nano-objects -- Nanoparticle, nanofibre and nanoplate. Édit Standardization IOF).
- [5] : Ostiguy C (2006) IRSST-Les effets à la santé reliés aux nanoparticules (institut de Recherche Robert-Sauvé en santé et sécurité au travail Montréal), p 55.
- [6] : AFFSET (2008) Les nanomatériaux effets sur la santé de l'homme et sur l'environnement. (Agence Française de sécurité sanitaire de l'environnement et du travail (AFSSET)), p 248pp
- [7] : Johnston HJ, Hutchison GR, Christensen FM, Peters S, Hankin S & Stone V (2009) Identification of the mechanisms that drive the toxicity of TiO₂ particulates: the contribution of physicochemical characteristics. Particle and fibre toxicology 6:33.
- [8] : Oberdorster G, Stone V & Donaldson K (2007) Toxicology of nanoparticles: A historical perspective. Nanotoxicology 1(1):2-25.
- [9] : Witschger O. FJF (2005) Particules ultra-fines et santé au travail 1. Caractéristiques et effets potentiels sur la santé,. (INRS, Département Métrologie des polluants), p page 27.
- [10] : OMAIERI .D et GHARNAOUT .S , Elaboration et caractérisations des nanoparticules d'oxyde de nickel (Faculté de Technologie Département Génie Des Procèdes). page 05
- [11] : Iravani.S, (2011) « Green synthesis of metal nanoparticles using plants » Green Chem, 13, 2638-2650.

- [12] : Chuang. H.Y, Chen, D.H, (2011) « Fabrication and photoelectrochemical study of Ag and TiO₂ nanoparticle thin film electrode » International Journal of Hydrogen Energy 36, 9487-9495.
- [13] : Buzea C, Pacheco I & Robbie K (2007) Nanomaterials and nanoparticles: Sources and toxicity. Biointerphases 2(4):MR17-MR71.
- [14] : Tiwari D K, Behari J and Sen P 2008 Application of Nanoparticles in Waste Water Treatment 3 417–33
- [15] : Mansha, M., et al. Synthesis, Characterization and VisibleLight-Driven Photoelectrochemical Hydrogen Evolution Reaction of Carbazole-Containing Conjugated Polymers. Int. J. Hydrogen Energy 2017, 42 (16), 10952– 10961.
- [16] : Singh. Ashok K, (2016) «Engineered Nanoparticles: structure, properties and mechanisms of toxicity » Elsevier Inc, pp 3-7.
- [17] : Salavati-niasari. M, Davar. F, Mir. N , (2008) « Synthesis and characterization of metallic copper nanoparticles via thermal decomposition » Polyhedron 27 , 3514-3518.
- [18] : Tai C Y, Tai C, Chang M and Liu H 2007 Synthesis of Magnesium Hydroxide and Oxide Nanoparticles Using a Spinning Disk Reactor 5536–41
- [19] : EPA-Nanotechnology-White-Paper (2007) Nanotechnology White Paper. Édit (Epa) USEPAWashington), p 120p.
- [20] : Taylor DA (2002) Dust in the wind. Environ Health Perspect 110(2):A80-87. The Royal Society and The Royal Academy of engineering (2004) Nanoscience and nanotechnologies: opportunities and uncertainties.), p 127p.
- [21] :Nathalie Herlin-Boime, Yann Leconte, Dominique Porterat, CÈcile Reynaud et Olivier Sublemontier 2008-mars-317-p.14
- [22] : BOUKECHOUR .S , Elaboration des poudres à base d'oxyde de zinc et d'oxyde d'étain dopés et purs, Université de Jijel Mohamed Saddik BEN YAHIA, p 12
- [23] : P. Sreenivasula global college of engineering & technology. [Engineering Physics.] Unit –VIII : Nano-materials.
- [24] : Sahu, K. K. Nanda and S. N. Photoluminescence of CdS nanocrystals:. effect of ageing Solid State Communications. (1999)671, Vol. III,

- [25] :Kamal, K.; Bustam, M.A.; Ismail, M.; Grekov, D.; Mohd Shariff, A.; Pré, P. Optimization of Washing Processes in Solvothermal Synthesis of Nickel-Based MOF-74. *Materials* 2020, 13, 2741.
- [26] : Morgane Pellerin. Elaboration de nanoparticules à luminescence persistante pour l'imagerie optique dans le domaine du visible et du proche infrarouge. Matériaux. Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2017. Français. ffNNT : 2017PA066537ff. fftel-01891219f
- [27] : Synthesis of NIR Emitting Rare Earth Doped Fluorapatite Nanoparticles for Bioimaging Applications July 2019 Current Physical Chemistry 09(2) DOI:[10.2174/1877946809666190708131511](https://doi.org/10.2174/1877946809666190708131511) License [CC BY 4.0](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/)
- [28] : Díaz-Parralejo A., Macías-García A., Sánchez-González J., Díaz-Díez M.A., Cuerda-Correa E.M, *Surface & Coatings Technology* 204 (2010) 2257–2261
- [29] : L. L. Hench, J. K. West. The sol-gel process,. *Chem. ReV*, . 90(1990) 33.
- [30] : J, *Encyclopaedia of Inorganic Chemistry*, R. Bruce King,
- [31] : Parashar, M., Shukla, V. K., & Singh, R. (2020). Metal oxides nanoparticles via sol–gel method: a review on synthesis, characterization and applications. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 31(5), 3729-3749.
- [32] : Kang, Eun-Hee, et al. "Photoluminescence characteristics of Sr₃SiO₅: Eu²⁺ yellow phosphors synthesized by solid-state method and pechini process." *Journal of The Electrochemical Society* 158.11 (2011): J330.
- [33] : Clearfield, A. In *Progress in Inorganic Chemistry*; Karlin, K. D. Ed.; Wiley: New York, 1998, Vol. 47, pp 371-510.
- [34] : Brinker, C.J, Scherer, G.W,. *Sol-Gel Science. The Physics and Chemistry of Sol-Gel processing*,. Academic Press, , (1990).
- [35] : Sébastien Sallard. Etudes électrochimiques de cinétiques de polycondensation sol-gel et de la fractalité des xérogels. Autre. École normale supérieure de Cachan - ENS Cachan, 2004. Français. ffNNT : ff. fftel-00133730
- [36] : Growth and optical properties of semiconductor nanocrystals in a glass matrix, *Journal of luminescence*, 1.

- [37]Ekimov, A. "Growth and optical properties of semiconductor nanocrystals in a glass matrix." *Journal of luminescence* 70.1-6 (1996): 1-20.
- [38] : Ealias.A.M , Saravanakumar.M. P, (2017) « A review on the classification, characterization,synthese of nanoparticles and their application » IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 263, 032019.
- [39]Shukla, Ashutosh Kumar, and Siavash Iravani. "Green synthesis and spectroscopic characterization of nanoparticles." *Nanoscience in Food and Agriculture* 1. Springer, Cham, 2016. 65-99.
- [40] Crooks. R .M, Zhao .M, Sun. L .I, Chechik .V and Yeung. L .K, (2001) « Dendrimer Encapsulated Metal Nanoparticles : Synthesis , Characterization , and Applications to Catalysis » *Accounts of Chemical Research* 34,181-190.
- [41] Nivesh Krishna.R , Gayathri.R, Vishnu .P, (2017) « Nanoparticles and Their Applications – A Review » *J. Pharm. Sci. & Res.* Vol. 9(1), 24-27 .
- [42] : S Anu Mary Ealia and M P Saravanakumar 2017 IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 263 032019
- [43] : Shukla, Ashutosh Kumar, and Siavash Iravani. "Green synthesis and spectroscopic characterization of nanoparticles." *Nanoscience in Food and Agriculture* 1. Springer, Cham, 2016. 65-99.
- [44] : H. Benzarouk, Synthèse d'un oxyde transparent conducteur (OTC) par pulvérisation chimique (ZnO, NiO), Mémoire de magister, université badji mokhtar, Annaba.
- [45] : Alleman, L. Y., Lamaison, L., Perdrix, E., Robache, A., & Galloo, J. C. (2010). PM10 metal concentrations and source identification using positive matrix factorization and wind sectoring in aFrench industrial zone. *Atmospheric Research*, 96(4), 612-625
- [46] : S. Kemache, « Élaboration et caractérisation de couches minces de $Ni_{1-x}Zn_xO$ », Mémoire de master, Université Larbi Tébéssi-Tébessa (2014).

- [47] : S. Awamat, « Adaptation d'un réacteur plasma basse pression de dépôt pour la synthèse d'oxydes soumis à de hautes températures. Application aux piles à combustibles type SOFC et aux barrières thermiques », Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie, Paris VI (2008).
- [48] : H. Benzarouk, Synthèse d'un oxyde transparent conducteur (OTC) par pulvérisation chimique (ZnO, NiO), Mémoire de magister, université badji mokhtar, Annaba.
- [49] : [Maurice Gerl. Jean – paul ISSI, traite des materiaux Tome8presses polytechniques et Universitaires romondes
- [50] : S. Kemache, « Élaboration et caractérisation de couches minces de $\text{Ni}_{1-x}\text{Zn}_x\text{O}$ », Mémoire de master, Université Larbi Tébessi-Tébessa (2014).
- [51] : S. Awamat, « Adaptation d'un réacteur plasma basse pression de dépôt pour la synthèse d'oxydes soumis à de hautes températures. Application aux piles à combustibles type SOFC et aux barrières thermiques », Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie, Paris VI (2008).
- [52] : H. Benzarouk, Mémoire de magister, Université Badji Mokhtar. Annaba (Algérie) 2008
- [53] : S. Stanescu, Thèse de Doctorat, Université Louis Pasteur – Strasbourg I(France) 2002.
- [54] : M. Mena, Mémoire de master, Université Larbi Tébessi de Tébessa (Algérie) 2015.
- [55] :H.L.Chen, Y.M.Lu, W.S.Hwang , Thin Solid Films ,2006,498, 1-2, 266-270,
- [56] : Newman, R., & Chrenko, R. M. (1959). Optical properties of nickel oxide. Physical Review, 114(6), 1507
- [57] :Sawatzky, G. A., & Allen, J. W. Magnitude and origin of the band gap in NiO. Physical review letters, 53(24), 2339 (1984).
- [58] : Blizak, D., Remli, S., Blizak, S., Bouchenak, O., & Yahiaoui, K. (2021). NiO thin films for environmental photocatalytic applications: a review. Algerian Journal of Environmental Science and Technology, 7(2).
- [59] : Sabouri, Z., Rangrazi, A., Amiri, M. S., Khatami, M., & Darroudi, M. (2021). Green synthesis of nickel oxide nanoparticles using *Salvia hispanica* L.(chia) seeds extract and studies

of their photocatalytic activity and cytotoxicity effects. *Bioprocess and Biosystems Engineering*, 44(11), 2407-2415.

A vertical blue decorative bar with a gradient, transitioning from a darker blue at the top to a lighter blue at the bottom, located on the left side of the page.

Chapitre II :

Matérielles et méthodes

1. Introduction

Le procédé sol-gel ou méthode de «PECHINI » est une technique de synthèse chimique qui permet de former un solide à travers un gel à partir d'une solution liquide (sol). Cette méthode est largement utilisée pour la synthèse de nanoparticules en raison de son faible coût, de sa simplicité et de sa capacité à contrôler la taille et la forme des particules. Le travail proprement dit se déroule en plusieurs étapes, dont la préparation de la solution de nitrate de nickel, la formation du gel de précurseur de nickel, la calcination du gel et enfin la caractérisation des nanoparticules résultantes.

2. Verreries

Les verreries utilisant pendant le travail :



Bécher 500 ml



barreaux magnétique



spatule



Papier ph



pipette graduée



thermomètre



Ver de montre



Plaque agitatrice chauffante



balance analytique



Etuve



Four a moufle



montage filtration sous vide

3. Produit :

- Acétate de nickel tétra hydraté $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
- Acide citrique $\text{H}_3(\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7)\text{H}_2\text{O}$
- Ethylène glycol $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$
- Hydroxyde d'ammoniac NH_4OH
- L'Eau distillait H_2O

3.1. Acétate de Nickel tétra hydraté « $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ » :

L'acétate de nickel tétra hydraté est un composé chimique avec la formule chimique $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. Il s'agit d'un sel de nickel anhydre cristallin, qui se présente sous forme de cristaux incolores ou verts pâles. Il est soluble dans l'eau et l'alcool, mais insoluble dans les solvants organiques courants. L'acétate de nickel tétra hydraté est souvent utilisé comme précurseur dans des synthèses chimiques pour produire des composés de nickel complexes.

Il a également des applications en électrolyse, en galvanoplastie, en catalyse et dans l'industrie du verre [1-3].



Figure 9 : *structure d'acétate de Nickel*

3.2. Acide citrique $H_3(C_6H_5O_7)H_2O$

L'acide citrique est un acide organique naturellement présent dans les agrumes tels que les citrons et les oranges. Il est utilisé dans l'industrie alimentaire comme conservateur, acidulant et exhausteur de goût. Il est également utilisé comme antioxydant et ajusteur de pH dans les industries pharmaceutiques et cosmétiques. L'acide citrique est également utilisé pour le nettoyage afin d'éliminer la saleté et la rouille [4].



Figure 10 : *structure d'acide citrique*

3.3. Ethylène glycols $C_2H_6O_2$

L'éthylène glycol est un composé organique incolore, inodore et au goût sucré de formule chimique $C_2H_6O_2$. Il est largement utilisé comme solvant industriel et antigel, en particulier dans les systèmes de radiateurs de voiture. Il est également utilisé dans la production de fibres et de résines de polyester et comme composant de certains liquides de frein et fluides hydrauliques [5].

Cependant, l'éthylène glycol est hautement toxique lorsqu'il est ingéré et peut provoquer des maladies graves et la mort. Par conséquent, il est important de manipuler et d'éliminer correctement l'éthylène glycol [6].

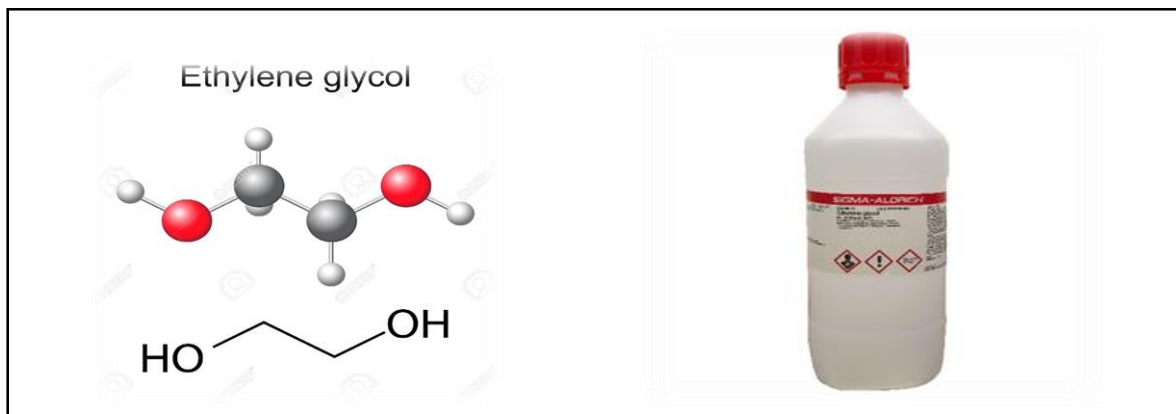


Figure 11 : structure d'éthylène glycols

3.4. Hydroxyde d'ammonium NH_4OH

L'hydroxyde d'ammonium (de formule chimique NH_4OH ou $NH_3.H_2O$) communément appelée ammoniaque ou alcali est un gaz d'ammoniac (NH_3) dissout dans l'eau. Le gaz ammoniac NH_3 est fabriqué quasi exclusivement par le procédé Haber-Bosch à partir des éléments d'hydrogène et d'azote. Mis en solution il réagit partiellement avec l'eau pour former l'hydroxyde d'ammonium.

On retrouve l'ammoniac à l'état naturel sous forme gazeuse dans notre corps et dans l'environnement. Cependant en forte quantité, il peut être nocif [8].

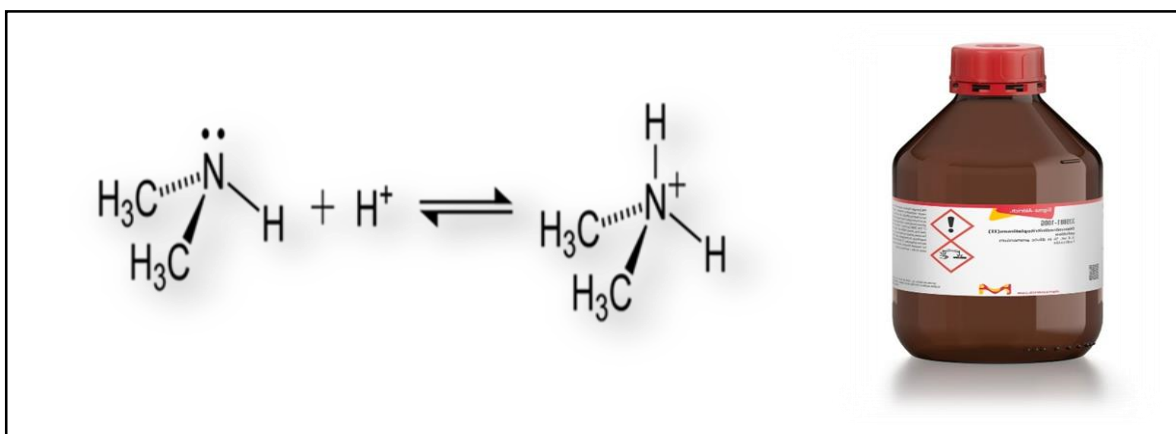


Figure 12: structure d'hydroxyde d'ammonium

3.5. Mesure de pH

Le pH est une grandeur sans unité. Un indice qui permet de mesurer l'activité de l'ion hydrogène dans une solution. L'eau pure contient des quantités égales d'ions hydronium H_3O^+ et hydroxyde HO^- , quoique dans de très petites proportions. Elle est neutre. En effet, le pH d'un milieu particulier est fonction de la concentration en ions hydronium. Obtenu à partir de la relation $pH = -\log [H_3O^+]$. Par conséquent, les milieux acides contiennent plus d'ions hydroniums que l'eau pure. D'autre part, les milieux basiques contiennent plus d'ions hydroxyde que l'eau pure [9].

4. L'élaboration de la solution sol-gel

Pour la préparation de la solution sol-gel on prend une masse d'acétate de Nickel $[(CH_3COO)_2Ni \cdot 4H_2O]$ à l'aide d'une balance sensible, dans un bécher compléter avec l'eau distillé à 100 ml pour obtenir une concentration de 0.1M. placer le bécher ensuite sur un l'agitateur magnétique à température ambiante jusqu'à la poudre se dissolvent.

On ajoute un volume d'acide citrique $[H_3(C_6H_5O_7)H_2O]$, ajouter après un volume d'éthylène glycol $[C_2H_6O_7]$ en petite quantité pour faciliter l'intégration dans la solution. A l'aide d'hydroxyde d'ammonium $[NH_4OH]$ ajuster le pH=8 (goutte à goutte). Augmenter la température à 80°C et laisser agiter pour obtenir le gel (verdâtre).

Déposer le gel dans un boîte à pétrir en verre et laisser le sécher dans une étuve à 100°C pendant 24 h afin d'évaporer les solvants les plus volatils et obtenir un « **xérogel** ».

Après le séchage, l'échantillon se broyé manuellement dans un mortier pour obtenir un produit primaire homogène comme indiqué sur la figure. Qui est prêt pour la tour d'un suivi traitement thermique (calcination).

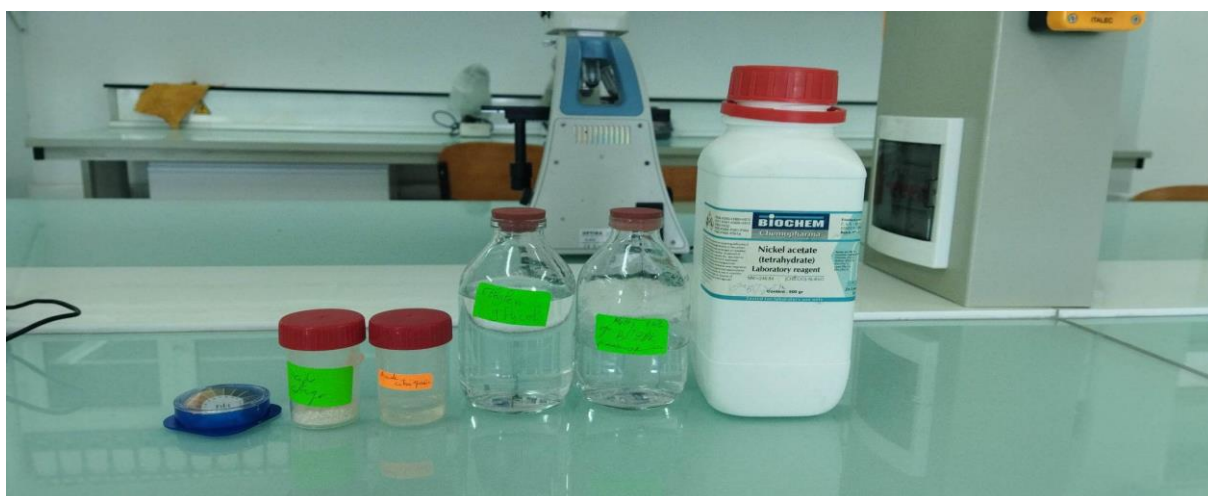


Figure 13 : Produit nécessaire pour la préparation

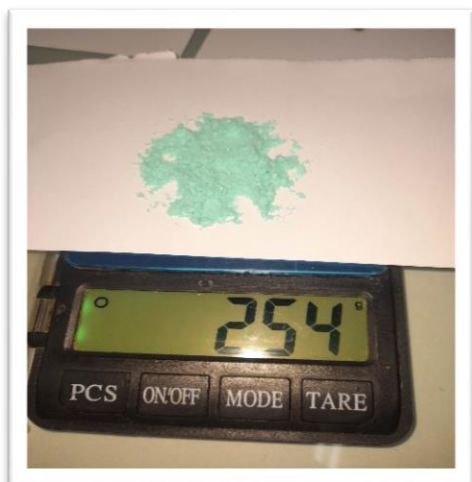


Figure 14 : Masse d'acétate de nickel



Figure 15 : Acétate de Nickel+eau distéllit



Figure 16 : Dissolution de produit



Figure 17: Mesure de pH



Figure 18 : Gel « verdâtre »



Figure 19: Produit première

5. Calcination :

Le processus de calcination consiste en une décomposition thermique de la matière première à des températures allant de 500 à 1000 °C sous un courant continu de gaz inerte (l'azote par exemple) afin d'éviter sa combustion. Ce traitement s'effectuant sans agent chimique entraîne l'élimination, sous forme de gaz volatils, des hétéroatomes (N, H, O, S) contenus dans la matière première.

Dans le but d'élimination de carbone C du produit primaire on le met dans un four a moufle suit un diagramme de température en fonction de temps étudier tel que la (**Fig20**) .

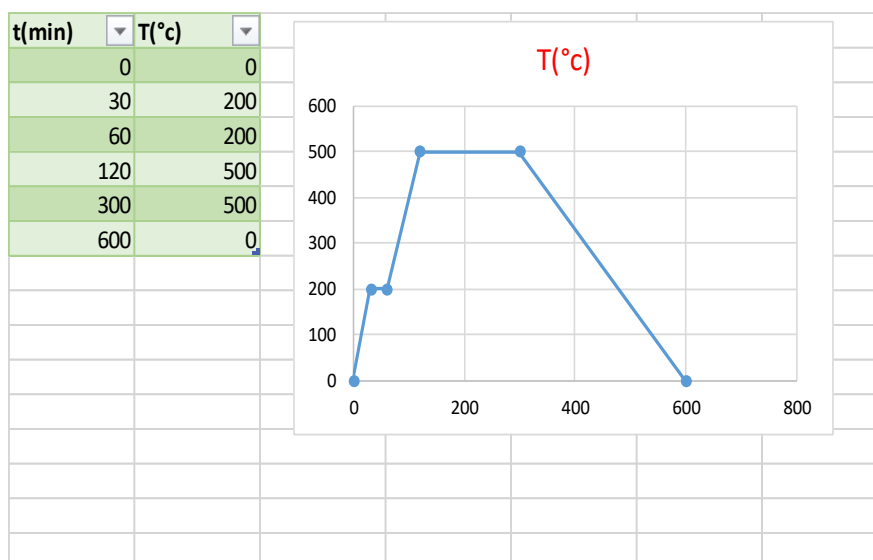


Figure 20 : Diagramme de calcination

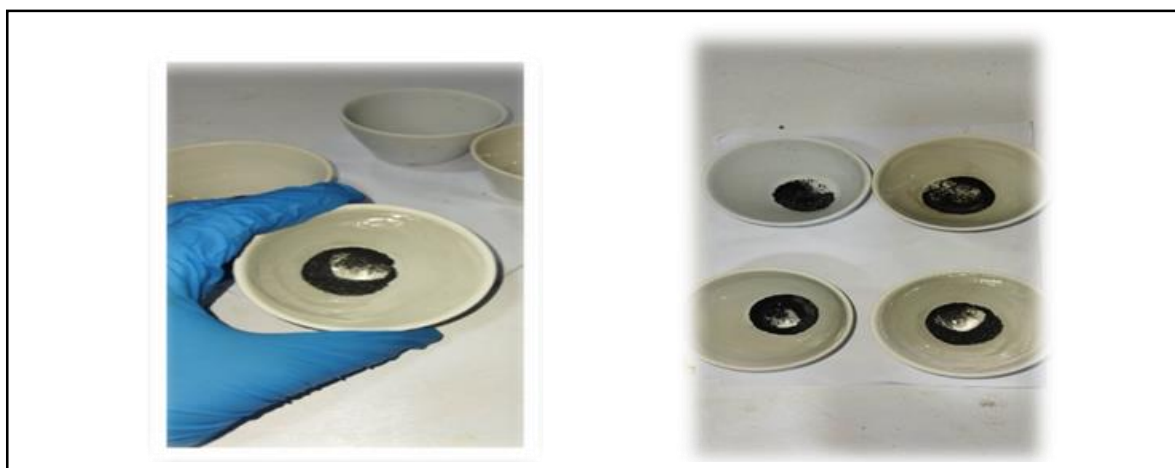


Figure 21: Produit après calcination « oxyde de Nickel »

6. Lavage des échantillons

Pour le lavage d'échantillon à l'aide d'une distillation sous vide, on met l'échantillon dans entonnoir est se laver plusieurs fois avec l'eau distillait et à la fin avec une solution déjà préparer contient 10ml d'éthanol et 40ml d'eau distillait était préparer dans une fiole jugée de 50 ml. Après on met l'échantillon dans un montre en ver pour le séchage qui fait dans étuve de séchage à 100°C pendant 2H.

Après toutes les étapes, on considérant que les nanoparticules d'oxyde de nickel et prêt pour les analyses.

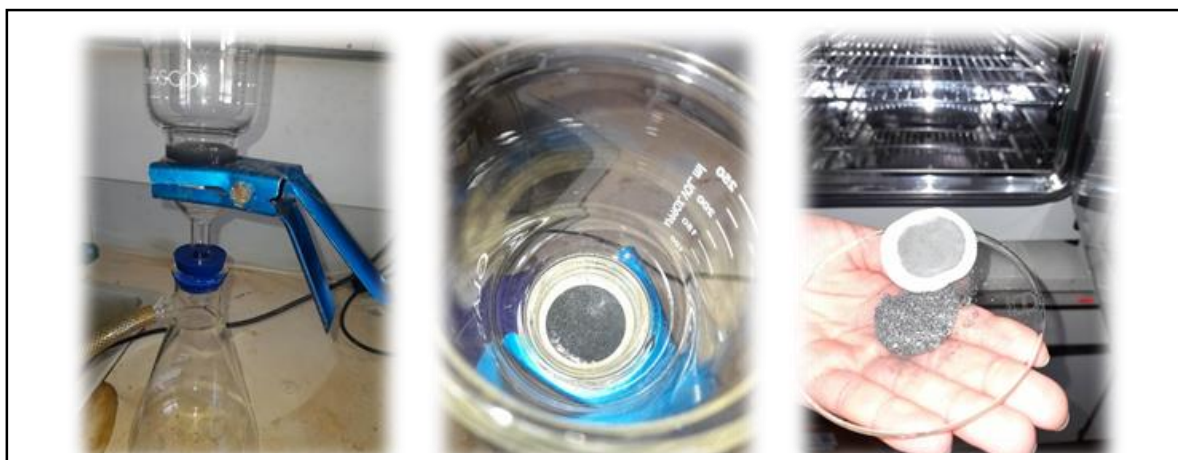


Figure 22 : Lavage des nanoparticules

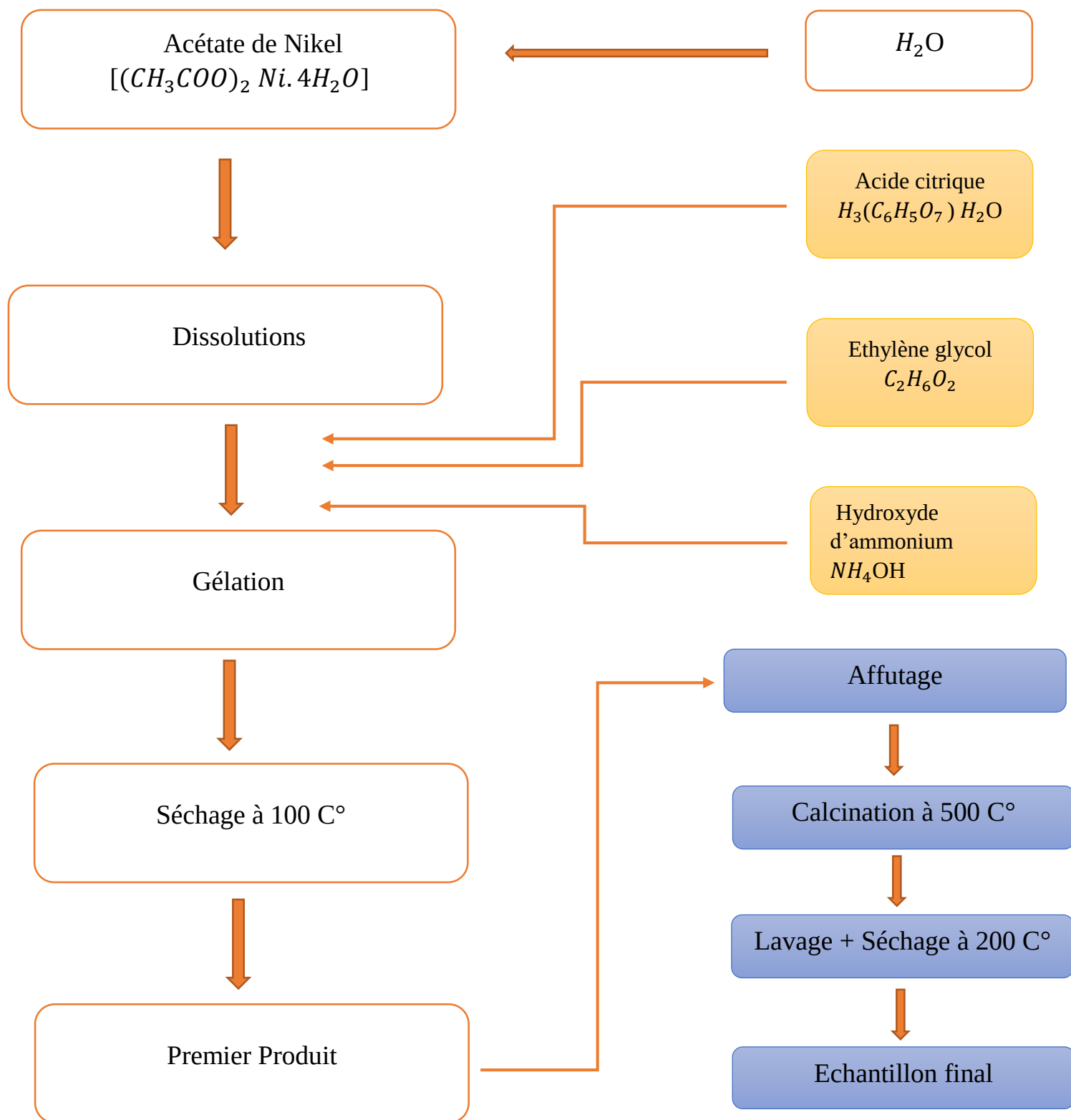


Figure 23 : Les étapes d'élaboration de l'oxyde de Nickel par la méthode sol-gel

7. Technique d'analyse expérimentale

7.1. Analyse structurale par spectroscopie FTIR

La spectroscopie infrarouge appelé en anglais (FTIR) Fourier Transformed Infrared Spectroscopy, est une technique de mesure basée sur l'analyse d'un rayonnement infrarouge à travers l'échantillon. Elle permet via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer une topographie des fonctions chimiques présentes dans le matériau. L'appareil émet un rayonnement sur une plage de longueur d'onde (infrarouge). Le domaine infrarouge traité par l'instrument de mesure est en longueur d'onde de 4000 à 400 cm^{-1} . Quand la longueur d'onde (énergie des photons) avoisine l'énergie de vibration ou d'absorption des molécules présentes dans l'échantillon, une partie du rayonnement lumineux est absorbée [10-11].

7.1.1. Principe de fonctionnement de l'appareil FTIR

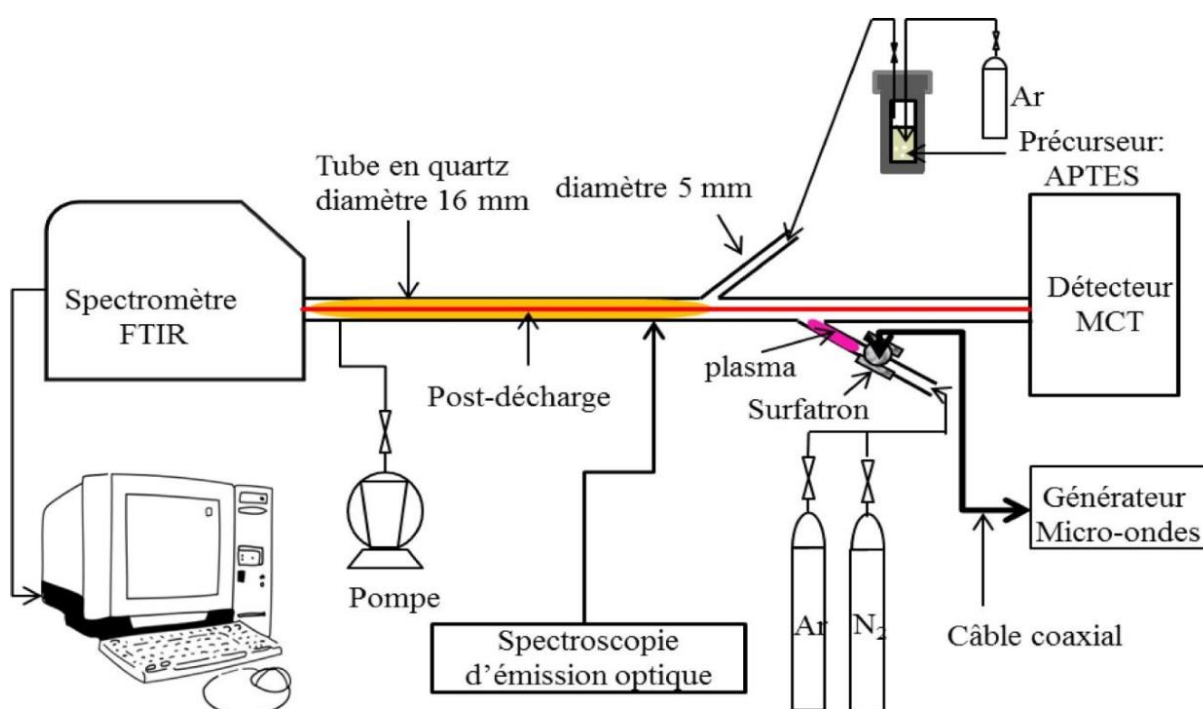


Figure 24 : Schéma synoptique du fonctionnement d'appareil FTIR

7.2. Analyse par microscope électronique à balayage (MEB)

La technique de microscopie électronique basée sur le principe des interactions électrons-matière, capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon. Cet instrument permet de fournir rapidement des informations sur la morphologie et la composition élémentaire des solides. La facilité d'utilisation exceptionnelle du MEB, sa

flexibilité pour visualiser une grande variété de champs étendus sur de grands échantillons et sa grande profondeur de champ en font un outil indispensable pour explorer le monde de la microscopie [14-15].

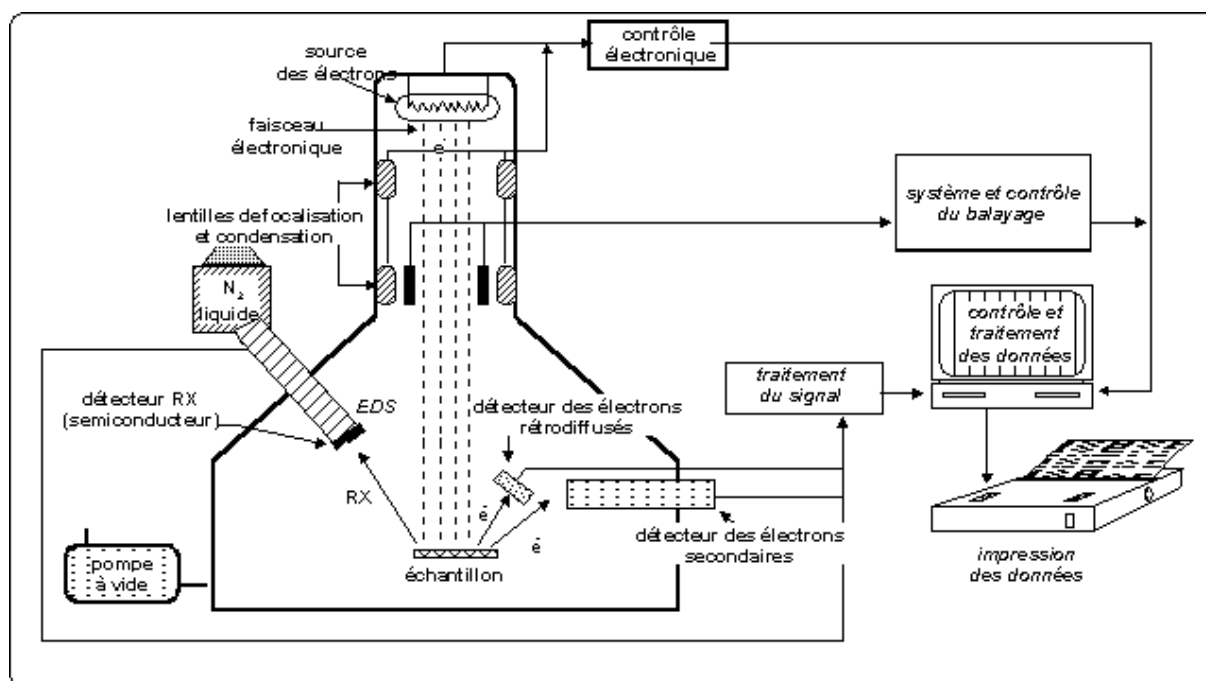


Figure 25 : Schéma synoptique du fonctionnement d'appareil MEB

7.3. Analyse diffraction des rayons X (DRX ou XRD) :

La diffraction des rayons X ou DRX est une technique analytique basée sur la diffraction des rayons X par la matière notamment lorsque celle-ci est cristalline. Son objectif est d'étudier les différentes phases de la matière [16].

La diffraction des rayons X est une diffusion élastique. Ce terme désigne le fait que les photons ne perdent pas d'énergie, leur longueur ne change pas. Cela donne des interférences autant marquées que la matière est ordonnée. En ce qui concerne les matériaux cristallins, on parle de diffusion [17].

La diffraction des rayons X permet donc d'obtenir des informations quantitatives que l'on retrouve dans l'arrangement même des éléments d'un matériau. On retrouve également des informations qualitatives qui permettent d'identifier les différents composés cristallins d'un matériau et leurs formes cristallographiques [18].

L'appareil de mesure est appelé chambre de diffraction lorsqu'il est photographique et diffractomètre lorsqu'il comporte un système de comptage des photons. Les données obtenues forment un diagramme de diffraction ou diffractogramme.

Généralement, la technique de la diffraction des rayons X est utilisée dans les domaines de la céramique, de la géochimie, de la métallurgie, du médical etc[19-20].

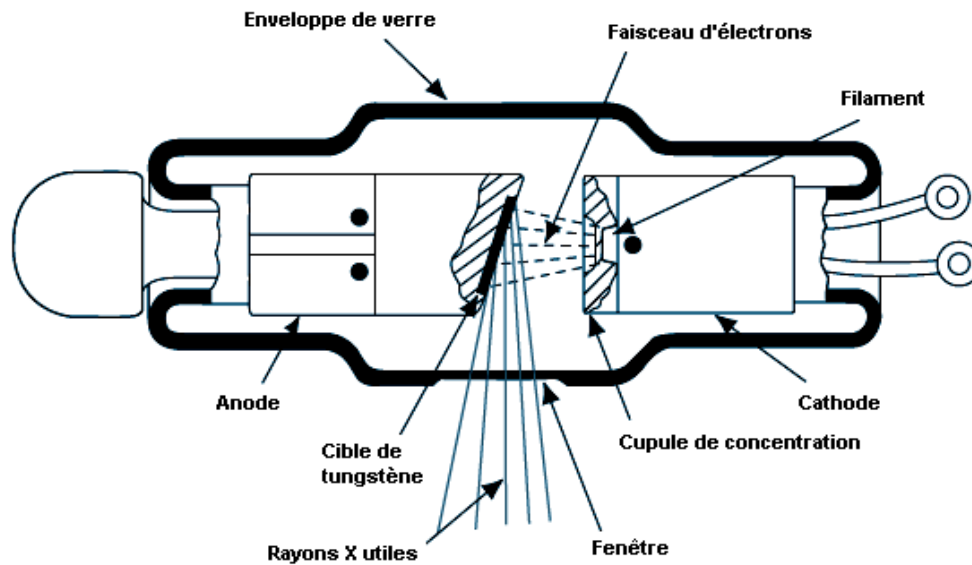


Figure 26 : Schéma synoptique diffraction des rayons X (DRX)

- [1] : Duval, Clément. "Sur la stabilité thermique des étalons analytiques. XIV." *Microchimica Acta* 52 (1964): 1073-1081.
- [2] : Ayachi, M. (2021). *Elaboration et caractérisation des couches minces de zno non dopées et dopées aux métaux de transition* (Doctoral dissertation).
- [3] : Zrikem, K. (2019). *Influence du traitement UV et du dopage au lithium sur les propriétés électrochromes de couches minces d'oxyde de nickel préparées par sol-gel* (Doctoral dissertation, Bordeaux).
- [4] : Allag, A., Saoudi, I., & Deroiuche, K. (2021). *La Bio production d'acide citrique par valorisation biotechnologique des sous-produits de dattes*.
- [5] : agani, b. S. (2014). *Perméabilité et caractéristiques physiques et mécaniques du béton contenant des granulats enrobés du fondu de sachets plastiques*.
- [6] : ouzegane, a., & bouguetaïa, i. M. E. N. E. (2011). *Etude des intoxications digestives chez les chiens recus aux services de pathologie carnivore* (doctoral dissertation, université ibn khaldoun-tiaret).
- [7] : Étude comparative entre les deux systèmes de déshydratation (par glycol/par les échangeurs de chaleur) du gaz Lift en tête de puits au niveau de la région de TFT.
- [8] : Lekiket, H., & Aida, M. S. (2017). *Élaboration et caractérisation des films zns par bain chimique*.
- [9] : Sahnounia, H. (2016). *Fondamentaux de la chimie des solutions*.
- [10] : Saoula, B., & Adila, B. (2016). *Étude des propriétés physico-chimiques des matériaux utilisés en dosimétrie par thermoluminescence (Application: Al₂O₃ dopé Zr)* (Doctoral dissertation, université ibn khaldoun-tiaret).
- [11] : Le Polles, G., Videau, J. J., Olazcuaga, R., & Couzi, M. (1996). Brief Communication : Analyse Structurale par Spectroscopie Raman et Infrarouge de Quelques Phosphates de Cuivre de Type Nasicon. *Journal of Solid State Chemistry*, 127(2), 341-349.
- [12] : Colom, X., Carrillo, F., Nogués, F., & Garriga, P. (2003). Structural analysis of photodegraded wood by means of FTIR spectroscopy. *Polymer degradation and stability*, 80(3), 543-549.
- [13] : *Caractérisation par infrarouge à transformée de Fourier des réactions chimiques entre post-décharges et précurseurs organosiliciés : cas du 3-aminopropyltriethoxysilane (APTES)*
- [14] : Kociak, M. (2007). Introduction à la microscopie électronique. In *Collection de la Société Française de la Neutronique* (Vol. 8, pp. 61-74). EDP Sciences.
- [15] : Tallaire, A. (2017). *Ingénierie des défauts multidimensionnels dans le diamant synthétisé par dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma* (Doctoral dissertation, Université Paris 13-Sorbonne Paris Cité).
- [16] : Maamri, S., & Haga, A. (2022). *Etude structurale de bioplastique fabriqué à partir de pomme de terre (FTIR-RDX)*.

[17] :Brown, S., Poujol, C., Legros, P., Mondin, M., & Marais, S. GLOSSAIRE DE MICROSCOPIE PHOTONIQUE (version avril 2014).

[18] : Guimbretiere, G. (2005). Propagation des vibrations acoustiques dans les matériaux non-cristallins : étude de verres d'oxydes simples (Doctoral dissertation, Université Montpellier II Sciences et Techniques du Languedoc).

[19] : Taché, O. (2006). Une architecture pour un système évolutif de contrôle commande Djouama, [20] : M. (2014). Etude des diagrammes de diffraction des rayons X des composés ioniques de type naci (Doctoral dissertation).d'experiences de physique (Doctoral dissertation).

A vertical blue decorative bar with a gradient, transitioning from a darker blue at the top to a lighter blue at the bottom, located on the left side of the page.

Chapitre III :

Résultats et Discussions

Chapitre III : Résultats et Discussions

1. Caractérisation par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) permet d'obtenir des informations sur les groupements fonctionnels à partir des modes de vibration des liaisons en présence dans l'oxyde de Nickel. Les spectres d'analyse par IR des semi-conducteurs sont illustrés sur la (Fig 27).

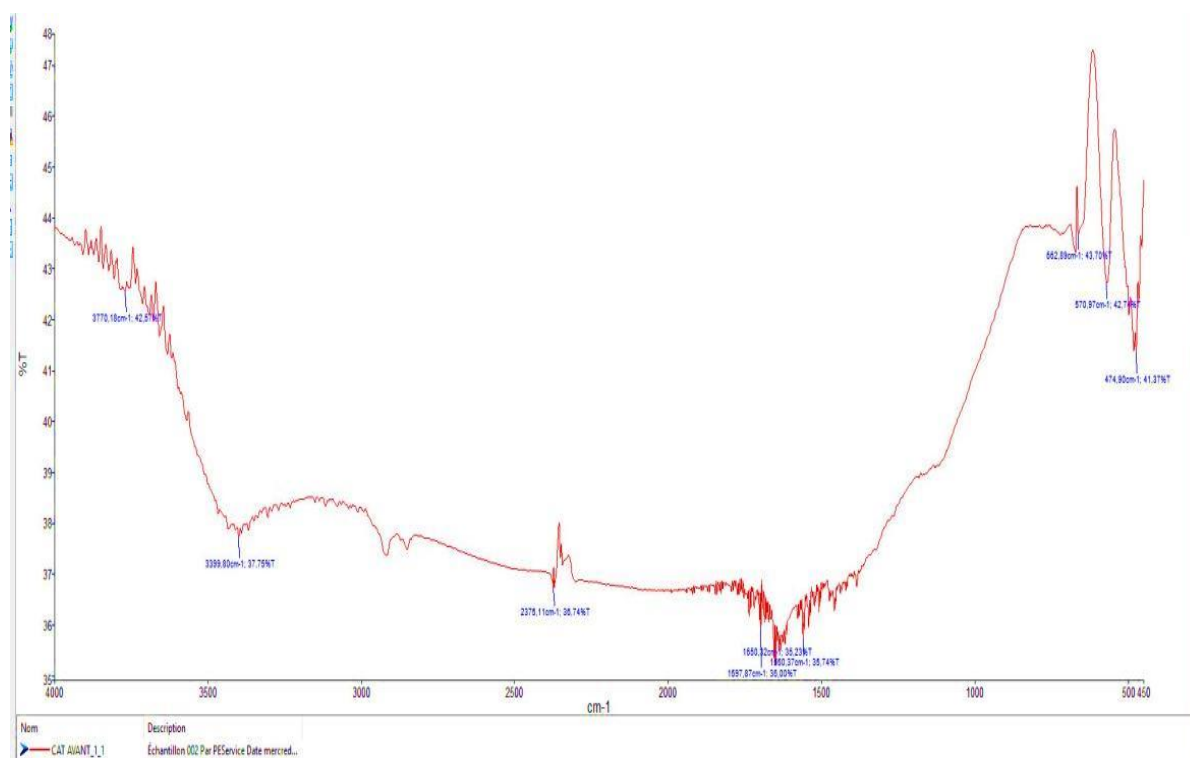


Figure 27 : Spectre IR des nanoparticules.

Le spectre FTIR montre la présence de liaisons dues à la fréquence d'élongation -OH pour les bandes à 3378,18 et 3399,80 cm^{-1} . Nous avons enregistré également de vibrations aux nombres d'onde égale à 2375,11 cm^{-1} qui sont due aux vibrations de CO_2 . Tandis que, les pics à 1650,32, 1660,37 et 1697,78 cm^{-1} sont dus à la vibration moléculaire H_2O , ce qui indique la présence de traces d'eau. La région entre 400 et 700 cm^{-1} est attribuée à la liaison métal-oxygène. Les bandes 662,89, 570,97 et 474,90 cm^{-1} indiquent la présence de liaison Ni-O.

2. Microscopie électronique à balayage (MEB)

Pour évaluer la taille et la morphologie des nanoparticules, nous avons effectué des analyses par microscopie électronique à balayage (MEB) (**Fig28**) assisté à une spectroscopie à dispersion d'énergie à rayons X (EDAX) (**Fig 29**).

La (**Fig 28**) montre l'image du MEB des nanoparticules avec deux grossissements différents (5 μm et 200 μm) où la forme irrégulière des nanoparticules est observée avec une morphologie plus en moins homogène à la surface. Dans cette morphologie, la présence de Nickel a été confirmée par analyse dispersive d'énergie (EDAX), comme le montre la (**Fig 29**), indiquant que les particules sont composées d'oxyde de nickel (NiO), avec des pourcentages atomiques de 69,58% et 30,42%, respectivement (**Tableau 04**). Dans le spectre EDAX, il a été clairement observé qu'il n'y avait pas de pic d'impureté sauf Ni et O, ce qui est attribué à la formation de la haute pureté des nanoparticules NiO.

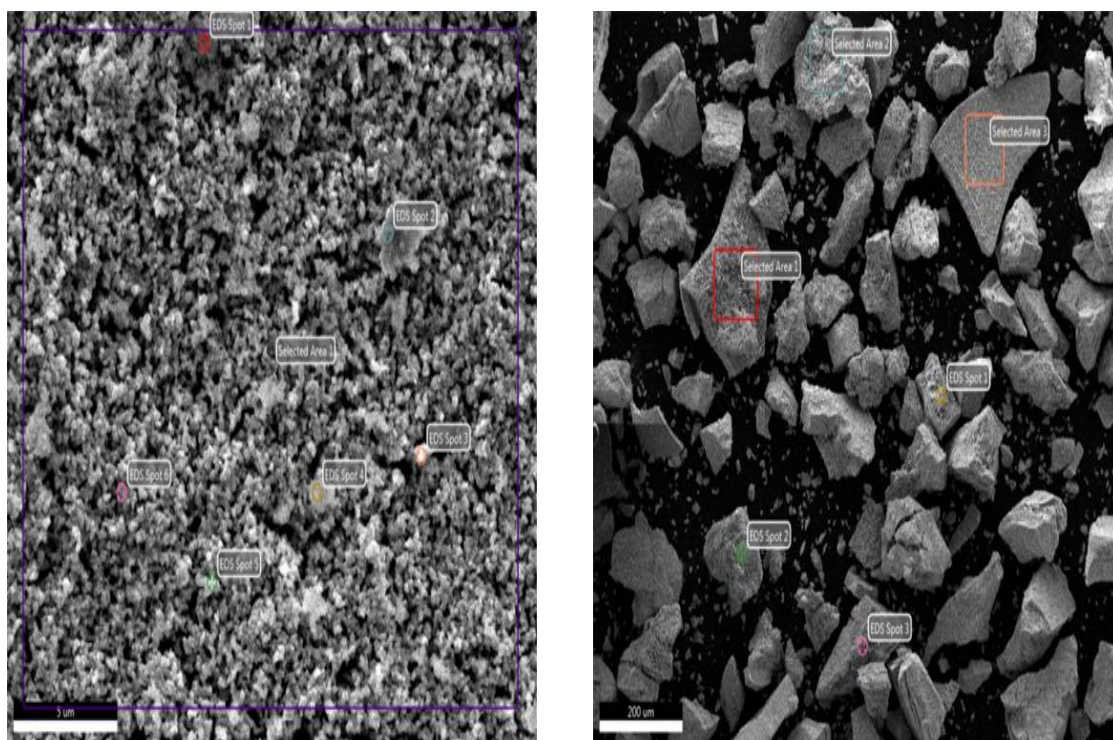


Figure 28 : Image du MEB d'ensemble des particules préparées.

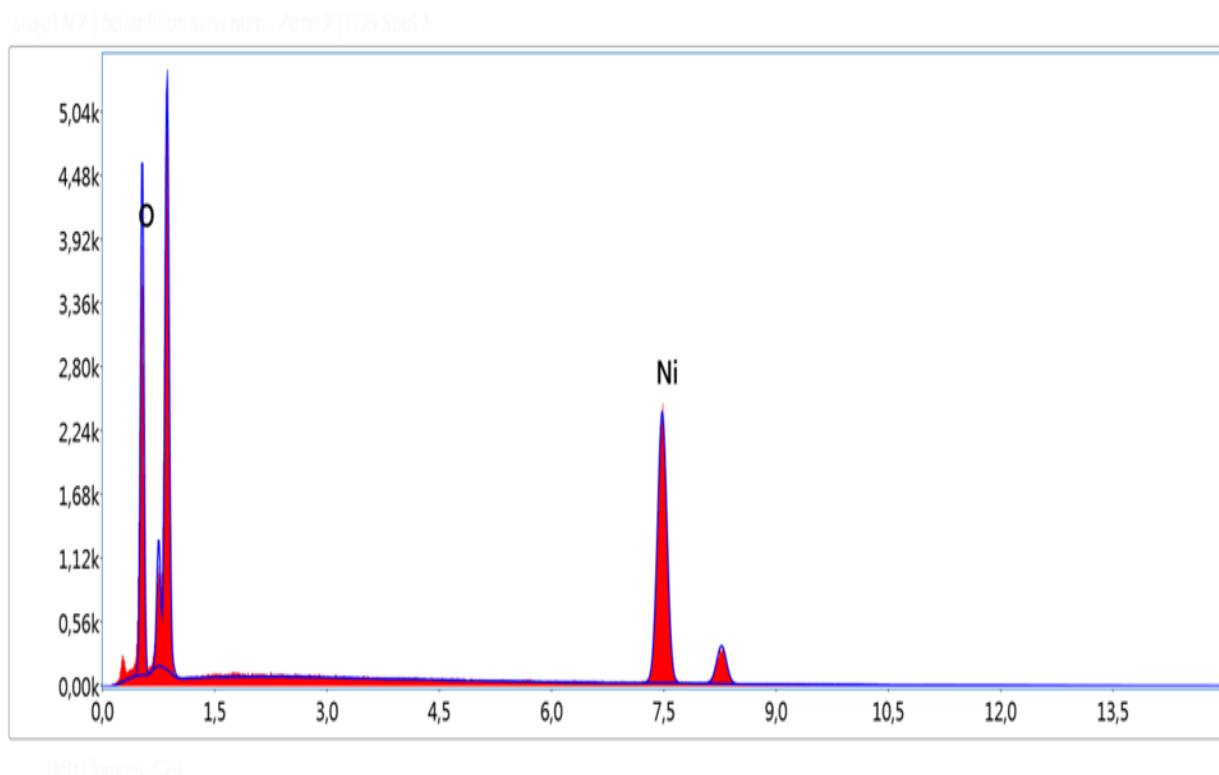


Figure 29 : Spectre EDAX des nanoparticules.

Tableau 4 : Composition chimique des nanoparticules.

Elément	% de masse	% atomique	Intensité totale	Erreur %
O K	30.42	61.59	518.66	9.34
NIK	69.58	38.41	732.31	2.44

3. Diffraction des rayons X

L'objectif c'est la vérification que la poudre résultante est formée par les nanoparticules d'oxyde de Nickel. La caractérisation DRX a été faite en utilisant un **Diffractomètre PANalytical : EMPYREAN** où un rayonnement X provenant de l'émission Ka du cuivre, de longueur d'onde $\lambda=1,5418 \text{ \AA}$.

Les diffractogrammes ainsi obtenus, à l'aide d'un diffractomètre à rayons X, sont interprétés. Les positions et les intensités des pics observés sont comparés aux fichiers de référence **PDF-ICDD** (Powder Diffraction File - International Center for Diffraction Data) pour l'identification des phases minéralogiques présentes.

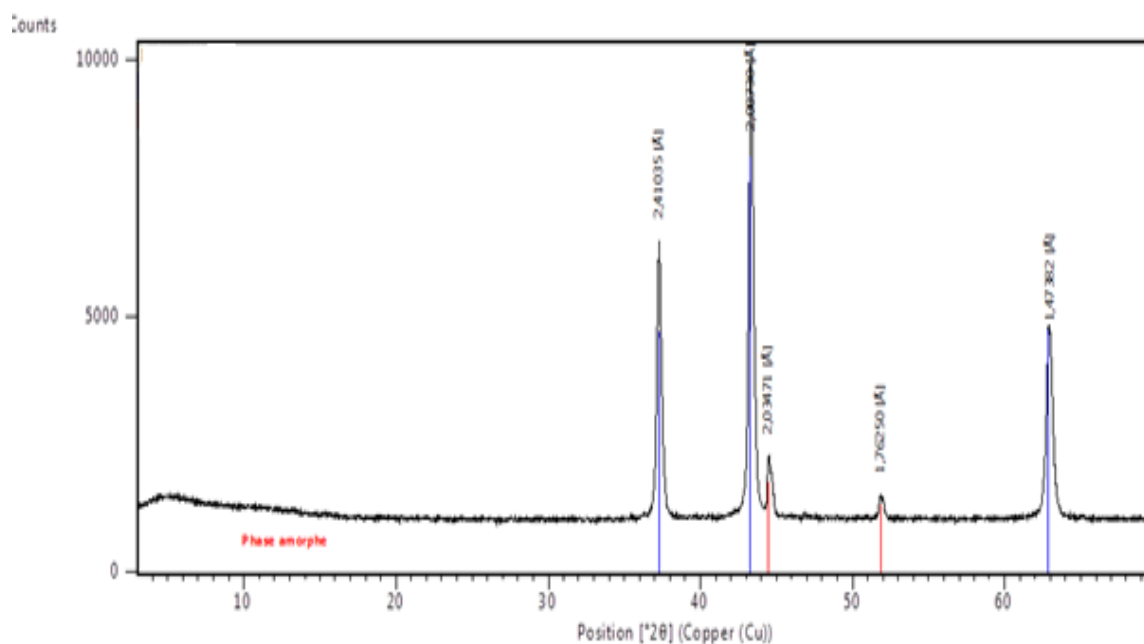


Figure 30 : Diffractogramme des nanoparticules.

Le spectre de diffraction de rayons X de nanoparticules de NiO est présenté ci-dessus dans la (**Fig 30**) et les pics de diffraction correspondant à 2θ étaient de 2,41035, 2,00730, 2,03471, 1,76250 et 1,47382 Å. La comparaison avec les données des fichiers PDF-ICDD montre que la poudre obtenue n'est autre que NiO.



Conclusion générale

Conclusion Générale

Conclusion générale :

Dans le présent travail d'objectif est l'élaboration et la caractérisation des nanoparticules d'oxyde de nickel NiO par la méthode SOL-GEL de PECHINI. Une fois les nanoparticules obtenues une recherche de ses propriétés structurales et catalytique par différentes techniques de caractérisation a été effectuée par différentes techniques d'analyses à savoir :

- Infra-rouge par transformée de Fourier.
- Microscopie électronique à balayage.
- Diffraction rayons X.

Suite aux résultats des analyses obtenus, on relève les points suivants :

- ❖ Le spectre FTIR confirme la formation des particules d'oxyde de Nickel entre les bandes 662,89, 570,97 et 474,90 cm^{-1} qui indiquent la présence de liaison Ni-O.
- ❖ Présence des NPs avec deux grossissements différents (5 μm et 200 μm).
- ❖ Les poudres obtenues sont toutes des nanoparticules (65 nm < 100 nm).
- ❖ La forme irrégulière des NPs est observée avec une morphologie plus ou moins homogène à la surface.
- ❖ Haute pureté des NPs de NiO.
- ❖ Une température de calcination plus élevée que 500°C (ou une durée qui dépasse 2 heures) est nécessaire pour une transition de phase complète dans le cas de la méthode PECHINI.

La caractérisation morphologique par MEB et structural par MET (microscopie électronique en transmission) pourraient conduire à des résultats plus précis par rapport à celles réalisées dans ce travail.