



République Algérienne Démocratique
et Populaire Ministère de L'enseignement Supérieur
et de la Recherche Scientifique



Université Echahid Hamma Lakhdar-ElOued

Faculté de la Technologie

Département de Génie des Procédés et Pétrochimie

Mémoire de Master

Domaine : Sciences et Technologie
Filière : Génie des Procédés
Spécialité : Génie des Procédés et Pétrochimie

Thème

«Production des nanoparticules de MgO /Li₂O par la
méthode sol-gel et leur caractérisation»

Présenté par :

Chabani Tarek

Begui Aymen

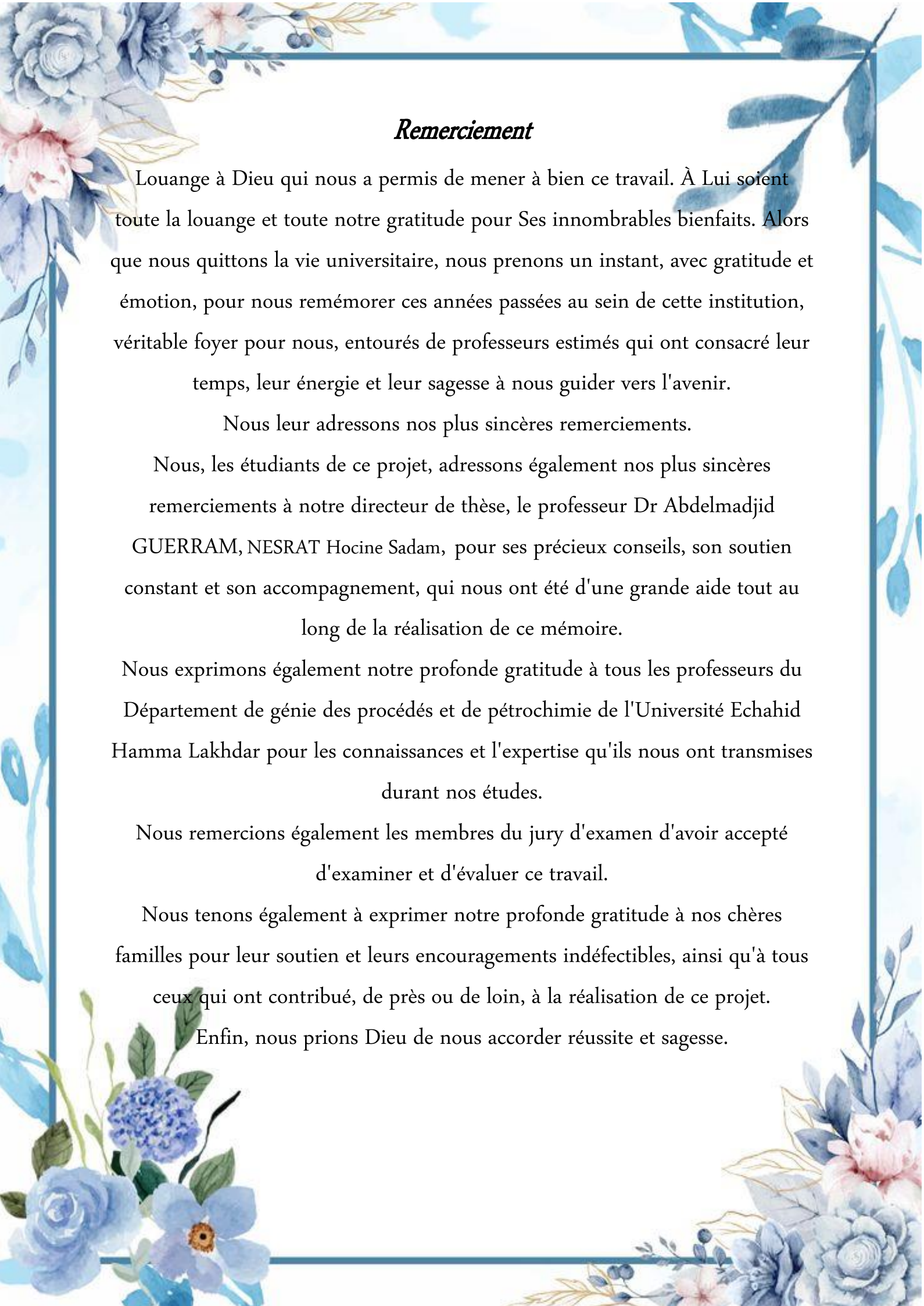
Acila Ahmed Baha Eddine

Soutenu le : 14/06/2026

Devant les membres de jury :

Qualité	Nom et Prénom	Grade et Origine
Président	AHMOUDA Kaouther	
Examineur	BELGHIT Mohammed Yazid	
Encadreur	GURRAM Abdelmadjid	
Co-encadreur	NESRAT Hocine Sadam	Phd, Université de Monastir

Année académique:2025/2026



Remerciement

Louange à Dieu qui nous a permis de mener à bien ce travail. À Lui soient toute la louange et toute notre gratitude pour Ses innombrables bienfaits. Alors que nous quittons la vie universitaire, nous prenons un instant, avec gratitude et émotion, pour nous remémorer ces années passées au sein de cette institution, véritable foyer pour nous, entourés de professeurs estimés qui ont consacré leur temps, leur énergie et leur sagesse à nous guider vers l'avenir.

Nous leur adressons nos plus sincères remerciements.

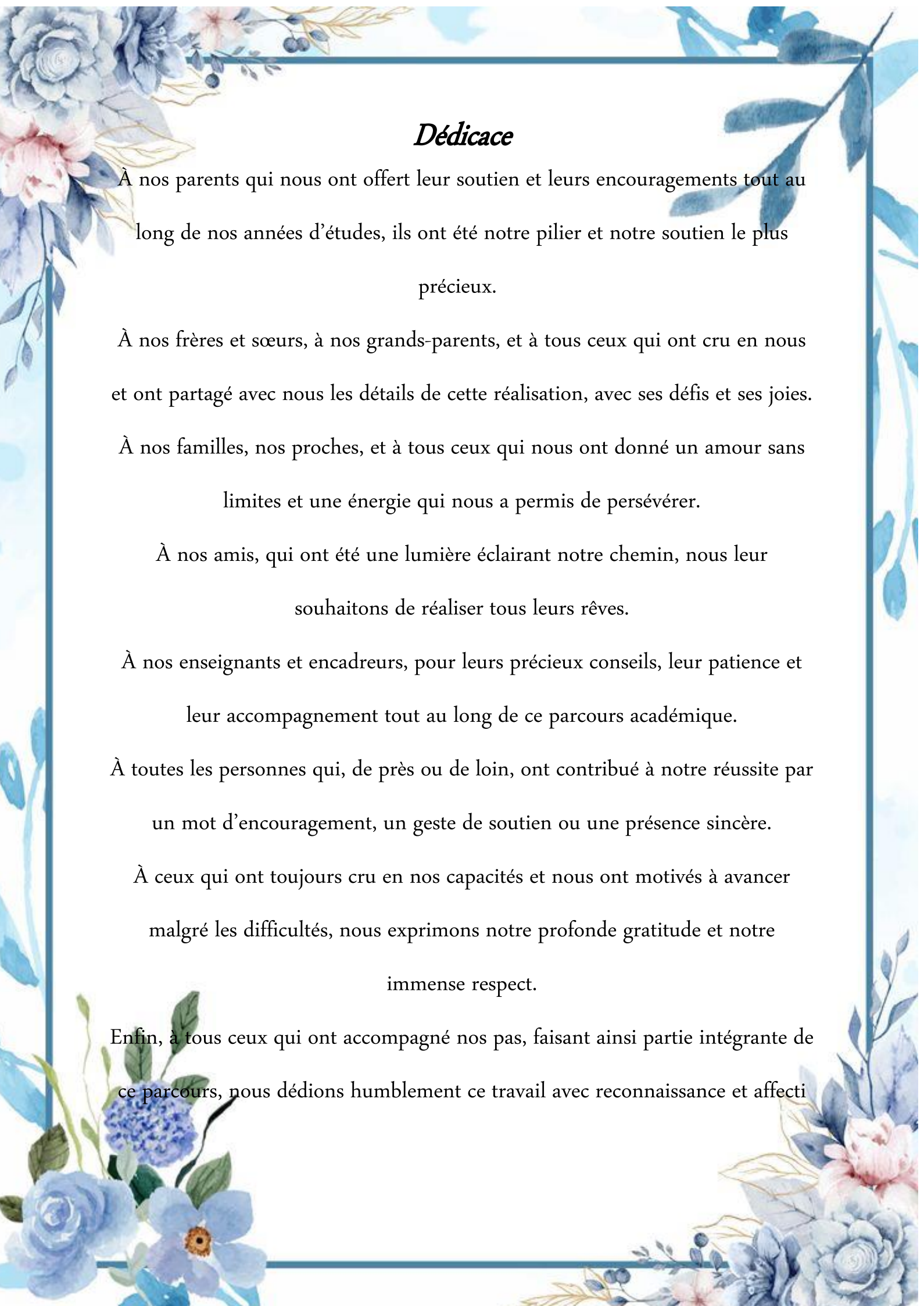
Nous, les étudiants de ce projet, adressons également nos plus sincères remerciements à notre directeur de thèse, le professeur Dr Abdelmadjid GUERRAM, NESRAT Hocine Sadam, pour ses précieux conseils, son soutien constant et son accompagnement, qui nous ont été d'une grande aide tout au long de la réalisation de ce mémoire.

Nous exprimons également notre profonde gratitude à tous les professeurs du Département de génie des procédés et de pétrochimie de l'Université Echahid Hamma Lakhdar pour les connaissances et l'expertise qu'ils nous ont transmises durant nos études.

Nous remercions également les membres du jury d'examen d'avoir accepté d'examiner et d'évaluer ce travail.

Nous tenons également à exprimer notre profonde gratitude à nos chères familles pour leur soutien et leurs encouragements indéfectibles, ainsi qu'à tous ceux qui ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce projet.

Enfin, nous prions Dieu de nous accorder réussite et sagesse.



Dédicace

À nos parents qui nous ont offert leur soutien et leurs encouragements tout au long de nos années d'études, ils ont été notre pilier et notre soutien le plus précieux.

À nos frères et sœurs, à nos grands-parents, et à tous ceux qui ont cru en nous et ont partagé avec nous les détails de cette réalisation, avec ses défis et ses joies.

À nos familles, nos proches, et à tous ceux qui nous ont donné un amour sans limites et une énergie qui nous a permis de persévérer.

À nos amis, qui ont été une lumière éclairant notre chemin, nous leur souhaitons de réaliser tous leurs rêves.

À nos enseignants et encadreurs, pour leurs précieux conseils, leur patience et leur accompagnement tout au long de ce parcours académique.

À toutes les personnes qui, de près ou de loin, ont contribué à notre réussite par un mot d'encouragement, un geste de soutien ou une présence sincère.

À ceux qui ont toujours cru en nos capacités et nous ont motivés à avancer malgré les difficultés, nous exprimons notre profonde gratitude et notre immense respect.

Enfin, à tous ceux qui ont accompagné nos pas, faisant ainsi partie intégrante de ce parcours, nous dédions humblement ce travail avec reconnaissance et affecti

List de Sommaire

Liste des tableaux

Liste des Figure

Liste des abréviations

Introduction

Contenu	Page
Chapitre I: Généralités sur les nanoparticules MgO /Li₂O	
I.1. Nanoparticules	2
I.1.1. Généralité	2
I.1.2. Définition	2
I.1.3. Classes de nanoparticules	3
I.1.4. Application des nanoparticules	4
I.1.2.1. Utilisations	6
I.1.2.2. Propriétés physiques	6
I.1.2.3. Propriétés thermochimiques	7
I.1.2.4. Production	7
I.1.2.5. Caractérisation	7
I.1.2.6. Analyse	7
I.1.3. Procédés de synthèse des nanomatériaux	7
I.1.4. Applications des oxydes métalliques	8
Chapitre II : Technique sol-gel et caractérisation	
II.1 Synthèse des Nanoparticules par Sol-Gel	11
II.2. Techniques de caractérisation des nanoparticules	13
II.2.1 Caractérisation Structurale par Diffraction de rayon X	13
II.2.2 Caractérisation par Spectroscopie Infrarouge	15
II.2.2.1. Principe	15

II.2.3 Spectroscopie UV-Visible	16
<u>II.2.3.1. Généralités</u>	16
<u>II.2.3.2. Principe</u>	17
<u>II.2.3.3. Loi de Beer-Lambert</u>	19
Chapitre III : Méthode de synthèse de la nananoparticule et caractérisation	
Introduction	22
III.1 Méthode	22
III.2. Propriétés physiques et chimiques des matériaux utilisés	22
III.2.1. Précurseur de lithium	22
III.2.2. Précurseur de nickel	22
III.2.3. Hydroxyde de sodium	22
III.2.4. Acide ascorbique	22
III.2.4.1. Matériaux utilisés	23
III.2.4.2. Préparation de la solution initiale	25
III.2.4.3. Ajustement du pH	25
III.2.4.4. Agitation et chauffage	25
III.2.4.5. Séchage du gel	25
III.2.4.6. Calcination	26
III.2.4.7. Observations pratiques	26
III.3. caractérisation	27
III.3.1. UV-Vis Spectroscopy(Optical Properties)	27
III.3.1.1. Analyse par L'absorbance	28
III.3.1.2. Discussion du L'absorbance	28
III.3.1.3. Analyse par Direct Band Gap	29
III.3.1.4. Discussion du Direct Band Gap	29
III.3.1.5. Analyse par Indirect Band Gap	30
III.3.1.6. Discussion du Indirect Band Gap	30
III.3.1.7. Analyse par Urbach Energy	31

III.3.1.8.Discussion du Urbach Energy	31
III.3.1.9. Analyse par La transmittance	32
III.3.1.10.Discussion du La transmittance	32
III.4. Analyse par Diffraction des rayons X (DRX)	33
III.4.1. Discussion du DRX	33
III.5.Analyse Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)	34
III.5.1.Discussion du FTIR	34
Conclusion Générale	37
Liste des sources et références	40

Liste des Figure

II	Figure II.1 : Differentes etapes de la methode sol-gel	12
II	Figure II.2 :Schema de principe de la diffraction des rayons X par reseau cristallin	14
II	Figure II.3 : Illustration de la technique de mesure $\theta / 2 \theta$	14
II	Figure II.4 : Shema de principe de l'analyse de par spectroscopie d'absorption infrarouge	16
II	Figure II.5 : Diagramme d' un spectrophotometre UV- visible a faisceau unique	18
II	Figure II.6 : Phase de la cuve d'UV	20
III	Figure III.1: Spectre d'absorbance UV-Visible du nanocomposite MgO/Li ₂ O.	28
III	Figure III.2: Tracé de Tauc pour la détermination de la bande interdite optique directe du nanocomposite MgO/Li ₂ O.	29
III	Figure III.3: Tracé de Tauc pour la détermination de la bande interdite optique indirecte du nanocomposite MgO/Li ₂ O.	30
III	Figure III.4: Estimation de l'énergie d'Urbach à partir de la région linéaire du graphique de $\ln(\alpha)$ en fonction de l'énergie des photons.	31
III	Figure III.5: Spectre de transmission optique du nanocomposite MgO/Li ₂ O.	32
III	Figure III.6 : spectre DRX des nanoparticules de MgO/Li ₂ O	33
III	Figure III.7 : Spectres FTIR des nanoparticules de MgO/Li ₂ O	34

Liste des Tableaux

I	Tableaux I.1: Applications des nanotechnologies et des nanomatériaux en fonction des secteurs d'activité	05
----------	--	-----------

LISTE DES ABBREVIATIONS

Li₂O:Oxyde de lithium

MgO : Magnesium Oxide

m : Mètre.

μm : Micromètre ($1\mu\text{m} = 10^{-6}\text{ m}$).

nm : Nanomètre ($1\text{ nm} = 10^{-9}\text{ m}$).

Å : Ångström ($1\text{Å} = 10^{-10}\text{ m}$).

D : Dimension.

RX : Rayon X.

UV : Ultra-violet.

IR : Infrarouge.

DRX : Diffraction Des Rayons X.

NPs : Nanoparticules.

d : La distance inter-réticulaire du réseau cristallin.

n : L'ordre de diffraction (nombre entier).

θ: L'angle d'incidence et donc de réflexion par rapport à ces plans et enfin.

λ: La longueur d'onde des photons X.

K : est le facteur de forme (environ 0,9).

β: est la largeur à mi-hauteur (FWHM) du pic de diffraction

Résumé

Résumé

Cette étude porte sur la préparation, la caractérisation et l'analyse des propriétés structurales et optiques du nanocomposite mixte MgO/Li₂O, synthétisé par la méthode sol-gel (Sol-Gel). Ce travail vise à étudier les propriétés physiques, structurales et optiques du matériau préparé, ainsi qu'à déterminer les principaux paramètres caractéristiques du nanocomposite obtenu.

La structure cristalline de l'échantillon a été caractérisée par diffraction des rayons X (DRX), dont les résultats ont montré la formation de deux phases cristallines correspondant à l'oxyde de magnésium (MgO) et à l'oxyde de lithium (Li₂O), sans apparition de phases secondaires, ce qui confirme la réussite de la synthèse et la pureté de l'échantillon. L'analyse DRX a également révélé un degré de cristallinité élevé de $(90,8 \pm 0,8) \%$, avec une taille moyenne des cristallites estimée à environ $(20,7 \pm 1,1) \text{ nm}$, confirmant ainsi la nature nanométrique du matériau synthétisé.

Concernant les propriétés optiques, elles ont été étudiées par spectroscopie ultraviolet-visible (UV-Vis). Les résultats ont montré une absorption notable dans le domaine visible et une faible transmission, reflétant une bonne interaction entre le matériau et le rayonnement lumineux. En utilisant la méthode de Tauc, la bande interdite optique a été déterminée : la valeur de la bande interdite directe (direct band gap) est d'environ 1,07 eV, tandis que celle de la bande interdite indirecte (indirect band gap) est d'environ 0,69 eV. L'énergie d'Urbach a également été calculée et estimée à 1,26 eV, ce qui indique la présence de niveaux localisés et de désordres structuraux au sein du matériau.

Par ailleurs, les résultats de la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) ont confirmé la présence des liaisons chimiques et des vibrations caractéristiques du composite MgO/Li₂O, ce qui soutient les résultats de l'analyse structurale et confirme la formation réussie du matériau.

Dans l'ensemble, les résultats obtenus mettent en évidence les propriétés structurales et optiques remarquables du nanocomposite MgO/Li₂O et permettent de définir avec précision ses principaux paramètres physiques et optiques, ce qui en fait un candidat prometteur pour de futures applications optiques et électroniques.

Mots-clés : MgO/Li₂O, nanoparticules, méthode sol-gel (Sol-Gel), diffraction des rayons X (DRX), spectroscopie ultraviolet-visible (UV-Vis), spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), taille des cristallites, degré de cristallinité, bande interdite optique, énergie d'Urbach, propriétés optiques

المخلص

تتناول هذه الدراسة تحضير وتوصيف وتحليل الخصائص البنيوية والبصرية للمركب النانوي المختلط MgO/Li₂O المحضر بطريقة السول-جيل (Sol-Gel). يهدف هذا العمل إلى دراسة الخصائص الفيزيائية والبنيوية والبصرية للمادة المحضرة، مع تحديد أهم المعلمات المميزة للمركب النانوي الناتج.

تم توصيف البنية البلورية للعينة باستخدام تقنية حيود الأشعة السينية (XRD)، حيث أظهرت النتائج تشكل طورين بلوريين يعودان إلى أكسيد المغنيسيوم (MgO) وأكسيد الليثيوم (Li₂O) دون ظهور أطوار ثانوية، مما يؤكد نجاح عملية التحضير ونقاء العينة. كما بين تحليل XRD أن العينة تتمتع بدرجة تبلور مرتفعة بلغت $(90.8 \pm 0.8) \%$ ، مع متوسط حجم بلوري يقدر بحوالي $(20.7 \pm 1.1) \text{ نانومتر}$ ، مما يؤكد الطبيعة النانوية للمركب المحضر.

أما الخصائص البصرية، فقد تمت دراستها باستخدام مطيافية الأشعة فوق البنفسجية-المرئية (UV-Vis)، حيث أظهرت النتائج امتصاصاً ملحوظاً في المجال المرئي وانخفاضاً في النفاذية، مما يعكس تفاعلاً جيداً بين المادة والإشعاع الضوئي. وباعتماداً على طريقة Tauc، تم تحديد فجوة الطاقة البصرية، حيث بلغت قيمة فجوة الطاقة المباشرة (Direct band gap) حوالي 1.07 eV، بينما بلغت فجوة الطاقة غير المباشرة (Indirect band gap) حوالي 0.69 eV، كما تم حساب طاقة أورباخ (Urbach energy) والتي قدرت بـ 1.26 eV، مما يشير إلى وجود مستويات موضعية واضطرابات بنيوية داخل المادة.

ومن جهة أخرى، أكدت نتائج مطيافية الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه (FTIR) وجود الروابط الكيميائية والاهتزازات المميزة لمركب MgO/Li₂O، مما يدعم نتائج التحليل البنيوي ويؤكد تكوين المركب بنجاح.

بشكل عام، أبرزت النتائج المتحصل عليها الخصائص البنيوية والبصرية المميزة للمركب النانوي MgO/Li₂O، وحددت أهم معلماته الفيزيائية والبصرية بدقة، مما يجعله مرشحاً واعداً لتطبيقات بصرية وإلكترونية مستقبلية.

الكلمات المفتاحية: MgO/Li₂O، الجسيمات النانوية، طريقة السول-جيل (Sol-Gel)، حيود الأشعة السينية (XRD)، مطيافية الأشعة فوق البنفسجية-المرئية (UV-Vis)، مطيافية الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه (FTIR)، الحجم البلوري، درجة التبلور، فجوة الطاقة البصرية، طاقة أورباخ، الخصائص البصرية

Introduction Générale

Introduction générale

Les nanoparticules d'oxyde de magnésium et d'oxyde de lithium ($\text{MgO/Li}_2\text{O}$) constituent une classe importante de matériaux nanostructurés qui suscitent un intérêt croissant dans plusieurs domaines technologiques et industriels. Grâce à leurs propriétés physiques, chimiques et optiques remarquables, ces oxydes métalliques sont largement étudiés pour des applications dans la catalyse, les capteurs, les matériaux réfractaires, les dispositifs optoélectroniques ainsi que les systèmes de stockage d'énergie. [1-3]

L'oxyde de magnésium (MgO) est particulièrement apprécié pour sa grande stabilité thermique, sa résistance chimique élevée, sa non-toxicité et sa large bande interdite. Quant à l'oxyde de lithium (Li_2O), il présente des propriétés intéressantes dans les matériaux électrochimiques et les applications énergétiques. L'association de ces deux oxydes permet d'obtenir des matériaux aux performances améliorées grâce à la synergie de leurs propriétés respectives.[2]

Les caractéristiques finales de ces nanoparticules dépendent fortement de la méthode de synthèse employée ainsi que de la taille, de la morphologie et de la cristallinité des particules obtenues. Parmi les différentes techniques disponibles, la méthode sol-gel est considérée comme l'une des approches les plus efficaces pour l'élaboration de nanomatériaux. Cette méthode permet un contrôle précis de la composition chimique, une distribution homogène des constituants, ainsi qu'une maîtrise de la taille des particules à l'échelle nanométrique.[4]

En outre, la méthode sol-gel offre la possibilité de produire des matériaux de haute pureté et de bonne cristallinité à des températures relativement faibles par rapport aux méthodes conventionnelles. Pour ces raisons, elle est largement utilisée dans la synthèse des nanoparticules $\text{MgO/Li}_2\text{O}$ destinées à des applications avancées en science des matériaux et en nanotechnologie. Les techniques de caractérisation incluent :

- **La diffraction des rayons X (DRX):** pour déterminer la structure cristalline, identifier les phases présentes et évaluer la taille des cristallites. [3]
- **La spectroscopie FTIR (UV-Vis):** afin d'étudier les propriétés d'absorption optique du matériau. [4]
- **La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR):** pour identifier les liaisons chimiques caractéristiques et confirmer la structure moléculaire du composé. [4]

Après confirmation des propriétés structurelles et spectroscopiques du matériau, son activité antioxydante sera évaluée de manière rigoureuse. Des essais spécifiques seront réalisés pour mesurer sa capacité à neutraliser les radicaux libres et à protéger les cellules contre les dommages oxydatifs. Les résultats obtenus seront comparés à ceux de l'acide ascorbique, utilisé comme référence standard pour son pouvoir antioxydant bien établi. [2]

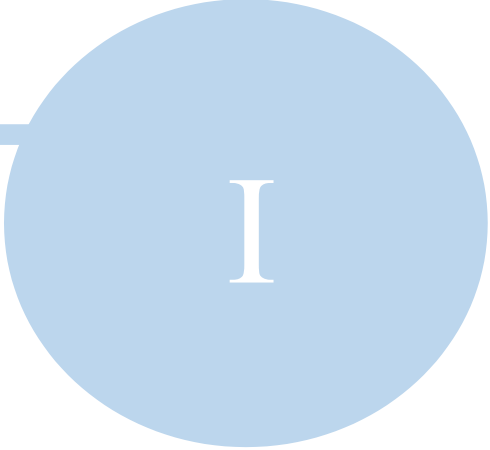
Ainsi, la méthode sol-gel est considérée comme une voie prometteuse et efficace pour produire des

nanoparticules d'oxyde de lithium et de nickel aux propriétés avancées, ouvrant la voie au développement de batteries plus efficaces et plus performantes dans les applications énergétiques modernes.

Les principaux thèmes de ce mémoire sont résumés ci-dessous :

- * Le Chapitre 1: présente les propriétés fondamentales de l'oxyde de magnésium (MgO) et de l'oxyde de lithium (Li₂O), notamment leur structure cristalline, leurs paramètres de maille, leurs structures de bandes électroniques ainsi que leurs propriétés physiques et électriques.
- * Le Chapitre 2: décrit les différentes méthodes de synthèse des nanoparticules, en particulier la méthode sol-gel, ainsi que les principales techniques de caractérisation utilisées dans cette étude, telles que la diffraction des rayons X (DRX), la spectroscopie UV-Visible et la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).
- * Le Chapitre 3: présente le protocole expérimental adopté pour la synthèse des nanoparticules du système MgO/Li₂O, ainsi qu'un aperçu des techniques d'analyse et de caractérisation employées. Les résultats expérimentaux obtenus sont également présentés et discutés dans ce chapitre.

Chapitre



I

Généralités sur les nanoparticules MgO /Li₂O

I.1.Nanoparticules:

I.1.1.Généralité:

La nanotechnologie est un domaine scientifique qui se concentre sur l'étude et le contrôle de la matière à une échelle incroyablement petite précisément autour d'un nanomètre (10^{-9} mètres), soit un milliardième de mètre. À cette échelle, les matériaux présentent des propriétés distinctes de celles des objets macroscopiques courants (qui suivent la physique newtonienne classique) et des atomes individuels ou molécules simples (qui obéissent aux lois de la mécanique quantique). En substance, une nanoparticule généralement de 1 à 100 nanomètres est l'élément de base pour créer des nanostructures, et se caractérise par des propriétés uniques (telles que des points de fusion plus bas, des surfaces spécifiques plus élevées, des comportements optiques spécialisés, une résistance mécanique accrue et des propriétés magnétiques uniques) la distinguant des matériaux massifs. La taille nanométrique de ces particules leur confère une grande surface car la majorité des atomes constitutifs se trouvent sur leur surface. Ainsi, plus la surface est grande, plus le nombre d'atomes autour des nanoparticules (NPs) est élevé, leur donnant des propriétés réactives prééminentes par rapport à leurs équivalents micrométriques.

[5-6]

L'importance stratégique de ces propriétés a été largement reconnue au début des années 2000. En 2000, les États-Unis ont créé la National Nanotechnology Initiative (NNI), qui a catalysé un large éventail de projets de nanotechnologie à travers diverses agences fédérales. Peu après, en 2001, la National Science Foundation (NSF) a pris les devants en finançant environ vingt centres de recherche dédiés pour stimuler la science fondamentale et l'innovation technologique dans ce domaine. Cet effort concerté a non seulement accéléré des avancées majeures en recherche, mais a aussi captivé l'imagination du public et attiré une attention médiatique généralisée.[7]

I.1.2.Définition:

Le terme « nanomatériau » fait l'objet de multiples interprétations. Cependant, la Commission européenne a établi en octobre 2011 une définition de référence dans une recommandation. Celle-ci décrit un nanomatériau comme une substance d'origine naturelle ou produite de manière intentionnelle ou non, composée de particules libres, agrégées ou agglomérées. Selon cette définition, au moins 50 % de ces particules (en distribution numérique) doivent présenter une ou plusieurs dimensions externes situées entre 1 nm et 100 nm. La recommandation ajoute qu'un matériau est également classé comme nanomatériau si sa surface spécifique par volume dépasse $60 \text{ m}^2/\text{cm}^3$, même si les critères de taille ne sont pas entièrement remplis. Par ailleurs, la norme ISO TS 80004-1 complète cette description en

précisant qu'un nanomatériau possède au moins une dimension externe dans l'échelle nanométrique (1-100 nm), ou une structure interne/surface présentant des caractéristiques à cette échelle. [8]

I.1.3. Classes de nanoparticules:

Il existe deux grandes familles de nano matériaux:

- **Les nano-objets** : qui sont des matériaux dont une, deux ou trois dimensions externes se situent à l'échelle nanométrique c'est-à-dire approximativement entre 1 et 100 nm. Parmi les nano objets, il est possible de distinguer trois catégories :
- **Les nanoparticules** qui désignent des nano-objets dont les trois dimensions externes se situent à l'échelle nanométrique : nanoparticules de latex, d'oxyde de zinc, de fer et de cérium, d'alumine, de dioxyde de titane, de carbonate de calcium, etc.
- **Les nanofibres, nanotubes, nanofilaments ou nanobâtonnets** qui serapportent à des nano-objets dont deux dimensions externes sont à l'échelle nanométrique et la troisième dimension significativement supérieure (nanotubes de carbone, nanofibres de polyester, nanotubes de bore, etc.). Ces termes désignent des nano-objets longilignes de section comprise entre 1 et quelques dizaines de nm et de longueur comprise entre 500 et 10 000 nm.[9]
- **Les nano-feuillets, nano-plats ou nano-plaquettes** qui définissent des nano-objets dont une dimension externe se situe à l'échelle nanométrique et les deux autres dimensions sont significativement supérieures (nano-feuillets d'argile, nano-plaquettes de sélénure de cadmium, etc.).[10]
- Les nano-objets peuvent être utilisés en tant que tels sous forme de poudre, de suspension liquide ou de gel.
- **Les matériaux nanostructures** qui possèdent une structure interne ou de surface à l'échelle nanométrique. Parmi les matériaux nanostructures, il est possible de distinguer plusieurs familles parmi lesquelles :
 - **Les agrégats et agglomérats de nano-objets** : Les nano-objets peuvent se présenter soit sous forme individuelle (c'est-à-dire sous forme de particules primaires) ou soit sous forme d'agrégats ou d'agglomérats dont la taille est sensiblement supérieure à 100 nm.
 - **Les nanocomposites** : Ces matériaux sont composés pour tout ou partie de nano-objets qu'ils confèrent des propriétés améliorées ou spécifiques de la dimension nanométrique. Les nano objets sont incorporés dans une matrice ou sur une surface afin d'apporter une nouvelle fonctionnalité ou de modifier certaines propriétés mécaniques, magnétiques, thermiques, etc. Les polymères chargés de nanotubes de carbone utilisés dans le secteur des équipements

sportifs, afin d'améliorer leur résistance mécanique et de diminuer leur poids, constituent un exemple de nanocomposites.

- Les matériaux nanoporeux:

Ces matériaux possèdent des pores de taille nanométrique.

Les aérogels de silice sont des matériaux nanoporeux qui présentent d'excellentes propriétés d'isolation thermique. Les nanomatériaux produits de façon intentionnelle par l'Homme à des fins d'applications précises et possédant des propriétés spécifiques sont nommés «**nanomatériaux manufacturés**».

Parmi ces nanomatériaux manufacturés, certains sont produits depuis déjà de nombreuses années dans des tonnages importants tels que le dioxyde de titane, le noir de carbone, l'alumine, le carbonate de calcium ou la silice amorphe. D'autres plus récents sont fabriqués dans des quantités moindres tels que les nanotubes de carbone, les quantum dots ou les dendrimères.

Il existe également des nanomatériaux produits par l'homme de façon non intentionnelle, appelés parfois particules ultra-fines, issus de certains procédés thermiques et mécaniques tels que les fumées de soudage ou de projection thermique, les émissions de moteurs à combustion, etc.

Enfin, des particules ultra-fines naturelles sont présentes dans notre environnement, à l'image des fumées volcaniques ou des virus.[11]

I.1.4. Application des nanoparticules:

Toutes les principales catégories de matériaux sont impliquées : métaux, céramiques, diélectriques, oxydes magnétiques, polymères, carbones, entre autres. Grâce à leurs propriétés diversifiées et souvent novatrices, les nanomatériaux présentent un potentiel remarquable, et leurs applications offrent de vastes possibilités d'exploration. Ces matériaux favorisent ainsi des avancées progressives ou révolutionnaires dans divers secteurs comme la santé, l'industrie automobile, le bâtiment, l'agroalimentaire ou l'électronique.

Tableau I.1: Applications des nanotechnologies et des nanomatériaux en fonction des secteurs d'activité [12]

SECTEURS D'ACTIVITÉ	EXEMPLES D'APPLICATIONS ACTUELLES ET POTENTIELLES
Automobile, aéronautique et aérospatial	Matériaux renforcés et plus légers; peintures extérieures avec effets de couleur, plus brillantes, anti-rayures, anti-corrosion et anti-salissures ; capteurs optimisant les performances des moteurs ; détecteurs de glace sur les ailes d'avion ; additifs pour diesel permettant une meilleure combustion ; pneumatiques plus durables et recyclables...
Electronique et communications	Mémoires à haute densité et processeurs miniaturisés ; cellules solaires; bibliothèques électroniques de poche; ordinateurs et jeux électroniques ultra-rapides ; technologies sans fil ; écrans plats...
Agroalimentaire	Emballages actifs; additifs: colorants, anti-agglomérants, émulsifiants...
Chimie et matériaux	Pigments ; charges ; poudres céramiques ; inhibiteurs de corrosion ; catalyseurs multi-fonctionnels ; textiles et revêtements anti-bactériens et ultra-résistants...
Construction	Ciments autonettoyants et anti-pollutions, vitrages autonettoyants et anti-salissures ; peintures ; vernis ; colles ; mastics...
Pharmacie et santé	Médicaments et agents actifs ; surfaces adhésives médicales anti-allergènes; médicaments sur mesure délivrés uniquement à des organes précis ; surfaces bio-compatibles pour implants ; vaccins oraux ; imagerie médicale...
Cosmétique	Crèmes solaires transparentes; pâtes à dentifrice abrasives; Maquillage avec une meilleure tenue...

Énergie	Cellules photovoltaïques nouvelle génération ; nouveaux types de batteries ; fenêtres intelligentes ; matériaux isolants plus efficaces ; entreposage d'hydrogène combustible...
Environnement et écologie	Diminution des émissions de dioxyde de carbone ; production d'eau ultra pure à partir d'eau de mer ; pesticides et fertilisants plus efficaces et moins dommageables ; analyseurs chimiques spécifiques...
Défense	Détecteurs d'agents chimiques et biologiques ; systèmes de surveillance miniaturisés ; systèmes de guidage plus précis ; textiles légers et qui se réparent d'eux-mêmes...

I.1.2.1. Utilisations :

L'oxyde mixte lithium–magnésium sous forme de MgO / Li₂O suscite un intérêt croissant dans plusieurs domaines technologiques grâce à sa stabilité thermique élevée et à ses propriétés catalytiques remarquables. Ce matériau nanostructuré est étudié comme support catalytique dans les réactions d'adsorption du CO₂, dans les procédés de dépollution des gaz ainsi que dans certaines applications électrochimiques. La présence de MgO améliore la stabilité structurale tandis que Li₂O augmente la basicité de surface, favorisant ainsi les réactions catalytiques et les phénomènes d'adsorption [1,8].

I.1.2.2. Propriétés physiques :

Morphologie :

Les nanoparticules de MgO / Li₂O se présentent généralement sous forme de poudres blanches à légèrement grisâtres avec une distribution granulométrique nanométrique dépendante de la méthode de synthèse [14].

Densité et structure :

Le système MgO / Li₂O possède une structure cristalline stable. La densité théorique varie généralement entre 3,4 et 3,6 g·cm⁻³ selon la composition et le rapport Mg / Li [7].

Conductivité :

Le matériau présente une faible conductivité électrique, caractéristique des oxydes céramiques. Toutefois, le dopage au lithium peut améliorer la mobilité ionique et favoriser certaines applications électrochimiques [15].

I.1.2.3. Propriétés thermochimiques :

Les propriétés thermodynamiques du système MgO / Li₂O sont importantes pour évaluer sa stabilité à haute température. Les valeurs rapportées dans la littérature indiquent :

- ✧ Température de fusion de MgO : 2852 °C [6].
- ✧ Température de fusion de Li₂O : 1438 °C [7].
- ✧ Conductivité thermique de MgO à 25 °C : $\approx 45 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ [9].
- ✧ Chaleur spécifique moyenne : $\approx 0,95 \text{ kJ}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ [8].

Ces propriétés confèrent au matériau une excellente résistance thermique et chimique.

I.1.2.4. Production :

Le matériau MgO / Li₂O est généralement obtenu à partir de précurseurs tels que le nitrate de lithium (LiNO₃) et le nitrate de magnésium Mg(NO₃)₂·6H₂O. La synthèse peut être réalisée par voie sol-gel, co-précipitation ou méthode hydrothermale. Après séchage, les précurseurs sont calcinés entre 500 et 800 °C afin d'obtenir l'oxyde mixte désiré [12].

Une réaction simplifiée de formation peut être représentée par :

**I.1.2.5. Caractérisation :**

La caractérisation du système MgO / Li₂O est généralement effectuée par :

- ✧ Diffraction des rayons X (DRX) pour l'identification des phases cristallines [9].
- ✧ Microscopie électronique à balayage (MEB/SEM) pour l'étude de la morphologie [11].
- ✧ Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) pour l'analyse des groupements chimiques [12].
- ✧ Analyse BET pour la détermination de la surface spécifique [13].

I.1.2.6. Analyse :

La composition chimique du matériau est déterminée à partir du rapport Li/Mg visé lors de la synthèse. Les teneurs en lithium et en magnésium peuvent être quantifiées par spectrométrie d'absorption atomique (AAS) ou par spectrométrie d'émission atomique à plasma induit (ICP-OES) après dissolution complète de l'échantillon [10].

I.1.3. Procédés de synthèse des nanomatériaux

Les procédés actuels permettant la fabrication de nanomatériaux à base d'oxydes mixtes sont classés en trois grandes catégories [11]:

1. Procédés par voie physique :

- L'évaporation/condensation.
- L'ablation laser.
- La décharge électrique.

- Les flammes de combustion.
- La pyrolyse laser.
- Les micro-ondes.
- L'irradiation ionique ou électronique.
- La décomposition catalytique.
- Les dépôts physiques en phase vapeur regroupés sous le terme de **PVD** (Physical Vapor Deposition), etc.

2. Procédés par voie chimique:

- Les réactions en phase vapeur regroupées sous le terme de **CVD** (Chemical Vapor Deposit
- Les réactions en milieu liquide: co-précipitation chimique, hydrolyse, etc.
- Les réactions en milieu solide.
- Les fluides supercritiques avec réaction chimique.
- **Les techniques sol-gel:** sol-gel à base d'alkoxydes métalliques ou de routes d'acétates/nitrates chélatés. **C'est cette voie humide qui est retenue dans notre étude.**

3. Procédés par voie mécanique :

- Le broyage à haute énergie ou mécano-synthèse.
- La consolidation et la densification.
- Les techniques de forte déformation: torsion, friction, laminage, etc. [14].

I.1.4. Applications des oxydes métalliques :

Les oxydes métalliques nanostructurés possèdent des applications directes liées à leurs propriétés dimensionnelles. Ces applications concernent divers domaines de la technologie, notamment en micro-électronique, industrie photovoltaïque, capteurs de gaz, **anticorrosion**, peintures, biotechnologie, et photocatalyse [15].

Dans cette dernière décennie, les oxydes mixtes nanostructurés de type MgO / Li₂O représentent un secteur d'activité en constante évolution. Ils participent activement à la miniaturisation des systèmes de stockage d'énergie électrochimique. Les propriétés de ces oxydes métalliques sont aussi liées fortement aux méthodes d'élaboration (notamment le procédé Sol-Gel) et aux techniques, paramètres, et conditions de préparation et de dépôt [14]. La maîtrise de ces techniques permet l'obtention d'un oxyde métallique avec des propriétés physico-chimiques bien déterminées (taille, forme, morphologie poreuse, et composition de surface) [15].

Chapitre

II

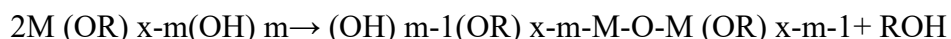
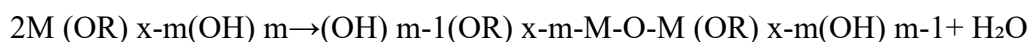
**Technique sol-gel et
caractérisation**

II.1 Synthèse des Nanoparticules par Sol-Gel:

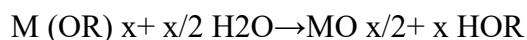
À la fin des années 1970, les procédés Sol-Gel ont été développés et largement adoptés pour la fabrication de matériaux présentant des propriétés spécifiques dans les domaines de l'optique, de l'électronique, de la chimie et de la mécanique [15].

Le principe de cette méthode repose sur des réactions de polymérisation inorganiques. Le procédé Sol-Gel se déroule en quatre étapes principales: l'hydrolyse, la polycondensation, le séchage, puis la décomposition thermique.

Le précurseur (M), qu'il soit métallique ou non métallique, subit une hydrolyse en présence d'eau ou d'un alcool selon la réaction suivante (II-1). Cette étape est suivie par une condensation, qui peut se produire en milieu aqueux (réaction II-2) ou alcoolique (réaction (II-3) [16]:



Où R est un radical organique. La réaction globale donne:



Le contrôle du **pH** de la solution, par l'ajout d'un acide ou d'une base, permet de favoriser l'hydrolyse de l'ion précurseur. Après l'évaporation du solvant, la solution se transforme en gel. La taille des nanoparticules obtenues dépend de plusieurs paramètres opératoires tels que la composition de la solution, le pH et la température.

La maîtrise de ces conditions permet non seulement de contrôler la taille des particules, mais aussi de choisir la nature du produit final. En fonction du traitement thermique appliqué, on peut obtenir soit des poudres, soit des xérogels [16,17]. (Voir Figure II.1).

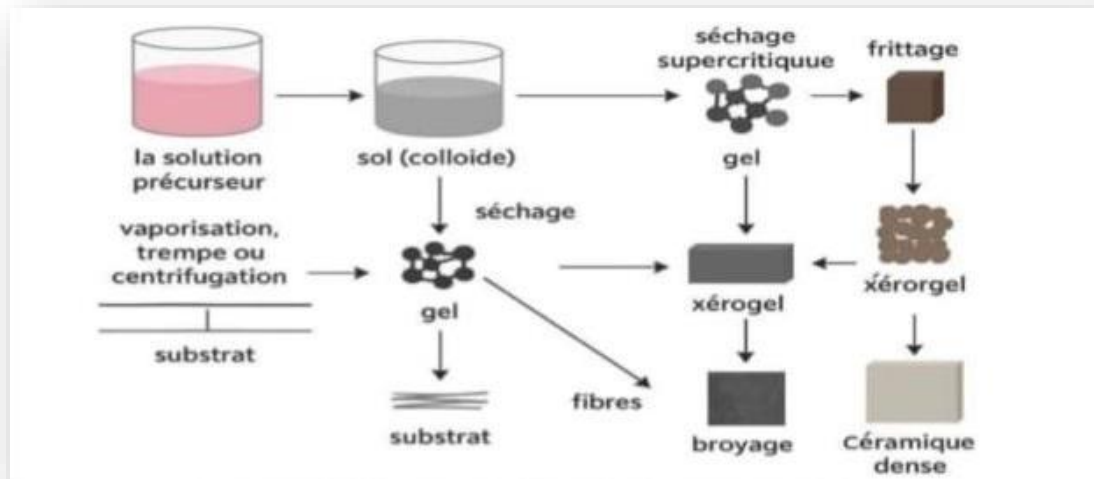


Figure II.1 : Différentes étapes de la méthode sol-gel [18]

Une large gamme de nanoparticules a été synthétisée à l'aide de la méthode Sol-Gel. Parmi les exemples notables:

- Murillo, G.C., et al., (2015) ont fabriqué des nanoparticules de ZnO de structure hexagonale de wurtzite avec une taille moyenne de 30 nm [19].
- Sönmezoğlu, S. et son équipe (2013) ont développé des nanoparticules de CdO dopées au tellure (Te), et ont étudié l'effet du dopage sur la taille des particules [20].
- De la même manière L. Arab et coll. ont observé les mêmes remarques lors de la synthèse des nanoparticules de ZnO pur et dopé en Al de structure hexagonale de wurtzite qui se caractérise par des nanoparticules de tailles variées de 22.96 à 35.93 nm avec une même [21].
- Pan, H. et collaborateurs (2005) ont synthétisé et caractérisé du TiO₂, pur ainsi que des nanoparticules dopées au Nb/TiO₂ et Ta/TiO₂ [22].

Cependant, cette technique présente certains inconvénients. Parmi eux, on note le coût élevé des précurseurs chimiques, un rendement souvent faible, la faible densité des produits obtenus (nécessitant un recuit à haute température pour les densifier), ainsi que la présence éventuelle de résidus de carbone ou de composés organiques. Certains de ces résidus peuvent être toxiques, ce qui rend indispensable une étape de purification complexe pour les matériaux de haute pureté. Enfin, la manipulation de grandes quantités de solvants pose également des défis en matière de sécurité et d'environnement [17, 21].

II.2. Techniques de caractérisation des nanoparticules:

Afin d'évaluer les différentes propriétés des nanoparticules élaborées, et d'optimiser les conditions de synthèse pour obtenir des résultats satisfaisants, chaque échantillon doit être soumis à une série d'analyses. Ces analyses permettent de mieux comprendre l'impact des paramètres de synthèse sur les caractéristiques finales du produit.

Parmi les techniques les plus couramment utilisées, on retrouve:

La diffraction des rayons X (DRX), la spectroscopie infrarouge, et la spectroscopie UV-visible.

Ces outils analytiques permettent de caractériser la structure, la morphologie, la composition chimique et les propriétés optiques des nanoparticules.[23]

II.2.1 Caractérisation Structurale par Diffraction de rayon X:

La diffraction des rayons X est une méthode d'analyse non destructive permettant d'étudier l'organisation structurale à longue distance de la matière cristalline. Elle repose sur l'interaction entre un faisceau de rayons X monochromatiques (de longueur d'onde λ) et les atomes d'un cristal. Lors de cette interaction, une partie du rayonnement est diffusée de manière cohérente par les plans atomiques du matériau. Pour que l'intensité du faisceau diffracté soit détectable, les ondes diffusées par les différents atomes doivent interférer constructivement, c'est-à-dire être en phase. [23]

Les rayons X, des ondes électromagnétiques dont les longueurs d'onde varient entre 0,1 Å et 10 Å, sont idéaux pour explorer les cristaux métalliques. En radiocristallographie, on utilise généralement des longueurs d'onde proches de 1 Å, ce qui correspond à l'échelle des distances interatomiques dans ces matériaux. L'analyse consiste à comparer les spectres de diffraction obtenus avec ceux de composés de référence, catalogués dans des bases de données, afin d'identifier les phases cristallines présentes [24]

Cette technique met ainsi en lumière l'arrangement périodique des atomes dans le réseau cristallin, grâce à la diffraction cohérente générée par la régularité structurale du matériau.[25]

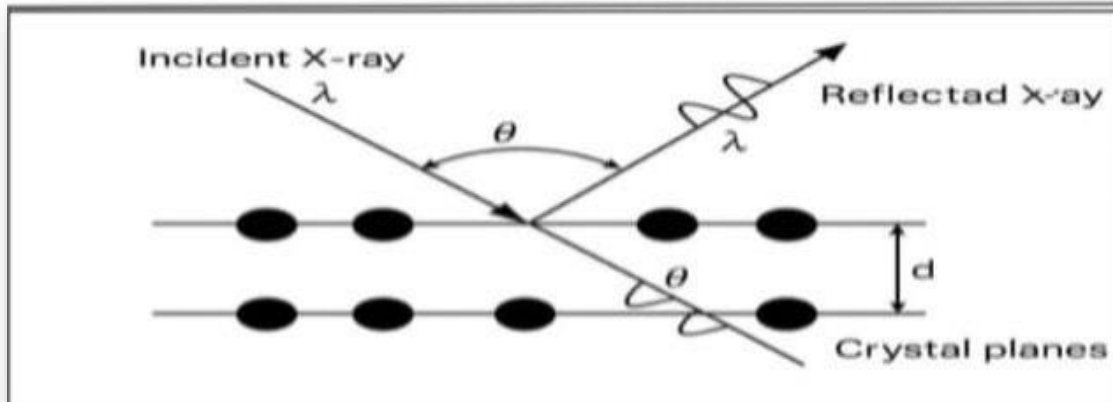


Figure II.2 : Schema de principe de la diffraction des rayons X par réseau cristallin

Cette condition de diffraction est connue sous le nom de loi de Bragg qui s'exprime sous la forme : $2d \sin \theta = n \cdot \lambda$ II.1

Où :

d: est la distance entre deux plans cristallographiques.

θ : est l'angle d'incidence des rayons X avec le plan atomique.

n: est l'ordre de réflexion (nombre entier) et λ : est la longueur d'onde des rayons X.

Les mesures ont été réalisées sur un diffractomètre Rigaku Ultima IV (Figure II.3) en configuration horizontale 0-2 θ . Le rayonnement X a été généré par une source CuK α , avec une longueur d'onde moyenne de 1,5406 Å un potentiel d'accélération de 40 kV et un courant de 40 mA. L'enregistrement du spectre de diffraction a permis d'identifier le matériau analysé, d'estimer la taille des cristallites et de déterminer les paramètres de la maille cristalline.

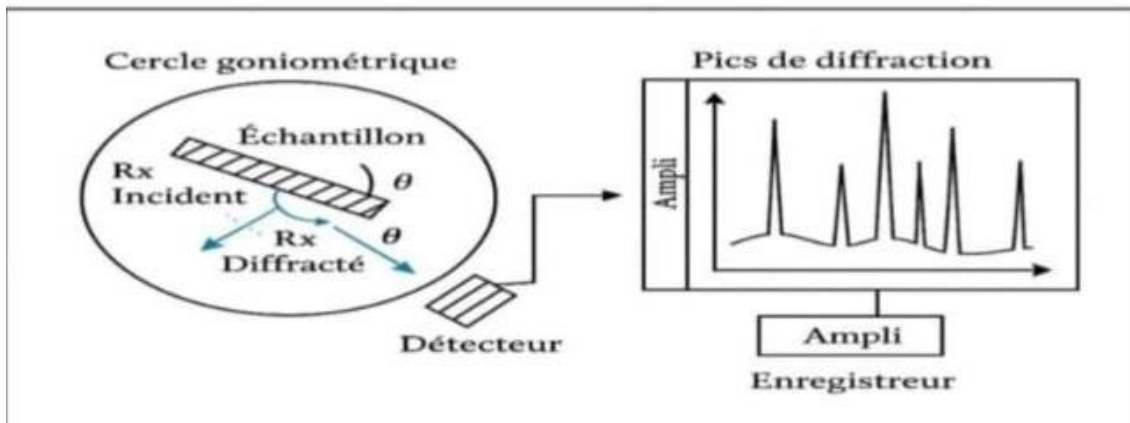


Figure II.3 : Illustration de la technique de mesure $\theta / 2 \theta$

II.2.2 Caractérisation par Spectroscopie Infrarouge:

La spectroscopie infrarouge (IR) est une méthode analytique étudiant les interactions entre la matière et le rayonnement infrarouge du spectre électromagnétique. Principalement basée sur l'absorption lumineuse, cette technique permet d'identifier des composés chimiques ou d'analyser la composition moléculaire d'un échantillon.

Son principe repose sur les vibrations et rotations des molécules, qui se produisent à des fréquences spécifiques correspondant à des transitions entre niveaux d'énergie discrets. Ces fréquences de résonance dépendent de la géométrie moléculaire, des masses atomiques et des couplages vibrioniques. Pour qu'un mode vibratoire soit actif en IR, il doit induire une variation du moment dipolaire permanent de la molécule.

Les molécules diatomiques présentent un unique mode d'élongation de liaison, tandis que les structures polyatomiques exhibent des vibrations conjuguées. Ces interactions génèrent des bandes d'absorption caractéristiques, corrélées à des groupes fonctionnels spécifiques (ex. liaisons C-O, O-H).

L'analyse implique l'irradiation de l'échantillon par un faisceau infrarouge. La mesure de l'énergie absorbée à différentes longueurs d'onde s'effectue soit par balayage séquentiel, soit via un spectromètre à transformée de Fourier (FTIR) permettant une acquisition simultanée. Le spectre résultant, représenté en absorbance ou transmittance, révèle des pics d'absorption dont l'interprétation éclaire la structure moléculaire.

Bien qu'optimale pour les composés covalents purs à spectres simples, cette méthode s'étend à l'étude de mélanges complexes grâce aux progrès instrumentaux. La complexité structurale augmente cependant le nombre de bandes d'absorption, nécessitant des approches analytiques avancées. [17]

II.2.2.1. Principe:

La spectroscopie infrarouge (IR) est une méthode analytique essentielle pour identifier les liaisons chimiques au sein d'une molécule. Son principe repose sur la corrélation entre les fréquences de vibration observées expérimentalement et les prédictions théoriques issues de la mécanique vibratoire, qui modélise ces fréquences en fonction des constantes de force des liaisons.

Cette technique permet une caractérisation précise des groupements moléculaires, révélant des informations structurales telles que la conformation moléculaire ou les interactions

interatomiques. Concrètement, l'échantillon est exposé à un rayonnement électromagnétique dans le domaine de l'infrarouge moyen ($2,5 \mu\text{m} < \lambda < 50 \mu\text{m}$) [25]. Le champ électrique de l'onde interagit avec les moments dipolaires des entités moléculaires présentes dans le matériau. Lorsque la fréquence du rayonnement coïncide avec celle d'un mode vibratoire moléculaire, cette résonance provoque l'excitation des liaisons concernées et l'absorption sélective de l'énergie incidente. La position des bandes d'absorption dans le spectre IR est ainsi directement liée à la nature chimique des liaisons.

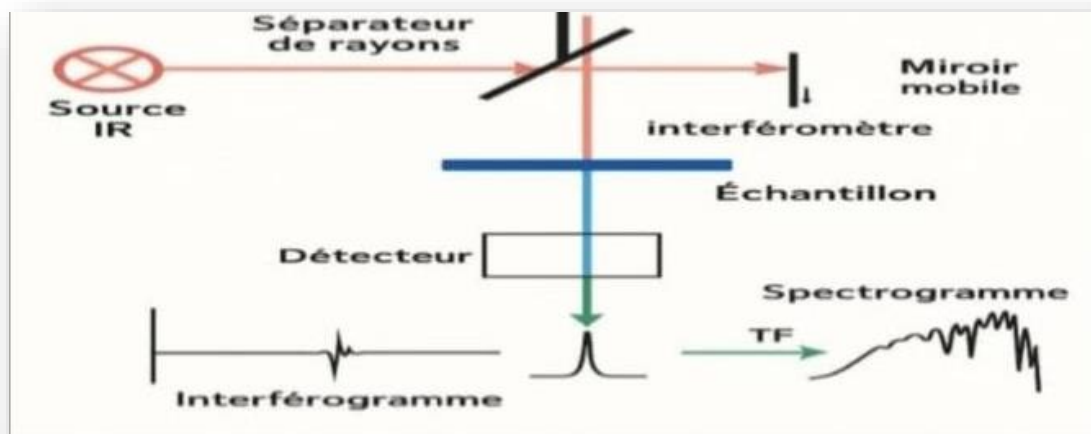


Figure II.4 : Schéma de principe de l'analyse de par spectroscopie d'absorption infrarouge [20]

La source émet dans le centre infrarouge et la totalité du rayonnement est envoyée vers interféromètre de Michelson, le cœur de l'instrument. L'intensité du rayonnement de la source est divisée en deux: 50% retournent à la source et 50% (2 fois 25%) sont recombinaés de manière cohérente et envoyer vers l'échantillon. L'intensité des interférences créées par le séparateur de rayons est enregistrée par le détecteur en fonction de la différence de marche induite par le déplacement du miroir mobile (c-à-d. en fonction du temps) pour constituer un interférogrammes.

La transformée de Fourier de cet interférogrammes permet d'obtenir un graphe dans l'espace des fréquences qui est directement exploitable.

II.2.3 Spectroscopie UV-Visible

II.2.3.1. Généralités

La spectroscopie ultraviolette-visible (UV-Vis) est une méthode analytique basée sur l'interaction entre un rayonnement lumineux (200 nm 1400 nm) et les espèces chimiques (molécules, ions, complexes). Ce domaine spectral englobe l'ultraviolet (200-400 nm), le visible

(400-750 nm) et le proche infrarouge (750-1400 nm) [27]. Lors de l'exposition à ce rayonnement, ces espèces subissent des transitions électroniques entre niveaux d'énergie moléculaires ou atomiques.

Les analyses sont majoritairement réalisées en phase liquide, mais des échantillons gazeux ou solides (comme dans notre étude) peuvent également être examinés. Le spectre UV-Vis, généralement représenté sous forme d'une courbe d'absorbance en fonction de la longueur d'onde, traduit l'énergie absorbée par l'échantillon à chaque longueur d'onde. Cette absorbance, proportionnelle à la concentration (loi de Beer-Lambert), permet d'identifier des chromophores et de quantifier des espèces en solution.

II.2.3.2. Principe

La spectrophotométrie UV-Visible est une technique analytique reposant sur un appareil appelé spectrophotomètre UV-Vis. Son fonctionnement consiste à mesurer l'intensité lumineuse transmise travers un échantillon (I) et à la comparer à celle d'un témoin (I₀) contenant uniquement le solvant, placé dans une cuve identique. Le rapport $T = I/I_0$, exprimé en pourcentage (%), définit la transmittance. L'absorbance (A) est ensuite calculée à partir de cette transmittance selon la relation:

$$A = -\log(T) \dots\dots\dots \text{II.2}$$

Un spectrophotomètre UV-Vis standard comprend quatre composants principaux:

1. Une source lumineuse:

- **Lampe à filament de tungstène** (350-1700 nm, domaine visible/proche IR).
- **Lampe à deutérium** (190-400 nm, domaine UV).
- **Lampe à xénon ou diodes électroluminescentes (LED)** pour une couverture UV-Vis étendue [28].

2 .Un système de focalisation (monochromateur équipé d'un réseau de diffraction) isolant une longueur d'onde spécifique.

3 . Un porte-échantillon pour solutions, gaz ou solides.

4 .Un détecteur:

. **Photodiode ou photomultiplicateur** pour les mesures séquentielles. **Capteur CCD ou barrette de photodiodes** permettant l'acquisition simultanée du spectre entier en quelques millisecondes.

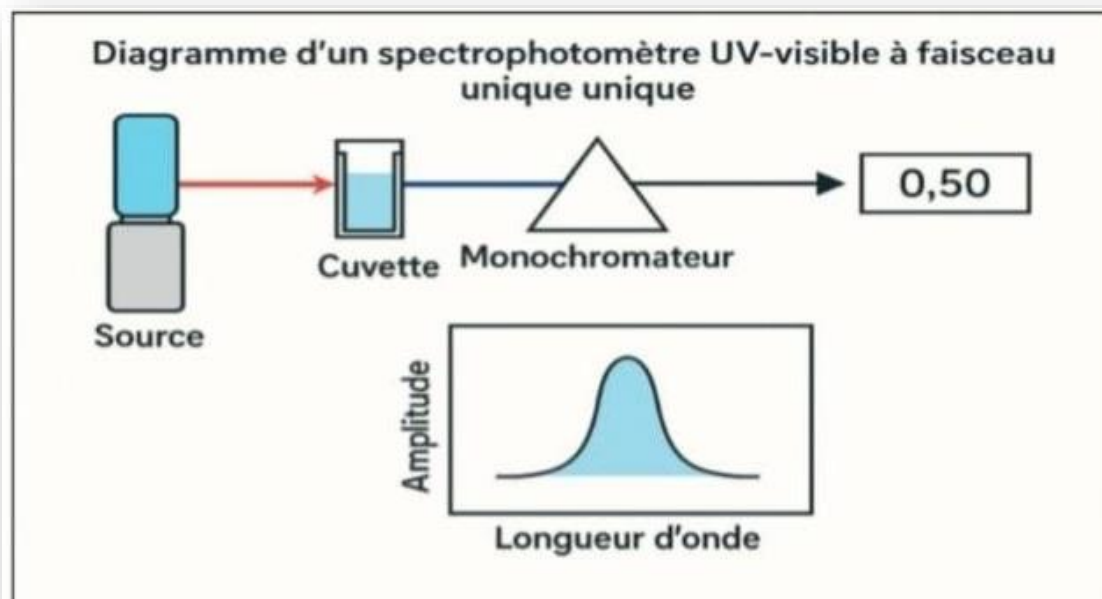


Figure II.5 : Diagramme d' un spectrophotometre UV- visible a faisceau unique

Les spectrophotomètres UV-Visible se déclinent principalement en deux configurations : à simple faisceau et à double faisceau, chacune adaptée à des contextes spécifiques.

Configurations instrumentales. Spectrophotomètre à simple faisceau:

- **Fonctionnement:** La totalité du faisceau lumineux traverse la cuve contenant l'échantillon. La mesure de référence (10) nécessite le remplacement de l'échantillon par un "blanc" (solvant seul).

- **Applications:** Principalement utilisés dans l'enseignement ou l'industrie pour leur simplicité et leur coût réduit. Historiquement, il s'agit du premier dispositif développé.

. Spectrophotomètre à double faisceau:

- **Fonctionnement:** Le faisceau est divisé en deux voies: l'une traverse l'échantillon, l'autre le blanc de référence.

- **Détection:**

- **Systèmes à deux détecteurs** (photodiodes ou photomultiplicateurs) Mesurent simultanément les intensités des deux faisceaux

- **Systèmes à un détecteur :** Un séparateur optique alterne rapidement entre les faisceaux, permettant une comparaison en temps réel.

- **Avantages:** Compensation automatique des variations de source lumineuse, idéal pour les analyses haute précision.

. Préparation des échantillons

Les échantillons analysés sont majoritairement des solutions, mais des gaz ou solides peuvent également être étudiés. Ils sont placés dans des cuvettes, des récipients transparents aux longueurs d'onde d'intérêt.

. Caractéristiques des cuvettes:

- **Forme:** Parallélépipédique, avec un chemin optique standardisé (généralement 1 cm, correspondant au paramètre 1 dans la loi de Beer-Lambert).

- **Matériaux:**

- **Quartz/silice fondue:** Transparents de l'UV (190 nm) au proche infrarouge (3 000 nm) adaptés aux analyses UV-Vis-NIR.

- **Verre ou plastique:** Limités au domaine visible et proche infrarouge (au-delà de 340 nm) car absorbants dans l'UV

- **Utilisations alternatives:** Certains instruments acceptent des tubes à essai comme cuvettes économiques [28].

II.2.3.3. Loi de Beer-Lambert

La spectrophotométrie UV-Visible est couramment utilisée en **analyse quantitative** pour déterminer la concentration d'une espèce chimique en solution, via la **loi de Beer-Lambert**:

$$A_{\lambda} = -\log_{10}(I/I_0) = \epsilon_{\lambda} \cdot c \cdot l \quad \text{II.3}$$

Où :

Aa: Absorbance (ou densité optique) à la longueur d'onde 2, sans unité.

T=I/I₀: Transmittance de la solution (sans unité), avec I intensité transmise et I₀ = intensité incidente.

: Coefficient d'extinction molaire (**L·mol⁻¹·cm⁻¹**), dépendant de:

- La **longueur d'onde (λ)**.
- La **nature chimique** de l'espèce.
- La **température** et la **pression**.

Il s'agit d'une constante intrinsèque à la molécule dans un solvant donné, exprimée aussi en **AU·M⁻¹ cm⁻¹** (**Absorbance Unit** par molarité et centimètre).

L: Longueur du trajet optique (en cm), correspondant à l'épaisseur de la cuvette.

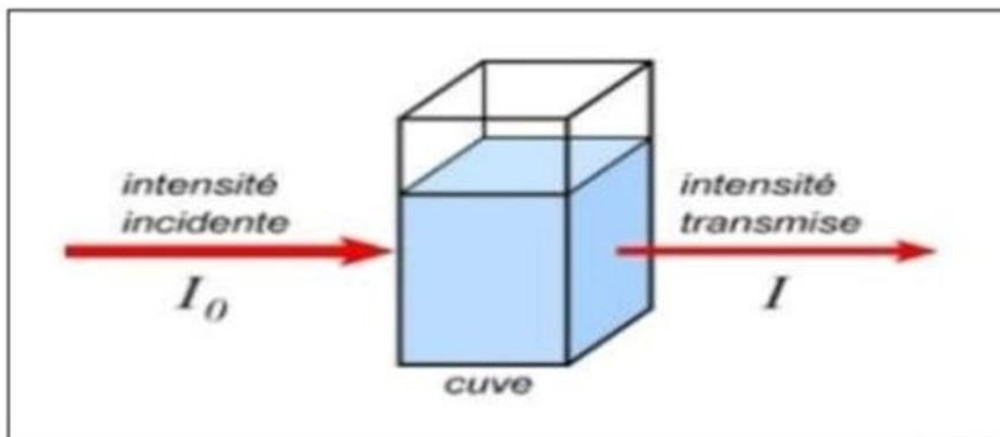


Figure II.6 : Phase de la cuve d'UV

Chapitre

III

**Méthode de synthèse de la
nananoparticule et caractérisation**

Introduction :

Ce chapitre présente l'aspect expérimental de notre travail, en décrivant la préparation des nanoparticules de MgO / Li₂O par la technique sol-gel. Il présente également les résultats de caractérisation et l'analyse des propriétés structurales et optiques des nanoparticules, en utilisant diverses techniques, équipements et logiciels de simulation parmi eux : La spectroscopie UV-visible. Spectroscopie infrarouge FT-IR. Diffraction des rayons X.

III.1 Méthode :**III.2. Propriétés physiques et chimiques des matériaux utilisés :****III.2.1. Précurseur de lithium :**

Apparence : solide blanc, hygroscopique.

Formule : LiOH·H₂O / Li₂CO₃ (selon le précurseur utilisé).

Masse molaire : 41,96 g/mol (LiOH·H₂O).

Température de fusion : 462 °C.

III.2.2. Précurseur de nickel :

Apparence : solide cristallin vert.

Formule : Mg(NO₃)₂·6H₂O.

Masse molaire : 290,79 g/mol.

Température de fusion : 56,7 °C.

III.2.3. Hydroxyde de sodium :

Apparence : solide blanc, inodore.

Formule : NaOH.

Masse molaire : 39,997 g/mol.

Température de fusion : 318 °C.

III.2.4. Acide ascorbique :

Apparence : poudre cristalline blanche.

Formule : C₆H₈O₆. Masse molaire : 176,12 g/mol.

Température de fusion : 190–192 °C.

Protocole de préparation des particules MgO / Li₂O par la méthode Sol-Gel

Dans ce travail, nous avons choisi d'adopter la méthode Sol-Gel pour la synthèse des particules MgO / Li₂O. Cette approche est largement reconnue pour sa capacité à produire des matériaux nanostructurés homogènes, avec un contrôle précis de la taille des particules et de la composition chimique [22]. Contrairement aux méthodes classiques de précipitation ou de pyrolyse, la technique Sol-Gel permet d'intégrer plusieurs cations métalliques dans une matrice

unique, garantissant une meilleure homogénéité et une cristallinité ajustable en fonction des conditions de calcination [23].

Nous avons retenu cette méthode car elle offre une flexibilité remarquable dans le choix des précurseurs chimiques et des agents complexants, permettant ainsi d'obtenir des gels stables qui se transforment en oxydes nanostructurés après séchage et calcination. Le processus Sol-Gel se déroule en plusieurs étapes clés : hydrolyse des précurseurs, condensation pour former un réseau polymérique, séchage du gel et enfin traitement thermique. Chaque étape influence directement la morphologie finale, la taille des particules et la distribution granulométrique [24].

De plus, la méthode Sol-Gel est considérée comme une approche respectueuse de l'environnement, car elle utilise des solvants aqueux ou organiques simples et évite l'emploi de conditions extrêmes de température ou de pression. Elle permet également d'obtenir des matériaux avec une grande surface spécifique, ce qui est particulièrement avantageux pour des applications dans le domaine de la catalyse, du stockage d'énergie et des dispositifs électrochimiques [25].

Dans le cas des particules $\text{MgO} / \text{Li}_2\text{O}$, l'utilisation de la méthode Sol-Gel nous a permis de contrôler la stœchiométrie et d'assurer une distribution homogène des ions Li^+ et Mg^{2+} dans la matrice. Ce contrôle est essentiel pour garantir des propriétés électrochimiques optimales, notamment dans les applications liées aux batteries lithium-ion et aux matériaux de cathode avancés [26].

Ainsi, l'adoption de la méthode Sol-Gel dans notre travail n'est pas seulement un choix technique, mais également une décision stratégique visant à obtenir des matériaux nanostructurés de haute qualité, adaptés aux exigences de la recherche moderne en science des matériaux.

III.2.4.1. Matériaux utilisés

Dans le cadre de ce travail, nous avons sélectionné avec soin les réactifs nécessaires à la synthèse des particules $\text{MgO} / \text{Li}_2\text{O}$ par la méthode Sol-Gel. Le choix de chaque composé repose sur des critères de pureté, de disponibilité et de compatibilité chimique avec le procédé, afin de garantir la reproductibilité et la qualité des résultats.

Nitrate de lithium (MgO Li) : nous avons utilisé ce sel comme source d'ions Li^+ . Sa solubilité élevée dans l'eau et sa stabilité chimique facilitent son incorporation dans le réseau Sol-Gel. La présence de Li^+ est essentielle pour la formation des oxydes mixtes et pour assurer une stœchiométrie correcte dans le matériau final. De plus, le lithium joue un rôle déterminant dans les propriétés électrochimiques des matériaux, notamment dans les applications liées aux

batteries lithium-ion [27].

Nitrate La magnésium ($\text{Ni}(\text{MgO})_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) : nous avons choisi ce précurseur comme source d'ions MgO^{2+} . Sa solubilité élevée et sa capacité à former des complexes stables avec des agents chélatants comme l'acide citrique en font un candidat idéal pour la synthèse Sol-Gel. Le magnésium contribue à la stabilisation de la structure cristalline et améliore la conductivité électronique, ce qui est crucial pour les performances électrochimiques des oxydes mixtes [28].

Acide citrique ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) : nous avons ajouté l'acide citrique en tant qu'agent complexant. Il favorise la formation de réseaux homogènes en liant les cations métalliques et en empêchant leur précipitation prématurée. De plus, il agit comme agent de polymérisation, contribuant à la formation d'un gel stable. L'utilisation d'acide citrique est largement documentée dans la littérature pour la synthèse de matériaux nanostructurés par Sol-Gel, car il permet de contrôler la taille des particules et d'obtenir une meilleure homogénéité [29].

Éthylène glycol ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$) : nous avons incorporé l'éthylène glycol comme solvant auxiliaire. Son rôle est d'augmenter la viscosité du milieu réactionnel et de faciliter la polymérisation organo-minérale. Il agit également comme agent de liaison, favorisant la formation d'un réseau tridimensionnel plus dense et plus homogène. L'éthylène glycol est souvent utilisé dans les procédés Sol-Gel pour améliorer la stabilité du gel et réduire la formation de fissures lors du séchage [30].

- **Eau distillée** : nous avons utilisé de l'eau distillée afin de garantir la pureté du milieu réactionnel et d'éviter toute contamination ionique susceptible d'altérer la stœchiométrie ou la cristallinité du produit final. L'utilisation d'eau distillée est une exigence fondamentale dans les procédés de synthèse chimique afin de minimiser les impuretés et d'assurer la reproductibilité des résultats.
- **Solution d'hydroxyde d'ammonium (NH_4OH , 0.1 M)** : nous avons employé cette solution pour ajuster le pH du milieu réactionnel. Le contrôle du pH est une étape critique dans le procédé Sol-Gel, car il influence directement la vitesse d'hydrolyse et de condensation des précurseurs métalliques. Un pH compris entre 6,5 et 7,0 permet d'obtenir un sol stable et évite la précipitation non désirée des sels. Ce réglage précis du pH est essentiel pour garantir la formation d'un gel homogène et reproductible [31].

Ainsi, la combinaison de ces réactifs nous a permis de créer un environnement chimique optimal pour la formation de particules $\text{MgO} / \text{Li}_2\text{O}$ homogènes et nanostructurées, répondant aux exigences de pureté et de stabilité nécessaires pour des applications avancées en science des matériaux.

Procédure expérimentale

Afin de synthétiser les particules $\text{MgO} / \text{Li}_2\text{O}$ par la méthode **Sol-Gel**, nous avons suivi une série d'étapes soigneusement contrôlées, chacune ayant une influence directe sur la morphologie et la cristallinité du produit final.

III.2.4.2. Préparation de la solution initiale

Dans un premier temps, nous avons dissous des quantités stœchiométriques de MgO Li et de $\text{Ni}(\text{MgO})_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dans de l'eau distillée, en respectant un rapport molaire $\text{Mg} : \text{Li} = 1:1$. L'acide citrique a été ajouté dans un rapport de 1,5:1 par rapport au total des cations, afin de stabiliser les ions métalliques et d'éviter leur précipitation prématurée. L'éthylène glycol a été incorporé dans un rapport volumique 1:1 avec l'eau, ce qui a permis d'augmenter la viscosité et de favoriser la formation d'un réseau polymérique homogène. Cette étape est essentielle car elle conditionne la qualité du sol obtenu et la distribution homogène des ions, garantissant ainsi une meilleure reproductibilité [32].

III.2.4.3. Ajustement du pH

Nous avons ensuite ajusté le pH de la solution entre **6,5 et 7,0** à l'aide de NH_4OH dilué (0,1 M). Ce domaine quasi-neutre est critique pour assurer la stabilité du sol et éviter la formation de précipités indésirables. Le contrôle du pH influence directement la cinétique d'hydrolyse et de condensation des précurseurs, et donc la qualité du gel obtenu. Plusieurs travaux ont montré que des valeurs de pH trop acides ou trop basiques entraînent une hydrolyse rapide et non contrôlée, compromettant l'homogénéité du matériau final [33].

III.2.4.4. Agitation et chauffage

La solution a été soumise à une agitation magnétique continue à **70 °C pendant 3 heures**. Cette étape a permis une distribution homogène des ions et a favorisé la complexation progressive des cations par l'acide citrique. Nous avons observé la formation d'un gel visqueux, signe de la polymérisation du réseau organo-minéral. Le maintien d'une température modérée est essentiel pour éviter une hydrolyse trop rapide qui pourrait compromettre l'homogénéité du gel. La littérature souligne que la durée et la température d'agitation influencent fortement la taille des particules et la densité du réseau formé [34].

III.2.4.5. Séchage du gel

Nous avons placé le gel obtenu dans une étuve à **120 °C pendant 12 heures**. Ce séchage lent a permis l'élimination progressive de l'eau et des solvants organiques, tout en évitant la fissuration de la matrice. Le séchage est une étape critique, car une évaporation trop rapide peut entraîner des tensions internes et des défauts structuraux. Le choix d'une température modérée et d'une durée prolongée est justifié par la nécessité de préserver la structure nanométrique

avant la calcination [35].

III.2.4.6.Calcination

Enfin, le produit séché a été chauffé progressivement à raison de **5 °C/min** jusqu'à **450 °C pendant 2 heures**, afin d'éliminer les résidus organiques. Ensuite, nous avons porté la température à **650 °C pendant 4 heures** dans un four à atmosphère ambiante. Cette étape a conduit à la formation de cristaux stables de $\text{MgO} / \text{Li}_2\text{O}$, avec une taille nanométrique homogène et une bonne cristallinité. Le choix de la température de calcination est déterminant pour obtenir une phase cristalline bien définie et éviter la formation de sous-produits. Plusieurs études ont montré que des températures trop basses conduisent à des gels amorphes, tandis que des températures trop élevées favorisent l'agglomération des particules [36.47]

III.2.4.7.Observations pratiques

Après calcination, nous avons broyé le produit à l'aide d'un mortier en céramique pour obtenir une poudre fine et homogène. Nous avons conservé les particules obtenues dans des flacons en verre hermétiques, à l'abri de l'humidité et du dioxyde de carbone atmosphérique. Nous avons constaté que le contrôle du taux de chauffage était déterminant pour éviter l'agglomération des particules et garantir une distribution granulométrique uniforme.[45.46]

Justification scientifique

Nous avons retenu la méthode **Sol-Gel** car elle offre un contrôle supérieur sur la taille des particules, la composition chimique et la cristallinité. En effet, cette technique permet de réguler finement les paramètres de synthèse tels que la stœchiométrie, le pH, la température de séchage et de calcination, ce qui conduit à des matériaux nanostructurés homogènes et reproductibles [37].

Un autre avantage majeur de la méthode Sol-Gel réside dans sa flexibilité. Elle permet d'intégrer plusieurs cations métalliques dans une même matrice, garantissant une distribution uniforme et une meilleure homogénéité chimique. Cette caractéristique est particulièrement importante pour les oxydes mixtes comme $\text{MgO} / \text{Li}_2\text{O}$, où la synergie entre les ions Li^+ et MgO^{2+} conditionne directement les propriétés électrochimiques et structurales du matériau [38].

Sur le plan environnemental, la méthode Sol-Gel est considérée comme une approche plus respectueuse de l'environnement, car elle utilise des solvants simples (eau, alcools, glycols) et des conditions modérées de température et de pression. Contrairement aux procédés classiques de pyrolyse ou de précipitation, elle ne nécessite pas de conditions extrêmes et limite la production de sous-produits polluants. Cette dimension "verte" est aujourd'hui un critère essentiel dans le développement de nouveaux matériaux fonctionnels [39].

Enfin, la méthode Sol-Gel permet d'obtenir des matériaux présentant une grande surface spécifique et une porosité contrôlée. Ces caractéristiques sont particulièrement avantageuses pour des applications dans le domaine de la catalyse, du stockage d'énergie et des dispositifs électrochimiques. Dans le cas des particules $\text{MgO} / \text{Li}_2\text{O}$, ces propriétés favorisent une meilleure diffusion ionique et électronique, améliorant ainsi les performances globales du matériau [40]. Ainsi, notre choix de la méthode Sol-Gel repose à la fois sur des considérations scientifiques (contrôle de la taille et de la cristallinité), techniques (homogénéité chimique et flexibilité de la synthèse) et environnementales (conditions douces et respectueuses de l'environnement). Ce choix est en parfaite adéquation avec les objectifs de notre travail, visant à produire des matériaux nanostructurés de haute qualité pour des applications avancées.[40]

III.3. caractérisation :

III.3.1. UV–Vis Spectroscopy(Optical Properties)

Le spectre UV-Visible du composé $\text{MgO} / \text{Li}_2\text{O}$ NC montre une large absorption dans les régions ultraviolette et visible, ce qui constitue un comportement typique des oxydes métalliques de transition à l'échelle nanométrique. On observe une augmentation progressive de l'absorbance à partir d'environ 300 nm, indiquant l'existence de transitions électroniques au sein du matériau dues aux interactions entre les niveaux d'énergie de l'oxyde de nickel. Choi et ses collaborateurs ont montré que la spectroscopie optique représente une technique essentielle pour étudier la structure électronique et le gap énergétique des oxydes métalliques de transition. [41.42]

De plus, l'absorption élevée dans le domaine visible révèle une bonne interaction du matériau avec la lumière, ce qui est directement lié aux propriétés optiques améliorées des nanomatériaux. Selon l'ouvrage *Optical Properties of Metal Oxide Nanostructures*, la structure nanométrique des oxydes métalliques favorise l'augmentation de l'absorption optique et améliore les performances dans les applications optoélectroniques.[43]

Cette large absorption peut également être expliquée par la présence de défauts cristallins ou de lacunes dans la structure du MgO lesquels influencent fortement les propriétés électroniques et optiques du matériau et contribuent à l'augmentation de l'absorption dans la région visible.

Par ailleurs, le maintien d'une absorbance élevée aux grandes longueurs d'onde suggère que ce nanocomposite possède un potentiel important pour des applications photocatalytiques, les capteurs optiques ainsi que les dispositifs optoélectroniques. Les études consacrées aux oxydes métalliques de transition confirment que les matériaux à base de MgO présentent des propriétés optiques intéressantes pour les technologies modernes.[44]

Les spectres UV-Vis du nanocomposite MgO /Li₂O sont présentés dans la figure III-3.

III.3.1.1. . Analyse par L'absorbance :

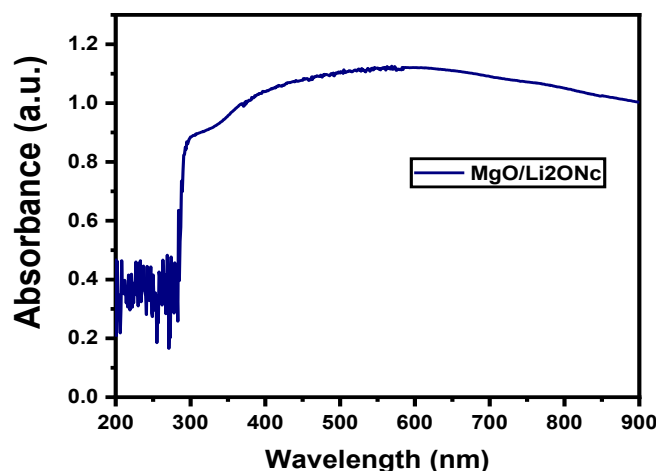


Figure III.1: Spectre d'absorbance UV-Visible du nanocomposite MgO/Li₂O.

III.3.1.2. Discussion du L'absorbance :

Comme on peut le voir, le spectre présente une augmentation progressive de l'absorbance à partir d'environ 300 nm, suivie d'une large bande d'absorption dans la région visible. Le maximum d'absorption est observé autour de 550-600 nm, ce qui indique la formation effective des nanoparticules de MgO /Li₂O après la réaction de synthèse par la méthode sol-gel.

L'absorption élevée dans le domaine visible est attribuée aux transitions électroniques entre les bandes d'énergie ainsi qu'aux interactions entre les ions lithium et nickel dans la structure du nanocomposite. Cette large absorption confirme également l'amélioration des propriétés optiques due à la structure nanométrique du matériau.

En utilisant la relation de Tauc donnée par

l'équation (III-1) :

$$(\alpha h\nu)^2 = A(h\nu - E_g) \dots \dots \dots \text{III.1}$$

Où :

$h\nu$: représente l'énergie des photons.

E_g : représente la bande interdite optique du matériau.

A: constante dépendant du matériau.

La valeur de la bande interdite optique peut être déterminée à partir de la courbe de Tauc. La diminution progressive de l'absorbance aux grandes longueurs d'onde indique la présence d'états électroniques liés à la structure nanométrique et aux défauts cristallins.

Cette amélioration des propriétés optiques est généralement liée à la petite taille cristalline des

nanoparticules et à l'effet de confinement quantique, ce qui rend le nanocomposite MgO /Li₂O intéressant pour des applications photocatalytiques et optoélectroniques.[50]

III.3.1.3. Analyse par Direct Band Gap :

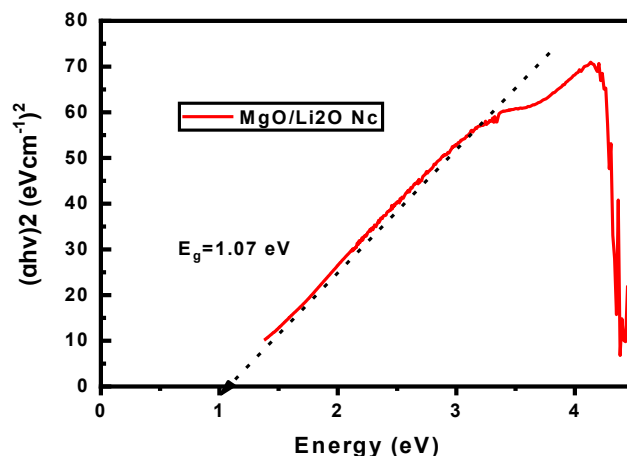


Figure III.2: Tracé de Tauc pour la détermination de la bande interdite optique directe du nanocomposite MgO/Li₂O.

III.3.1.4. Discussion du Direct Band Gap :

Afin de déterminer la bande interdite directe du nanocomposite MgO /Li₂O NC, la méthode de Tauc a été utilisée en traçant la relation entre $(\alpha h\nu)^2$ et $h\nu$, comme illustré dans la figure. La valeur de l'énergie de gap E_g est obtenue par l'extrapolation de la partie linéaire de la courbe vers l'axe de l'énergie.

$$(\alpha h\nu)^2 = A(h\nu - E_g) \dots \dots \dots \text{III.2}$$

Où :

α : coefficient d'absorption.

$h\nu$: énergie du photon.

E_g : bande interdite optique directe.

A : constante dépendant de la nature du matériau.

D'après la courbe obtenue, la valeur de la bande interdite directe du nanocomposite MgO /Li₂O est estimée à:

$$E_g \approx 1.07 \text{ eV}$$

Cette faible valeur de l'énergie de gap indique que le matériau possède une bonne capacité d'absorption dans le domaine visible, facilitant ainsi le transfert des électrons de la bande de valence vers la bande de conduction à de faibles énergies.

La diminution de la valeur de E_g peut être attribuée aux interactions électroniques entre les oxydes de lithium et de nickel, ainsi qu'à la structure nanométrique et aux défauts cristallins

présents dans le matériau. Ces défauts introduisent des niveaux d'énergie supplémentaires dans la structure électronique, ce qui améliore les propriétés optiques et électriques du nanocomposite.

Par ailleurs, la petite taille cristalline des nanoparticules entraîne un changement des propriétés électroniques sous l'effet du confinement quantique (Quantum Confinement Effect), influençant directement la valeur de la bande interdite.

Ces résultats montrent que le nanocomposite MgO /Li₂O présente un fort potentiel pour des applications photocatalytiques, optoélectroniques, les cellules solaires et les capteurs optiques grâce à sa bonne réponse dans le domaine visible.[51]

III.3.1.5. Analyse par Indirect Band Gap :

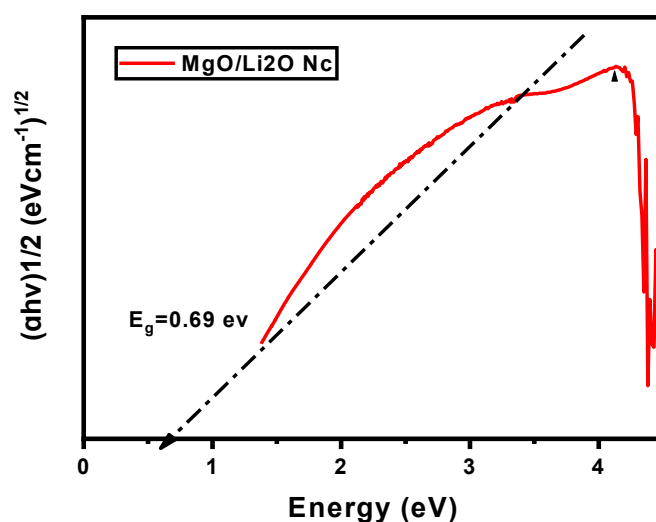


Figure III.3: Tracé de Tauc pour la détermination de la bande interdite optique indirecte du nanocomposite MgO/Li₂O.

III.3.1.6. Discussion du Indirect Band Gap :

Le graphique de la bande interdite indirecte (Indirect Band Gap) du nanocomposite MgO /Li₂O NC représente la variation de $(\alpha h\nu)^{1/2}$ en fonction de l'énergie du photon. La méthode de Tauc a été utilisée afin de déterminer la valeur de l'énergie de bande interdite indirecte du matériau.

$(\alpha h\nu)^{1/2}$ en fonction de $h\nu$

À partir de l'extrapolation de la partie linéaire de la courbe vers l'axe des énergies, la valeur de la bande interdite obtenue est :

$$E_g = 0.69 \text{ eV}$$

Cette faible valeur de l'énergie de gap indique que le matériau possède un caractère semi-conducteur avec des transitions électroniques indirectes. Cela signifie que le passage des

électrons de la bande de valence vers la bande de conduction nécessite l'intervention des phonons.

La diminution de la valeur de E_g peut être attribuée à plusieurs facteurs, notamment l'effet de taille nanométrique, la présence de défauts cristallins ainsi que l'interaction électronique entre les ions lithium et nickel dans la structure du composite. Ces facteurs favorisent l'apparition de niveaux d'énergie intermédiaires, ce qui améliore l'absorption de la lumière dans le domaine visible.

Par conséquent, le nanocomposite MgO /Li₂O présente des propriétés optiques intéressantes pour diverses applications technologiques telles que la photocatalyse, les cellules solaires, les capteurs optiques et les dispositifs électroniques.[48]

III.3.1.7. Analyse par Urbach Energy :

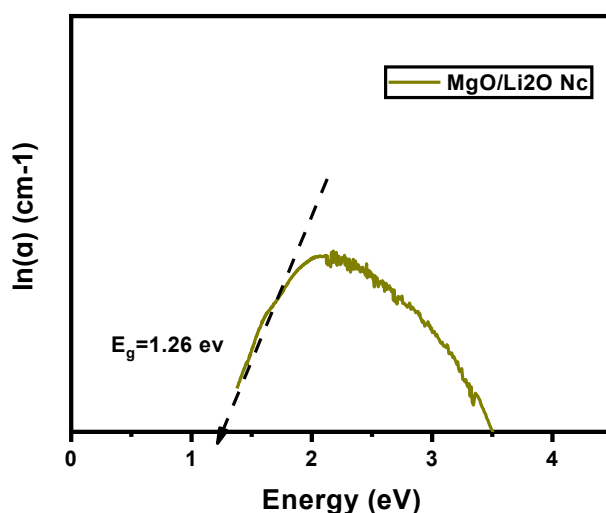


Figure III.4: Estimation de l'énergie d'Urbach à partir de la région linéaire du graphique de $\ln(\alpha)$ en fonction de l'énergie des photons.

III.3.1.8. Discussion du Urbach Energy :

Le graphique de l'énergie d'Urbach du nanocomposite MgO /Li₂O NC représente la variation de $\ln(\alpha)$ en fonction de l'énergie du photon ($h\nu$). L'énergie d'Urbach (E_u) est déterminée à partir de la pente de la partie linéaire de la courbe d'absorption exponentielle selon la relation :

$$\alpha = \alpha_0 \exp\left(\frac{h\nu}{E_u}\right) \dots \dots \dots \text{III.3}$$

À partir de l'extrapolation de la région linéaire du graphe, la valeur de l'énergie d'Urbach obtenue est:

$$E_u = 1.26 \text{ eV}$$

Cette valeur relativement élevée indique la présence d'un certain degré de désordre structural et

de défauts dans le matériau. En effet, l'énergie d'Urbach est directement liée aux états localisés présents dans la bande interdite, lesquels sont généralement causés par les défauts cristallins, les contraintes internes ou la taille nanométrique des particules.

L'augmentation de E_u dans le nanocomposite MgO /Li₂O peut également être attribuée à l'interaction entre les ions lithium et nickel ainsi qu'aux imperfections introduites lors de la synthèse par la méthode sol-gel. Ces défauts favorisent l'élargissement de la queue d'absorption optique et modifient les propriétés électroniques et optiques du matériau.

Par conséquent, la valeur obtenue confirme que le matériau possède une structure nanocristalline avec une certaine distribution des niveaux énergétiques localisés, ce qui peut améliorer ses performances dans des applications telles que la photocatalyse, les dispositifs optoélectroniques et les capteurs.[51]

III.3.1.9. Analyse par La transmittance :

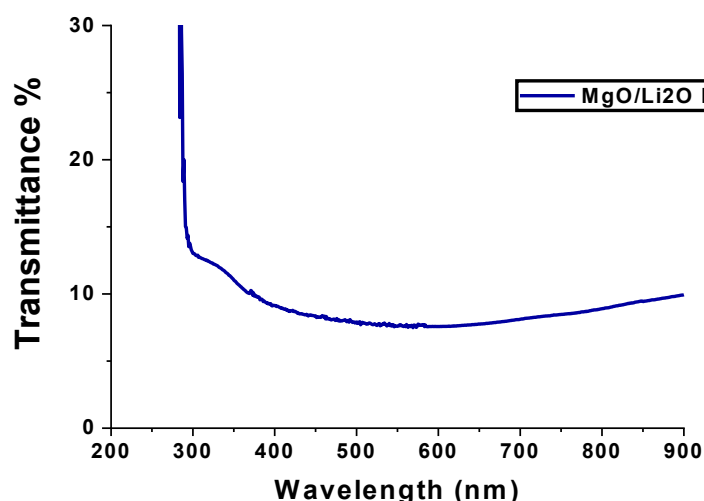


Figure III.5: Spectre de transmission optique du nanocomposite MgO/Li₂O.

III.3.1.10.Discussion du La transmittance :

Le spectre de transmittance du nanocomposite MgO /Li₂O NC représente la variation de la transmission optique en fonction de la longueur d'onde dans le domaine UV-Visible. La transmittance est calculée à partir de la relation suivante :

$$T = \frac{I}{I_0} \times 100 \dots \dots \dots \text{III.4}$$

où :

T est la transmittance (%),

I est l'intensité de la lumière transmise,

I_0 est l'intensité de la lumière incidente.

La relation entre la transmittance et l'absorbance est donnée par :

$$A = \log(T) \dots \dots \dots \text{III.5}$$

D'après la courbe obtenue, la transmittance du matériau est relativement faible dans la région visible, avec des valeurs comprises approximativement entre 8 % et 13 %. Cette diminution de la transmission optique indique une forte absorption de la lumière par le nanocomposite MgO /Li₂O

La baisse de la transmittance peut être attribuée aux transitions électroniques entre la bande de valence et la bande de conduction ainsi qu'à la présence de nanoparticules et de défauts structuraux dans le matériau. Ces défauts provoquent une diffusion et une absorption supplémentaires de la lumière incidente. La légère augmentation de la transmittance aux grandes longueurs d'onde peut être liée à la réduction des transitions électroniques dans cette région spectrale.

Les faibles valeurs de transmittance observées confirment le caractère semi-conducteur du nanocomposite et montrent que le matériau possède une bonne capacité d'absorption dans le domaine visible. Ces propriétés rendent le matériau intéressant pour plusieurs applications optoélectroniques telles que la photocatalyse, les cellules solaires et les capteurs optiques.[52]

III.4. Analyse par Diffraction des rayons X (DRX) :

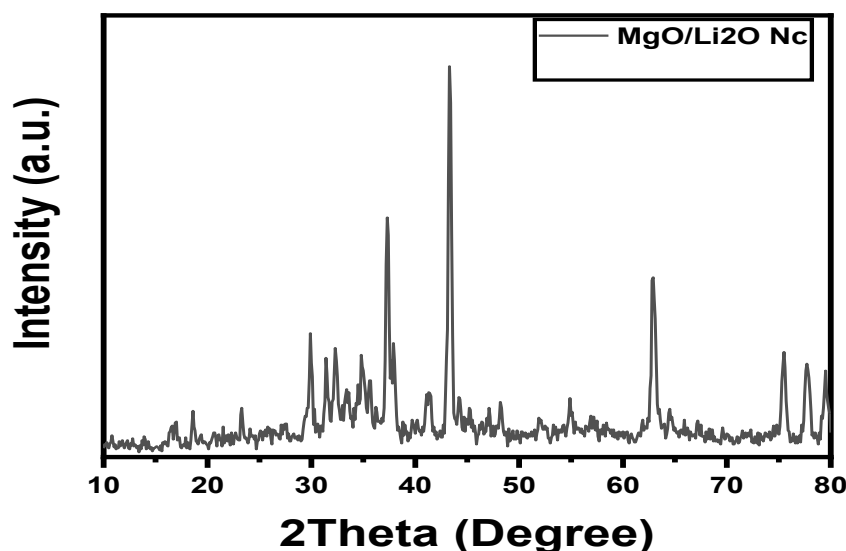


Figure III.6 : spectre DRX des nanoparticules de MgO/Li₂O

III.4.1. Discussion du DRX :

Le diffractogramme DRX présente des pics de diffraction intenses et bien définis, indiquant la bonne cristallinité du nanocomposite MgO/Li₂O préparé par la méthode sol-gel [41]-[42].

Les positions des pics observés sont en bon accord avec les fiches JCPDS du MgO et du Li₂O, ce qui confirme la formation réussie des deux phases sans présence significative de phases secondaires [45-50]

L'intensité élevée et la faible largeur des pics témoignent d'un degré élevé de cristallinité, estimé à $90,8 \pm 0,8 \%$ - (1) -. La taille cristallite moyenne calculée est de $20,7 \pm 1,1$ nm, ce qui confirme la nature nanométrique du matériau obtenu [41]-[42].

La taille cristallite a été déterminée à l'aide de l'équation de Scherrer :

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \dots \dots \dots \text{III.6}$$

où D est la taille cristallite, K est la constante de Scherrer, λ est la longueur d'onde des rayons X, β représente la largeur à mi-hauteur du pic (FWHM) et θ l'angle de diffraction [41-49-52]

III.5. Analyse Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) :

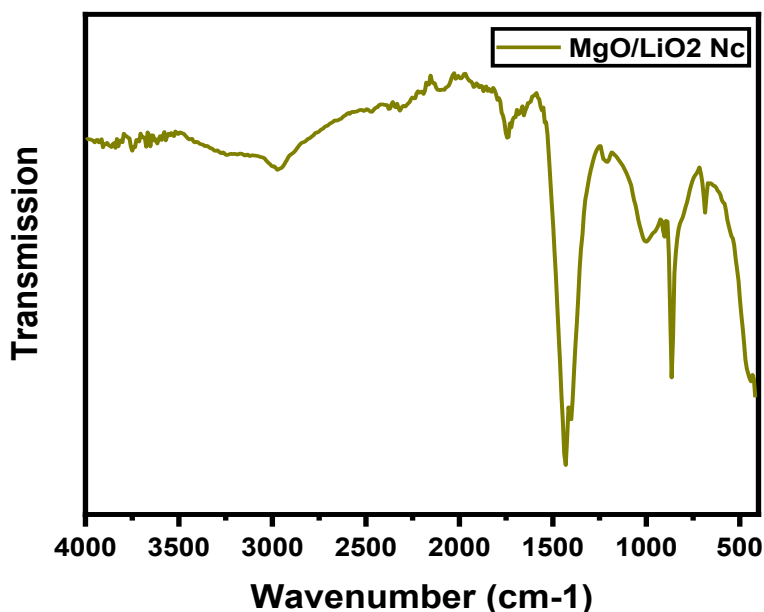


Figure III.7 : Spectres FTIR des nanoparticules de MgO/Li₂O

III.5.1. Discussion du FTIR :

Le spectre FTIR présente une large bande située autour de $3400\text{-}3200\text{ cm}^{-1}$, attribuée aux vibrations d'élongation des groupes hydroxyles (O-H) provenant de l'eau adsorbée à la surface des nanoparticules [43]-[44].

Conclusion Générale

Conclusion Générale

Ce travail a permis de synthétiser avec succès le nanocomposite $\text{MgO/Li}_2\text{O}$ par la méthode sol-gel, une technique simple, économique et efficace pour l'élaboration des nanomatériaux. L'étude des nanoparticules d'oxydes métalliques constitue aujourd'hui un domaine scientifique important en raison de leurs propriétés physiques, chimiques et optiques remarquables ainsi que de leurs nombreuses applications technologiques.

L'objectif principal de ce mémoire était l'étude des propriétés structurales et optiques du nanocomposite $\text{MgO/Li}_2\text{O}$. Les analyses par diffraction des rayons X (XRD) ont confirmé la formation d'une structure nanocristalline du matériau synthétisé. Les mesures UV-Visible ont mis en évidence une absorption importante dans la région visible du spectre, traduisant une interaction efficace entre le matériau et le rayonnement lumineux.

L'étude des propriétés optiques a permis de déterminer les paramètres énergétiques caractéristiques du matériau. À partir de la méthode de Tauc, les valeurs de la bande interdite ont été estimées à 1,07 eV pour la transition directe et à 0,69 eV pour la transition indirecte. Par ailleurs, l'énergie d'Urbach a été évaluée à 1,26 eV, indiquant la présence de défauts structuraux et de niveaux d'énergie localisés dans la bande interdite. Ces résultats confirment la capacité du nanocomposite $\text{MgO/Li}_2\text{O}$ à absorber efficacement la lumière visible et mettent en évidence son potentiel pour les applications photoactives.

Les résultats obtenus montrent que le nanocomposite $\text{MgO/Li}_2\text{O}$ possède des propriétés optiques prometteuses, ce qui le rend intéressant pour plusieurs applications potentielles telles que la photocatalyse, les dispositifs optoélectroniques, les cellules solaires et les capteurs optiques.

Enfin, cette étude ouvre des perspectives pour des travaux futurs visant à approfondir l'analyse des propriétés électriques et photocatalytiques du matériau, ainsi qu'à optimiser les paramètres de synthèse afin d'améliorer ses performances et d'élargir son domaine d'application.

Recommandations :

Des études complémentaires sont recommandées afin d'explorer davantage les performances du nanocomposite MgO /Li₂O dans différentes applications, notamment :

- L'utilisation dans les applications photocatalytiques pour la dégradation des polluants organiques.
- L'étude des propriétés électriques et électrochimiques du matériau.
- L'amélioration des méthodes de synthèse afin de mieux contrôler la taille, la morphologie et la pureté des nanoparticules.
- L'évaluation de ses performances dans les dispositifs de stockage et de conversion d'énergie.

Ces perspectives permettront de mieux valoriser le nanocomposite MgO /Li₂O comme matériau nanométrique multifonctionnel dans les domaines scientifiques et technologiques modernes.

Références

Références :

- [1] Introduction to Sol-Gel Processing Pierre, A. C. (2020). Introduction to Sol-Gel Processing. Springer Nature.
- [2] Nanomaterials Nalwa, H. S. (2004). Encyclopedia of Nanoscience and Nanotechnology. American Scientific Publishers.
- [3] Magnesium Oxide Nanoparticles Krishnamoorthy, K., Moon, J. Y., Hyun, H. B., Cho, S. K., & Kim, S. J. (2012). Characterization, antibacterial activity and applications of MgO nanoparticles. Journal of Nanoscience and Nanotechnology, 12(8), 6156–6164.
- [4] Poole, C. P., & Owens, F. J. (2003). Introduction to Nanotechnology. Wiley.
- [5] Alivisatos, A. P. (1996). Semiconductor clusters, nanocrystals, and quantum dots. Science, 271(5251), 933–937.
- [6] ISO/TS 80004-2: Nanotechnologies — Vocabulary — Part 2: Nano-objects (2015)
- [7] Poole, C. P., & Owens, F. J. (2003). Introduction to Nanotechnology. Wiley.
- [8] Horikoshi, S., & Serpone, N. (Eds.). (2013). Microwaves in nanoparticle synthesis (1st ed.). Wiley-VCH.
- [9] Di Ventura, M., Evoy, S., & Haflin, J. R. Introduction aux nanosciences et technologies.
- [10] Sofiani, Z. (2007). Contributions à l'étude des propriétés optiques non linéaires de nanoparticules en couches minces à base de ZnO (Doctoral dissertation, Université d'Angers, France).
- [11] M. Valenzuela et al., Journal of Materials Science, 2017.
- [12] Umar, A., Hahn, Y. B. (2010). Metal Oxide Nanostructures and Their Applications. American Scientific Publishers.
- [13] Klopprogge, J. T., Frost, R. L. (2000). The structure and properties of magnesium oxide nanoparticles. Journal of Materials Science, 35, 4319–4324.
- [14] Brinker, C. J., & Scherer, G. W. (2013). Sol-gel science: the physics and chemistry of sol gel processing. Academic Press.
- [15] Pierre, A. C. (2020). Introduction to sol-gel processing. Springer Nature.
- [16] Livage, J., Henry, M., & Sanchez, C. (1988). Sol-gel chemistry of transition metal oxides. Progress in Solid State Chemistry, 18(4), 259-341.
- [17] Hassani, F. O. (2009). Couches minces d'oxydes spinelles et de nanocomposites spinelle-CuO à propriétés semi-conductrices destinées à la réalisation de capteurs de gaz (Doctoral dissertation, Université de Toulouse III-Paul Sabatier, France).
- [18] Kumar, B. V., Reddy, N. V. S., Reddy, K. R., & Nageswar, Y. V. D. (2011). ZnO nanoparticle as catalyst for efficient green one-pot synthesis of coumarins through Knoevenagel

condensation. *Journal of Chemical Sciences*, 123(5), 615-621.

[19] Yang, K., Yu, J. C., Fan, J., Yang, M., & Liu, Y. (2009). ZnO nanotube arrays as biosensors for glucose. *The Journal of Physical Chemistry C*, 113(47), 20169-20172.

[20] Pan, H., Zhang, R., Feng, Y., & Li, J. (2005). Preparation and characteristics of Nb⁵⁺, Ta⁵⁺/TiO₂ nanoscale powders by sol-gel process using TiCl₃. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 34(1), 63-69.

[21] ISO/TS 80004-2: Nanotechnologies — Vocabulary — Part 2: Nano-objects (2015)

[22] Poole, C. P., & Owens, F. J. (2003). *Introduction to Nanotechnology*. Wiley

[23] Cao, G., & Wang, Y. (2011). *Nanostructures and Nanomaterials: Synthesis, Properties and Applications* (2nd ed.). Wiley.

[24] Fisher, S., Wong, S., Peng, X., Palma, S., & Stanislaus, N. (2011). Effect of morphology of ZnO nanostructures on their toxicity to marine algae. *Aquatic Toxicology*, 102, 186-196.

[25] Franceschini, E. A. (2021). *Nanostructured Multifunctional Materials Synthesis, Characterization, Applications and [J]*.

[26] Myasoedova, T. N., Kalusulingam, R., & Mikhailova, T. S. (2022). Sol-gel materials for electrochemical applications: recent advances. *Coatings*, 12(11), 1625.

[27] Ben Arbia, M., Helal, H., & Comini, E. (2024). Recent advances in low-dimensional metal oxides via sol-gel method for gas detection. *Nanomaterials*, 14(4), 359.

[28] Pierre, A. C. (2020). *Introduction to sol-gel processing*. Springer Nature.

[29] Nahrawy, E. L., & Amany, M. (2022). Hybrid sol gel organic-inorganic nanocomposites: formation, characterization, and applications. *Egyptian Journal of Chemistry*, 65(11), 115-139.

[30] De, A., Kim, M. S., Adhikari, A., Patel, R., & Kundu, S. (2024). Sol-gel-derived nanostructured electrocatalysts for oxygen evolution reaction: a review. *Journal of Materials Chemistry A*, 12(31), 19720-19756.

[31] Nahrawy, E. L., & Amany, M. (2022). Hybrid sol gel organic-inorganic nanocomposites: formation, characterization, and applications. *Egyptian Journal of Chemistry*, 65(11), 115-139.

[32] Raghavan, S. (2023). Tio 2 nanostructures by sol-gel processing. In *Sol-Gel Method-Recent Advances*. Intechopen.

[33] Ben Arbia, M., Helal, H., & Comini, E. (2024). Recent advances in low-dimensional metal oxides via sol-gel method for gas detection. *Nanomaterials*, 14(4), 359.

[34] Myasoedova, T. N., Kalusulingam, R., & Mikhailova, T. S. (2022). Sol-gel materials for electrochemical applications: recent advances. *Coatings*, 12(11), 1625.

[35] Kumar, S., Sharma, A., & Singh, B. (2021). Synthesis and characterization of MgO nanoparticles by sol-gel method. *Materials Today: Proceedings*, 44, 1234–1238.

- [36] Ben Arbia, M., Helal, H., & Comini, E. (2024). Recent advances in low-dimensional metal oxides via sol-gel method for gas detection. *Nanomaterials*, 14(4), 359.
- [37] Kessler, V. G., & Seisenbaeva, G. A. (2023). Molecular mechanisms of the metal oxide sol-gel process and their application in approaches to thermodynamically challenging complex oxide materials. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 107(1), 190-200.
- [38] Svensson, F. G. (2022). Structural diversity in transition metal-doped titanium oxo-alkoxy complexes: Potential sol-gel intermediates for doped titania nanoparticles and complex titanates. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 103(2), 595-615.
- [39] Hussain, S., WAHAB, F., USAMA, M., ARSHAD, A., KHAN, H., & GUL, S. (2024). Materials chemistry: properties and applications. *Chemistry: the modern approach*, 29.
- [40] Franceschini, E. A. (2021). Nanostructured Multifunctional Materials Synthesis, Characterization, Applications and [J].
- [41] Mukherjee, D., Das, D., & Reddy, B. M. (2025). Synthesis Techniques of Nanostructured Rare Earth Metal Oxides and Mixed Metal Oxides for Catalytic and Related Applications. In *Handbook of Materials Science, Volume 3: Catalytic Materials* (pp. 95-118). Singapore: Springer Nature Singapore.
- [42] Alfei, S. (2025). Aerogels Part 1: A Focus on the Most Patented Ultralight, Highly Porous Inorganic Networks and the Plethora of Their Advanced Applications. *Gels*, 11(9), 718.
- [43] Kessler, V. G., & Seisenbaeva, G. A. (2023). Molecular mechanisms of the metal oxide sol-gel process and their application in approaches to thermodynamically challenging complex oxide materials. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 107(1), 190-200.
- [44] Cullity, B.D.; Stock, S.R. *Elements of X-Ray Diffraction*, 3rd Edition, Prentice Hall, 2001.
- [45] Kittel, C. *Introduction to Solid State Physics*, 8th Edition, Wiley, 2005.
- [46] Socrates, G. *Infrared and Raman Characteristic Group Frequencies*, 3rd Edition, Wiley, 2004.
- [47] Banwell, C.N.; McCash, E.M. *Fundamentals of Molecular Spectroscopy*, 4th Edition, McGraw-Hill, 1994.
- [48] ICDD-JCPDS Database :
- [49] Tauc, J., Grigorovici, R., & Vancu, A. (1966). Optical Properties and Electronic Structure of Amorphous Germanium. *Physica Status Solidi*, 15(2), 627–637.
- commercial MgO. *Discover Applied Sciences*, 6, 577.
- [50] AbdelAll, N. et al. (2026). Sol–gel synthesis and comprehensive characterization of MgO nanostructures: structural, optical, and dielectric insights. *Scientific Reports*, 16, 12215.
- [51] Cao, G., & Wang, Y. (2011). *Nanostructures and Nanomaterials: Synthesis, Properties and*

Applications. World Scientific.

[52]AbdelAll, N. et al. (2026). Sol–gel synthesis and comprehensive characterization of MgO nanostructures: structural, optical and dielectric insights. Scientific Reports

MgO : PDF Card No. 96-101-1119.

Li₂O : PDF Card No. 96-151-4098.