République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère De l'Enseignement Supérieur

Et de la Recherche Scientifique

Université Echahid Hamma Lakhdar.El Oued

Faculté de la Technologie

Mémoire de Fin d'Etude

En vue de l'obtention du diplôme de

MASTER ACADEMIQUE

Domaine: Sciences et Technologies

Filière: Génie des Procédés et Pétrochimie

Spécialité : Génie du Pétrochimie

Présenté par:

Taabli Mohamed Abdennour

Layes Sadok

Thème

Synthèse et caractérisation des nanoparticules MgO/NiO : Application antioxydante par le test DPPH

Devant le jury composé de :

Dr: Lami Nasima	(MCA)	Président
Dr: Guerram Abdelmadjid	(MCA)	Examiner
Dr: Khaled Bilel	(MCA)	Encadreur
Dr: NESRAT Hocine Sadam	(PHD)	CO Encadreur

2025/2026

2026

Remerciements

À l'issue de ce parcours universitaire, et au moment d'atteindre cette étape tant attendue qu'est l'obtention de notre diplôme, nous nous arrêtons avec fierté et gratitude pour nous remémorer les années de travail et de persévérance que nous avons vécues au sein de l'université, qui a accueilli nos ambitions, ainsi qu'auprès de professeurs distingués qui ont éclairé notre chemin vers le savoir et la connaissance, et qui ont été les meilleurs guides et soutiens tout au long de notre parcours académique.

Nous adressons nos plus sincères expressions de reconnaissance et de gratitude à tous nos honorables enseignants, qui nous ont généreusement transmis leur savoir et leur expérience, ont éveillé en nous l'amour de l'apprentissage et de la recherche, et ont incarné un modèle d'engagement et de dévouement dans l'accomplissement de leur noble mission.

Nous tenons à exprimer notre profonde reconnaissance à notre encadreur, Monsieur Khaled Bilal, qui a été un véritable soutien tout au long de la préparation de ce mémoire. Par ses orientations précieuses, ses conseils avisés et ses remarques pertinentes, il a grandement contribué à l'amélioration de ce travail et à son aboutissement dans les meilleures conditions. Nous lui adressons nos remerciements les plus sincères ainsi que notre profond respect pour sa disponibilité, sa patience et son dévouement.

Nous exprimons également notre gratitude à toutes les personnes qui nous ont soutenus, encouragés et accompagnés tout au long de ce parcours, et qui ont contribué à renforcer notre détermination et notre volonté de réussir.

Enfin, nous adressons nos vifs remerciements à l'ensemble des enseignants et du personnel de la Faculté des Sciences et Technologies de Université Echahid Hamma Lakhdar d'El Oued, pour leurs efforts constants dans notre formation scientifique et académique, ainsi que pour les conditions favorables qu'ils ont mises en place pour nous permettre de mener à bien ce parcours et de réaliser cet accomplissement..

2026

Dédicace

À mes très chers parents, pour leur amour infini, leurs sacrifices, leurs encouragements constants et leurs prières qui ont illuminé mon chemin. Que Dieu les protège et leur accorde santé et bonheur.

À mes frères et sœurs, pour leur soutien, leur affection et leur présence à mes côtés.

À toute ma famille, qui m'a toujours encouragé(e) à persévérer.

À mes enseignants et à mon encadreur, pour leur patience, leurs conseils précieux et leur accompagnement tout au long de ce parcours.

À mes amis et collègues, pour leur soutien moral et les beaux moments partagés.

À toutes les personnes qui ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce travail.

Je leur exprime ma profonde gratitude et leur dédie ce mémoire, fruit de mes efforts et de ma persévérance

résumé

Cette étude a porté sur la synthèse et la caractérisation du nanocomposite MgO/NiO, ainsi que sur l'évaluation de son activité antioxydante. Le nanocomposite a été préparé par la méthode sol-gel, une technique simple et efficace permettant d'obtenir des matériaux nanométriques homogènes. La structure cristalline a été étudiée par diffraction des rayons X (XRD), qui a confirmé la formation du nanocomposite MgO/NiO, attestant ainsi de la réussite de la synthèse. Les propriétés optiques ont été analysées par spectroscopie UV-Visible. Le spectre d'absorbance a montré un maximum autour de 294 nm, tandis que le diagramme de Tauc a permis de déterminer une bande interdite (Band Gap) de 2,52 eV. Cette faible valeur indique que les électrons peuvent être excités plus facilement, ce qui améliore les propriétés optiques et électriques du matériau. L'activité antioxydante a été évaluée par la méthode DPPH en comparant la capacité du nanocomposite MgO/NiO à piéger les radicaux libres à celle de l'acide ascorbique utilisé comme antioxydant de référence. Les résultats ont montré que le nanocomposite MgO/NiO présente une valeur d'IC50 de 157 ± 0,5 µg/µL, contre 8 ± 0,03 µg/µL pour l'acide ascorbique, indiquant une activité antioxydante significative dans les conditions expérimentales.

Dans l'ensemble, les résultats obtenus confirment la réussite de la synthèse du nanocomposite MgO/NiO et mettent en évidence ses propriétés structurales, optiques et antioxydantes prometteuses. Ce matériau pourrait être utilisé dans divers domaines, notamment la biomédecine, le traitement de l'environnement et l'industrie pharmaceutique.

Mots-clés : MgO/NiO, nanocomposite, sol-gel, XRD, UV-Visible, activité antioxydante, DPPH.

Abstract

This study focused on the synthesis and characterization of the MgO/NiO nanocomposite and the evaluation of its antioxidant activity. The nanocomposite was prepared using the sol-gel method, a simple and effective technique for obtaining homogeneous nanostructured materials. The crystalline structure was investigated by X-ray diffraction (XRD), which confirmed the successful formation of the MgO/NiO nanocomposite. The optical properties were analyzed using UV-Visible spectroscopy. The absorbance spectrum showed a maximum absorption around 294 nm, while the Tauc plot was used to determine a band gap energy of 2.52 eV. This relatively low value indicates that electrons can be excited more easily, leading to improved optical and electrical properties. The antioxidant activity was evaluated using the DPPH assay by comparing the free radical scavenging ability of the MgO/NiO nanocomposite with that of ascorbic acid used as a reference antioxidant. The results showed that the MgO/NiO nanocomposite exhibited an IC50 value of 157 ± 0.5 µg/µL, compared with 8 ± 0.03 µg/µL for ascorbic acid, indicating significant antioxidant activity under the experimental conditions.

Overall, the obtained results confirm the successful synthesis of the MgO/NiO nanocomposite and highlight its promising structural, optical, and antioxidant properties. This material could find potential applications in biomedicine, environmental treatment, and the pharmaceutical industry.

Keywords: MgO/NiO, nanocomposite, sol-gel, XRD, UV-Visible, antioxidant activity, DPPH.

الملخص:

تناولت هذه الدراسة تحضير وتوصيف المركب النانويMgO/NiO ، بالإضافة إلى تقييم نشاطه المضاد للأكسدة. تم تحضير هذا المركب باستخدام طريقة السول-جل، وهي تقنية بسيطة وفعالة تسمح بالحصول على مواد نانوية متجانسة.

تمت دراسة البنية البلورية باستخدام تقنية حيود الأشعة السينية(XRD) ، والتي أكدت تكوّن المركب النانوي MgO/NiO، مما يدل على نجاح عملية التحضير.

تم تحليل الخصائص البصرية بواسطة مطيافية الأشعة فوق البنفسجية والمرئية .(UV-Visible) وأظهر طيف الامتصاص وجود أعلى امتصاص عند طول موجي يقارب 294 نانومتر، في حين مكّن مخطط تاوك من تحديد قيمة فجوة الطاقة Band) (Gapوالتي بلغت 2.52 إلكترون فولت .(eV) وتشير هذه القيمة المنخفضة إلى سهولة إثارة الإلكترونات، مما يحسن الخصائص البصرية والكهربائية للمادة.

تم تقييم النشاط المضاد للأكسدة من خلال مقارنة قدرة جسيمات MgO/NiO على التقاط الجذور الحرة مع حمض الأسكوربيك المستخدم كمضاد أكسدة مرجعي. أظهرت النتائج أن MgO/NiO يمتلك قيمة IC50 تبلغ 0.5±157 ميكرغرام/ ميكرولتر، مقارنة ب 0.03±8 ميكروغرام/ ميكرولتر، لحمض الأسكوربيك، مما يشير إلى نشاط مضاد للأكسدة مرتفع في الظروف التجريبية بصفة عامة، تؤكد النتائج المتحصل عليها نجاح تحضير المركب النانويMgO/NiO ، وتبرز خصائصه البنيوية والبصرية والمضادة للأكسدة الواعدة. ويمكن أن يجد هذا المركب تطبيقات واسعة في مجالات الطب الحيوي، ومعالجة البيئة، والصناعة الصيدلانية.

الكلمات المفتاحية: MgO/NiO ، المركب النانوي، السول-جل، حيود الأشعة السينية (XRD)، الأشعة فوق البنفسجية والمرئية (UV-Visible)،النشاط المضاد للأكسدة، .DPPH

Table des matières

Remerciements .....

Dédicace .....

résumé .....

Table des matières .....

List de Figures .....

List de Tablaux .....

Liste des symboles .....

Introduction générale I

Chapitre I : Généralités sur les nanoparticules

I.1. Nanoparticules : 4

I.1.1. Généralité : 4

I.1.2. Définition : 4

I.1.3. Application des nanoparticules : 5

I.1.4. Classes de nanoparticules : 6

I.2. Oxyde de magnésium 8

I.2.1. Utilisations 8

I.2.2. Prospérités physiques : 9

I.2.3. Propriétés thermochimiques 9

I.2.4. Production 9

I.2.5. Réactions 10

I.2.6. Analyse 11

I.3. Oxyde de nickel 11

I.3.1. Utilisations 12

I.3.2. Propriétés physiques 13

I.3.3. Propriétés thermochimiques: 13
I.3.4. Production 13
I.3.5. Réactions 14
I.3.6. Analyse 14
I.4. Applications des oxydes métalliques : 15
I.4. Procédés de synthèse des nanomatériaux: 15
Chapitre II : Generalites Sur L'adsorption
II.1 Synthèse des Nanoparticules par Sol-Gel : 18
II.2. Techniques de caractérisation des nanoparticules : 20
II.2.1 Spectroscopie UV-Visible 20
II.2.2 Caractérisation Structurale par Diffraction de rayon X 24
II.2.2 Caractérisation par Spectroscopie Infrarouge: 25
Chapitre III: Methodologie Experimentale
Introduction : 29
III.1. Propriétés physiques et chimiques des matériaux utilisés : 29
III.1.1. Chlorure de magnesium: 29
III.1.2. Chlorure de Nickel: 30
III.1.3. Hydroxyde de sodium : 30
III.1.4. Acideascorbique: 30
III.2. Préparation du27ZC / composé : 30
III.2.1. Formation du nano : 30
III.2.2. Centrifugation: 32
III.2.3. Séchage: 32
III.2.4. Calcination: 32
III.3. Résultats et discussion : 33
III.3.1. UV-Vis Absorbance : 33
III.3.2 Analyse par diffraction des rayons X (XRD) : 35

Chapitre IV : Résultats et discussion

Introduction : 38

IV.1. Test du 2-diphényle-1-picrylhydrazyl (DPPH): 38

IV.2. Les antioxydants : 39

IV.2.1. Définition des radicaux libres : 39

IV.2.2. Définition d'un antioxydant : 39

IV.2.3. Acide ascorbique: 40

IV. 3. Calcul des IC50 et de l'activité anti radicalaire : 40

IV.4. Evaluation de l'activité antioxydant: 40

IV.4.1. Test du 2-diphényle-1-picrylhydrazyl (DPPH) pour l'acide ascorbique : 40

IV.4.2. Test du 2-diphényle-1-picrylhydrazyl (DPPH) pour MgO/NiO (NPs) : 41

IV.4.3. Calcule des IC50 : 43

Conclusion Générale 44

Références 46

List de Figures

Figure I.1: Structure cristalline du MgO 8
Figure I.2: Structure cristalline du NiO..... 12
Figure II.1: Différentes étapes de la méthode sol-gel [17]..... 19
Figure II.2 : Phase de la cuve d'UV 21
Figure II.3 : Diagramme d'un spectrophotomètre UV-visible à faisceau unique. 22
Figure II.4 : Schéma de principe de la diffraction des rayons X par réseau cristallin. 24
Figure II.5 : Illustration de la technique de mesure θ/2θ..... 25
Figure II.6 : Schéma de principe de l'analyse de par spectroscopie d'absorption infrarouge [26]. 26
Figure III.1 : Schéma de Processus de Formation du nano. 31
Figure III.2 : Mécanisme de formation de nanoparticules [31]..... 33
FigureIII.3 : Spectres UV-Vis du MgO/NiO. 34
FigureIII.4 : Band gab du MgO/NiO..... 35
FigureIII.5 : Analyse par diffraction des rayons X (XRD)..... 35
Figure IV.1: Piégeage du radical libre DPPH [37]..... 38
Figure IV.2: Activité antioxydant (DPPH) des nanoparticules de MgO/NiO 1..... 42
Figure IV.3: Activité antioxydant (DPPH) des nanoparticules de MgO/NiO 2..... 42
Figure IV.4: Activité antioxydant (DPPH) des nanoparticules de MgO/NiO 3..... 43

List de Tablaux

Tableau I.1 : Applications des nanotechnologies et des nanomatériaux en fonction des secteurs d'activité[11] 5
Tableau IV.1 : IC50 de réduction du DPPH par les extraits de MgO/NiO (NPs) et l'acide ascorbique..... 43

Liste des symboles

NiO: Oxyde de nikle

MgO : Oxyde de magnésium.

m : Mètre.

µm : Micromètre (1µm = 10-6 m).

nm : Nanomètre (1 nm = 10-9 m).

A° : Ångström (1A° =10-10 m).

D : Dimension.

RX : Rayon X.

UV : Ultra-violet.

IR : Infrarouge.

DRX : Diffraction Des Rayons X.

NPs : Nanoparticules.

DPPH : 2, 2-diphenyl-l-picrylhydrazyl.

d : La distance inter-réticulaire du réseau cristallin.

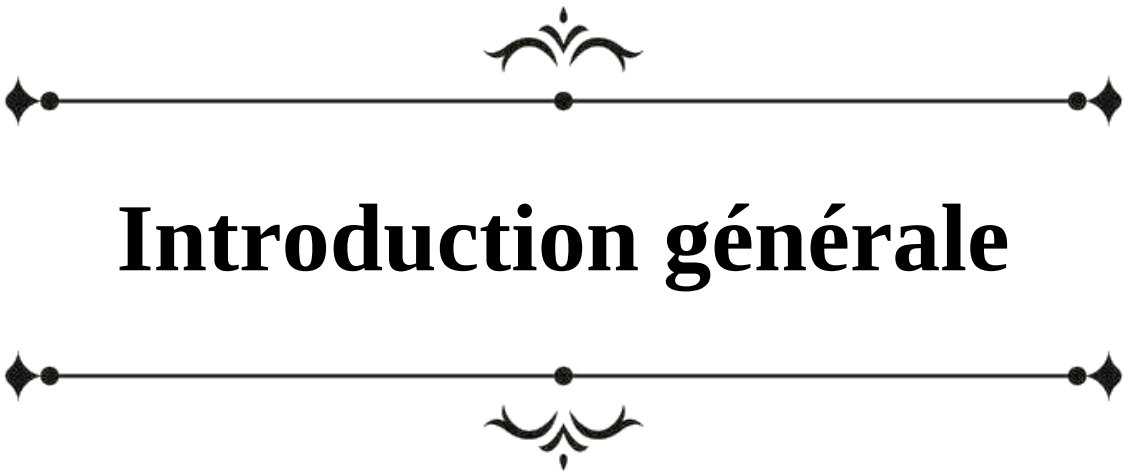
n : L'ordre de diffraction (nombre entier).

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.



Introduction générale

Dans le contexte du développement rapide des nanotechnologies, les matériaux nanométriques suscitent un intérêt croissant en raison de leurs propriétés physico-chimiques exceptionnelles, différentes de celles observées à l'échelle macroscopique. Parmi ces matériaux, les nanocomposites à base de MgO/NiO occupent une place importante grâce à leurs caractéristiques distinctives et à leurs nombreuses applications potentielles.[1]

Le nanocomposite MgO/NiO combine les propriétés remarquables de l'oxyde de magnésium (MgO) et de l'oxyde de nickel (NiO). Le MgO est reconnu pour sa grande stabilité structurale, sa surface spécifique élevée et ses propriétés basiques, ce qui le rend particulièrement intéressant dans les domaines de la catalyse, de l'environnement et des applications biomédicales. Le NiO, quant à lui, est un semi-conducteur de type p, apprécié pour sa stabilité thermique, ses propriétés optiques et électriques, ainsi que pour son rôle dans diverses applications telles que les batteries, les capteurs et les dispositifs optoélectroniques.

L'association de MgO et de NiO à l'échelle nanométrique permet de tirer parti d'un effet synergique susceptible d'améliorer les performances du matériau composite obtenu, notamment en termes de réactivité chimique, de propriétés optiques et d'activité biologique. Le contrôle de la taille, de la morphologie et de la distribution des nanoparticules constitue un facteur clé pour optimiser ces propriétés.

Ce travail a pour objectif la synthèse de nanoparticules nanocomposites MgO/NiO en utilisant une méthode appropriée telle que la technique sol-gel, reconnue pour sa simplicité et son efficacité. Une caractérisation approfondie sera réalisée à l'aide de techniques analytiques avancées afin d'étudier les propriétés structurales, optiques et chimiques des matériaux obtenus. En outre, une attention particulière sera portée à l'évaluation de leurs performances dans des applications spécifiques, notamment leur activité antioxydante.[2]

Ainsi, cette étude présente un intérêt scientifique et applicatif important, en contribuant à une meilleure compréhension des propriétés des nanomatériaux composites MgO/NiO et en ouvrant la voie au développement de nouveaux matériaux performants pour diverses applications technologiques.

Les grands axes de ce travail de recherche se présentent comme suit : le premier chapitre traite des propriétés fondamentales du nanocomposite MgO/NiO, notamment les structures

cristallines de ses constituants, leurs paramètres de maille, leurs structures de bandes électroniques ainsi que leurs propriétés électriques.

Le deuxième chapitre expose en détail la synthèse des nanoparticules MgO/NiO par la méthode sol-gel et les techniques de caractérisation utilisées (UV-Visible et DRX).[3,4]

Le troisième chapitre présente une description détaillée du protocole expérimental adopté pour la synthèse des nanoparticules MgO/NiO, ainsi qu'une brève présentation des techniques d'analyse employées dans cette étude. Les résultats obtenus y sont également présentés et discutés.

Dans le quatrième chapitre, nous avons évalué l'activité antioxydante des produits obtenus.[6]

Ce mémoire se termine par une conclusion générale qui résume les principaux résultats obtenus au cours de ce travail, ainsi que par une présentation de quelques perspectives de recherche.[7]

Chapitre I

Généralités sur les nanoparticules

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 ses caractéristiques 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 distinguent 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.

L'importance stratégique de ces propriétés a été largement reconnue au début des années 2000. En 2000, les États-Unis ont créé la National Nanotechnologie Initiative (NNI), qui a catalysé un large éventail de projets de nanotechnologie à travers diverses agences fédérales. Peu après, en 2001, la National Science Fondation (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.[8]

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 m^2/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. [9]

I.1.3. 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[11]

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…

I.1.4. Classes de nanoparticules :

Il existe deux grandes familles de nanomatériaux :

•**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 se rapportent 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.

•**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 séléniure de cadmium, etc.).

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 qui leur 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 [10]

I.2. Oxyde de magnésium

Synonyme : magnésie ; magnésie usta

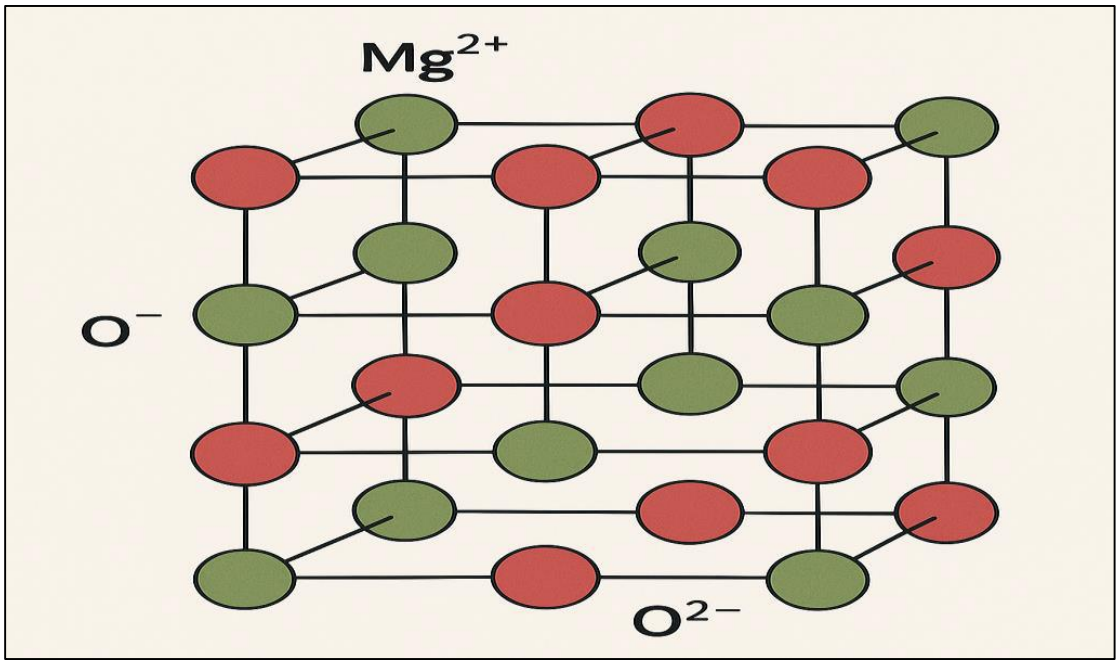


Figure I.1: Structure cristalline du MgO

I.2.1. Utilisations

L'oxyde de magnésium se trouve dans la nature sous forme du minéral péricale. Le

produit commercial est fabriqué en plusieurs qualités, en fonction de la pureté, de la taille des particules et de la réactivité souhaitée. La magnésie frittée (composée de microcristaux frittés), appelée *dead-burnedmagnesia*, est utilisée dans la production de briques réfractaires basiques pour les fours à ciment, les fours industriels et les creusets.

La magnésie calcinée à faible température, plus réactive que la version frittée, est utilisée pour la fabrication de divers sels de magnésium ; pour l'extraction de l'oxyde d'uranium à partir du minerai d'uranium ; comme complément minéral dans l'alimentation animale ; et dans de nombreuses applications catalytiques.

La magnésie calcinée à faible température de grade hautement réactif, disponible sous

forme légère ou lourde, est utilisée dans les cosmétiques comme charge ; comme accélérateur pour la vulcanisation du caoutchouc ; comme ingrédient des antiacides ; ainsi que pour la préparation du magnésium métallique et de divers sels métalliques.

La magnésie fondue, sous forme concassée, est utilisée dans les fours à arc électrique et les appareils domestiques comme isolant.

I.2.2. Prospérités physiques :

Péricale : cristaux cubiques incolores et transparents ou poudre blanche très fine ;

indice de réfraction : 1,736 ; densité : 3,58 g/cm³ ; dureté : 5,5 sur l'échelle de Mohs ; point de fusion : 2 852 °C ; point d'ébullition : 3 600 °C ; résistivité électrique : $1{,}3 \times 10^{15}$ohm·cm à 27 °C ; pratiquement insoluble dans l'eau (86 mg/L à 30 °C) ; soluble dans les acides et les solutions de sels d'ammonium ; insoluble dans l'alcool.

I.2.3. Propriétés thermochimiques

$\Delta H f°$ –143.81 kcal/mol

$\Delta G f°$ –136.10 kcal/mol

S° 6.44 cal/degree mol

Cρ 8.88 cal/degree mol T

Conductivité thermique à 27 °C : 60,0 $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$

I.2.4. Production

Le dioxyde de magnésium est produit soit à partir de ses minéraux, soit à partir de l'eau

de mer ou de la saumure. Parmi les minéraux, la magnésite ($MgCO_3$) et la dolomie ($MgCO_3 \cdot CaCO_3$) constituent les deux principales sources. On peut également l'obtenir à partir de son minerai hydroxyde, la brucite ($Mg(OH)_2$). La calcination de ces minerais donne de l'oxyde de magnésium.

Les minerais contiennent généralement plusieurs impuretés, telles que la silice, l'alumine, l'oxyde de fer, ainsi que des oxydes et silicates de calcium et d'autres métaux. Le minerai est concassé, tamisé, puis les impuretés sont éliminées par divers procédés flottation par mousse, séparation magnétique, dissolution et par une large gamme de traitements chimiques adaptés à la nature des impuretés.

Souvent, le minerai de magnésium est d'abord transformé en l'un de ses sels (carbonate, hydroxyde, chlorure ou sulfate) par des procédés chimiques. La calcination de ce sel conduit alors à l'oxyde de magnésium.

$MgOC3$calcination → $MgO+CO2$ $(OH)2$calcination → $MgO+H2O$

Si la dolomie est la source, la décomposition thermique du $MgCO_3$ à 350 °C produit du MgO. À cette température, le $CaCO_3$ ne se décompose pas ; sa température de décomposition est de 850 °C.

L'oxyde de magnésium est également produit à partir de l'eau de mer et de saumures souterraines. L'ion magnésium est précipité sous forme d'hydroxyde en traitant l'eau de mer par de l'hydroxyde de calcium ou de sodium, après une série d'étapes de concentration (voir « magnésium »). L'hydroxyde ainsi obtenu est ensuite calciné pour donner l'oxyde.

Si la saumure est la source, elle est concentrée, purifiée puis calcinée :

MgCl2 + H2O → MgO + 2HCl

La température de calcination est un paramètre crucial dans le procédé de production, car elle détermine la taille des particules, la pureté et la réactivité du produit. À une température de calcination de 1 400 à 1 700 °C, on obtient un produit dense, microcristallin et fritté, dit dead-burned. Lorsque le carbonate ou l'hydroxyde de magnésium est calciné à 600–700 °C, on obtient un produit caustique (caustic-burned).

Une magnésie caustique de grade léger (densité 2,9), hautement réactive et contenant encore une certaine teneur en eau et en dioxyde de carbone, se forme à environ 600 °C. En revanche, une magnésie caustique de grade lourd, plus dense, se produit lorsque le carbonate ou l'hydroxyde est calciné à 800–900 °C.

On peut également préparer de l'oxyde de magnésium en chauffant du magnésium

métallique en présence d'oxygène.

I.2.5. Réactions

Contrairement à l'oxyde de calcium, à température ambiante, l'oxyde de magnésium

est stable dans l'eau. Il y a très peu de formation d'hydroxyde de magnésium. Toutefois, la réaction est rapide à températures élevées.

Les acides forment leurs sels de magnésium qui, s'ils sont solubles dans l'eau, peuvent

être isolés par évaporation de la solution :

MgO + H2SO4 → MgSO4 + H2O

$MgO + 2HCl \rightarrow MgCl2 + H2O$

Le chauffage de l'oxyde de magnésium en présence de dioxyde de carbone donne du carbonate de magnésium, $MgCO_3$.

L'oxyde peut être réduit en magnésium métallique en chauffant avec un agent réducteur tel que le carbone ou l'hydrogène à des températures élevées :

$MgO + C \rightarrow Mg + CO$

$MgO + H2 \rightarrow Mg + H2O$

I.2.6. Analyse

Composition élémentaire : Mg 60,32 %, O 39,68 %. L'oxyde peut être identifié de manière non destructive par des méthodes de diffraction des rayons X. La teneur en oxygène peut être déterminée par microanalyse élémentaire. Le magnésium peut être analysé par spectrométrie d'absorption atomique (AA) ou par spectrométrie d'émission atomique à plasma induit par haute fréquence (ICP), après dissolution de l'oxyde dans l'acide nitrique et dilution appropriée avec de l'eau.[12].

I.3. Oxyde de nickel

Synonymes : bunsénite (forme minérale naturelle).

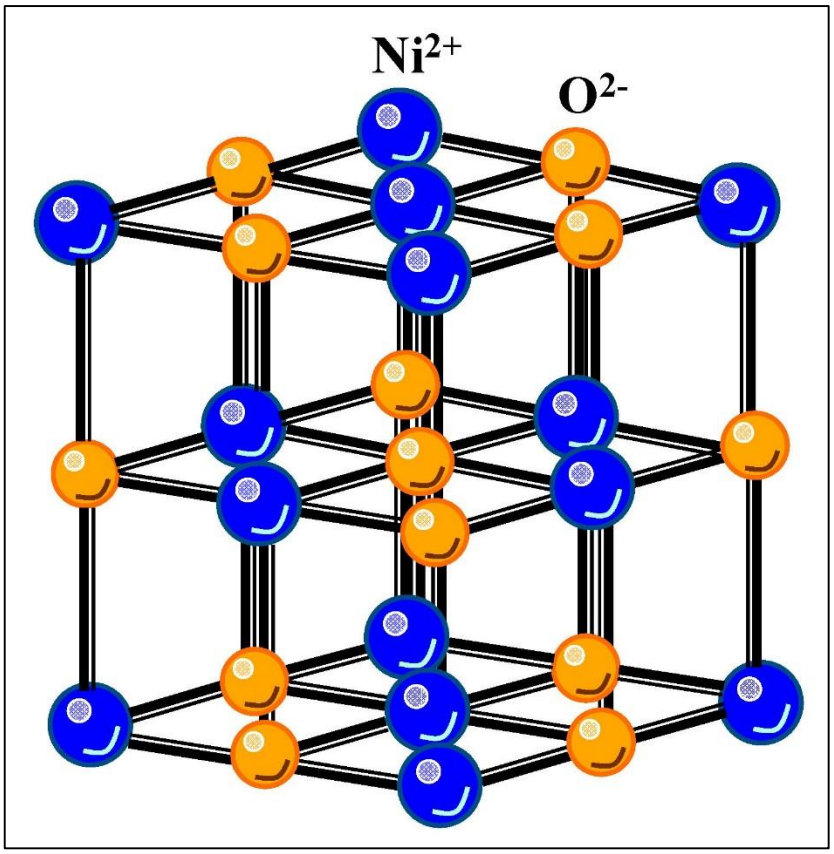


Figure I.2: Structure cristalline du NiO

I.3.1. Utilisations

L'oxyde de nickel (NiO), également appelé monoxyde de nickel ou nickel(II) oxyde, se trouve dans la nature sous forme du minéral bunsénite. Ce composé est utilisé dans de nombreuses applications industrielles en raison de sa stabilité thermique, de ses propriétés électrochimiques et de sa capacité à former des solutions solides avec d'autres oxydes métalliques.

L'oxyde de nickel est largement employé dans la fabrication de céramiques, d'émaux et de verres spéciaux auxquels il confère des teintes vertes, grises ou noires. Il constitue également une matière première importante dans la production de ferrites magnétiques utilisées dans les transformateurs, inductances et composants électroniques.

Dans l'industrie électrochimique, NiO est utilisé comme matériau actif dans les électrodes positives des batteries rechargeables au nickel, telles que les accumulateurs nickel-cadmium (Ni-Cd) et nickel-hydrure métallique (Ni-MH). Il intervient aussi dans les piles à combustible à oxyde solide (SOFC), où il est utilisé sous forme de cermets NiO–ZrO_2.

L'oxyde de nickel sert de catalyseur ou de précurseur de catalyseurs dans les réactions d'hydrogénation, de reformage du méthane, de décomposition des hydrocarbures et de traitement des gaz industriels. En microélectronique, il est étudié comme matériau semi-conducteur de type p dans les capteurs de gaz, les électrochromes et les dispositifs photovoltaïques.

Enfin, NiO est utilisé dans la synthèse de nombreux sels de nickel, ainsi que dans la préparation de nickel métallique par réduction.

I.3.2. Propriétés physiques

Bunsénite : cristaux cubiques verts à noirs ; poudre verte à noire ; structure cristalline de type NaCl ; masse molaire : 74,69 g/mol ; densité : 6,67–6,84 g/cm³ ; dureté : 5,5 à 6,5 sur l'échelle de Mohs ; point de fusion : 1 955 °C ; point d'ébullition : ~2 730 °C ; indice de réfraction : 2,18 ; résistivité électrique : semi-conducteur de type p ; insoluble dans l'eau ; soluble dans les acides minéraux ; insoluble dans l'alcool

I.3.3. Propriétés thermochimiques:

$$\Delta H f° = -239{,}7 \text{ kJ/mol}$$

$$\Delta G f° = -211{,}7 \text{ kJ/mol}$$

$$S° = 38{,}0 \text{ J·mol}^{-1}\text{·K}^{-1}$$

$$C\square = 44{,}0 \text{ J·mol}^{-1}\text{·K}^{-1} \text{ (à 25 °C)}$$

Conductivité thermique à 25 °C : 12–18 $\text{W·m}^{-1}\text{·K}^{-1}$

I.3.4. Production

L'oxyde de nickel est obtenu principalement à partir de minerais sulfurés ou latéritiques contenant du nickel, tels que la pentlandite ($(Fe,Ni)_9S_8$), la garnierite et la limonite nickélifère.

Dans l'industrie, les minerais sont d'abord concentrés puis convertis en composés intermédiaires, notamment l'hydroxyde, le carbonate ou le nitrate de nickel. La calcination de ces composés produit l'oxyde de nickel.

$$Ni(OH)_2 \rightarrow NiO + H_2O$$

$$NiCO_3 \rightarrow NiO + CO_2$$

$$2Ni(NO_3)_2 \rightarrow 2NiO + 4NO_2 + O_2$$

Le métal nickel peut également être oxydé directement par chauffage à l'air ou sous oxygène:

$$2Ni + O_2 \rightarrow 2NiO$$

Dans le procédé hydrométallurgique, les solutions contenant Ni^{2+} sont traitées par addition de soude ou de chaux afin de précipiter l'hydroxyde de nickel, qui est ensuite filtré, lavé et calciné entre 400 et 1 000 °C selon la granulométrie et la réactivité recherchées.

À basse température (400–600 °C), on obtient une poudre fine et très réactive, utilisée en catalyse et dans les matériaux électroniques. À des températures plus élevées (900–1 200 °C), le produit devient plus dense et moins réactif, convenant aux applications céramiques.

I.3.5. Réactions

L'oxyde de nickel est un oxyde basique qui réagit avec les acides pour former des sels de nickel(II) :

$$NiO + H_2SO_4 \rightarrow NiSO_4 + H_2O$$
$$NiO + 2HCl \rightarrow NiCl_2 + H_2O$$

En présence d'hydrogène ou de monoxyde de carbone à température élevée, il est réduit en nickel métallique :

$$NiO + H_2 \rightarrow Ni + H_2O$$
$$NiO + CO \rightarrow Ni + CO_2$$

À haute température, il peut réagir avec l'alumine, la silice ou d'autres oxydes pour former des spinelles ou des solutions solides :

$$NiO + Al_2O_3 \rightarrow NiAl_2O_4$$

L'oxyde de nickel peut également être oxydé partiellement en oxyhydroxyde de nickel dans les systèmes électrochimiques alcalins.

I.3.6. Analyse

Composition élémentaire : Ni 78,58 %, O 21,42 %.

L'identification qualitative de l'oxyde de nickel peut être réalisée par diffraction des rayons X (DRX), spectroscopie infrarouge (IR), spectroscopie Raman et microscopie électronique à balayage (MEB).

Après dissolution dans l'acide nitrique ou chlorhydrique, la teneur en nickel est déterminée par spectrométrie d'absorption atomique (AA), spectrométrie d'émission atomique au plasma induit (ICP-OES) ou spectrométrie de masse à plasma induit (ICP-MS).

La teneur en oxygène peut être déterminée par analyse élémentaire ou par méthodes thermogravimétriques (ATG). Les impuretés métalliques (Fe, Co, Cu, Zn) sont quantifiées par ICP ou fluorescence X (XRF).

I.4. Applications des oxydes métalliques :

Les oxydes métalliques ont également des applications liées directement à leurs propriétés. Ces applications sont nombreuses elles concernent divers domaines de la technologie, notamment en micro-électronique, industrie photovoltaïque, capteurs de gaz, anticorrosion, peintures, biotechnologie, photo catalyse, nanotechnologie Dans cette dernière, les oxydes métalliques nanostructures représentent un secteur d'activité en constante évolution. Ils ont participé à la miniaturisation des systèmes dans lesquels ils sont intégrés, et nous ne pourrons jamais être en mesure de citer tous ces systèmes. Les propriétés des oxydes métalliques sont aussi liées fortement aux méthodes d'élaboration et aux techniques, paramètres, et conditions de préparation et de dépôt. La maitrise de ces techniques et de ces paramètres permette l'obtention d'un oxyde métallique avec des propriétés physico- chimiques bien déterminées.

Pour l'obtention des propriétés nano structurales plusieurs paramètres doivent être maitrisés comme la taille, la forme la composition et le degré d'agglomération des nanoparticules lesquels peuvent prendre différentes formes. Lorsqu'ils sont obtenus sous forme finement divisée, les cristallites d'oxydes doivent en particulier présenter les caractéristiques suivantes :

•Une composition chimique bien définie.

•Une taille homogène.

•Une morphologie adaptée aux applications.

Les oxydes métalliques nanostructures comme tous les nanomatériaux sont constitués de nanoobjets qui peuvent se présenter sous différentes configurations : monolithe s, poudres, particules, fibres ou tubes, couches minces ou de constituants structuraux [14]

I.4. Procédés de synthèse des nanomatériaux:

Les procédés actuels permettant la fabrication de nanomatériaux sont classés en trois

grandes catégories :

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 Déposition), etc.

2. Procédés par voie chimique :

•Les réactions en phase vapeur regroupées sous le terme de CVD (Chemical Vapor Déposition).

•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 de silice, alkoxyde de métal, etc.

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 [13]

Chapitre II

Technique sol-gel et les méthodes de caractérisatio

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] :

$$2M(OR)_x + m\,H_2O \rightarrow M(OR)_{x-m}M(OH)_m + m\,ROH$$

$$2M(OR)_{x-m}(OH)_m \rightarrow (OH)_{m-1}(OR)_{x-m} – M – O – M(OR)_{x-m}(OH)_{m-1} + H_2O$$

$$2M(OR)_{x-m}(OH)_m \rightarrow (OH)_{m-1}(OR)_{x-m} – M – O – M(OR)_{x-m-1} + ROH$$

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

$$M(OR)_x + x/2\,H_2O \rightarrow MO_{x/2} + x\,HOR$$

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)

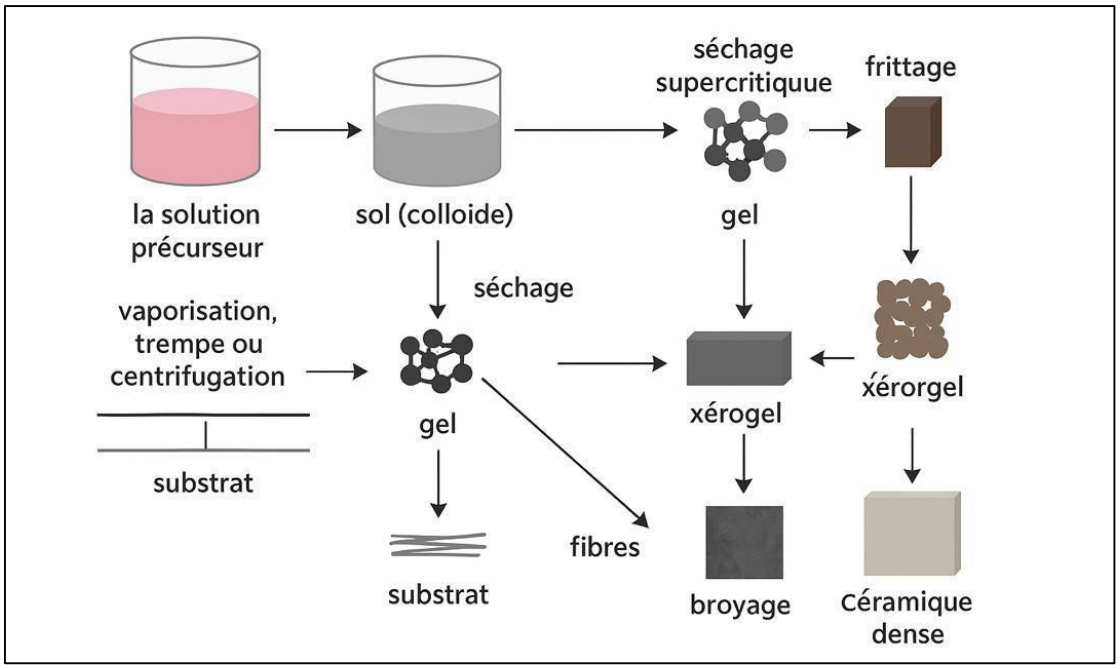


Figure II.1: Différentes étapes de la méthode sol-gel [17]

Une large gamme de nanoparticul*es 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 structur hexagonal 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 synthétise des nanoparticules de ZnO pur et dopé en Al de structure hexagonale de wurtzite qui se caractérise par des nanoparticules de tailles varie de 22.96 à 35.93 nm avec une même [21]

Pan, H. et collaborateurs (2005) ont synthétisé et caractérisé du TiO_2 pur ainsi que des nanoparticules dopées au Nb^{5+}/TiO_2 et Ta^{5+}/TiO_2 [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 le 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 des4 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.

II.2.1 Spectroscopie UV-Visible

II.2.1.1. 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.2.1.2. 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** :

$A\lambda = -\log 10 I/I0 = \varepsilon\lambda . l . c$ ……. (Eq. 3)

Où :

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

$T = I/I_0$: Transmittance de la solution (sans unité), avec I = intensité transmise et I_0 = intensité incidente.

ε_a: Coefficient d'extinction molaire (**$L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$**), 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 **$AU \cdot M^{-1} \cdot cm^{-1}$** (**Absorbance Unit** par molarité et centimètre) .

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

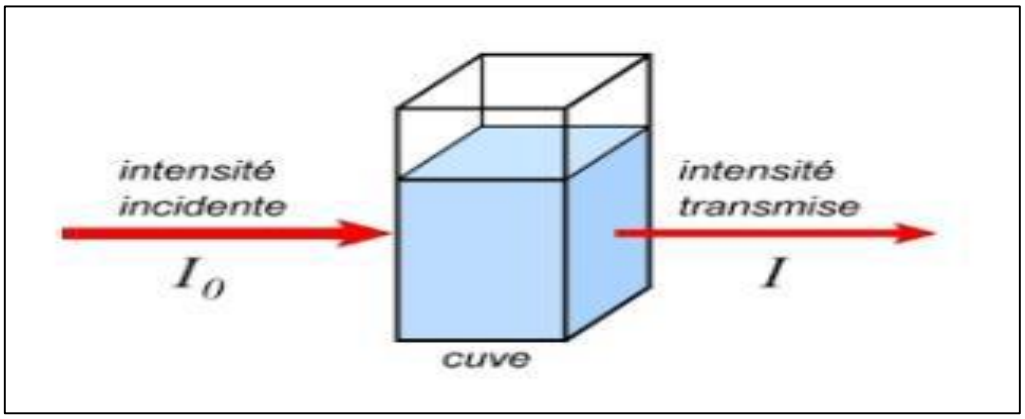


Figure II.2 : Phase de la cuve d'UV .

II.2.1.3. 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 à travers un échantillon (I) et à la comparer à celle d'un témoin (I_0) 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 = -$L(T)$……. (Eq. 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.

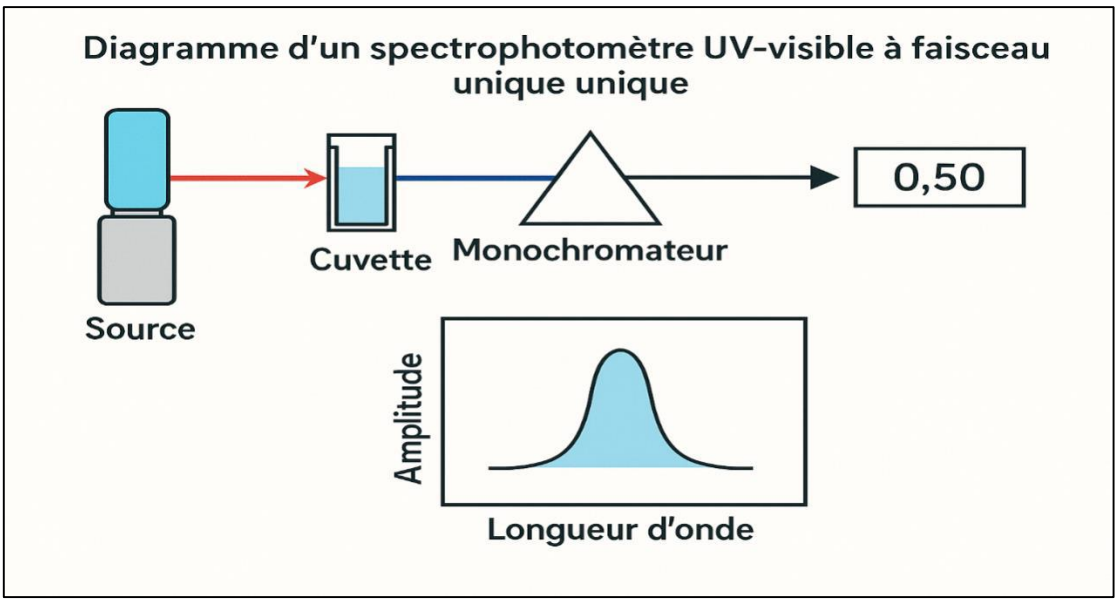


Figure II.3 : Diagramme d'un spectrophotomètre UV-visible à faisceau unique.

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 (I_0) 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 l 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.2.2 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.

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 .

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.[23]

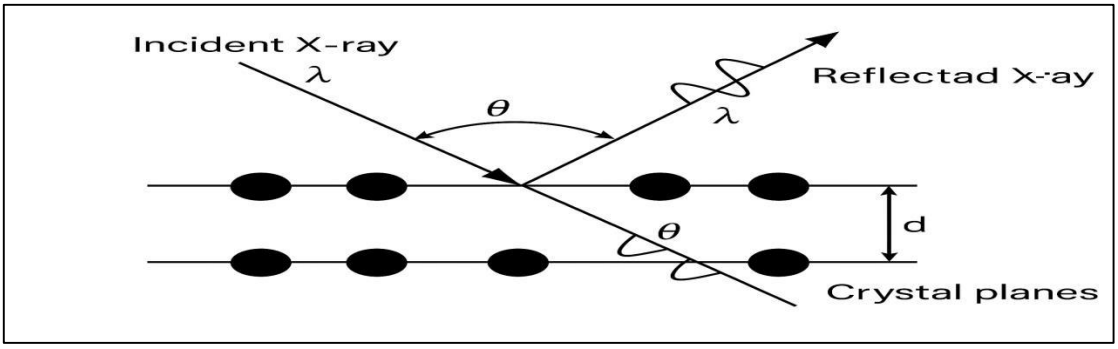


Figure II.4 : Schéma de principe de la diffraction des rayons X par réseau cristallin.

Cette condition de diffraction est connue sous le nom de loi de Bragg qui s'exprime sous la forme : $2d \sin \theta = n.\lambda$ ……(Eq.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 θ-2θ. Le rayonnement X a été généré par une source CuKα, avec une longueur d'onde moyenne de 1,5406° A 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.

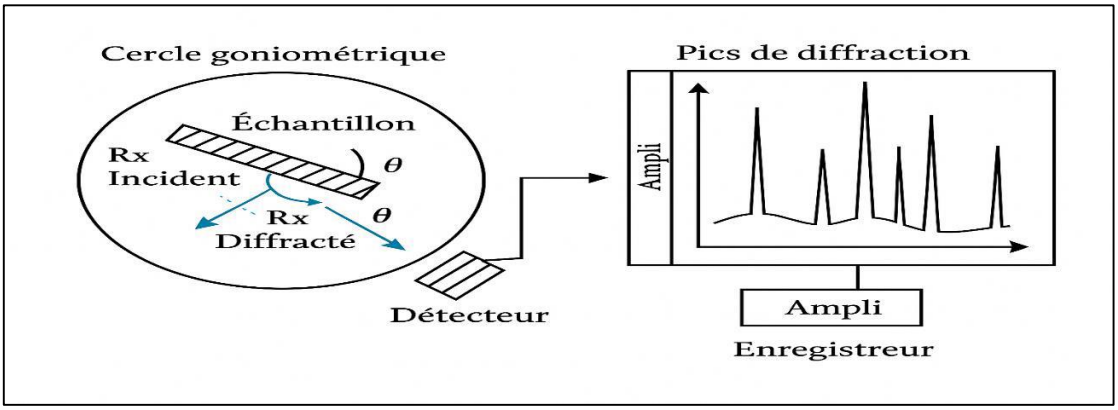


Figure II.5 : Illustration de la technique de mesure θ/2θ

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 μm < λ < 50 μm) [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.

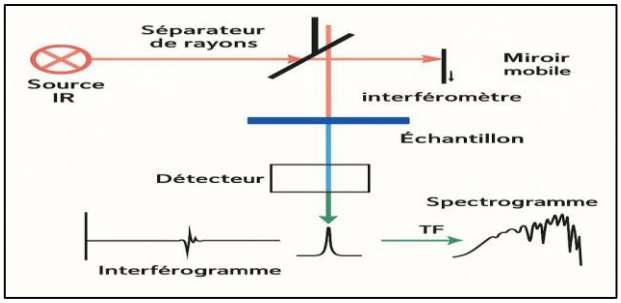


Figure II.6 : Schéma de principe de l'analyse de par spectroscopie d'absorption infrarouge [26].

La source émet dans le centre infrarouge et la totalité du rayonnement est envoyée vers interféromètre de Michelson, le coeur 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 recombinés 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 exploitabl.

Chapitre III

Méthode de synthèse de la nanoparticule

Introduction :

Ce chapitre constitue la partie expérimentale de notre travail, consacrée à la synthèse de nanoparticules d'oxyde de magnésium (MgO) et d'oxyde de nickel (NiO), ainsi qu'à l'élaboration de nanocomposites à base de ces deux matériaux, par la méthode Sol-Gel. Cette approche a été choisie en raison de sa simplicité de mise en œuvre et de son efficacité pour le contrôle des propriétés structurales des matériaux obtenus.

L'objectif principal de cette étude est d'améliorer les propriétés physicochimiques des matériaux synthétisés en combinant MgO et NiO, afin d'optimiser leurs performances par rapport à celles des matériaux pris individuellement.

Ce chapitre présente également les différentes techniques de caractérisation utilisées pour analyser les échantillons synthétisés et étudier leurs propriétés structurales et optiques. Plusieurs méthodes expérimentales ont été employées, notamment :

- la spectroscopie UV-Visible, pour l'étude des propriétés optiques ;
- la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR), pour identifier les liaisons chimiques présentes ;
- la diffraction des rayons X (DRX), pour déterminer la structure cristalline.

Ainsi, ce chapitre fournit une base essentielle pour la compréhension des propriétés des matériaux élaborés et pour l'évaluation de leurs performances potentielles dans diverses applications.

III.1. Propriétés physiques et chimiques des matériaux utilisés :

III.1.1. Chlorure de magnesium:

-Apparence : solide de formes variables, inodore, déliquescent, blanc

-Formule: $MgCl_2$ (anhydre) $MgCl_2 \cdot 6\ H_2O$ (hexahydrate)

-Masse molaire : 95,211 ± 0,005 g/mol, Cl 74,47 %, Mg 25,53%, 203,31 g/mol (hexahydrate)

-T° de fusion : 712 °C (chauffage rapide)

III.1.2. Chlorure de Nickel:

-**Apparence :** solide cristallin, de couleur jaune à vert (anhydre) et vert (hexahydraté), inodore, déliquescent

-**Formule chimique :** $NiCl_2$ (anhydre), $NiCl_2 \cdot 6H_2O$ (hexahydrate)

-**Masse molaire :**

- 129,60 g/mol (anhydre)
- 237,69 g/mol (hexahydrate)

T° de fusion : environ 1001 °C (anhydre)

III.1.3. Hydroxyde de sodium :

-Apparence : Solide de formes variées, blanc, fluide, inodore.

-Formule : NaOH

-Masse molaire : 39,997 1 ± 0,000 4 g/mol

-T°fusion : 318°C

III.1.4. Acideascorbique:

-Apparence :

-Formule : C6H8O6

-Masse molaire : 176,124 1 ± 0,007 2 g/molC 40,92 %, H 4,58 %, O 54,5 %.

-T°fusion : 190 – 192 °C

III.2. Préparation du27ZC / composé :

III.2.1. Formation du nano :

Bécher 1 : contenant une solution d'acide ascorbique (0,1 g et 0,001 mol/l / 600 ml d'eau distillée) avec un agitateur magnétique.

Bécher 2 : Contient une solution de chlorure de magnésium ($MgCl_2$) de masse 14,23 g avec une solution de chlorure de nickel de masse 7,13 g dans 900 mL d'eau distillée, avec utilisation d'un agitateur magnétique.

Bécher 3 : contenant une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) (32 g et 0,01 mol/l / 400 ml d'eau distillée) avec un agitateur magnétique.

III.2.1.2. Étape de fusion:

Fusionner les deux premières solutions dans un seul bécher à l'aide d'un agitateur magnétique.

III.2.1.3. Étape de chauffage:

Placer le mélange sur une plaque chauffante avec agitation magnétique.

Régler la température à 80 °C.

III.2.1.4. Étape d'ajout:

Utiliser une burette graduée pour ajouter quelques gouttes de la solution de NaOH tout en surveillant le changement de couleur.

Couvrir le bécher avec du papier aluminium.

III.2.1.5. Étape finale:

Poursuivre l'agitation et le chauffage pendant une heure et 30 min à 80 °C.

Puis laisser le mélange refroidir à température ambiante jusqu'à la formation d'un gel nanométrique.

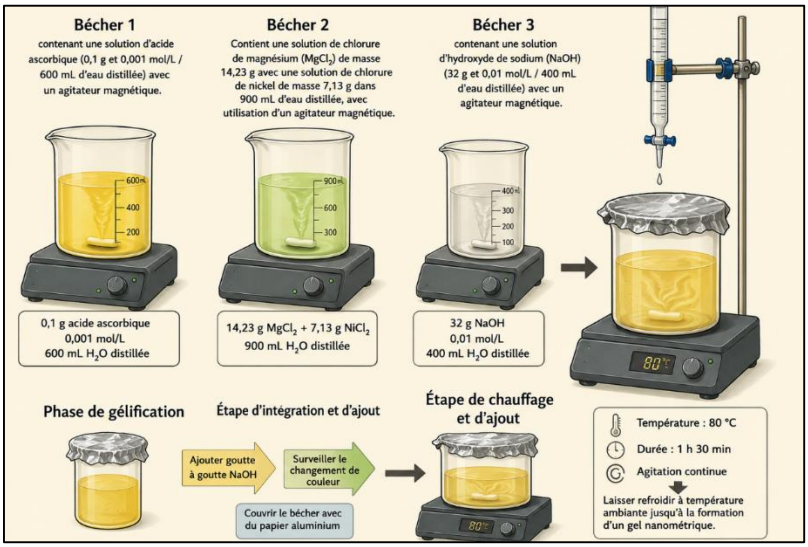


Figure III.1 : Schéma de Processus de Formation du nano.

III.2.2. Centrifugation:

- Récupérer les sédiments obtenus lors du processus précédent .

- Placer les tubes de centrifugation dans le rotor de la centrifugeuse .

- Déterminer la vitesse de centrifugation requise, qui dans ce cas est de 3000 tours par minute (RPM).

- Régler le temps de centrifugation à 5 minutes, ce qui est généralement suffisant pour séparer efficacement les sédiments du solvant.

III.2.3. Séchage:

- Le produit obtenu après centrifugation est soumis à un processus de séchage.

- Pour cela, il est placé dans un bécher à une température de 90 °C pendant 19 heures .

III.2.4. Calcination:

- Après le séchage du matériau à l'étape précédente, nous passons à l'étape suivante, qui est le processus de calcination .

- Au cours de cette étape, l'échantillon est introduit dans un four à une température de 500 °C pendant trois heures .

Ce processus de calcination entraîne des changements chimiques dans le matériau.

➢ **Mécanisme de la synthèse en présence du magnésium et du nickel :**

Le mécanisme général de formation des nanoparticules comprend une phase d'activation initiale, au cours de laquelle les ions métalliques **(Mg^{2+} et Ni^{2+})** sont réduits de leur état d'oxydation divalent à l'état zéro **(Mg^{0} et Ni^{0})**. Cette étape conduit à une nucléation hétérogène des atomes métalliques réduits, avec possibilité de formation de noyaux mixtes (bimétalliques Mg–Ni). [29]

Elle est suivie par une phase de croissance appelée **mûrissement d'Ostwald**, durant laquelle les petites particules (de Mg ou de Ni) se dissolvent puis se redéposent sur les surfaces des particules plus grosses, entraînant une augmentation de leur taille et une meilleure homogénéité structurale. Une interaction ou une distribution des deux métaux au sein des nanoparticules peut également se produire.

La phase de terminaison constitue l'étape finale, où les nanoparticules bimétalliques (Mg/Ni) sont stabilisées grâce à des agents stabilisants (comme l'acide ascorbique). Elles acquièrent ainsi une conformation énergétiquement plus favorable, ce qui empêche leur agglomération et permet de maintenir leur taille nanométrique. [30, 31]

-Bien que le mécanisme exact de synthèse des nanoparticules à l'aide de précurseur n'ait pas été conçu, il a été suggéré que différents composants sont responsables de la synthèse des nanoparticules. [32]

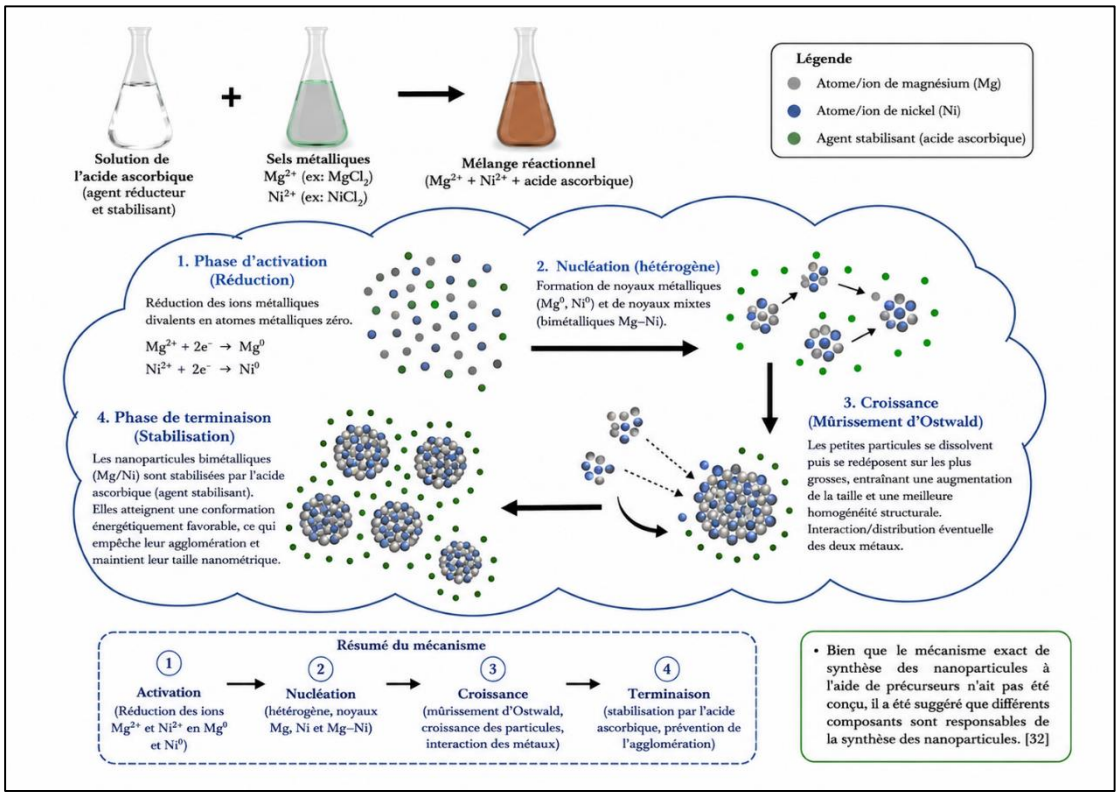


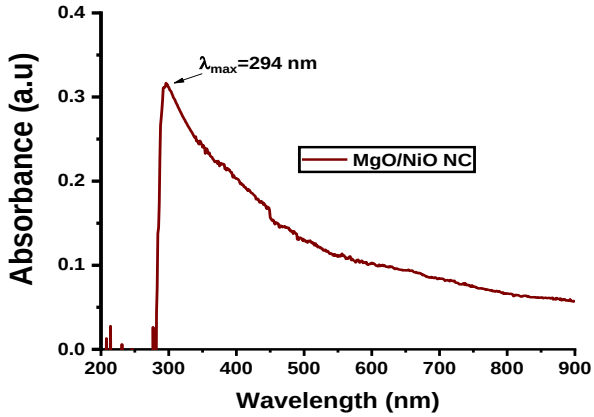
Figure III.2 : Mécanisme de formation de nanoparticules [31].

Bien que le mécanisme exact de synthèse des nanoparticules à l'aide de précurseur n'ait pas été conçu, il a été suggéré que différents composants sont responsables de la synthèse des nanoparticules.

III.3. Résultats et discussion :

III.3.1. UV-Vis Absorbance :

Les spectres UV-Vis de la solution contenant les nanoparticules de MgO et NiO sont présentés dans la figure III-3.



FigureIII.3 : Spectres UV-Vis du MgO/NiO.

Comme on peut le voir sur le spectre UV-Visible, le maximum d'absorption est observé autour de 294 nm, ce qui confirme la formation du nanocomposite MgO/NiO après la synthèse. Cette bande d'absorption intense dans la région ultraviolette est attribuée aux transitions électroniques entre la bande de valence et la bande de conduction des oxydes métalliques [33].

Afin de déterminer la bande interdite optique du matériau, la méthode de Tauc a été utilisée selon la relation suivante [34] :

(\alpha h\nu)^2 = A,(h\nu – Eg)

Où :

α : coefficient d'absorption ;

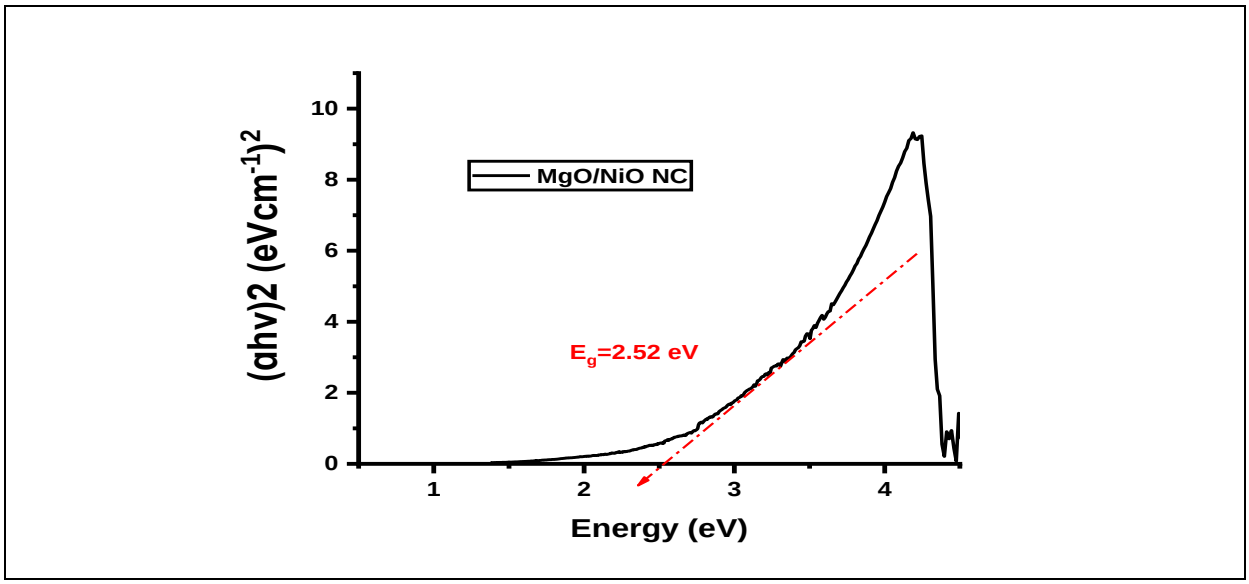
hν : énergie du photon ;

A : constante dépendant du matériau ;

Eg : énergie de la bande interdite optique.

À partir de l'extrapolation de la partie linéaire de la courbe ((\alpha h\nu)^2) en fonction de (h\nu), la valeur de la bande interdite optique du nanocomposite MgO/NiO a été estimée. Cette valeur est généralement supérieure à celle des matériaux massifs, ce qui peut être attribué à l'effet de confinement quantique lié à la taille nanométrique des particules.[43]

III.3.1.1 Analyse Band gab:



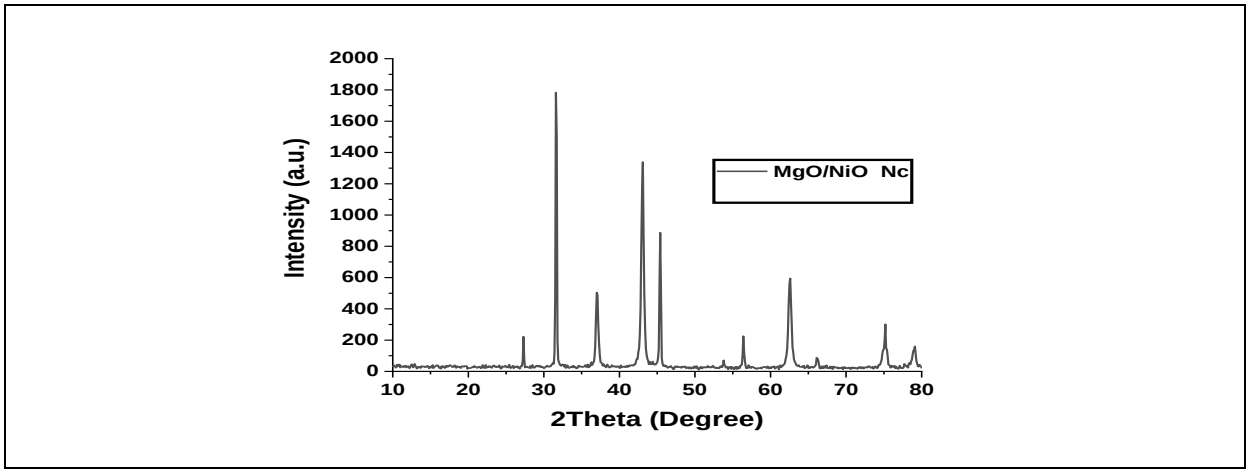
FigureIII.4 : Band gab du MgO/NiO

La figure III-4 montre que la valeur de la bande interdite (Band Gap) du nanocomposite MgO/NiO est de **2,52 eV**. Cette valeur représente l'énergie minimale nécessaire pour permettre aux électrons de passer de la bande de valence à la bande de conduction.

(\alpha h\nu)^2 = A(h\nu - Eg)

La faible valeur de la bande interdite indique que les électrons peuvent être excités plus facilement, ce qui améliore l'absorption de la lumière ainsi que les propriétés optiques et électriques du matériau. Ces résultats confirment la réussite de la synthèse du nanocomposite MgO/NiO et son potentiel pour des applications optoélectroniques.[34]

III.3.2 Analyse par diffraction des rayons X (XRD) :



FigureIII.5 : **Analyse par diffraction des rayons X (XRD)**

La figure III-5 présente le diffractogramme des rayons X du nanocomposite MgO/NiO enregistré dans une plage angulaire de 2θ comprise entre 20° et 80°. Comme on peut le constater, plusieurs pics de diffraction intenses et bien définis apparaissent dans le spectre, ce qui indique que le matériau synthétisé possède une structure cristalline bien organisée et une bonne cristallinité.

Les pics observés correspondent aux phases cristallines du MgO et du NiO, ce qui confirme la formation du nanocomposite. Les positions et l'intensité des pics sont en bon accord avec les cartes de référence JCPDS n° 01-087-0653 pour le MgO et n° 01-073-1523 pour le NiO.

L'absence de pics parasites importants suggère que l'échantillon présente une pureté satisfaisante.

Ces résultats confirment donc la réussite de la synthèse du nanocomposite MgO/NiO et montrent que les deux oxydes métalliques ont été obtenus sous forme cristalline nanométrique.[44]

Chapitre IV

L’application antioxydant (DPPH)

Introduction :

Ce chapitre a pour but d'évaluer la capacité du composé nanométrique MgO/NiO à capturer et à éliminer le radical libre 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH) et de la comparera celle de l'acide ascorbique, un antioxydant puissant bien connu .

IV.1. Test du 2-diphényle-1-picrylhydrazyl (DPPH):

La méthode DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle) est une technique couramment utilisée pour mesurer l'activité antioxydant de composés, notamment des extraits naturels. Elle repose sur la capacité des composés antioxydants à neutraliser le radical libre DPPH, entraînants décoloration. La décoloration du DPPH peut être quantifiée par spectrophotométrie UV visible à une longueur d'onde de 517 nm. [36]

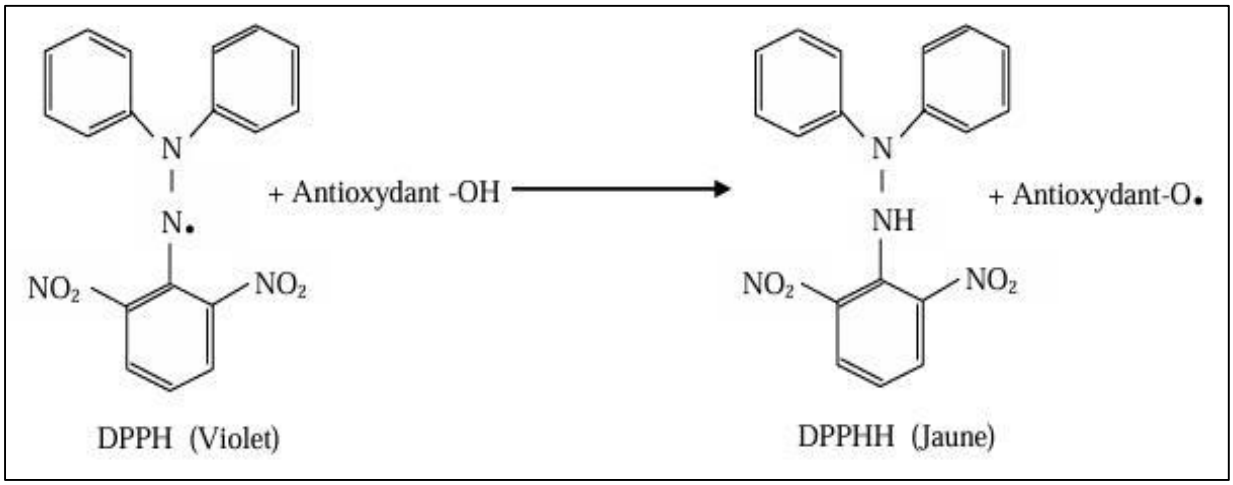


Figure IV.1: Piégeage du radical libre DPPH [37].

IV.1.1. Principe de la méthode :

1. Préparation de la solution de DPPH:

Une solution de DPPH à une concentration définie est préparée dans un solvant approprié (généralement l'éthanol).

2. Préparation de la solution d'échantillon:

Une solution de l'extrait phénolique dont on souhaite évaluer l'activité antioxydant est préparée à différentes concentrations .

3. Réaction de décoloration:

Des volumes précis de la solution de DPPH et de la solution d'échantillon sont mélangés .Le mélange est ensuite incubé pendant une période déterminée (généralement 30 minutes) à température ambiante.

4 .Mesure de l'absorbance :

L'absorbance du mélange réactionnel est mesurée à 517 nm à l'aide d'un spectrophotomètre

5 .Calcul de l'activité antioxydant:

Le pourcentage d'inhibition du DPPH est calculé en utilisant la formule suivante :

%Inhibition DPPH = (Abs (DPPH) – Abs (échantillon)) / Abs (DPPH) x 100 (IV-1)

Où:

. Abs (DPPH) : Absorbance du contrôle négatif (solution DPPH sans échantillon)

. Abs (échantillon) : Absorbance du mélange réactionnel .

IV.2. Les antioxydants :

IV.2.1. Définition des radicaux libres :

Un radical libre se définit comme tout atome, groupe d'atomes ou molécule possédant un ou plusieurs électrons non appariés dits célibataires sur l'orbitale externe. Cette caractéristique rend les radicaux libres très électrophiles car ils vont tenter de ré-apparier leur électron célibataire en agressant toute molécule susceptible de se faire arracher un électron, leur durée de vie est ainsi très courte.[38]

Ce sont très instables et réagissent rapidement avec d'autres composants, essayant de capturer l'électron nécessaire pour acquérir de la stabilité.[39]

Les radicaux libres sont produits au cours de nombreuses réactions engagées dans les mécanismes physiologiques, (respiration mitochondriale), dans les mécanismes pathologiques (Inflammation, infection, toute pathologie dégénérative et vieillissement accéléré) .[40]

IV.2.2. Définition d'un antioxydant :

De nombreuses espèces oxydantes sont produites et bien qu'elles soient souvent indispensables à l'organisme, elles ne sont pas moins responsables de dégâts importants.

Pour faire face à ces produits oxydants délétères, le corps humain possède tout un arsenal de défenses que l'on qualifie d'antioxydants. Mais bien que le terme « antioxydant » soit fréquemment utilisé, il est difficilement définissable car il couvre un large nombre de molécules et des domaines très divers comme l'alimentation, l'industrie chimique, l'industrie Pharmaceutique .[41]

Un antioxydant peut être défini comme toute substance capable, à concentration relativement faible, d'entrer en compétition avec d'autres substrats oxydables et ainsi retarder ou empêcher l'oxydation de ces substrats. Les cellules utilisent de nombreuses strategies antioxydants et consomment beaucoup d'énergie pour contrôler leurs niveaux d'espèces réactivés de l'oxygène.

IV.2.3. Acide ascorbique:

L'acide ascorbique, également connu sous le nom de vitamine C, est un antioxydant puissant qui joue un rôle crucial dans la protection des cellules contre les dommages causés par les radicaux libres. Ces radicaux libres, molécules instables et très réactives, peuvent endommager l'ADN, les protéines et les lipides, contribuant ainsi au développement de maladies chroniques telles que les maladies cardiaques, le cancer et les maladies neurodégénératives .

L'acide ascorbique neutralise les radicaux libres en leur cédant des électrons, les rendant ainsi moins réactifs et moins susceptibles d'endommager les cellules. De plus, l'acide ascorbique régénère d'autres antioxydants tels que la vitamine E, amplifiant ainsi son effet protecteur .

IV. 3. Calcul des IC50 et de l'activité anti radicalaire :

La concentration inhibitrice à 50 % (aussi appelée EC50 pour Efficient Concentration50%,) est la concentration de l'échantillon testé nécessaire pour réduire 50% du radical DPPH. Les IC50 sont calculées graphiquement par les régressions linéaires ou logarithmiques des pourcentages d'inhibition en fonction de différentes concentrations de chacun des extraits testés. [42]

IV.4. Evaluation de l'activité antioxydant:

IV.4.1. Test du 2-diphényle-1-picrylhydrazyl (DPPH) pour l'acide ascorbique :

Cet essai a pour objectif Évaluer la capacité antioxydant de l'acide ascorbique à l'aide dûtes DPPH, le processus se déroule comme suit :

Nous prenons une solution de DPPH à 0.04 mg/ml dans le méthanol et nous prenons une série de suspensions de l'acide ascorbique différentes Pour chaque concentration de la solution de l'acide ascorbique, préparez trois échantillonnes suivant les étapes suivantes :

Nous prenons 0,1 ml de solution de l'acide ascorbique, puis ajoutons 0,1 ml de méthanol dans le tube à essai, puis ajoutons 1,8 ml de la solution DPPH précédemment préparée dans le tube à essai .

Nous répétons les étapes 1 à 4 pour obtenir trois échantillons de chaque concentration de solution l'acide ascorbique, bien mélanger la solution et la laisser incuber pendant 30 minutes dans l'obscurité .

Enfin, nous mesurons l'absorbance de chaque solution à 517 nm à l'aide d'un spectrophotomètre.

IV.4.2. Test du 2-diphényle-1-picrylhydrazyl (DPPH) pour MgO/NiO (NPs) :

Cet essai a pour objectif Évaluer la capacité antioxydant des NPs MgO/NiO à l'aide du test

DPPH, Le processus se déroule comme suit :

Préparer une solution de DPPH à 0.05 mg/ml dans le méthanol .

Préparer une série de suspensions de MgO/NiO à différentes

Pour chaque concentration de la solution MgO/NiO, préparez trois échantillons en suivant les étapes suivantes :

Nous prenons 0,1 ml de solution MgO/NiO, puis ajoutons 0,1 ml de méthanol dans le tube à essai, puis ajoutons 1,8 ml de la solution DPPH précédemment préparée dans le tube à essai .

Nous répétons les étapes 1 à 4 pour obtenir trois échantillons de chaque concentration de solution MgO/NiO, bien mélanger la solution et la laisser incuber pendant 30 minutes dans l'obscurité .

Enfin, nous mesurons l'absorbance de chaque solution à 517 nm à l'aide d'un spectrophotomètre.

.Nous avons répété l'expérience trois fois en utilisant le même protocole et les mêmes conditions de mesure.

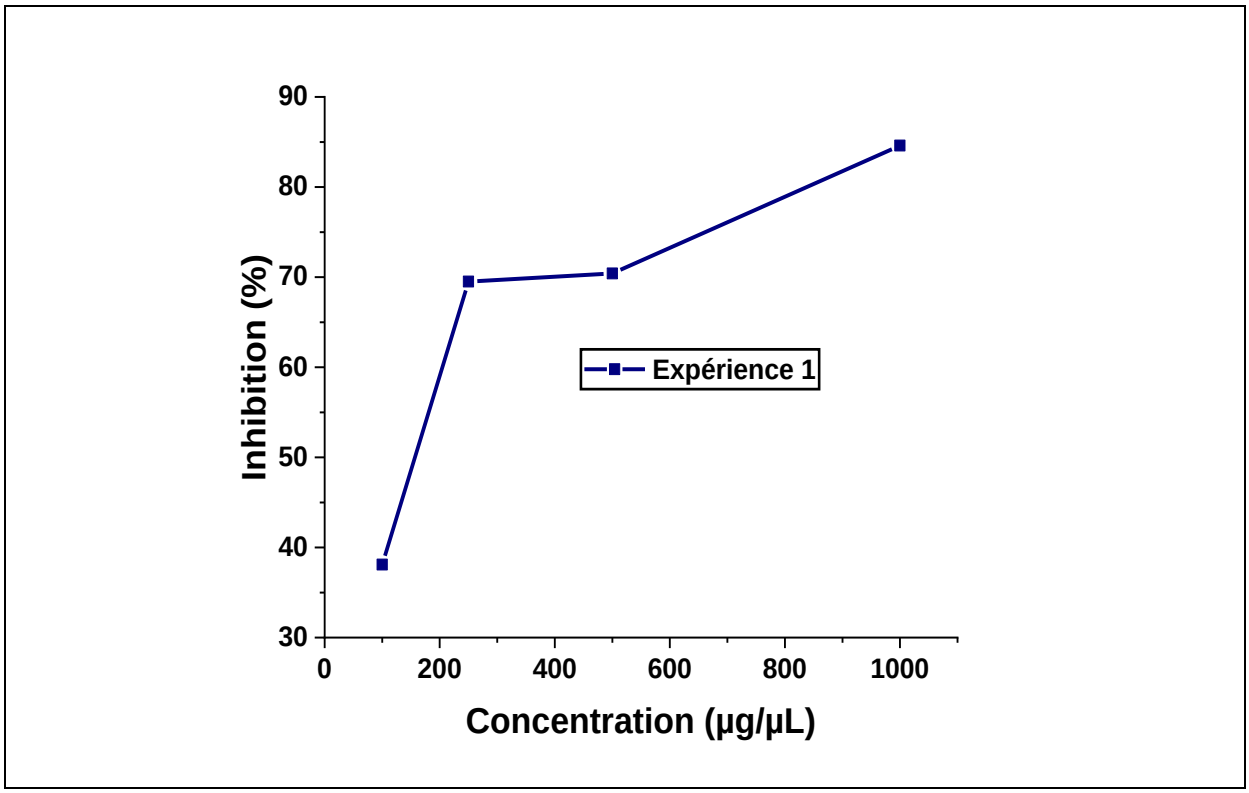


Figure IV.2: Activité antioxydant (DPPH) des nanoparticules de MgO/NiO 1.

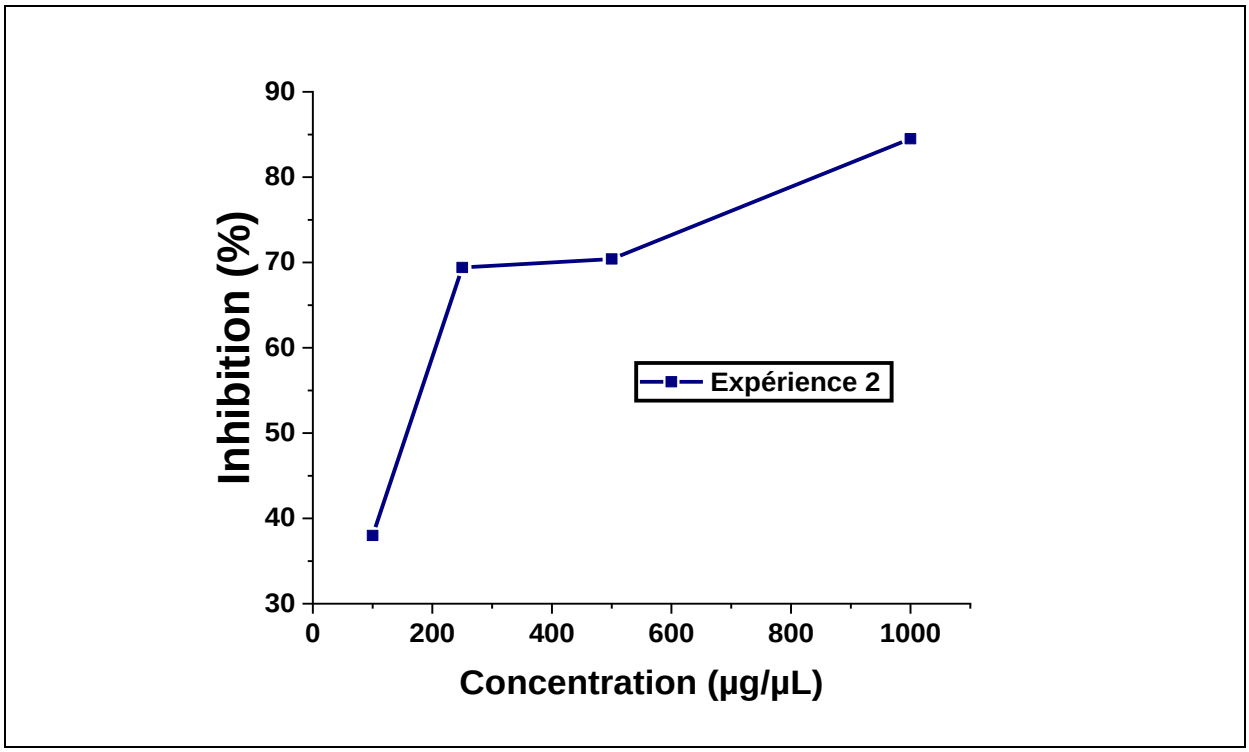


Figure IV.3: Activité antioxydant (DPPH) des nanoparticules de MgO/NiO 2.

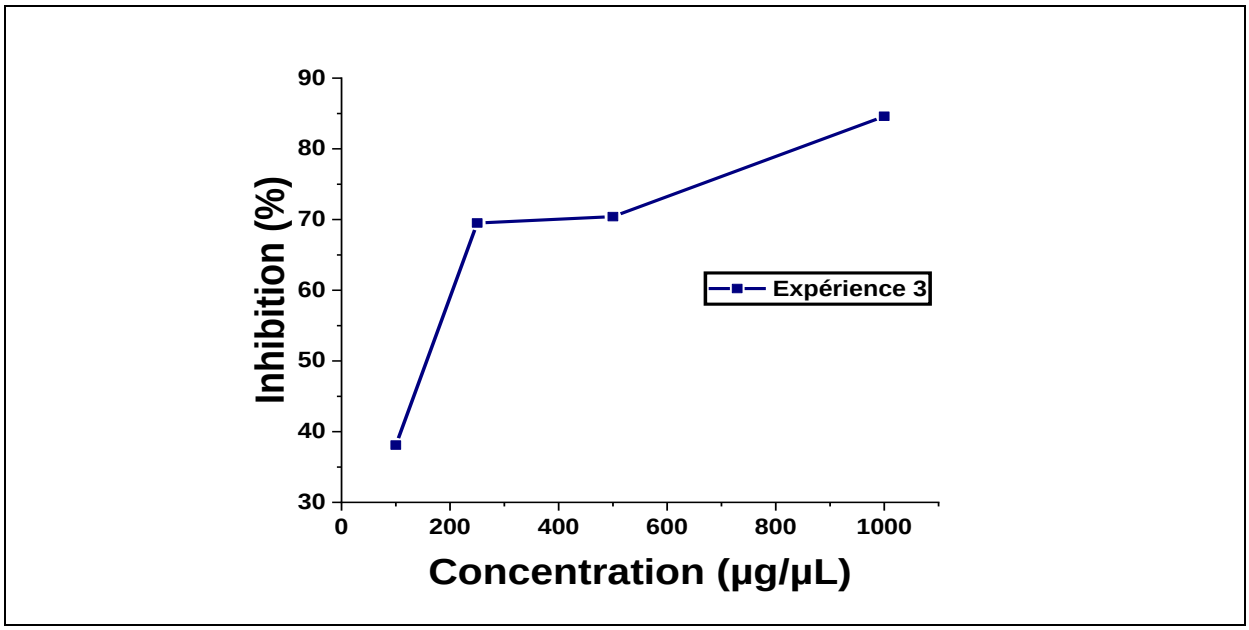


Figure IV.4: Activité antioxydant (DPPH) des nanoparticules de MgO/NiO 3.

IV.4.3. Calcule des IC50 :

L'IC50, paramètre qui définit la concentration efficace du substrat qui cause l'aperte de 50% de l'activité du radical DPPH•, Plus la valeur de l'IC50 est petite plus l'extrait est considéré comme un antioxydant puissant.

Les IC50 calculées à partir des équations des régressions logarithmiques données précédemment pour l'acide ascorbique et MgO/NiO (NPs), les résultats obtenus sont présentés dans le tableau IV.3.

Tableau IV.1 : IC50 de réduction du DPPH par les extraits de MgO/NiO (NPs) et l'acide ascorbique.

Sample	IC_{50}(µg/µL)
D-Ascorbic Acid (Erythorbic Acid)	8±0.03
MgO/NiO	157±0.5



Conclusion Générale

Au terme de ce travail, nous avons réussi à synthétiser le nanocomposite MgO/NiO par la méthode sol-gel, une technique simple, économique et efficace pour l'obtention de matériaux nanostructurés homogènes. Cette étude nous a permis de mieux comprendre les propriétés structurales, optiques et antioxydantes de ce matériau, ainsi que son intérêt dans plusieurs domaines d'application.

Les analyses par diffraction des rayons X (XRD) ont confirmé la formation du nanocomposite MgO/NiO, ce qui atteste de la réussite de la synthèse. L'étude des propriétés optiques par spectroscopie UV-Visible a montré un maximum d'absorption autour de 294 nm, tandis que le diagramme de Tauc a permis de déterminer une bande interdite de 2,52 eV. Cette valeur relativement faible indique une bonne capacité d'absorption de la lumière et des propriétés optiques et électriques intéressantes.

L'activité antioxydante a été évaluée par la méthode DPPH. Les résultats ont montré que le nanocomposite MgO/NiO possède une capacité appréciable à neutraliser les radicaux libres, ce qui met en évidence son potentiel en tant que matériau actif dans les applications biomédicales et environnementales.

D'une manière générale, les résultats obtenus confirment que le nanocomposite MgO/NiO présente des propriétés prometteuses qui pourraient être exploitées dans plusieurs domaines, notamment la biomédecine, le traitement des eaux usées, la dépollution environnementale et l'industrie pharmaceutique.

Recommandations

Afin de mieux valoriser ce matériau, il serait intéressant de poursuivre les recherches en étudiant :

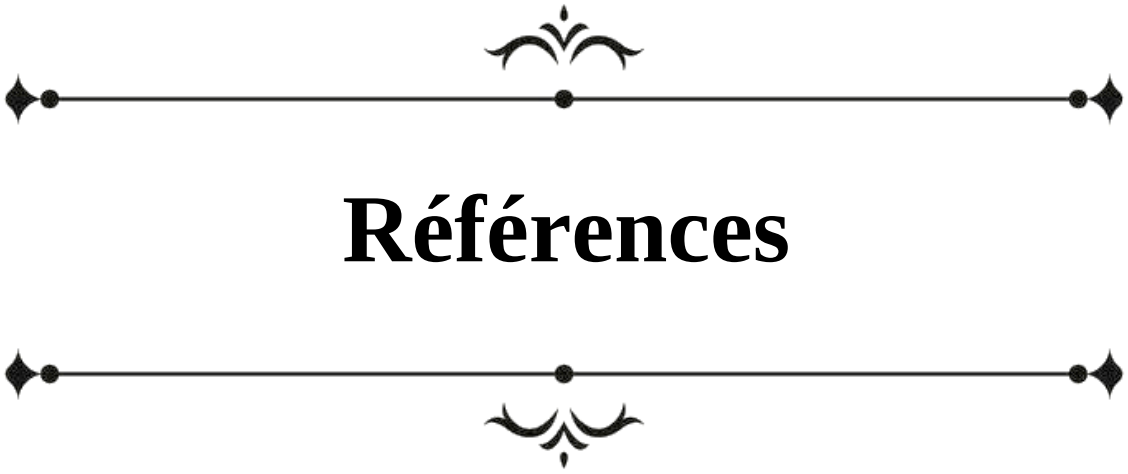
. son efficacité dans la dégradation de polluants organiques et inorganiques

. son utilisation potentielle dans des applications biomédicales

. l'effet des conditions de synthèse sur la taille, la morphologie et les propriétés de surface

. ses activités biologiques complémentaires, telles que les propriétés antibactériennes et anticancéreuses.

Ces perspectives permettront d'approfondir la compréhension du nanocomposite MgO/NiO et de développer de nouvelles applications basées sur ses propriétés remarquables.



Références

[1] Yeşil, Z., & Eren, E. (2020). Antibacterial and antioxidant activities of MgO nanoparticles synthesized by sol-gel method. Journal of Molecular Structure, 1221, 128823.

[2] Brinker, C. J., & Scherer, G. W. (2013). Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing. Academic Press.

[3] Suryanarayana, C., & Norton, M. G. (1998). X-Ray Diffraction: A Practical Approach. Springer.

[4] Smith, B. C. (2011). Fundamentals of Fourier Transform Infrared Spectroscopy (2nd ed.). CRC Press.

[5] Pavia, D. L., Lampman, G. M., Kriz, G. S., & Vyvyan, J. R. (2014). Introduction to Spectroscopy (5th ed.). Cengage Learning.

[6] Apak, R., Özyürek, M., Güçlü, K., & Çapanoğlu, E. (2016). Antioxidant Activity/Capacity Measurement. 1. Classification, Physicochemical Principles, Mechanisms, and Electron Transfer (ET)–Based Assays. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 64(5), 997–1027. https://doi.org/10.1021/acs.jafc.5b04739

[7] Kumar, A., & Rao, K. J. (2016). Nanostructured materials: synthesis, properties, and applications. CRC Press.

[8] Horikoshi, S., & Serpone, N. (Eds.). (2013). Microwaves in nanoparticle synthesis (1st ed.). Wiley-VCH.

[9] Di Ventra, 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] Hapiuk, D. (2013). Nanostructured ZnO: Experimental study of the self-organization of nanoparticles and numerical simulations of the doping in expanded phases (Doctoral dissertation, Université Claude Bernard Lyon, France).

[12] Patnaik, P. (2003). Handbook of inorganic chemicals. McGraw-Hill.

[13] Edelstein, A. S., & Cammarata, R. C. (Eds.). Nanomaterials: Synthesis, properties and applications (2nd ed.).

[14] Boroumand Moghaddam, A., et al. (2017). Eco-friendly formulated zinc oxide nanoparticles: Induction of cell cycle arrest and apoptosis in the MCF-7 cancer cell line. Genes, 8(10), 281.

[15] Wei, S., Lian, J., & Wu, H. (2010). Annealing effect on the photoluminescence properties of ZnO nanorod array prepared by a PLD-assistant wet chemical method. Materials Characterization, 61(11), 1239–1244.

[16] Srivastava, V., Gusain, D., & Sharma, Y. C. (2013). Synthesis, characterization and application of zinc oxide nanoparticles (n-ZnO). Ceramics International, 39(8), 9803–9808.

[17] Rani, S., Singh, N. P., Jha, S. N., Tiwari, R. S., & Srivastava, O. N. (2008). Synthesis of nanocrystalline ZnO powder via sol–gel route for dye-sensitized solar cells. Solar Energy Materials and Solar Cells, 92(12), 1639–1645.

[18] Uthanna, S., Rao, M. V., & Naidu, B. S. (2002). Structure-composition-property dependence in reactive magnetron sputtered ZnO thin films. Optical Materials, 19(4), 461–469.

[19] 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).

[20] 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.

[21] 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.

[22] Pan, H., Zhang, R., Feng, Y., & Li, J. (2005). Preparation and characteristics of Nb5+, Ta5+/TiO_2 nanoscale powders by sol–gel process using $TiCl_3$. Journal of Sol-Gel Science and Technology, 34(1), 63–69.

[23] 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.

[24] Ondo-Ndong, R., Pascal-Delannoy, F., Boyer, A., Giani, A., & Foucaran, A. (2003). Study of nanostructured ZnO thin films for gas sensor applications. Materials Science and Engineering: B, 97, 68–73.

[25] Sharma, D., Rajput, J., Kaur, M., & Sharma, D. (2010). Synthesis of ZnO nanoparticles. [Journal name missing], 519, 1224–1229.

[26] Wang, Z., Song, C., & Liu, J. (2003). Nanostructures of ZnO for electronics and optoelectronics. Nanotechnology, 14, 11.

[27] Maensiri, S., Laokul, P., & Promarak, V. (2006). Synthesis and optical properties of nanosized ZnO powders via a sol–gel method. Journal of Crystal Growth, 289, 102–107.

[28] Skoog, D. A., Holler, F. J., & Crouch, S. R. (2007). Principles of instrumental analysis (6th ed., pp. 349–351). Thomson Brooks/Cole.

[29] Manokari, M., Ravindran, C., & Shekhawat, M. (2016). Biosynthesis of zinc oxide nanoparticles using Melia azedarach L. extracts and their characterization. International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research, 1(1), 31–36.

[30] Makarov, V., Love, A., Sinitsyna, O., Makarova, S., Yaminsky, I., Taliansky, M., & Kalinina, N. (2014). Green nanotechnologies: Synthesis of metal nanoparticles using plants. Acta Naturae, 6(1), 35–44.

[31] Shah, M., Fawcett, D., Sharma, S., Tripathy, S., & Poinern, G. (2015). Green synthesis of metallic nanoparticles via biological entities. Materials, 8(1), 7278–7308.

[32] Ovais, M., Khalil, A. T., Islam, N. U., Ahmad, I., Ayaz, M., Saravanan, M., Shinwari, Z. K., & Mukherjee, S. (2018). Role of plant phytochemicals and microbial enzymes in biosynthesis of metallic nanoparticles. Applied Microbiology and Biotechnology, 102, 6799–6814.

[33] Tauc, J., & Menth, A. (1972). States in the gap. Journal of Non-Crystalline Solids, 8, 569–585.

[34] Urbach, F. (1953). The long-wavelength edge of photographic sensitivity and of the electronic absorption of solids. Physical Review, 92(5), 1324.

[35] Scherrer, P. (1912). Bestimmung der inneren Struktur und der Größe von Kolloidteilchen mittels Röntgenstrahlen. In Kolloidchemie Ein Lehrbuch (pp. 387–409). Springer.

[36] Brand-Williams, W., Cuvelier, M. E., & Berset, C. (1995). Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. Lebensmittel-Wissenschaft & Technologie, 28, 25–30.

[37] Talbi, H., Boumaza, A., El-mostafa, K., Talbi, J., & Hilali, A. (2015). Évaluation de l'activité antioxydante et la composition physico-chimique des extraits méthanolique et aqueux de la Nigella sativa L. [Journal with ISSN: 2028-2508], 6(4), 111–117.

[38] Midoun, T. (2011). Extraction des composés phénoliques et étude de leur activité antioxydante par le comportement électrochimique (Master's thesis, Université Kasdi Merbah Ouargla).

[39] Scalbert, A. (n.d.). Les polyphénols : Intérêt nutritionnel. Centre de Recherche de Clermont-Ferrand/Theix, INRA.

[40] Nkhili, E. (2009). Polyphénols de l'alimentation : Extraction, interactions avec les ions du fer et du cuivre, oxydation et pouvoir antioxydant (Doctoral dissertation, Université Cadi Ayyad, Marrakech).

[41] Halliwell, B., & Gutteridge, J. M. C. (1999). Free radicals in biology and medicine. Oxford University Press.

[42] Scherer, R., & Godoy, H. T. (2009). Review on antioxidant activity. [Journal unspecified]; also Fabri, M., et al. (2009).

[43] Klingshirn, C. F. (2012). Semiconductor Optics (4th ed.). Springer

[44] Cullity, B. D., & Stock, S. R. (2001). Elements of X-Ray Diffraction (3rd ed.). Prentice Hall