

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLICUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
جامعة عمّار تليجي بالأغواط
UNIVERSITE AMAR TELIDJI LAGHOUAT

كلية العلوم
FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT Sciences de la Matière



Mémoire de Master

Domaine : Sciences de la Matière
Filière : Chimie
Option : Chimie inorganique

Par :

-Amieur lamia

THEME

Elaboration des matériaux a base d'oxyde : ferrites de zinc

Soutenu publiquement devant le jury composé de :

<i>Mr. Guibadj Abed El nacer</i>	<i>M.C.A</i>	<i>Président</i>
<i>Mr. Gherib Abed El aziz</i>	<i>M.C.A</i>	<i>Examineur</i>
<i>Mr. Keribaa bakhti</i>	<i>M.A.A.</i>	<i>Examineur</i>
<i>Mr. Saïdat Boubakeur</i>	<i>M.C.A.</i>	<i>Rapporteur</i>

Année Universitaire 2015/2016



Remerciements

Au terme de ce travail, qui a été réalisé au sein de laboratoire de recherche de Physico-chimie des matériaux et au département de chimie à l'université de Laghouat, je tiens tout d'abord à exprimer ma profonde gratitude à Mr Saïdat et Mme boudellaa qui est encadré cette mémoire dans la continuité de son master.

Merci de m'avoir fait confiance sur ce projet qui vous tenait à cœur, qui m'a permis, avec votre appui et vos compétences scientifiques de mener à bien ce travail.

Je souhaite particulièrement à exprimer mes gratitudes et profonds remerciements à S. Ben Arrache pour m'avoir formé et accompagné dans la caractérisation des échantillons.

J'adresse mes remerciements à Mr Guibadj, Mr Gherib et Mr Keribaa pour avoir accepté de juger ce travail et que nous sommes honorés par leur présence.

Merci à tout le personnel du département et mes collègues de travail au laboratoire de recherche et au département de Chimie, sans exception de près ou de loin pour leur aide à ce travail.

Finalement, tous je sincères remerciement et je reconnaissances à mes parents et mon marie pour m'avoir supporté et épaulé dans les moments difficiles.

Merci infiniment

Lamia

Dédicaces



Je dédie ce travail :

*Aux prunelles des mes yeux, les deux premiers amours de ma vie :
mon père et ma mère.*

*A celui que j'aime beaucoup et qui m'a soutenue tout au long de
ce projet :*

A mes chères sœurs : manal .hadil

A mes frères : Roudouan ,Mohoub

A mes oncles.

A mes tantes.

A mes cousin(e)s.

A mes ami(e) : a tout mes amies :

*Maria , Hafsa ,Assia , faiza ,A watif ,meriem ,safa ,thouiba
,zineb,A icha , Asma ,zakia ,fatna .*

A tous ceux qui m'aiment.



Les listes

Liste des Tableaux

Chapitre I :

Tableau1: caractéristique physico-chimiques des spinelles directs $ZnFe_2O_4$ et $CuFe_2O_4$...06

Tableau.2 : caractéristique physico-chimique des spinelles inverse $NiFe_2O_4$, $CoFe_2O_4$ et Fe_3O_4 06

Tableau3 : aimantation à saturation et température de curie à $T= 293$ k pour les principales ferrites à structure spinelle.....09

Chapitre III :

Tableau 4 : Produits chimiques utilisés.....20

Liste des figures

Chapitre I

Figure 1 : Maille primitive de la structure spinelle.....05

Chapitre II

Figure 2 : Principales étapes d'une synthèse d'un matériau par voie sol gel.....14

Chapitre III

Figure 3: Spectres de XRD d'échantillons $ZnFe_2O_4$ calcinés $350^\circ C$ préparés en utilisant l'acétate de zinc.....22

Figure 4: Spectres de XRD d'échantillons $ZnFe_2O_4$ calcinés $600^\circ C$ préparés en utilisant l'acétate de zinc.....22

Figure 5: Spectres de XRD d'échantillons $ZnFe_2O_4$ calcinés $800^\circ C$ préparés en utilisant l'acétate de zinc.....23

Figure 6 : Spectres FT-IR de produit $ZnFe_2O_4$ calciné à $350^\circ C$ et $600^\circ C$ et $800^\circ C$23

Figure 7: Spectres FT-IR de produit $ZnFe_2O_4$ calciné à $800^\circ C$ et oxalate de fer.....24

Figure 8 : Spectres de XRD d'échantillons $ZnFe_2O_4$ calcinés $250^\circ C$ préparés en utilisant l'acide oxalique.....25

Figure 9: Spectres de XRD d'échantillons $ZnFe_2O_4$ calcinés $350^\circ C$ préparés en utilisant l'acide oxalique.....26

Figure 10 : Spectres de XRD d'échantillons $ZnFe_2O_4$ calcinés 800°C préparés en utilisant l'acideoxalique.....	26
Figure 11 : Spectres FT-IR de produit $ZnFe_2O_4$ calciné à 350°C et 800°C.....	27
Figure 12 : diffractogramme d'échantillons $ZnFe_2O_4$ calcinés 800°C préparés avec diffractogramme de Findit.....	27
Figure 13 : Spectre IR pour comparer entre d'oxalate et nitrate.....	28
Figure 14 : Spectres FT-IR de produit $ZnFe_2O_4$ calciné à 800°C.....	29
Figure 15 : Spectre IR pour comparer entre d'oxalate et nitrate.....	29



Sommaire



Sommaire

Introduction général	01
-----------------------------------	----

Chapitre I

Etude bibliographique

I.1 Généralités sur les nanoparticules spinelle	04
I.1.1 Introduction	04
I.1.2 La structure cristallographique de spinelle	04
I.1.2.1 Description de la structure.....	04
I.2 les dérivées des spinelles	05
I.2.1. spinelle direct	06
I.2.2 spinelle inverse	06
I.3 classification des spinelles	07
I.3.1 Les spinelles magnétiques	07
I.4. Les propriétés physico-chimique de spinelle.....	08
I.4.1. propriété électromagnétique	08
I.4.2 Température de curie.....	08
I.1.5 Application des NP de spinelle.....	09

Chapitre II

Les techniques d'analyse

II.1 Introduction	11
II.2 Les méthodes d'élaborations utilisées	11
II.2.1 La synthèse hydrothermale	11
II.2.2 Décomposition thermique.....	12
II.2.4 Co-précipitation d'hydroxydes métalliques	12
II.2.4 Méthode sol gel.....	12
II.3 Méthodes de caractérisation de substance active	16

II.3.1 Diffraction des rayons X	16
II.3.3 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier	16

Chapitre III

Partie expérimentale

III.1 Introduction	19
III.2 Les méthodes d'analyse	19
III.3 Présentation du matériel et réactifs utilisés	20
III.3.1 Réactifs utilisés	20
III.3.2 Matériel utilisé	20
III.4 Elaboration d'aluminate de magnésium à partir d'oxalate	21
III.4.1 Mode opératoire	21
III.4.2 Analyse et caractérisation de $ZnFe_2O_4$	21
III.4.3 Résultats et discussion	21
III.5 Elaboration d'aluminate de magnésium à partir de nitrate	24
III.5.1 Mode opératoire	24
III.5.2 Analyse et caractérisation de $ZnFe_2O_4$	25
III.5.3 Résultats et discussion	27
Conclusion	31
Bibliographie	34

Introduction générale

Parmi les nanomatériaux les plus étudiés ces dernières années, nous pouvons citer les ferrites spinelles nanométriques de type MFe_2O_4 ($M = cd, Zn, Ni, Co, \dots$ etc)

les investigations de leurs propriétés physico-chimique intègrent plusieurs domaines de la physique allant du magnétisme à l'optique en passant par la chimie et la mécanique .Ils présentent l'avantage d'exister sous forme de nanoparticules voir agrégats ou de nanoparticule enrobées dans une matrice donnée et aussi sous forme de poudres nanostructurée (ensemble de grains séparés par des joints de grains) ces différentes configurations sont largement utilisées dans divers domaines : électricité ,biologie , enregistrement magnétique ,transport de médicaments ...etc . l'étude approfondie du magnétique de ferrites spinelles a montré que les différentes structure magnétiques résultent de la nature antiferromagnétique des interactions de super échange entre les porteurs de moments occupant les sites ,tétraédriques et octaédriques, de la topologie et de la nature cationique,ces mécanismes permettent ainsi de bien comprendre l'origine des propriétés magnétiques dans les ferrites microcristallines.

La fabrication de ces matériaux constitués de nanograins repose sur des techniques d'élaboration variées ;les méthodes de synthèse par chimie douce (sol- gel ,co-précipitation ,hydrothermal) conduisant à des nanoparticules suivies d'un enrobage dans une matrice .

les ferrites spinelles directes ($ZnFe_2O_4$, $CdFe_2O_4$) consistent Des exemples de choix pour élucider ces observations (chaque site est occupé par un seul type de cations, les migrations des cations à un site à un autre sont aisément détectables) .

notre travail se situe dans le cadre d'une étude générale des propriétés physico – chimique de nanoparticules et poudres nanostructures de ferrites de zinc ($ZnFe_2O_4$) .ce spinelle est direct .

Afin de décrire les étapes importantes ayant conduit à l'aboutissement de ce travail .

nous avons structuré ce manuscrit d'ordre chronologique des différentes techniques expérimentales utilisé (DRX, IR).

Ainsi,le présent mémoire est :

Introduction générale

- Le premier chapitre est consacré à la présentation d'un spinelle des connaissances acquises dans les aspects généraux des propriétés structurales et magnétiques des ferrites spinelles. une descriptive qualitative du magnétisme de spinelle est également donnée.
- Le second chapitre rappelle brièvement les différentes méthodes utilise pour l'élaboration des nanoparticules, de plus, la synthèse des poudres nanostrurées
- La troisième chapitre ce manuscrit par la description des principaux résultats obtenus au cours de la préparation de $ZnFe_2O_4$ par deux méthodes.



Chapitre I :

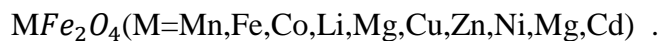
Etude bibliographique



I.1 Généralités sur les nanoparticules spinelles

I.1.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous nous limiterons à décrire quelques aspects structuraux et magnétiques des ferrites spinelles de formule



Les composés inorganiques avec la structure spinelle AB_2X_4 ont été étudiés depuis de nombreuses années, en raison de leurs propriétés physiques inhabituelles [1, 2, 3, 4]. La structure cristallographique des spinelles de formule générale AB_2O_4 possédants des cations occupant les sites tétraédriques A et octaédriques B. Il existe environ 300 composés à structure spinelles connus avec $X = Se, S$ [5, 6, 7]. Dans la plus part de ces composés où $X = Se$, les métaux de transition 3d occupants les sites A et B. Des propriétés physiques souvent très originales se manifestent lorsque les sites B sont occupés par des cations de valences mixtes. Comme ces dernières montrent différents sites préférentielles, et en choisissant les atomes appropriés, il est possible de réaliser une dilution magnétique sélective de l'un des deux sous-réseaux.

D'autre part, les sites A de la structure spinelle deviendront actif du point de vue magnétiques. Les études expérimentales sur ces composés spinelle se sont alors multipliées pour découvrir les mécanismes à l'origine de ces nombreux comportements physiques. Cette diversité rend l'étude expérimentale de ces systèmes particulièrement intéressante [8].

I.1.2 La structure cristallographique de spinelle

I.1.2.1 Description de la structure

Dans les oxydes de structure spinelle, les anions O^{-2} sont des ions de plus grande dimension ($r=0.14\text{nm}$ ou 1.4\AA), ils forment un réseau cubique à face centrées définissant des sites cationique tétraédriques (A) et octaédriques (B), dans les sites A, le cation est entouré de quatre ions oxygène alors que dans le site B le cation est entouré par six ions oxygène (figure 1).

La maille élémentaire du réseau contient huit molécules MFe_2O_4 et possède 32 sites octaédriques (16 sont occupés) et 64 sites tétraédriques (8 seulement sont occupés). La maille primitive illustrée sur la figure 1 appartient au groupe d'espace $Fd\bar{3}m(O_h^7)$ et contient huit motifs de MFe_2O_4 . Elle peut être divisée en huit cubes d'arête $a/2$.

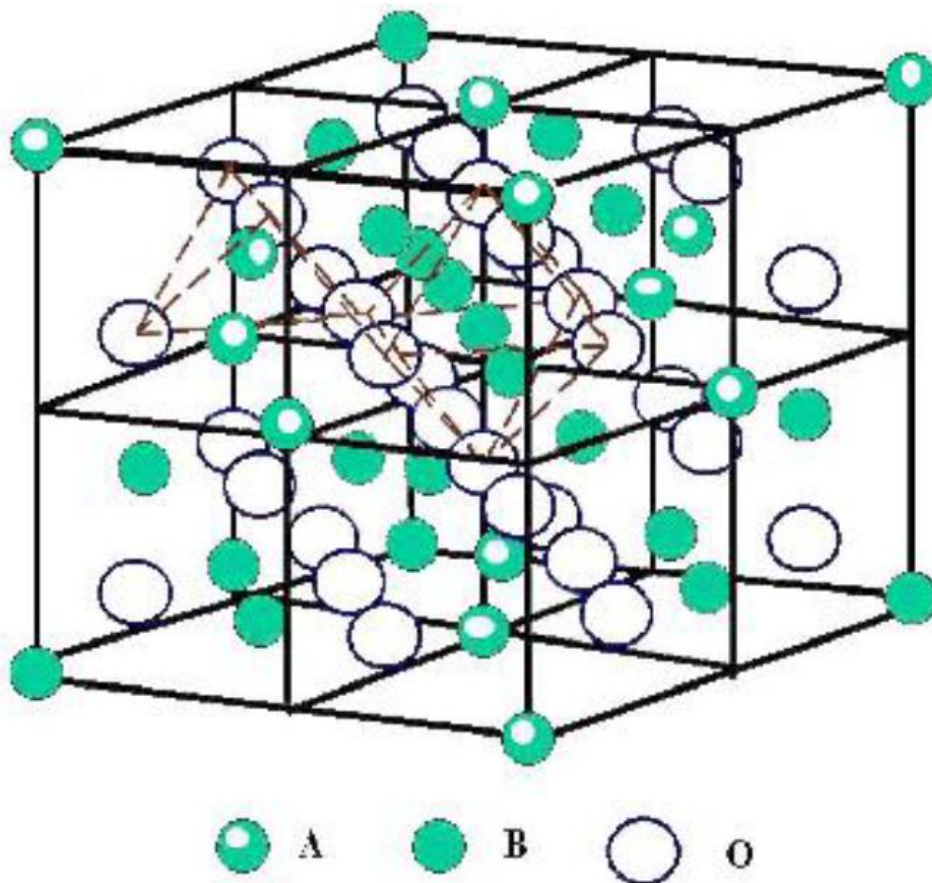


Figure 1 : Maille primitive de la structure spinelle

I.2 le déférent typede spinelle

D'autre part, les sites A de la structure spinelle deviendront actifs du point de vue magnétiques. Les études expérimentales sur ces composés spinelle se sont alors multipliées pour découvrir les mécanismes à l'origine de ces nombreux comportements physiques. Cette diversité rend l'étude expérimentale de ces systèmes particulièrement intéressante [9].

On distingue deux types de spinelle :

I.2.1 spinelle direct :

Quand les sites tétraédriques sont occupés par des cations M^{+2} et les sites octaédriques par des atomes de fer la structure est dite directe .la phase cristalline associée est la franklinite, les spinelles direct les plus connus sont les ferrites de zinc ($ZnFe_2O_4$) et les ferrites de cuivre ($CuFe_2O_4$) ,les cations divalentes (Zn^{+2},Cu^{+2}) tendent à former avec l'oxygène des liaisons covalentes ,par mise en commun avec les atomes d'oxygène des électrons 4s,4p ou 5s,5p d'où l'existence d' une présence pour les sites tétraédriques ,le paramètre de maille varie de 8.30 à 8.50Å ,les tableau I-1 résume quelques paramètres physico-chimiques (paramétere de maille ,résistivité électrique, aimantation par unité de masse ,masse molaire ,densité) de deux spinelles directs les plus connus .

Tableau .1 : caractéristique physico-chimiques des spinelles directs $ZnFe_2O_4$ et C

Spinelle direct	a (Å)	ρ (ohm.cm)	Masse molaire (g/mol)	Densité (g/cm^3)
$ZnFe_2O_4$	8.44	100	241.1	5.33
$Cu Fe_2O_4$	8.37	105	239.2	5.42

I.2.2 spinelle inverse :

Dans ce type de spinelles, les cations de fer se répartissent entre les deux sites octaédriques et tétraédriques à proportions égales, tandis que les cations M^{+2} occupent seulement les sites est la trévorite, son paramètre de maille varie de 8.3 à 8.5 Å , les ferrites de nickel ($NiFe_2O_4$), les ferrites de cobalt ($CoFe_2O_4$) caractérisent ces spinelles le tableau I.2 résume quelques-unes de leur propriétés physico-chimiques les plus importantes

Tableau.2 : caractéristique physico-chimique des spinelles inverse

Spinelle inverse	a (Å)	ρ (ohm.cm)	masse molaire (g/mol)	Densité
$NiFe_2O_4$	8.33	$10^3 - 10^4$	234.4	5.38
$CoFe_2O_4$	8.392	10^7	234.6	5.29
Fe_3O_4	8.40	4.10^{-7}	231.6	5.26

I.3.classification des spinelles :

Plusieurs représentants de la famille spinelle ont été étudiés sous irradiations aux ions de hautes et basses énergies, ainsi qu'aux neutrons ou aux électrons. Le plus étudié de tous a été $MgAl_2O_4$ (parfois par comparaison avec le composé $MgO.nAl_2O_3$ avec $n>1$). Des spinelles magnétiques ont été aussi beaucoup étudiés.

A contrario, peu d'études ont été réalisées jusqu'à présent sur le comportement de $ZnAl_2O_4$ sous irradiation.

I.3.1 Les spinelles magnétiques :

Une autre catégorie de spinelles a été étudiée, les spinelles magnétiques. Ces matériaux ont été irradiés avec des ions rapides par l'équipe de Francis Studer [10-11], et aux neutrons par l'équipe de Chukalkin [12-13]. Lors d'irradiation aux neutrons, le $ZnFe_2O_4$ (spinelle direct) passe d'un matériau présentant un ordre antiferromagnétique sous 10K à un matériau ferrimagnétique avec une température de Néel autour de 560K. Cela a été interprété par la création d'une magnétisation spontanée par le déplacement d'ion Fe^{+3} en site tétraédrique [12]. L'inversion ainsi mise en évidence pouvant aller jusqu'à une distribution aléatoire des cations sur les sites ($i=0.66$) [14]. Des échantillons de structures spinelles normales ($ZnFe_2O_4$) inverses ($NiFe_2O_4, Fe_3O_4$) et mixte ($MgFe_2O_4, NiZnFe_2O_4$) ont été irradiés à différents pouvoirs d'arrêt. Les échantillons consistaient en plusieurs pastilles d'environ 65 μm d'épaisseur empilées, donnant la possibilité d'étudier pour une même irradiation plusieurs pouvoirs d'arrêt, l'ion voyant diminuer sa vitesse au fur et à mesure de son passage dans le matériau. Ces pastilles ont été ensuite analysées par spectroscopie Mössbauer, mesure d'aimantation et observation des traces latentes en microscopie électronique en transmission. La comparaison des traces observées par microscopie électronique en transmission et de la fraction amorphe (fraction de phase paramagnétique) sur les différentes spinelles ont permis aux auteurs de les classer par ordre de résistance à l'irradiation $Fe_3O_4 > ZnFe_2O_4 > NiFe_2O_4, MgFe_2O_4, NiZnFe_2O_4$. Pour tous les matériaux de structure spinelle étudiés, il a été mis en évidence qu'une fraction de matériau avait une aimantation supérieure au matériau non irradié. Cela a été attribué à un échange cationique entre les sites tétraédriques et octaédriques et donc à une augmentation du paramètre d'inversion pour les spinelles normales. A fort pouvoir d'arrêt, dans $ZnFe_2O_4$, le cœur des traces est amorphe, avec une couronne où il y a inversion. A plus faible pouvoir d'arrêt il

n'y a plus amorphisation, des moirés indiquent la présence de microdomaines cristallins désorientés les uns par rapport aux autres [10-16].

I.4. Les propriétés physico-chimique de spinelle :

I.4.1. propriété électromagnétique :

Les ferrites sont des matériaux magnétiques utilisées dans de nombreuses applications industrielles (aimants permanents, noyaux inducteur...etc) en raison de leur faible coût de fabrication et leur résistance élevée, les ferrites magnétiques sont très compétitifs sur le marché des matériaux doux. En effet, leur domaine d'application fréquentiel s'étend de quelques centaines de Hz au GHz. De plus, elles possèdent une faible perte diélectrique et magnétique, une faible conductivité, une perméabilité constante sur une large gamme de fréquence, une bonne stabilité avec la température et le temps ainsi qu'une bonne aimantation à saturation.

I.4.2 Température de Curie :

La température de Curie est la température pour laquelle les ferrites passent d'un état ferrimagnétique à un état paramagnétique. Avant d'atteindre cette température, on observe une décroissance de l'aimantation à saturation. Du point de vue de l'utilisation, il est préférable d'avoir un matériau ayant une température de Curie élevée pour conserver des aimantations et des perméabilités élevées. Par exemple, les ferrites utilisés actuellement pour conserver des aimantations, les transformateurs des alimentations à découpage doivent avoir pour pouvoir fonctionner une température jusqu'à 100°C sans dégradation des performances : leur température de Curie est proche de 250 °C. Les températures de Curie des principales ferrites spinelles sont répertoriées dans le tableau 3. Notons que dans les ferrites mixtes zinc, elle décroît lorsque le taux de zinc augmente.

Le tableau suivant décrit l'aimantation à saturation à température [17] :

Tableau 3 : aimantation à saturation et température de Curie à T= 293 K pour les principales ferrites à structure spinelle

Ferrites à structure spinelle	Aimantation à saturation à 0 K (T)	Aimantation à saturation à 293 K	Température de Curie (°C)
$MnFeO_4$	0.70	0.50	300
$FeFe_2O_4$	0.64	0.60	585
$CoFe_2O_4$	0.60	0.53	520
$LiFe_5O_4$	0.42	0.39	670
$NiFe_2O_4$	0.38	0.34	585
$CuFe_2O_4$	0.20	0.17	455

I.5 Application des Nanoparticule de spinelle :

Les application du spinelle sont extrêmement variées et se retrouvent, par exemple, dans le domaine du magnétisme, l'électronique, de l'optique ou encore de la mécanique notamment dans l'industrie électrique.

D'autre application ont été décrite dans les domaines de l'industrie de :

-Industrie chimique et des matériaux: céramiques, pigments, catalyseurs multifonctionnels, inhibiteurs de corrosion et alliages résistant à la corrosion[18].



Chapitre II :

Technique d'analyse



II.1 Introduction

Il est bien connu que la réduction du volume de petites particules par rapport au matériau massif, en d'autres termes l'augmentation du rapport surface/volume, confèrent aux nanoparticules des propriétés singulières, notamment magnétiques optiques ou catalytiques de ce fait un bon contrôle de la morphologie des particules est alors nécessaire.

Dans ce travail, nous avons utilisé des sels de zinc et de fer comme précurseurs des oxydes spinelles.

II.2 Les méthodes d'élaborations

On peut préparer les nanoparticules par plusieurs méthodes suivantes :

II.2.1 La synthèse hydrothermale :

La synthèse hydrothermale peut se définir comme une méthode d'élaboration de fines particules de matériaux dans un système fermé en présence d'un précurseur et l'eau soumis à des modifications de pression et de température.

Cette définition n'ayant toujours pas fait l'unanimité dans la communauté Scientifique, de nouveaux mots sont apparus, tels que «**Solvothermal**» qui regroupe les synthèses réalisées avec des solvants, autres que l'eau.

Le principe de cette méthode consiste à introduire les réactifs et un solvant (l'eau) dans une bombe de digestion « autoclave » et ensuite chauffer pour augmenter la pression dans l'enceinte[19].

Les avantages et les inconvénients de la synthèse hydrothermale

De nombreux avantages sont apportés par cette méthode [20] :

- ✓ Croissance (mono)cristalline de composés inorganiques.
- ✓ Préparation de monocristaux de larges tailles.
- ✓ Préparation de matériaux avec une taille et une morphologie définies.
- ✓ Très bonne cristallinité et Grande pureté chimique.

Malgré ces avantages, la synthèse hydrothermale a les inconvénients suivants :

- ✓ Liés au grand nombre de variables qui interviennent : les réactifs utilisés, le temps de réaction.
- ✓ La nécessité d'autoclaves coûteux, et l'impossibilité d'observer le cristal comme il grandit.

II.2.2 décomposition thermique :

La décomposition thermique de sels métalliques (principalement des nitrates mais aussi des acétates et des oxalates et des chlorures) est la plus utilisée pour sa simplicité. Pour la préparation des poudres il suffit de chauffer les nitrates qui se dissolvent dans un premier temps dans leur eau de cristallisation permettant ainsi un mélange des produits de départ. De toutes les méthodes, la voie directe par la décomposition de nitrates des métaux de transition pour l'obtention des spinelles continue à être la moins onéreuse et la plus simple [21]. A condition de bien homogénéiser le mélange de sels avant les processus thermiques. Cette méthode restera toujours utile, pour une obtention aisée des catalyseurs purs sous la forme de poudres.

Principe :

Les sels métalliques sont mélangés dans des proportions stœchiométriques par deux voies :

- Sels solides : application directe d'un traitement thermique.
- Sels en solution : mise en solution dans un solvant (soit de l'eau ou de l'alcool), puis dépôt soit par peinture sur des supports généralement conducteurs, soit par trempage de ces derniers dans la solution. Le solvant est ensuite évaporé après un traitement thermique ($T < 100^{\circ}\text{C}$), puis l'on procède à une calcination à des températures au-dessus de 200°C et inférieures à 900°C .

II.2.3 Co-précipitation d'hydroxydes métalliques

Cette méthode a été utilisée pour la synthèse des oxydes mixtes dans le but d'obtenir un produit possédant une surface spécifique plus importante que celle obtenue par DTN. Elle est basée sur la Co-précipitation des hydroxydes ou des oxalates de métaux suivie d'une décomposition thermique du précipité [22].

Les avantages par rapport aux autres techniques sont :

- ✚ Homogénéité du mélange des sels obtenu lors de la précipitation.
- ✚ Contrôle de la morphologie des produits.
- ✚ Obtention d'une surface spécifique de produits importante.

II.2.4 Méthode sol gel :

L'appellation sol-gel est une contraction des termes « solution-gélification ». Avant que l'état de gel ne soit atteint, le système est dans l'état liquide : il est constitué d'un

mélange d'oligomères colloïdaux et de petites macromolécules ainsi que, selon le degré d'avancement de la réaction de polymérisation, de différents monomères partiellement hydrolysés. Cette dispersion stable de particules colloïdales au sein d'un liquide est appelée « sol ». La taille des particules solides, plus denses que le liquide, doit être suffisamment petite pour que les forces responsables de la dispersion ne soient pas surpassées par la gravitation[23].

Le gel est constitué d'un réseau d'oxyde gonflé par le solvant, avec des liaisons chimiques assurant la cohésion mécanique du matériau en lui donnant un caractère rigide, non déformable (un gel peut présenter un caractère élastique, mais pas de viscosité macroscopique). Le gel correspond à la formation d'un réseau tridimensionnel de liaisons de Van der Waals.

Le temps nécessaire au « sol » pour se transformer en « gel » est appelé temps de gel (ou point de gel).

Il existe deux voies de synthèse sol-gel qui sont :

- ✚ **Voie inorganique ou colloïdale**: obtenue à partir de sels métalliques (chlorures, nitrates, oxychlorures) en solution aqueuse. Cette voie est peu chère mais difficile à contrôler, c'est pour cela qu'elle est encore très peu utilisée. Toutefois, c'est la voie privilégiée pour obtenir des matériaux céramiques.
- ✚ **Voie métallo-organique ou polymérique** : obtenue à partir d'alcoxydes métalliques dans des solutions organiques. Cette voie est relativement coûteuse mais permet un contrôle assez facile de la granulométrie.

Dans les deux cas, la réaction est initiée par hydrolyse (ajout d'eau pour la voie alcoxy et changement de pH pour former des hydroxydes pour la voie inorganique) permettant la formation de groupes M-OH puis intervient la condensation permettant la formation de liaisons M-O-M[24].

Principe :

Le principe du procédé sol-gel, autrefois appelé « chimie douce », correspond à la transformation d'un système liquide appelé « sol » vers un état colloïdal « gel ». Le gel est résultat d'une succession de réactions d'hydrolyse-condensation, à température modérée, proche de l'ambiante, pour préparer des réseaux de séchage peuvent ensuite être employées (figure 2) :

(a) Une application déjà un peu ancienne, mais importante, du procédé sol-gel est la fabrication et l'enrobage de fibres de verre ; pour réaliser par exemple des fibres optiques. Des xérogels peuvent être sur des fibres, sous forme de dépôts : la fibre est simplement tirée lentement hors du sol, et la gélification se produit simultanément avec l'évaporation du solvant.

(b) Le procédé sol-gel permet de réaliser des couches minces sur des supports très différents : verres, céramiques, métaux, polymères.

Lors de l'étape du sol, il est possible de répandre le sol sur une surface pour former des films de xérogels en couches minces (par exemples en utilisant les techniques de spin-coating ou dip-coating).

(c) L'évaporation du solvant permet la formation d'un xérogel auquel on peut faire subir un traitement thermique à température modérée afin de densifier le matériau.

(d), (f) Le gel peut être séché dans des conditions douces. Les températures de densification dépendent fortement du type de matériau et des propriétés recherchées. Le séchage du gel constitue une étape délicate. Il est important que le solvant s'évapore très lentement afin d'éviter la fragmentation du xérogel. La réalisation d'un matériau solide et donc difficile en raison des tensions internes apparaissant lors du séchage et pouvant entraîner la fissuration du matériau.

(e) Le solvant peut être évaporé dans des conditions supercritiques (vitesse d'évaporation importante et constante) pour former un gel n'ayant subi aucune densification : c'est un aérogel.

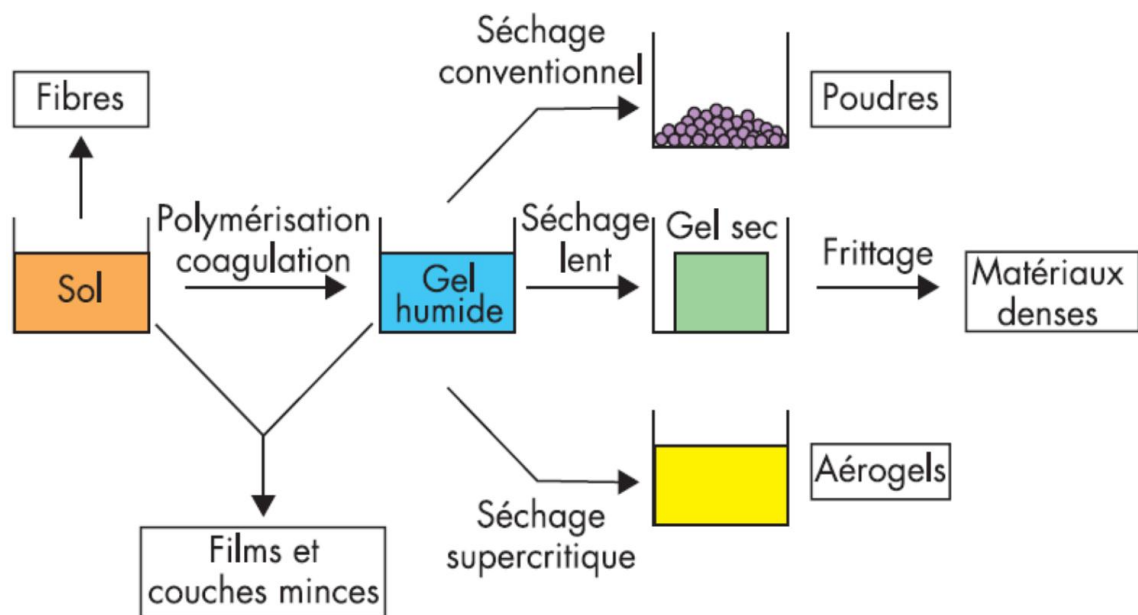


Figure 2 : Principales étapes d'une synthèse d'un matériau par voie sol gel [25].

Les avantages et les inconvénients du procédé sol gel

De nombreux avantages sont apportés par cette méthode [26.27] :

- ✓ Obtention des poudres fines.
- ✓ Une meilleure homogénéité chimique du système.
- ✓ Contrôle de la structure et de la composition à l'échelle moléculaire.
- ✓ Les pertes par évaporation sont minimisées, ainsi que la pollution de l'air.
- ✓ Formation des films de verre et de céramique utilisables en microélectronique.
- ✓ La synthèse des matériaux se fait à des températures relativement basses en comparant à la méthode par voie solide, d'où une économie d'énergie thermique.
- ✓ Facile à mettre en œuvre et les équipements nécessaires pour la synthèse sont disponibles.
- ✓ Obtention des couches de grandes surfaces et possibilité d'effectuer des dépôts sur des substrats de géométrie complexe et permet de contrôler l'épaisseur et l'homogénéité d'épaisseur [28].
- ✓ Possibilité de réaliser des couches minces d'oxydes minéraux à basse température sur des supports sensibles à la chaleur.
- ✓ Possibilité de réaliser des matériaux hybrides organo-minéraux (véritables nanocomposites dans lesquels les espèces minérales et organique sont mélangées à l'échelle moléculaire) sous forme de couches minces ou monolithique avec des propriétés spécifiques.
- ✓ Dépôt de couches minces sur les deux faces du support en une seule opération.
- ✓ Réalisation de dépôts multi-composants en une seule opération.

Malgré ces avantages, la technique sol gel a les inconvénients suivants :

- ✓ La durée d'obtention des gels peut varier des heures à des jours voire des mois.
- ✓ Un très grand retrait du gel lors du traitement thermique.
- ✓ La présence de fissures durant le séchage des gels dans le cas des dépôts de couches minces, et pour cette raison, un séchage hypercritique est recommandée.
- ✓ Cout des précurseurs relativement élevé.

Dans notre travail nous utilisons cette méthode pour préparer notre produit

II.3.1 Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X consiste à appliquer un rayonnement de la longueur d'onde ($0.1 < \lambda < 10\text{nm}$) sur un échantillon argileux orienté ou non. On utilise un rayonnement électromagnétique en cuivre dont la longueur d'onde est $\text{Cu}_{\text{K}\alpha} = 1,542 \text{ \AA}$. Ce rayonnement pénètre le cristal, il y a absorption d'une partie de l'énergie et excitation des atomes avec émissions de radiations dans toutes les directions. Les radiations émises par des plans atomiques qui sont en phase vont engendrer un faisceau cohérent qui pourra être détecté [29].

La condition pour que les radiations soient en phase s'exprime par **la loi de Bragg** :

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin\theta$$

Où :

n: Nombre entier correspondant à l'ordre de la diffraction.

λ : Longueur d'onde du rayonnement utilisé (nm).

d : distance entre les plans réticulaires d'une même famille désignée conventionnellement par les indices de Miller $h,k,l(\text{\AA})$.

θ : Angle de diffraction ($^{\circ}$).

La valeur de d_{hkl} dépend du paramètre de la maille et de mode de réseau.

Principe :

L'analyse a été réalisée à l'aide d'un diffractomètre Philips PW-1130/00, travaillant sur la radiation monochromatique $\text{K}\alpha_1$ du Cuivre ($1,5406 \text{ \AA}$). Un compteur (PM 8203) enregistre un signal proportionnel à l'intensité du rayon diffracté. Dans l'ensemble du rayonnement diffracté, il sera possible de mesurer les angles 2θ pour chaque famille de plans réticulaires.

Le traitement du signal permet de connaître les paramètres de la maille cristalline et de caractériser les phases cristallines de l'échantillon. Des raies de diffraction mal formées ou très larges sont la marque d'une faible cristallinité (microcristallinité) ou même d'une structure amorphe[30].

II.3.2 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

Le rayonnement infrarouge (IR) fut découvert en 1800 par Frédéric Wilhelm Herschel.

La spectrométrie infrarouge s'utilise principalement pour l'analyse qualitative d'une molécule en mettant en évidence la présence de liaisons entre les atomes (fonctions et groupements).

La spectrométrie infrarouge est l'un des outils les plus utilisés pour la caractérisation et l'identification des molécules organiques.

Ces radiations localisées au-delà des longueurs d'onde dans le rouge, sont situées entre la région du spectre visible et des ondes hertziennes. Le domaine infrarouge s'étend de 800 μm à 10^6nm .

Il est arbitrairement divisé en 3 catégories :

- Le proche infrarouge (800 à 2500nm).
- Le moyen infrarouge (2500 à 25000nm).
- Le lointain infrarouge (25000 à 10^6nm).

Le domaine infrarouge utilisé en analyse est compris entre 400 cm^{-1} et 4000 cm^{-1} (IR moyen) soit des longueurs d'onde situées entre 2500 et 15000 nm.

L'énergie du rayonnement IR est suffisante pour produire des changements dans l'énergie de vibration des molécules.

$$E=hf = hc / \lambda$$

Le nombre d'onde est l'unité encore le plus couramment utilisée en spectrométrie IR.

$$\text{Nombre d'onde} = 1 / \lambda$$

La spectrométrie infrarouge est la mesure de la diminution de l'intensité du rayonnement qui traverse un échantillon en fonction de la longueur d'onde. **[31]**



Chapitre III :

Partie Expérimentale



III.1 Introduction

Nous présenterons dans ce chapitre l'ensemble des matériaux et les produits utilisés le détail des différentes étapes réalisées pour l'élaboration et la caractérisation De $ZnFe_2O_4$ par deux types de précurseur par la méthode sol-gel. Ce travail est effectué au niveau du laboratoire de recherche (LPCM).

III.2 Les méthodes d'analyse

Chaque produit est caractérisé par DRX et FTIR

a) Spectroscopie IR-TF :

Le spectromètre utilisé au laboratoire de LPCM de l'université de Laghouat du type IR-TF modèle 4200.

Ce spectromètre est relié à un PC par l'intermédiaire port d'USB pour le contrôle automatique de transmission de données.

Il est caractérisé par :

- Domaine spectral : $4000-400\text{ cm}^{-1}$.
- Résolution meilleure : 0.85 cm^{-1} .
- Précision de Wavenumber : $\pm 0.01\text{ cm}^{-1}$.
- Système de données : Ordinateur compatible.



Préparation de l'échantillon :

- A l'état solide il s'agit de prendre une petite quantité de l'échantillon dans le disque pressé de l'appareil (préparation de de KBr) .

b) Diffractomètre de rayon X:

Le diffractomètre utilisé au laboratoire de Science de la matière de l'université de Laghouat du type diffractomètre de rayon X, travaillant sur la radiation monochromatique $K\alpha_1$ du Cuivre ($1,5406\text{ \AA}$). Un compteur (PM 8203) enregistre un signal proportionnel à l'intensité du rayon diffracté. Dans l'ensemble du rayonnement diffracté, il sera possible de mesurer les angles 2θ pour chaque famille de plans réticulaires.

Le traitement du signal permet de connaître les paramètres de la maille cristalline et de caractériser les phases cristallines de l'échantillon. Des raies de diffraction mal formées ou très larges sont la marque d'une faible cristallinité (microcristallinité) ou même d'une structure amorphe.

Préparation de l'échantillon :

L'échantillon se trouve est à l'état solide, il s'agit de prendre une petite quantité de l'échantillon dans le disque pressé du l'appareil [33].

Travail entrepris :

Pour élaborer notre produit $ZnFe_2O_4$ combiné par la méthode sol-gel.

Nous avons utilisé les composés et matériel suivant

III.3 Présentation du matériel et réactifs utilisés

III.3.1 Réactifs utilisés :

Nous avons utilisé les produits suivants :

Nom :		
Acétate de zinc	$(CH_3COO)_2 Zn$	Merck.
Oxalate de fer	$(C_2O_4)_3 Fe_2$	Merck.
ammoniac	$NH_4 OH$	Fluka.
Nitrate de zinc	$Zn (NO_3)_2$	Biochime.
Nitrate de fer	$Fe_2(NO_3)_3$	Sigma-Aldrich Chemical Co.
Acide oxalique.	$C_2H_2O_4, 2H_2O$	Sigma-Aldrich ChemicalCo.

Tableau 4 : Produits chimiques utilisés.

III.3.2 Matériel utilisé :

Nous avons utilisé les matériels suivants :

Plaque chauffante, un barreau aimanté, un étuve, Un four tubulaire

III.4 Elaboration ferrites de zinc à partir d'oxalate de fer et acétate de zinc

III.4.1 Mode opératoire

Elaboration de $ZnFe_2O_4$:

-Dans un bécher de 160 ml, une solution aqueuse 80ml de acétate de zinc (733.92mg ; 15,6 mmol) sont ajouté à une solution aqueuse 80 ml de oxalate de fer (11,8 g ; 31,2 mmol), le mélange réactionnel est chauffé à 60°C et agité pendant 10 min.

-Par la suite ont ajouté progressivement à la solution réactionnelle, 15 ml d'ammoniaque (33%) la solution est chauffée à 75°C pendant 3 h.

- On remarque qu'il y a une formation d'une solution jaune gélifiée.
- Le gel a été chauffé dans une étuve à 250°C pendant 3 h pour donner une masse de couleur jaune. Elle est traitée dans un four tubulaire à 350°C durant trois heures, au cours de laquelle la totalité de la réaction de combustion sera complète pour donner une poudre de couleur marron.
- La poudre produite est broyée puis calcinée à deux températures 600 et 800°C pendant 4 heures pour donner les produits finaux.

III.4.2 Analyse et caractérisation de $ZnFe_2O_4$

DRX :

La composition de phase des matériaux synthétisés a été étudiée par analyse de diffraction des rayons X. Motifs DRX des échantillons de ferrites de zinc produits par la combustion des précurseurs à 300 séché et calciné à 600 et 800°C sont représentés sur les figures 3, 4 et 5 respectivement.

Spectre IR-TF :

L'échantillon se trouve est à l'état solide, il s'agit de prendre une petite quantité de ce dernier pour préparer de pastille de KBr.

Le spectre obtenu est représenté dans la (Figure 6).

III.4.3 Résultats et discussion

➤ Interprétation du DRX de $ZnFe_2O_4$:

Il est évident que la température de 350°C (figure 3) n'était pas suffisante pour produire un produit cristallin et que le produit était pratiquement amorphe (Figure4). Cependant, avec l'augmentation de la température de calcination à 600°C, la cristallinité des produits de spinelle $ZnFe_2O_4$ augmente comme le montre la Figure 5.

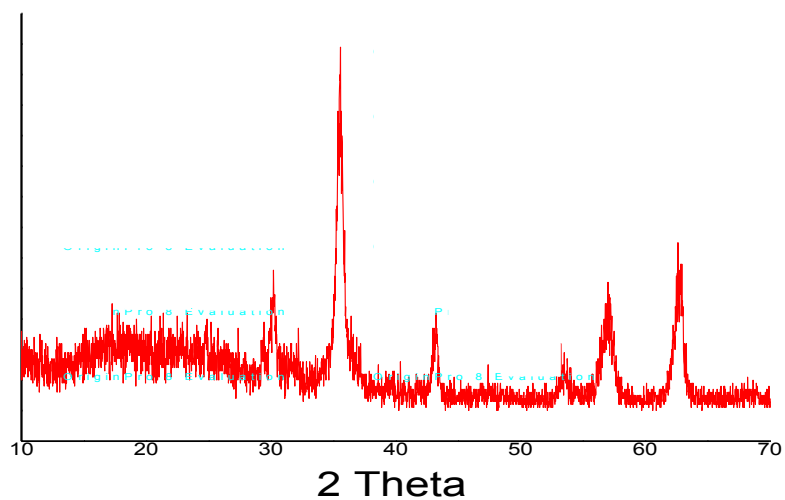


Figure 3: diffractogramme d'échantillons $ZnFe_2O_4$ calcinés $350^\circ C$ préparés en utilisant l'acétate de zinc

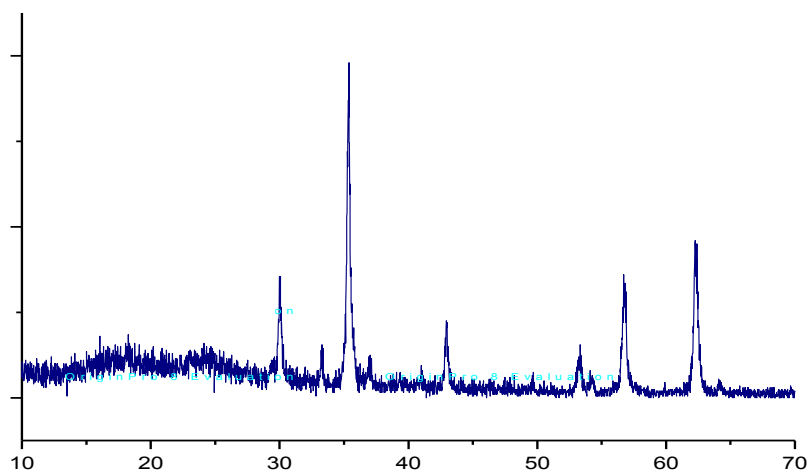


Figure 4: diffractogramme d'échantillons $ZnFe_2O_4$ calcinés $600^\circ C$ préparés en utilisant l'acétate de zinc

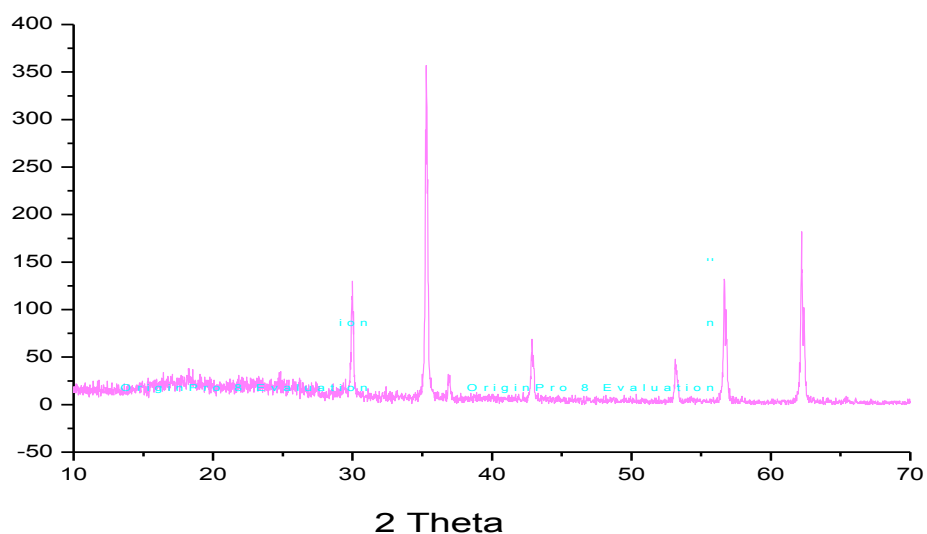


Figure 5: diffractogramme de d'échantillons $ZnFe_2O_4$ calcinés $800^\circ C$ préparés en utilisant l'acétate de zinc.

Le compose est parfaitement cristalline à $800^\circ C$.

Tous les pics de diffraction présentée dans la figure 4 et 5 peuvent être bien identifier par comparaison à la fiche de Findit comme le montre la figure 6

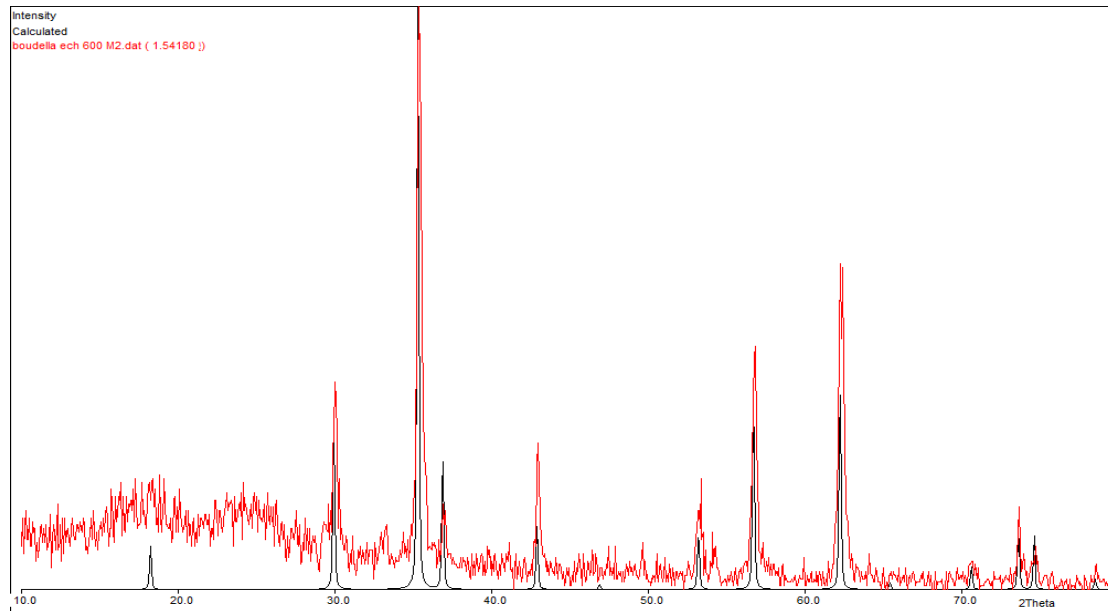


Figure6: diffractogramme de $ZnFe_2O_4$ à $600^\circ C$ avec diffractogramme de Findit

➤ Interprétation du spectre Infrarouge de $ZnFe_2O_4$:

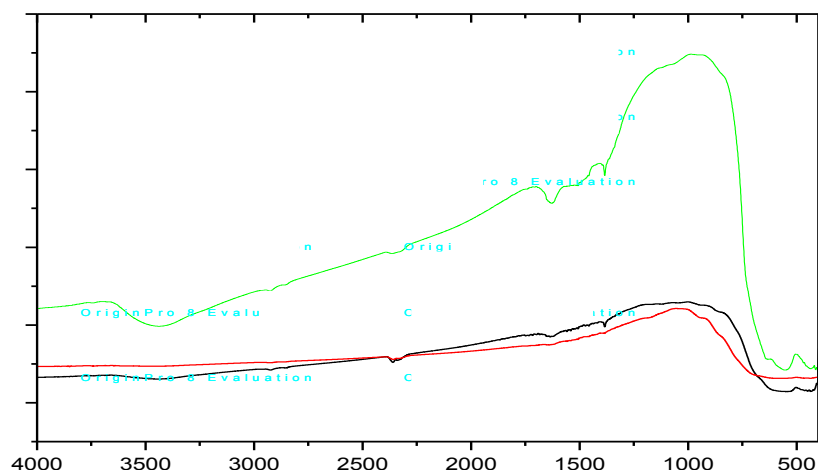


Figure 7 : Spectres FT-IR de produit $ZnFe_2O_4$ calciné à 350°C et 600°C et 800°C

On remarque dans la figure 6 le pic vert (350°C) il ya un pic vers 3500 cm^{-1} le pic d'eau après la variation de la température (600°C-800°C) il disparition de ce pic (c'est l'effet d'évaporation après le chauffage).

Les spectres infrarouges des poudres $ZnFe_2O_4$ préparés et calciné à 800°C sont présentés dans la figure 7. Des bandes caractéristiques aux fréquences à 700-400 cm^{-1} attribuant au groupement $[FeO_3]$ et les liaisons Zn-O, qui indique la formation de $ZnFe_2O_4$ échantillons de spinelle.

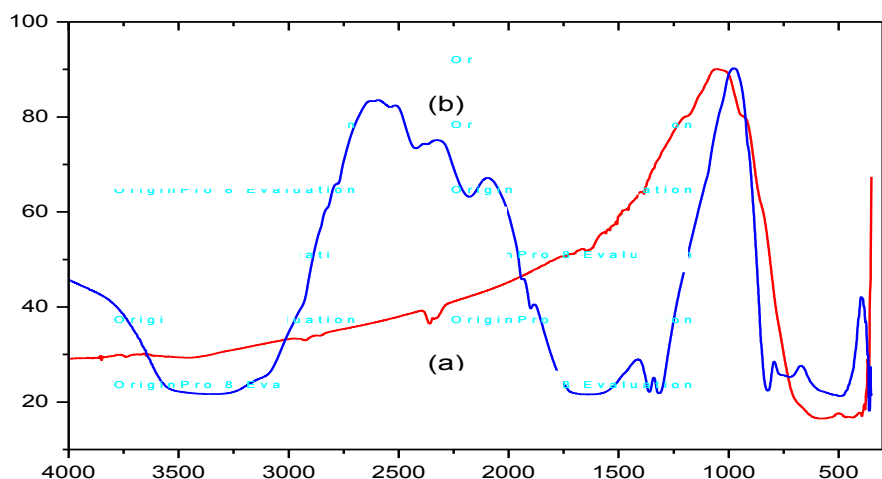


Figure 8: Spectres FT-IR de produit $ZnFe_2O_4$ calciné à 800°C(a) et oxalate de fer (b).

III.5 Elaboration de ferrites de zinc à partir de nitrate

III.5.1 Mode opératoire

Elaboration de $ZnFe_2O_4$

-Dans un bécher de 150 ml, une solution aqueuse 30 ml de nitrate de zinc (4 g ; 15,6 mmol) a été ajouté à une solution aqueuse 50 ml de nitrate de fer (11,8 g ; 31,2 mmol), le mélange réactionnel a été chauffé à 60°C, et agité pendant 10 min.

-On ajoutée progressivement à la solution réactionnelle, 50 ml d'acide oxalique (5,31 g ; 88,5 mmol), la solution chauffée à 80°C pendant 1 h et à 120°C pendant 30 minute.

-On remarque qu'il y a une formation d'une solution jaune gélifié.

- Le gel a été chauffé dans un étuve à 200°C pendant 2 h pour donner une masse blanche qui est alors traitée dans un four tubulaire à 350°C au cours de laquelle la totalité de la réaction de combustion a été achevée en 10 min pour donner une poudre noir.

La poudre est broyée puis calcinée aux températures 600 et 800°C pendant 4 heures pour donner les produits marron.

-Les échantillons de ferrites de zinc produit (B et C) ont été préparés en appliquant les mêmes conditions en utilisant l'acide oxalique combustibles, respectivement.

III.5.2 Analyse et caractérisation de $ZnFe_2O_4$

Spectre DRX :

La composition de phase des matériaux synthétisés a été étudiée par analyse de diffraction des rayons X. Motifs DRX des échantillons de ferrites de zinc produits par la combustion des précurseurs de gel séché à 80 et 250°C et 350°C sont représentés sur les figures 8, 9 et 10 respectivement

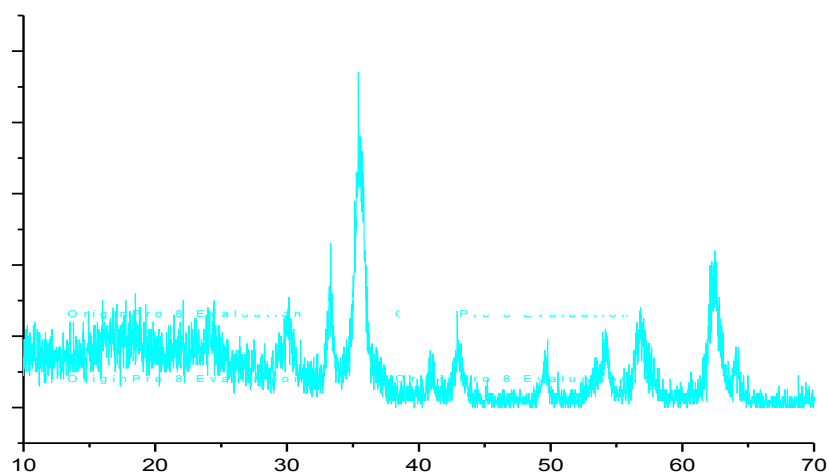


Figure 9 : diffractogramme d'échantillons $ZnFe_2O_4$ calcinés 250°C préparés en utilisant l'acide oxalique

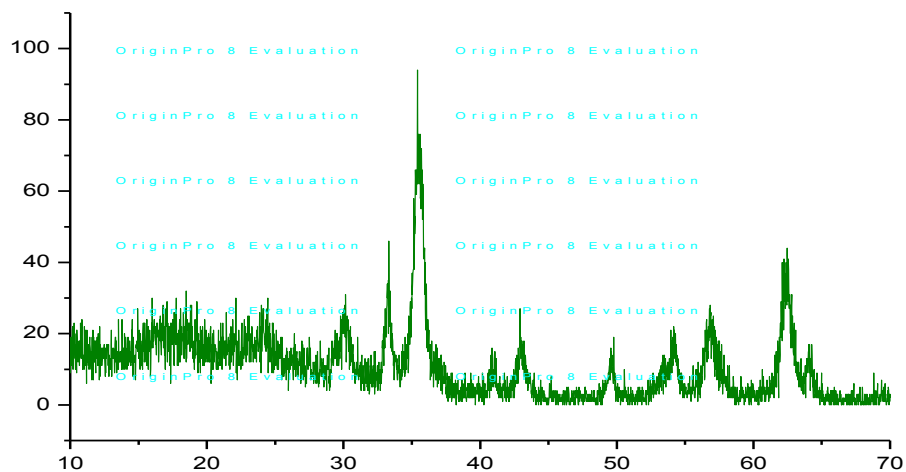


Figure 10 : diffractogramme d'échantillons $ZnFe_2O_4$ calcinés 350°C préparés en utilisant l'acide oxalique

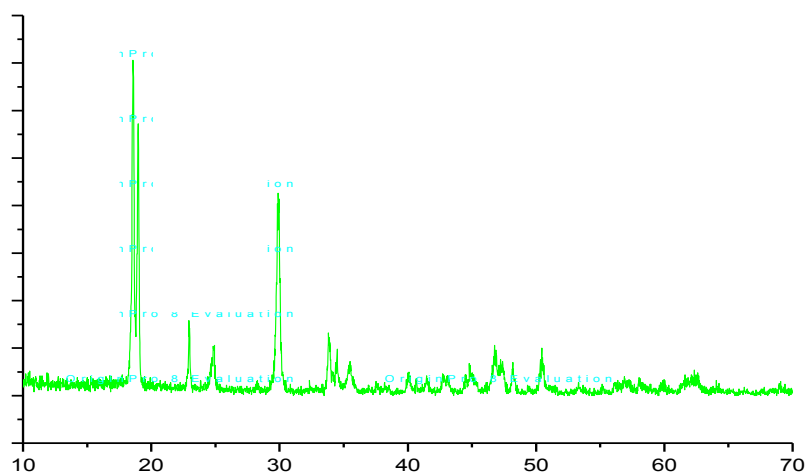


Figure 11 : diffractogramme d'échantillons $ZnFe_2O_4$ calcinés 800°C préparés en utilisant l'acide oxalique

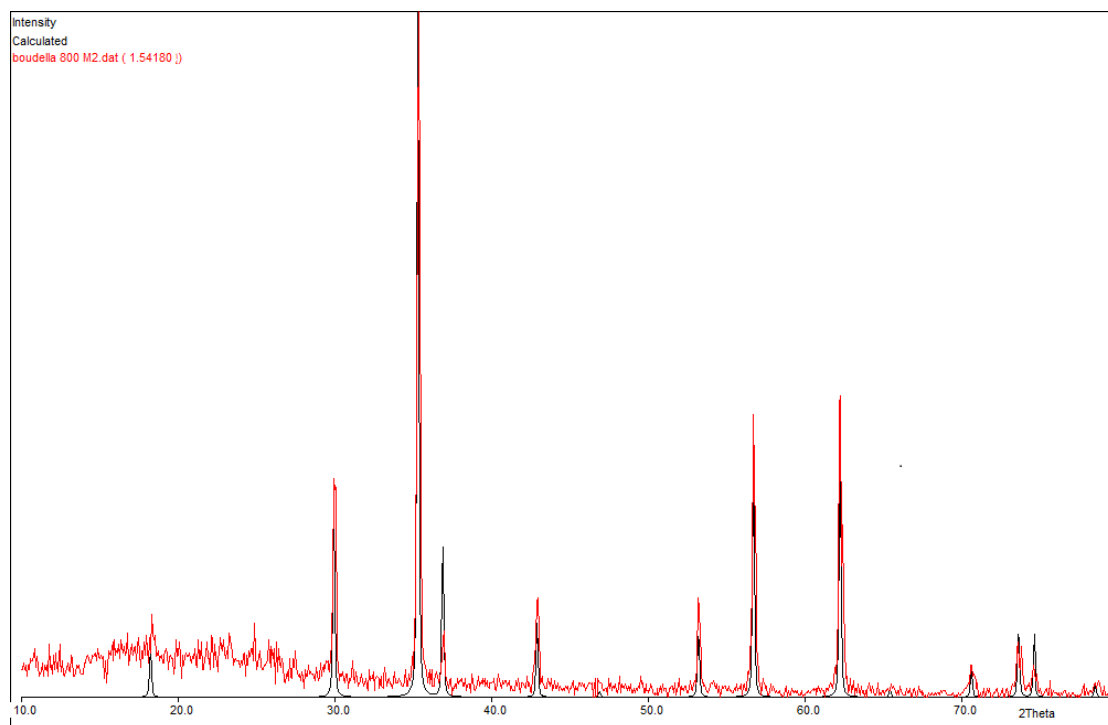


Figure 12 : diffractogramme d'échantillons $ZnFe_2O_4$ calcinés 800°C préparés avec diffractogramme de Findit

III.5.3 Résultats et discussion

- Interprétation du spectre Infrarouge de $ZnFe_2O_4$:

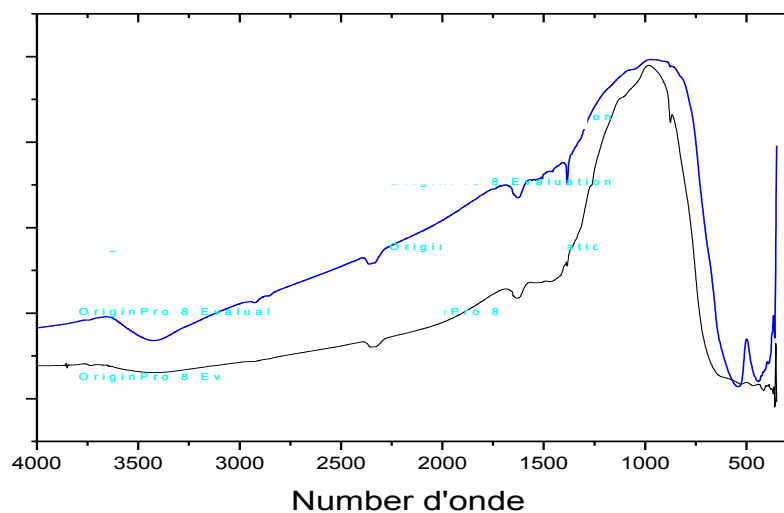


Figure 13 : Spectres FT-IR de produit $ZnFe_2O_4$ calciné à 350°C et 800°C

Dans la deuxième synthèse Les spectres infrarouges des poudres $ZnFe_2O_4$ préparées et calcinée à 800°C sont présentés dans la figure 12 et il semble que spectres sont presque identiques. Dans le spectre IR, le $ZnFe_2O_4$ échantillons présentait deux fréquences caractéristiques à 700-400 cm^{-1} attribuant à la $[FeO_3]$ groupes et les liaisons Zn-O, qui indiquent la formation de $ZnFe_2O_4$ échantillons de spinelle.

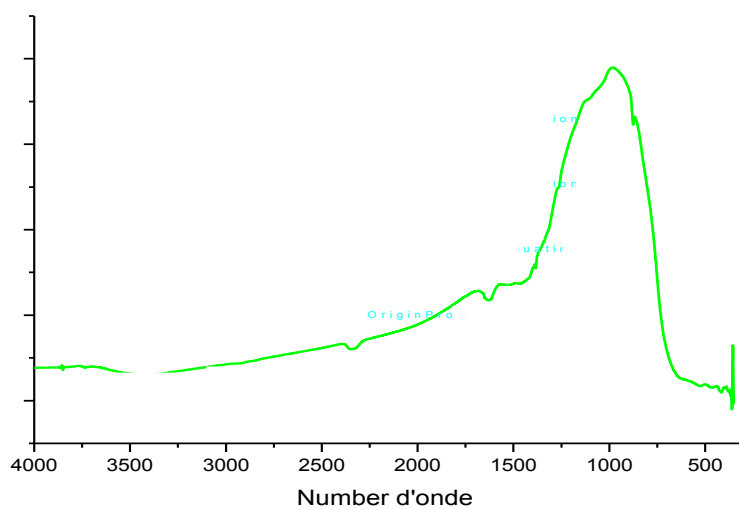


Figure 14 : Spectres FT-IR de produit $ZnFe_2O_4$ calciné à $800^\circ C$

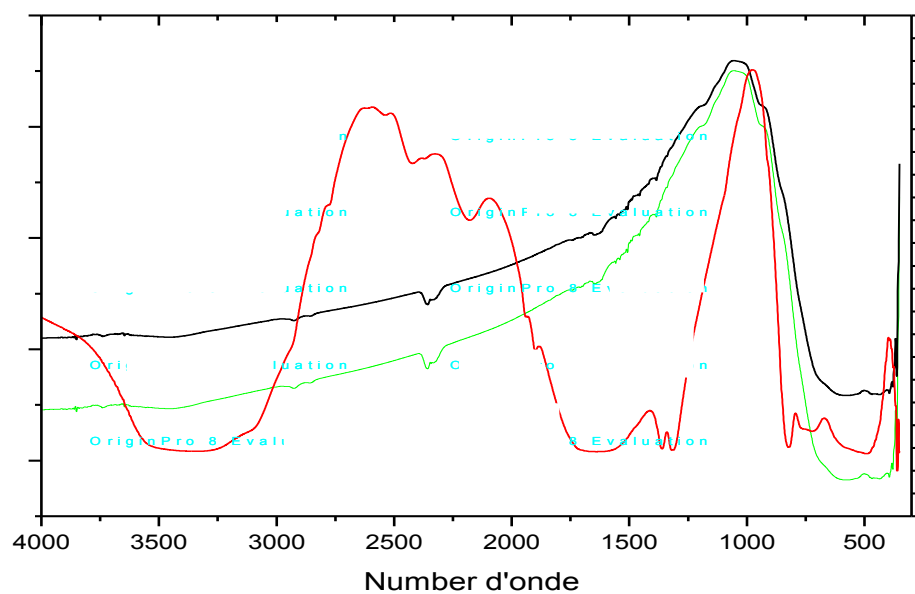


Figure 15 : Spectre IR pour comparer entre d'oxalate et nitrate

Chapitre III : Partie Expérimentale

Les résultats obtenus par FTIR sont comparables avec ceux obtenus par DRX. En effet,

La comparaison de diffractogramme avec la banque de données Findit nous a permis de l'identifier. En tant que ZnFe₂

La méthode la plus simple à mettre en œuvre est celle qui utilise l'oxalate de fer et l'acétate de zinc comme précurseur.


Conclusion générale

Dans ce travail de mémoire de master, nous nous sommes intéressés à l'étude de la préparation du ferrite de Zinc ZnFe_2O_4 par deux méthodes en choisissant deux précurseurs de départ.

L'étude et l'analyse des propriétés physico-chimiques ont nécessité l'utilisation de plusieurs techniques expérimentales, la diffraction des rayons X, et la spectrophotométrie infra rouge.

Les résultats obtenus ont montré que les deux méthodes ont donné le même composé le Ferrite de Zinc.

La méthode la plus simple est celle qui utilise l'oxalate de Fer et l'acétate de zinc comme précurseurs.



*Références
bibliographiques*

Bibliographie

Chapitre I

- [1] :W,H ,Bragg ,Nature 95,561 (1915).
- [2] :S.Nishikawa, proc ,Toko Math ,phys ,Soc ,8,199 (1915) .
- [3] :V.NachbiaurG,Tauvel ,T,verdier ,M,jean ,J ,Jura szek,D .houvert ,journal of Alloys and Compounds ,473,303 (2009).
- [4] : A,Herpin ,Theories du magnetism (1968) .
- [5] :D.Givard , Magnetism and synchrotron radiation ,Vol,565,coll.lecteur Notes in physics ,Springer (2001) .
- [6] :J.B Goodenoughphys ,Rev ,171 (1968).
- [7] :J.B ,Goodenongh ,Magnetism and the chemical bond , Intersciencemonographe on chemistry ,Inorganicchemistry section ,Intersciencepublishers (1963) .
- [8] :V,A,M,Berabers ,progress in spinel ferrite research ,Vol8,coll,Handbook of Magnetic Materials ,Elsevier science ,norhHoll and (1955)
- [9] :S ,krupicha and p,Novak ,FerromagneticMaterials ,vol3,Amsterdam : North-Holland (1982).
- [10] : C. Houpert, Thèse Université de Caen – 2002
- [11] : F. Studer, M. Toulemonde, NIMB, 65 (92) 560
- [12] : Y. Chukalkin, B. Goshchitski, S. Dubinin, S. Sidorov, V. Petrov, P. Parkhomenko, V. Vologin, Phys. Status Solidi A28 (1975) 345
- [13] : V. Vologin, P. Parkhomenko, S. Dubinin, Y. Chukalkin, B. Goshchitski, S. Sidorov, V. Petrov, Phys. Status Solidi A33 (1976) K83
- [14] : V. Vologin, P. Parkhomenko, S. Dubinin, Y. Chukalkin, B. Goshchitski, S. Sidorov, V. Petrov, Phys. Status Solidi A33 (1976) K83
- [16] : F. Studer, C. Houpert, D. Groult, J. Yun Fan, A. Meftah, M. Toulemonde, Nucl. Instr. And Meth. In Phys. Res. B., 82 (1993) 91
- [17] : *P. Thomas, 2003.* Synthèse et caractérisation de nanoparticules métalliques : application à l'élaboration de nanocomposites. Thèse de doctorat, université Paul-Sabatier, Toulouse.
- [18] : *K. Bellon, 2000.* Élaboration de sols et de poudres nanométriques par hydrolyse forcée micro-onde. Application aux oxydes de fer (III) et de zirconium (IV). Thèse de doctorat, université de Dijon.

Chapitre II

- [19] : *J. D. Mackenzie*. **1984**. (Ultrastructure Processing of Ceramic Glasses and Composites), edited by *L. L. HENCH and ULRICH* (New York).
- [20] : *F. Soares-Carvalho*, **1996**. Thèse de doctorates, université de Limoges, n°.23.
- [21] : *R. N. Singh, J. P. Pandey, N. K. Singh, B. Lal, P. Chartieret J. F. Koenning*, **2000**. Electrochimie.P: 1911 – 1919.
- [22] : *J. C. Doubois*, **1993**. Initiation à la Chimie et à la Phisico-Chimie Macromoléculaires, France.
- [23] : *Brinker, C. J. and Scherer, G. W.*, Sol-Gel Science. The Physics and Chemistry of sol-Gel Processing, Academic Press. **2001**.
- [24] : *M. Yoshimura, J. Livage*, Material Research Society Bulletin (**2000**).
- [25] : *Sébastien Sallard*, PhD thesis, Ecole Normale Supérieure de Cachan (**2004**).
- [26] : *J. D. Mackenzie*. **1984**. (Ultrastructure Processing of Ceramic Glasses and Composites), edited by *L. L. HENCH and ULRICH* (New York).
- [27] : *C. R. CHO, M. S. Jang, S. Y. Jeong, Y. B. Kim*. **1993**. Cryst. Res. Technologie. P : 1085 – 1092.
- [28] : *F. Soares-Carvalho*, **1996**. Thèse de doctorates, université de Limoges, n°.23.
- [29] : *R. Jenkins, RL Snyder*, **1996**. L'analyse chimique: Introduction à rayons X sur poudre Diffractométrie (New York).
- [30] : *R. Azouani*, **2010**. Elaboration de nouveaux nanomatériaux photocatalytiques actifs sous rayonnement visible (Sciences-New York).

Chapitre III

- [31] : *J. Umber*, **2004**. Cours de chimie organique, minérale et structural (article spectrophotomètre IR).
- [32] : *M. Huuhtanen, K. Rahkamaa-Tolonen, T. Maunula, RL Keiski*, **2005**. Infrarouge et UV-Vis Spectres de chimie inorganique. Catal. Aujourd'hui 100. P : 321-325.
- [33] : *A. Queffeuilou*, **2009**. Etude cinétique de la dégradation photocatalytique de composés organiques volatile (COV) et modélisation par une approche numérique de la mécanique des fluides, Thèse de doctorat d'université Nancy.

Résumé

Résumé :

Ce travail de recherche s'intéresse l'étude de l'effet des conditions de synthèse (solvant) sur les propriétés de spinelle directe $ZnFe_2O_4$. Les échantillons d'oxyde ont été préparé par voie sol-gel. Les spectres de diffraction de rayon X confirme la formation de la phase spinelle.

L'analyse par spectroscopie IR montre que les échantillons présentent deux modes de vibration actif a 450 Cm^{-1} pour la liaison Zn-O octaédrique et 770 Cm^{-1} pour la liaison Fe-O tétraédrique.

Mot- clés : spinelle, diffraction de rayon X , $ZnFe_2O_4$.

Abstract :

This research is deling with the study of the effect of synthesis conditions (solvent) on the properties of the direct spinel $ZnFe_2O_4$. samples were prepared by sol-gel.

Spectra of diffraction of x-ray conferims the formation of the phase spinel.

The analysis by IR spectroscopy shows that the samples presentes tow modes of vibration at 450 Cm^{-1} for the octahedral Zn-O and 770 Cm^{-1} for Fe-O the tetrahedral

Key words : spinel ,diffraction of X-ray, $ZnFe_2O_4$.

ملخص

لقد تم تحضير هذا العمل الذي يركز إلى دراسة تأثير شروط التحضير على خصائص الأكسيد $ZnFe_2O_4$ عينات منه عن طريق صول-جول يشير إلى إن تكوين الأكسيد أطيااف الأشعة السينية x تؤكد تشكيل طور السبينال.

التحليل بواسطة مطايفية تحت الحمراء تبين إن جميع العينات تظهر نوعين من الذبذبات النشطة 450 سم

للرابطة Zn-O ثمانية الأوجه و770سم للرابطة Fe-O رباعية الأوجه

الكلمات المفتاحية : سبينل ، أطيااف الأشعة السينية ، $ZnFe_2O_4$.