

Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'enseignement supérieur

Et de la recherche scientifique
université de Ghardaïa



incubateur université de Ghardaia

Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de
MASTER en génie chimique dans le cadre de la résolution
Ministérielle 1275

Mémoire de fin d'études – startup/brevet

Préparation, caractérisation et application des couches minces à base des métaux
nanomatériaux.

Production des nanomatériaux pour traitement et désinfection de l'eau

Smart-NM-H₂O purification

Préparé par les étudiants :

- BABENETTE Lokman
- FEKHAR Ahmed Moncef

Membre de jury :

Dr. Seba Hadj Yahia	MCA	Université of Ghardaïa	Président
Dr. TOUAITI Farid	MCA	Université of Ghardaïa	examinateur
Dr. KHANE Yasmina	MCA	Université of Ghardaïa	encadreur
Dr. AOUF Djaber	Doctorat	Université of Ghardaïa	Co-encadreur

Année universitaire:2023/ 2022

Dédicace :

Je dédie ce travail à toutes les personnes qui m'ont soutenu et encouragé tout au long de ce parcours.

Tout d'abord, je tiens à exprimer ma profonde gratitude envers mes parents pour leur amour inconditionnel, leur soutien constant et leurs sacrifices importants. Leur confiance en moi et leur encouragement m'ont permis de poursuivre mes études et de réaliser cet objectif important. Je remercie également mes frères Salah, Elyas, Zakaria et mes sœurs Khadija, Wahiba qui ont été mon soutien dans cette vie.

Je souhaite également exprimer ma gratitude envers mes enseignants et mes conseillers académiques pour leur expérience, leur patience et leurs précieux conseils. Leur enseignement a été une source d'inspiration et a contribué à ma croissance académique et personnelle.

Un grand merci à mes amis et camarades de classe G Chimie qui ont partagé ce voyage avec moi, sur tout mon binôme Moncef. Leurs encouragements, leur soutien mutuel et notre esprit de fraternité ont rendu cette expérience plus enrichissante et mémorable.

Enfin, je tiens à exprimer ma reconnaissance particulière envers tous les membres de ma famille, mes proches et mes enseignants qui m'ont soutenu à distance. Leur présence, même à des kilomètres de distance, m'a donné la force et la motivation nécessaires pour avancer et atteindre le succès.

*Ces mots sont une sincère expression de ma gratitude envers toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail. Leur soutien continu a été essentiel pour franchir chaque étape de ce parcours académique. Un grand merci du fond du cœur. ...*Sakman**

Dédicace

À la mémoire de ma chère grand-mère mima « Fatima » qui nous a quitté très tôt je dédie ce travail à son angélique âme et à mes grand-père maternel que dieu les accueille dans son propre paradis. À mes chers parents qui ont été toujours à mes côtés et m'ont toujours soutenu tout au long de ces longues années d'études.

En signe de reconnaissance, qu'ils trouvent ici, l'expression de ma profonde gratitude pour tout ce qu'ils ont consenti d'efforts et de moyens pour me voir réussir dans mes études. À toute ma famille .à toutes mes amies, Et surtout 'Youssef, Lobna et mon binôme Lckman'. À mon fiancée. Et aux anges de la famille 'Nacer et Arwa'. Et à tous ceux qui aiment le bon travail et ne reculent pas devant les obstacles de la vie.

... Moncef

Remerciements :

Avant tout, nous tenons à exprimer notre profonde gratitude envers Dieu qui nous a guidés tout au long de ce chemin et nous a permis de réaliser ce modeste travail.

Nous souhaitons tout d'abord remercier chaleureusement le Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique ainsi que l'Université de Ghardaïa et l'Incubateur de Ghardaïa pour leur soutien précieux.

Nos remerciements vont également à nos encadrants, le Dr. Khane Yasmine et le Dr. Acuf Djaber, qui ont joué un rôle essentiel dans la réussite de notre stage. Leur bienveillance, leur expertise et leurs précieux conseils nous ont permis d'avancer dans nos travaux. Nous leur sommes reconnaissants d'avoir accepté de superviser notre travail et de l'avoir corrigé avec soin.

Un grand merci également aux membres du jury, notamment au Dr. Jouaiti Farid et au Dr. Seba Hadj Yahia, qui ont accepté d'évaluer notre travail avec attention et expertise.

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude envers tous nos professeurs qui ont partagé leurs connaissances et leur passion tout au long de notre parcours universitaire. Leur dévouement et leur accompagnement ont été inestimables pour notre formation.

*Nous aimerions exprimer notre sincère reconnaissance à Centre de recherche Scientifique et Techniques en d'Analyses Physico-Chimiques **CRAPC**, pour sa disponibilité et sa générosité en mettant à notre disposition les équipements nécessaires à nos caractérisations.*

Nous souhaitons également adresser nos remerciements chaleureux à tous nos amis et collègues du 1^{er} semestre génie chimique 2022/2023. Leurs encouragements, leur soutien et leur esprit d'entraide ont rendu cette expérience encore plus enrichissante.

Nos remerciements s'étendent également à tous les membres du laboratoire, chercheurs, techniciens et ingénieurs, qui ont contribué à notre travail par leurs précieuses collaborations et discussions.

Enfin, nous ne saurions oublier de remercier nos parents, nos sœurs, nos frères, toute notre famille et nos amis pour leur soutien indéfectible tout au long de notre parcours. Leur amour, leurs encouragements et leur présence ont été des sources de motivation inépuisables.

Nous tenons à exprimer notre gratitude sincère envers toutes les personnes mentionnées ci-dessus. Leur contribution et leur soutien ont été essentiels à la réalisation de ce travail.

Resume:

Un film mince PbS/ZnO sur un substrat en verre a été préparé par la méthode du spin-coating et caractérisé à l'aide de la diffraction des rayons X et de la microscopie électronique à balayage, puis testé pour son activité photocatalytique hétérogène et son activité antibactérienne. L'activité photocatalytique de PbS/ZnO a été testée sous irradiation UV en utilisant une méthode en lot, en mesurant sa capacité à dégrader le bleu d'Eriochrome Black T, un colorant organique toxique. Les résultats ont indiqué que le film mince PbS/ZnO avait une bonne cristallinité et présentait une haute transmittance dans la région visible. Les résultats ont démontré que le film mince PbS/ZnO présentait une excellente activité photocatalytique sur l'Eriochrome Black T et obtenait un taux de dégradation de 80 % en seulement 90 minutes d'irradiation UV. Les résultats de cette étude suggèrent que le film mince PbS/ZnO est un matériau prometteur pour la photodégradation du bleu d'Eriochrome Black T, d'autres polluants organiques, et constitue une réponse pour réduire le taux de contamination microbienne, pouvant être utilisé dans des applications de remédiation environnementale.

Mots-clés: PbS/ZnO, film mince, Eriochrome Black T, activité photocatalytique, activité antibactérienne.

Abstract:

PbS/ZnO thin film on a glass substrate was prepared by spin-coating method and characterized using X-ray diffraction, and scanning electron microscopy which was tested for their heterogeneous photocatalytic and antibacterial activity. The photocatalytic activity of PbS/ZnO was tested under UV irradiation using a batch method by its ability to degrade Eriochrome Black T, a toxic organic dye. The results indicated that the PbS/ZnO thin film had good crystallinity and exhibited high transmittance in the visible region. The results demonstrated that the PbS/ZnO thin film exhibited excellent photocatalytic activity of Eriochrome Black T under, and achieved a degradation rate of 80% within 90 minutes of UV irradiation. The findings of this study suggest that the PbS/ZnO thin film is a promising material for the photodegradation of Eriochrome Black T, other organic pollutants and it presents an answer to reduce the rate of microbial contamination. Which can be used for environmental remediation applications.

Keywords: PbS/ZnO, thin film, Eriochrom Black T, photocatalytic and antibacterial activity.

المخلص:

على قاعدة زجاجية بواسطة طريقة الطلاء الدوار وتم توصيفه باستخدام تقنيات تفريق الأشعة السينية والمجهر الإلكتروني الماسح، وتم اختباره لنشاطه الضوئي والمضاد للبكتيريا المتباينة. تم اختبار النشاط الضوئي لـ PbS/ZnO تحت الأشعة فوق البنفسجية باستخدام طريقة الدفعة، من خلال قدرته على تحلل اريوكروم الأسود، وهو صبغة عضوية سامة. أظهرت النتائج أن الفيلم الرقيق PbS/ZnO لديه بلورة جيدة ويعرض ناقلية عالية في المنطقة المرئية. أظهرت النتائج أيضًا أن الفيلم الرقيق PbS/ZnO يظهر نشاطًا ضوئيًا ممتازًا على اريوكروم الأسود، وتحقق معدل تحلل بنسبة 80% في غضون 90 دقيقة من الأشعة فوق البنفسجية. تشير نتائج هذه الدراسة إلى أن الغشاء PbS/ZnO الرقيق هو مادة واعدة لتحلل اريوكروم الأسود وملوثات عضوية أخرى وتمثل حلاً للحد من معدل التلوث الميكروبي، والذي يمكن استخدامه في تطبيقات تحسين البيئة.

الكلمات المفتاحية: PbS/ZnO، فيلم رقيق، اريوكروم الاسود، النشاط الضوئي، النشاط المضاد للبكتيريا.

Liste des tableaux

Chapitre I : partie théorique

Tableau I.1 : Le tableau suivant présente certaines applications dans différents domaines.	4
Tableau I.2 :_comparaison entre les méthodes de dépôt par vois sol-gel.	8
Tableau I.3 : Propriétés des atomes Pb et S.	17
Tableau I.4 : Exemples de champs d'application en fonction du type de nanoparticule.	22
Tableau I.5 :_Propriétés cristallographiques et morphologiques du ZnO	24
Tableau I.6 : Propriétés physiques et chimiques d'oxyde de Zinc à structure hexagonale	25

Chapitre II : Partie pratique

Tableau I.1 : descriptif des produits chimiques et matériels utilisés..	33
Tableau II.2 : Classification d'Arundo donax	34
Tableaux II.3 : Structure d'Arundo donax.	35
Tableau II.4 : Généralités sur les souches bactériennes utilisées	46

Chapitre II : Résultats et discussion

Tableau III.1 : Les résultats de diffusion dynamique de la lumière (DLS) et potentiel zêta.	50
---	----

Liste des figures

Première Partie : Recherche Bibliographique

Figure I.1 : Echelle nanoscopique dans le nano-monde.	4
Figure I.2 : Présentation des principaux procédés de dépôt de couches minces.	5
Figure I.3 : méthodes de dépôt de films sol-gel.	6
Figure I.4 : Dépôt de couches minces par le procédé de centrifugation (spin-coating).	7
Figure I.5 : Dépôt de couches minces : les étapes de la méthode de trempage.	8
Figure I.6 : Schéma conventionnel d'un pulvérisateur cathodique.	9
Figure I.7 : Schéma conventionnel d'un système d'ablation laser.	10
Figure I.8 : Schéma conventionnel d'une évaporation thermique.	10
Figure I.9 : Schéma du principe de spin coating.	11
Figure I.10 : Dépôt de couches minces par le procédé de centrifugation ou spin-coating.	12
Figure. I.11 : Influence du séchage et traitement thermique sur la porosité des couches minces.	12
Figure I.12 : Structure cristalline de ZnO, a) type NaCl ; b) type Zinc-blende ; et c) type wurtzite	14
Figure I.13 : Structure cristallographique du PbS.	16
Figure I.14 : l'approche top-down et l'approche bottom-up	19
Figure I.15 : Représentation des structures de ZnO, (a) hexagonal Würtzite B4, (b) cubique zinc blende B3 et (c) cubique rocksalt B1	23

Chapitre II : Partie pratique

Figure II.1 : Organigramme descriptif de la méthodologie de travail.	32
Figure II.2 : Les caractéristiques de la plante Arundo donax	34
Figure II.3 : La plante d'Arundo donax	34
Figure II.4 : Géographie de la zone de prélèvement de la plante d'Arundo donax (Google map, 2023).	35
Figure II.5 : Préparation de l'extrait d'Arundo donax.	36

Figure II.6 : Préparation de solution de ZnO	37
Figure II.7 : Récupération des NPs de ZnO.	37
Figure II.8 : Preparation des Substrats.	38
Figure II.9 : Déposition des couches mince par spin coating.	39
Figure II.10 : Couche mince de (a) PbS, et (b) ZnO.	40
Figure II.11 : diffractomètre de modèle Malvern Panalytical.	41
Figure II.12 : Schéma de fonctionnement d'un MEB	42
Figure II.13 : L'appareil MEB modèle thermoscientific.	42
Figure II.14 : L'appareil Malvern Zeta Sizer	43
Figure II.15 : UviLine UV-Vis modèle 9400C	43
Figure II.16 : a)solution mère b) solution dilué c)déposition de substrat	44

Chapitre II : Résultats et discussion

Figure III.1 : (a) Distribution de taille des particules des nanoparticules de ZnO synthétisées ; (b) Analyse du potentiel zêta	49
Figure III.2 : Diagrammes de diffraction des rayons X (DRX) des nanoparticules de ZnO. Les During scan 2θ values varies from $20-80^\circ$	50
Figure III.3 : Diagrammes de diffraction des rayons X (DRX) Couche mince de ZnO NPs.	51
Figure III.4 : Diagrammes de diffraction des rayons X (DRX) Couche mince PbS	52
Figure III.5 : Diagrammes de diffraction des rayons X (DRX) ZnO NPs/PbS.	53
Figure III.6 : Images MEB de (a) ZnO NPs, (b) PbS, et (c) films minces PbS/ZnO NPs Respectivement	54
Figure 7 : Taux de photodégradation (%) du colorant BET.	55

Liste des abréviations

ZnS. Sulfure de Zinc

PbS. Sulfure de plomb

CdS. Sulfure de cadmium

CuS. Sulfure de cuivre

BET. Eriochrome Black T

MEB. Microscopie électronique à balayage

DRX. Diffraction des rayons X

UV-Vis. Spectroscopie d'absorption ultra-violette visible

UFC. Unité formant colonie

DO. Densité optique

Abs. Absorbance

E. coli. Escherichia coli

S. aureus. Staphylococcus aureus

Table des matières

Liste des tableaux	I
Liste des figures	II
Liste des abréviations	IV
Liste des matières	V
Introduction générale	1
Première Partie : Recherche Bibliographique	
I. Généralité sur les nanomatériaux	3
I.1 Nano monde	3
I.2 Nano matériaux :	3
I.2.1 Définition :	3
I.2.2 Les type :	3
I.2.4 Les utilisations des nanomatériaux :	4
I.3 Les couches minces :	5
I.3.1 Généralité sur Les couches minces :	5
I.3.2 Méthodes de préparation des couches :	5
➤ Méthodes chimiques :	6
➤ Méthodes physiques :	8
I.3.2 Elaboration des couches minces de ZnO et PbS par la méthode spin coating :	11
1) le dépôt de la solution :	11
2) le début de la rotation :	11
3) Rotation à vitesse constante :	12
4) Évaporation des solvants :	12
I.3.3 Elaboration des couches minces de ZnO par la méthode hydrothermale :	13
I.3.4 Propriétés des couches minces de ZnO :	14
a) Propriétés cristallographiques de ZnO :	14
b) Influence du substrat :	14
c) Propriétés optiques des couches minces de ZnO :	15
d) Propriétés électriques des couches minces de ZnO :	15
e) Propriétés magnétiques des couches minces de ZnO :	15
f) Propriétés chimiques et catalytiques :	15
I.3.5 Utilisation de ZnO en couche mince (Application) :	16
I.3.6 Propriété des couches minces de sulfure de plomb (PbS) :	16
a) Structure et cristallogenèse :	16
b) Propriétés optiques :	17
c) Propriétés électriques :	17
I.3.7 Applications des couches minces de PbS :	18
I.3.8 Les Méthodes des caractérisations :	18
spectrophotométrie UV-Vis :	18
Diffraction de rayons X (DRX) :	18
Microscopie électronique à balayage (MEB) :	18
I.4 Nano particule :	19
I.4.1 Introduction :	19
I.4.2 Méthode de synthèse des nanoparticules :	19
a) Concept des méthodes : ascendant (bottom-up) et descendre (top-down) :	19
b) Procédés par voie physique	20

c) Procédés par voie chimique :	20
d) Procédés par voie biologique (Méthodes vertes)	20
I.4.3 Les propriétés des nanoparticules :	20
a) Propriétés catalytiques :	20
b) Propriétés magnétiques :	21
c) Propriétés mécaniques :	21
d) Propriétés optiques :	21
e) Propriétés électroniques :	21
I.4.4 Les utilisations des nanoparticules :	22
I.4.5 Nanoparticule d'oxyde de Zinc :	23
a) Définition :	23
b) Propriétés générales du ZnO :	23
I.4.6 Les méthodes d'analyses :	25
a) Spectroscopie UV-visible :	26
b) Spectroscopie infrarouge par transformée de Fourier (FTIR) :	26
c) DRX :	27
d) Microscopie électronique à balayage (MEB) :	27
e) I.4.7 Les procédés de synthèse d'oxyde de zinc :	27
a) Synthèse verte (Biosynthèse) :	27
b) Biosynthèse de ZnO avec extrait des plantes :	28
I.4.8 Application d'oxyde de zinc :	28
a) Conducteur d'oxyde transparent (TCO) :	29
b) Diodes électroluminescentes :	29
c) Détecteur de gaz :	29
d) Cellules photovoltaïques :	29
e) Agent antimicrobien :	29
f) Protection UV :	30
g) application photocatalytique et traitement des eaux :	30
Chapitre II : Partie pratique	
II. introduction :	31
II.1 Objectif du travail :	31
II.2 Matériel utilisé	32
II.2.1 Matériels et produits chimiques	32
II.2.3 Présentation Matériel végétal	32
a) La plante d'arundo donax:	32
b) Structure	35
c) Récolte du Matériel végétale:	35
II.3 Préparation de l'extrait des Feuilles d'Arundo donax :	36
II.4 Biosynthèse de nanoparticules de ZnO	37
II.5 Les Couches Minces :	38
II.5.1 Nettoyage des Substrats :	38

II.5.2 Elaboration des couches minces :	38
II.6 Caractérisation	40
II.6.1 Diffraction des rayons X (DRX) :	40
II.6.2 Le microscope électronique à balayage (MEB, SEM) :	41
II.6.3 Diffusion dynamique de la lumière (DLS) et potentiel zêta :	42
II.6.4 Spectroscopie UV-visible :	43
II.7 Dégradation photocatalytique :	43
II.7.1 Activité photocatalytique	43
II.8 Etude antibactériennes des films ZnO/PbS :	45
II.8.1 Evaluation de l'activité antimicrobienne :	45
a) Les souches bactériennes pathogènes:	45
b) Méthodes de détermination de l'activité antibactérienne :	47
c) Test d'activité antibactérienne par diffusion en milieu solide :	47
d) Test d'activité antibactérienne par méthode time-kill :	47
Chapitre III : Résultats et discussion	
III. introduction :	49
III.2 Caractérisations des matériaux :	49
III.2.1 La taille des nanoparticules :	49
III.2.2 Propriétés structurales :	50
III.2.3 Propriétés morphologiques	54
III.3 Les Applications :	55
III.3.1 Photodégradation :	55
III.3.2 Activité antibactérienne :	56
Conclusion	60
Références bibliographie	61
annexes	70

Introduction

Introduction générale :

La libération de polluants organiques dans la nature entraîne de graves problèmes de santé et des risques environnementaux pour les humains et la vie aquatique. Les colorants résiduels provenant des eaux usées des secteurs textiles, papetiers et autres industries ne sont pas biodégradables [1]. Les colorants déversés dans les océans ou les rivières sans traitement peuvent perturber les fonctions biologiques. [2]. Par conséquent, les fabricants doivent consacrer davantage de ressources à la dégradation des colorants organiques. De nombreuses procédures ont été essayées ; parmi celles-ci, le processus d'oxydation s'est avéré être une stratégie particulièrement efficace pour éliminer de nombreux polluants organiques. Le processus photocatalytique a suscité un intérêt considérable en tant que méthode facile, peu coûteuse et efficace pour dégrader divers polluants organiques [3]. Cependant, l'efficacité photocatalytique dépend de plusieurs facteurs tels que la morphologie, l'énergie de la bande interdite, la structure cristalline, le taux de recombinaison des charges, la rugosité de surface, la stabilité et le pouvoir d'oxydation [4]. Les films minces (immobilisés) présentent plusieurs avantages par rapport aux poudres (mobilisées), tels qu'une meilleure performance à long terme, l'évitement du recyclage coûteux des poudres après la dégradation et une utilisation et un contrôle faciles.

Récemment, divers semi-conducteurs ont été utilisés dans le processus photocatalytique, tels que ZnO, CuO, NiO et ZnS, etc. [5]. Ensuite, l'utilisation de structures hétérojonction multicouches sous forme de films minces a suscité un intérêt croissant, principalement en raison de leurs propriétés électriques et optiques élevées qui diffèrent des monocouches conventionnelles. [6].

Cette étude porte sur l'élaboration de films minces à hétérojonction ZnO/PbS et leur utilisation dans l'inhibition microbienne et l'élimination des colorants. Le ZnO/PbS hautement stable est produit par une méthode facile de dépôt par centrifugation, qui est une méthode peu coûteuse. À notre connaissance, il n'existe aucune publication sur les films minces ZnO/PbS élaborés par une approche entièrement basée sur le dépôt par centrifugation pour une inhibition microbienne et une dégradation photocatalytique améliorées.

Pour présenter ce travail, notre mémoire a été divisé en trois grands chapitres :

- recherches bibliographie
- partie expérimental
- résultats et discussion

Enfin, nous concluons sur les résultats les plus importants obtenus avec ce travail de mémoire et proposons quelques avis pour résumer l'originalité et l'intérêt du travail effectué.

Chapitre I :

Recherches bibliographique

I. Génialité sur les nanomatériaux :

I.1 Nano monde :

Le "nano monde" est un univers d'entités dont la taille varie de 1 à 100 nanomètres, qu'elles soient naturelles ou synthétiques. Après la découverte de cet "univers infiniment petit", la recherche en nanosciences et nanotechnologies a vu le jour. [7].

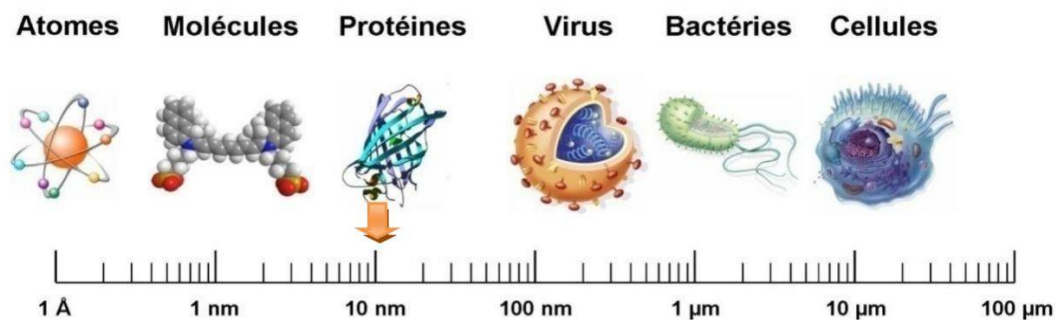


Figure I.1 : Echelle nanoscopique dans le nanomonde [8]

I.2 Nano matériaux :

I.2.1 Définition :

Nanomatériaux convient de définir comme un matériau constitué de nano-objets (d'au moins une des trois dimensions physiques allant de 1 à 100 nm) et présentant des propriétés propres à l'échelle nanométrique. [9]

I.2.2 Les type :

Ces nanomatériaux peuvent être décrits selon trois catégories :

a) Matériaux nanochargés ou nanorenforcés :

Ces matériaux sont créés en incorporant des nano-objets dans une matrice organique ou minérale afin d'apporter une nouvelle fonctionnalité ou de modifier ses propriétés mécaniques, optiques, magnétiques ou thermiques. Les nanocomposites en sont un exemple [10].

Chapitre I Recherches bibliographie

b) Matériaux nanostructurés de surface :

Ces matériaux sont composés d'une ou plusieurs nano couches, ou de nanoparticules qui créent un revêtement bien défini, permettant de doter la surface de nouvelles propriétés (comme la résistance à l'abrasion, l'hydrophilie, etc.). [10].

c) Matériaux nanostructurés en volume :

Les nano-objets peuvent aussi être des éléments de matériaux massifs qui bénéficient de propriétés physiques uniques du fait de leur structure nanométrique intrinsèque (porosité, microstructure, réseau nanocristallin). [11]

I.2.4 Les utilisations des nanomatériaux :

Le développement des nanomatériaux conduisant à de nombreuses applications dans un large éventail de domaines tels que Le textile, la cosmétique, l'alimentation, le domaine pharmaceutique ;médicale, l'environnement, l'électronique, la chimie et la biotechnologie [12].Grâce à la taille nanométrique, le rapport surface/volume élevé, la complexité chimique, les propriétés et l'expansion des surfaces minérales des nanoparticules confèrent le magnétisme, la résistance mécanique, la réactivité chimique et la conductivité thermique.

Tableau I.1 : Le tableau suivant présente certaines applications dans différents domaines : [13]

Domaines	Applications
Chimie et matériel	Fonctionnels : Textiles et revêtement antibactériennes. Pigment : poudre céramique, inhibiteurs de corrosion, catalyseurs.
Agroalimentative	Additifs, colorants antiagglomérants, emballages actifs.
Pharmacies et santé	Médicaments et agents actifs, vaccins oraux, imagerie médicale.
Energies	Cellules photovoltaïques, nouveaux types des batteries

I.3 Les couches minces :

I.3.1 Généralité sur Les couches minces :

Une couche mince est une fine couche de matériau, généralement d'une épaisseur inférieure à quelques micromètres à quelques millimètres, qui est appliquée sur une surface pour diverses raisons telles que la protection, la décoration, l'isolation ou la modification de certaines propriétés physiques ou chimiques de la surface. Les couches minces peuvent être déposées sur divers substrats tels que des métaux, des polymères, des verres, des céramiques, etc. les clusters, les agrégats, les cristallites quantiques, les nanocomposites, les matériaux divisés, les poudres ultrafines et les nano phases en sont des exemples [14], ce petit écart entre les deux surfaces limites du matériau provoque une modification de ses propriétés physiques dans cette dimension [15]. Les couches minces sont largement utilisées dans de nombreux domaines tels que l'industrie électronique, l'optique, l'énergie solaire, la catalyse, la médecine, etc. Par conséquent, les nanotechnologies s'appuient de plus en plus sur des surfaces finement divisées. Du fait de la relative simplicité de leurs procédures de mise en œuvre et du faible coût global de développement, ils représentent un enjeu économique pour la construction d'empire.

I.3.2 Méthodes de préparation des couches :

L'élaboration d'une couche mince est une étape décisive car les propriétés physiques du matériau en dépendent. Les méthodes d'élaboration peuvent être classées en deux catégories :

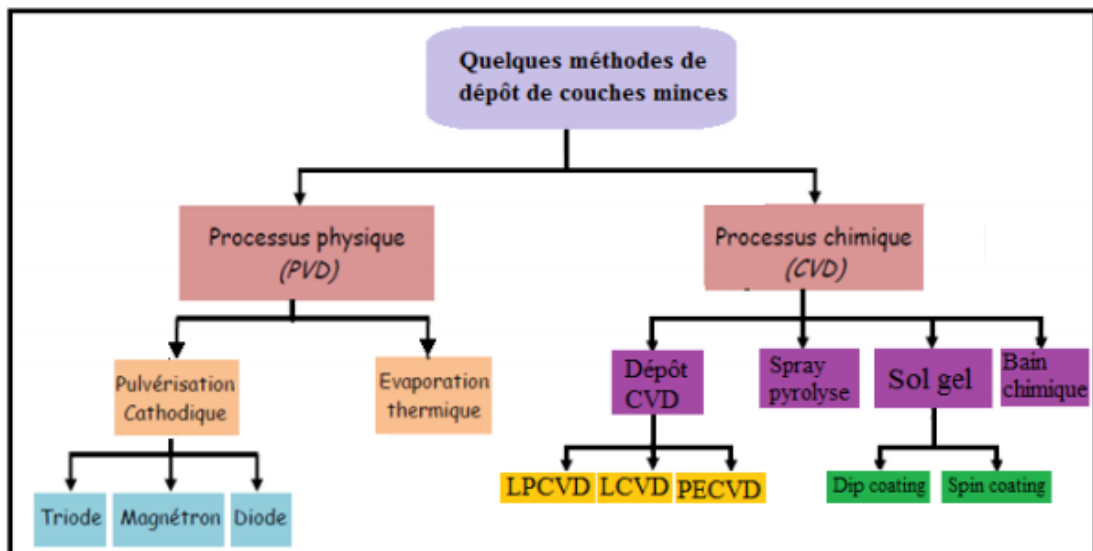


Figure I.2 : Présentation des principaux procédés de dépôt de couches minces. [16]

Les techniques les plus utilisées de dépôts des couches minces :

a) **Méthodes chimiques :**

- Méthode colloïdale : Le dépôt est réalisé selon ce procédé à partir d'une solution colloïdale préalablement élaborée. L'état colloïdal, également appelé solution colloïdale, est un état semi-liquide de la matière. C'est une dispersion de matière dans un liquide (solvant) composé de micelles (agrégat de molécules en solution colloïdale) de diamètres compris entre 2 et 200 nm.
- Le procédé sol-gel : Le procédé sol-gel implique la formation de réseaux inorganiques en formant une suspension (sol) puis en évaporant le sol pour former un réseau en phase liquide continue (gel). Les précurseurs pour la synthèse de ces colloïdes sont généralement composés d'éléments métalliques entourés d'une variété de ligands réactifs. Le matériau de départ est converti en un oxyde dispersible et mélangé avec un diluant [eau ou acide] pour générer un sol. L'élimination du liquide d'un sol produit un gel, et la transition entre les deux contrôle la taille et la forme des particules. [17]

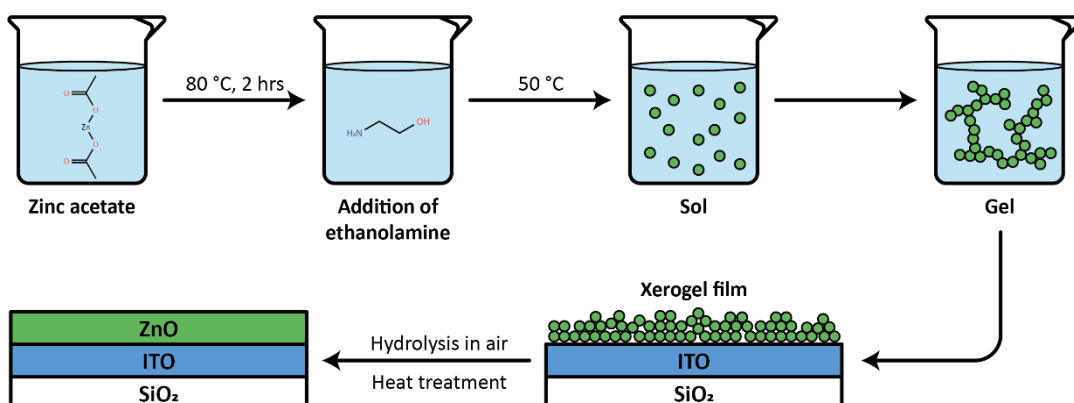


Figure I.3 : méthodes de dépôt de films sol-gel [18]

- Le spin-coating, centrifugation : C'est le processus de dépôt par centrifugation d'une solution en excès sur un substrat. Elle a l'avantage d'être simple à mettre en œuvre pour des investissements modérés. Elle donne de bons résultats sur des substrats plans avec des diamètres de l'ordre du cm², mais les couches obtenues ont des porosités sensiblement plus élevées.

Cette méthode de dépôt peut être décomposée en 4 phases, qui sont présentées sur la **figure I.4**.

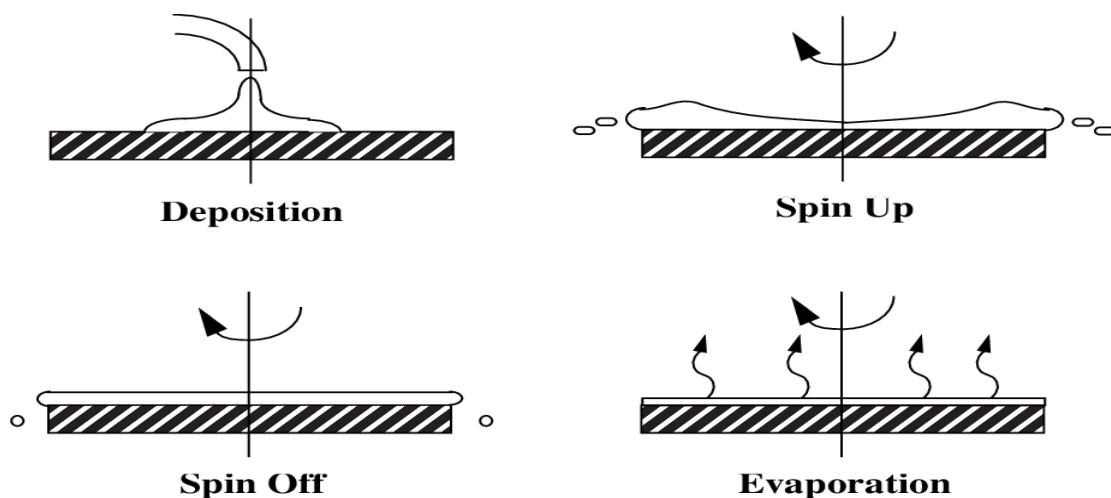


Figure I.4 : Dépôt de couches minces par le procédé de centrifugation (spin-coating) [19].

Les étapes est :

- Le dépôt de la solution.
- Le début de la rotation : la phase d'accélération provoque l'écoulement du liquide vers l'extérieur de substrat.
- La rotation à vitesse constante permet l'éjection de l'excès de liquide sous forme de gouttelettes et la diminution de l'épaisseur du film de façon uniforme.
- L'évaporation des solvants les plus volatils qui accentue la diminution de l'épaisseur du film déposé. En contrôlant les paramètres de rotation.

- Méthode "dip-coating" : Pour la création de films de haute qualité. Cette méthode présente un certain nombre d'avantages. Parmi les réalisations les plus importantes figurent l'imagerie optique de haute qualité et le contrôle de la composition et de la microstructure des matériaux utilisés dans diverses applications. Nous énumérerons les surfaces optiques et protectrices, les cellules solaires, les systèmes photocatalytiques,

Chapitre I Recherches bibliographie

les systèmes électro-chromiques, les capteurs et les aides à la navigation parmi eux.
Propriété des couches.

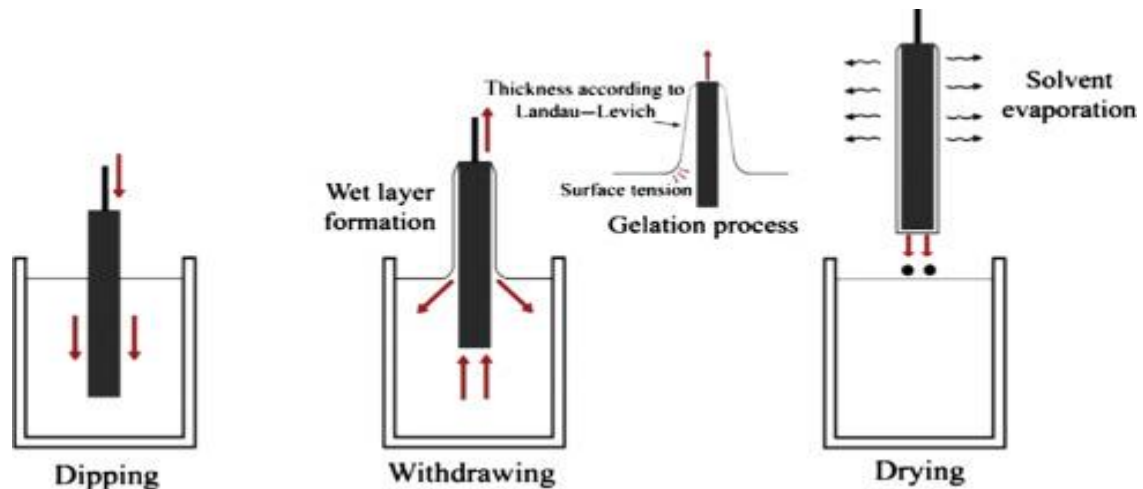


Figure I.5 : Dépôt de couches minces : les étapes de la méthode de trempage. [20]

Tableau I.2 : comparaison entre les méthodes de dépôt par voie sol-gel.

Méthode	AVANTAGES	INCONVENIENTS
Dip-coating	Quelle que soit la taille et la forme de l'objet Simple et peu coûteux Contamination minimale Atmosphère facilement contrôlable	Grande quantité de solution est nécessaire Procédé non recommandé pour l'élaboration de différentes multicouches à cause des contaminations croisées Revêtement sur les deux coté du substrat
Spin-coating	Seulement de petite quantité de solution est nécessaire Procédé rapide Pratique pour l'application multicouche Equipement disponible commercialement	Il est plus adapté aux substrats circulants. Revêtement non uniforme sur de très grands substrats Il est difficile de garder l'appareil propre.
Spray-coating	Pratique complexes de surface	Plus cher Solution retenue lors de l'application

- Dépôt chimique en phase vapeur (CVD) : Les procédés de dépôt chimique en phase vapeur impliquent, comme leur nom l'indique, la réalisation d'un film sur un substrat par des réactions chimiques entre précurseurs sous forme gazeuse via une énergie d'activation. Les composants volatils du matériau de déversement sont éventuellement dilués dans un gaz porteur et introduits dans une enceinte contenant les substrats chauffés.

Chapitre I Recherches bibliographie

b) Méthodes physiques :

➤ Dépôts physiques en phase vapeur :

- Pulvérisation cathodique : Dans cette méthode, le substrat est placé dans une enceinte contenant un gaz à basse pression (souvent de l'argon) qui provoque une décharge électrique (Figure I.6). Cette décharge sert à ioniser les atomes de gaz. Les ions résultants sont accélérés par une différence de potentiel puis bombardent une cathode en matériau déposé (cible) [21,22]. Cette méthode permet d'avoir des dépôts de faible résistivité et des couches de bonne stœchiométrie ayant une transmission moyenne dans le visible. [23]

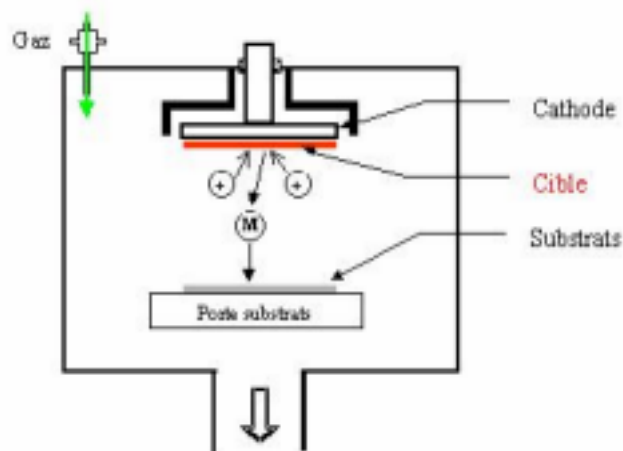


Figure I.6 : Schéma conventionnel d'un pulvérisateur cathodique [24].

- Ablation laser : L'ablation laser est une méthode courante pour la préparation de couches minces, en particulier pour les matériaux céramiques et les métaux. Cette technique de dépôt de couche mince est également appelée "pulvérisation laser" ou "dépôt laser". Elle consiste à ablater (éliminer) un matériau cible en utilisant un faisceau laser pulsé de haute énergie pour générer des particules à partir de la surface de la cible. Les particules ainsi générées sont ensuite déposées sur le substrat à revêtir, créant ainsi une couche mince [25]. L'ablation laser a toutefois des limitations dues au manque de fiabilité des lasers, et de son coût élevé. Ceci profite à d'autres techniques plus aisées d'utilisation telle que la pulvérisation cathodique.

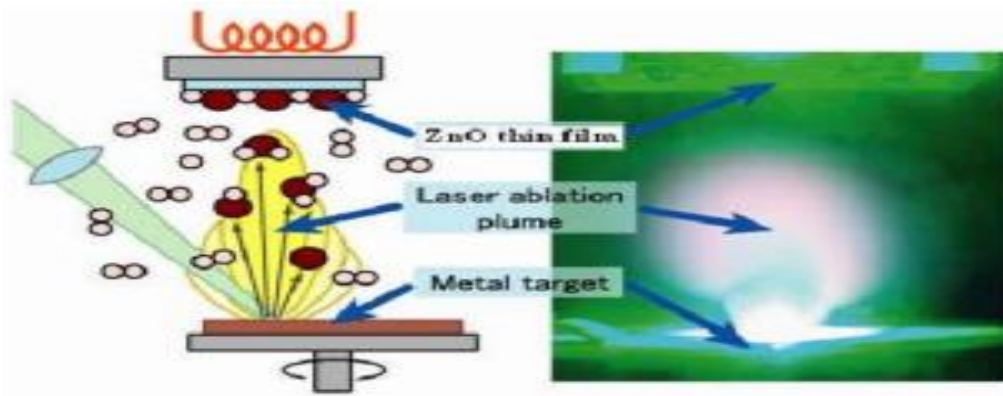


Figure I.7 : Schéma conventionnel d'un système d'ablation laser [23].

- Le processus d'évaporation sous vide : L'évaporation d'un matériau déposé s'effectue en le chauffant de plusieurs manières : effet Joule, induction (couplage d'une génératrice haute fréquence), canon à électrons, faisceau laser ou arc électrique **Figure I.8.** [25]. Le flux de vapeur étant localisé et dirigé, il est fréquemment nécessaire d'appliquer un mouvement de rotation ou de translation au substrat par rapport à la source d'évaporation afin d'obtenir un dépôt homogène et de taille uniforme.

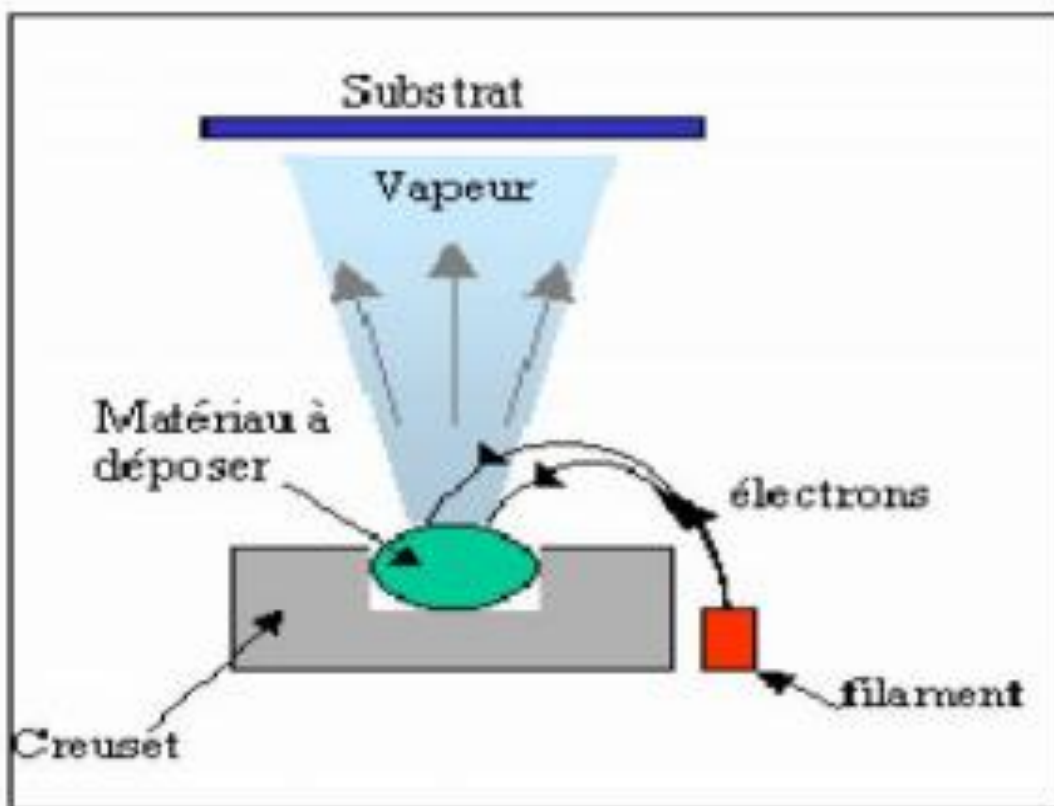


Figure I.8 : Schéma conventionnel d'une évaporation thermique [25].

I.3.2 Elaboration des couches minces de ZnO et PbS par la méthode spin coating :

La réalisation de couches minces par voie sol-gel permet la réalisation de films protecteurs, de films conducteurs (Oxydes Transparents Conducteurs) et de films antireflets. De nombreuses méthodes de dépôt de couches sur un substrat donné ont été développées. Parce que chacun a ses caractéristiques propres, le choix de la méthode de dépôt est déterminé par les caractéristiques du substrat, telles que sa géométrie ou sa taille. Les nombreuses méthodes présentées dans ce chapitre sont les plus souvent utilisées. Le procédé de revêtement par centrifugation est idéal pour les substrats à symétrie de rotation. Cette méthode consiste à centrifuger une solution qui a été appliquée sur une surface. Le plan de surface du substrat reste horizontal et peut tourner autour d'un axe vertical. Cette méthode a l'avantage d'être simple à utiliser et de nécessiter très peu d'investissements. Elle produit de bons résultats sur des substrats plans avec des diamètres de l'ordre du cm^2 . [26]

Cette méthode de dépôt peut être décomposée en quatre phases dont la chronologie est schématisée sur la **figure I.9**.

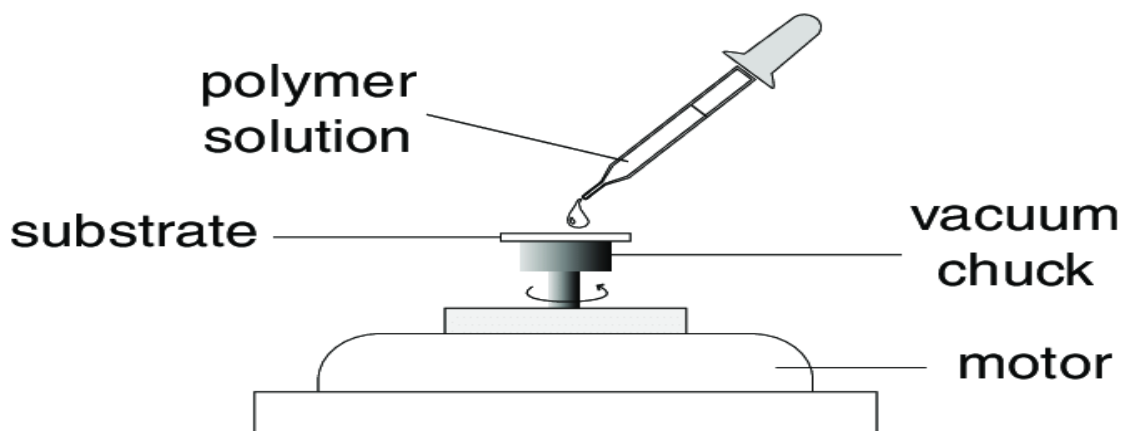


Figure I.9 : Schéma du principe de spin coating. [27]

Les étapes sont : [26]

- 1) le dépôt de la solution : La quantité de la solution déposée ne doit pas être excessive surtout si la surface plane du substrat est petite. Elle doit être déposée le plus près possible de l'axe de rotation.
- 2) le début de la rotation : la phase d'accélération provoque l'écoulement du liquide vers l'extérieur de substrat

Chapitre I Recherches bibliographie

3) Rotation à vitesse constante : Elle permet l'éjection uniforme du liquide en excès sous forme de gouttelettes et la réduction de l'épaisseur du film. Plus la vitesse et le temps de rotation sont importants, plus sera mince la couche déposée.

4) Évaporation des solvants : Les solvants utilisés sont souvent volatils à basse température. Leur évaporation augmente l'épaisseur du revêtement appliqué et favorise sa densification.

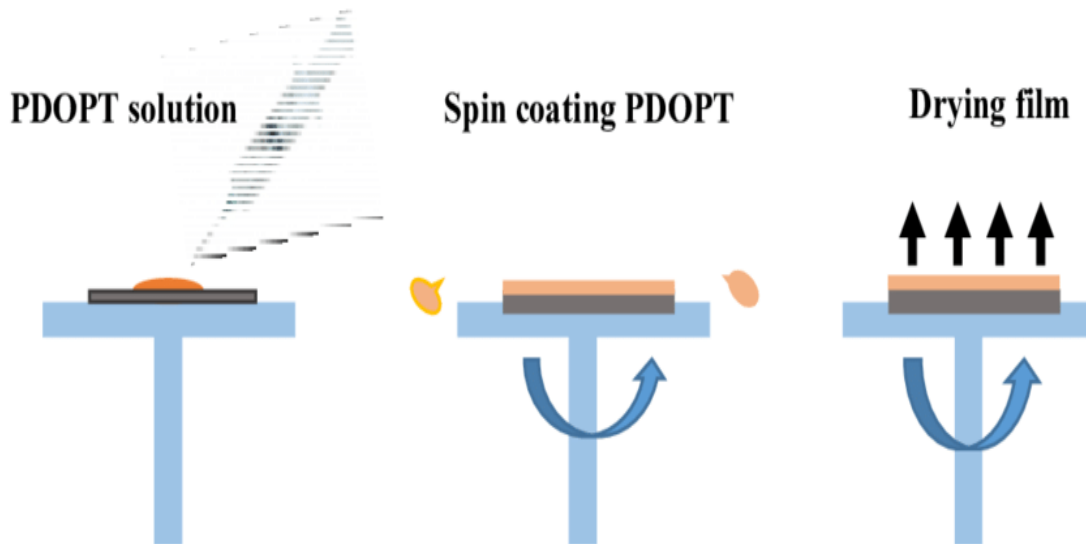


Figure I.10

Figure I.10: Dépôt de couches minces par le procédé de centrifugation ou spin-coating [28].

L'étape du dépôt et de la formation des gels est suivie par deux autres opérations : le séchage et le traitement thermique ou recuit

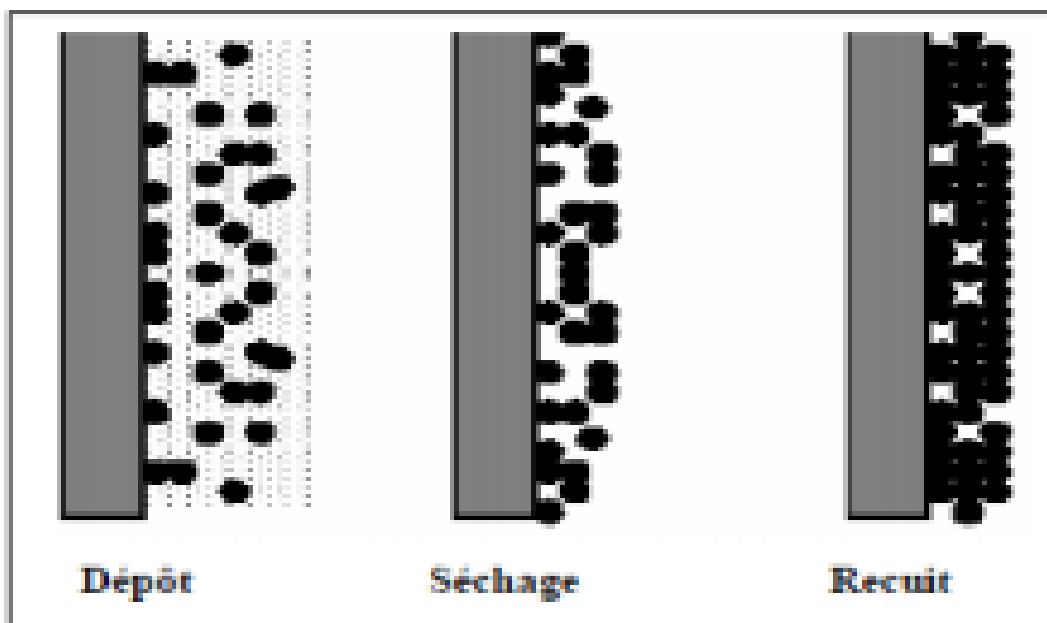


Fig. I.11 : Influence du séchage et traitement thermique sur la porosité des couches minces. [29]

Chapitre I Recherches bibliographie

- Séchage des couches minces : Parce que le séchage des couches minces correspond à l'évaporation des solvants, c'est l'un des facteurs qui rend difficile la fabrication d'un matériau solide en raison des contraintes internes qui apparaissent lors du processus de séchage et peuvent provoquer la rupture du matériau.
- Le recuit des couches minces : Après séchage, les couches hachées deviennent amorphes. Toutes les applications de ces matériaux reposant sur leurs propriétés cristallines, ils doivent faire l'objet d'un traitement thermique adapté.
Le traitement thermique ou recuit permet l'élimination des espèces organiques résiduelles après séchage, ainsi que la densification du matériau par cristallisation [30]. Ce n'est qu'après recuit que le matériau souhaité peut être obtenu. Les recuits sont souvent effectués à des températures allant de 300°C à 1400°C.

I.3.3 Elaboration des couches minces de ZnO par la méthode hydrothermale :

Le procédé hydrothermal permet de créer des matériaux nanostructurés pour un large éventail d'applications technologiques telles que l'électronique, l'optoélectronique, la catalyse, la biomédecine, etc.

Au cours des dix dernières années, les recherches sur la synthèse hydrothermale de ZnO ont plus que doublé. La majorité des études se concentrent sur la façon dont les paramètres synthétiques tels que le pH, la température et le type de précurseur influencent la forme et la taille des particules [31].

Cette approche donne du ZnO sous forme de nanopoudres et de films minces. [32,33]

Le Principe de La méthode hydrothermale :

La méthode hydrothermale consiste à chauffer des produits chimiques mélangés à de l'eau dans un récipient hermétique appelé autoclave. La pression augmente à mesure que la température augmente, l'eau surchauffée reste liquide au-dessus du point d'ébullition et la pression dépasse la pression atmosphérique.

Nous pouvons réduire la quantité de composés dangereux et de solvants organiques en utilisant l'eau comme solvant. Les basses températures sont un autre avantage de cette méthode car elle utilise moins d'énergie. Cette méthode est plus simple, moins intrusive et plus efficace sur le plan énergétique que le dépôt par évaporation thermique CVD.

I.3.4 Propriétés des couches minces de ZnO :

a) Propriétés cristallographiques de ZnO :

Un monocristal de ZnO parfait est composé d'atomes de zinc et d'oxygène liés de manière covalente, ce qui signifie que les atomes de zinc et d'oxygène partagent leurs électrons pour remplir leurs couches électroniques respectives, ce qui donne une configuration plus favorable. Or, du fait de la forte électronégativité de l'oxygène, qui attire les électrons du zinc, la liaison Zn-O a un caractère partiellement ionique, c'est-à-dire polaire. De plus, l'ionicté de la liaison Zn-O, telle que définie par Philips, est de 0,61, et la limite au-delà de laquelle une liaison est considérée comme principalement ionique est de 0,68. [34].

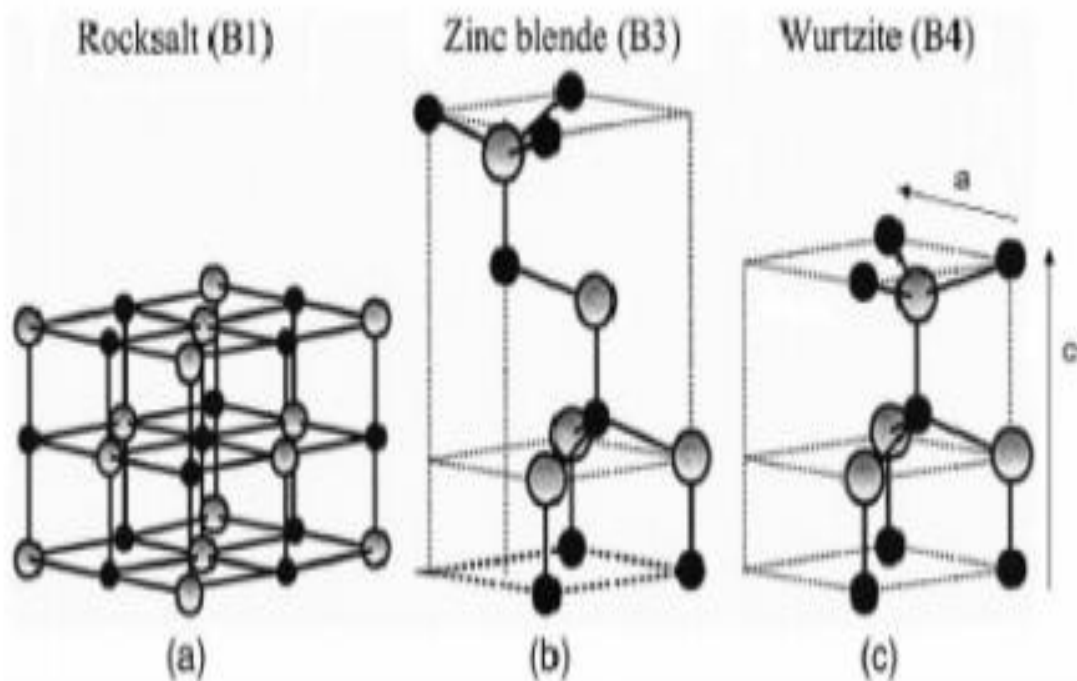


Figure I.12 : Structure cristalline de ZnO : [35]

a) type NaCl ; b) type Zinc-blende ; et c) type wurtzite

b) Influence du substrat :

Les propriétés structurales de la couche de pose sont fortement liées à la nature du support. De ce fait, une couche mince d'un même matériau et d'une même épaisseur peut avoir des propriétés physiques sensiblement différentes selon qu'elle est appliquée sur un substrat amorphe isolant comme le verre, un substrat de silicium monocristallin ou un substrat conducteur comme l'ITO (indium Thin oxyde). En raison de cette caractéristique cruciale, une couche mince est de construction anisotrope. [36]

Chapitre I Recherches bibliographie

c) Propriétés optiques des couches minces de ZnO :

Les propriétés optiques diffèrent considérablement lors de la transition d'un massif à une couche mince. Ces propriétés sont déterminées par le procédé de fabrication, la qualité des couches minces, le traitement thermique utilisé, la nature et la concentration du dopant. Lorsque la concentration du dopant augmente, un dopage de petites couches de ZnO à l'aluminium (Al) entraîne une fermeture de l'espace. Ils ont découvert que l'écart passe de 3,22 eV pour les couches de ZnO non dopées à 3,44 eV pour les couches de ZnO dopées à 3% d'Al. [37]

d) Propriétés électriques des couches minces de ZnO :

La bande interdite de l'oxyde de zinc en couches minces est d'environ 3,3eV [38,39]. Sa valeur peut varier entre 3,30 eV et 3,39 eV selon le mode de préparation et le taux de dopage [40,41]. Il est possible de modifier significativement les propriétés de l'oxyde de zinc par dopage :

- Soit en s'écartant de la stœchiométrie du ZnO, principalement par l'introduction d'atomes de zinc en excès dans les positions interstitielles, soit par la formation de lacunes d'oxygène.
- En remplaçant les atomes de zinc ou d'oxygène du réseau par des atomes étrangers de valence différente (élément du groupe III, F⁻, Cl⁻).

e) Propriétés magnétiques des couches minces de ZnO :

Des couches miniatures de ZnO dopées aux métaux de transition sont aujourd'hui étudiées dans le cadre des recherches sur les propriétés magnétiques des matériaux dits "diluant semi-conducteurs magnétiques" (DMS). Le but est de créer un DMS ferromagnétique avec une température de Curie supérieure à la température ambiante. Il a été démontré que la majorité des métaux de transition peuvent être inclus dans la matrice ZnO avec des résistances à la traction importantes (5 à 40 % selon l'ion à incorporer) [42].

f) Propriétés chimiques et catalytiques :

L'oxyde de zinc est utilisé comme piège à gaz et capteur chimique de gaz (H₂S, CO₂, H₂, CH₄). Lorsqu'il est en suspension dans l'eau, il peut servir de catalyseur photochimique pour diverses réactions, notamment l'oxydation de l'oxygène en ozone, l'oxydation de l'ammoniac en nitrate, la réduction du bleu en méthylène, la synthèse de peroxyde d'hydrogène et l'oxydation des phénols. Des couches plus petites de ZnO ont également été utilisées pour catalyser la réaction de dépôt de cuivre [43].

I.3.5 Utilisation de ZnO en couche mince (Application) :

L'oxyde de zinc en feuilles a une variété d'utilisations. Il est très important dans l'industrie électronique. En raison de ses propriétés piézoélectriques, les films de ZnO peuvent être utilisés comme détecteurs mécaniques [44], ainsi que des propriétés semi-conductrices, piézoélectriques, optiques et catalytiques [45], ou dans des dispositifs électroniques tels que redresseurs, filtres, résonateurs radiofréquence, et le traitement d'images [46]. Particulièrement avec l'avancement des communications, des études ont récemment été menées pour leur utilisation dans des dispositifs d'onde acoustique de surface ; ceci est dû à leur fort coefficient de couplage électromécanique [47]. Les couches miniatures d'oxyde de zinc peuvent également être utilisées comme capteurs chimiques très sensibles dans les détecteurs de gaz, d'oxyde et de réduction Nano et al [48].

I.3.6 Propriété des couches minces de sulfure de plomb (PbS) :

a) Structure et cristallogénèse :

A l'instar des membres de la famille des semi-conducteurs IV-VI, le PbS est caractérisé par sa structure cristallographique à faces centrées (cfc) de type NaCl (rock salt) d'où le nom "sels de plomb". L'ion de plomb est situé à (0,0,0) et l'ion de soufre à ($a/2, a/2, a/2$), séparés d'une distance $(d/2) = a(3/2)^{1/2}$, forment la base du PbS. La maille du PbS est donc une maille de cubique à faces centrées des ions de Pb ou les ions de S occupent l'intégralité des sites octaédriques, c'est-à-dire les milieux des arêtes et le centre du cube (Figure I.11) [49]. Le paramètre de maille a est égal 5.936 Å.

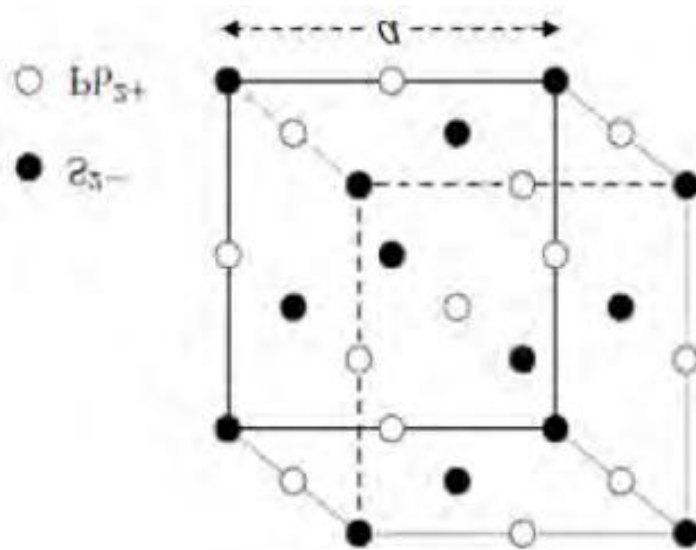


Figure I.13 : Structure cristallographique du PbS [49]

Chapitre I Recherches bibliographie

Tableau I.3. Propriétés des atomes Pb et S [50].

Propriétés	Atome Pb	Atome S
Numéro atomique	82	16
Masse atomique	207,2 g.mol ⁻¹	32,064 g.mol ⁻¹
Masse volumique à 20°C	11,34 g.cm ⁻³	2,00 g.cm ⁻³ (monoclinique)
Rayon atomique	180 pm	100 pm
Configuration électronique	[Xe] 4f ¹⁴ 5d ¹⁰ 6s ² 6p ²	[Ne] 3s ² 3p ⁴
Point de fusion	327 °C	115 °C
Point d'ébullition	1755 °C	445°C

b) Propriétés optiques :

Les propriétés optiques des films de PbS sont très importantes en vue d'applications photovoltaïques. Le dopage, dans ce but, devrait tendre à élargir le gap, le cas lors du dopage au Cd⁺² et Zn⁺² ou encore lors du co-dopage (Mn⁺², Cd⁺²). Le dopage des couches minces de PbS au cadmium, préparées par {S. Thangavel et al}, a permis d'élargir le gap de 1.22eV à 2.61 eV [51]. Les ions de zinc ont permis d'augmenter la valeur du gap de films PbS, élaborés sous d'autres conditions, de 0.72 eV à 1.46 eV [52].

c) Propriétés électriques :

- Conductivité (résistivité) électrique : À l'obscurité, la résistance électrique des films PbS est élevée. Sa variation est fonction des conditions de dépôt. Elle fluctue dans la gamme 1010 - 1011 Ω.cm pour le PbS nanocristallin et dans l'intervalle 105 - 106 Ω.cm pour les films «standards» [53]. Les films minces PbS ont une résistivité DC décroissante avec la taille des grains et une conductivité de type p [54]. Il y a eu un certain nombre d'investigations sur les propriétés électriques des films minces PbS dans de larges plages de température
- Photoconductivité : Les couches minces de plomb, en l'occurrence le PbS, suscitent un grand intérêt technologique pour ses utilisations dans la photo détection infrarouge. Dans ce contexte, la photoconductivité est le phénomène dominant. Cette entité est maximale lorsque les photons entrants ont une énergie égale ou supérieure à la distance entre les feuilles de PbS. Les porteurs de charge dans les monocristaux de PbS ont une concentration n qui descend rarement en dessous de 10¹⁷ cm⁻³ et une durée de vie très courte (<1μs) [55]

Chapitre I Recherches bibliographie

I.3.7 Applications des couches minces de PbS :

Les photo-détecteurs infrarouges de hautes performances sont, généralement, fabriqués à base de films PbS poly cristallins préparés par voie chimique ou par évaporation sous vide. Ces films sont soumis à un processus d'oxydation et un recuit spécifique pour optimiser leurs capacités de détection. Et L'application IR est étroitement liée au faible gap du PbS (0.4 eV).

D'autres champs d'utilisation ont été explorés pour ce matériau : la détection sélective des ions Pb^{+2} [56], la photographie, la décoration et le contrôle solaire de revêtement [57]; les diodes laser. Il est également utilisé comme absorbeur solaire en conversion photo thermique [58] et comme détecteur de gaz [59]. Les sels de plomb, le PbS en l'occurrence, sont des remplaçants de choix et de moindre coût du silicium amorphe (α -Si) dans la réalisation des TFT (Thin Film Transistor) utilisés dans les afficheurs à cristaux liquides. Plusieurs études récentes ont porté sur les couches minces de soufre de plomb à des applications photovoltaïques [60]. Plusieurs hétéro-structures ont été réalisées dans ce but dont (films de PbS/ZnO nanofils), CdS/PbS.

I.3.8 Les Méthodes des caractérisations :

Le couche mince préparé est un matériau très sensible .Pour garantir le contrôle de ses caractéristiques, il y a quelque analyses des propriétés structurales, morphologiques, optiques et électriques des matériaux élaborés. Différentes méthodologies d'analyse, pour étudier l'impact des paramètres de dépôt :

a) spectrophotométrie UV-Vis :

Permet de déterminer l'épaisseur, la transmittance, la réflectance, l'écart optique, le désordre et l'indice de réfraction de la couche mince caractérisée.

b) Diffraction des rayons X (DRX) :

La diffraction des rayons X (DRX) est une méthode, puissante et non destructive, couramment utilisée pour la caractériser les propriétés structurale des matériaux. Elle permet la corrélation des paramètres de fabrication et des propriétés structurelles des matériaux en couches minces, telles que la structure, la phase cristalline, la taille des grains et l'orientation des grains.

c) Microscopie électronique à balayage (MEB) :

(Scanning Electron Microscopy (SEM), en anglais) est une technique non destructive pour obtenir des informations topographiques et observer les contrastes de composition des matériaux avec une résolution élevée allant de 0,04 nm à 10 nm, qui dépasse la résolution de la microscopie optique.

I.4 Nano particule :

I.4.1 Introduction :

Les nanoparticules (NPs) sont définies comme des particules dont la taille moyenne varie de 1 à 100 nm. L'unicité d'une nanoparticule vient du fait que la plupart des atomes qui la composent se trouvent en surface. Cela confère aux nanoparticules une très grande surface d'échange (surface spécifique), d'où des propriétés physiques et chimiques spécifiques.

I.4.2 Méthode de synthèse des nanoparticules :

a) Concept des méthodes : ascendant (bottom-up) et descendre (top-down) :

Plusieurs méthodes physiques et chimiques de préparation de nanoparticules (nanomatériaux) ont été développées. Dès l'Antiquité, ces méthodes sont divisées en deux catégories de production de particules ultrafines ont été reconnues : les méthodes ascendantes (bottom-up) et les méthodes descendantes (top-down) [61].

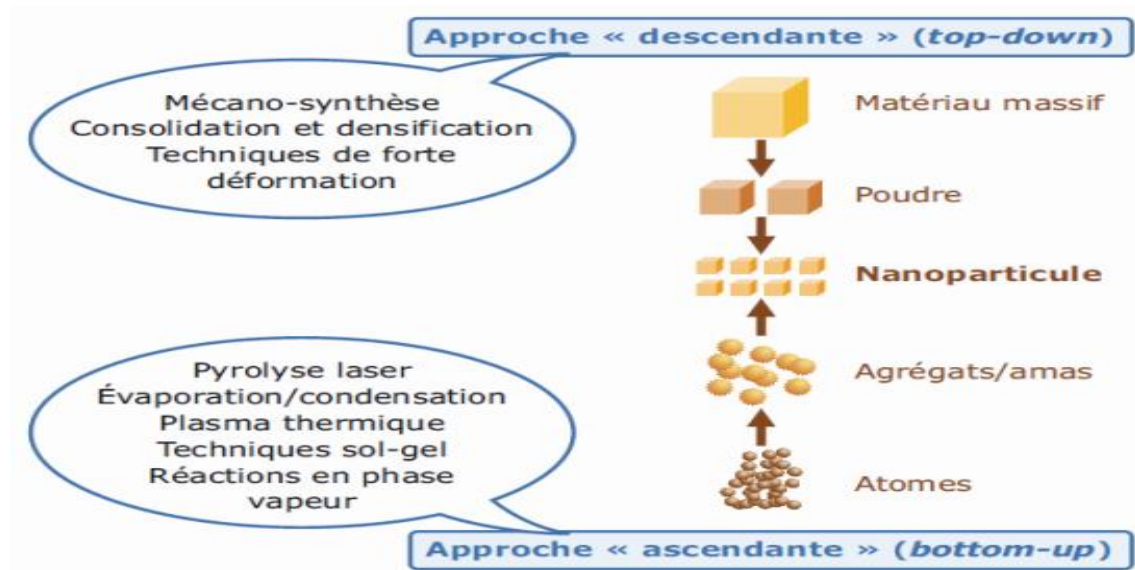


Figure I.14 : l'approche top-down et l'approche bottom-up. [62]

La première est la méthode de décomposition descendante (descendante), qui consiste à appliquer une force externe sur un solide afin de le décomposer en particules plus petites. La deuxième approche est l'approche ascendante (bottom-up), qui génère des nanoparticules à partir d'atomes de gaz ou de liquide sur la base d'une transformation atomique ou d'une condensation moléculaire [63].

Chapitre I Recherches bibliographie

Alors, Les procédés actuels permettant la fabrication de nanoparticules sont classés en trois grandes catégories [64] selon les différents mécanismes responsables de leur formation [65] :

➤ **Procédés par voie physique :**

- Evaporation / condensation sous pression partielle inerte ou réactive
- Pyrolyse LASER
- Flammes de combustion
- Fluide supercritique (sans réaction chimique entre composants)
- Micro-ondes
- Irradiation ionique / électronique
- Recuit à basse température de phases amorphes « massives »
- Dépôt physique en phase vapeur (PVD)

➤ **Procédés par voie chimique :**

- Réactions en phase vapeur (CVD) (dépôt chimique en phase vapeur).
- Réactions en milieu liquide : la décomposition catalytique, la Co-précipitation chimique, l'hydrolyse pulvérisée et la décomposition hydrothermique.
- Réactions en milieu solide
- Techniques sol-gel
- Fluide supercritique avec réaction chimique

➤ **Procédés par voie biologique (Méthodes vertes)**

- Utiliser des bactéries.
- Utiliser des champignons.
- Utiliser des plants et leurs extraits.
- Utilisation d'enzymes et de biomolécules.
- Utiliser un micro-organisme

I.4.3 Les propriétés des nanoparticules :

a) Propriétés catalytiques :

La taille extrême des nanoparticules (5-100nm) augmente la réactivité des matériaux du fait de leur grande surface ; la taille des nanoparticules influence l'activité catalytique car la diminution de la taille des nanoparticules entraîne un grand rapport surface/volume, ce qui offre un avantage significatif par rapport aux propriétés catalytiques ; cela en fait des candidats très prometteurs pour des applications de catalyse hétérogène. Les réflexions des nanoparticules d'or d'un diamètre

Chapitre I Recherches bibliographie

d'environ 3 nm catalysent l'oxydation active du CO, mais elles sont inactives pour des tailles supérieures à 10 nm. [66]

b) Propriétés magnétiques :

L'étude des propriétés magnétiques suscite l'intérêt des chercheurs en raison de ses applications potentielles dans des domaines tels que la biotechnologie pour améliorer le contraste d'image via la résonance magnétique (IRM), la physique du spin et l'hyperthermie magnétique pour le traitement du cancer [67].

c) Propriétés mécaniques :

Différentes paramètres mécaniques sont étudiés pour connaître la nature mécanique exacte des NPs comme : le module élastique, la contrainte, la déformation, l'adhérence, la dureté et le frottement. En ce qui concerne les propriétés mécaniques, l'influence de la nanostructure conduit à phénomène superplastique

La probabilité de défauts est faible à l'échelle nanométrique, ce qui confère aux nanoparticules une résistance élevée et les distingue comme des matériaux hautement résistants et durables.

d) Propriétés optiques :

Les propriétés optiques des NP sont déterminées par leur taille. Proportionnellement à la taille du Lorsque la taille des particules diminue, la localisation spectrale de la résonance du plasmon se décale vers des longueurs d'onde plus courtes, ce qui est dû à une modification de la bande interdite optique [68]. Les applications basées sur les propriétés optiques des nanomatériaux comprennent les détecteurs optiques, les lasers, les capteurs, l'imagerie, les cellules solaires, la photocatalyse, la biomédecine, etc. Lorsque la taille des particules est réduite au nanomètre, selon le type de nanoparticules et la taille des particules, elles absorbent la lumière avec une certaine longueur d'onde et par résonance plasmon de surface, interaction de rayonnement électromagnétique et conduction électronique. Ils transmettent différentes couleurs lorsqu'ils sont entourés de nanoparticules.

Les nanoparticules ont des dimensions inférieures aux longueurs d'onde de la lumière visible (380-780 nm), permettant d'améliorer les propriétés optiques du matériau.

e) Propriétés électroniques :

L'insertion de nanoparticules et/ou de nanotubes peut modifier significativement la conductivité électrique d'un matériau isolant. En ajoutant 15% de volume de nanotubes de carbone en plus, la

Chapitre I Recherches bibliographie

conductivité des nanotubes de carbone monofeuillet dans une matrice en aluminium (Al_2O_3) atteint 3345 S/m, là où la valeur originale de l' Al_2O_3 pur est S/m [68].

I.4.4 Les utilisations des nanoparticules :

Tableau I.4 : Exemples de champs d'application en fonction du type de nanoparticule [69].

Champ d'application	Type de NPs	Propriétés
Transports Revêtements Energie Vectorisation de médicaments Imagerie	Nanotubes de carbone	Résistances mécanique Légèreté Dissipation électrostatique
Industrie électronique	Fullerènes	Supraconductivité
Cosmétique : crèmes solaires, laques Peintures	NPs dioxyde de titane	Filtre UV Photocatalytique
Pots d'échappement catalytiques – Accélération des réactions chimiques dans l'industrie (oxydation du monoxyde de carbone)	NPs d'or	Catalytique
Textiles à usage clinique Pansements Traitement de surfaces	NPs d'argent	Antibactérien
Additif dans les carburants Diesel	NPs de dioxyde de cérium	Membrane « filtrantes », nano-adsorbants
Dépollution des eaux usées et des sols	NPs de fer, NPs d'aluminium	Catalytiques
Additif alimentaire Pneumatiques	NPs de silices amorphes	Antiagglomérant Modificateur de viscosité
Revêtements voitures, produits d'entretien ménagers	NPs de silice, d'aluminium, Zirconium	Propriétés anti abrasives et Antiadhésives
Nano médecine : vecteurs d'antibiotique pour pathogènes	NPs-PLGA	Enrobage biocompatible et Biodégradable
intracellulaires, imagerie et ciblage tumoral	NPs-super paramagnetic iron oxide	Propriété magnétique Passage des barrières Biologiques

I.4.5 Nanoparticule d'oxyde de Zinc :

a) Définition :

L'oxyde de zinc est un composé chimique de formule «ZnO». Il se présente généralement sous forme de poudre inodore, de couleur blanche, appelée «zinc blanc» ou «Blanc de zinc» non soluble dans l'eau. Ce solide est utilisé dans de nombreuses applications, telles que la fabrication de verres, de céramiques, dans la composition d'aliments et des crèmes solaires. Il est présent dans la nature sous forme de zincite, minéral comportant souvent du manganèse et ayant une coloration jaune à rouge de ce fait.

b) Propriétés générales du ZnO :

Dans cette section, nous mentionnerons et discuterons brièvement les propriétés structurales, optiques et électroniques de l'oxyde de zinc. L'oxyde de ZnO est un matériau non toxique. Les réserves mondiales actuelles de zinc primaire (minerais de zinc) pour la production d'oxyde de zinc sont estimées à 250 Mt, avec une production mondiale d'environ 11 Mt/an [70].

- Propriétés cristallographiques et morphologiques du ZnO : A l'état naturel, ZnO cristallise selon une forme hexagonale de type « Würtzite ». Cet oxyde binaire se présente sous la forme d'une poudre blanche légèrement teintée de jaune. Ce composé présente également deux formes plus allotropiques : La structure de type mix ne peut être stabilisée que par croissance sur des substrats cubiques, tandis que la structure de type rocksalt (NaCl) ne peut être obtenue qu'à de très hautes pressions.

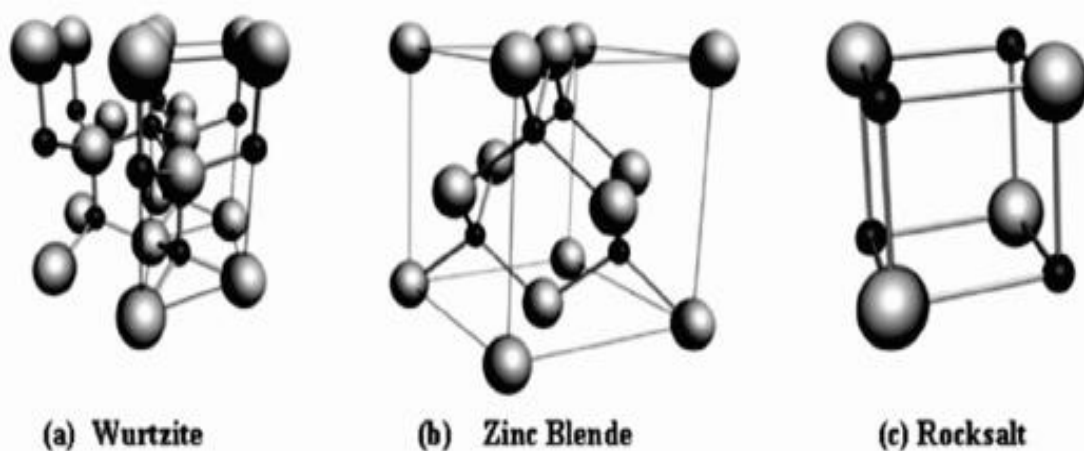


Figure I.15 : Représentation des structures de ZnO. [71]. (a) hexagonal Würtzite B4, (b) cubique zinc blende B3 et (c) cubique rocksalt B1

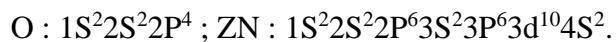
Chapitre I Recherches bibliographie

Tableau I.5 : Propriétés cristallographiques et morphologiques du ZnO

type de ZnO	Forme de Maille	Paramètres de maille(Å)	Positions atomiques	Nombre Des motifs (Z)
Würtzite	Hexagonale	a = 3,250 c = 5,207	Zn (0,3333 ; 0,6667 ; 0) – 2b O (0,3333 ; 0,6667 ; 0,3821) – 2b	2
Blende	Cubique	a = 4,629	Zn (0 ; 0 ; 0) – 4a O (0,25 ; 0,25 ; 0,25) – 4c	4
Rocksalt	Cubique	a = 4,270	Zn (0 ; 0 ; 0) - 4a O (0,5 ; 0,5 ; 0,5) – 4b	4

- Propriétés optiques : L'oxyde de zinc est un matériau transparent dans le domaine du visible grâce à son large gap, ce qui lui permet d'être classé parmi les oxydes transparents conducteurs TCO (Transparent Conductive Oxide) lorsqu'il est dopé. Ce matériau est susceptible de laisser passer la lumière visible jusqu'à 90%. La structure de bande électronique de ZnO comprend une bande de valence composée principalement d'états d'oxygène 2P et une bande de conduction composée d'états de zinc 4S, toutes deux situées au centre de la zone de Brillouin (point) [72].

Rappelez-vous que les structures électroniques des bandes d'oxygène et de zinc sont :



- Propriétés chimiques et catalytiques : Le ZnO possède des propriétés chimiques intéressantes, notamment celle d'absorption en surface. Oxyde de zinc II est quasiment insoluble dans l'eau et l'alcool, cependant il est soluble dans la majorité des acides. La température de fusion de l'oxyde de zinc est de 1975 °C [73].

Du fait de l'efficacité du procédé d'oxydoréduction, le ZnO possède des propriétés catalytiques très prometteuses. Être un catalyseur dans un système spécifique dépend de sa composition chimique et de ses propriétés de surface, ainsi que de sa méthode de préparation. Elle est principalement due au degré de perfection du réseau cristallin et aux propriétés semi-conductrices (lacunes, atomes interstitiels, etc.)

Les poudres de ZnO en suspension dans l'eau jouent un rôle de catalyseur photochimique pour certaines réactions telles que l'oxydation de l'oxygène en ozone, l'oxydation de l'ammoniac en nitrate, la dégradation de polluants organiques (pesticides, colorants...) [74], ou encore l'oxydation des phénols [75].

Chapitre I Recherches bibliographie

Tableau I.6 : Propriétés physiques et chimiques d'oxyde de Zinc à structure hexagonale [74,76]

Grandeur	Valeur	Unité
Minérale	Zincite	/
Phase stable à 300 K	Würtzite	/
Paramètre de la maille	a= 3,2495	Å
	c=5,3069	Å
	a/c=1,602	/
Volume de la maille Hexagonale	142,84	Å ³
Volume de la maille élémentaire	47,61	Å ³
Densité d'atomes (n _a)	8,4.1022	cm ⁻³
Densité d'électrons (n _e)	1012 → 1014	cm ⁻³
Densité volumique (ρV)	5,605	g.cm ⁻³
Gap E _g	3,4	Ev
Champ de polarisation spontanée (σ _{sp})	-0,057	C.m ⁻²
Constante diélectrique Statique ε _r	7,8.ε ₀	F.m ⁻¹
Constante diélectrique haute fréquence (ε∞)	3,7.ε ₀	F.m-1
Mobilité des électrons à 300 K	200	Cm ² .V ⁻¹ .s ⁻¹
Mobilité des trous à 300 K	5-50	Cm ² .V ⁻¹ .s ⁻¹
Température de fusion T°	1975±25	°C
Conductivité thermique	1-1,2	W.m ⁻¹ .C ⁻¹

I.4.6 : Les méthodes d'analyses :

Il est essentiel d'examiner chaque échantillon produit par une série de techniques analytiques telles que la spectroscopie infrarouge, la spectroscopie UV-visible, la spectroscopie DRX et la microscopie MEB afin de comprendre les différentes propriétés des nanoparticules produites, de tirer des conclusions de la procédure et de savoir les paramètres à produire pour obtenir de bons

Chapitre I Recherches bibliographie

résultats. Nous donnerons un bref aperçu des différentes stratégies de caractérisation des nanoparticules.

a) Spectroscopie UV-visible :

La spectroscopie électronique est une spectroscopie d'absorption qui étudie les transitions d'un état fondamental à un état excitable. Elle consiste à mesurer l'atténuation d'un faisceau incident luminescent d'intensité (I_0) lorsqu'il traverse un milieu d'épaisseur homogène (l) contenant une espèce absorbante [77].

L'approche consiste à détecter et à quantifier l'intensité d'un rayonnement dont la longueur d'onde est comprise entre 200 et 1400 nm. L'échantillon peut absorber, transmettre ou réfléchir les photons émis.

b) Spectroscopie infrarouge par transformée de Fourier (FTIR) :

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier fournit des informations sur la nature des liaisons chimiques et peut être utilisée pour identifier des composés. En effet, cette technique caractérise les transitions vibrationnelles au sein des molécules ou des cristaux, produisant des spectres avec des bandes d'adsorption dont la position est caractéristique des liaisons vibrationnelles du composé étudié. Il existe plusieurs formes de vibration : allongement (symétrique ou antisymétrique), déformation angulaire, équilibrage, mouvement hors plan et torsion. Les plus courants sont l'allongement, la déformation angulaire et le mouvement hors du plan.

L'approche consiste en la diffraction des rayons X émis à la surface d'un échantillon. Cette méthode est souvent utilisée pour caractériser la structure d'un matériau. Elle peut déterminer les structures développées et identifier les phases cristallisées présentes en le comparant à la base de données JCPDS (Joint Committee Powder Diffraction Standard). Elle peut également estimer la taille des cristallites. La loi de Bragg [78] précise l'orientation du faisceau diffracté :

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

d_{hkl} : Représente la distance interplanaire d'un réseau cristallin.

λ : La longueur incidente du faisceau.

n : ensemble qui représente l'ordre de la pensée.

θ : représente l'angle d'incidence des rayons X.

La distance entre deux rayons est égale à : $2d_{hkl} \sin \theta$

Chapitre I Recherches bibliographie

c) DRX :

Diffraction des rayons X (DRX) : la diffraction des rayons X est une méthode couramment utilisée pour caractériser la structure des matériaux, identifier la nature des produits cristallisés et identifier les matériaux inconnus. Appliquée à des milieux cristallins à arrangements périodiques réguliers, cette approche renseigne sur la nature cristalline (monocristallins, polycristallins, amorphes).

La phase cristalline présente peut être facilement identifiée en la comparant à une base de données de plus de 69 500 composés enregistrés (Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS)). Il peut également déterminer certains paramètres structuraux, tels que les paramètres de maille, les emplacements cristallins des atomes, la taille et l'orientation des cristallites qui composent le matériau, les défauts, etc. [79], [80]

d) Microscopie électronique à balayage (MEB) :

La microscopie électronique à balayage est une technique de microscopie qui produit des photographies de la surface des particules avec une résolution nanométrique supérieure à celle de la microscopie optique. Elle peut également fournir des informations sur les particules. C'est un outil puissant dans le domaine des sciences des matériaux où l'état de surface est primordial. L'approche permet la stratification de la surface de l'échantillon à l'aide d'un faisceau d'électrons de taille nanométrique. Lorsqu'elle est combinée avec un système d'analyse par rayons X (EDS : spectroscopie dispersive) [77], cette approche permet également un grossissement extrême et une profondeur de champ accrue pour représenter les caractéristiques morphologiques, ainsi que peut-être une analyse chimique. La microscopie électronique à balayage est basée sur l'étude des interactions électron-matrice.

I.4.7 Les procédés de synthèse d'oxyde de zinc :

Il existe plusieurs stratégies disponibles dans la littérature pour produire des nanoparticules d'oxyde de zinc. Les nanoparticules de ZnO sont typiquement synthétisées selon deux méthodes : la première, dite « chimique », qui se déroule en milieu liquide, et la seconde, dite « physique », qui implique des synthèses immergées. Pour obtenir des nanoparticules uniformes, plusieurs paramètres doivent être contrôlés, notamment la taille, la structure cristalline et la forme.

a) Synthèse verte (Biosynthèse) :

Compte tenu du coût élevé des processus physiques et chimiques, le besoin de biosynthèse des nanoparticules a augmenté. Pour réduire les coûts, les chercheurs ont utilisé des extraits de plantes

Chapitre I Recherches bibliographie

et des micro-organismes dans la synthèse des nanoparticules. L'utilisation de méthodes vertes incite les scientifiques à utiliser des produits chimiques moins toxiques et à produire moins de déchets en menant des opérations en milieu aquatique [81].

La synthèse des nanoparticules de ZnO est dominée par plusieurs méthodes physiques et chimiques qui nécessitent une pression et une température élevées. En général, les méthodes physiques nécessitent plus d'énergie et un vide forcé [82,83], alors que les méthodes chimiques sont coûteuses et inefficaces [84,85]. Ainsi, les méthodes de synthèse chimique entraînent fréquemment la présence d'espèces chimiques toxiques s'adsorbant sur la surface, ce qui peut avoir des effets défavorables dans les applications médicales [86]. La synthèse de nanoparticules vertes surpasse les autres méthodes car elle est simple, rentable et quelque peu reproductible, et elle aboutit souvent à des matériaux plus stables.

De nos jours, il existe un intérêt croissant pour l'utilisation de précurseurs non toxiques et respectueux de l'environnement, ainsi que pour la réduction de la température de réaction, l'absence de sous-produits indésirables et la pollution. Ce sont là les principales questions qui nécessitent une attention particulière dans une stratégie de synthèse verte.

b) Biosynthèse de ZnO avec extrait des plantes :

La toxicité des produits chimiques utilisés pour synthétiser les nanoparticules se traduit par des sous-produits qui peuvent avoir des effets environnementaux négatifs. La synthèse biosynthétique de nanoparticules est une voie prometteuse pour produire des nanoparticules métalliques à partir d'extraits végétaux. En effet, la biosynthèse s'est avérée être une méthode respectueuse de l'environnement pour produire des nanoparticules d'oxydes métalliques [87].

Actuellement, la synthèse verte de nanoparticules de ZnO via des extraits de plantes est une meilleure option en raison de la simplicité de la technique de synthèse, des faibles coûts énergétiques et du respect de l'environnement.

I.4.8 Application d'oxyde de zinc :

En raison de ses propriétés semi-conductrices, optiques et catalytiques, l'oxyde de zinc en poudre ou en poudre fine a plusieurs utilisations dans un large éventail de domaines, dont nous soulignerons ci-dessous les plus importants.

Chapitre I Recherches bibliographie

a) Conducteur d'oxyde transparent (TCO) :

Les propriétés de transparence de la lumière visible et de bonne conductivité électrique sont très intéressantes pour les dispositifs optoélectroniques nécessitant des électrodes transparentes.

L'oxyde de zinc est également considéré comme un matériau de support dans les cellules solaires. Il est possible d'augmenter la surface effective de la cellule et d'améliorer ses performances en utilisant comme support une surface nanostructurée en ZnO [88].

b) Diodes électroluminescentes :

Cette propriété permettrait l'acquisition de LED émettant des UV. La capacité de générer de la lumière laser à partir de nano filaments de ZnO permet le développement de nano lasers. La possibilité de doper le ZnO avec d'autres éléments comme le Mg permet de moduler la valeur de la bande interdite et ainsi d'obtenir des lasers ou des diodes avec des valeurs de bande interdite prédéterminées [89].

c) Détecteur de gaz :

La détection de gaz devient un outil extrêmement important aussi bien dans l'industrie que dans la vie de tous les jours. La détection de gaz est basée sur l'effet de l'interaction gaz-solide, à savoir l'adsorption de molécules de gaz sur une surface.

Provoquent une modification de la conductivité électrique du détecteur. Des détecteurs de gaz à base d'oxyde de zinc (ZnO) ont été utilisés pour détecter le méthane et l'éthanol [90], ainsi que le monoxyde de carbone (CO) [91].

d) Cellules photovoltaïques :

L'effet photovoltaïque est la conversion directe de l'énergie électromagnétique en énergie électrique. La conversion photovoltaïque nécessite l'utilisation d'une "couche absorbante" ou photoconductrice, qui convertit la lumière et la collecte en formant une jonction à la surface de la couche absorbante. L'oxyde de zinc est considéré comme un matériau de support dans les cellules solaires [92].

e) Agent antimicrobien :

Le ZnO est considéré comme un puissant agent antibactérien non toxique. La majorité des activités contradictoires se sont concentrées sur l'utilisation des nanoparticules d'oxyde de zinc pour les revêtements ou les nanocomposites. Plusieurs études ont également démontré et confirmé les effets antimicrobiens des composés biologiques naturels [93]. La taille des nanoparticules [94].

Chapitre I Recherches bibliographie

f) Protection UV :

En raison de sa capacité à absorber la lumière UV, l'oxyde de zinc est un ingrédient populaire dans les crèmes solaires. Plusieurs matériaux oxydes métalliques sont utilisés dans la formulation de produits cosmétiques (crème, fond de teint, rouge à lèvres, etc.), thérapeutiques (produits d'hygiène et de soin) et préventifs (crème solaire). Le ZnO agit comme une barrière invisible qui disperse les rayons UV de la peau plutôt que de permettre à son énergie nocive d'être absorbée [95, 96].

g) application photocatalytique et traitement des eaux :

Les nanoparticules de ZnO ont en effet montré un grand potentiel dans le domaine de la photocatalyse et du traitement des eaux en raison de leurs propriétés uniques. Voici quelques applications importantes de ces nanoparticules dans ces domaines :

- Photocatalyse avancée : Les nanoparticules de ZnO peuvent être utilisées comme photocatalyseurs efficaces pour la dégradation des polluants organiques dans l'air et l'eau. Lorsqu'elles sont exposées à la lumière UV, les nanoparticules de ZnO génèrent des paires électron-trou qui réagissent avec les polluants organiques, les dégradant en composés non toxiques. Cette propriété photocatalytique est largement utilisée pour le traitement de l'eau contaminée par des substances telles que les colorants, les pesticides et les produits pharmaceutiques. Cela permet de réduire la pollution et d'améliorer la qualité de l'eau. [97]
- Désinfection de l'eau : Les nanoparticules de ZnO ont également montré des propriétés antimicrobiennes et antibactériennes efficaces. Elles peuvent être utilisées pour éliminer les microorganismes pathogènes présents dans l'eau, tels que les bactéries, les virus et les protozoaires. Lorsque les nanoparticules de ZnO sont exposées à la lumière UV, elles produisent des espèces réactives de l'oxygène qui attaquent les membranes cellulaires des microorganismes, les tuant et assurant ainsi une désinfection efficace de l'eau. Cela peut contribuer à prévenir les maladies d'origine hydrique et à améliorer l'accès à une eau potable sûre. [98]

Ces applications démontrent l'importance croissante des nanoparticules de ZnO dans le domaine de la photocatalyse et du traitement des eaux. Elles offrent des solutions potentielles pour la dégradation des polluants et la purification de l'eau, contribuant ainsi à la protection de l'environnement et à la santé humaine. Il convient toutefois de noter que la recherche dans ce domaine est en constante évolution et que des précautions doivent être prises pour évaluer la sécurité et l'efficacité de l'utilisation des nanoparticules de ZnO dans des applications spécifiques.

Chapitre II :

Partie pratique

Chapitre II : Partie pratique

II. introduction :

Ce chapitre représente une description des différents appareillages et produits chimiques et végétal utilisées ainsi que les techniques expérimentales, La partie expérimentale a été opérée au sein du laboratoire pédagogique de chimie 4 de la faculté des Sciences et Technologies de l'Université de Ghardaïa (Algérie) et laboratoire des analyses physico-chimiques CRAPC Laghouat.

II.1 Objectif du travail :

L'objectif recherché à travers ce travail est la synthèse des nanoparticules d'oxyde de Zinc (NPs ZnO) avec l'extrait d'*Arundo donax* et préparation des couches minces de PbS, ZnO et PbS/ZnO avec la méthode spin-coating. Nous détaillerons le procédé de biosynthèse en milieu aqueuse des extraits, appelé aussi « réaction vert » et les dépositions des couches minces par la suite :

- La collecte des Feuilles de plante *Arundo donax*
- La biosynthèse des NPs ZnO avec une méthode écologique, en utilisant l'extrait des plantes comme agent bio réducteur.
- La déposition de différent couche mince PbS, ZnO et PbS/ZnO avec la méthode spin-coating
- Caractérisation des NPs ZnO et les couches minces synthétisés avec différentes techniques d'analyse (DRX, MEB et Zéta Sizer).
- Et en fin, étudier la dépollution de l'eau avec la méthode photocatalytique.

Chapitre II : Partie pratique

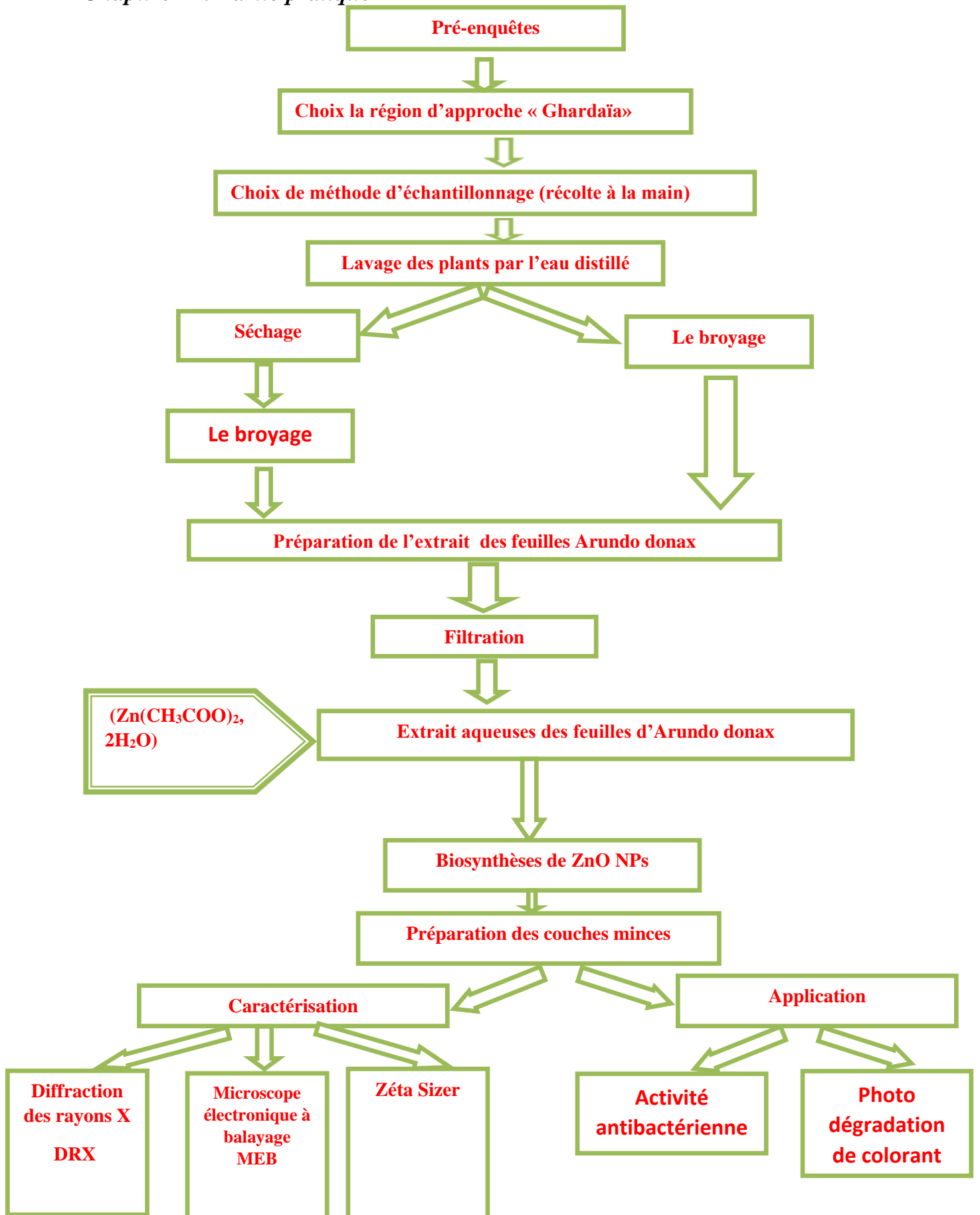


Figure II.1 : Organigramme descriptif de la méthodologie de travail.

Chapitre II : Partie pratique

II.2 Matériel utilisé

II.2.1 Matériels et produits chimiques

Le tableau suivant regroupe tous les produits chimiques et matériels utilisés dans notre étude.

Tableau II.1 : descriptif des produits chimiques et matériels utilisés.

Produits	Matériels et verreries
Eau distillé	Plaque Chauffante
Acétate de Zinc	Agitateur magnétique
NaOH	Étuve
Thiourea	Four
Zn (NoO ₃)	Bécher
Isopropanol	Burette, de 25 ml de capacité
Méthanol	Burette, de 1 ml de capacité
Acétate de Plomb	
Acide Acétique	
Propanol	

II.2.3 Présentation Matériel végétal

La plante d'*Arundo donax* a été choisie comme matériel végétal pour ce travail.

a) La plante d'*arundo donax*:

Arundo donax est un roseau géant à tige creuse, vivace en Méditerranée. Avec un extérieur diamètre d'environ 2–3 cm, il atteint une hauteur de 4 à 6 m. La tige est renforcée par des nœuds à des distances d'environ 20 cm, moins dans le bas et dans les parties supérieures de la plante (figure 2a). Des sections transversales révèlent une structure constituée d'un mince hypoderme externe stérome à fibres sclérenchymateuses et beaucoup anneau interne parenchymateux plus épais contenant de nombreux faisceaux vasculaires (figure II.2.b). Ceux-ci ont fortement gaines de faisceaux lignifiés, conférant à la structure un renfort dans le sens longitudinal.[1]

Chapitre II : Partie pratique

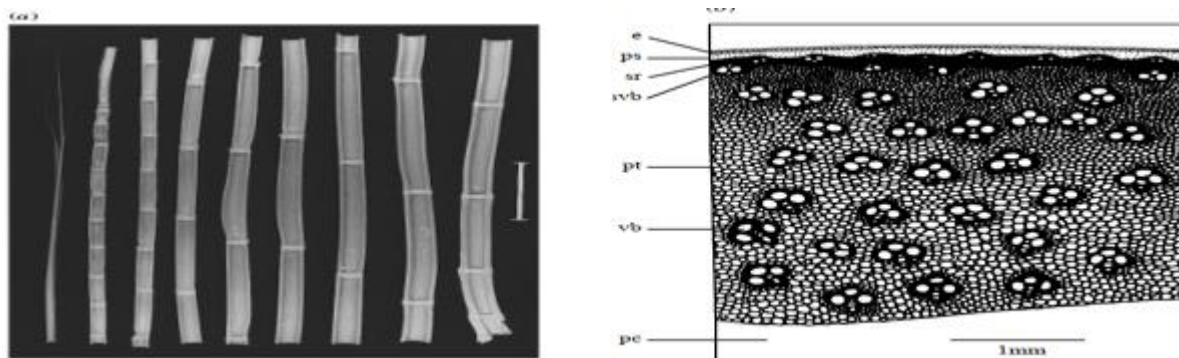


Figure II.2 : Les caractéristiques de la plante *Arundo donax*

Tableau II.2: Classification d'*Arundo donax*[2].

Royaume	Plantes
Division	Plantes à fleurs
Classe	Monocotylédones
Ordre	Cépacées
Famille	Podacées
Genre	Jugle 'Arundo
Type	Donax géant



Figure II.3 : La plante d'*Arundo donax*

Chapitre II : Partie pratique

b) Structure

Composition chimique des tiges et du feuillage de *Arundo donax* [3]

Tableaux II.3 : Structure d'*Arundo donax*.

Sampl	Ashes	Extractives			Protien	Lignin	Holocellulose
		Ethanol/Toluene	Water	Total			
Internode 1	3.9	9.7	4.7	14.4	2.1	22	62.4
Internode 2	3.6	13.5	3.9	17.4	4	19.8	65.2
Internode 3	3.8	16.4	6.4	23.1	2.5	16.5	58.8
Node 1	2.8	11.1	3.4	14.6	2.2	20.1	56.7
Node 2	3	14	4.2	18.2	3.9	17.2	58.8
Node 3	3.2	15.9	5.6	21.5	2.8	15.8	57.6
Foliage	0.8	6.5	5.3	1.8	5.9	16.8	65.4

c) Récolte du Matériel végétale:

La plante d'*Arundo donax* a été récoltée dans la région de Ghardaïa (Université de Ghardaïa) de son habitat naturel durant le mois de février 2023 (la Figure II.5). La récolte du matériel végétal a été collectée en début de matinée afin que le matériel végétal soit le plus frais possible.

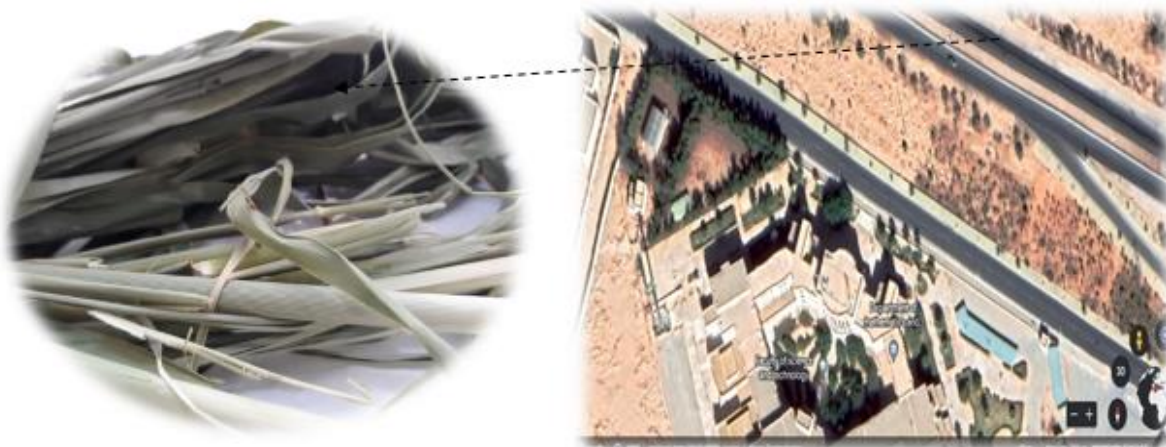


Figure II.4 : Géographie de la zone de prélèvement de la plante d'*Arundo donax* (Google map, 2023).

Chapitre II : Partie pratique

II.3 Préparation de l'extrait des Feuilles d'Arundo donax :

- Dans un premier temps, les feuilles ont été soigneusement lavées à plusieurs reprises à l'aide d'eau distillée afin d'éliminer toutes les impuretés et les poussières. Ensuite, la plante a été séchée à l'ombre, à température ambiante, pendant une période de 5 à 7 jours. Cette étape de séchage visait à réduire la teneur en humidité des plants afin de faciliter le processus de broyage ultérieur.
- Le broyage de plante *Arundo donax* nous permet d'obtenir une poudre fine, l'opération est réalisée par une machine de broyage. Le but du broyage est d'augmenter sa surface spécifique et donc sa réactivité avec le solvant.
- Après cela, la préparation de l'extrait a été réalisée en combinant 20 g de poudre avec 100 ml d'eau distillée dans un. Le mélange a été vigoureusement agité pendant une heure à une température constante de 60°C. Ensuite, l'extrait a été filtré en utilisant un papier filtre et stocké dans un flacon étanche à 4°C pour assurer sa conservation.

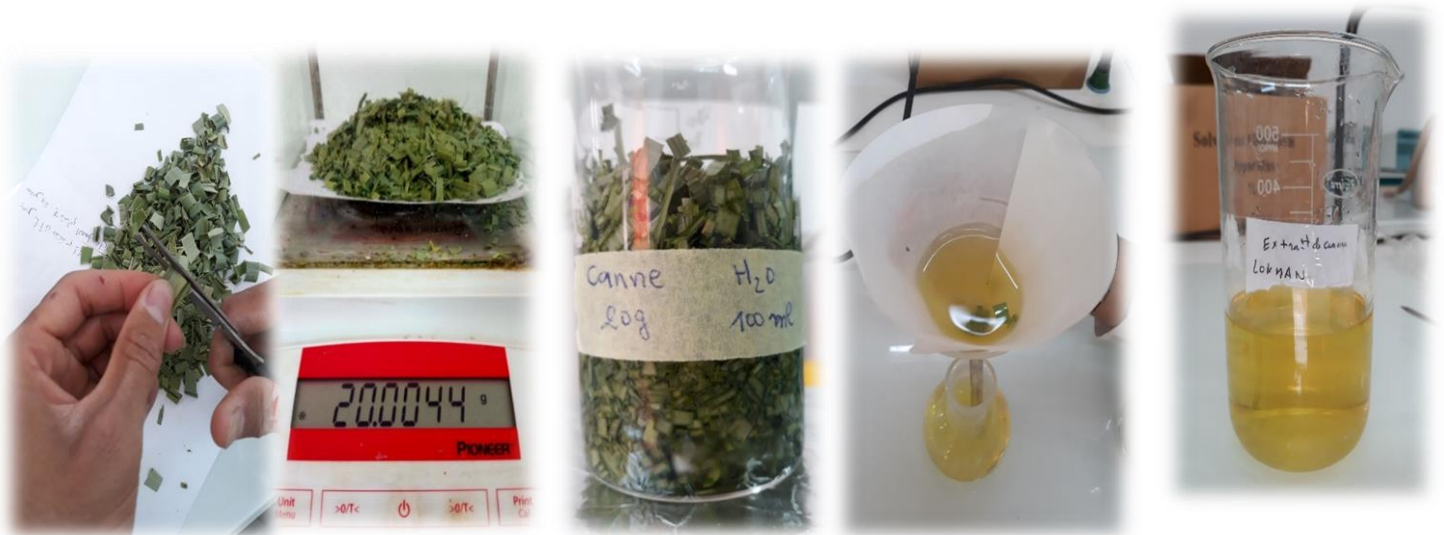


Figure II.5 : Préparation de l'extrait d'Arundo donax.

Chapitre II : Partie pratique

II.4 Biosynthèse de nanoparticules de ZnO

Premièrement, nous avons préparé 100 ml d'une solution d'Oxyde de Zinc (ZnO) de concentration de (5 mM) par mélangé une quantité d'une poudre ZnO avec 100 ml l'eau distillé sous agitation magnétique pendant 120 min à 35 °C. Et preparation de solution de titrage : 4g de NaOH avec 50 ml de l'eau

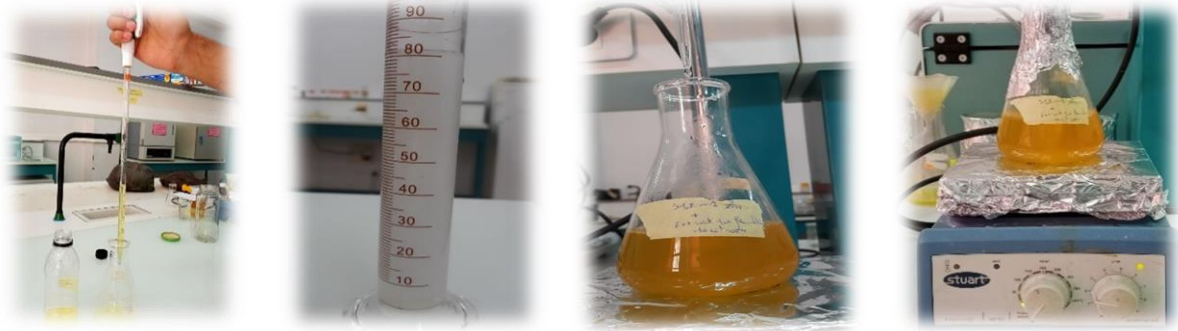


Figure II.6 : Préparation de solution de ZnO

Dans une procédure de réaction typique de ZnO NP on va ajouter 20 ml d'extrait dans les 80 ml de 5 mM de solution d'oxyde de Zinc qui a été préparé ; le mélange a été titré avec solution NaOH sous agitation à température ambiante et nous le laissons pour 6 heures. Celui-ci est ensuite centrifugé pour récupérer la poudre fine de ZnO NP et lavé avec le méthanol afin d'éliminer les impuretés, puis séché dans une étuve à 50-60°C pendant 48 h.



Figure II.7 : Récupération des NPs de ZnO.

Chapitre II : Partie pratique

II.5 Les Couches Minces :

Dans cette synthèse, la méthode de dépôt par spin coating sol-gel a été utilisée pour déposer les couches minces mono layer ZnO, PbS et bilayer ZnO/PbS sur un substrat en verre.

II.5.1 Nettoyage des Substrats :

Les substrats en verre destinés aux lames de microscope font l'objet d'un processus de nettoyage en plusieurs étapes. Initialement, une solution d'acide nitrique diluée à 10% est appliquée pour éliminer les impuretés. Par la suite, un rinçage à l'eau désionisée est effectué, suivi d'un nettoyage à l'éthanol et à l'acétone. Après cela, les substrats sont immergés dans un bain à ultrasons pour un nettoyage en profondeur, puis séchés à l'aide d'un flux d'air comprimé sec. Enfin, ils sont soigneusement entreposés dans une étuve.

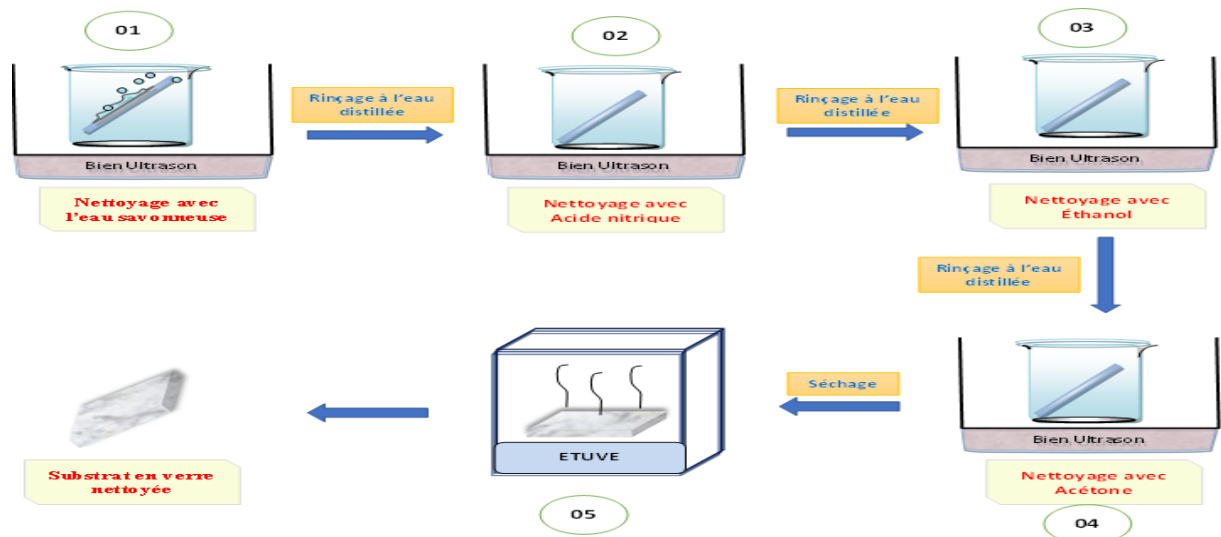


Figure II.8 : Préparation des Substrats.

II.5.2 Elaboration des couches minces :

Les couches minces ZnO, PbS et ZnO/PbS, sont déposés sur des substrats en verre. Le choix du substrat a été fait au vu des propriétés optiques et électriques du verre, et même pour des raisons économiques, afin d'améliorer propriétés des couches en utilisant des substrats monocristallins (une bonne adhérence, une bonne structure et une meilleure activité piézoélectrique) [4].

Tous les matériaux utilisés dans cette étude ont une bonne qualité analytique (99 % de pureté). Les films de ZnO, PbS et ZnO/PbS ont été déposés sur des substrats en verre par spin-coating à partir des différentes solutions préparées. La solution de ZnO a été préparée en dissolvant 0,1 M d'acétate de plomb et 0,6 M de Thiourea dans une solution de l'isopropanol/eau déminéralisée (80/20 %, v/v). La solution de PbS a été préparée en dissolvant 0,1 M d'acétate de plomb et 0,1 M de la Thiourea

Chapitre II : Partie pratique

dans le méthanol [4]. Afin de prévenir la précipitation à température ambiante, quelques gouttes d'acide acétique ont été incorporées à la solution.

Les substrats en verres utilisés de taille 20 mm×20 mm x2 mm ont été soigneusement nettoyé. Pour le revêtement, un substrat a été monté sur le mandrin du spin-coater. Environ 50 µL de chaque solution a été déposé avec une micropipette au centre du substrat et le mandrin a été tourné à 2000 tr/min pendant 30 s. Les films ensuite ont été séchés pendant 10 minutes à 100°C pour éliminer le solvant. L'ensemble du processus, du revêtement au séchage, a été effectué dix fois (**Figure II.9**). Des films ZnO d'une couleur blanche et des films PbS d'une couleur brun brillant ont été obtenus. Par la suite, nous avons entamé un recuit dans un four à moufle sous une température de 350 C°.

Le processus de séchage est séparé du traitement thermique et revêt une importance capitale dans la création du matériau. En ce qui concerne le recuit, il remplit deux fonctions principales essentielles : éliminer les composés organiques présents dans la solution initiale et consolider le matériau afin d'accroître sa densité [4].

Pour les matériaux PbS, ZnO et ZnO /PbS nous avons suivi la même procédure pour la préparation des substrats.

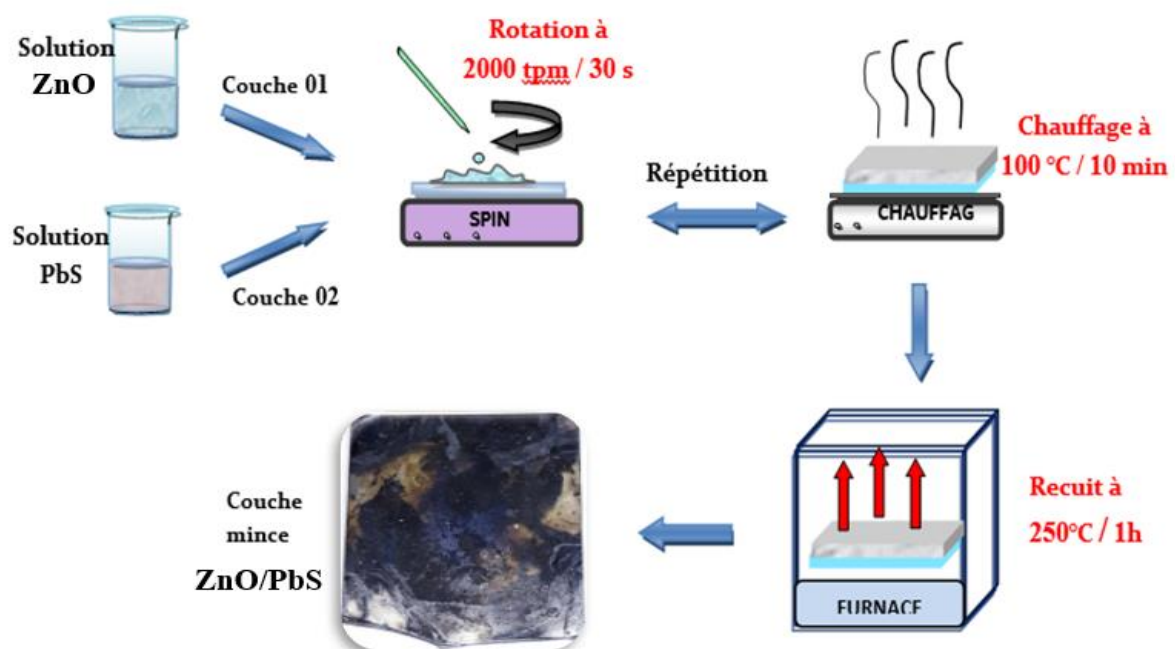


Figure II.9 : Déposition des couches mince par spin coating.

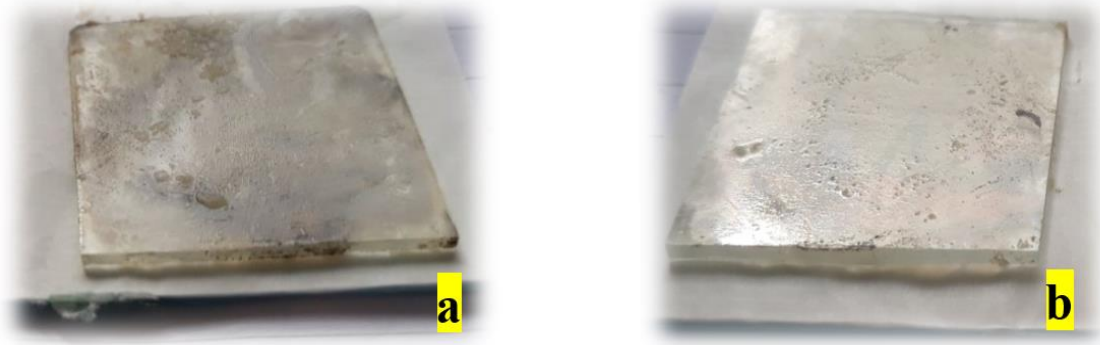


Figure II.10 : Couche mince de (a) PbS, et (b) ZnO.

II.6 Caractérisation

II.6.1 Diffraction des rayons X (DRX) :

Un appareil de DRX de modèle Malvern Panalytical a été utilisé pour étudier la structure cristalline des nanoparticules Ag et ZnO. L'instrument équipé du détecteur à scintillation LYNXEYE et d'un rayonnement Cu K α ($\lambda = 1,54184 \text{ \AA}$) à une tension de 30 KV et un courant de 10 mA. Les échantillons ont été placés dans un porte-échantillon et scannés sur une plage de 25 à 40 ° avec une taille de pas de 0,0202 ° à 1 s par étape (1733 étapes au total) et tournés à 15 tr / min pour obtenir un diffractogramme moyen des échantillons.

➤ Principe :

Les rayons X sont une forme d'ondes électromagnétiques qui se propagent sur une plage de longueurs d'onde allant de 0,01 à 10 Å. Cependant, lorsqu'il s'agit de caractériser des matériaux, la plage de longueurs d'onde utilisée est généralement limitée à 0,1 à 10 Å (0,01 nm à 1 nm). La diffraction des rayons X est un phénomène cohérent de dispersion qui se produit lors de l'interaction des rayons X avec la matière organisée. Lorsque les rayons X interagissent avec les atomes d'un échantillon, les ondes dispersées par chaque atome s'interfèrent entre elles, ce qui donne lieu à une onde diffractée. Cette interaction est influencée par la structure cristalline de l'échantillon. Lorsqu'un faisceau de rayons X monochromatiques est dirigé vers un échantillon à caractériser, il interagit avec le nuage électronique des atomes présents. Si l'échantillon possède une structure cristalline, un phénomène de diffraction peut se produire lorsque les ondes associées aux rayons X sont en phase. Les diagrammes de diffraction des rayons X sont obtenus en mesurant les angles de déviation auxquels un faisceau de rayons X est diffracté par les phases cristallines présentes dans l'échantillon.

Chapitre II : Partie pratique

➤ Appareillage:

Le diffractomètre utilisé pour l'analyse de nos échantillons est de marque « Malvern Panalytical » (Figure II.11). Les rayons X employés sont issus de l'émission $K\alpha$ d'une anticathode composée de cuivre, présentant une longueur d'onde de $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$.

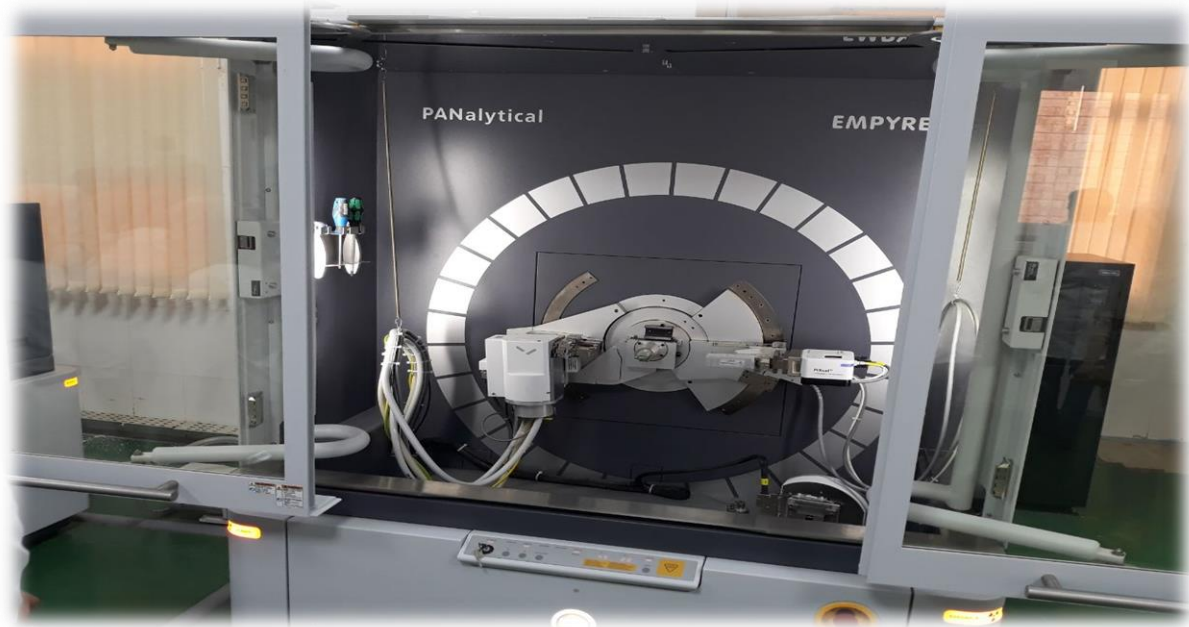


Figure II.11 : diffractomètre de modèle Malvern Panalytical.

II.6.2 Le microscope électronique à balayage (MEB, SEM) :

Dans le cadre de cette étude, nous avons utilisé un microscope électronique à balayage (MEB) pour examiner l'agglomération et la morphologie des nanoparticules synthétisées. Le modèle spécifique de microscope électronique à balayage utilisé était un modèle thermoscientifique qui fonctionnait à une tension d'accélération de 30 kV. Les nanoparticules biosynthétisées obtenues ont été déposées sur une grille de lame de couverture en appliquant une petite quantité de matériau, puis elles ont été laissées à sécher à température ambiante. Ensuite, nous avons utilisé la technique de microscopie électronique à balayage à champ émis (FESEM) pour obtenir des images des échantillons.

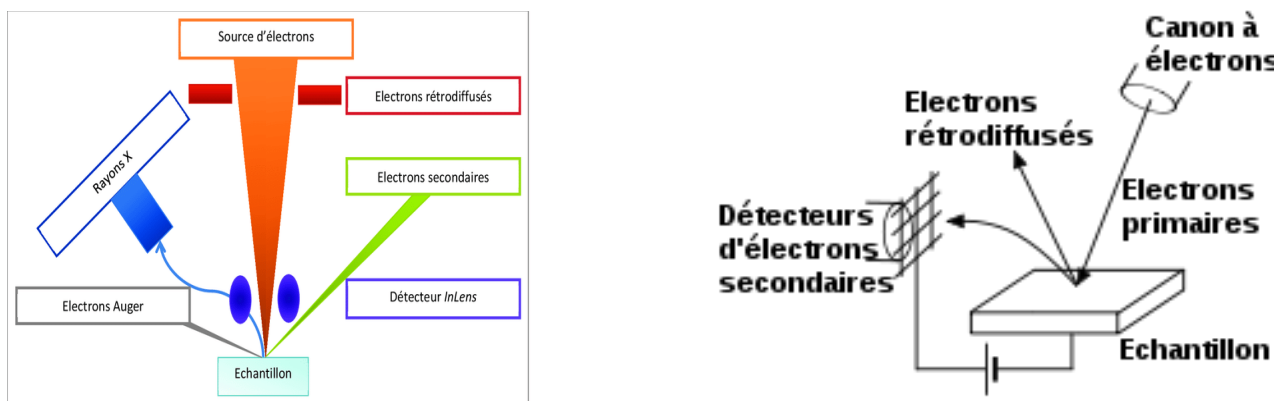


Figure II.12 : Schéma de fonctionnement d'un MEB[4]

Chapitre II : Partie pratique

➤ Appareillage:

Pour l'analyse de nos échantillons, nous utilisons un microscope électronique à balayage de la marque "thermoscientific" (Figure II.14). Ce microscope est équipé d'un détecteur de rayons X et d'un système d'analyse énergétique intégré à l'EDX. Le détecteur est capable de fournir des informations précises sur la composition chimique de l'échantillon. Afin de préparer les échantillons, nous les avons déposés sur des supports d'aluminium revêtus de carbone métallisé.



Figure II.13: L'appareil MEB modèle thermoscientific.

II.6.3 Diffusion dynamique de la lumière (DLS) et potentiel zêta :

Les nanoparticules ont été examinées pour leur taille et leur charge de surface à l'aide d'un analyseur de taille de particules (Malvern, Royaume-Uni) par DLS et potentiel zêta. La diffusion dynamique de la lumière (DLS) et le potentiel zêta ont été mesurés à l'aide du Malvern Zeta Sizer (ZS 90, États-Unis). Les mesures ont été effectuées avec un spectromètre Bruker tensor.



Figure II.14 : L'appareil Malvern Zeta Sizer

Chapitre II : Partie pratique

II.6.4 Spectroscopie UV-visible :

La spectroscopie UV-Vis est une méthode fréquemment utilisée pour examiner les propriétés optiques d'un matériau, telles que sa transparence et son énergie de bande interdite. Dans le cadre de notre étude, nous avons utilisé le spectrophotomètre UviLine UV-Vis modèle 9400C, qui permet de mesurer les spectres dans la plage de longueurs d'onde allant de 190 à 1100 nm. La spectroscopie UV-Vis est une méthode fréquemment utilisée pour examiner les propriétés optiques d'un matériau, telles que sa transparence et son énergie de bande interdite. Dans le cadre de notre étude, nous avons utilisé le spectrophotomètre UviLine UV-Vis modèle 9400C, qui permet de mesurer les spectres dans la plage de longueurs d'onde allant de 190 à 1100 nm.



Figure II.15:UviLine UV-Vis modèle 9400C

II.7 Dégradation photocatalytique :

II.7.1 Activité photocatalytique :

L'expansion de l'industrie et de la population dans les régions en développement est susceptible d'augmenter la demande et d'exercer une pression croissante sur les ressources en eau. Parmi les polluants majeurs des eaux souterraines et de surface, les colorants textiles représentent une menace pour la vie aquatique [6]. L'Eriochrome Black T (EBT), un colorant largement utilisé comme indicateur dans les dosages d'ions métalliques par complexation, est souvent employé pour déterminer la dureté de l'eau.

Initialement, l'appellation de cette substance était une marque déposée par une entreprise commerciale. Cependant, le traitement de l'eau par photocatalyse est une technique couramment évoquée dans la littérature scientifique. Divers semi-conducteurs ont été étudiés en tant que photocatalyseurs, et les semi-conducteurs à base de sulfures (PbS, ZnO, CdS, CuS, etc.) ont suscité un intérêt considérable [7]. Cette attention est due à leur large plage d'absorption de la lumière et à leur position de bande de conduction plus élevée par rapport aux oxydes métalliques.

La photocatalyse repose sur l'activation des semi-conducteurs par la lumière, générant ainsi des paires d'électrons et de trous d'électrons qui réagissent avec les polluants présents dans l'eau, y compris les colorants tels que l'Eriochrome Black T. Cette réaction conduit à la dégradation des polluants en produits plus simples et moins nocifs.

a. Mode opératoire:

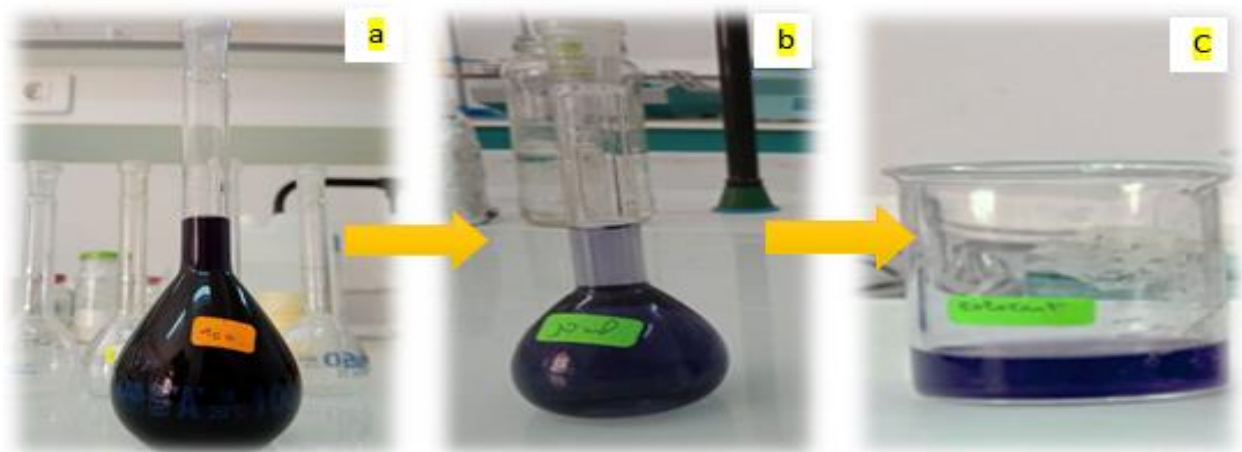


Figure II.16 : a) solution mère b) solution diluée c) dépôt de substrat

Les activités photocatalytiques ont été étudiées en examinant la photodégradation des colorants Eriochrome Black T. Le film mince de ZnO/PbS a été plongé dans les solutions de colorant. Une solution mère $2,43 \times 10^{-4}$ Mol/l d'Eriochrome Black T a été préparée, et une plage de concentration de $4,87 \times 10^{-5}$ a été préparée à partir de la solution mère.

Chapitre II : Partie pratique

Le photocatalyseur/colorant a été placé dans l'obscurité pendant 30 minutes pour atteindre l'équilibre d'adsorption/désorption avant l'illumination. Le processus de dégradation photocatalytique a été réalisé sous irradiation solaire naturelle (flux solaire ~ 500 Watt/m²). La concentration de colorant a été estimée après un intervalle de temps et l'efficacité a été calculée à l'aide de l'équation suivante :

$$R(\%) = \frac{C_0 - C_e}{C_0} \times 100$$

Pour les études de stabilité, après chaque cycle, les photocatalyseur ont été lavés à l'éthanol et séchés [8].

Tout d'abord, pour étudier l'activité photocatalytique de la dégradation d'Eriochrome Black T et déterminer le temps d'équilibre, on mit en contact 10 ml de EBT avec des substrats ZnO et PbS et ZnO/PbS, la photodégradation a été étudiée à différents intervalles de temps (0-50 min) est évaluée à l'aide d'un spectromètre UV-vis. Avant d'exposer la suspension de colorant à l'irradiation, le processus d'adsorption a été effectué dans l'obscurité pendant 10 min pour atteindre l'équilibre d'adsorption/désorption.

II.8 Etude antibactériennes des films ZnO/PbS :

II.8.1 Evaluation de l'activité antimicrobienne :

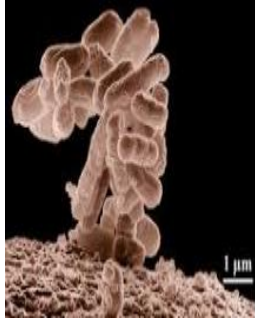

Pour évaluer l'activité antibactérienne, tous les matériaux synthétisés sont soumis à des tests sur différentes bactéries.

a) Les souches bactériennes pathogènes:

Les souches bactériennes utilisées pour évaluer l'activité antibactérienne de notre produit ont été fournies par le Laboratoire de Biologie de l'Université de Ouargla. Les deux souches sélectionnées sont *Staphylococcus aureus* ATCC 25923, une bactérie à Gram positif, et *Escherichia coli* ATCC 25922, une bactérie à Gram négatif.

Chapitre II : Partie pratique

Tableau II.4 : Généralités sur les souches bactériennes utilisées

Les Souches testées	Caractères bactériologiques	Habitats	Pouvoir pathogène
<i>Escherichia coli</i> ATCC 25922.	Gram – 	-Le tube digestif	<i>Escherichia coli</i> ATCC 25922 est une souche bactérienne utilisée pour détecter la contamination fécale dans l'eau. La détection d' <i>Escherichia coli</i> ATCC 25922 dans l'eau est un signe possible de la présence de pathogènes d'origine fécale. Les analyses réalisées sur cette souche permettent d'évaluer la qualité microbiologique de l'eau et de mettre en place les mesures appropriées pour assurer la salubrité de l'eau destinée à la consommation. Cela souligne l'importance de mettre en place des protocoles de traitement et de désinfection appropriés afin de prévenir les risques pour la santé humaine liés à la contamination microbienne de l'eau.[9]
<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 25923.	Gram + 	- Les fosses nasales - La gorge - Le tube digestif	La présence de <i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 25923 dans l'eau peut indiquer une contamination microbienne et représenter un risque pour la santé humaine. Des tests spécifiques sont utilisés pour détecter cette bactérie dans l'eau, évaluer sa quantité et sa sensibilité aux antibiotiques. La contamination peut provenir de sources fécales, de déversements de matières organiques ou d'autres sources de contamination. Il est crucial de surveiller et contrôler la qualité de l'eau pour prévenir la propagation de <i>S. aureus</i> et réduire les risques d'infections. En cas de détection, des mesures de traitement et de désinfection adéquates doivent être prises pour assurer la sécurité de l'eau potable. La collaboration entre les autorités sanitaires, les laboratoires et les professionnels de l'eau est essentielle pour garantir la qualité microbiologique de l'eau et protéger la santé publique. [10]

Chapitre II : Partie pratique

b) Méthodes de détermination de l'activité antibactérienne :

Avant de débiter les opérations, la surface de travail a été soigneusement nettoyée avec l'eau de Javel. De plus, il convient de noter que le travail a été effectué à proximité d'un bec Bunsen.

L'activité antibactérienne de nos produits synthétisés a été évaluée in vitro contre des bactéries pathogènes, notamment une souche de bactérie gram-positives (*S. aureus* ATCC 25923), une souche de bactérie gram-négatives (*E. coli* ATCC 25922), en usant la procédé de diffusion en milieu solide, qui a été décrite par Khane et al. [7] avec quelques modifications. Cette méthode implique la mesure du diamètre de la zone d'inhibition de la croissance bactérienne formée autour du puits contenant le produit actif afin d'évaluer son activité antibactérienne.

- ✓ **Préparation de milieu de culture (Gélose Mueller-Hinton) :** On utilise gélose nutritive Mueller Hinton pour l'étude de la sensibilité des souches bactériennes contre Nanoparticule ZnO et les couche mince synthétisé.
- ✓ **Ensemencement des souches conservées :** Dans un endroit stérile et à partir de la souche conservée, un ensemencement a été faite sur des boites pétri contenant de la gélose de MH, puis incubation de 24h à 37°C.
- ✓ **Préparation des suspensions bactériennes :** Pour stimuler la croissance bactérienne, on place un échantillon réduit de colonies distinctes (deux à trois colonies) dans un tube à vis contenant 10 ml de Bouillon Muller-Hinton. Le tube est ensuite incubé à une température de 37 °C pendant une période de 18 heures.
- ✓ **Ajustements de la charge microbienne :** Après 18h, Une suspension de 24 h (37°C) est préparée avec de Bouillon Muller-Hinton, diluée et ajustée la densité optique (DO) pour chaque souche à l'aide d'un spectrophotomètre (type Thermo Fisher Scientific (UviLine 9400C)) dans une longueur d'onde de 610 nm avec un intervalle compris entre [0.08- 0.1] l'équivalent de 10^6 UFC/ml [11].

c) Test d'activité antibactérienne par diffusion en milieu solide :

L'activité antibactérienne de nos échantillons a été étudiée pour chaque souche en utilisant la technique d'inondation. À partir d'une culture de 18 heure contenant 10^5 à 10^6 UFC/ml, chaque boîte de Pétri a été inoculée avec la souche bactérienne spécifique en effectuant des stries serrées sur la surface du milieu de Mueller Hinton préalablement versé dans les boîtes. Après une période de 15 minutes à température ambiante, permettant aux bactéries de s'attacher à la surface du milieu de culture, des puits ont été créés en utilisant des pipettes Pasteur dotées d'une extrémité épaisse de 6 mm. Le fond des puits a été scellé avec une goutte de gélose Mueller Hinton. Après ça, 20 mg d'échantillon d'étude ont été ajoutés dans chaque puits, et les couches minces ont été déposées directement à la surface. Ensuite, une pré-diffusion des échantillons d'étude à température ambiante

Chapitre II : Partie pratique

pendant 20 minutes, les boîtes ont été incubées dans une étuve pendant 24 heures à une température de 37 °C pour les bactéries. Après ce laps de temps, les zones d'inhibition ont été mesurées en millimètres à l'aide d'une règle.

d) Test d'activité antibactérienne par méthode time-kill :

Nous avons évalué in vitro l'activité antibactérienne des films minces de ZnO/PbS en utilisant la méthode du Time-Kill en milieu liquide décrite par Fenniche et al. [12], avec quelques modifications. Cette activité est déterminée en suivant la concentration bactérienne dans chaque tube à différents moments.

Dans un erlenmeyer stérile, 1 ml de suspension bactérienne ayant une densité équivalente à 0,5 sur l'échelle de Mac Farland (10^6 UFC/ml) est ajouté à 9 ml de bouillon Mueller Hinton stérile, en présence ou en absence d'une couche mince, puis incubé en anaérobiose à 37°C pendant 24 heures, après une pré-diffusion de 30 minutes à température ambiante à la lumière. Ensuite, 100 µl de suspension sont prélevés à différents moments (12, 24, 36 et 48 heures) etensemencés dans un tube contenant 10 ml de bouillon nutritif. Les tubesensemencés sont incubés à 37°C pendant 24 heures. La densité optique de chaque tube est mesurée et le nombre de colonies bactériennes (CFU) est déterminé à l'aide d'un spectrophotomètre à 610 nm afin d'étudier l'effet des films minces sur les bactéries en fonction du temps. La figure II.14 illustre toutes les étapes du protocole, depuis la préparation du milieu bactérien jusqu'à l'activité antibactérienne des films minces.

Chapitre III :

Résultats et discussion

Chapitre III : Résultats et discussion

III.1 Introduction :

Ce chapitre est entièrement consacré à la présentation des résultats d'une biosynthèse et respectueuse de l'environnement de nanoparticules d'oxyde de magnésium utilisant des extraits de la plantes d'*Arundo donax*.

Les NPs et les couches minces préparés, ont été caractérisés en utilisant la Diffraction des rayons X (DRX) et Le microscope électronique à balayage (MEB). De plus, la mise en évidence du pouvoir antibactériennes et le photodegradation des couches minces.

III.2 Caractérisations des matériaux :

III.2.1 La taille des nanoparticules :

Pour analyser la distribution de taille des particules, les nanoparticules de ZnO synthétisées de manière écologique ont été soumises à une analyse de diffusion dynamique de la lumière (DLS). Le matériau a été complètement dispersé dans de l'eau distillée à l'aide d'un ultrasonicateur pour l'analyse DLS. Les résultats obtenus, comme le montre la Figure III.1 (a), révèlent la nature monodisperse des particules avec une taille moyenne d'environ 22 nm.

La stabilité des nanoparticules a été évaluée en termes de potentiel zêta, comme le montre la Figure III.1 (b). Il a été constaté que la valeur du potentiel zêta était fortement négative, c'est-à-dire -7.67 mV, ce qui implique une bonne nature colloïdale des particules qui étaient assez stables [1].

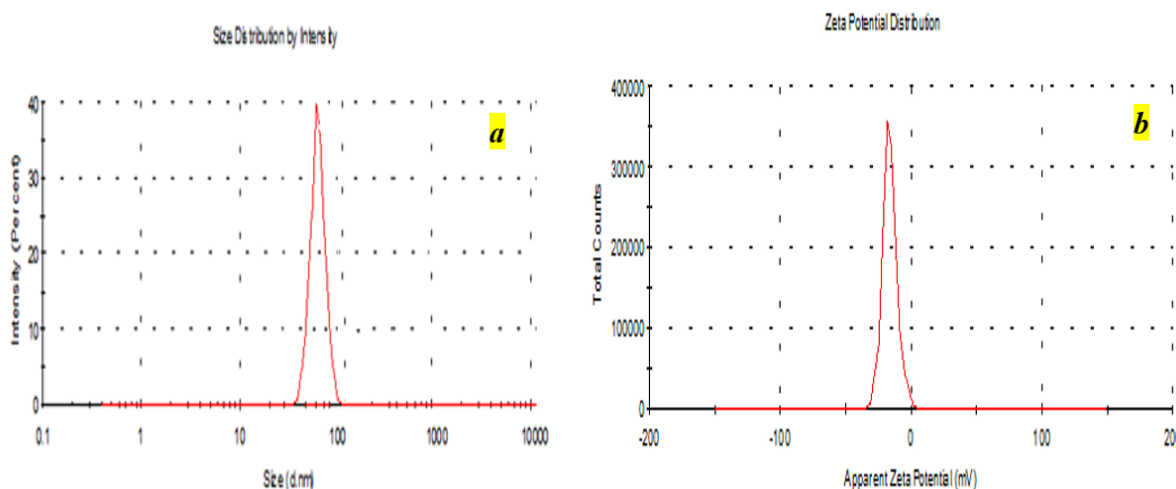


Figure III.1 : (a) Distribution de taille des particules des nanoparticules de ZnO synthétisées ; (b) Analyse du potentiel zêta

Chapitre III : Résultats et discussion

Tableau III.1: Les résultats de diffusion dynamique de la lumière (DLS) et potentiel zêta.

T	Z		PdI	ZP	Mob	Cond
	Size	Average				
°C	d.nm	d.nm		mV	$\mu\text{mcm/Vs}$	mS/cm
25	86.25	108	1			
25				-7.67	-0.549	0.448

III.2.2 Propriétés structurales :

a) Propriétés structurales des Nanoparticules de ZnO :

La cristallinité, la phase et la pureté des échantillons préparés ont été déterminées par diffraction des rayons X sur poudre (DRX). Typique Modèles DRX des ZnO, tels que synthétisé les particules est représentée sur la **Figure III.2** Neuf pics de réflexion majeurs sont apparus à des valeurs 2θ de 31,80 , 34,41 , 36,21 , 47,52 , 56,53 , 62.74 , 67.80 , 69.11 , et 77.46 qui correspond à la (100), (002), (101), (102), (110), (103), (112), (201) et (202) plans cristallins de la structure hexagonale ZnO, respectivement. Tous ces pics des nanoparticules de ZnO peuvent être indexés à la wurtzite structure (hexagonale) du ZnO (fiche JCPDS n° 36-1451). [2]

Absence de pics d'impuretés caractéristiques telles que Zn(OH) 2 et le sulfate de Zn non hydrolysé indique un ZnO de haute qualité nanoparticules. [3] [4]

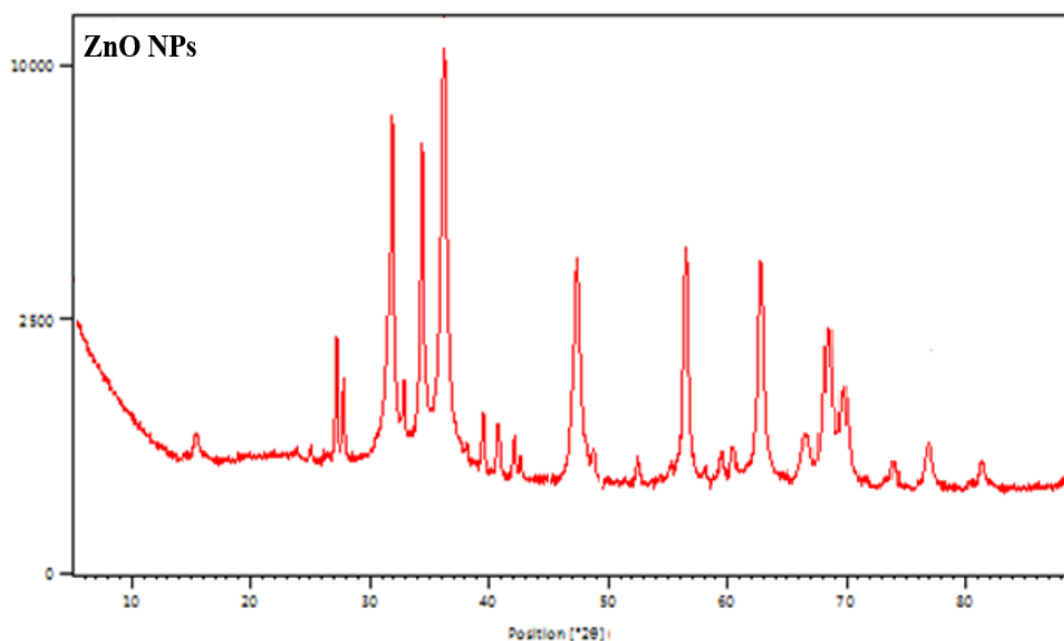


Figure III.2 : Diagrammes de diffraction des rayons X (DRX) des nanoparticules de ZnO.

Les During scan 2θ values varies from 20–80°

b) Propriétés structurales des Couches minces ZnO NPs :

En **Figure III.3** qui est représenté que les couches minces de ZnO correspondent à un hexagonal de type wurtzite structure matricielle. Les six principaux sommets à 31.90° , 34.57° , 36.41° , 47.70° , 56.76° et 62.97° correspondent à diffraction des plans (1 0 0), (0 0 2), (1 0 1), (1 0 2), (1 1 0) et (1 0 3), respectivement, avec des orientations d'une wurtzite ZnO hexagonal [5] structure. Le pic de diffraction XRD le plus élevé était dans le (101) avion, comme sur la Fig. 4. Il convient de noter que la direction (101) est préférée lorsque le flux d'oxygène est élevé, ce qui peut être dû à l'effet de recuit des systèmes de pyrolyse par pulvérisation [5].

La forme et la taille des nanoparticules de ZnO sont très importantes pour les applications photovoltaïques. Les couches minces ZnO NPS et ZnO ont été visualisés et analysé via un MEB .montre les nanoparticules de GS ZnO produites à l'aide des ZnO-NP synthétisés en vert. Agglomérées pour former des nanoparticules d'une taille moyenne de 96 nm. [6]

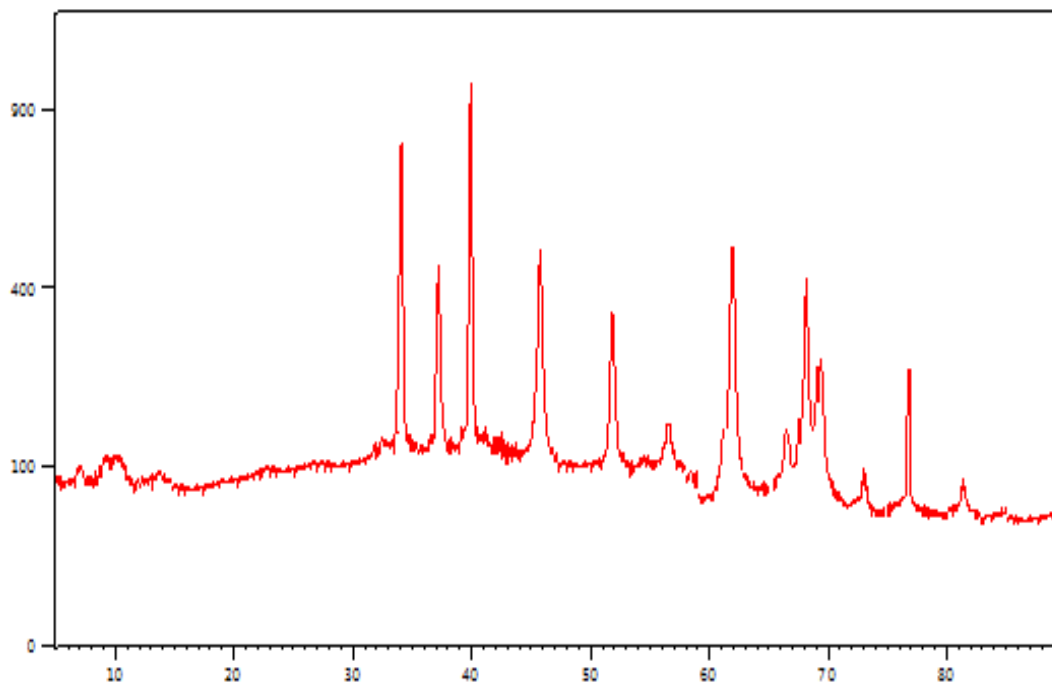


Figure III.3 : Diagrammes de diffraction des rayons X (DRX) Couche mince de ZnO NPs.

Chapitre III : Résultats et discussion

c) Propriétés structurales des Couches minces PbS :

Pour mieux comprendre la composition de surface de photocatalyseur PbS, des études de spectroscopie photo électronique à rayons X ont été réalisées sur les couches minces de PbS élaborées. Les spectres de photoélectrons étroits du film de PbS présenté dans la figure III.6 montre des pics à 137,6 et 142,4 eV attribués aux énergies de liaison de Pb 4f 7/2 et Pb 4f 5/2, ce qu'il est en bon accord avec les données mentionnées dans la littérature [5].

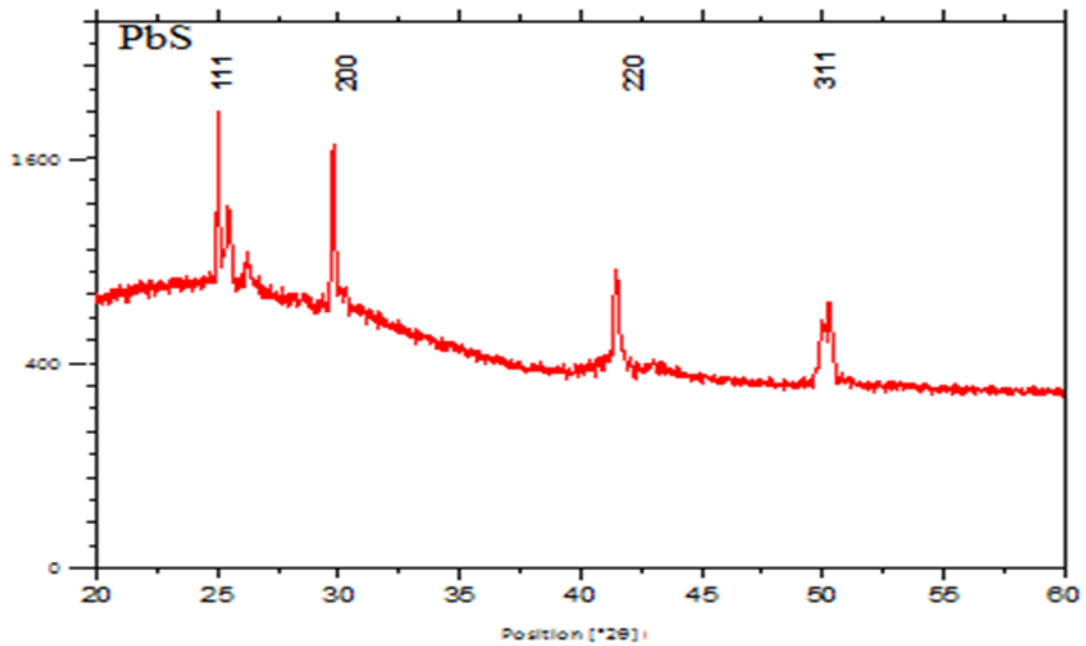


Figure III.4 : Diagrammes de diffraction des rayons X (DRX) Couche mince PbS

Chapitre III : Résultats et discussion

d) Propriétés structurales des Couches minces ZnO NPs/PbS :

Les résultats des analyses élémentaires DRX sont présentés dans la **Figure III.5**.

Le spectre DRX de ZnO PbS/PbS montre à la fois des pics de ZnO NPs et de PbS. Ainsi, on observe que les pics de PbS ont une intensité légèrement supérieure à celle de ZnO NPs, et aucun autre pic intense supplémentaire n'a été observé.

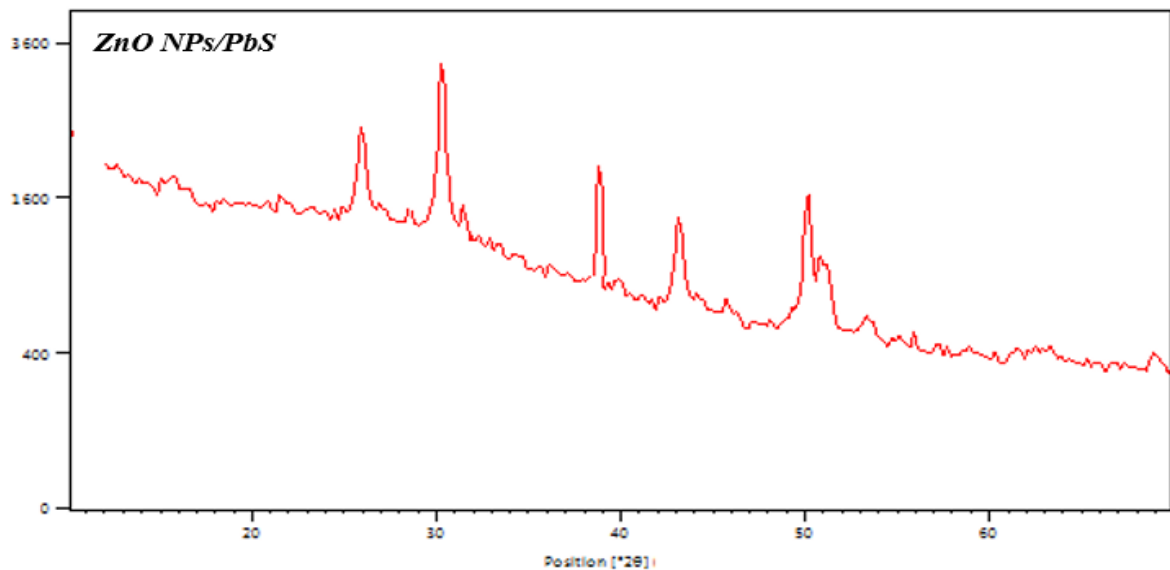


Figure III.5 : Diagrammes de diffraction des rayons X (DRX) ZnO NPs/PbS.

III.2.3 Propriétés morphologiques

Les surfaces de nos couches minces ZnO NPs, PbS et ZnO NPs/PbS. sont caractérisées par microscopie électronique à balayage. L'observation de nos couches minces avec le MEB nous a permis à la fois de vérifier l'homogénéité des couches élaborées, ainsi, la forme et la taille des grains.

La figure III.6 (a-c) présente les images de la surface des couches minces du ZnO NPs, PbS et ZnO NPs/PbS, respectivement, obtenues par la microscopie électronique à balayage à l'effet de champ

L'analyse morphologique des échantillons de nanoparticules ainsi synthétisés a été réalisée à l'aide de la microscopie électronique à balayage en champ proche (FESEM), comme le montre la figure III.6 (a). Les Nanoparticules de ZnO présentent une structure en forme de pétale avec un diamètre de pétale de 600 nm (longueur). La figure III.6(a) montre une vue d'ensemble de la surface et un gros plan d'une image MEB d'une particule de ZnO contenant des pétales pointus d'une largeur de

Chapitre III : Résultats et discussion

220 nm, représentant un seul pétale dans une nanoparticule de ZnO. Les images haute résolution obtenues par MEB montrent clairement un léger rugissement de la surface des pétales de ZnO.

. D'après les résultats obtenus, on remarque une différence dans la morphologie de la surface entre ZnO NPs et PbS. Comme on peut le voir sur l'image MEB (b) qu'ils sont présente dans la figure III.6, la surface du film mince de PbS est homogène mais la taille des grains est plus petite que celle du ZnO, ce qui indique que toutes les particules sont agglomérées avec une morphologie plus ou moins sphérique et une taille moyenne plus petite que celle du ZnO. Pour tous les échantillons, cela suggère une distribution plutôt cohérente des composants sur le substrat de verre. La taille moyenne des grains de ZnO est d'environ 30 nm, comme la montre la figure III(a).

Lorsqu'un film de PbS est déposé sur un film de ZnO comme la montre la Figure III(c), la rugosité superficielle peut être plus importante. Certains rapports ont montré que la rugosité superficielle favorise l'activité photocatalytique en raison de la formation de sites plus actifs .Il est bien connu que la croissance d'un film mince dépend fortement des caractéristiques de surface du substrat. Ainsi, il est probable que lors de la croissance du film mince, une interface amorphe se forme entre les films minces de PbS et de ZnO en raison de la différence entre les structures cristallines [6].

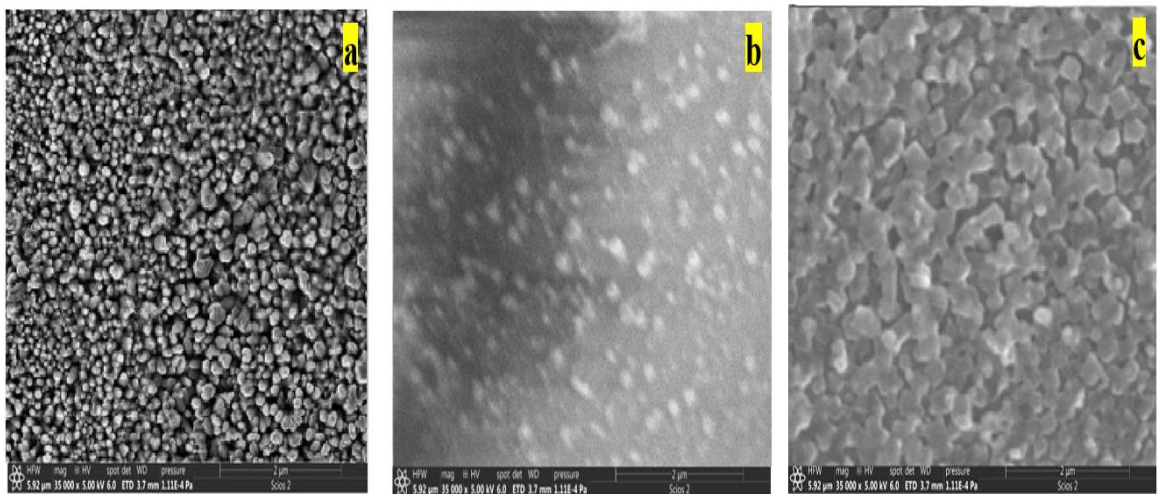


Figure III.6 : Images MEB de (a) ZnO NPs, (b) PbS, et (c) films minces PbS/ZnO NPs Respectivement

III.3 Les Applications :

III.3.1 Photodégradation :

La Figure III.7 montre l'activité photocatalytique de la dégradation d'Eriochrome Black T avec un film mince de ZnO NPs et PbS et structure p-n hétérogène (ZnO NPs/PbS) et L'absorption UV-visible a été utilisée pour mesurer la fluctuation de la teneur en EBT, une expérience en absence de photocatalyseur a été réalisée comme contrôle. Le colorant EBT montre un processus rapide avant 60 min, ce qui peut être dû aux sites de liaison disponibles sur la surface du film mince. Le taux de dégradation diminue progressivement après 60 min et la photodégradation devient lente jusqu'à atteindre l'équilibre après 90 min.

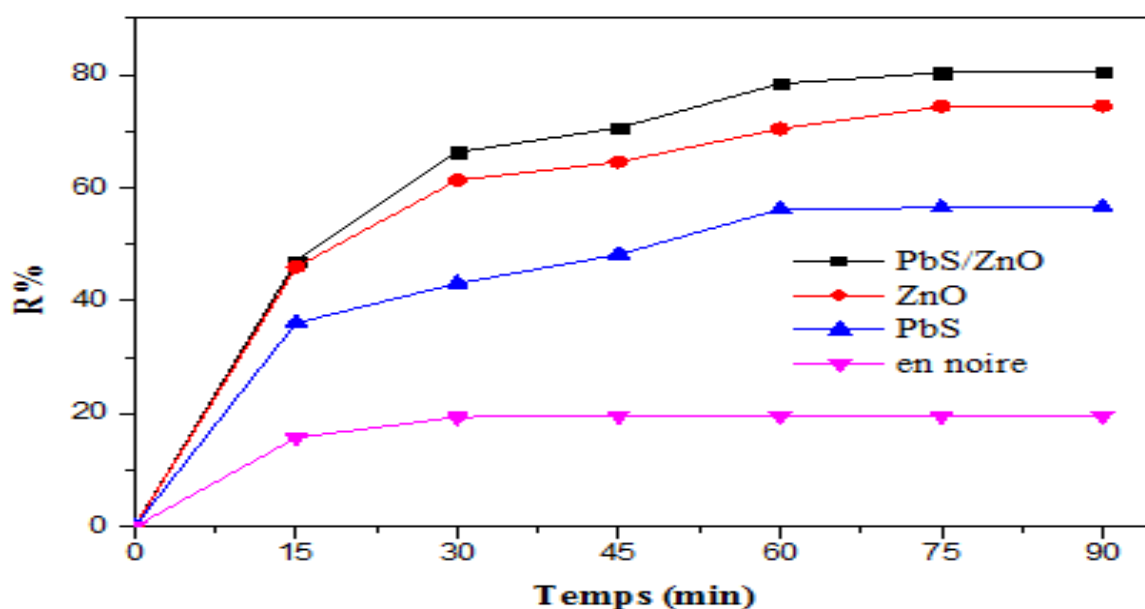


Figure 7 : Taux de photodégradation (%) du colorant EBT

Chapitre III : Résultats et discussion

III.3.2 Activité antibactérienne :

Les activités antibactériennes sont présentées dans la figure III.8 Les résultats de l'expérience antibactérienne sont présentés sous forme d'CFU de cellules survivantes au cours de temps, et ils sont comparés aux résultats obtenus pour le test négatif (sans couche minces).

Après inoculation des cellules en laboratoire dans des conditions favorables, les résultats ont montré une diminution significative de la croissance des bactéries dans les 24 premières heures en présence de couches minces par rapport au développement des bactéries pour le test négative, où les cellules se divisent régulièrement à un débit constant dépendant de la composition du milieu de croissance et des conditions d'incubation indiquant que les bactéries sont au stade de croissance exponentielle. Mais après 36 heures, la croissance des colonies est limitée et le nombre de cellules viables diminue.

Par contre, le film mince ZnO NPs/PbS présente des taux de croissance plus, tandis que le tube sans film montre un taux de multiplication bactérien le plus rapide, il y a une diminution de la croissance bactérienne au fil du temps. Nous constatons un abattement significatif de la croissance bactérienne selon plusieurs phases en fonction de la nature des souches bactériennes : Gram+, Gram-, la plus significative de 0 à 24 h et la moins prononcée de 36 à 52 h. En effet, les résultats montrent une croissance d'inhibition contre tous les micro- organismes testés et le taux de croissance diffère pour les deux souches. Les résultats montrent que la couche ZnO/PbS se comporte comme des agents antibactériens avec la diminution de la croissance bactérienne pendant la phase de croissance exponentielle. L'effet antibactérien le plus fort se produit à la phase de croissance exponentielle pendant la multiplication des bactéries actives, ce qui nécessite un apport accru d'un milieu nutritif contenant des espèces biocides. En revanche, les échanges bactériens avec l'environnement s'affaiblissent fortement dans les phases latence et stationnaire, ce qui peut être expliqué en partie par le renforcement de la résistance aux agents biocides [7].

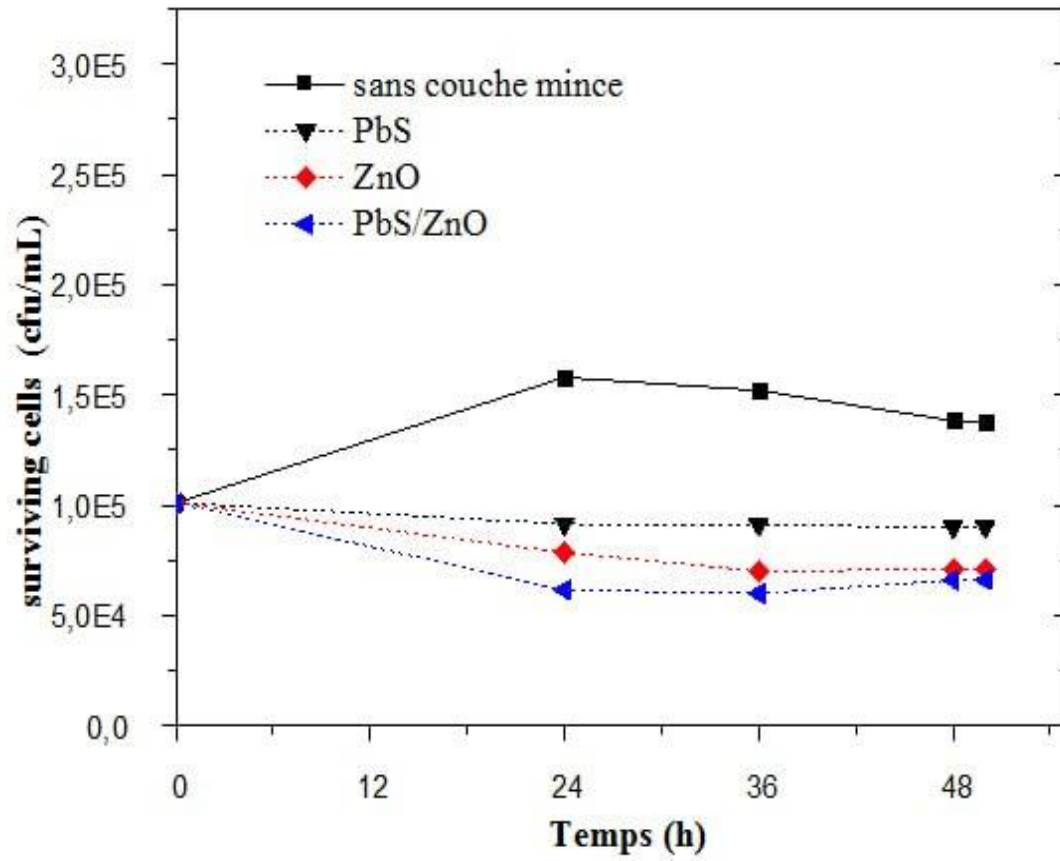


Figure III.8 : Les activités antibactériennes contre E. Coli

Conclusion

Conclusion générale

Les résultats obtenus indiquent que les nanostructures uniformes composées de petites formes sphériques dans le film mince ZnO/PbS ont des propriétés intéressantes pour la dégradation photocatalytique et l'activité antibactérienne.

L'activité photocatalytique évalue la capacité d'un matériau à utiliser l'énergie lumineuse pour dégrader les polluants. Dans ce cas, l'Eriochrome Black T a été utilisé comme polluant modèle, et les films minces ZnO/PbS ont démontré une efficacité de dégradation de 80 %. Cela suggère que ces nanostructures sont hautement réactives lorsqu'elles sont exposées à la lumière UV, ce qui favorise la dégradation des composés organiques présents dans l'Eriochrome Black T.

De plus, le film mince ZnO/PbS a également montré une activité antibactérienne efficace contre tous les microorganismes testés. Cela signifie que ces nanostructures ont la capacité de limiter la croissance des bactéries, ce qui pourrait avoir des applications dans le domaine de la désinfection ou de la prévention des infections.

Il convient de noter que la combinaison des deux semi-conducteurs, ZnO et PbS, a contribué à améliorer les performances du film mince. La synergie entre ces deux matériaux pourrait résulter de leurs propriétés complémentaires, permettant une absorption de la lumière sur une plus large gamme de longueurs d'onde et une efficacité accrue dans les processus de dégradation et d'inhibition de la croissance bactérienne.

En résumé, le film mince à hétérojonction nanostructurée ZnO/PbS préparé par dépôt par centrifugation sur un substrat en verre présente des nanostructures uniformes composées de petites formes sphériques. Ce film mince a démontré une excellente activité photocatalytique avec un taux de dégradation de 80 % pour l'Eriochrome Black T, ainsi qu'une forte activité antibactérienne contre divers microorganismes. Ces résultats ouvrent la voie à de potentielles applications dans les domaines de la dégradation des polluants et de la lutte contre les infections bactériennes.

References bibliographies:

Chapitre I :

- [1] M. Sharma, T. Jain, S. Singh, O.P. Pandey, Photocatalytic degradation of organic dyes under UV-Visible light using capped ZnS nanoparticles, *Sol. Energy* 86 (2012) 626–633, <https://doi.org/10.1016/j.solener.2011.11.006>
- [2] J. Patel, F. Mighri, A. Ajji, D. Tiwari, T.K. Chaudhuri, Spin-coating deposition of PbS and CdS thin films for solar cell application, *Appl. Phys. A* 117 (2014) 1791–1799, <https://doi.org/10.1007/s00339-014-8659-x>
- [3] S. Mahboub, D. Zerrouki, A. Henni, Green synthesis and characterization of silver nanoparticles using *Juniperus communis* leaf extract: catalytic activity in real-outdoor conditions and electrochemical properties, *Appl. Organomet. Chem.* 34 (2020) 1–9, <https://doi.org/10.1002/aoc.5956>.
- [4] A. Henni, N. Harfouche, A. Karar, D. Zerrouki, F.X. Perrin, F. Rosei, Synthesis of graphene–ZnO nanocomposites by a one-step electrochemical deposition for efficient photocatalytic degradation of organic pollutant, *Solid State Sci.* 98 (2019), 106039, <https://doi.org/10.1016/j.solidstatesciences.2019.106039>
- [5] W. Hu, Q. Zhang, K. Luo, H. Yuan, J. Li, M. Xu, S. Xu, Enhanced photocatalytic properties of CuO–ZnO nanocomposites by decoration with Ag nanoparticles, *Ceram. Int.* 46 (2020) 24753–24757, <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.06.235>
- [6] F.Z. Nouasria, D. Selloum, A. Henni, S. Tingry, J. Hrbac, Improvement of the photocatalytic performance of ZnO thin films in the UV and sunlight range by Cu doping and additional coupling with Cu₂O, *Ceram. Int.* 48 (2022) 13283–13294, <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.01.207>
- [7] <https://tpenanotechnologies.wordpress.com/1-les-nst/>
- [8] <https://c.21-bal.com/buhgalteriya/49/index.html?page=3>
- [9] P. M. Ajayan, L. S. Schadler, P. V. Braun, “Nanocomposite Science and Technology”, Wiley – VCH (2003).
- [10] Les Nanomatériaux, “Effet sur la santé de l’homme et sur l’environnement”, AFSSET, France (2006).
- [11] (Eric Gaffet, Nanomatériaux : différentes voies de synthèse, propriétés, applications et marchés septembre 2008)
- [12] F. Greco et al. « Reprotoxicité des nanoparticules », *Gynécologie Obstétrique Fertil.*, vol. 43, no 1, p. 49-55, janv. 2015,
- [13] nanomateriaux/terminologie-definition.html.

[14] Sofiane HAROUNI ; mémoire de doctorat Elaboration et étude des propriétés physiques et chimiques de nanopoudres d'oxyde de zinc pour une application en photocatalyse hétérogène ; Université des frères mentouri constantine 1 2020

[15] L. HOLLAND, vacuum deposited thin films, Champmann et Hall, London (1966)

De nombreux mots peuvent être utilisés pour décrire les nanomatériaux, qui nous intéressent particulièrement, est réduite à quelques nanomètres.

[16] G. Ferblantier, A Foucaran, CEM2-CNRS. Université, Montpellier II, France, (2002).

[17]S. Zhao, « Introduction to nanocomposites », p. 16 2015

[18]https://www.google.com/url?sa=i&url=https%3A%2F%2Fwiki.aalto.fi%2Fdisplay%2FSSC%2FSol-gel%2BSynthesis&psig=AOvVaw1YAGugHQMhUYdVCW_al6P5&ust=1678793358463000&source=images&cd=vfe&ved=0CBEQjhxqFwoTCLidq-Tm2P0CFQAAAAAdAAAAABAw

[19]<https://www.google.com/url?sa=i&url=https%3A%2F%2Fwww.semanticscholar.org%2Fpaper%2FSP-IN-COATING-FOR-RECTANGULAR-SUBSTRATES%2Fb1dc0052baf2b6bffb85dcb57581a8d1501cfa8b&psig=AOvVaw1jxnk3vYnBRnjwnZ8zQOJQ&ust=1678790954469000&source=images&cd=vfe&ved=0CBAQjRxqFwoTCMjehvHd2P0CFQAAAAAdAAAAABA2>

[20]https://www.google.com/url?sa=i&url=https%3A%2F%2Fwww.sciencedirect.com%2Ftopics%2Fengineering%2Fdip-coating&psig=AOvVaw2ux_yhrO06GbqyqAoZiTcP&ust=1678794609377000&source=images&cd=vfe&ved=0CBAQjRxqFwoTCMDGpbvr2P0CFQAAAAAdAAAAABAR

[21] S. J. Chen and all : Journal of Crystal Growth 240, 467-472 (2002).

[22] J. Jacque Bessot, S. Audisio, Techniques de l'ingénieur; traitement de surface M5,4 pp. 1655-1660 (1989)

[23] D. Dijkkamp, Y. H. Min-Lee et W.L.Mc, Appl. Phys.Lett.51, 619 (1987).

[24] D. Vaufrey , Thèse de doctorat, UMR CNRS 5512 ; (2003).

[25] www.librecours.org/document/4/402.pdf.

[26] AYACHI Messaouda, Mémoire de magister en : Physique des Matériaux, Elaboration par la méthode sol gel spin coating et caractérisations des couches minces de ZnO, faculté des sciences et technologie Université de Jijel, 2012

[27]<https://www.google.com/url?sa=i&url=https%3A%2F%2Fwww.researchgate.net%2Ffigure%2FRepresentation-of-the-spin-coating-technique-for-the-deposition-of-a-flat-polymer->

film_fig3_30017092&psig=AOvVaw0u56069f_F0CoD8FTG7Cya&ust=1682338231553000&source=images&cd=vfe&ved=0CBEQjRxqFwoTCID0z7f8v_4CFQAAAAAdAAAAABAp

[28][https://www.google.com/url?sa=i&url=https%3A%2F%2Fwww.researchgate.net%2Ffigure%2FSchematic-representation-of-the-spin-coating-steps-associated-with-thin-PDOPT-](https://www.google.com/url?sa=i&url=https%3A%2F%2Fwww.researchgate.net%2Ffigure%2FSchematic-representation-of-the-spin-coating-steps-associated-with-thin-PDOPT-films_fig6_331231113&psig=AOvVaw0u56069f_F0CoD8FTG7Cya&ust=1682338231553000&source=images&cd=vfe&ved=0CBEQjRxqGAoTCID0z7f8v_4CFQAAAAAdAAAAABCWAQ)

films_fig6_331231113&psig=AOvVaw0u56069f_F0CoD8FTG7Cya&ust=1682338231553000&source=images&cd=vfe&ved=0CBEQjRxqGAoTCID0z7f8v_4CFQAAAAAdAAAAABCWAQ

[29][https://www.google.com/url?sa=i&url=https%3A%2F%2Fdocplayer.fr%2F80414056-Synthese-et-](https://www.google.com/url?sa=i&url=https%3A%2F%2Fdocplayer.fr%2F80414056-Synthese-et-etude-des-proprietes-physiques-des-couches-minces-de-sno-2.html&psig=AOvVaw2si6zwYr2zHYYtK2oCBRKs&ust=1682366153782000&source=images&cd=vfe&ved=0CBEQjRxqFwoTCPCm3LrkWP4CFQAAAAAdAAAAABAE)

etude-des-proprietes-physiques-des-couches-minces-de-sno-2.html&psig=AOvVaw2si6zwYr2zHYYtK2oCBRKs&ust=1682366153782000&source=images&cd=vfe&ved=0CBEQjRxqFwoTCPCm3LrkWP4CFQAAAAAdAAAAABAE

[30] L.C. Klein, Sol-gel Optics: Processing and applications, Kluwer academic publishers, London (1994).

[31] S.N. Baker and G.A. Baker, *Angew. Chem. Int. Ed.*, 49 (2010) 6726–6744.

[32] H. Li, Z. Kang, Y. Liu and S.-T. Lee, *J. Mater. Chem.*, 22 (2012) 24230–24253.

[33] J. Shen, Y. Zhu, X. Yang and C. Li, *Chem. Commun.*, 48 (2012) 3686–3699.

[34] PHILLIPS, J. C., Ionicity of the chemical bond in crystals, *Reviews of Modern Physics*, 42(3), p. 317, (1970).

[35] Ozgur, U and all; A comprehensive review of ZnO materials and devices, *Journal of Applied Physics*, 98(4), pp.041301–103, (2005)

[36] BENYAHIA El-Hachmi MEMOIRE Présenté pour obtenir le diplôme de Magister en Physique UNIVERSITE MENTOURI CONSTANTINE

[37] S. Y Kuo, W. Chun Chen, C. P Cheng, *Superlattices and microstructures* 39, 162-170(2006).

[38] R.Ghosh, G.K.Paul, D.Basak, *Materials research bulletin* 40, 1905-1914 (2005).

[39] E. M. Bachari, G. Baud, S. Ben Amor, M. Jacquet, *Thin Solid Films* 348, 165 (1999)

[40] D. Bao, H. Gu, A. Kuang, *Thin solid films* 312, 37 (1998).

[41] M. Rebien, W. Henrion, M. Bär, Ch.-H. Fischer, *App. Phys. Lett.*, 80, 3518 (2002).

[42]- [http:// www.cn-zinc-oxide.eu/product.htm](http://www.cn-zinc-oxide.eu/product.htm)

[43] J. M. Davidson, C. H. Lawrie, and K.sohail *Ind. Eng. Chem. Res.*, 34, 2981 (1995).

[44] T.J. Bukowski, K. Mccarthy, F. Mccarthy, G. Teowee, T.P. Alexandre, D.R. Uhlmann, J.T. Dawley, and B.J.J Zelinski, *Intergrated Ferroelectrics*, 17 (1997) 339.

[45] A. Dal-corso, M. Posternak, R. Resta, A. Balderesci, *Phys.Rev.*, B 50 (1994)

- [46] C.R. Gorla, N.W. Emanetoglu, S. Liang, W.E. Mayo, Y. Lu, M. Wraback *J.App.Phys.*, 85 (1999) 2595.
- [47] H. Kitaboyashi, and P.M. Smith, *IEEE. Trans. Ultrason. Ferroelectr. Feq. Control*, 48 1 (2001) 249.
- [48] J. Muller, S. Weissenrieder, *Fresenius J. Anal. Chem.*, 349 (1994) 380. [50] H. Nanto, S. Tsubakino, T. Kawai, M. Ikeda, S. Kitagawa, M. Harara, *J. Mater. Sc.*, 29 (1994) 6529.
- [49] Soumia Fenkouh, "Elaboration et caractérisation de couches minces de sulfure de plomb PbS", mémoire de master, Université Frères Mentouri Constantine, Algérie (2015).
- [50] Kouissa Said, "Matériaux Pour Détecteurs Infrarouges: Propriétés et Caractérisations", Thèse de doctorat, Université Constantine 1, Algérie (2013);
- [51] S. Thangavel, S. Ganesan, K. Saravanan, "Annealing effect on cadmium in situ doping of chemical bath deposited PbS thin films", *Thin Solid Films* 520 (2012) 5206–5210.
- [52] Baligh Touati, Abdelaziz Gassoumi, Salem Alfaify, Najoua Kamoun-Turki, "Optical, morphological and electrical studies of Zn:PbS thin films", *Materials Science in Semiconductor Processing* 34 (2015) 82–87;
- [53] Mosiori, Cliff Orori, Njoroge, Walter N., Okumu, John, "Optical and Electrical Properties of Pbs Thin Films Grown by Chemically Bath Deposition [CBD] at Different Lead Concentrations", *IJARPS* 1-1 (2014) 25-32;
- [54] A. U. Ubale, A. R. Junghare, N. A. Wadibhasme, A. S. Daryapurkar, R. B. Mankar, V. S. Sangawar, "Thickness Dependent Structural, Electrical and Optical Properties of Chemically Deposited Nanopartical PbS Thin Films", *Turk J. Phys.* 31 (2007) ;
- [55] Richard Dalven, "A Review Of the Semiconductor Properties of PbTe, PbSe, PbS and PbO", *Infrared Physic*, 9 (1969) 141-184 ;
- [56] H. C.Liu and F.Capasso, *Intersubband Transitions in Quantum wells: Physics and Device Applications I*, *Semiconductor and Semimetals* (2000) 62;
- [57] J. L. Pan and C. G. Fonstad, *Mat. Sci. and Eng.* 28 (2000) 65;
- [58] B.R.Nag, *physics of quantum well devices*, Kluwer Academic Publishers(2000);
- [59] Ronen Gertman, Anna Osherov, Yuval Golan, Iris Visoly-Fisher, "Chemical bath deposited PbS thin films on ZnO nanowires for photovoltaic applications", *Thin Solid Films* 550 (2014) 149–155;
- [60] J. Hernandez-Borja, Y.V. Vorobiev, R. Ramirez-Bon, "Thin film solar cells of CdS/PbS chemically deposited by an ammonia-free process", *Solar Energy Materials & Solar Cells* 95 (2011) 1882–1888;

- [61] Senthilkumaar S., Porkodi K., Gomathi R., Geetha Maheswari A., Manonmani N., Sol-gel derived silver doped nanocrystalline titania catalysed photodegradation of methylene blue from aqueous solution. *Dyes and Pigments*. 69 (2006) 22–30
- [62] https://www.google.com/url?sa=i&url=http%3A%2F%2Fwww.nanosmile.org%2Findex.php%2Ffr%2Fprecautions%2Fnano-materiaux%2Fnano-%2F473-l-approche-bottum-up&psig=AOvVaw0AsRM_XE80gnPygKjjMXbo&ust=1682375396079000&source=images&cd=vfe&ved=0CBEQjRxqFwoTCJC-0vGGwf4CFQAAAAAdAAAAABAE
- [63] S. Horikoshi et N. Serpone, « Introduction to Nanoparticles », in *Microwaves in Nanoparticle Synthesis*, 1re éd., S. Horikoshi et N. Serpone, Éd. Wiley, 2013, p. 1-24. doi:10.1002/9783527648122.ch1.
- [64] Afsset, « Les nanomatériaux : effets sur la santé de l’homme et sur l’environnement », 2006.
- [65] R.J. Aitken., K.S.Creely., C.L Tran., Nanoparticles: An occupational hygiene review, Research Report 274, Health & Safety Executive (2004).
- [66] TABAI Wissam, DJOUDI Djamel, et GOSSA Haithem, « Etude bibliographique sur la synthèse verte des nanoparticules métalliques », Mémoire de fin d’études de master, Université Echahid Hamma Lakhdar, EL OUED, 2021.
- [67] M. BOUMLID et S. KHELIFET, « Synthèse et Caractérisation des Nanoparticules à base de Nickel », Mémoire de fin d’études de master en chimie appliquée, Université Saad Dahleb, USDB, Blida, 2020.
- [68] F. Greco et al., « Reprotoxicité des nanoparticules », *Gynécologie Obstétrique Fertil.*, vol. 43, no 1, p. 49-55, janv. 2015, doi: 10.1016/j.gyobfe.2014.11.014.
- [69] ILZSG, International Lead and Zinc Statistics, (2019).
- [70] V. A. Coleman et C. Jagadish : Zinc oxide bulk thin films and nanostructures processing properties and applications gainesville. FL, USA, (2006) 1-20
- [71] C. Klingshirn, ZnO: from basics towards applications, *phys. stat. sol. b* 244 (2007) 3027-73
- [72] D. Klimm, S.Ganschow, D.Schulz, R.Bertram, R.Uecker, P.Reiche, R.Fornari, Growth of oxide compounds under dynamic atmosphere composition, *J. Crystal Growth* 311 (2009) 534–536.
- [73] S. Navarro, J. Fenoll, N. Vela, E. Ruiz, G. Navarro, Photocatalytic degradation of eight pesticides in leaching water by use of ZnO under natural sunlight, *J. Hazard. Mater.*, 172 (2009) 1303–1310.
- [74] S. Lathasree, A.N. Rao, B. Sivasankar, V. Sadasivam, K. Rengaraj, Heterogeneous photocatalytic mineralisation of phenols in aqueous solutions, *J. Mol. Catal. A Chem.*, 223 (2004) 101–105.
- [75] X. Yang et N. C. Giles, Hall effect analysis of bulk ZnO comparing different crystal growth techniques,

Journal of Applied Physics 105 (2009) 063709.

[76] M. Vaseem, A. Umar, Y.-B. Hahn, ZnO Nanoparticles: Growth, Properties, and Applications, Metal Oxide Nanostructures and Their Applications, 5(2010)1-36

[77] L. Truffault, "Synthèse et caractérisation de nanoparticules à base d'oxydes de cérium et de fer pour la filtration des UV dans les produits solaires," 2010.

[78] S. Venkatachalam, Y. Iida, and Y. Kanno, "Preparation and characterization of Al doped ZnO thin films by PLD," Superlattices and Microstructures, vol. 44, pp. 127-135, 2008.

[79] V. Kumar et S. K. Yadav, « Plant-mediated synthesis of silver and gold nanoparticles and their applications », J. Chem. Technol. Biotechnol., vol. 84, no 2, p. 151-157, 2009, doi: 10.1002/jctb.2023.

[80] K. Ahlem, « Synthèse écologique des nanoparticules des oxydes de cuivre et application photocatalytique. », Université des Frères Mentouri, CONSTANTINE, 2018

[81] X. Wang, J. Song, J. Liu, and Z. L. Wang, "Direct-current nanogenerator driven by ultrasonic waves," Science, vol. 316, pp. 102-105, 2007.

[82] K. Ellmer, "Past achievements and future challenges in the development of optically transparent electrodes," Nature Photonics, vol. 6, p. 809, 2012.

[83] S. Ameen, M. S. Akhtar, and H. S. Shin, "Highly dense ZnO nanowhiskers for the low level detection of p-hydroquinone," Materials Letters, vol. 155, pp. 82-86, 2015.

[84] Y. Chen and S. Ma, "Preparation and photoluminescence studies of high-quality AZO thin films grown on ZnO buffered Si substrate," Materials Letters, vol. 162, pp. 75-78, 2016.

[85] F. Fan, Y. Feng, P. Tang, and D. Li, "Facile synthesis and photocatalytic performance of ZnO nanoparticles self-assembled spherical aggregates," Materials Letters, vol. 158, pp. 290-294, 2015.

[86] U. K. Parashar, P. S. Saxena, and A. Srivastava, "Bioinspired synthesis of silver nanoparticles," Digest Journal of Nanomaterials & Biostructures (DJNB), vol. 4, 2009.

[87] N. Thovhogi, A. Diallo, A. Gurib-Fakim, and M. Maaza, "Nanoparticles green synthesis by Hibiscus sabdariffa flower extract: main physical properties," Journal of Alloys and Compounds, vol. 647, pp. 392-396, 2015.

[88] Z. L. Wang, "Zinc oxide nanostructures: growth, properties and applications," Journal of physics: condensed matter, vol. 16, p. R829, 2004.

[89] S. Saha, S. K. Arya, S. Singh, K. Sreenivas, B. Malhotra, and V. Gupta, "Nanoporous cerium oxide thin film for glucose biosensor," Biosensors and Bioelectronics, vol. 24, pp. 2040-2045, 2009.

- [90] T. Y. Tiong, C. F. Dee, A. A. Hamzah, B. Y. Majlis, and S. A. Rahman, "Enhancement of CuO and ZnO nanowires methanol sensing properties with diodebased structure," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 202, pp. 1322-1332, 2014.
- [91] P. K. Kannan, R. Saraswathi, and J. B. B. Rayappan, "CO₂ gas sensing properties of DC reactive magnetron sputtered ZnO thin film," *Ceramics International*, vol. 40, pp. 13115-13122, 2014.
- [92] Q. Ahsanulhaq, J. H. Kim, and Y.-B. Hahn, "Etch-free selective area growth of well-aligned ZnO nanorod arrays by economical polymer mask for large-area solar cell applications," *Solar Energy Materials and Solar Cells*, vol. 98, pp. 476-481, 2012.
- [93] D. S. Cha and M. S. Chinnan, "Biopolymer-based antimicrobial packaging: a review," *Critical reviews in food science and nutrition*, vol. 44, pp. 223-237, 2004.
- [94] O. Yamamoto, "Influence of particle size on the antibacterial activity of zinc oxide," *International Journal of Inorganic Materials*, vol. 3, pp. 643-646, 2001.
- [95] M. Xu, D. Fujita, S. Kajiwara, T. Minowa, X. Li, T. Takemura, et al., "Contribution of physicochemical characteristics of nano-oxides to cytotoxicity," *Biomaterials*, vol. 31, pp. 8022-8031, 2010.
- [96] D. Krishnan and T. Pradeep, "Precursor-controlled synthesis of hierarchical ZnO nanostructures, using oligoaniline-coated Au nanoparticle seeds," *Journal of Crystal Growth*, vol. 311, pp. 3889-3897, 2009.
- [97] Hameed, A., Sarwar, R., & Khalid, N. R. (2017). Applications of zinc oxide nanoparticles in wastewater treatment - A review. *Materials Science and Engineering: C*, 76, 1458-1474.
- [98] Wang, X., & Li, Y. (2012). Photocatalytic water treatment: recent advances and future perspectives. *Journal of Hazardous Materials*, 211-212, 1-12

Chapitre II:

- [1] Flynn, K. J., Fasham, M. J., & Hipkin, C. R. (1997). Modelling the interactions between ammonium and nitrate uptake in marine phytoplankton. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series B: Biological Sciences*, 352(1361), 1625-1645.
- [2]
https://ar.wikipedia.org/wiki/%D8%BA%D8%A7%D8%A8_%D8%B9%D9%85%D9%84%D8%A7%D9%82
- [3] Neto, C. P. (1997). seca A, Nunes AM, Coimbra MA, Domingues F, Evtuguin D, Silvestre A, Cavaleiro JAS. Variations in chemical composition and structure of macromolecular components in different morphological regions and maturity stages of *Arundo donax*. *Industrial Crops and Products*, 6(1), 51-58.
- [4] Aouf, D., Henni, A., Selloum, D., Khane, Y., Fenniche, F., Zerrouki, D., ... & Dizge, N. (2023). Facile preparation and characterization of nanostructured ZnS/PbS heterojunction thin films for enhanced microbial inhibition and photocatalytic degradation. *Materials Chemistry and Physics*, 295, 127059.

- [5] https://www.researchgate.net/figure/Schema-du-principe-de-fonctionnement-du-MEB_fig11_302890582
- [6] A. sadek Kadari, Y. Khane, A.N. Ech-Chergui, A. Popa, D. Silipas, F. Bennabi, A. Zoukel, E. Akyildiz, K. Driss-Khodja, B. Amrani, Growth, properties and photocatalytic degradation of congo red using Gd: ZnO thin films under visible light, *Inorg. Chem. Commun.* (2022) 109626.
- [7] Y. Khane, K. Benouis, S. Albukhaty, G.M. Sulaiman, M.M. Abomughaid, A. Al Ali, D. Aouf, F. Fenniche, S. Khane, W. Chaibi, Green synthesis of silver nanoparticles using aqueous Citrus limon zest extract: Characterization and evaluation of their antioxidant and antimicrobial properties, *Nanomaterials*. 12 (2022) 2013.
- [8] F. Fenniche, A. Henni, Y. Khane, D. Aouf, N. Harfouche, S. Bensalem, D. Zerrouki, H. Belkhalifa, Electrochemical Synthesis of Reduced Graphene Oxide–Wrapped Polyaniline Nanorods for Improved Photocatalytic and Antibacterial Activities, *J. Inorg. Organomet. Polym. Mater.* (2022) 1–15.
- [9] Ram S, Vajpayee P, Shanker R. Contamination of potable water distribution systems by multiantimicrobial-resistant enterohemorrhagic *Escherichia coli*. *Environ Health Perspect.* 2008 Apr;116(4):448-52. doi: 10.1289/ehp.10809. PMID: 18414625; PMCID: PMC2290977.
- [10] Tice AD, Pombo D, Hui J, Kurano M, Bankowski MJ, Seifried SE. Quantitation of *Staphylococcus aureus* in seawater using CHROMagar SA. *Hawaii Med J.* 2010 Jan;69(1):8-12. PMID: 20222490; PMCID: PMC3104624.
- [11] National Committee for Clinical Laboratory Standards. (2001). Development of in vitro susceptibility testing criteria and quality control parameters. Approved guideline M23–A2. Wayne, PA: NCCLS.
- [12] Fenniche, F., Henni, A., Khane, Y. et al. Electrochemical Synthesis of Reduced Graphene Oxide–Wrapped Polyaniline Nanorods for Improved Photocatalytic and Antibacterial Activities. *J Inorg Organomet Polym* 32, 1011–1025 (2022). <https://doi.org/10.1007/s10904-021-02204-w>.

Chapitre III :

- [1] Vadlapudi, V., & Amanchy, R. (2017). Phytofabrication of silver nanoparticles using *Myriostachya wightiana* as a novel bioresource, and evaluation of their biological activities. *Brazilian Archives of Biology and Technology*, 60.
- [2] H. Zhang, D. Yang, Y. Ji, X. Ma, J. Xu and D. Que, *J. Phys. Chem. B*, 2004, 108, 3955.
- [3] Fageria Pragati ,Subhashis Gangopadhyay ,Surojit Pande, Synthesis of ZnO nano-particles and their photocatalytic application using UV and visible light, 2014N. Y. 36 (1998) 159–175.
- [4]https://www.researchgate.net/publication/263672807_Synthesis_of_ZnOAu_and_ZnOAg_nano-particles_and_their_photocatalytic_application_using_UV_and_visible_light/citation/download
- [5] Aouf, D., Henni, A., Selloum, D., Khane, Y., Fenniche, F., Zerrouki, D., ... & Dizge, N. (2023). Facile preparation and characterization of nanostructured ZnS/PbS heterojunction thin films for enhanced microbial inhibition and photocatalytic degradation. *Materials Chemistry and Physics*, 295, 127059.

[6]Durmus, A., Colak, H., & Karakose, E. (2019). Production and examination of ZnO thin film for first time using green synthesized method from aqueous Citrus reticulata peel extract. *Journal of Alloys and Compounds*, 809.

[7] R. Dadi, Synthèse de nanoparticules d 'oxydes métalliques et leur activité antibactérienne, (2019

Annexes

Milieu de culture solide pour les bactéries

✓ Gélose Mueller Hinton (GMH) (Sigma- Aldrich)

Elle porte les caractéristiques suivantes :

- infusion de viande de bœuf : 300,0 ml
- peptone de caséine : 17,5 g
- amidon de maïs : 1,5 g
- agar : 17,0 g
- pH = 7,4

Donc : 38g de poudre GMH dans un 1L d'eau distillé, sont stérilisés à l'autoclave pendant 90 minutes à 120°C, puis stockés à une température ambiante.

Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'enseignement supérieur

Et de la recherche scientifique
université de Ghardaïa



incubateur université de Ghardaïa

Projet visant à obtenir un certificat d'entreprise émergente conformément à la décision ministérielle 1275.

Production des nanomatériaux pour traitement et désinfection de l'eau

Smart-NM-H₂O purification



Le nom commercial

AQUALAYER TECH

Année Universitaire : 2022/2023

L'équipe de projet

1- équipe de supervision:

L'équipe de supervision	
Encadreur : Khane Yasmina	Spécialité Chimie analytique et environnement
Co-Encadreur : Aouf Djaber	Spécialité Génie chimique

2- L'équipe de travail

L'équipe de projet	Spécialité	Faculté
Babennette Lokman	Génie des procédés	Faculté des Sciences et de la Technologie
Fekhar Ahmed Moncef	Génie des procédés	Faculté des Sciences et de la Technologie

Table des matières:

Chapitre 1 : Introduction du projet

Chapitre 2 : Aspects innovants

Chapitre 3 : Analyse stratégique du marché

Chapitre 4 : Plan de production et d'organisation

Chapitre 5 : Plan financier

Chapitre 6 : Prototype expérimental initial

Chapitre 1 : Introduction du projet

Idée du projet (Solution proposée) :

Malgré les avancées technologiques actuelles, la lutte contre l'évolution des bactéries pathogènes et des polluants industriels, qui représentent une menace grave pour la vie des êtres vivants et des êtres humains, reste un défi constant. Selon l'Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture (FAO), environ 20 % de la pollution de l'eau dans le monde est due aux activités industrielles, y compris l'utilisation de colorants dans l'industrie textile et de la teinture. Selon l'Organisation mondiale de la santé (OMS), environ 1,8 milliard de personnes dans le monde utilisent une source d'eau potable contaminée par des matières fécales, ce qui peut inclure des bactéries pathogènes et estime que chaque année, environ 485 000 décès sont dus à des maladies diarrhéiques liées à l'eau contaminée par des bactéries et d'autres agents pathogènes.



Dans un contexte de rareté croissante de l'eau et de défis environnementaux croissants, la capacité de convertir les eaux usées en une source secondaire d'eau pure représente une avancée majeure. Il est donc

nécessaire de rechercher de nouvelles stratégies, telles que des matériaux efficaces, pour lutter contre ces menaces et garantir le confort, la santé et la propreté.

Les matériaux à base de nanotechnologie, notamment sous forme des couches minces, ont suscité un grand intérêt de la part des chercheurs et sont largement utilisés dans le domaine du traitement de l'eau, en raison de leurs propriétés de surface, de leur forme et de leur taille exceptionnelles par rapport à leurs homologues plus grands. Dans cette optique, il est important de développer et de concevoir des matériaux antimicrobiens et photocatalytique respectueux de l'environnement.

L'objectif principal de ce projet est de développer un nouveau profil de nanocomposites (NCs) à base d'oxydes métalliques/métaux mixtes et d'étudier leur activité photoacatalytique et antimicrobienne en raison de leurs bonnes propriétés physiques et chimiques, de leur faible pollution secondaire, de leur stabilité, de son efficacité, de sa mobilité électronique élevée, de sa non-toxicité, de sa facilité de préparation et facile a utiliser pour traitement.

Cela sera réalisé par la fabrication d'une unité de traitement avec l'installation des couches minces. La région de Ghardaïa a été choisie en raison de sa proximité avec les oasis (marais) et de sa disponibilité en matière première (la canne à sucre)

2 . Valeurs proposées:

La valeur ajoutée que le projet apportera :

- ❖ Notre projet propose une nouvelle approche innovante qui n'avait pas été proposée auparavant grâce à la technologie des nanomatériaux.
- ❖ Le produit est largement utilisé en tant que matériau photocatalytique et antimicrobien respectueux de l'environnement.

- ❖ Nous proposons des suggestions qui répondent aux désirs, aux conditions et aux besoins du client (revêtements minces ; poudre).
- ❖ Il aide le client dans le domaine de la désinfection (antimicrobiens et catalyseurs photoactifs) en raison de ses bonnes propriétés physiques et chimiques.
- ❖ Coût de production réduit grâce à l'utilisation d'une technologie avancée.
- ❖ Réduction des risques d'intoxication pour les clients lors de l'achat du produit, car il est naturel (extrait végétal) et nous offrons des garanties telles qu'un essai gratuit pour le client.
- ❖ Notre produit est disponible pour les clients grâce à des services de transport, de distribution et de commande en ligne (réseaux sociaux, page officielle).
- ❖ Le produit est facile à utiliser pour le client, avec la fourniture d'une fiche descriptive et d'un guide d'utilisation.

3. L'équipe de travail

L'équipe du projet est composée des membres suivants:

Étudiant 01 : Babenette Lokman, spécialisation : Génie chimique. Son rôle comprend le contrôle de la qualité, la recherche et le développement afin d'obtenir une licence académique en génie des procédés.

Étudiant 02 : Fekhar Ahmed Moncef, spécialisation : Génie chimique. Son rôle comprend la gestion de projet, la recherche sur les marchés et le marketing en raison de son expérience dans le domaine du commerce et du marketing.







Encadreurs : Khane Yasmina, spécialité : doctorat chimie analytique et l'environnement. Son rôle est le suivi des procédés de synthèse chimique et d'amélioration de produit est d'apporter une expertise et un soutien technique aux membres de l'équipe. Elle aide à définir les méthodologies expérimentales, à concevoir les expériences et à analyser les résultats obtenus.

Co-Encadreurs : Aouf Djaber, spécialité : doctorat Génie chimique. , grâce à sa spécialité, il peut fournir des conseils techniques, des recommandations et des solutions aux problèmes rencontrés dans le projet, il est fourni un encadrement supplémentaire et une expertise spécifique dans le domaine.

4. Les objectifs du projet

- ✚ Notre objectif à travers notre projet est de devenir le produit numéro 1 sur le marché local au cours des trois premières années, et en Algérie au cours des cinq premières années.
- ✚ Atteindre une part de marché couvrant 50 % de la production nationale totale.
- ✚ Réduire la pollution de l'eau et trouver une solution pour réutiliser l'eau après traitement.

5. Un calendrier pour la réalisation du projet:

7	6	5	4	3	2	1		
					✓	✓	Les études préliminaires comprennent la sélection de l'emplacement de l'unité de production et la préparation des documents requis.	
				✓	✓		Demande d'approvisionnement à l'étranger	
			✓	✓	✓		Construction d'un siège de production.	
		✓	✓	✓			Installation des équipements.	
	✓						Acquisition des matières premières.	
✓							Début de la production du premier produit.	

Chapitre 2 : les aspects innovants.

1. Nature des innovations :

1. Innovation radicale : Les aspects innovants de notre projet résident dans le fait qu'il est :
 - ✓ Le premier projet en Algérie à produire des nanoparticules et des couches minces.
 - ✓ Technologies de désalinisation innovantes Le traitement des eaux usées et leur réutilisation
 - ✓ Gestion intégrée des ressources en eau
2. Innovation sur le marché : L'innovation sur le marché de la production de nano et de couches pour le traitement des eaux est :
 - ✓ Notre entreprise accorde une grande importance à la recherche et au développement pour créer des nanomatériaux et des membranes de pointe destinés au traitement des eaux. Grâce à notre expertise et à notre technologie de pointe, nous sommes en mesure de produire des nano et des couches innovantes qui éliminent efficacement les contaminants présents dans l'eau.
 - ✓ Ces nano et couches sont spécialement conçues pour offrir une filtration hautement efficace tout en minimisant les pertes d'eau et en réduisant la consommation d'énergie. Elles sont également durables et résistantes, ce qui permet une utilisation à long terme et une réduction des coûts de maintenance.
 - ✓ Nous nous engageons à respecter les normes environnementales les plus strictes et à contribuer à la préservation des ressources en eau. En proposant des solutions innovantes pour le traitement des eaux, nous aidons les industries, les municipalités et les particuliers à atteindre leurs objectifs en termes de qualité de l'eau et de durabilité.

3. Domaines d'innovation :

Les domaines d'innovation dans le traitement des eaux sont nombreux et continuent d'évoluer pour répondre aux besoins croissants en matière de gestion durable des ressources hydriques.

Voici quelques domaines d'innovation clés :

- ✓ Gestion intelligente des réseaux d'eau.
- ✓ Traitement des eaux usées.
- ✓ Technologies de filtration avancées.
- ✓ Réutilisation des eaux traitées.

Chapitre 3 : Analyse stratégique du marché

1. Offre du secteur de marché

Le marché potentiel comprend les propriétaires de piscines privées, éleveurs d'animaux aquatiques (poissons).

Le marché cible comprend tous les stations de filtration et de traitement de l'eau, entreprises industrielles.

Notre produit vise à améliorer l'efficacité du traitement des eaux, facilité le l'application et recyclage des eaux. Conclusion de contrats avec les clients pour garantir la vente du produit et assurer la fidélité du client.

2. Mesures d'intensité de la concurrence

Les principaux concurrents sur le marché algérien produisent principalement des produits à base de substances chimiques hautement toxiques :

Entreprises de désinfection, fabricants de produits de nettoyage...

➤ Points forts :

- ✓ présence de longue date sur le marché, puissance et réputation de la marque.

➤ Points faibles :

- ✓ utilisation de substances dangereuses et néfastes pour l'environnement (pollution des eaux souterraines), performances inférieures.

3. Les stratégies marketing

- ✓ Nous nous appuyons sur une stratégie marketing basée sur des prix attractifs grâce à notre capacité à maîtriser les coûts de production en utilisant une technologie avancée. De plus, nous comptons sur notre site web pour la distribution des produits et la gestion des commandes.
- ✓ Nous avons également mis en place une plateforme permettant aux clients de soumettre leurs plaintes et suggestions afin de les traiter dans les plus brefs délais, car nous plaçons le client au-dessus de tout.

Chapitre 4 : Plan de production et d'organisation

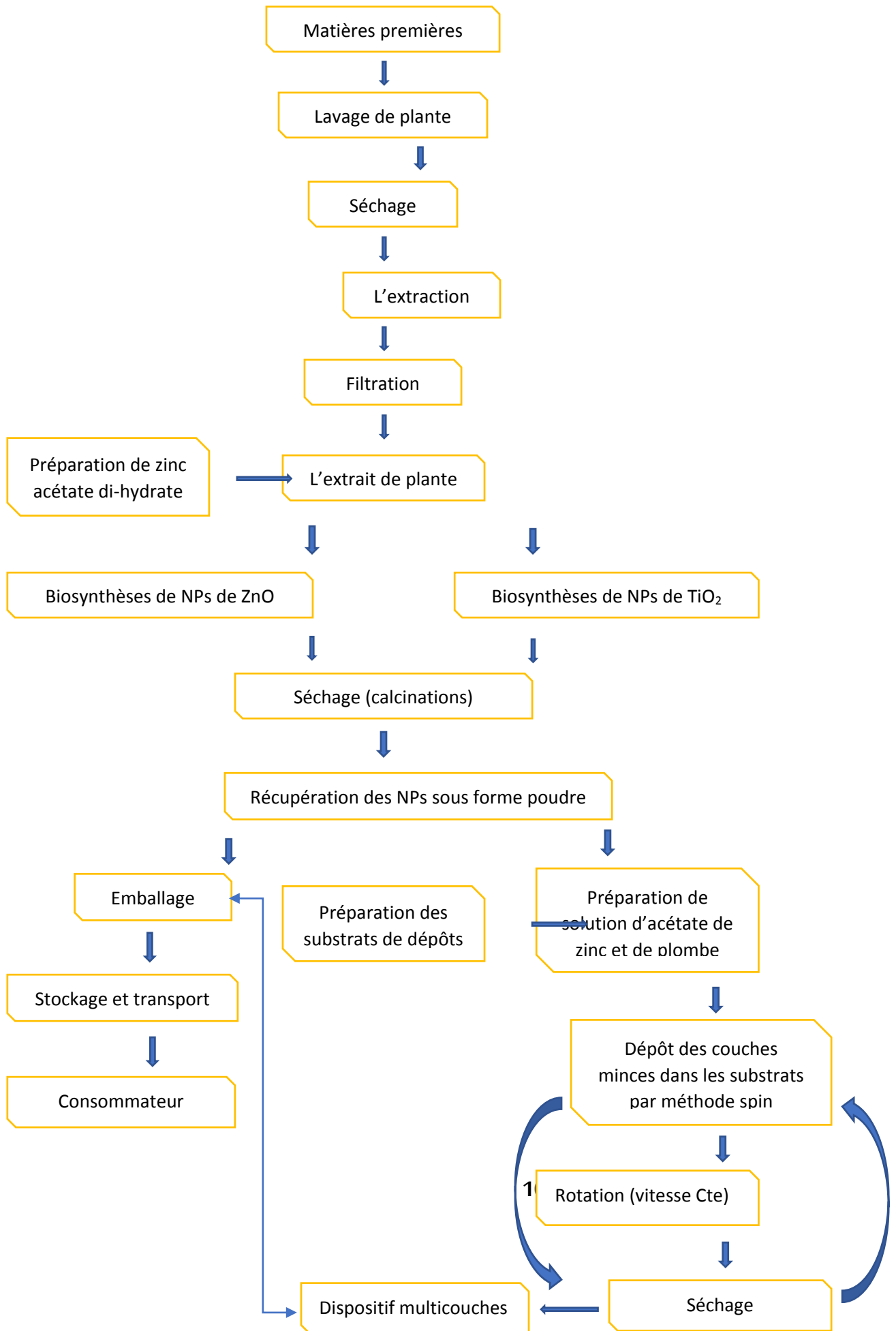
1. processus de production

La fabrication de nanostructures et de couches minces passe par plusieurs étapes afin d'obtenir un produit final efficace et performant. Les principales étapes du processus de production sont les suivantes :

L'acquisition des matières premières : Fournir tous les matériaux de base nécessaires, tels que

Zinc acétate di-hydrate	Propanol
Sodium hydroxyde	La plante (arundo donax)
Thiourea	Acide nitrique
Isopropanol	Ethanol
Méthanol	Acétone
Acétate de plomb	Les verres plats (substrats)
Acide acétique	

La fabrication : Après l'acquisition des matières premières et la préparation de l'espace de production avec tous les équipements nécessaires, nous entamons la phase de fabrication des nanoparticules selon le schéma suivant :



Le processus de fabrication commence après la préparation de l'espace de production avec tous les équipements nécessaires et l'acquisition des matières premières.

Tout d'abord, nous l'avons les feuilles de la plante, puis nous les séchons avant de les couper et de les broyer. Ensuite, nous les trempions dans de l'eau distillée pour extraire l'extrait végétal. Nous procédons ensuite à la filtration de l'extrait et ajoutons de l'acétate de zinc di-hydrate ou bien oxyde de titane pour la synthèse biologique des nanoparticules d'oxyde de zinc et d'oxyde de titane. Après filtration, nous les séchons pour obtenir une poudre sèche, ce qui est appelé nanoparticules.

Pour la fabrication des couches minces, nous préparons un substrat de dépôt en le lavant et en le purifiant dans un bain d'eau et de savon, suivi d'un acide citrique, d'éthanol et d'acétone. Ensuite, nous le séchons pour assurer la pureté de la surface. Ensuite, nous préparons les solutions de zinc et de plomb di-hydrate. En utilisant la méthode de revêtement par rotation (spin coating), nous créons des couches en versant des gouttes de solution sur la plaque fixée sur la machine qui tourne à une vitesse constante, puis nous les séchons. Nous répétons ces étapes 10 fois pour obtenir une plaque multicouche d'une épaisseur étudiée.

Adaptation du produit : Nous offrons la possibilité de vendre le produit fini et semi-fini selon les demandes et les besoins des clients, sous forme de poudre de nanoparticules et de couches minces appliquées sur des substrats.

Emballage : Une fois la fabrication terminée et la qualité du produit vérifiée, nous procédons à l'emballage pour le commercialiser et le consommer.

2. Approvisionnement:

Politique d'achat : Nous traitons directement avec les fabricants lors du processus d'achat, ce qui nous permet d'avoir un fournisseur régulier avec un prix négociable.

Cela nous permet également d'établir des relations solides avec l'entreprise financière en termes de fourniture d'équipements avancés pour la formation et la maintenance.

Principaux fournisseurs :

Méthode de paiement : Le paiement se fait par versements anticipés et le solde est réglé à la réception de la livraison.

Main-d'œuvre:

- Nombre de postes : Notre projet crée environ 13 emplois directs, qui peuvent être augmentés est :

Fonction	Nombre	Qualifications	Tâches
Ingénieur	2	Master en chimie	superviser le processus de production.
Techniciens	3	Expérience dans le domaine	Surveiller les machines
HSE	1	Master en HSE	Surveillance de sécurité, environnement
Ingénieures de la sante	2	Sans importance	Ménage,
Gardiens	3	Aptitude	Assurer la sécurité et la stabilité de l'entreprise
Gestion	1	Master en gestion + compétences des informatiques	Gérer l'entreprise et les informations
HR	1	Diplôme en RH	Gestion des ressources humaines
Comptable	1	Master en comptabilités	Préparation des états financiers

- Possibilité de recourir à la manutention.

Partenariats clés:

Les partenariats clés de notre projet ont été établis avec les fournisseurs en raison de leur importance pour la réussite du projet.

De plus, nous avons collaboré avec l'incubateur d'entreprises de l'Université de Ghardaïa, ainsi qu'avec Mme. Khane Yasmina, la superviseuse du projet, et son assistant Mr. Aouf djaber. Nous avons également bénéficié de l'infrastructure technologique pour l'analyse physique et chimique afin de mesurer et de garantir la qualité de nos produits. Nous avons également établi des engagements solides avec l'organisme de financement pour l'acquisition d'équipements avancés en ce qui concerne la formation et la maintenance

Chapitre 5 : Plan financier

1. Les coûts et les charges:

a. Les coûts du projet : Pour estimer les coûts et charges d'un projet de vente de stimulateurs de croissance des plantes renforcés par la technologie nanométrique, nous nous appuyons sur les éléments suivants :

- ✓ Coûts des matières premières : Cela inclut les coûts d'acquisition des stimulateurs et des matériaux nanométriques qui seront utilisés dans la fabrication des produits. Il est nécessaire de prendre en compte les prix des matières premières ainsi que les coûts de transport et de stockage.
- ✓ Coûts de recherche et développement : Une technologie avancée peut nécessiter des coûts supplémentaires liés à la recherche et au développement, notamment pour développer et tester la composition des produits afin d'en garantir l'efficacité. Ces coûts peuvent inclure l'embauche d'experts et l'utilisation d'équipements de laboratoire avancés.
- ✓ Coûts de fabrication : Une fois que la formule finale des stimulateurs renforcés par la technologie nanométrique est développée, il sera nécessaire de déterminer comment les fabriquer en quantités suffisantes pour la vente. Il faut tenir compte des coûts d'achat, de maintenance des équipements et de consommation d'énergie.

- ✓ Distribution et expédition : Il convient de calculer les coûts de distribution et d'expédition pour livrer les produits aux clients. Cela peut nécessiter la mise en place d'un réseau de distribution, l'assurance du transport et les coûts d'expédition.
- ✓ Marketing et ventes : Les coûts de marketing, de publicité et de vente doivent être pris en compte pour attirer les clients et augmenter les ventes.
- ✓ Coûts administratifs : Les coûts administratifs doivent également être pris en compte.
- ✓ Salaires des emplois

Le cout de production pour produire de 200 g de NPs et couches minces déposée en substrat 200×200 mm pendant 3 jours dans labo :

Charges	nombre	Prix [DZD]
Matière premières	-	1000
Equipment	-	800
Eau et Électricité	-	100
Coûts de main-d'œuvre	2	4800
Coûts du bâtiment	-	500
Total	-	8 500

Les revenus des NPs et des Couches minces :

Les revenus	Quantité	Prix [DZD]
Nanoparticules de ZnO	200 g	900
Couches minces ZnO/PbS	1 substrat de 40 000 mm ²	13 500
Totale		14 400

b. Méthodes et sources de financement :

- Prêt bilatéral : Nous envisageons de solliciter un prêt auprès d'une institution financière pour couvrir une partie des coûts du projet. Cela nous permettra de disposer des fonds nécessaires pour l'acquisition des équipements et des matières premières, ainsi que pour le démarrage des opérations.
- Prêt trilatéral : En plus du prêt bilatéral, nous explorons également la possibilité d'obtenir un prêt trilatéral, impliquant la participation d'un autre partenaire financier, pour renforcer davantage notre capacité financière et soutenir la croissance du projet.
- Accès à un partenariat avec un investisseur externe : Nous sommes ouverts à la possibilité de nouer un partenariat avec un investisseur externe qui partagerait notre vision et notre mission. Cela pourrait inclure un investissement en capital ou d'autres formes de collaboration financière.

c. Méthode de récupération des fonds :

- Vente des produits finis et semi-finis : Nous prévoyons de commercialiser nos produits finis ainsi que des produits semi-finis afin de générer des revenus.
- En offrant des produits de haute qualité, nous visons à attirer et fidéliser une clientèle solide, ce qui contribuera à la récupération de notre investissement initial et à la rentabilité continue de notre entreprise.

Chapitre 5 : Le prototype expérimental

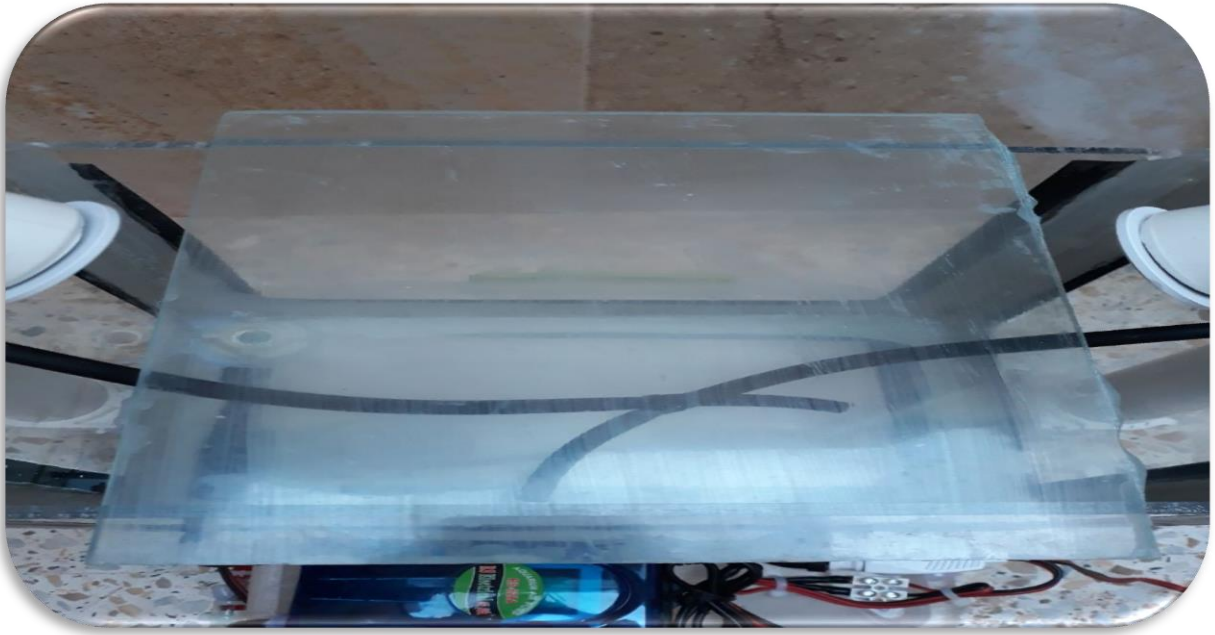
Le prototype initial est une version préliminaire du produit ou du service qui est fabriquée et utilisée comme base pour le développement en vue de la commercialisation officielle du produit final sur le marché. En général, l'utilisation de nanoparticules dans le traitement de l'eau comprend plusieurs étapes clés. Elle commence par la conception des propriétés souhaitées des nanoparticules, suivie de leur préparation à l'aide de différentes techniques. Ces particules sont ensuite appliquées dans le processus de traitement de l'eau, où leur performance est surveillée et évaluée à travers des analyses et des caractérisations. Si elles ne répondent pas aux normes requises, le processus est amélioré et développé afin d'obtenir un modèle final qui atteint les performances souhaitées. Les nanoparticules utilisées dans le traitement de l'eau bénéficient de leur capacité d'absorption, d'échange et d'amélioration des processus d'élimination des polluants, tout en faisant face à certains défis techniques et économiques. L'utilisation de nanoparticules représente un domaine prometteur pour améliorer la qualité des ressources naturelles et préserver l'environnement.

- ✓ Les nanoparticules [produit semi final]

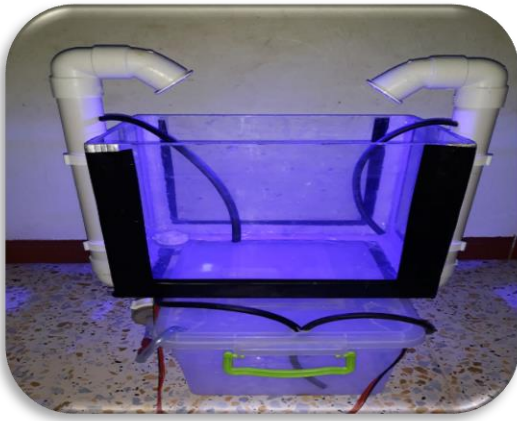


Nanoparticules de ZnO

✓ Les couches minces produit final :



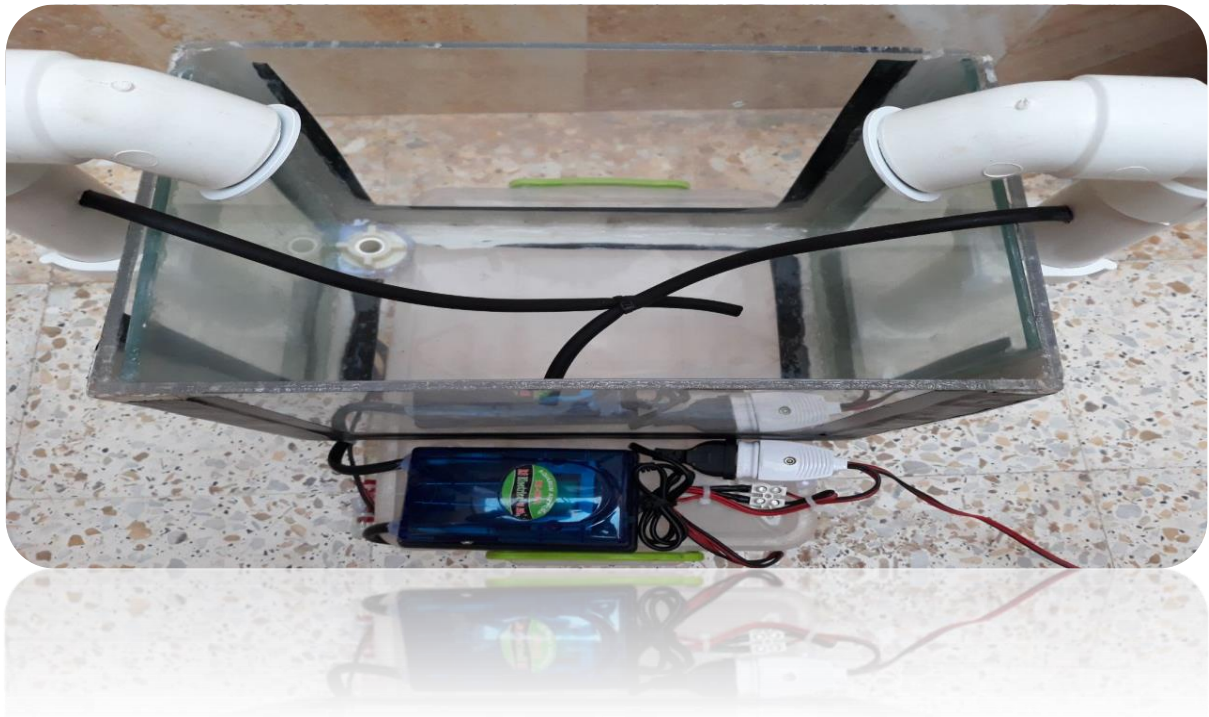
depot des couches minces dans le substrat



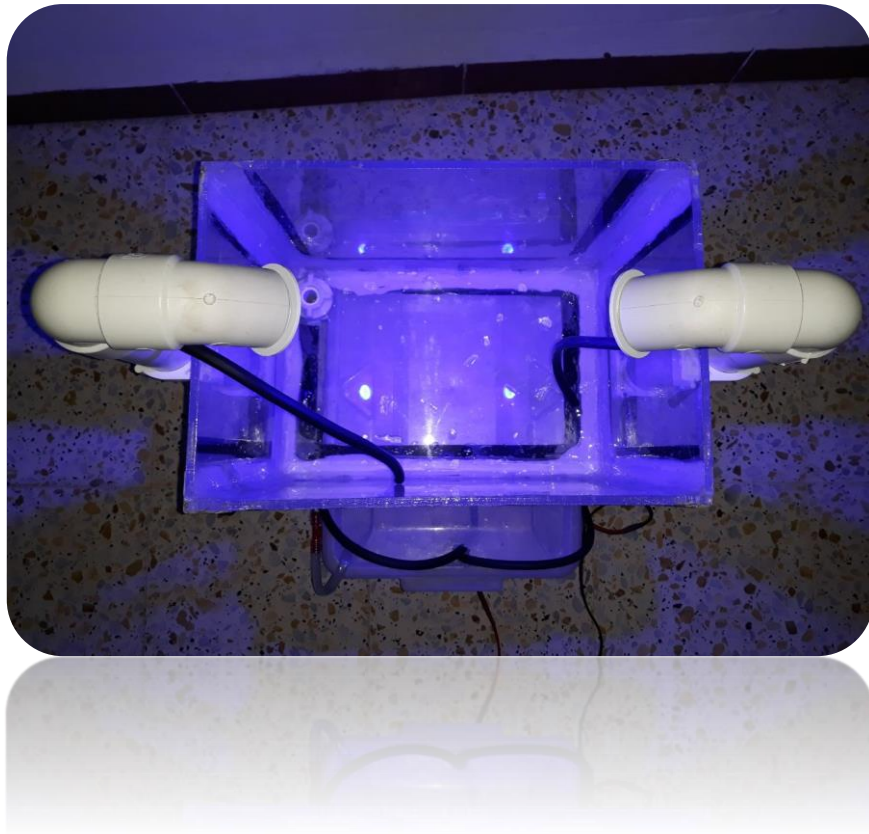


L' aquarium d'essaie

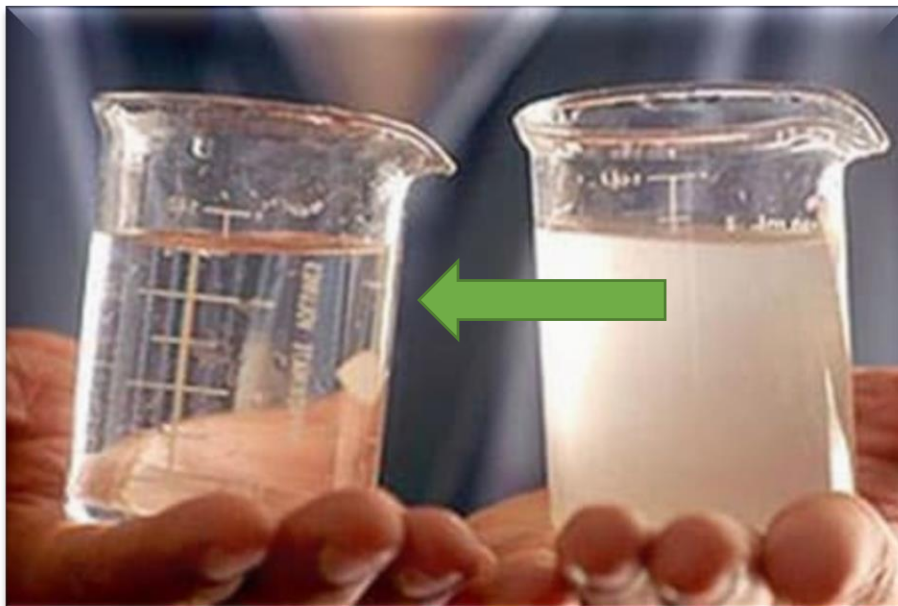
En fixe les substrats dans l'aquarium



Traitement de l'eau



Après le traitement



Le resultat final l'eau bien traitée et bien Clair

Business Model Canvas

Designed for:

AquaLayer Tech










Designed by:

Moncef Lokman

Date:

2022/2923

Version:

<p>Key Partners </p> <p>Les investisseurs La banque (assaf) Incubateur Les agriculteurs Société de distribution et de transport</p>	<p>Key Activities </p> <p>Achats de matière premières, Fabrication production des nanoparticules couches minces Emballage Stockage distribution</p>	<p>Value Propositions </p> <p>nos matériaux nano-systèmes et couches minces, nos clients bénéficient d'une valeur ajoutée considérable est produit efficace et haute qualité a leur capacité de photodegradation et photocatalytiques un prix abordable</p>	<p>Customer Relationships </p> <p>Prix négociables Communication claire: Bonne communication Discussion de toutes les questions Personnalisation des services nous visons à établir des relations de confiance à long terme avec nos clients</p>	<p>Customer Segments </p> <p>Nous cibons plusieurs marchés pour notre produit innovant: Le secteur du traitement de l'eau Le secteur de l'agriculture et de l'horticulture Le secteur des industries chimiques et pétrolières Les consommateurs intéressés par la préservation de l'environnement. propriétaires des piscines Les agriculteurs, Secteur pétrolier et gazier</p>
<p>Key Resources </p> <p>Ressources humaines environ 13 postes Ressources financières financier externe Ressources matérielles machines de fabrication Local Matières premier</p>	<p>Cost Structure </p> <p>Matières premières Coûts des bureaux et des équipements. Réparation d'équipement eau et électricité Frais d'expédition et de transport Matériel d'entretien et de nettoyage Salaires des employés Louer, Frais administratifs (taxes, assurances,...)</p>	<p>Revenue Streams </p> <p>Vente de produit final et demi-finale Louer des machines pour les autres entreprises ; Les publicités</p>	<p>Channels </p> <p>Nous utilisons plusieurs canaux pour interagir avec nos clients et faciliter l'accès. Les informations à nos produits: Réseaux sociaux la Page Officielle Site web Publicité dans les forums, conférences et expositions Lieu physique permanent</p>	



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة غرداية
حاضنة الاعمال الجامعية



رقم 57/العاصمة/2023

شهادة توطئة / تحضين "مشروع مبتكر ضمن قرار 1275"

أنا الممضي أسفله، السيد: طويطي فريد، مدير حاضنة الأعمال الجامعية لجامعة غرداية. الكائن مقرها الاجتماعي بالطب 3 بجامعة غرداية، غرداية 47000. أشهد أن الطالب /الطالبة التالية أسمائهم:

الكلية	التخصص	الطور الدراسي	رقم تسجيل الطالب	تاريخ ومكان الإزدياد	الاسم واللقب
العلوم والتكنولوجيا	هندسة الطرائق	ماستر سنة ثانية	181839082863	2000/12/04	باينات لقمان
العلوم والتكنولوجيا	هندسة الطرائق	ماستر سنة ثانية	181839082710	1999/01/21	فخار أحمد منصف

تحت إشراف الأستاذ /الاساتذة التالية أسمائهم

الكلية	التخصص	الرتبة	الاسم واللقب
العلوم والتكنولوجيا	هندسة الطرائق	أستاذ محاضر أ	جان ياسمين
العلوم والتكنولوجيا	هندسة الطرائق	أستاذ متعاقد	عوف جابر

تم احتضانه على مستوى حاضنة الأعمال لجامعة غرداية خلال السنة الجامعية 2022/2023 بمشروع تحت اسم: إنتاج مواد لمعالجة المياه بتقنية النانو (Smrt-NM-H2O purification)

تمت هذه الشهادة بطلب من المعني بالأمر، بما في حدود ما يسمح به القانون.

حرر في جامعة غرداية، بتاريخ: 02/04/2023



مسؤول حاضنة الأعمال
طويطي فريد

مدير الحاضنة

CERTIFICATE *Of* **PARTICIPATION**

Babennette Lokman

has participated in 2nd International Conference on Engineering, Natural and Social Sciences ICENSOS
2023on April 4 - 6, 2023 in Konya, Turkey

**PAPER
TITLE**

Preparation, characterization and application of PbS/ZnO thin films

PRESENTATION TYPE

Oral



**ICENSOS 2023 CONFERENCE CHAIRMAN
Asst. Prof. Dr. Umut ÖZKAYA**

CERTIFICATE *Of* **PARTICIPATION**

Fekhar Ahmed Moncef

has participated in 2nd International Conference on Engineering, Natural and Social Sciences ICENSOS
2023on April 4 - 6, 2023 in Konya, Turkey

**PAPER
TITLE**

Preparation, characterization and application of PbS/ZnO thin films

PRESENTATION TYPE

Oral



**ICENSOS 2023 CONFERENCE CHAIRMAN
Asst. Prof. Dr. Umut ÖZKAYA**

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur Et de La Recherche Scientifique

Faculté des sciences et Technologie
Département génie Des procédés

جامعة غرداية



كلية العلوم و التكنولوجيا
قسم هندسة الطرائق

Université de Ghardaïa

Autorisation d'impression finale d'un mémoire de master

	Nom et prénom	Signature
Examineur 1	SEBA Hadj Yahia	
Examineur 2	TOUAITI Farid	
Encadreur	KHANE Yasmina	
Co-encadreur	AOUF Djaber	

Soussigne Mr:SEBA Hadj Yahia

Président de jury des étudiant (s) : BABENETTE Lokman

FEKHAR Ahmed Moncef

Filière :Génie des procédés : Spécialité :Génie chimique

Thème : Préparation, caractérisation et applications des couches minces à base des métaux
Nanomatériaux

Autorise le (s) étudiant (s) mentionné (s) ci-dessus à imprimer et déposer leur (s) manuscrit final
au niveau du département.

Ghardaïa le:.....

Le président de jury

Le chef de Filière

Le chef de département

مسبح العاج وحي