

Synthèse par Sol-gel et caractérisation structurale et optique de nano poudres de ZnO pures et dopées en Aluminium(0.1, 0.5 0.75 , 1 , 5 , 7,10,15 et 20.%)

Le premier chapitre est consacré à une description générale de l'oxyde de zinc ,dans une première partie, nous nous intéressons à un état de l'art de ses principales propriétés telles que sa structure cristalline, sa structure de bandes électroniques , ses caractéristiques électriques et optiques. Puis nous poursuivons en présentant les domaines des applications de l'oxyde de zinc (comprend les résultats d'une recherche bibliographique). Enfin nous terminons ce chapitre par l'étude de dopage suivant les types et les méthodes de dopage.

Le chapitre 2 décrit la technique d'élaboration et les méthodes de Caractérisation utilisées pour réaliser le travail de thèse.

La première partie de Ce chapitre aborde le système de dépôt utilisé pour la fabrication des nanostructures de l'oxyde de zinc (ZnO) en l'occurrence la technique de Sol-gel Cette méthode présente l'avantage d'être simple. La deuxième partie traite les différentes méthodes de caractérisation utilisées pour analyser la structure, les propriétés optiques et électriques des nanostructures de d'oxyde de zinc (ZnO).

La synthèse de nanoparticules représente un domaine important dans l'industrie et suscite beaucoup de curiosité scientifique. Les applications couvrent un large domaine comme le bâtiment (ciment, plâtre, peinture,...), la chimie fine (réactifs, supports de catalyseurs, catalyseurs,...) et médical(Produits cosmétiques, pansement dentaire, prothèses, ...).

Aujourd'hui, l'enjeu scientifique et technique se situe au niveau de l'élaboration des nanoparticules, et notamment le contrôle de leur taille et leur morphologie.

Dans ce chapitre nous mentionnons quelques méthodes d'élaboration, des nanoparticules.

Nous détaillerons ensuite le procédé sol-gel utilisé dans ce these pour la préparation des poudres de ZnO pur et dopées avec l'aluminium.

Le chapitre 3 sont discutées les résultats de notre travail d'élaboration et de caractérisation des nanopoudres d'oxyde de zinc pures et dopées à l'Aluminium. L'élaboration a été faite par chimie -douce ,et la caractérisation a utilisé la diffraction des rayons R X (DRX) pour l'étude des propriétés structurales des nanopoudres pures et dopées Al ,la microscopie électronique à balayage (MEB) pour déterminer leur morphologie et leur microstructure, l'infra-rouge par transformation de Fourier (IRTF) en vue de déterminer les

différentes liaisons qui y sont présentes et enfin la spectroscopie UV-visible pour l'étude des propriétés optiques.

Nous avons porté notre attention, plus particulièrement, sur l'interprétation des effets du dopage avec Al_2O_3 et avec AlCl_3 sur les propriétés structurales et optiques, par comparaison avec celles des poudres non dopées.

Donc l'objectif de ce travail a porté sur l'élaboration et l'étude des propriétés structurales et optiques ainsi que la morphologie des nanopoudres de ZnO , partant du fait que la diminution de la taille des grains, jusqu'à l'échelle nanométrique, présente des propriétés physiques nouvelles et ouvre des perspectives prometteuses en terme d'applications dans différents domaines.

Nous rapportons aussi l'effet de dopage et de températures de recuit sur les propriétés structurales et optique de ZnO synthétisé à l'aide de la méthode chimique sol-gel, une méthode peu coûteuse et facile à mettre en œuvre.

Le dopage en Aluminium a été réalisé de deux façons soit en ajoutant de l' AlCl_3 à la solution de Zn soit en mélangeant le gel obtenu à l'alumine avant l'étape de recuit. On a constaté que les deux méthodes de dopage donnent des résultats très similaires.

Le dopage des nanopoudres de ZnO avec Al_2O_3 ou bien avec AlCl_3 a montré une certaine diminution de la taille des grains avec la concentration du dopant, pour les deux méthodes et une valeur constante. Avec cependant une taille de grains plus grande pour les poudres dopées AlCl_3 .

Les poudres fabriquées ont été analysées par plusieurs techniques:

La caractérisation par diffraction aux rayons X a montré que :

- les poudres synthétisées de ZnO , cristallisent dans une structure hexagonale wurtzite.
- Le calcul de la taille des grains a montré que celle-ci est d'un ordre nanométrique
- L'étude par microscopie électronique à balayage a montré que l'aspect des poudres des deux séries est aucun différent complètement.
- La caractérisation spectroscopique par IR a permis de révéler toutes les liaisons

chimiques existant dans les nanopoudres de ZnO pures et dopées, ces liaisons sont similaires pour les deux séries, on notera en particulier les liaisons de Zn-O, on a observé également les liaisons hydroxyde et oxyde de carbone, ces deux dernières sont dues aux conditions de préparation. Il faudra retenir à partir de ces résultats la confirmation de ce qu'on a trouvé par DRX .

-L'analyse par UV-Vis, a permis de mettre en évidence la forte transparence des solutions suspendues de nos poudres dans le domaine de l'ultraviolet et du visible.

-Le calcul de l'énergie du gap E_g , en utilisant la méthode de la 2^{ème} dérivée et la méthode de l'extrapolation , On observe d'abord une forte augmentation de la bande interdite, entre 0 et 1% at Al. la bande interdite se stabilise alors et commence à diminuer pour des concentrations supérieures à 7 %Al , qui coïncide avec l'apparition de l' $AlZn_2O_4$ phase spinelle sur diffractogramme XRD. Aucune tendance de ce genre n'est observé lors du recuit des échantillons à 450 ° C. L'augmentation de la bande interdite s'explique facilement par effets de confinement induits par la réduction du grain taille associée au dopage Al. Le point suivant la diminution de la bande interdite est attribuée à la formation de le mélange ZnO / $ZnAl_2O_4$. Ces résultats sont très corrélés bien avec les résultats XRD.

à la fin les valeurs de gap optique a été déterminé de deux façons, soit par la méthode extrapolation, soit en utilisant la méthode de drivée seconde. On a constaté que les deux méthodes donnent des résultats très similaires.

