



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

المدرسة الوطنية العليا للتكنولوجيا والهندسة - عنابة

ECOLE NATIONALE SUPÉRIEURE DE TECHNOLOGIE ET D'INGÉNIERIE – ANNABA

Département des science et génie des matériaux

MEMOIRE

En vue d'obtention du diplôme de MASTER

Domaine : Matériaux

Filière : Métallurgie des matériaux

Spécialité : science et génie des matériaux

Présenté par

Slimani Latifa

Synthèse par coprécipitation et caractérisation des propriétés physiques de nanocomposite ternaire de ferrite /hématite/oxyde de zinc, pour les applications biomédicales.

Encadré par

MCA. Tahraoui Tarek

Co-encadrante : MCB.Amireche Radia

Members du jury:

- MCA. Ghous Haous Président ENSTI
- MCA. Taibi Yasmina Examineur ENSTI

Année 2025

REMERCIEMENTS

10 Tout d'abord, je tiens à remercier DIEU pour m'avoir guidée pour atteindre ce stade. Je voudrais
11 adresser tout ma gratitude à mon encadreur de ce mémoire monsieur T. Tahraoui et Co
12 encadrante Mme amireche pour leur effort, leur soutien et surtout ses sages conseils, qui ont
13 guidé ma pensée , Un grand merci aux membres du jury pour l'honneur qu'ils m'ont fait en
14 acceptant de juger ce travail, merci à vous tous.

15 La réalisation de ce travail n'a été possible que grâce à la contribution de plusieurs laboratoires à
16 savoir, l'**ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE TECHNOLOGIE ET D'INGENIERIE** -annaba
17 (ENSTI), le laboratoire de Métallurgie de l'université Badji Mokhtar-Annaba.

18 JE DEDIE CE MEMOIRE A mon père Boubaker, ma chère mère Karima et mon mari Walid
19 mes deux frères Wassim et Firas et ma petite sœur Yara et mes cousines , mes chère collègues
20 Malek, Joujou et Chiraz, je dédie ce mémoire

31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60
61

Résumé

Ce mémoire porte sur la synthèse et la caractérisation d'un nanocomposite ternaire à base de ferrite, d'hématite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) et d'oxyde de zinc (ZnO), destiné à des applications biomédicales. Le choix de ces trois composés repose sur leur complémentarité en termes de propriétés physiques, chimiques et biologiques :

- La ferrite de type spinelle apporte des propriétés magnétiques intéressantes,
- L'hématite est un semi-conducteur stable à fort potentiel photocatalytique,
- Le ZnO est connu pour son activité antibactérienne et ses propriétés optoélectroniques.

Le nanocomposite a été élaboré par la méthode de coprécipitation, technique simple et performante, offrant un contrôle de la taille, la forme ainsi que la composition chimique des particules. Les échantillons synthétisés ont été soumis à une calcination à des températures différentes, avant d'être analysés à l'aide de quelques techniques de caractérisation.

- La diffraction des rayons X (DRX) a permis de vérifier la cristallinité des échantillons ainsi que d'identifier les phases cristallines présentes.
- La spectroscopie infrarouge (FTIR) a permis de vérifier la présence des liaisons caractéristiques des oxydes métalliques.
- La microscopie électronique à balayage (MEB) a révélé une morphologie sphérique à sub-sphérique des nanoparticules avec une bonne homogénéité.
- L'analyse magnétique (VSM) a montré un comportement magnétique doux avec une aimantation modérée et une coercivité stable.

Les résultats démontrent que le nanocomposite obtenu possède des propriétés physiques adaptées à des applications biomédicales, notamment dans les domaines du ciblage magnétique, de la désinfection ou de la photocatalyse. Ce travail ouvre la voie à des perspectives intéressantes dans le développement de matériaux multifonctionnels pour la médecine et l'environnement.

62
63
64
65
66
67
68
69
70
71
72
73
74
75
76
77
78
79
80
81
82
83
84
85
86
87
88

Table des matieres

Introduction Générale

Chapitre 1 : généralités.	1
1. généralités sur les materiaux constitutifs de Nano composite.....	1
1.1.les ferrites.....	1
1.1.structure spinelle :	1
1.1.2 Propriétés Physiques Des Ferrites Spinelles :	2
1.2L'hématite (α -Fe ₂ O ₃) :	2
a- Propriétés physico-chimiques L'oxyde de fer alpha (α - Fe ₂ O ₃) (hématite) :	2
1.3.L'oxyde de Zinc :	4
1.3.1Proprietes d'oxyde de zinc :	4
2.L'intérêt de nanocomposite ternaire :	5
Chapitre 2 : partie experimental :	6
2.Technique de caractérisation et méthodes de synthèse :	10
2.1. Diffraction des rayons X.....	10
2.2.Microscope Electronique A Balayage (MEB) :	12
2.3. Spectroscopie IR :	14
Chapitre 3 : Résultats et Discussion.....	16
Résultats DRX:	16
Resultats des FTIR :	18
Résultat MEB :	21
Résultat VSM :	22
Conclusion :	25

Introduction générale

Les nanotechnologies représentent un domaine scientifique multidisciplinaire qui manipule la matière à l'échelle nanométrique (1-100 nm), où les propriétés physiques, chimiques et biologiques diffèrent considérablement de celles observées à plus grande échelle. L'exploitation des propriétés uniques qui apparaissent à cette échelle a permis aux nanotechnologies d'ouvrir des nouvelles perspectives dans des secteurs variés tels que l'électronique, l'énergie, les matériaux avancés et, surtout, la médecine. Parmi les applications les plus importantes, la nanotechnologie biomédicale qui se distingue par son potentiel à développer les pratiques médicales, offrant des solutions innovantes pour le diagnostic précoce, les thérapies ciblées et la médecine régénérative.

Dans ce contexte, les **nanocomposites** constitués de matériaux multifonctionnels suscitent un intérêt croissant. En particulier, les systèmes mélange à base de **ferrites**, d'**hématite** et d'**oxyde de zinc** fournissent des combinaisons et des propriétés remarquables – magnétiques, optiques, catalytiques et antibactériennes – qui peuvent être exploitées dans les dispositifs médicaux, l'imagerie, la libération contrôlée de médicaments ou encore la dépollution de fluides biologiques.

Le choix de ces trois composants repose sur leur complémentarité :

- **La ferrite de zinc ($\text{MnCoFe}_2\text{O}_4$)** possède des propriétés magnétiques et une bonne réponse à la lumière visible.
- **L'hématite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$)** est un oxyde de fer stable, semi-conducteur, utilisé pour sa durabilité et sa capacité à participer aux réactions photocatalytiques.
- **Le ZnO** , quant à lui, est un semi-conducteur à large bande interdite, doté d'une activité antimicrobienne reconnue.

La **synthèse par coprécipitation** permet de combiner ces trois phases dans un même matériau de façon homogène, tout en contrôlant la taille, la forme et la structure cristalline des nanoparticules obtenues. Cette méthode est simple, économique et adaptée aux applications biomédicales car elle évite l'utilisation de solvants toxiques ou de températures trop élevées.

Ce mémoire s'inscrit donc dans une démarche de recherche appliquée visant à :

- Élaborer un **nanocomposite ternaire ferrite/hématite/ ZnO** par coprécipitation,

- Étudier ses **propriétés physiques** (structure, morphologie, propriétés magnétiques et vibrations moléculaires),
- Évaluer son **potentiel pour des applications biomédicales**, en particulier en matière d'activité antimicrobienne et de fonctionnalisation magnétique.

Ce travail se structure autour de trois chapitres principaux. Le premier présente les propriétés fondamentales des matériaux utilisés, le deuxième montre la méthode de synthèse et les techniques de caractérisation, et le troisième présente les résultats expérimentaux obtenus, leur interprétation et les perspectives d'application.

Chapitre 1 : généralités.

La nanotechnologie biomédicale est développée le domaine médical une discipline innovante qui exploite des matériaux et des dispositifs à l'échelle nanométrique pour. En utilisant des nanoparticules et des nanostructures, cette technologie permet une précision accrue et des traitements ciblés, réduisant ainsi les effets secondaires. Les applications de la nanotechnologie biomédicale incluent la livraison contrôlée de médicaments, l'imagerie médicale avancée et la régénération tissulaire. Une classe particulière de nanomatériaux, les nanocomposites à base de ferrites, fait l'objet de recherches intensives. Ces systèmes hybrides présentent des propriétés physiques (magnétiques, électroniques, optiques), leur nanostructurale et des interactions entre les phases en présence. Ainsi, un contrôle rigoureux de ces paramètres lors de la synthèse permet d'optimiser leurs performances pour des applications biomédicales spécifiques.

1. Généralités sur les matériaux constitutifs de Nano composite

1.1.les ferrites

1.1.structure spinelle :

La structure spinelle désigne une structure cristalline cubique à faces centrées (CFC) particulière, de formule générale : AB_2O_4 où : A est un cation métallique divalent (ex : Fe^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} , Zn^{2+} , Mn^{2+}), B est un cation trivalent (souvent Fe^{3+}), O est l'oxygène. Le groupe spinelle directe, les cations de types « trivalent » occupent la moitié des sites octaédriques et les cations de type « divalent » occupent un huitième des sites tétraédriques, c'est le même de nanoferrite de $(MnCoFe_2O_4)$,

La figure 1 représente une photo de ferrite spinelle de type AB_2O_4 .

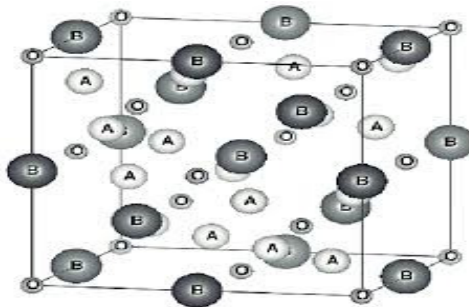


Figure1 : représente une photo de ferrite spinelle de type AB_2O_4

1.1.2 Propriétés Physiques Des Ferrites Spinelles :

a-Propriétés Optiques :

Les spinelles AB_2O_4 ont des propriétés optiques liées à ces composants A et B et à leur distribution dans les sites, ces propriétés représentent dans : la transparence, l'absorption de la lumière et la conductivité optique et l'émission lumineuse.

b-Propriétés Electroniques :

Dans les spinelles de la structure cristalline AB_2O_4 , les anions d'oxygène forment un réseau CFC pour laisser les sites octaédriques et tétraédriques pour les cations, ces derniers peuvent être répartis de manière directe ou inverse effectuant des propriétés électroniques de la substance.

c-Propriétés Magnétiques :

Dans les spinelles, le ferrimagnétisme est intéressant en raison de la disposition des ions dans les sites tétraédriques A et octaédriques B, la présence et la distribution des composants dans ces sites A et B conduisent à des propriétés magnétiques variées, les ferrites spinelles sont souvent utilisées comme des matériaux magnétiques surtout dans le domaine électronique (aimantation, température de Curie ...).

1.2 L'hématite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) :

L'hématite, espèce minérale constituée d'oxyde de fer (III) cependant peut contenir du titane, du manganèse, de l'aluminium et de l'eau. L'hématite est le polymorphe de $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ et est donc décrite par la formule chimique $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Sa structure est rhomboédrique de type corindon, et elle est la plus stable des oxydes de fer dans des conditions atmosphériques normales. L'hématite est utilisable beaucoup plus dans le domaine de la production d'acier.

La figure 2 représente une photo d'hématite :



Figure 2 : représente une photo d'hématite.

a- Propriétés physico-chimiques d hématite ($\alpha\text{- Fe}_2\text{O}_3$) :

est un semi-conducteur de type n, et est de couleur rouge généralement , ces propriété physico-chimiques sont :

Couleur: Rouge, mais peut aussi être noir, argenté ou brun

Masse molaire: 159,69 g/mol. **Masse volumique:** 5,242 g/

Point de fusion: 1565 °C.

b-.Structure cristalline :

Habituellement il est colore en rouge, l'hématite est composée d'oxyde de fer III. Elle cristallise dans une structure rhomboédrique de type corindon (Al_2O_3) et appartient au groupe d'espace trigonal $R\bar{3}c$ (figure 1), l'hématite peut être décrite comme un empilement compact d'ions oxygène, avec les ions Fe^{3+} occupant les sites octaédriques.

Pour ces paramètres de maille sont : Les paramètres de maille typiques sont $a = 5,43 \text{ \AA}$ et $\alpha = 55,26^\circ$ ($55^\circ 16'$)

Les cristaux d'hématite peuvent se présenter sous diverses formes, notamment des cristaux trigonaux plats (appelés specularite).

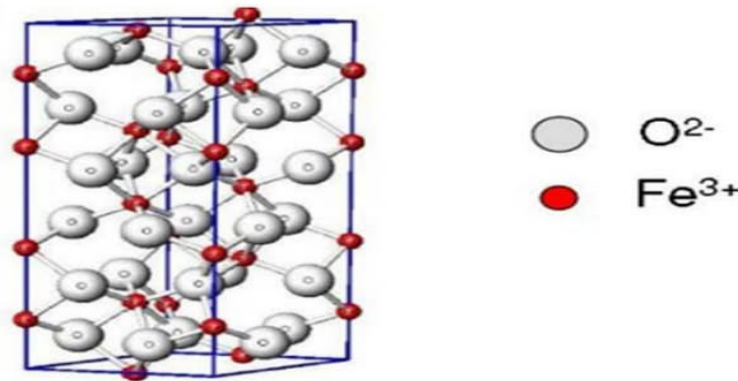


Figure (3) : La structute de l'hématite.

c-.Propriétés optiques :

L'hématite (α -Fe₂O₃) à propriétés optiques notables, surtout absorption de la lumière dans le spectre visible est forte et une réflectivité élevée dans le proche infrarouge, Voici un aperçu des principales propriétés optiques :

Indices de réfraction :

Indice ordinaire ($n_{\omega n\omega}$) : 3,150 – 3,22027.

Indice extraordinaire ($n_{\epsilon n\epsilon}$) : 2,870 – 2,94027.

Biréfringence (δ) : 0,28 – 0,21, avec un caractère uniaxe négatif

Pléochroïsme : Dichroïsme marqué, variant du rouge brunâtre au rouge jaunâtre selon l'orientation cristallographique.

1.3.L'oxyde de Zinc :

Est un composé chimique de formule ZnO. Sa masse molaire 81.38g/mol , Son point de fusion 1975°C , sa masse volumique 5.6g/cm³ . L'oxyde de zinc ZnO est un matériau qui existe sous forme poudre naturelle , mais il peut aussi être synthétisé artificiellement sous forme massive appeles zincite (figure4), En tant que semi-conducteur à large bande interdite, le ZnO possède des propriétés intéressantes, telles que sa transparence et ses propriétés piézoélectriques.



Figure (4) :oxyde de zinc (ZnO) massif et naturelle

1.3.1Propriétés d'oxyde de zinc :

a-1.Propriétés électroniques du ZnO :

Le ZnO oxydes semi-conducteurs transparents , présentant une conductivité électrique de type n due à la présence d'atomes de zinc interstitiels, Le ZnO a une bande interdite d'environ 3.37 eV à température ambiante , sa structure est hexagonale qui lui confère des propriétés piézoélectriques.

Grâce à ces propriétés, le ZnO est utilisé dans diverses applications, notamment les LED UV, les capteurs....etc

b-2.Activités antibactérien de ZnO :

L'oxyde de zinc (ZnO) possède des propriétés antibactériennes, la croissance de certaines bactérie s'arrête par la libération d'ions zinc (Zn^{2+}),les nanoparticules de ZnO peuvent interagir directement avec la membrane cellulaire des bactéries, et d'après les facteurs influençant l'activité antibactérienne :

- Taille des particules :Les nanoparticules (ZnONPs) présentent une activité antimicrobienne plus élevée que le ZnO en poudre massique.
- La nature des souches bactériennes (Gram-positif ou Gram-négatif) peut influencer la sensibilité au ZnO.
- La concentration de ZnO joue un rôle aussi.

2.L'intérêt de nanocomposite ternaire :

la synergie entre l'hématite (α -Fe₂O₃) et la ferrite de zinc (ZnFe₂O₄) et ZnO , permettant d'améliorer la réactivité photocatalytique, la séparation des charges électroniques et la réduction de la recombinaison des paires électron-trou. Les recherches montrent que l'intégration de ZnFe₂O₄ (avec un band gap étroit et une bonne réponse à la lumière visible) avec ZnO et α -Fe₂O₃ permet d'optimiser l'absorption optique et d'améliorer les performances pour la dégradation de polluants organiques (colorants, pesticides) dans l'eau. Ces nanocomposites sont

également étudiés pour des applications potentielles dans le domaine de l'énergie (production de H_2 via photoélectrolyse) ainsi que pour leurs propriétés antibactériennes.

Chapitre 2 : partie experimental :

L'histoire des nanomatériaux remonte à des millénaires, mais leur compréhension scientifique et leur production intentionnelle sont beaucoup plus récentes. Cependant, ils ont été utilisés empiriquement depuis l'Antiquité (Les vitraux des cathédrales telle que Sainte-Chapelle contenaient des nanoparticules d'or pour créer des couleurs vives), tandis que la révolution nanotechnologique a débuté réellement avec les travaux théoriques de Richard Feynman en 1959 ("There's Plenty of Room at the Bottom". Engineering and Science, 1960). Les méthodes de synthèse des nanomatériaux sont diversifiées et doivent être adaptées en fonction de la nanostructure souhaitée et de l'application ciblée. Les différentes méthodes de caractérisation : structurale (DRX, MEB), chimique (FTIR), magnétique (VSM) et optique (UV-Vis) sont indispensables pour contrôler la qualité du procédé de synthèse et elles permettent ainsi de maîtriser précisément ces matériaux aux comportements particuliers, tout en assurant leur utilisation optimisée et efficace dans divers domaines technologiques. De plus les analyses des activités antibactérienne et fongiques de ces nanomatériaux

1.Méthodes de synthèse des nanomatériaux

Dans cette section on va fournir les méthodes courantes de synthèse de nanomatériaux. Présentée les avantages, morphologie, et contrôle de la taille de chaque méthode , et des propriétés des nanoparticules.

1.1Méthodes Physiques

Ces méthodes utilisent des phénomènes physiques comme la vaporisation, la condensation ou la décharge énergétique pour produire des nanoparticules. Les procédés physiques sont plus difficiles à réaliser que celles des procédés chimiques ou mécaniques est rarement employées,

elles nécessitent un contrôle précis des paramètres expérimentaux (Température, pression, vide poussé, etc.). En effet, ces méthodes sont techniquement complexe, coûteuse, moins productives mais inévitables pour certaine application haut de gamme.

1.2 Méthodes de mécanosynthèse

La mécanosynthèse est une méthode mécanique de synthèse reposant sur des forces de broyage à haute énergie pour induire des réactions chimiques au sein d'un mélange physique de deux (ou plus) partenaires différents ou réduire la taille des particules. Le broyeur utilisé est un broyeur à billes (broyeur planétaire ou vibratoire) contenant des billes en acier, céramique ou zirconium. réduction de la taille des particules est réduire par les impact répétés entre les billes et la poudre (jusqu'à l'échelle nanométrique) et le transfert d'énergie qui favorise les réactions chimiques solide-solide sans chauffage externe.([M. C. & J. W. Jean DUBOIS, Mechanosynthesis, a method of choice in solid state synthesis., Department of Chemistry, University of Namur.]. En revanche, certaines phases métastables ou indésirables peuvent apparaître en raison des hautes énergies locales générées lors du broyage, ce qui peut modifier les propriétés finales du nanomatériau .

1.3 Méthodes chimiques

1.3.1 La technique Sol-Gel

Le terme sol-gel est une abréviation des termes « solution-gélification ». Le procédé sol-gel commence d'abord par l'élaboration d'une suspension stable "sol" (de particules colloïdales qui ont typiquement un diamètre de 1 à 100 nm) à partir d'une solution de précurseurs chimiques . après des interactions entre les espèces en suspension et le solvant, cette solution est transformée en un gel. Le système est alors dans l'état de "gel". Ces gels se transforment ensuite en matière sèche amorphe par évacuation des solvants dans leurs domaines gazeux ou supercritique ou par une simple évaporation sous pression atmosphérique. Les avantages de la méthode de synthèse sol-gel est que pratiquement elle peut être utilisée pour synthétiser tout système d'oxyde métallique, et qu'aucun appareil ou équipement spécial n'est nécessaire.

1.3.2 La technique de Co-précipitation

La Coprécipitation est une technique chimique classique , souvent utilisée dans l'industrie chimique pour préparer des matériaux nanocristallins . Dans notre travail on a utilisé cette

technique vu la rapidité d'exécution et les moyens disponibles à notre porte. Les étapes clés pour synthétiser des nanomatériaux par la technique de co-précipitation sont :

a- Préparation des sels métalliques

Cette étape consiste à faire dissoudre les ions métalliques à partir d'un sel solide (chlorure, nitrate) dans un solvant (eau distillé).

b- Ajout des réactifs précipitants Un ajout basique (NaOH, NH₄OH) est ajouté goutte à goutte sous agitation pour induire la précipitation. Dans cette étape, la mesure du pH (ex : 10-12 pour Fe₃O₄) est indispensable pour suivre et contrôler la taille et la morphologie des précipités (Figure 5).

c- Précipitation

Le mélange obtenu est maintenu sous agitation vigoureuse et décantation sur aimant à un temps déterminé, à température contrôlée (souvent entre 60–90 °C), ce qui favorise la croissance de particules nanométriques via des réactions comme :



d-Filtration

Dans cette étape, on élimine les ions résiduels avec de l'eau ou l'éthanol. on rince plusieurs fois pour séparer le précipité, puis filtration, jusqu'à ce que le pH atteigne 7.

e-Séchage

Le produit obtenu est séché dans une étuve pour évaporer le solvant et obtenir les nanoparticules d'oxydes métalliques, ensuite broyé pour diminuer la taille des grains de poudre.

f-Calcination

La calcination correspond à un traitement thermique à haute température (300°C-900°C) permet d'inciter la cristallisation des oxydes.

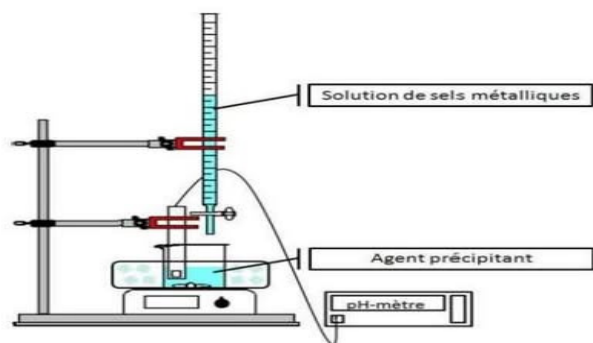


Figure 5 : la méthode de coprécipitation.

❖ Les avantages de la méthode de co-précipitation sont :

- Bonne Homogénéité chimique.
- Haute pureté du produit.
- Contrôle de la composition.
- Obtention d'une surface spécifique de produit importante.
- Faible coût.
- Idéal pour le travail en entreprise
- Bonne réactivité chimique.

Les caractéristiques nanoparticules magnétiques dépendent étroitement des paramètres physico-chimiques du milieu :

- la nature des sels utilisés (chlorures, nitrates, acétates, sulfates),
- le type de base,
- la concentration ionique des réactifs,
- la ph du milieu
- le temps et la température de la réaction.

Ces paramètres influencent également la cinétique des quatre principales étapes dans la précipitation:

- Précurseur susceptible de se condenser
- Apparition des germes par condensation.
- La croissance de germes par condensation également.

- Le vieillissement des particules formées.

2. Technique de caractérisation et méthodes de synthèse :

2.1. Diffraction des rayons X

Est une technique analytique, pour caractérisés les échantillons ,nous l'utilisons pour determiner la structure cristalline des matériaux et de déterminer leurs caractéristiques cristallographiques

2.1.1. Principe De La Diffraction Des Rayons X :

les rayons X est un rayonnement électromagnétique dont la longueur d'onde λ est de l'ordre de grandeur des distances interatomiques dans un cristal. sont diffractes par les plans atomique, il peut être diffracté, produisant des motifs d'interférence caractéristiques. Cette diffraction se produit dans certaines conditions, en fonction de la structure du réseau cristallin du matériau.

L'interaction des rayons X avec le cristal entraîne leur diffusion par les nuages électroniques des atomes (Figure 6). Les rayons diffusés peuvent alors interférer entre eux de façon constructive ou destructive. La condition nécessaire pour que ces interférences soient constructives est donnée par la loi de Bragg:

$$2 d \sin \theta = n \lambda$$

Avec :

d : La distance inter-réticulaire

θ : L'angle d'incidence des rayons X

λ : La longueur d'onde du faisceau incident

n : ordre de diffraction

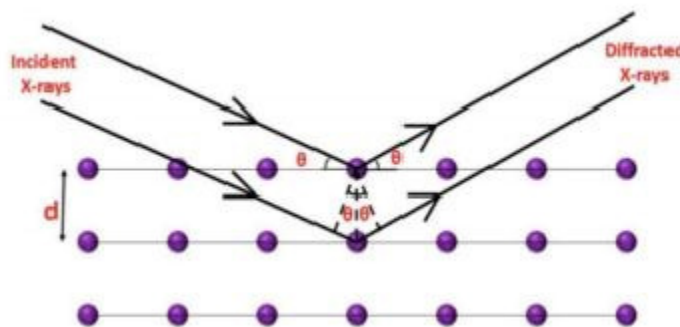


Figure 2.2 : schéma de réflexion d'une famille de plan réticulaire.

Les rayons diffractés fournissent des informations sur la disposition des atomes dans le réseau cristallin. Les directions des pics de diffraction peuvent être déterminées par la taille et la forme de la maille élémentaire du matériau, alors que les intensités des ondes diffractées d'un plan particulier dépendent de la disposition des atomes et leurs numéros atomiques. Cependant, la plupart des solides ne sont pas disponibles sous forme de monocristal, mais contiennent de nombreuses petites cristallites disposées au hasard. Lorsqu'une poudre contient de nombreuses cristallites orientées au hasard est placée dans un faisceau de rayons X, le faisceau rencontrera tous les plans inter-réticulaires possibles et pour chaque ensemble de plans, un certain nombre de cristallites doivent être orienté à un angle pour satisfaire la loi de Bragg. Les positions et l'intensité des pics des faisceaux diffractés sont enregistrées par le détecteur, le diagramme de diffraction résultant est présenté sous la forme d'un graphique représentant l'intensité des rayons X diffractés en fonction de 2θ (degré). Un diffractogramme typique de diffraction des rayons X sur poudre contient les informations suivantes :

- La forme et la largeur des pics donnent des informations sur l'écart par rapport au cristal parfait.
- Intensité des pics donne des informations sur la densité électronique à l'intérieur de la maille élémentaire.
- Position des pics donne des informations sur la symétrie de la maille élémentaire.

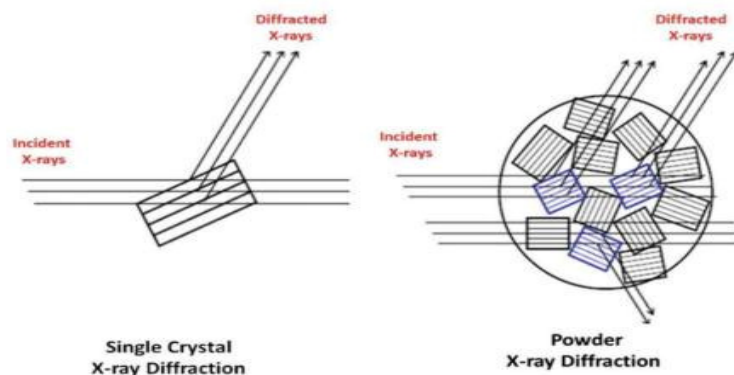


Figure (2.3) :diffraction des rayons X sur échantillon en poudre.

2.2.Microscope Electronique A Balayage (MEB) :

2.2.1.Principe De MEB :

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique microscopique qui utilise des faisceaux d'électrons pour former des images d'un échantillon en se basant sur les interactions électrons-matière. La formation des images repose principalement sur émissions électroniques . Les résultats MEB donnent Diverses informations, telles que la morphologie externe (forme, dimension, arrangement des particules), la composition chimique (ratios relatifs des différents éléments chimiques) la structure cristalline de l'échantillon.

Les principales composants d'un microscope électronique à balayage sont : Figure (8) :

- Canon a électrons.
- Colonne électronique.
- Chambre d'échantillon et détecteurs d'électrons.
- Système d'acquisition et de traitement.

Le canon génère un faisceau d'électrons à l'aide d'un filament de tungstène ce faisceau ensuite accélères . focalisé puis balaye ligne par ligne sur l'échantillon..

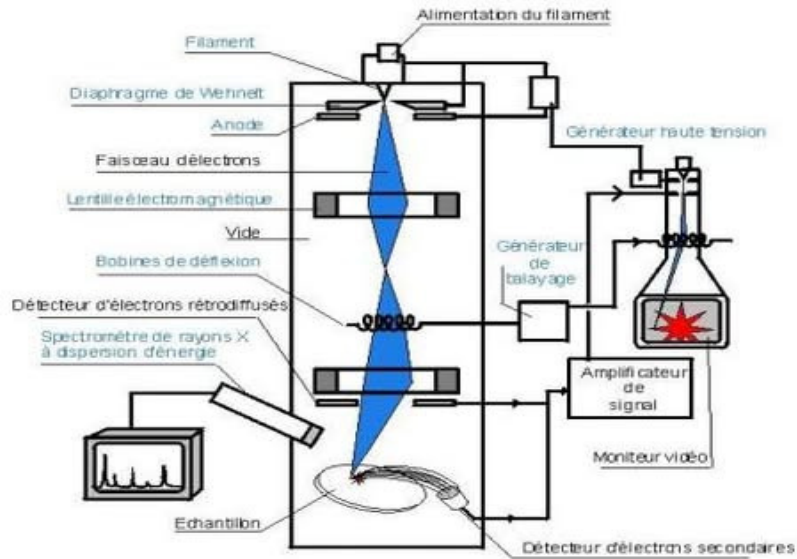


Figure (8) : schéma de principe du MEB.

Lorsque le faisceau interagit avec la matière, il génère plusieurs types de signaux figure (2.5):

- Electrons rétrodiffusés
- Electrons secondaires
- Electrons Auger
- Rayon X

Ces rayonnements émis pourront être collectés par un détecteur et convertit en image en haute résolution.

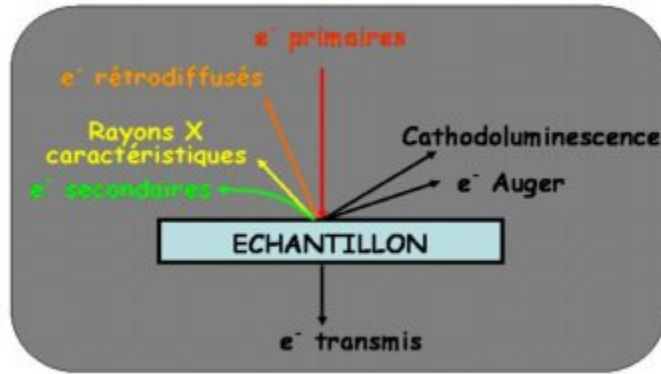


Figure (2.5) : interaction rayonnement matière.

2.3. Spectroscopie IR :

2.3.1. Principe La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR) :

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR) est une méthode analytique qui base sur l'absorption du rayonnement infrarouge par un échantillon. Elle permet l'identification les types de liaisons chimiques et les groupes fonctionnels présents dans un matériau, base sur la détection des vibrations moléculaires caractéristiques.

Son principe repose sur l'interaction entre le rayonnement infrarouge et la matière. si un matériau est exposé à un rayonnement IR, ses niveaux d'énergie vibrationnels et rotationnels peuvent être modifiés en raison de l'absorption de cette énergie. Le domaine spectral concerné s'étend généralement de 400 à 4000 cm^{-1} , ce qui correspond aux énergies de vibration des liaisons chimiques les plus courantes. Toutefois, seules les liaisons possédant un moment dipolaire non nul peuvent interagir avec le rayonnement IR, ce qui limite l'analyse aux groupes fonctionnels "actifs en IR".

Les types de vibrations détectables se répartissent principalement en deux catégories :

Les vibrations d'élongation (ou de valence), qui impliquent un changement dans la longueur des liaisons. cela peut être:

Élongation symétrique (vs)

Élongation asymétrique (vas), cette dernière nécessitant une énergie plus importante.

Les vibrations de déformation, qui correspondent à une modification des angles entre les liaisons. Elles peuvent prendre différentes formes :

- Rotation (rocking) ρ
- Cisaillement (bending) δ
- Balancement (wagging) ω
- Torsion (twisting) τ

Figure(2.6) :présente les différents modes de vibrations.

élongation symétrique	élongation antisymétrique	Cisaillement	Rotation	Balancement	Torsion
Symmetrical stretching	Antisymmetrical stretching	Bending	Rocking	Wagging	Twisting
ν_s	ν_{as}	δ	ρ	ω	τ

Figure (2.6) : différents modes de vibrations dans le domaine IR.

Dans la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), le spectromètre utilisé se compose principalement de cinq éléments essentiels, comme illustré dans la figure 2.

- Une source lumineuse polychromatique
- Un interféromètre (du type Michelson)
- Un compartiment d'échantillon
- Un détecteur
- Un ordinateur pour le traitement informatique basé sur la transformée de Fourier pour transformer le signal obtenu par le détecteur en un spectre IR

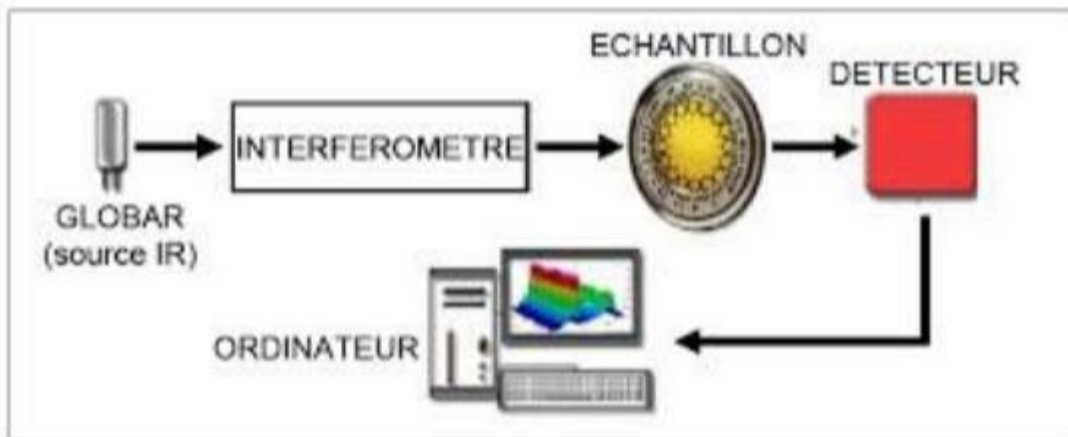


Figure (2.7) : schéma représentant les principaux éléments d'un spectromètre FTIR.

Le processus s'est déroulé pendant toute une nuit afin de permettre la formation de nanoparticules d'oxydes métalliques, lesquelles se sont formées après la phase de refroidissement. Le schéma présenté ci-dessous (figure 2.8) l'agencement expérimental utilisé pour la méthode de coprécipitation.

Chapitre 3 : Résultats et Discussion

Résultats DRX:

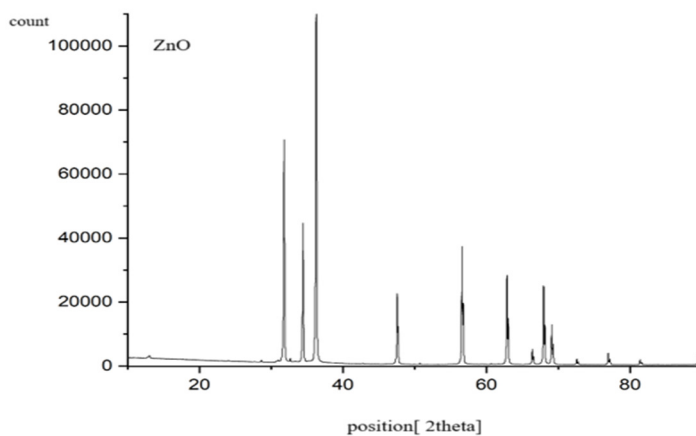
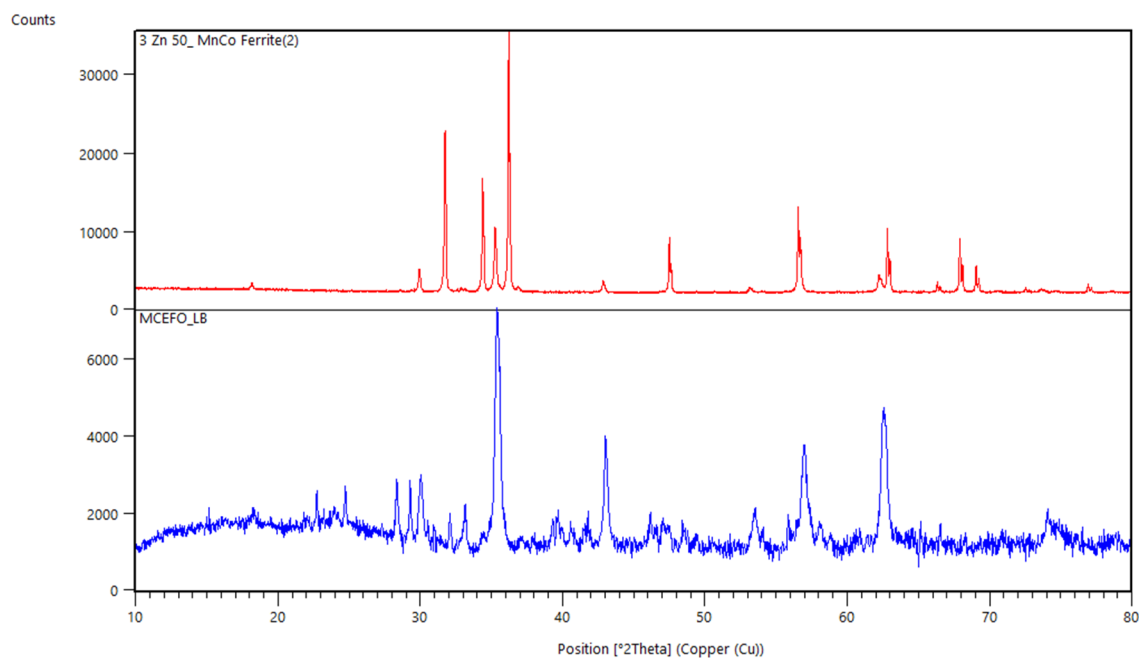


Figure : modèle DRX des échantillons : ZnO ; MnCoFe₂O₄ (nanocomposite) ;MCFEO(Ferrite).

Pour l'évaluation des poudre synthetisees on utilisant la méthode de diffraction des rayons X en poudre (XRD). Les motifs XRD obtenus à partir de nanocomposites ternaires, ferrite et ZnO synthétisés par la méthode de coprécipitation après un traitement thermique à 500 °C, 600 °C et 700 °C sont présentés dans la Figure , ainsi que l'ajustement PANalytical et les données de la littérature . Des pics aigus très intenses dans les graphiques indiquent des produits composés de nanoparticules bien cristallisées,Ferrite et ZnO., pour le système de réseau cubique de

nanocomposite, le pic prominent (hkl) est situé à $2\theta \approx 36,42^\circ$, ainsi que le DRX montre les pics 32,90 °C, 54,20 °C qui correspondent aux réflexions (00) sont accord avec la phase ...Fe₂O₃ .

La nanoparticule ferrite MCFEO a montré le pic prominent (hkl) situé à $2\theta \approx 35,38^\circ$ en plus d'autres plans (hkl), (), (), (), à 73,60°, 33,18°, 62,66°, 49,39°, respectivement, dans l'ordre de leurs intensités correspondant à Fe₂O₃....

Le DRX réalisés sur du ZnO pur. Nous avons observé les pics suivants : (100) (002) (101) (102) (110) (103) (200) (112) (201) (004) (202). Ces pics, présents dans le ZnO, indiquent que le ZnO formé est de très bonne qualité.

Le diagramme de DRX montre une orientation préférentielle des grains dans le plan (101) perpendiculaire à l'axe c du réseau hexagonal du ZnO, ce qui confirme que la structure correspond à la wurtzite de groupe spatial p6₃mc. Le pic principal présente un angle 2θ de 36,26°. Le pic observé sur l'orientation (101) est d'environ 36,26°. Les constants du réseau (a = 3,24 Å et c = 5,20 Å).

Résultats des FTIR :

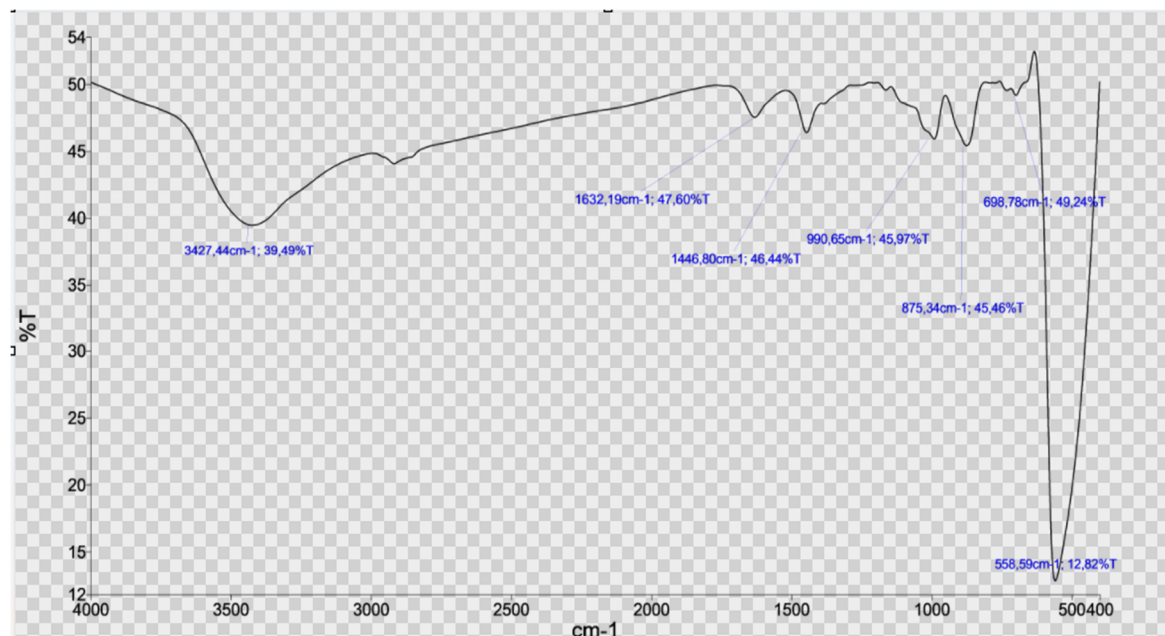


Figure :ZnO analysée a l'aide de FTIR.

Le spectre FTIR de l'échantillon est montré à la Fig. 2. Le pic observé vers 3427,44 cm⁻¹ correspond aux vibrations d'élongation de la liaison O–H, spécifiquement liées à la présence d'eau adsorbée ou de groupes OH. Le pic ~ 1632 cm⁻¹ appartiennent à la vibration de flexion de la molécule H₂O, cela prouve que l'eau adsorbée sur la surface de ZnO est present. Le pic autour de 1446 cm⁻¹ est reliée á la vibrations de groupe carbonates (CO₃)-2 ou bien avec des vibrations de liaison C-H d'impureté organiques éventuellement présentes . Les pics ~ 990 et 690 cm⁻¹ sont dus aux vibrations de flexion des liaisons chimiques Zn–O–Zn. Les pics détectés à 556 cm⁻¹ cette bande intense a basse fréquence est également liée aux vibration du réseau cristallin Zn-O, elle est une signature claire de la présence de ZnO . ont préparé le ZnO via la méthode coprécipitation et ont utilisé des études FTIR pour analyser les caractéristiques structurales de l'échantillon. Le spectre FTIR affiche les modes vibratoires de Zn–O à 690et 556 cm⁻¹, La présence d'eau adsorbée ou de groupes hydroxyles à la surface (bandes vers 3427 cm⁻¹ et 1632 cm⁻¹). Possibles traces d'impuretés carbonates ou organiques (Bande vers 1446 cm⁻¹).

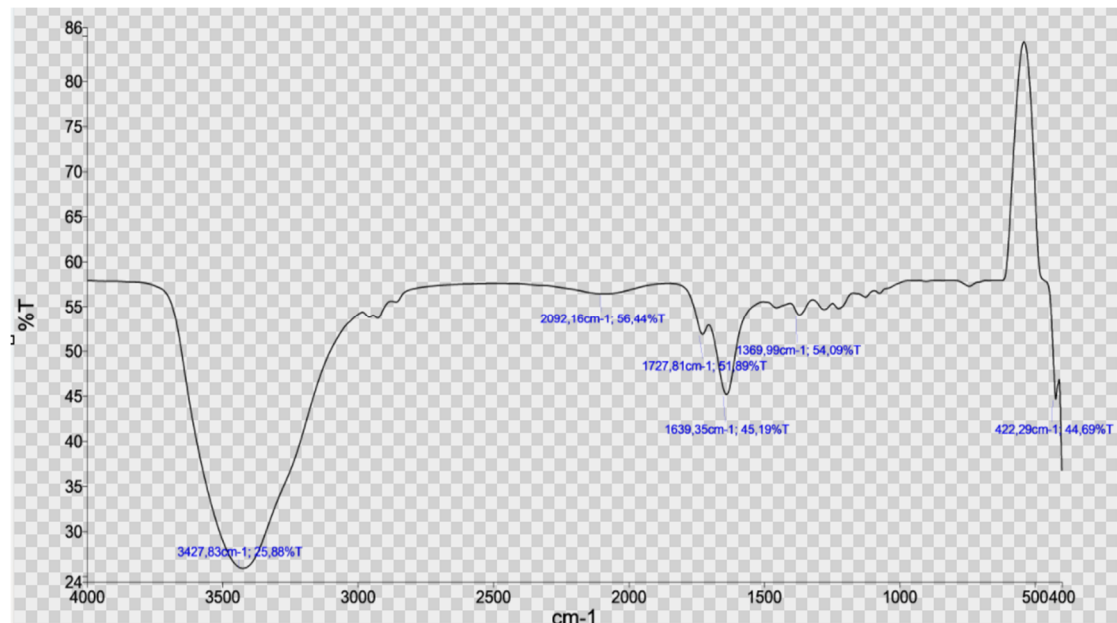


Figure : Ferrite analysée a l'aide de FTIR.

Le spectre FTIR de l'échantillon est montré à la Figure. La bande observée vers 3427cm^{-1} large et intense correspond aux caractéristiques des vibrations d'élongation O-H (due à l'humidité résiduelle adsorbée par l'échantillon) . Les pics $\sim 2922\text{ cm}^{-1}$ associe aux vibrations d'élongation C-H indiquant la présence possible de traces de contaminant organique (observée généralement dans les échantillons synthétisés par voie humide. la bande a $1630\text{-}1640\text{ cm}^{-1}$ correspond aux vibrations de flexion des liaisons H-O-H. Le pic 1386 cm^{-1} attribue a la vibration de déformation du groupe (NO_3)- ou des impureté carbonatée (CO_3)-2 issues des précurseurs ou e la synthèse. Les pics détectés de $630\text{ à }650\text{ cm}^{-1}$ sont typique des vibrations d'élongation des liaisons métal-oxygène (M-O) dans les sites tétraédriques de la structure spinelle des ferrites, Pour les ferrites, la bande haute fréquence ($550\text{-}600\text{ cm}^{-1}$) est attribuée aux vibrations M-O dans les sites tétraédriques (probablement Fe-O ou Co-O). Le pic 422 cm^{-1} (basse fréquence) attribuée aux vibrations d'élongation M-O dans les sites octaédriques du réseau spinelle. Ont préparé la ferrite via la méthode coprécipitation .et ont utilisé des études FTIR pour analyser les caractéristiques structurales de l'échantillon. Le spectre FTIR affiche les deux bandes fondamentales des ferrite $\text{MnCoFe}_2\text{O}_4$ de type spinelles : $630\text{ - }650\text{ cm}^{-1}$ (tétraédrique)et le pic 422 cm^{-1} (octaédrique).

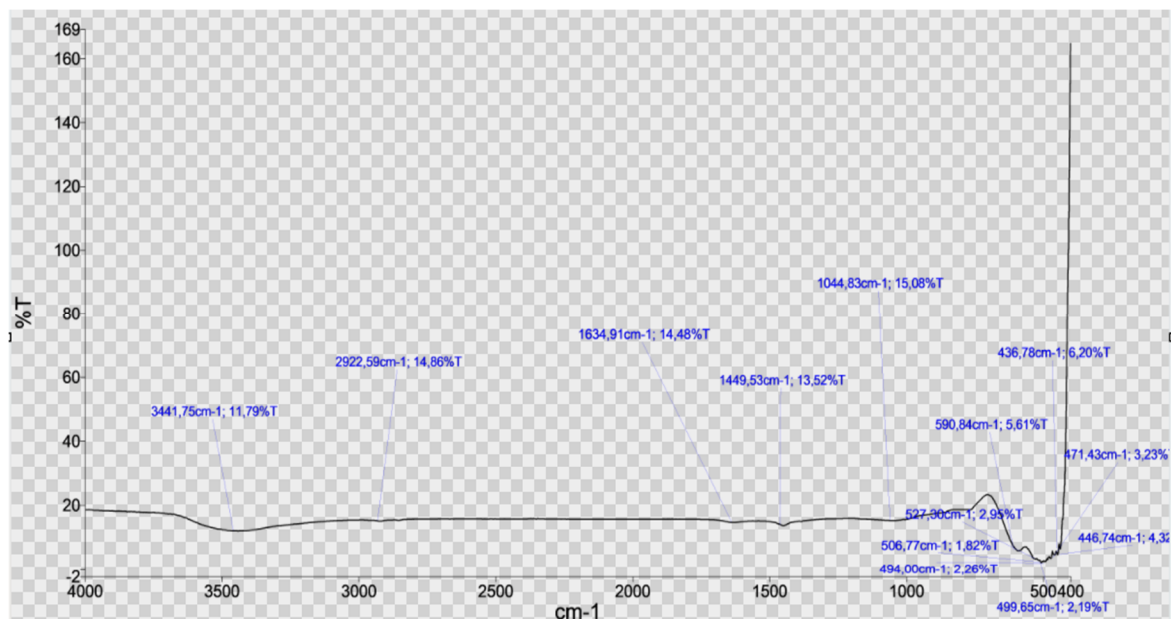


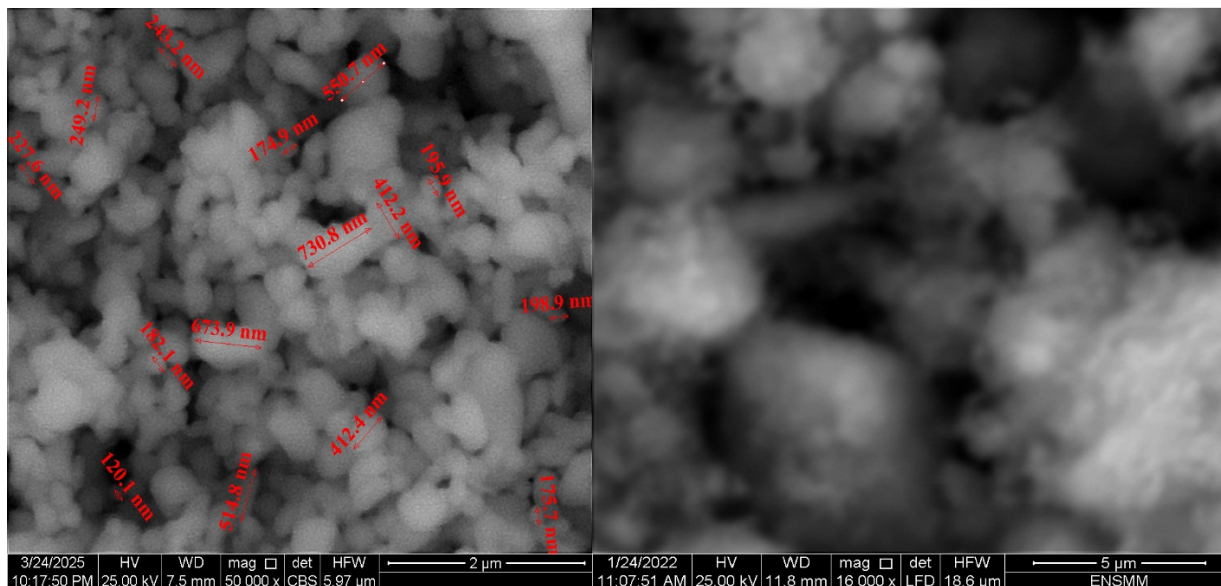
Figure :nanocomposite analysée a l'aide de FTIR.

Le spectre FTIR de l'échantillon est montré à la Fig. Le pic observé vers 3441 cm^{-1} cette bande large est généralement attribuée aux vibrations d'élongation O–H (la présence d'humidité ou de groupes hydroxyles à la surface du nanocomposite). Le pic 2922,59 cm^{-1} appartiennent aux vibrations d'élongation asymétrique C–H des groupes méthyle ou méthylène ($-\text{CH}_2-$, $-\text{CH}_3$). Le pic autour de 1634,91 cm^{-1} est associé aux vibrations d'élongation, elle peut indiquer la présence de groupes carbonyles ou d'aromatiques. Les pics cm^{-1} est 1449,53 Cela peut être attribué soit aux vibrations de déformation du groupe méthylène (CH_2), soit aux vibrations des liaisons carbone-carbone (C–C) dans les structures aromatiques. Le pic détecté à 1044,83 cm^{-1} caractéristique des vibrations d'élongation Si–O ou C–O. le pic observé vers 590,84 appartiennent au Vibration métal-oxygène (Fe–O, Mn–O, Co–O). Les pics 527,30 ; 506,77 ; 494,00 ; 499,65 ; 446,74 ; 436,78 cm^{-1} ont typiques des Vibrations de liaisons métal-oxygène (Zn–O, Fe–O, Co–O, Mn–O) caractéristiques des oxydes métalliques. Ont préparé les nanocomposite ZnO, MnCoFe₂O₃ via la méthode de coprécipitation et ont utilisé des études FTIR pour analyser les caractéristiques structurales de l'échantillon. Le spectre FTIR montre Les bandes larges à haute fréquence indiquent la présence de groupes hydroxyles et de chaînes organiques, et les bandes à basse fréquence confirment la présence de nanoparticules inorganiques ou d'oxydes métalliques. Cette combinaison est caractéristique d'un matériau composite à matrice organique et charge inorganique, adapté à des applications biomédicales ou de renforcement de matériaux.

Résultat MEB :

Le microscope électronique à balayage (MEB) a été employé pour observer la morphologie de surface des échantillons synthétisés. La figure (a) montre une image obtenue à un grossissement de 50 000 $\times$, mettant en évidence la structure du ZnO., microscope MEB indique que particules de ZnO à l'échelle nanométrique, présentant une morphologie globalement sphérique à subsphérique, Les grains sont bien individualisés mais fortement agglomérés, Distribution de taille Les mesures indiquent que les particules comprises entre 120 nm et 730 nm, l'image montre que L'ensemble est homogène, ce qui indique un processus de précipitation bien contrôlé. Dans la Figure (b) MnCoFe₂O₃ À 16000 $\times$ le MEB indique que particules de ferrite souvent nanométrique ente (20–100 nm) sont généralement sphériques ou pseudo-sphériques, selon l'image j de la Figure (b) nous pouvons affirmer que les particules sont bien dispersées mais

existe une certaine agglomération, la morphologie homogène et l'absence des particules allongées confirme la bonne qualité de la synthèse.



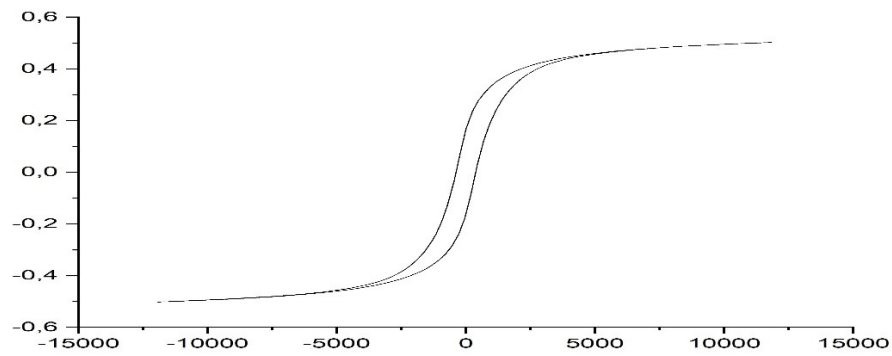
(a) Figure ZnO

(b) Figure MnCoFe₂O₃

Résultat VSM :

Pour étudier les effets de l'ajout du ZnO est du dopage de la ferrite par l'Europium,

L'aimantation (M_s), la coercivité (H_c), ;aimantation rémanente (M_r) du nanocomposite, un cycle hystérésis M-H a été enregistré en utilisant VSM sous le champ magnétique appliqué à température ambiante. La Figure montre la courbe hystérésis de l'échantillon étudié. Il est clair que l'échantillon montre un fin cycle en forme de S avec une magnétisation ($M_s = 0.50202$ emu), une rémanence ($M_r = 0.16202$ emu) et une coercivité ($H_c = 382.71$ G).



Coercivity (H_{ci}) 382.71 G

H_{ci} , Negative -382.63 G

H_{ci} , Positive 382.78 G

Magnetization (M_s) 0.50202 emu

Mass 19.640E-3 g

M_r , Negative -0.16144 emu

M_r , Positive 0.16260 emu

M_s , Negative -0.50175 emu

M_s , Positive 0.50230 emu

Number of Points 200

Retentivity (M_r) 0.16202 emu

RMS (X Moment) 0.44387 emu

Ces valeurs montre que le nanocomposite a une bonne capacité d'aimantation après élimination du champ magnétique et une coercivité modérée, avec une bonne stabilité magnétique . La

symétrie des valeurs positives et négatives de M_s , M_r et H_c confirme la qualité de l'échantillon et l'absence d'anisotropie magnétique excessive. Ces résultats montrent que l'unio de ZnO et le dopage par Eu modifient complètement les propriétés magnétiques, ce qui peut être utilisé pour des applications en nanotechnologie magnétique.

Conclusion :

le nanocomposite ZnO/MnCo ferrite (2) dopé à l'Europium, synthétisé par la méthode de coprécipitation.

L'analyse DRX confirmé la formation d'un nanocomposite bien cristallisé , Les pics observés montrent la présence des phases caractéristiques du ZnO et de la ferrite $\text{MnCoFe}_2\text{O}_4$, Le pic principal autour de $2\theta \approx 36$.

L'analyse FTIR montre la présence de liaisons des oxydes métalliques (Zn–O, Fe–O, Mn–O, Co–O) , et des groupes fonctionnels associés à l'humidité , et possibilité des traces organiques, typiques des procédés de synthèse par voie humide.

L'analyse MEB a montré

Les résultats VSM montrent que le nanocomposite a un comportement magnétique doux, avec une aimantation modérée, une coercivité stable et une rémanence satisfaisante.

Ces propriétés sont le résultat direct de l'association du ZnO à la ferrite dopée à l'Europium.

ce nanocomposite a également bien fonctionné pour des applications potentielles en nanotechnologie, notamment dans le domaine des matériaux fonctionnels à base d'oxydes.

Reference bibliographique

- 1} Zhang, Z., Wang, C., Zakutayev, A., et al. (2015). *Electronic structure and optical transitions in α -Fe₂O₃ hematite from first principles*. **Physical Review B**, 91(3), 035202.
- 2} Suryanarayana, C. (2001). *Mechanical alloying and milling*. **Progress in Materials Science**, 46(1–2), 1–184.
- 3} Jean Dubois & Jean-Marie Coey (2002). *Mechanosynthesis, a method of choice in solid-state synthesis*. Department of Chemistry, University of Namur.
- 4} Blake, R. L., Hessevick, R. E., Zoltai, T., & Finger, L. W. (1966). *Refinement of the Hematite Structure*. **American Mineralogist**, 51, 123–129.
- 5} Pauling, L., & Hendricks, S. B. (1925). *The crystal structures of hematite and corundum*. **Journal of the American Chemical Society**, 47(3), 781–790.
- 6} Hench, L. L., & West, J. K. (1990). *The sol-gel process*. **Chemical Reviews**, 90(1), 33–72.
- 7} Cullity, B. D., & Stock, S. R. (2001). *Elements of X-ray Diffraction*. 3rd Edition, Prentice Hall.
- 8} Willard, H. H., Merritt, L. L., Dean, J. A., & Settle, F. A. (1988). *Instrumental Methods of Analysis*. 7th Edition, Wadsworth Publishing Company.
- 9} Klug, H. P., & Alexander, L. E. (1974). *X-ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Materials*. Wiley-Interscience.
- 10} Ghrieb, Sifi. (2018). *Élaboration et étude des poudres nanostructurées de FeS₂ obtenues par broyage haute énergie*. Thèse de doctorat, Université Badji Mokhtar - Annaba.
- 11} Roco, M. C. (2003). *Nanotechnology: convergence with modern biology and medicine*. **Current Opinion in Biotechnology**, 14(3), 337–346.
- 12} Pradeep, T. (2007). *Nano: The Essentials – Understanding Nanoscience and Nanotechnology*. Tata McGraw-Hill Education.
- 13} Wang, Z. L. (2004). *Zinc oxide nanostructures: growth, properties and applications*. **Journal of Physics: Condensed Matter**, 16(25), R829–R858.
- 14} N. Tabaja, "Nanoparticules d'oxydes de fer et de ferrites obtenues par nano-réplication : réactivité chimique et application en dépollution des eaux," Université Pierre et Marie Curie-Paris VI, 2015).
- 15} Sun et al, "Spectroscopic signature of the uperparamagnetic transition and surface spin disorder in Nanoparticles" ACS Nano, Vol. 6, N° 6, 4876–4883, 2012.
- 16} M. C. & J. W. Jean DUBOIS, *Mechanosynthesis, a method of choice in solid state synthesis*., Department of Chemistry, UThere's Plenty of Room at the Bottom". Engineering and Science, 1960).
- 17} C. Stergiou et G. Litsardakis, « Structural and magnetic properties of yttrium and lanthanum-doped Ni-Co and Ni-Co-Zn spinel ferrites », présenté à ELECTROCERAMICS XIV CONFERENCE, Bucharest, Romania, 2014, p. 117-122. doi: 10.1063/1.4901668.
- 18} Nikzad, R. Parvizi, G. Rezaei, B. Vaseghi, et R. Khordad, « Structural, Magnetic and Microwave Properties of Nanocrystalline Ni-Co-Gd Ferrites », J. Electron. Mater., vol. 47, no 2, p. 1302-1310, févr. 2018, doi: 10.1007/s11664-017-5921-y.

- 19} Ditta, M. A. Khan, M. Junaid, R. M. A. Khalil, et M. F. Warsi, « Structural, magnetic and spectral properties of Gd and Dy co-doped dielectrically modified Co-Ni ($\text{Ni}_{0.4}\text{Co}_{0.6}\text{Fe}_2\text{O}_4$) ferrites », *Phys. B Condens. Matter*, vol. 507, p. 27-34, févr. 2017, doi: 10.1016/j.physb.2016.11.030.
- 20} V. Trukhanov et al., « Influence of the dysprosium ions on structure, magnetic characteristics and origin of the reflection losses in the Ni-Co spinels », *J. Alloys Compd.*, vol. 841, p. 155667, nov. 2020, doi: 10.1016/j.jallcom.2020.155667.
- 21} L. Zhang, R. He, et H.-C. Gu, « Oleic acid coating on the monodisperse magnetite nanoparticles », *Appl. Surf. Sci.*, vol. 253, no 5, p. 2611-2617, déc. 2006, doi: 10.1016/j.apsusc.2006.05.023.
- 22} Z. Shariatnia et M. Fazli, « Mechanical properties and antibacterial activities of novel nanobiocomposite films of chitosan and starch », *Food Hydrocoll.*, vol. 46, p. 112-124, avr. 2015, doi: 10.1016/j.foodhyd.2014.12.026.
- 23} J. Long et al., « A novel method for pullulanase immobilized onto magnetic chitosan/ Fe_3O_4 composite nanoparticles by in situ preparation and evaluation of the enzyme stability », *J. Mol. Catal. B Enzym.*, vol. 109, p. 53-61, nov. 2014, doi: 10.1016/j.molcatb.2014.08.007.
- 24} A. K. Gupta et M. Gupta, « Cytotoxicity suppression and cellular uptake enhancement of surface modified magnetic nanoparticles », *Biomaterials*, vol. 26, no 13, p. 1565-1573, mai 2005, doi: 10.1016/j.biomaterials.2004.05.022.
- 25} E.-A. Moacă et al., « Oleic Acid Double Coated Fe_3O_4 Nanoparticles as AntiMelanoma Compounds with a Complex Mechanism of Activity— In Vitro and In Ovo Assessment », *J. Biomed. Nanotechnol.*, vol. 15, no 5, p. 893-909, mai 2019, doi: 10.1166/jbn.2019.2726.
- 26} Y. Mouhib, M. Belaiche, et S. Briche, « Elaboration, Characterization, and Magnetic Properties of $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ Nanoparticles of High Purity Using Molten Salts Technique », *Phys. Status Solidi A*, vol. 215, no 23, p. 1800469, déc. 2018, doi: 10.1002/pssa.201800469.
- 27} A.M. Wahba et M. Bakr Mohamed, « Structural and magnetic characterization and cation distribution of nanocrystalline $\text{Co}_x\text{Fe}_{3-x}\text{O}_4$ ferrites », *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 378, p. 246-252, mars 2015, doi: 10.1016/j.jmmm.2014.10.16.
- 28} A. Kumar, N. Yadav, D. S. Rana, P. Kumar, M. Arora, et R. P. Pant, « Structural and magnetic studies of the nickel doped CoFe_2O_4 ferrite nanoparticles synthesized by the chemical co-precipitation method », *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 394, p. 379-384, nov. 2015, doi: 10.1016/j.jmmm.2015.06.087.

- 29} A. A. Ati, Z. Othaman, et A. Samavati, « Influence of cobalt on structural and magnetic properties of nickel ferrite nanoparticles », *J. Mol. Struct.*, vol. 1052, p. 177-182, nov. 2013, doi: 10.1016/j.molstruc.2013.08.040.
- 30} T. M. Hakami, A. M. Davarpanah, A. Rahdar, et S. D. Barrett, « Structural and magnetic study and cytotoxicity evaluation of tetra-metallic nanoparticles of $\text{Co}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{Cr}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ prepared by co-precipitation », *J. Mol. Struct.*, vol. 1165, p. 344-348, août 2018, doi: 10.1016/j.molstruc.2018.04.016.
- 31} J. Ma, B. Chen, L. Yan, et M. Sun, « Morphologies and magnetism of $\text{A B}_1\text{-Fe}_2\text{O}_4$ selfassembled nanospheres », *Mater. Res. Bull.*, vol. 102, p. 137-141, juin 2018, doi: 10.1016/j.materresbull.2018.02.031.
- 32} R. H. Kodama, A. E. Berkowitz, E. J. McNiff, et S. Foner, « Surface spin disorder in ferrite nanoparticles (invited) », *J. Appl. Phys.*, vol. 81, no 8, p. 5552-5557, avr. 1997, doi: 10.1063/1.364659.
- 33} K. Pubby, K. Vijay Babu, et S. Bindra Narang, « Magnetic, elastic, dielectric, microwave absorption and optical characterization of cobalt-substituted nickel spinel ferrites », *Mater. Sci. Eng. B*, vol. 255, p. 114513, mai 2020, doi: 10.1016/j.mseb.2020.114513.
- 34} F. Reyes-Ortega, Á. Delgado, E. Schneider, B. Checa Fernández, et G. Iglesias, « Magnetic Nanoparticles Coated with a Thermosensitive Polymer with Hyperthermia Properties », *Polymers*, vol. 10, no 1, p. 10, déc. 2017, doi: 10.3390/polym10010010.
- 35} Suryana (2001), *Mechanical Alloying and Milling*, *Progress in Materials Science* 46 (2001) 1-184). GHRIEB Sifi, Thèse de doctorat, Elaboration et Etude des Poudres Nanostructurées de Fe_2S_2 Obtenues par Broyage Haute Energie- 2018.
- 36} H. Jaafar, M. T. Ali, S. Subahri, A. L. Yusof, et M. K. M. Salleh, « Improving gain performance by using air substrate at 5.8GHz », in *2012 International Conference on Computer and Communication Engineering (ICCCE)*, Kuala Lumpur, Malaysia, juill. 2012, p. 95-98. doi: 10.1109/ICCCE.2012.6271159.
- 37} U. Wongpratrat, S. Maensiri, et E. Swatsitang, « EXAFS analysis of cations distribution in structure of $\text{Co}_{1-x}\text{Ni}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ nanoparticles obtained by hydrothermal method in aloe vera extract solution », *Appl. Surf. Sci.*, vol. 380, p. 60-66, sept. 2016, doi: 10.1016/j.apsusc.2016.02.082.
- 38} L. Pauling et S. B. Hendricks, « The crystal structures of hematite and corundum », *J. Am. Chem. Soc.*, 1925.
- 39} R. L. Blake et al., « Refinement of the Hematite Structure », *Am. Mineral.*, 1966.

- 40} Z. Zhang, C. Zhang, J. Dong et al., « Preparation and gas sensing properties of α -Fe₂O₃... », Sensors Actuators B, 2015.
- 41} K. E. Sickafus, J. M. Wills, et N. W. Grimes, « Structure of Spinel », J. Am. Ceram. Soc., 2004.
- 42} H. H. Willard, L. L. Merritt, J. A. Dean, et F. A. Settle, Instrumental Methods of Analysis, 1988. (pour FTIR)
- 43} B. D. Cullity et S. R. Stock, Elements of X-Ray Diffraction, 2001. (DRX – loi de Bragg)
- 44} H. P. Klug et L. E. Alexander, X-ray Diffraction Procedures, 1974. (taille de cristallite).
- 45} S. Ghrieb Sifi, Thèse de doctorat, Université de Tlemcen, 2018.
- 46} M. C. Roco, « Nanotechnology: convergence with modern biology and medicine », Curr. Opin. Biotechnol., 2003.
- 47} T. Pradeep, Nano: The Essentials, 2007.
- 48} Y.-R. Luo, Comprehensive Handbook of Chemical Bond Energies, CRC Press, 2007.
- 49} S. Jovanović et al., « Effect of Oleic Acid Concentration... », J. Phys. Chem. C, 2014.
- 50} Z. L. Wang, « Zinc oxide nanostructures: growth, properties and applications », J. Phys. Condens. Matter, 2004.
- 51} Suryana (2001), Mechanical Alloying and Milling, Progress in Materials Science 46 (2001) 1-184). GHRIEB Sifi, Thèse de doctorat, Elaboration et Etude des Poudres Nanostructurées de FeS₂ Obtenues par Broyage Haute Energie- 2018