



MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITÉ «ABBÈS LAGHROUR» DE KHENCHELA
FACULTÉ DES SCIENCES ET TECHNOLOGIE
Département des Sciences de la Matière



N° de série :.....

Mémoire de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme de Master (L.M.D)

Filière : Physique
Spécialité : Physique des Matériaux

Intitulé :

**Elaboration et étude structurale,
microstructurale des nanostructures de l'oxyde
de SnO_2 , $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}$ [X=2%, 5%,10%]**

Réalisé par : - BOUCHAMI Abir
- AFOUFOU Hassiba

Dirigé par :
Dr. Roguai Sabrina

Membres de jury :
Pr. Djelloul Abdelkader
Dr. Maamria Leila

Présenté le :09/09/2020

Remerciements

Ce travail de mémoire a été réalisé au sein de laboratoire des structures, Propriétés et Interactions Inter Atomique (LASPIP2PA) l'université de ABBES LAGHROUR KHENCHELA.

Avant tous, nous tenons à remercier le Dieu et nos parents, tout puissant, pour le courage, la volonté et la force qui nous a donné tout au long de notre chemin.

*Nous tenons à remercier vivement notre promoteur **Dr.***

***ROGUAI SABRINA** qui nous a proposé le thème de ce projet et qui nous a guidé la progression avec un soin constant.*

Nous avons un grand plaisir à remercier :

- *Monsieur **Djeloul .A,** Professeure à l'université Abbes Laghrour, département de science et technologie pour son accueil et son aide à contribué ce travail*
- *Notre remerciement président du jury Pr. Djelloul Abdelkaderet **Dr. MAAMRIA LAILA** d'avoir accepté d'examiner ce travail.*

Ainsi que leur soutien, à toutes nos familles, petites et grandes, pour leur support et leur présence.

Dédicace

A On dédie ce travail

*À mon père **Ali** et ma mère **Rabiha** pour leurs*

Affection et Amour

...À mes sœurs :

Imen, Maroi, safa et mon petit ange wail

....A mon frère :

Mohamed riad

... À toutes ma famille

*...A ma binôme : **Hassiba***

...À mes collègues, À mes amis :

Houda,Roumaissa,souad,Dounia

À tous les étudiants de science de la matière

À tous ceux et celles qu'on aime de près comme de loin

Et à tous ceux qui me soutenu

**** BOUCHAMI.ABIR****



dédicaces

On dédie ce travail :

*À mon père **Maache** et ma mère **Bahia** pour leurs*

Affection et Amour

*À mes frères **Mohamed, Noufal**, mes sœurs **Amina et Anfel***

À toutes ma familles

À mes collègues, À mes amis

À tous les étudiants de science de la matière

À tous ceux et celles qu'on aime de près comme de loin

Et à tous ceux qui me soutenu

Hassiba

A decorative horizontal border with a wavy, ribbon-like shape, outlined in black, framing the central text.

Table des matières

Table des matières

Liste des abréviations.....	I
Liste des figures.....	II
Liste des tableaux.....	III
Introduction générale	1

CHAPITRE I: Etude bibliographiques

I. Introduction.....	4
I.1.Nanoparticules.....	4
I.1.1. Définition.....	4
I.2. Procédés de synthèse des nanomatériaux.	4
I.2.1.Procédés par voie physique.....	4
I.2.1.1. Combustion.....	4
I.2.1.2. Pyrolyse laser.....	5
I.2.2. Procédés par voie chimique.....	6
I.2.2.1.Méthode de Co – précipitation	6
I.2.2.2.La méthode sol-gel.....	8
I.3.Les applications des nanoparticules.....	9
I.4. Les propriétés de l'oxyde d'étain	
SnO₂.....	13
I.4.1.Les propriétés structurales de	
(SnO ₂).....	13
I.4.2.Les propriétés optique de (SnO ₂).....	14
I.4.3.Les propriétés électriques de (SnO ₂).....	15
I.4.4.Les propriétés physico-chimiques.....	18
I.5.Les applications de l'oxyde d'étain (SnO₂).....	19
I.5.1. Détection de gaz.....	19
I.5.2. La photo catalyse.....	20
I.5.3. Electrodes.....	21
I.5.4.Photovoltaïques.....	21
I.6 Conclusion du chapitre.....	21

CHAPITRE II : Elaboration et techniques de caractérisation

II.1. Introduction.....	23
II.2. La Co-précipitation.....	23
II.2.1. Le principe.....	24
II.2.2. Les Avantages.....	24
II.2.3. Les grands paramètres de synthèse.....	24
II.3. Elaboration des nanoparticules de SnO_2 pure et dopées Fe.....	24
II.3.1. Préparation les échantillons et les solutions.....	24
II.3.2. Cas de dopage.....	25
II.3.3. Calculer le rendement.....	25
II.4. Techniques de caractérisation.....	27
II.4.1. Caractérisation Structurale.....	27
II.4.1.1. Diffraction de rayon X.....	27
II.4.1.1.1. Principe.....	27
II.4.1.1.2. Conditions d'analyse.....	28
II.4.1.2. Microscopie électronique à balayage (MEB).....	28
II.4.1.2.1 Principe	28
II.4.1.2.2. Conditions d'analyse.....	29
II.5. Conclusion du chapitre.....	30

CHAPITRE III : Résultats et discussions

III.1. Introduction.....	32
III.2. Les caractéristiques structurales et morphologiques.....	32
III.2.1. Analyse structurale : Analyse par DRX	32
III.2.2. L'analyse par la microscopie électronique à balayage.....	35
III.3. Conclusion du chapitre.....	36
Conclusion générale	38
Références	40
Annexes.....	47
Résumé	

Liste des abréviations

Liste des abréviations

E : Energie de photon (eV)

E_g : Seuil d'absorption optique (énergie du gap)

h ν : Energie d'un photon incident (eV)

λ : Longueur d'onde (nm)

hc : Hexagonale compact

n : ordre de diffraction de Bragg (nombre entier)

k : Vecteur d'onde (m^{-1})

d_{hkl} : Distance entre les plans réticulaires

a ,b , c : paramètre de maille de la structure pérovskite

SnO_2 : Le dioxyde d'étain

TiO_2 : L'oxyde de titane

Fe : Le fer

O : Oxygène

UV : Ultra visible

OTC : Oxydes transparent conducteurs [transparent Conductive Oxydes]

IR : Infra rouge

Sol-gel : Solution-Gélification

DRX : Diffraction de rayon X

MEB : Microscopie électronique à balayage



Liste des figures

Liste des figures

Chapitre I: Etude bibliographique

Figure I.1 : Turboréacteur à double flux avec une chambre de combustion annulaire.....	2
Figure. I.2 : Schéma expérimental du procédé spray pyrolyse.....	3
Figure I.3 : Photo et schéma du réacteur de pyrolyse laser, cliché MET de nanoparticules d'oxydes d'étain typiques obtenues par cette technique.....	3
Figure I.4 : Schéma du dispositif expérimental utilisé pour conduire la synthèse de poudres d'étain par Co-précipitation inverse.....	4
Figure I.5 : Représentation schématique des étapes de germination, de croissance et d'agrégation mises en jeu lors de la synthèse de poudre par précipitation	6
Figure I.6 : Schéma représentant les différentes étapes du procédé sol-gel.....	6
Figure. I.7 : Maille conventionnelle du réseau de l'oxyde d'étain (structure de type rutile).....	10
Figure I.8 : Spectre typique de transmission d'une couche mince de (SnO ₂).....	11
Figure I.9 : Structure de bandes de SnO ₂ cristallin rutile d'après Robertson	13
Figure I.10 : Diagramme schématique des processus de transition directe et indirecte dans un semi-conducteur.....	13
Figure I.11: Exemple de détection de gaz.....	17

Chapitre II: Elaboration et techniques de caractérisation

Figure II.1 : Montage expérimental utilisé (Co-précipitation).....	26
Figure II.2 : Shéma de la loi de Bragg.....	27
Figure II.3 : Image du diffractomètre de type Rigaku Mini Flex 600. (laboratoire universitaire Biskra).....	28
Figure II.4 : principe de MEB.....	29
Figure II .5 : image de MEB (laboratoire universitaire Biskra).....	29

Chapitre III: Résultats et discussions

Figure. III.1 : Spectre de diffraction des rayons X des nanoparticules de SnO ₂ , Sn _{1-x} Fe _x O ₂ [X = 0, 2, 5 et 10 %].....	34
Figure. III.2 : Les images du MEB des nanoparticules de SnO ₂	

Liste des figures

$\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_2$ [X = 0, 2, 5 et 10 %].....	35
--	----

Liste des Tableaux

Liste des tableaux

Chapitre I: Etude bibliographique

Tableau I.1: Exemples de propriétés recherchées par l'utilisation de nanoparticules dans différents secteurs d'activité économique.....	9
Tableau I.2 : Les différentes structures de l'oxyde d'étain.....	14
Tableau I.3 : Propriétés électriques principales d'un cristal de SnO ₂	15
Tableau I.4 : Variation de la résistivité de l'oxyde d'étain en fonction de son épaisseur.....	18
Tableau I.5 : Propriétés physico-chimique essentielles de dioxyde d'étain.....	19

Chapitre III: Résultats et discussions

Tableau III.1 : La fiche J.C.P.D.S. de la structure tétragonale de SnO ₂ avec les paramètres ($a=4.738$ et $c=3.186$).....	33
---	----

Introduction générale

Introduction générale

Le domaine de la recherche en nanotechnologie est en train de devenir une technologie de pointe interdisciplinaire offrant des perspectives immenses dans de nombreux domaines (biologie, physique, chimie, science des matériaux et médecine). En santé, de nouveaux outils de diagnostic médical, des médicaments mieux ciblés notamment pour combattre les tumeurs cancéreuses ont vu le jour. La catalyse représente l'application la plus importante. Le catalyseur est d'autant plus efficace que sa surface active est grande (le rapport de la surface par rapport au volume est important). C'est pourquoi on utilise souvent les catalyseurs sous des formes ultra-divisées, les nanoparticules étant le cas extrême. Ces nanoparticules peuvent être synthétisées par différentes méthodes qui peuvent être classifiées en trois grandes familles: physiques, chimiques et biologiques.

On appelle nanoparticule une particule de taille comprise entre 1 et 100 nm. Les matériaux de cette taille confèrent souvent des propriétés physiques et chimiques uniques et nouvelles, non rencontrées avec les matériaux de plus grande taille. Les nanoparticules trouvent des applications dans de nombreux domaines allant du biomédical à la cosmétique en passant par la catalyse.

Parmi ces matériaux OTC le dioxyde d'étain(SnO_2) est le premier conducteur transparent abondamment commercialisé, et un important semi-conducteur possédant une large bande interdite.

Le dioxyde d'étain est l'un des oxydes conducteurs transparents (OTC) les plus utilisés dans la technologie, il connaît durant ces dernières décennies un intérêt industriel afin de le développer sous forme de couches minces en raison de leurs remarquables propriétés physiques telles que leur caractère semi-conducteur de type n, une bonne transparence optique dans le domaine du visible. Grace à leurs propriétés, le dioxyde d'étain(SnO_2) s'adapte bien pour différentes applications par exemple : le domaine des capteurs chimiques, les applications photovoltaïque set photo-catalytiques...etc.

L'objectif de notre étude porte sur la préparation et la caractérisation des nanoparticules d'oxyde de SnO_2 , $\text{Sn}_{1-X}\text{O}_2$ [$X = 2\%, 5\%$ et 10%], et d'autre part, d'étudier l'influence de dopage sur les propriétés structurales et micro structurales par le procédé Co-précipitation.

Introduction générale

Ce mémoire comporte trois (3) chapitres:

Le premier chapitre expose, en premier lieu, quelques définitions sur les nanoparticules puis une revue sur le dioxyde d'étain SnO_2 et ces propriétés essentielles. En dernier lieu, nous présentons quelques applications de cet oxyde dans la technologie.

Le deuxième chapitre est présente les différentes conditions et techniques expérimentales utilisées dans cette étude.

Le troisième chapitre est consacré à la présentation des résultats obtenus et leur interprétation.

Enfin, nous terminons ce manuscrit par une conclusion générale dans laquelle nous dégageons l'ensemble des résultats significatifs que nous avons obtenus durant ce parcours de travail.



Chapitre I:
Etude bibliographique

I.Introduction

Les nanoparticules métalliques font l'objet d'un intérêt croissant dans divers domaines de sciences et de technologies, car ces particules individualisées possèdent bien souvent des propriétés différentes de leurs équivalents agglomérés. Ils possèdent des propriétés physiques, chimiques spécifiques différentes de celles de l'état massif dont l'intérêt est non seulement dans leurs applications technologiques mais aussi elle constitue un modèle d'étude fondamental de croissance de la matière.

Dans ce chapitre en va présenter les bases bibliographiques nécessaires à la compréhension de l'étude. Nous décrirons dans la première partie sur les nanoparticules on générale. La deuxième partie sur le dioxyde d'étain (SnO_2) ses propriétés et ses applications.

I.1.Nanoparticules

I.1.1. Définition

Une nanoparticule est un assemblage de quelques centaines à quelques milliers d'atomes, formant un objet dont au moins une dimension est comprise entre 1 et 100 nm. La plupart des matériaux à l'échelle du micromètre présente les mêmes propriétés physiques que celles du matériau massif. Par contre, à l'échelle du nanomètre, ces matériaux peuvent Posséder des propriétés physiques différentes du matériau massif. Les particules de plus Petites tailles (< 10 nm) nommées « molécules artificielles » ou point quantiques (en anglais quantum dots QD) quand elles manifestent un effet quantique ; ou les nano-cristaux quand elles ont une structure cristalline ; ou encore les nano colloïdes quand ils sont en dispersions (quelles soient solides, liquides ou gazeuses).

I.2. Procédés de synthèse des nanoparticules (poudres)

I.2.1.Procédés par voie physique

I.2.1.1. Combustion

La combustion est la technique qui se rapproche le plus de la pyrolyse laser. En combustion, les précurseurs sont décomposés thermiquement dans une flamme résultante de la réaction de combustion d'un combustible et d'un carburant. Dans la plupart des cas, l'oxygène ou l'air sont utilisés comme combustible et le méthane (CH_4) est choisi comme carburant mais il peut être substitué par d'autres carburants tels que l'acétylène ou l'éthylène.

Les deux précurseurs les plus utilisés sont le chlorure de titane et l'isopropoxyde de titane (TTIP). Un système de trempe peut être disposé dans le réacteur de synthèse afin de mieux contrôler la taille des particules synthétisées qui est comprise dans une gamme allant de 6 à 21 nm. La structure cristalline la plus généralement observée est l'anatase mais des taux allant jusqu'à 65 % de rutile ont été obtenus sous certaines conditions expérimentales. De plus, la taille et la cristallinité des particules dépendent essentiellement de la température et du temps de résidence dans la flamme. Des chercheurs ont observé qu'un champ électrique permettait de maîtriser la taille et l'agglomération des nano poudres produites [1].

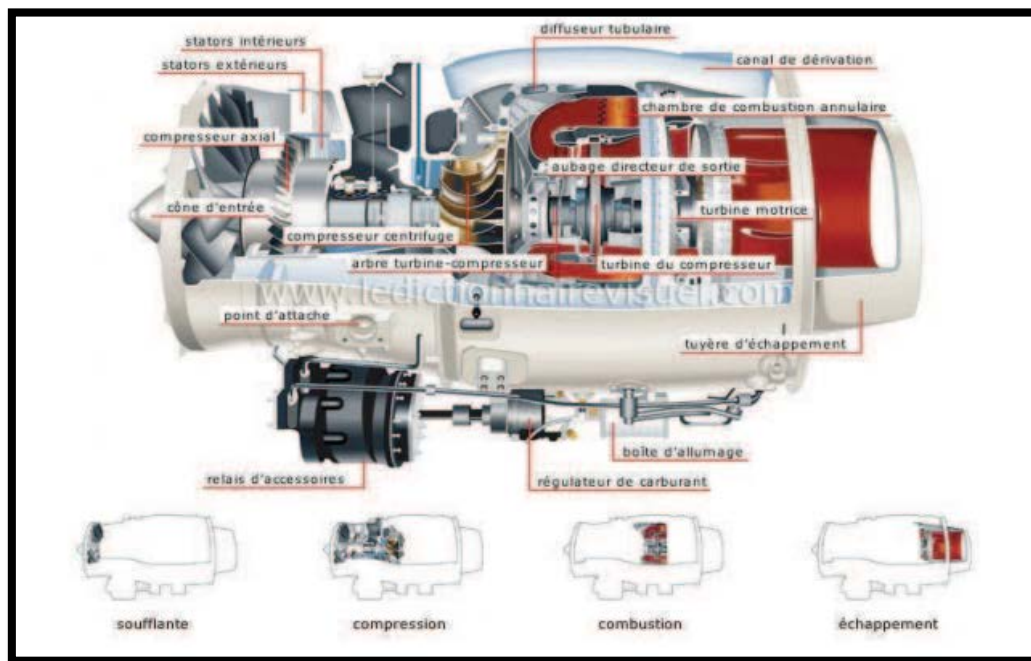


Figure I.1: Turboréacteur à double flux avec une chambre de combustion annulaire [2].

I.2.1.2 Pyrolyse laser

Elle repose sur l'interaction en jets croisés entre un faisceau laser infrarouge CO_2 et un flux de réactifs dans un réacteur sous atmosphère contrôlée. Le transfert d'énergie provoque une élévation de température dans la zone de réaction, les précurseurs sont dissociés, une flamme apparaît dans laquelle des nanoparticules sont formées sans interaction avec les parois du réacteur. Les précurseurs peuvent être gazeux ou liquides, dans le cas d'un liquide, le précurseur est injecté dans le réacteur sous forme d'aérosol. Des nano-objets de différents matériaux ont été synthétisés par cette méthode de même que des nanoparticules de métaux nobles tels que l'argent [3], et l'or [4]. Ainsi que de semi-conducteurs tels que (TiO_2), GaN [5] et ZnS [6].

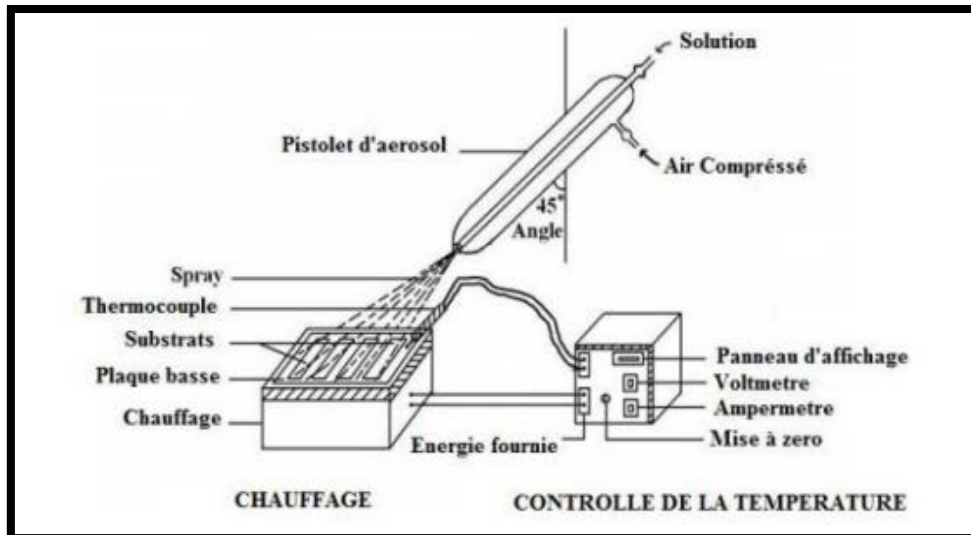


Figure I.2: Schéma expérimental du procédé spray pyrolyse [7-8].

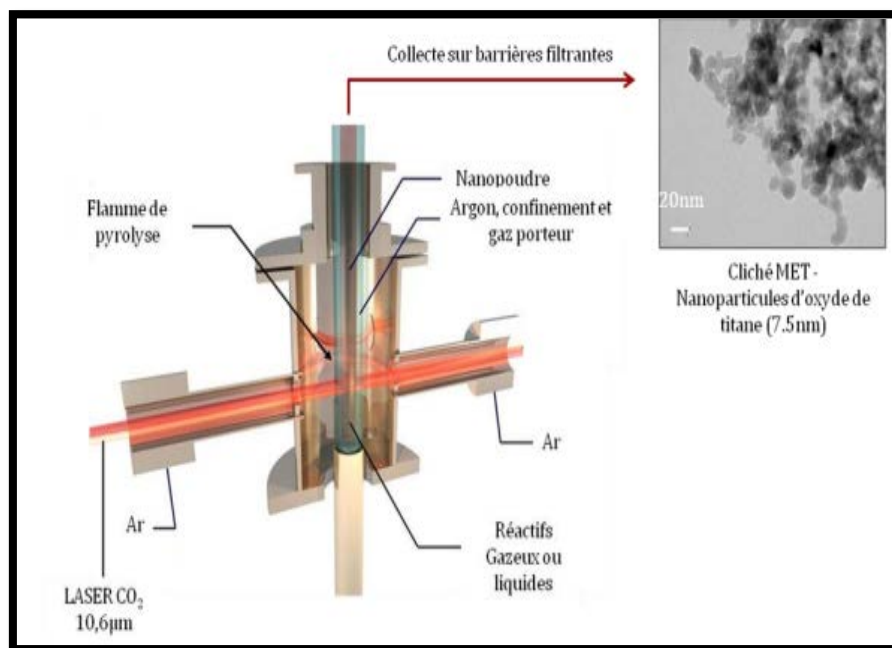


Figure I.3 : Photo et schéma du réacteur de pyrolyse laser, cliché MET de nanoparticules d'oxydes d'étain typiques obtenues par cette technique

I.2.2. Procédés par voie chimique

I.2.2.1.Méthode de Co – précipitation

La synthèse de Co-précipitation permet l'obtention de produits de précurseurs par Précipitation simultanée de deux cations M et M' (M étant un alcalin ou un alcalino-terreux et M'un métal de transition). Généralement après le mélange des deux solutions contenant les

cations métalliques, la mesure du PH est nécessaires pour pouvoir suivre l'évolution de la précipitation, après dissolution des masses adéquates d'oxydes métalliques, les solutions sont mélangées progressivement puis diluées. La précipitation a lieu à froid ou à chaud à un PH donné. Toutes les espèces ont été précipitées à PH basique sous forme d'oxalate ou hydroxyde, après les étapes intermédiaires de décantation, rinçage et filtration le précipite subit un lavage destiné à enlevé les impuretés organique. Puis on le produit obtenue est séché pour évaporé le solvant, ensuite broyé pour diminué la taille des grains de poudre. Finalement le précipite doit subir une calcination pour obtenir la phase pérovskite [9].

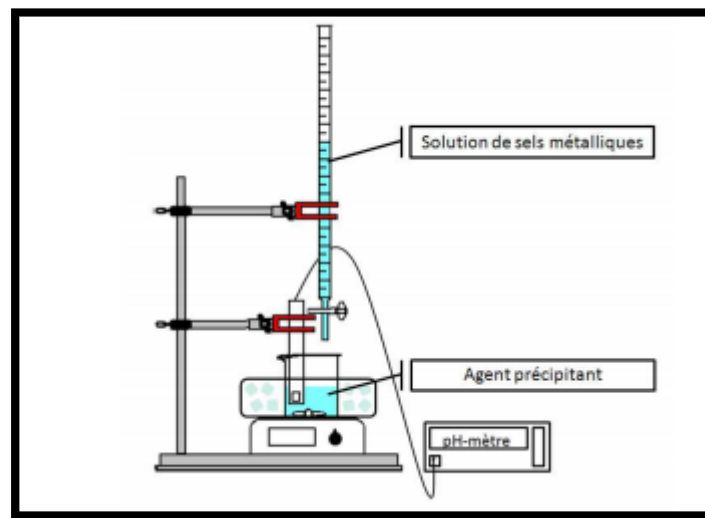


Figure I.4 : Schéma du dispositif expérimental utilisé pour conduire la synthèse de poudres d'étain par Co-précipitation inverse

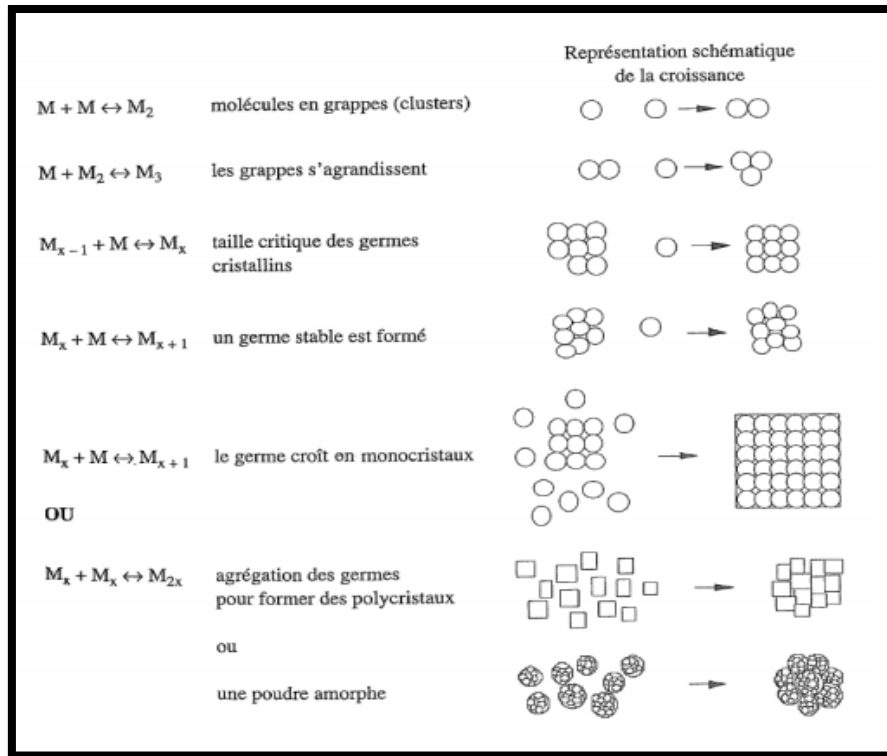


Figure I.5 : Représentation schématique des étapes de germination, de croissance et d'agrégation mises en jeu lors de la synthèse de poudre par précipitation [10].

I.2.2.2. La méthode sol-gel

Que nous avons utilisée dans notre travail de thèse permet l'obtention d'une grande variété d'oxydes sous différentes configurations (monolithes, couches minces, fibres, poudres). Elle présente l'avantage d'utiliser une chimie douce et de pouvoir obtenir des matériaux très purs et stœchiométriques [11]. Le principe de base de ce procédé (solution-gélification) est le suivant : une solution à base de précurseurs en phase liquide se transforme en un solide par un ensemble de réactions chimiques de type polymérisation à température ambiante [12].

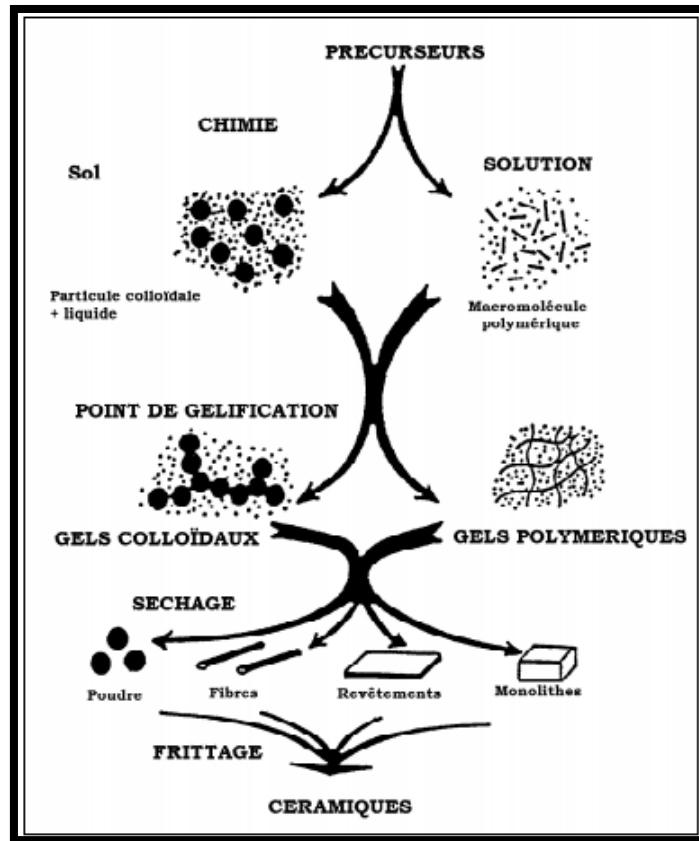


Figure I.6 : Schéma représentant les différentes étapes du procédé sol-gel.

I.3. Les applications des nanoparticules

Toutes les grande familles de matériaux sont concernées: les métaux les métaux les céramiques les diélectriques les oxydes magnétiques les polymères les carbones etc. Du fait de leurs propriétés variées et souvent inédites les nanomatériaux recèlent de potentialités très diverses et leurs utilisations ouvrent de multiples perspectives.

Les nanomatériaux permettent ainsi des innovations incrémentales et de rupture dans de nombreux secteurs d'activité tels que la santé l'automobile la construction l'agroalimentaire ou encore l'électronique.

Tableau I.1: Exemples de propriétés recherchées par l'utilisation de nanoparticules dans différents secteurs d'activité économique [13]

Transport terrestre, aéronautique et spatial	Accroissement de: performance des moteurs, résistance mécanique et thermique des matériaux, efficacité énergétique, sécurité,
--	---

	confort, matériaux autonettoyants; réduction de: la corrosion et du poids des composantes, pollution, couts, consommation de carburant; développement de détecteurs de glace et de fissures des structures
Electronique et communication	Développement de: mémoires à haute densité, processeurs miniaturisés, écrans plats à éclairage brillant et à très haute définition, polymères et composantes nanostructures permet le développement de composants électroniques souples et de papier électronique
Industrie chimique et matériaux	Développement de: céramiques, pigments, poudres et catalyseurs multifonctionnels, fils plus légers et plus résistants, inhibiteurs de corrosion, couches fonctionnelles (isolation thermique, antiadhésif, antistatique), peintures, vitres et vêtements photo actifs et autonettoyants, membranes pour la séparation des matériaux(traitement d'eau, dialyse), catalyseurs structurés, recouvrements ultra résistants et outils de coupe extrêmement durs
Santé et industries pharmaceutique, biomédicale, biotechnologique et des cosmétiques	Nouvelles approches pour: diagnostic médical plus précis (marqueurs fluorescents, contraste accru en imagerie, meilleure caractérisation de certains paramètres) et traitement mieux ciblé et plus efficace, micro-laboratoires à bio puces et mini senseurs sensibles En cosmétique, amélioration de propriétés optiques (protection contre l u v), de la tenue (crèmes solaires résistantes à l'eau), de la

	brillance et de la transparence des produits et développement de nouveaux produits antirides, anti-âge et antibactériens
Agriculture	Développement des modes de solubilisation sur demande, meilleure absorption de pesticides, fertilisants et autres substances chimiques agricoles. Optimisation de la production animale par libération d'hormones de croissance et de vaccins sur demande, détection de pathogènes chez les animaux ou les plantes
Energie	Amélioration des performances des systèmes de production et d'utilisations de l'énergie ; stockage de hydrogène; nouvelle génération de cellules photovoltaïques; production de batteries intelligentes, de barrières thermiques, matériaux isolants plus efficaces
Secteur manufacturier	Conception d'équipements pour produire et incorporer les NP dans des produits à valeur ajoutée et assurer la caractérisation et la qualité; ingénierie de précision pour la production de nouvelles générations d'instruments de mesure ; nouveaux processus et nouveaux outils pour manipuler la matière au niveau atomique et développement d'appareils divers
Environnement et écologie	Capteur pour détection de multi-substances en temps réel ; réduction des émissions de polluants, dépollution de sites contaminés, traitement des effluents, protection des organismes sensibles et diminution des émissions de CO_2 production d'eau ultra pure, du récupération et recyclage des

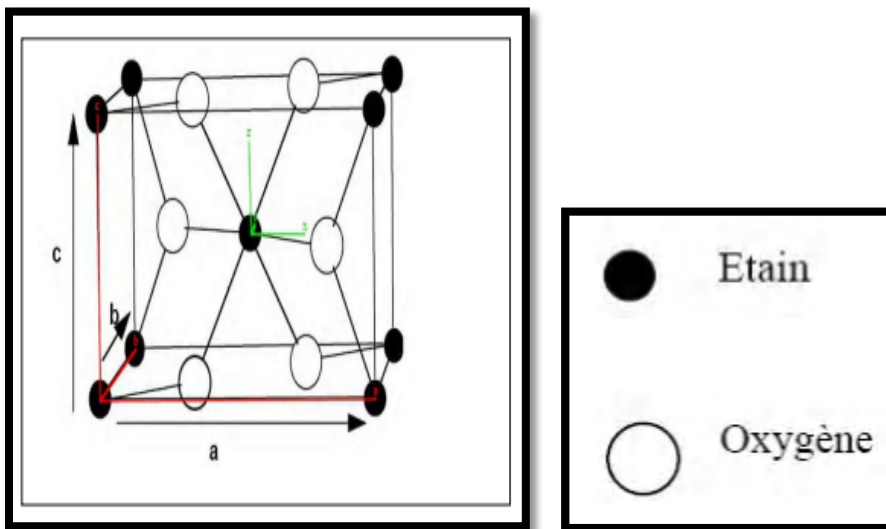
	ressources existantes, amélioration de la décontamination et du recyclage des métaux, surveillance de l'environnement
Sécurité des procédés et produits	Senseurs agissant en temps réel et de contrôle de qualité à l'échelle atomique ; la protection contre les copies, papiers sécurisés antifraude ; procédés de marquage pour la traçabilité
Défense	Détecteurs d'agents chimiques et biologiques, explosifs plus puissants, systèmes furtifs, textiles légers et performants se réparant d'eux-mêmes, systèmes de surveillance miniaturisés et de systèmes de guidage plus précis
Caoutchouc et matières plastiques	Réduction du poids et augmentation de la performance des pneumatiques, durée de vie accrue et recyclage, réduction des émissions sonores. Elimination d'électricité statique
Métallurgie	Amélioration des propriétés des métaux, diminution du frottement et de l'utilisation de lubrifiants lors de la fabrication des pièces ; outils de coupe plus durs et plus résistants à l'abrasion et à la corrosion, et amélioration des performances d'usinage.

Le dioxyde d'étain (SnO_2) ou (oxyde stannique) se trouve à l'état naturel sous forme de cassitérite minérale (qui est un oxyde de couleur variable, allant du jaunâtre au noir) elle est connue et exploitée depuis les temps les plus anciens [14]. En 1849, les premiers cristaux synthétiques rhomboïdaux et quadratiques (identiques à ceux de la cassitérite) ont été obtenus respectivement par Daubree et Deville [15]. Le dioxyde d'étain, est un composé chimique de formule, (SnO_2) qui possède des propriétés optiques, électriques et structurales remarquables.

I.4 Les propriétés de l'oxyde d'étain SnO₂

I.4.1. Les propriétés structurales de SnO₂

L'oxyde d'étain présente un écart à la stœchiométrie du fait de l'existence, plus ou moins grande suivant le mode d'élaboration des couches, de lacunes d'oxygène au sein de la maille Cristalline. La formule chimique de ce composé se présente donc sous la forme SnO_x avec $0.8 < x < 2.0$. Présent à l'état naturel, le dioxyde d'étain, sous forme cassitérite, cristallise sous la structure tétragonale de type rutile avec un groupe d'espace D_{4h}. Les paramètres du réseau cristallin sont les suivants : $a=4.74 \text{ \AA}$ et $c=3.19 \text{ \AA}$. La maille est constituée de deux atomes d'étain ($r_{Sn^{4+}} = 0.71 \text{ \AA}$) placés aux sommets d'un triangle équilatéral et de quatre atomes d'oxygène ($r_{O^{2-}} = 1.40 \text{ \AA}$) placés aux sommets d'un octaèdre régulier. La description de l'orientation cristallographique de la maille varie selon le mode d'élaboration de l'oxyde d'étain [16].



Rayon ionique de l'oxygène 1.4 \AA

Rayon ionique d'étain 0.71 \AA

Figure I.7 : Maille conventionnelle du réseau de l'oxyde d'étain (structure de type rutile).

La plupart des auteurs signalent que la cristallinité et donc l'orientation cristallographique des couches dépendent de la température d'élaboration. Ainsi, on peut constater que pour des températures inférieures à 375°C , les films déposés sont amorphes [17].

L'oxyde d'étain peut se cristalliser dans différentes structures (voir le tableau I.2), ces structures sont stables qu'à des pressions bien précises.

Tableau I.2: Les différentes structures de l'oxyde d'étain [18].

Pression(GPas)	Structure
Atmosphérique	Rutile
11.2	CaCL2
12	Alpha-pbo2
>21	Cubique Fluorine

I.4.2. Les propriétés optiques de SnO₂

Les propriétés optiques du SnO₂ dépendent de l'interaction d'ondes électromagnétiques avec Les électrons du semi-conducteur. Une onde électromagnétique interagissant avec ce matériau sera complètement absorbée par celui-ci si l'énergie associée $E=h\nu=hc/\lambda$ est capable de transférer des électrons de la bande de valence à la bande de conduction c'est à dire d'être au moins égale à la largeur de la bande interdite (gap). Ainsi, si l'on veut que le matériau soit transparent dans toute l'étendue du visible, il est nécessaire que le gap soit au moins aussi large que la plus grande des énergies associées aux fréquences du spectre visible (400 nm à 800nm). Une bonne transparence dans tout le spectre du visible sera donc assurée par une valeur de la bande interdite au moins égale 3.1 eV.

Selon la taille des nanoparticules de SnO₂, son énergie de gap variée entre 3.5 eV et 4.1 eV selon les auteurs [19-25]. Sous la forme de couche mince, le SnO₂ d'un gap de 3.8 eV est un bon matériau transparent dans le domaine optique du visible.

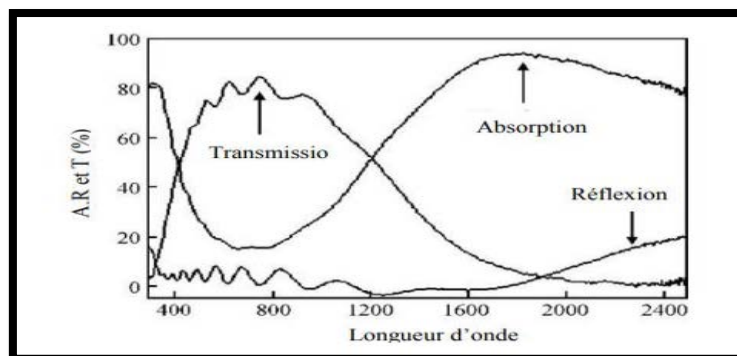


Figure I.8: Spectre typique de transmission d'une couche mince de (SnO₂) [26].

I.4.3. Les propriétés électriques de SnO₂

Les semi-conducteurs sont des matériaux présentant une conductivité électrique intermédiaire entre les métaux et les isolants. Les semi-conducteurs sont primordiaux en électronique, car ils offrent la possibilité de contrôler, par divers moyens, aussi bien la quantité de courant électrique susceptible de les traverser que la direction que peut prendre ce courant.

L'oxyde d'étain est un semi-conducteur avec une large bande interdite de $E_g = [3,6 - 4,2\text{eV}]$ [27]. La connaissance de la structure de bandes électroniques du SnO₂ est nécessaire pour comprendre ses propriétés électro-optiques. Les propriétés électriques relevées dans la bibliographie sont très variables. Les caractérisations sont en général faites sur un cristal de SnO₂. Quelques ordres de grandeur pour les caractéristiques électriques principales sont donnés dans le (Tableau I.3), ces propriétés le classent dans les semi-conducteurs de type N.

Tableau I.3 : Propriétés électriques principales d'un cristal de SnO₂ [28].

Propriétés	Valeur
Bande interdite (eV)	En général 3.6
Mobilité de hall (μH en $\text{cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{S}^{-1}$)	Entre 1 et 300 à 300 k
Concentration de porteurs (n on at. cm^{-3})	Entre 10^{16} et 10^{20}

La (figure I.8) montre la structure de bandes de l'oxyde d'étain cristallin rutile. Il s'agit d'un semi-conducteur à gap direct. Pour rappel, la notion de gap direct ou indirect (appelé aussi largeur de bande interdite), est liée à la position des extrema des bandes de valence et de conduction, dans le diagramme représentant ces énergies en fonction du vecteur d'onde k . Dans le cas où ces extrema sont alignés suivant k , la transition d'un électron de la bande de valence vers la bande de conduction se fait verticalement, et la transition est dite directe (figure I.9). En revanche, lorsque ces extrema sont décalés, la transition se fait avec l'assistance d'un phonon, et la transition est de type indirect.

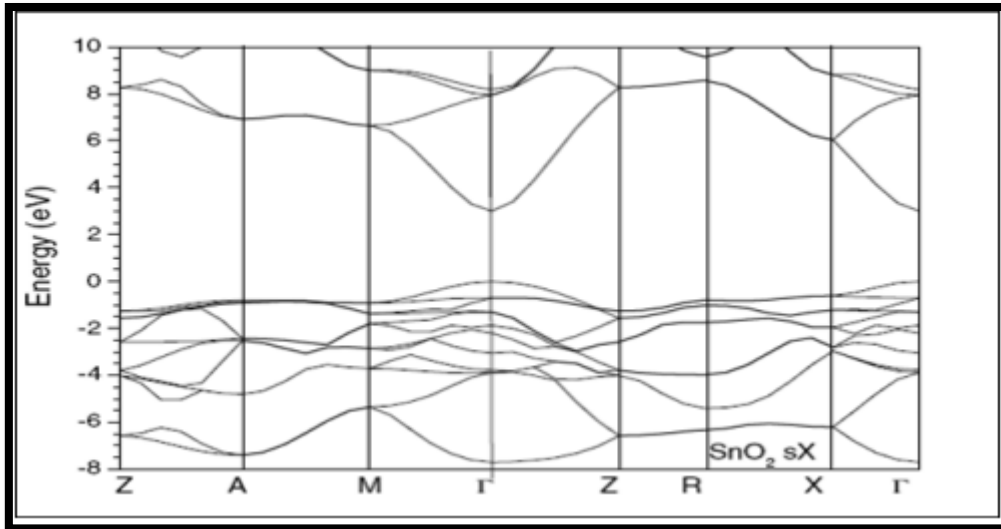


Figure 1.9 : Structure de bandes de SnO_2 cristallin rutile d'après Robertson [29].

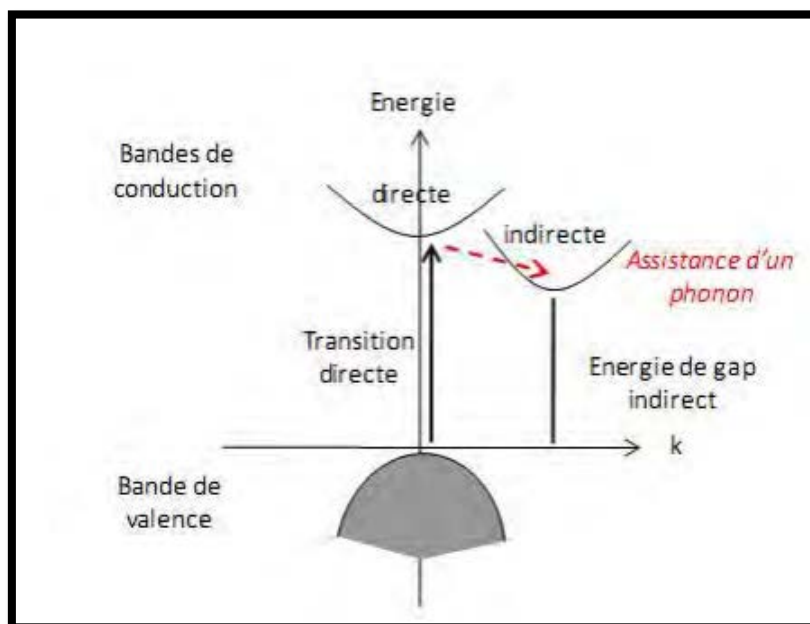


Figure 1.10 : Diagramme schématique des processus de transition directe et indirecte

Dans un semi-conducteur [30], le SnO_2 stœchiométrique se comporte comme un isolant mais lorsque celui-ci dérive de sa stœchiométrie, il devient semi-conducteur de type n. La déviation par rapport à la stœchiométrie de SnO_2 , principalement par l'introduction d'atomes d'étain en excès en position interstitielle, ou par la création des lacunes d'oxygène (les centres créés se comportent alors comme des donneurs d'électrons) est en partie responsable de l'amélioration

de la conductivité électrique par l'augmentation de la concentration des porteurs de charges dans les deux cas : déviation spontanée ou la déviation provoquée par une addition (dopage).

Dans le cas de films de SnO_2 , les espèces utilisées pour le dopage sont principalement Sb et F, mais également Fe, Nb, Co ou encore Zr. Les ions métalliques utilisés pour le dopage doivent être introduit avec une valence appropriée puisqu'ils remplacent les atomes d'étain, de valence IV. Le dopage par l'antimoine peut être à la fois donneur et accepteur : il est alors dit amphotère. Ils existent plusieurs études et résultats dans la littérature montrant qu'il est possible d'améliorer les propriétés physico-chimiques de la matrice de SnO_2 avec les éléments généralement métalliques. Nous pouvons citer par exemple : SnO_2 dopé Pd [31], SnO_2 dopé Fe [32], SnO_2 dopé Co [33], SnO_2 dopé Sb [34], SnO_2 dopé Nb [35], SnO_2 dopé F, [36] et SnO_2 dopé Zr [37]. La microstructure des films minces joue un rôle important sur les propriétés électriques et optiques d'un oxyde semi-conducteur poly cristallin : taille des grains, épaisseur, porosité, état de la surface, etc. Les grains formant les films sont séparés par ce qu'on appelle des joints de grains. Plus la taille des grains diminuent et plus la taille de joints de grains dans le matériau augmente. Des barrières de potentiel s'établissent à l'interface entre les grains, et à la surface du film, entravant la circulation des électrons. L'augmentation de la résistivité lorsque l'épaisseur du film diminue a été étudié théoriquement par Mayadas et Shatzkes [38]. Un autre modèle décrit l'effet de la densité de porteurs de charges sur la résistivité [39]. Ces études apportent un éclaircissement sur le lien entre épaisseur et résistivité d'un film. Deux phénomènes ressortent de ces travaux : le piégeage des porteurs libres dans des puits de potentiels engendrés par des joints de grains, et la diffusion de porteurs libres en surface. Le libre parcours moyen des porteurs de charges devient comparable à la taille des grains lorsque le film atteint une épaisseur de 10 à 20 nm. Matsui et al. ont étudié la conduction électrique de films de SnO_2 d'épaisseur comprise entre 10 et 20 nm [40]. Ils ont montré que la diffusion des porteurs de charge aux joints de grains était le principal facteur de diminution de la mobilité des électrons. En effet, la hauteur des barrières de potentiel qui se forment aux joints de grains est quatre fois plus importante dans les films très minces que dans les films plus épais. Dans ces films « épais » (>350 nm), la mobilité des électrons est plus largement influencée par une diffusion intra-granulaire. Dans ce qui suit nous avons rapporté la variation de la résistivité de l'oxyde d'étain en fonction de son épaisseur (tableau I.4). Ce travail a été réalisé et publié par La ghaet al [41].

Tableau I.4: Variation de la résistivité de l'oxyde d'étain en fonction de son épaisseur [42].

Epaisseur (μm)	Résistivité ($\Omega\cdot\text{m}$)
0.15	$3,4 \cdot 10^{-2}$
0.20	$1,5 \cdot 10^{-2}$
0.30	$3,010^{-3}$
0.40	$5,010^{-4}$
0.50	$1,010^{-3}$

I.4.4. Les propriétés physico-chimiques

L'oxyde d'étain est un oxyde chimiquement inerte, mécaniquement dur et thermiquement stable (point de fusion : $1127\text{ }^{\circ}\text{C}$). C'est un semi-conducteur de type n, avec une bande d'énergie interdite de $3,7 - 4,0\text{ eV}$ [43], de structure cassitérite, dont l'unité contient six atomes, deux d'étain et quatre d'oxygène, affichant une coordination octaédrique [44]. Selon Jarsebski et al [45]. SnO_2 est l'un des rares conducteurs qui est optiquement transparent dans le domaine du visible, c'est un oxyde semi-conducteur de structure non cubique c'est-à-dire avec des orbitales d plus stables. Les auteurs [46-48], s'accordent pour désigner les lacunes d'oxygène comme étant les défauts intrinsèques prédominants dans SnO_2 le rendant sous stœchiométrique en oxygène. Il est isolant électrique à température ambiante ; cependant, préparé dans des conditions pauvres en oxygène ou dopé par le fluor, l'antimoine ou d'autres éléments (indium, molybdène, niobium, fer, ou le tantale) [49 -50], SnO_2 est un conducteur électrique. Cette conduction par dopage vient de l'augmentation des défauts ou de la formation d'états intermédiaires dans la bande interdite [51]. Par exemple il est montré que lors du dopage par le fluor, l'anion remplace O^{2-} et crée plus d'électrons libres, alors que dans le dopage avec l'antimoine, Sb^{3+} se substitue à Sn et crée des lacunes en oxygène. Les films de SnO_2 dopés avec l'antimoine (Sb), le fluor (F), ou l'indium (In), possèdent une faible résistance électrique et une grande transmission optique [52]. Les oxydes dopés au fluor présentent également une haute réflectance infrarouge [53]. Le tableau suivant représente quelque propriété de dioxyde d'étain :

Tableau I.5 : Propriétés physico-chimique essentielles de dioxyde d'étain.

Propriétés	Valeurs
Synonymes	Cassitérite, oxyde d'étain dioxyde d'étain, oxyde stannique
Formule	SnO ₂
Structure	Tétragonal
Poids moléculaire	150.69g/mol
Aspect	Solide cristallin
Couleur	Blanc ou gris
Point de fusion	1500-1630 C
Point d'ébullition	1800-1900 C
Densité	6.90g/cm ³
Solubilité dans Léau	Insoluble (soluble en acide sulfurique concentré)

I.5. Les applications de l'oxyde d'étain SnO₂

Le dioxyde d'étain est le premier conducteur transparent abondamment commercialisé, grâce à ses propriétés et un semi-conducteur utilisé dans plusieurs domaines d'applications sous forme des poudres ou couches mince, nous avons citées quelques applications ci-dessous.

I.5. 1. Détection de gaz

Il est également l'un des oxydes métalliques les plus utilisés dans le domaine de la surveillance de la pollution atmosphérique et la détection des gaz toxiques [54]. Il présente une sensibilité élevée à la détection de gaz inflammables (CH₄) (H₂) ou toxiques (CO, H₂S). Le premier brevet a été déposé en 1962 par Tagushi [55]. Son exploitation a conduit à l'apparition du premier capteur semi-conducteur commercial en 1968 (société figaro) destiné à la détection des fuites de gaz domestiques [56]. En outre, le dopage de SnO₂ par un élément approprié permet d'améliorer certaines de ses performances. Son imprégnation par du platine et du ruthénium diminue la sensibilité du capteur aux variations de température et d'humidité

[57]. L'addition de palladium améliore la détection de CH_4 à 400-450°C [58, 60] et permet la détection de CO à basse température (50°C) tout en améliorant la sensibilité et la sélectivité [61, 63]. On peut enfin citer l'utilisation d'un oxyde mixte tel que CrO_x/SnO_2 pour une meilleure détection du monoxyde d'azote [64].



Figure I.11 : Exemple de détection de gaz.

I.5.2. La photo catalyse

La photo catalyse hétérogène est une méthode alternative de traitement des polluants organiques présents dans l'eau. La photo-excitation d'un semi-conducteur sous rayonnement ultra violet (UV) assure la production de radicaux hydroxyles, l'une des espèces les plus oxydantes. Combinée à l'utilisation d'énergie solaire ce procédé de traitement de l'eau est en parfait accord avec le principe de développement durable. Les systèmes à base de SnO_2 peuvent être utilisés en catalyse hétérogène. Les plus anciens et les plus brevetés sont les catalyseurs à base d'oxyde mixte de vanadium et d'étain pour l'oxydation de composés aromatiques dans la synthèse d'acides organiques et anhydrides d'acides. Plus récemment, des oxydes mixtes Sb-Sn ont été employés dans l'oxydation sélective et l'ammoxydation du propylène en acroléine, acide acrylique et acrylonitrile [65]. Il est également actif dans la réaction d'oxydation de CO à des températures inférieures à 150°C [66]. Enfin, le dioxyde d'étain dopé ou non présente des propriétés intéressantes en catalyse de réduction des NOX (de NOX). teraoka et coll. [67] ont en effet montré son activité et sa stabilité dans la réduction sélective du NO par les hydrocarbures à 400°C en présence d'un excès d'oxygène. De même un catalyseur à base de palladium supporté sur SnO_2 est actif dans des réactions de NoX par CO en présence d' O_2 à 180°C.

I.5.3. Electrodes

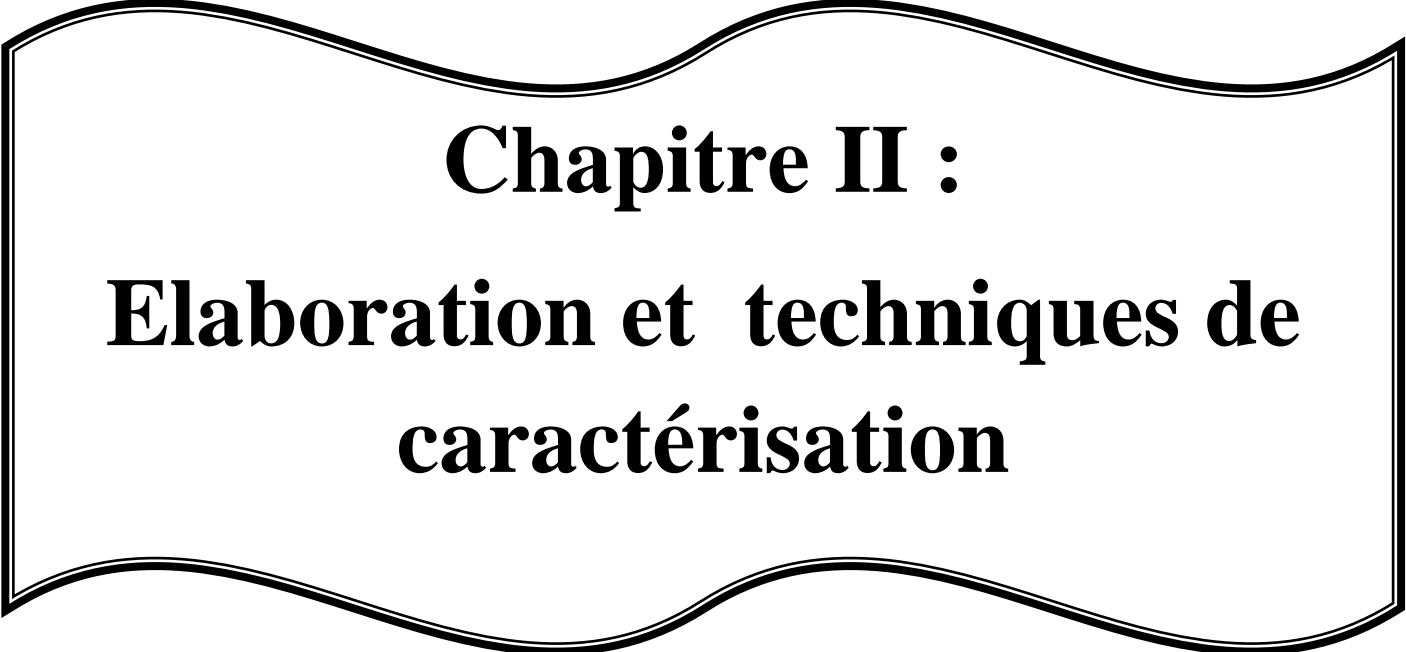
L'oxyde d'étain peut être utilisé comme anode dans les processus électrochimiques d'oxydation de composés organiques comme le phénol par exemple [68]. kots montre dans ces travaux que lors de la décomposition électrochimique du phénol dans une solution basique (Na_2SO_4 0.5 N), les premiers intermédiaires de décomposition sont l'hydroquinone et la benzoquinone. Dans le cas où l'on utilise une électrode d'oxyde d'étain (en remplacement des électrodes en platine ou titane généralement utilisées), les intermédiaires d'oxydation du phénol sont formés en beaucoup plus faible quantité et sont plus rapidement détruits.

I.5.4. Photovoltaïques

Dans le domaine des applications photovoltaïques, l'oxyde d'étain sera utilisé pour sa forte conductivité électrique, sa transmission optique élevée et sa bonne résistance chimique. En jouant le rôle de couche transparente conductrice, il permet la collecte d'électrons formés par la conversion des photons sur une couche de silicium amorphe. L'utilisation de dopants comme l'antimoine ou le fluor permet d'augmenter la conductivité électrique des couches tout en conservant les propriétés chimiques et optiques désirées.

I.6 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons présenté quelque définition sur les nanoparticules et les propriétés générales du SnO_2 tel que les propriétés cristallographiques, physico-chimique et optiques, nous avons vu dans de ce chapitre l'intérêt de l'utilisation de SnO_2 dans de nombreux domaines d'applications.



Chapitre II :
Elaboration et techniques de
caractérisation

II.1. Introduction

Ce chapitre est consacré aux techniques expérimentales utilisées pour la réalisation de ce travail. Nous détaillons dans une première étape le dispositif de dépôt des nanoparticules monté au laboratoire de structures, propriétés et interaction Inter atomiques (LASPI²A) de l'Université de Abbes Laghrour, Khenchela. Nous évoquerons ensuite les techniques de caractérisation des nanoparticules.

II.2. La Co-précipitation

Ce procédé de Co-précipitation est la technique « voie liquide » la plus ancienne, utilisée pour la préparation d'oxydes mixtes [69]. Cette méthode consiste à préparer une solution liquide homogène des différentes espèces et à provoquer leur insolubilisations par effets d'ions communs. Le précipité est séparé de la phase aqueuse par filtration, séché puis décomposé thermiquement en oxyde mixte. La poudre de précurseurs peut-être constituée d'hydroxydes, d'oxalates et/ou de dioxalates [70, 71, 72]. La technique développée au Laboratoire de Génie Electrique et Ferroélectricité par L. Eyraud et P. Eyraud [73] repose sur la Co-précipitation d'hydroxydes et d'oxalates multiples, à un PH bien déterminé.

Les nanoparticules de SnO_2 ont été élaborées par voie chimique par la technique Co-précipitation, et pour cela y'on a deux technique

- Une par versement goutte à goutte
- Et l'autre par versement instantané

Cela a été fait en suivant des protocoles opératoires existant dans la littérature et d'en maîtriser les différentes étapes, tout en les adaptant à notre besoin [74]. Ce qui nous intéresse dans ce travail c'est la technique par versement goutte à goutte.

II.2.1. Le Principe

- La synthèse de Co-précipitation permet l'obtention de produits de précurseurs par précipitation simultanée de deux cations.
- Généralement après le mélange des deux solutions contenant les cations métalliques, la mesure du PH est nécessaire pour pouvoir suivre l'évolution de la précipitation,
- Après dissolution des masses adéquates d'oxydes métalliques, les solutions sont mélangées progressivement puis diluées.
- Toutes les espèces ont été précipitées à PH basique sous forme d'oxalate ou hydroxyde,

- Le précipité subit un lavage destiné à enlever les impuretés organiques.
- Le produit obtenu est séché pour évaporer le solvant, ensuite broyé pour diminuer la taille des grains de poudre.
- Finalement le précipité doit subir une calcination [75].

II.2.2. Les Avantages

- Homogénéité du mélange des sels obtenus lors de la précipitation
- Haute pureté du produit
- Contrôle de la morphologie des produits
- Obtention d'une surface spécifique de produits importante
- Nécessitant pas de solvant organique
- Faible traitement thermique
- Faible coût [76 - 77].

II.2.3. Les grands paramètres de synthèse

- La température ambiante égale à 25°C
- Contrôle du PH
- Temps d'agitation
- Ordre d'introduction des réactifs dans la solution basique [78].

II.3. Elaboration des nanoparticules de SnO_2 pure et dopées Fe

II. 3.1. Préparation des échantillons et solutions

Pour synthétiser du SnO_2 pure du chlorure d'étain ; 0,1 M a été dissous dans 100 ml d'eau double distillée et maintenu dans un agitateur magnétique pendant 10 minutes sous agitation vigoureuse (solution A), ensuite 0,3 M de NaOH a été ajoutée goutte à goutte dans la solution aqueuse initiale (A) sous agitation constante jusqu'à 2 heures pour atteindre la valeur de PH de 12.

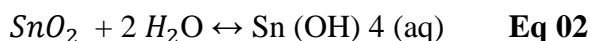
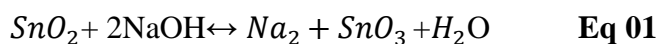
Les précipités blancs gélatineux formés ont été filtrés et lavés avec de l'eau distillée, ensuite de l'éthanol a été ajouté aux ces précipités, on les laisse séchés pendant une nuit à température ambiante et après séché au four à 100°C pendant six heures. Pour étudier les effets de dopage de nos échantillons, nous avons réalisé une variété de séries d'échantillons. Après le dépôt, les échantillons sont divisés en deux séries ; chaque série contient les quatre échantillons avec différentes valeurs de pourcentage atomiques de Sn (0%, 2%, 5%, 10%) avec Fe.

Le précipité blanc séché recuit ensuite à 500°C pendant deux heures suivi d'un broyage pour obtenir de fines particules. Ils ont été utilisés pour diverses techniques de caractérisations.

II.3.2. Cas de dopage

La même procédure a été répétée pour préparer des échantillons de $Sn_{x-1}Fe_xO_2$ (2%, 5%, 10%) ont été dissous dans 100 ml de solution d'eau double distillée (A) et 0.3 M de NaOH a été préparé dans 100 ml d'eau double distillée puis ajouté goutte à goutte dans la solution aqueuse initiale (A) sous agitation constante Jusqu' à 2 h pour atteindre la valeur de PH de 12 les précipités verts formés ont été filtrés et Lavés avec de l'eau distillée de l'éthanol séché pendant une unit à température ambiante.

Elle s'écrit selon les réactions chimiques suivant :



II.3.3. Calculer le rendement :

$$R = \frac{\text{la masse expérimentale}}{\text{la masse théorique}}$$

❖ **Solution 01 : SnO_2 pure :**

$$R = \frac{1,1041}{2,2563} = 0,4893$$

$$R = 48,93\%$$

❖ **Variation de l'élément de dopage :**

Solution 02 : $R = \frac{1,3035}{2,2563} = 0,5777$

$$R = 57,77\%$$

Solution 03 : $R = \frac{1,3384}{2,2560} = 0,5932$

$$R = 59,32\%$$

Solution 04 : $R = \frac{1,1484}{2,2563} = 0,5089$

$$R = 50,89\%$$

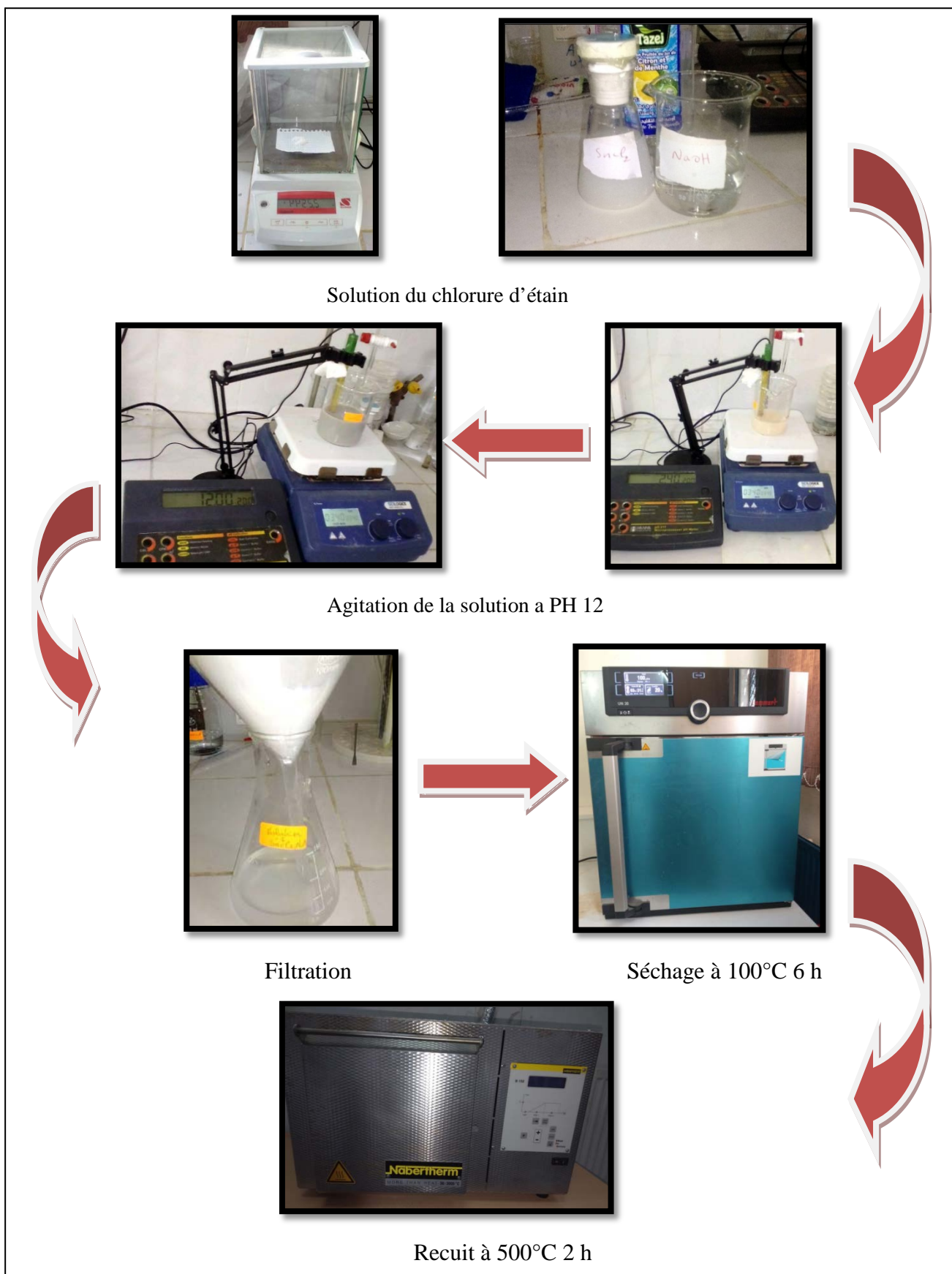


Figure II.1. Montage expérimental utilisé (Co-précipitation)

II.4. Techniques de caractérisation

II.4.1. Caractérisation Structurale

II.4.1.1. Diffraction de rayon X

II.4.1.1.1. Principe

Cette technique analytique permet de mettre en évidence les différentes phases cristallines présentes dans un échantillon par comparaison aux fiches internationales de diffraction JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standard).

Un rayonnement X est produit par un bombardement électronique sur une cible au cuivre appelée anticathode. Le faisceau de rayons X, après avoir subi divers traitements, converge vers l'échantillon plat ou il est alors diffracté par les plans cristallographiques formant un angle 2θ avec le faisceau incident. Un compteur enregistre un signal proportionnel à l'intensité du rayon diffracté. Le traitement du signal permet de connaître les paramètres de la maille cristalline et de caractériser les phases cristallines de l'échantillon.

Donc la DRX est basée sur la mesure des angles de diffraction des rayons X par les plans cristallins de l'échantillon à analyser. Les angles de diffraction sont reliés aux caractéristiques du réseau cristallin (d_{hkl} = distance interarticulaire de la famille de plan hkl) et du rayonnement incident (longueur d'onde λ) par la loi de Bragg [79]

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

d_{hkl} (Å) : la distance interarticulaire d'un faisceau,

θ (°) : l'angle formé par les faisceaux incidents et diffractés (angle de Bragg),

λ (Å) : la longueur d'onde du faisceau incident,

n : ordre de diffraction de Bragg.

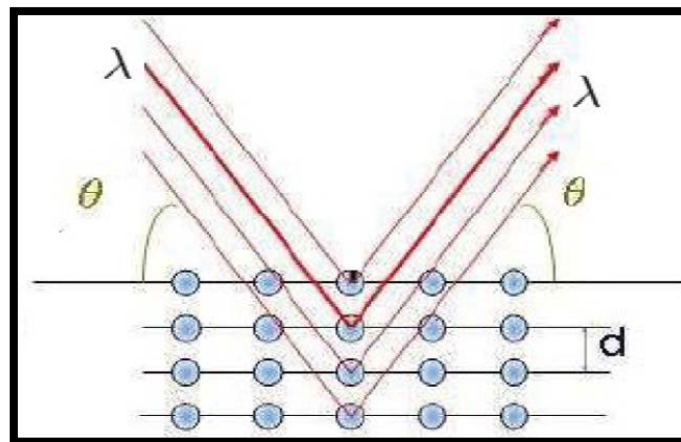


Figure II.2. Schéma de la loi de Bragg

II.4.1.1.2. Conditions d'analyse

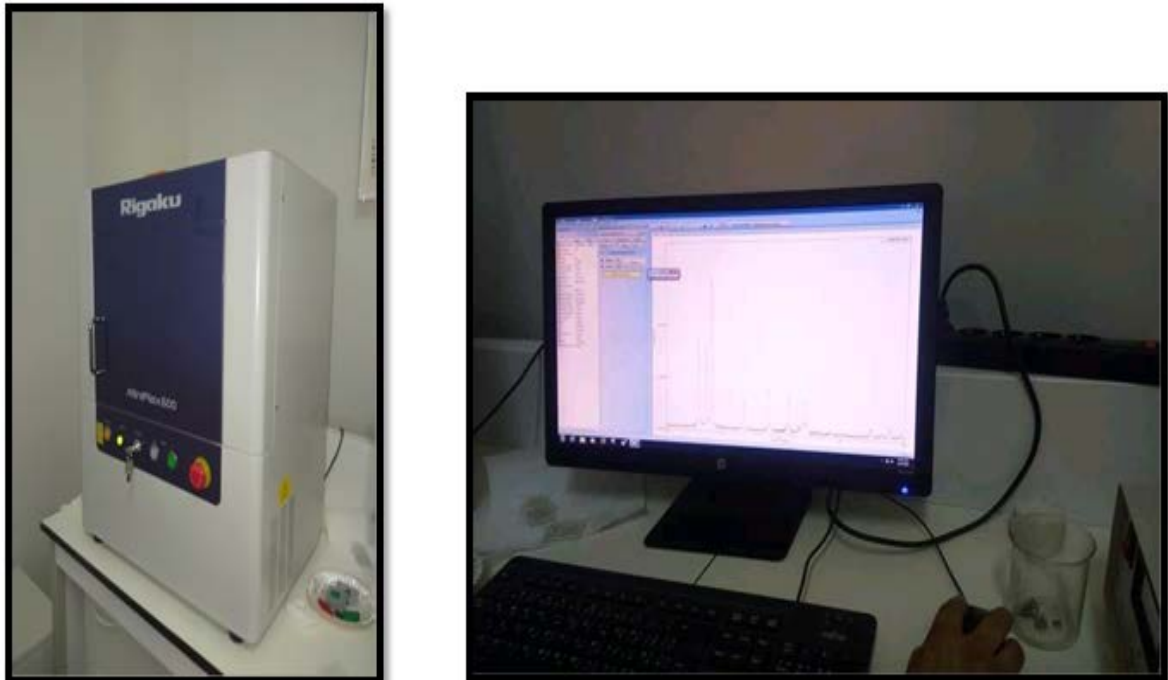


Figure II.3. Image du diffractomètre de type Rigaku Mini Flex 600. (laboratoire universitaire Biskra).

II.4.1.2. Microscopie électronique à balayage (MEB)

II.4.1.2.1. Principe

La microscopie électronique à balayage (MEB) ou, en anglais, « Scanning Electron Microscopy » (SEM) est utilisée pour obtenir des images de la surface de l'échantillon. Le fonctionnement du microscope est basé sur l'émission des électrons produits par la cathode et la détection des électrons secondaires émergents de la surface sous l'impact d'un très fin pinceau d'électrons primaires qui balaye la surface observée et permet d'obtenir des images avec une résolution pouvant atteindre quelques nanomètres et une très grande profondeur de champ.

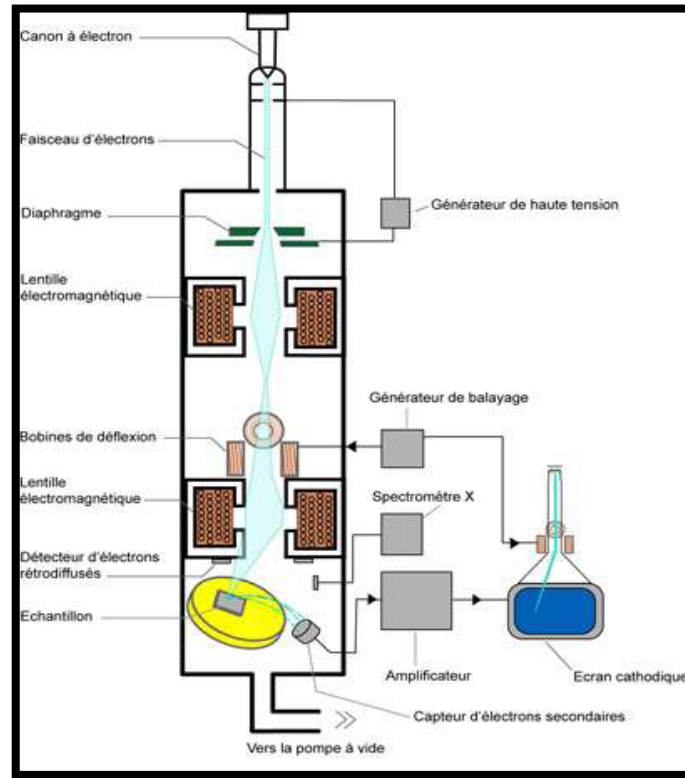


Figure II.4 : principe de MEB

II.4.1.2.2. Conditions d'analyse



Figure II .5 : image de MEB(laboratoire universitaire Biskra).

II.5. Conclusion :

Dans ce chapitre nous avons élaborés des échantillons et des solutions de chlorure d'étain $Sn_{X-1}Fe_XO_2$ par la méthode de Co-précipitation. Ainsi, nous avons les caractérisés par technique d'analyse diffraction de rayon X, Microscopie électronique à balayage (MEB).



Chapitre III:
Résultats et discussions

III.1.Introduction

Dans ce chapitre nous présentons les résultats obtenus de cette étude, concernant l'élaboration des nanopoudres de SnO_2 , $\text{Sn}_{(1-X)}\text{FeXO}$ [X=2, 5 et 10%] par la méthode chimique de Co-précipitation. Les analyses ont été réalisées par diffraction de rayons X, microscopie électronique à balayage, dans le but d'étude structurale et microstructurales des échantillons.

III.2.Les caractéristiques structurales et morphologiques

III.2.1.Analyse structurale : Analyse par DRX

Les mesures de la structure cristalline de différentes poudres obtenues par l'analyse de rayon X a été faite avec un diffractomètre de type Rigaku Mini Flex 600. Les spectres de diffraction ont été obtenus avec la radiation $\lambda\text{K}\alpha$ du cuivre ($\lambda\text{K}\alpha = 1,5406\text{Å}$) L'analyse des spectres de diffraction des rayons X des nanopoudres a pour objet la détermination des propriétés cristallographiques du matériau qui le constitue, c'est-à-dire la nature du réseau, taille des cristallites, paramètres de maille et la contrainte. Pour étudier structure de nos couches, des diagrammes de diffractions X ont été réalisés. Tout d'abord, la confrontation des données aux références du fichier (JCPDS 01-071-0652) (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) a permis de confirmer la structure (rutile tétragonale) de nos poudres. Cette structure est spécifique des poudres de SnO_2 .

Tableau III.1 : La fiche J.C.P.D.S. de la structure tétragonale de SnO₂
avec les paramètres ($a=4.738$ et $c=3.186$)

No	Hkl	d [Å]	2 θ (°)	I [%]
1	110	3,35027	26,585	100,0
2	101	2,64414	33,874	75,6
3	200	2,36900	37,950	21,2
4	111	2,30892	38,977	3,5
5	210	2,11890	42,635	1,2
6	211	1,76442	51,771	56,4
7	220	1,67514	54,754	13,0
8	002	1,59325	57,825	6,4
9	310	1,49829	61,877	11,7
10	221	1,48274	62,599	0,2
11	112301	1,43884	64,737	12,2
12	301	1,41506	65,962	15,2
13	311	1,35588	69,238	0,2
14	202	1,32207	71,274	6,0
15	212	1,27342	74,444	0,2
16	321	1,21484	78,703	9,0
17	400	1,18450	81,131	2,9
18	222	1,15446	83,709	6,1
19	410	1,14913	84,186	0,3
20	330	1,11676	87,223	2,8
21	312	1,09148	89,779	7,3

La figure. III.1 représente les spectres de diffraction des rayons X des échantillons de SnO₂, Sn_{1-x}Fe_xO₂ [X = 0, 2, 5 et 10 %]. Les spectres obtenus de tous les échantillons préparés présentent une structure tétragonale de type rutile de SnO₂. Ils coïncidaient exactement avec la structure tétragonale de SnO₂ (numéro de carte JCPDS: 01-071-0652). Aucun pic secondaire n'a été observé dans la limite de détection de la DRX utilisée indiquant que les ions Fe occupent avec succès les sites du réseau. Plutôt que les sites interstitiels de SnO₂ et le bon mélange au niveau atomique de tous les éléments

constitutifs grâce à la méthode de Co-précipitation. Cependant, l'ajout de Fe influence le motif SnO_2 . A partir du changement apparu dans l'intensité ou en élargissant des pics suggérant que la cristallinité et la taille des particules sont modifiées par le dopage au fer [80].

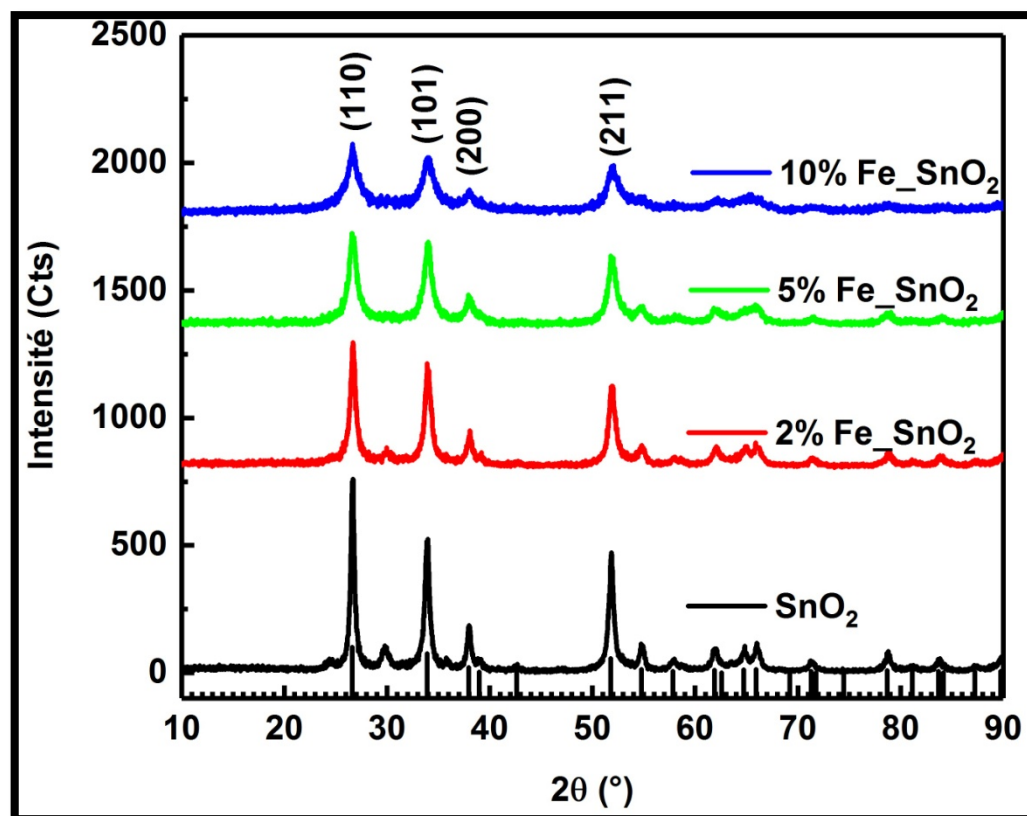


Figure. III.1 : Spectre de diffraction des rayons X des nanoparticules de SnO_2 , $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_2$ [$X = 0, 2, 5$ et 10%].

III.2.2.L'analyse par la microscopie électronique à balayage

Les images du MEB (Figure III. 2), montrent la morphologie générale et les tailles de grains des poudres de SnO_2 préparées par la technique Co-précipitation.

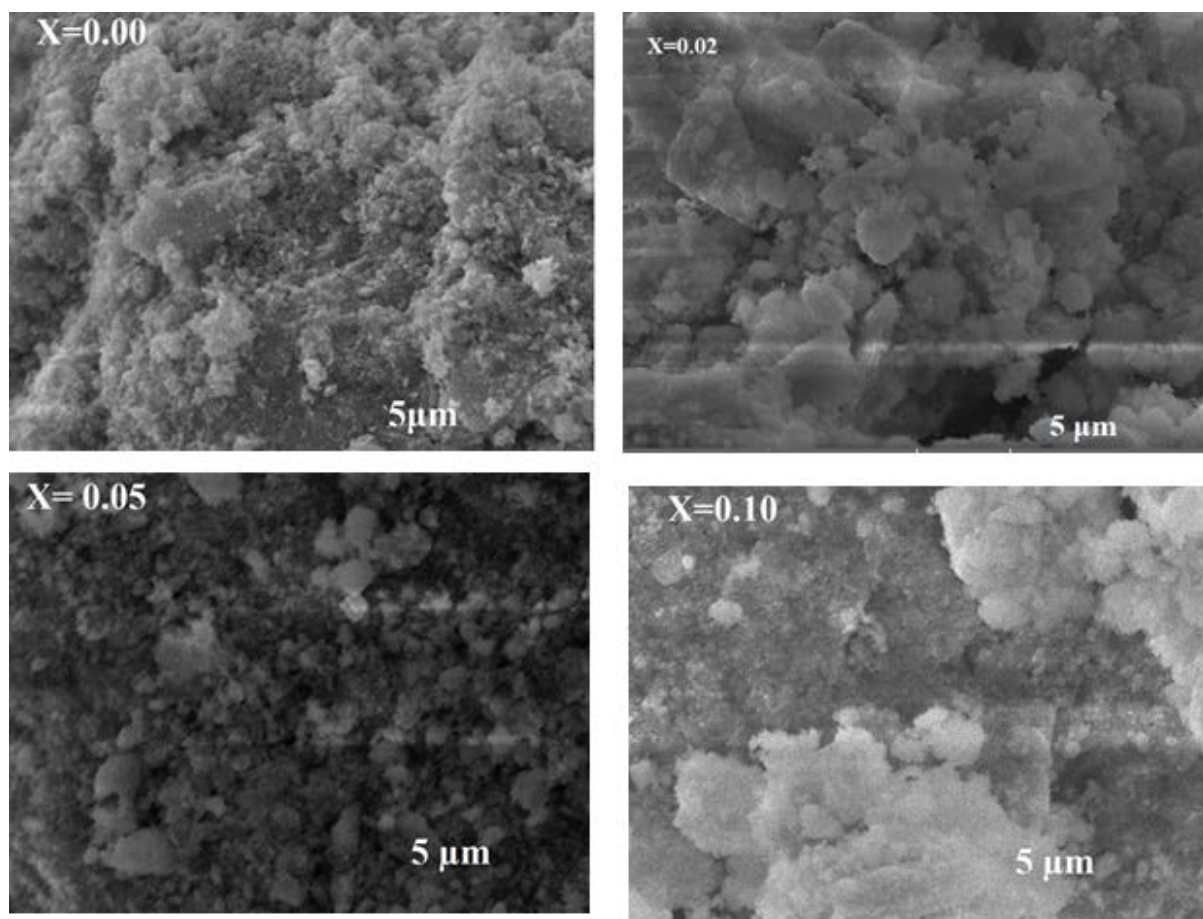
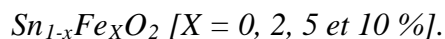


Figure III.2: Les images du MEB des nanoparticules de SnO_2



La morphologie des échantillons synthétisés a été étudiée par MEB et les images obtenues sont présentées sur la figure III.2 pour SnO_2 , $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_2$ [$X = 2, 5$ et 10%]. Ces images montrent clairement la présence de grands agrégats sphériques de petites nanoparticules individuelles de différentes tailles. Les particules observées sont agglomérées pour tous les échantillons dopés au Fe et ce type d'agglomération provient de l'énergie de surface élevée des nanopoudres synthétisées.

III.3. Conclusion

Les propriétés structurales, morphologiques, des nanopoudres d'oxyde d'étain pur et dopés avec du Fer en fonction des conditions de synthèse, ont été étudiées dans ce chapitre

-
- ✓ L'analyse par diffraction de rayons X des échantillons élaborés non dopé et dopé (Fe) montre que les nanoparticules se cristallisent dans la structure tétragonale de type rutile.
 - ✓ La morphologie des échantillons synthétisés a été étudiée par MEB et les images obtenues. Pour SnO_2 , $\text{Sn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}$ [2%,5%,10%], montrent la présence de grands
 - ✓ agrégats sphériques de petites nanoparticules individuelles de différentes tailles.

Conclusion générale

Conclusion générale

Les nanostructures de SnO_2 , $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_2$ [$X = 0, 2, 5$ et 10%] ont été élaborées par la méthode chimique de Co-précipitation, une méthode simple, non couteuse et facile à mettre en œuvre. La caractérisation des poudres synthétisées de point de vue structural a été réalisée par la diffraction des rayons X, microstructurales par la microscopie électronique à balayage MEB.

- La caractérisation structural par DRX a montré que les nanoparticules de SnO_2 se cristallisent dans la structure tétragonale de type rutile, Ces résultats indiquent que les atomes de Fe ont été incorporés avec succès dans le réseau de SnO_2 , préservant la structure rutile de SnO_2 .
- Les microstructures de nanoparticules de SnO_2 , $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_2$ [$2\%, 5\%, 10\%$] montrent la présence de grands agrégats sphériques de petites nanoparticules individuelles de différentes tailles.

Références

Références

- [1]. R. Perrin, S.J. pierre, 1999. "Chimie industrielle," 2eme édition, Masson, Paris.
- [2]. Moteur typique d'avion avec chambre de combustion annulaire. http://www.ikonet.com/fr/ledictionnairevisuel/transport_machinerie/transportaerien/turboreacteur-a-double-flux.php.
- [3]. W. Cai, L. Zhang, J. Phys. Condensed Matter, (1997) 9, 7257
- [4]. L. Maya, M. Paranthaman, T. Thundat, M. L. Bauer, J. Vac, Sci. Technol, B (1996) 14, 15.
- [5]. L. E. Depero, P. Bonzi, M. Musci, C. J. Casale, Solid State Chem, (1994) 111, 247.
- [6]. Y. Yang, V. J. Leppert, S. H. Risbud, B. Twamley, P. P. Power, H. W. H. Lee, Appl. Phys. Lett, (1999) 74, 2262.
- [7]. H. SEFARDJELLA, Propriétés opto-électriques des films minces du dioxyde d'étain, Thèse de Doctorat en Sciences, Université de Skikda, (2015).
- [8]. E. Elangovan, K. Ramamurthi, Journal of Optoelectronics and Advanced Materials Vol. 5, No. 1, (2003), 45 – 54
- [9]. K. Okuyama, I. W. Lenggoro, N. Tagami, J. Mater, Sci, (1997) 32, 1229.
- [10]. J.-M. Haussonne, C. Carry, P. Bowen, J. Barton, Céramiques et verres : principes et techniques d'élaboration, Presses polytechniques et universitaires romandes.
- [11]. M. Parras-Vasquez, Thèse de doctorat, Université de Bordeaux 1, (1989)
- [12]. C.J. Brinker et G.W. "Sol-gel sciences, the physics and Chemistry of sol-gel Processing" Scherer, Academic press, San Diego (1990).
- [13]. J.L.Gardea-torresdey, J.Parsons, E. Gomez, J. Peralta-Videa, H. Troiani, Santiago P., Yacamán M., «FORMATION ET CROISSANCE DES NANOPARTICULES AU SEIN DES PLANTES VIVANTES DE LUZERNE,» nano Lett, Vols. %1 sur %2397-401, p. V .2, 2002
- [14].Moholkar, A. V., et al. "Solvent-dependent growth of sprayed FTO thin films with mat-like morphology."SolarEnergyMaterials and SolarCells92.11 (2008): 1439-1444.
- [15].H.SEFARDJELLA, thèse de doctorat, Propriétés opto-électriques des films minces du dioxyde d'étain, Université 20 aout 1955-Skikda, 2015

- [16].F. Arefi-Khonsari, F. Hellegouarc'h et J. Amouroux, *Journal of Vacuum Science and Technology*, 16 (4), pp. 2240-2244, 1998.
- [17].V. Kissine, S. Voroshilov ET V. Sysoev, *Sensors and Actuators*, B 55, pp. 55, 1999.
- [18]. Hamd, Wael.Elaboration par voie sol-gel et étude microstructurale de gels et de couches minces de SnO₂. Diss. Limoges, 2009.
- [19].S. Shirakata, A. Yokoyama et S. Isomura, *Japanese Journal of Applied Physics*, 135, (2) (6A), pp.722, 1996.
- [20].F. Hellegouarc'h, Thèse de doctorat de l'Université Pierre et Marie Curie, 1998
- [21]. Kohnke .E.E, Electrical and optical properties of natural stannic oxide crystals, *Phys. Chem. Solids*, 23, 1557. 1962.
- [22]. Heiland. G, Homogeneous semiconducting gas sensors, *Sensors and Actuators B*, 2, 343. 1982.
- [23].Cox .D.F, Fryberger .T.B, and Semancik .S, Surface reconstructions of oxygen deficient tin dioxide (110), *Surf. Sci*, 224, 121, 1989.
- [24].Demichelis .F, Minetti-Mezzetti .E, Tagliaferro. A, and Tresso .E, Determination of optical Properties of tin dioxide films, *Nuovo Cimento Soc. Ital. Fis.*, 4D, 68, 1984.
- [25]. Shanthi .E, Dutta .V, Banerjee.A, and Chopra .K.L, Electrical and optical properties of Un doped and antimony-doped tin oxide films, *J. Appl. Phys.* 51, 6243. 1980.
- [26]. Rahal, A., Benramache, S., &Benhaoua, B. (2013). The effect of the film thickness and doping content of SnO₂: F thin films prepared by the ultrasonic spray method. *Journal of Semiconductors*, 34(9), 093003.
- [27].Rahal, Achour. "Elaboration des verres conducteurs par déposition de ZnO sur des verres ordinaires." UNIVERSITE D'ELOUED (2013).
- [28].Tropis, C. (2009). Analyse et Optimisation des performances d'un capteur de gaz à base de SnO₂ nanoparticulaire: Application à la détection de CO et CO₂ (Doctoral dissertation).
- [29]. Robertson, J. "Electronic structure of SnO₂, GeO₂, PbO₂, TeO₂ and MgF₂." *Journal of PhysicsC: Solid State Physics*12.22 (1979): 4767
- [30]. Jubault, Marie. Étude de la formation et du rôle des nanoparticules dans l'élaboration de couches minces d'oxyde d'étain par PECVD. Diss. Université Pierre et Marie CurieParis VI, 2009.

- [31] Zhang, S., Yin, C., Yang, L., Zhang, Z., & Han, Z. (2019). Investigation of the H₂ sensing properties of multilayer mesoporous pure and Pd-doped SnO₂ thin film. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 283, 399-406.
- [32]. Othmen, W. B. H., Hamed, Z. B., Sieber, B., Addad, A., Elhouichet, H., & Boukherroub, R. (2018). Structural and optical characterization of p-type highly Fe-doped SnO₂ thin films and tunneling transport on SnO₂: Fe/p-Si heterojunction. *Applied Surface Science*, 434, 879-890.
- [33]. Zhang, Z., Yin, C., Yang, L., Jiang, J., & Guo, Y. (2019). Optimizing the gas sensing characteristics of Co-doped SnO₂ thin film based hydrogen sensor. *Journal of Alloys and Compounds*, 785, 819-825.
- [34]. Ammari, Abdelkader, M. Trari, and N. Zebbar. "Transport properties in Sb-doped SnO₂ thin films: effect of UV illumination and temperature dependence." *Materials Science in Semiconductor Processing* 89 (2019): 97-104.
- [35]. Ammari, A., Trari, M., & Zebbar, N. (2019). Transport properties in Sb-doped SnO₂ thin films: effect of UV illumination and temperature dependence. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 89, 97-104.
- [36]. Chandel, T., Thakur, V., Dwivedi, S. K., Zaman, M. B., & Rajaram, P. (2018, May). Structural, morphological and optical studies of F doped SnO₂ thin films. In *AIP Conference Proceedings* (Vol. 1953, No. 1, p. 100005). AIP Publishing.
- [37]. Zhang, X., Liu, X., Ning, H., Yuan, W., Deng, Y., Zhang, X., ... & Peng, J. (2018). Characterization studies of the structure and properties of Zr-doped SnO₂ thin films by spin-coating technique. *Superlattices and Microstructures*, 123, 330-337.
- [38]. Mayadas, A. F., & Shatzkes, M. (1970). Electrical-resistivity model for polycrystalline films : the case of arbitrary reflection at external surfaces. *Physical Review B* , 1, pp. 1382- 1389.
- [39]. Marom, H., Ritterband, M., & Eizenberg, M. (2006). The contribution of grain boundary scattering versus surface scattering to the resistivity of thin polycrystalline films. *Thin Solid Films*, 510(1-2), 62-67.
- [40]. Matsui, Y., & Yamamoto, Y. (2009). Electrical conduction in 10-20 nm thick polycrystalline tin oxide thin films deposited by chemical vapor deposition. *Thin Solid Films* , 517, pp. 2953-2958.

- [41]. Lagha-Menouer, K. "Etude et réalisation d'une cellule solaire multicouches du type Si-SiO₂-SnO₂-ZnO par APCVD." Doctorat en Electronique. Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou (2011)
- [42]. F.M .Amanullah, M. S .Al.Mobarak, A.M.Al-Dhafini and K.M.Al-Shibani, Mat.chem. and Phys, 59.247,1999.
- [43]. M.I.B, Bernardi, L.E.Soledate, I.A.Santos, E.R.Leite, E.Longo and J.A.Varela, Thin Solid Films, 405,228,220.
- [44]. Z.M.jarzabski and J.P.marton, J.Electrochem.Soc, 123,199C, 1976.
- [45]. Kohnke .E.E, Electrical and optical properties of natural stannic oxide crystals, Phys. Chem. Solids, 23, 1557, 1962.
- [46]. Maier .J and Goepel .W, Investigations of the bulk defect chemistry of polycrystalline tin (IV) oxide. Solid State Chem, 72. 293. 1988.
- [47]. Goepel. W. Schierbaum, K. Wiemhoefer, H.D, and Maier .J, Defect chemistry of tin (IV)- oxide in bulk and boundary layers, Solid State Ionics, 32,440. 1989.
- [48]. H.W.Chong, J.J.choi, H.P.Kim and G .S.chem, Sensors Actuators b, 9,227,1992.
- [49]. C.Xu, J.Tamaki, N.Niura and N.Yamazone, J.Mater.Sci.27, 963, 1992.
- [50]. C.Xu, J.Tamaki, N.Niura and N.Yamazone, Sens.Actuators B, 3, 147, 1991.
- [51]. W.C.Las, N.Dolet, P.Dorodor and J.P. Bonnet, J.APPL.Phys, 74, 6191, 1993.
- [52]. M.K.Paria and H.S.Maiti, J.Mater.Sci.18, 2101, 1983.
- [53]. T.Karlsson, A.Roos C.G Ribbing, Sol. Energy Mat. 11,469, 1985.
- [54]. M.Mawamburi, E .Waick el gard and, A .Roos, Thin Solid Films, 374, 1, 2000.
- [55]. S. R. Shief, High pressure phases in SnO₂to 117 Gpa, Phys. Rev. B 73, 14,105, 2006.
- [56]. N. Boufaa, Mémoire de Magister, Université Mentouri de Constantine, 2012.
- [57]. K. Takahata, in chemical sensors technology, edited by T. Sci .Kodansha, Tokyo. 1, 39, 1988.
- [58]. Tagushi .N, Gas-detecting device, US .Patent. 363, 1436, 1970.
- [59]. Jaffrezic-Renault .N, Pijolat. C, Pauly .A, Brunet .J, Varenne .C, Bouvet .M, and Fabry .P, Materials for chemical sensors, Actualite Chimique, 172, 2002.
- [60]. Morimitsu .M, Ozaki .Y, Suzuki .S, and Matsunaga. M, Effects of surface modification with platinum and ruthenium on temperature and humidity dependence of SnO₂-based CO gas sensors, Sensors and Actuators B, 67, 184. 2000.

- [61]. Chiorino. A, Ghiotti.G, Prinetto .F, Carotta .M.C, Martinelli .G, and Merli. M, Characterization of SnO₂-based gas sensors. A spectroscopic and electrical study of thick films from commercial and laboratory-prepared samples, *Sensors and Actuators B*, 44, 474. 1997.
- [62]. Tournier .G, Pijolat .C, Lalauze. R, and Patissier .B, Selective detection of CO and CH₄ with gas sensors using SnO₂ doped with palladium, *Sensors and Actuators B*, 26, 24. 1995.
- [63]. Cirera. A, Cabot .A, Cornet .A, and Morante .J.R, CO-CH₄ selectivity enhancement by in situ Pd-catalysed microwave SnO₂ nanoparticles for gas detectors using active filter, *Sensors and Actuators B*, 78, 151. 2001.
- [64]. Ghiotti. G, Chiorino .A, Pan .W, and Marchese .L, A comparative study of tin dioxide and chromium oxide/tin dioxide powders: their microstructures and their different response to Carbon monoxide, nitrogen monoxide, hydrogen and methane atmospheres, *Sens. Actuators*, B7, 691, 1992.
- [65]. Greenwood. N.N. and Earnshaw .A, *Chemistry of the Elements*, and Edition, Butterworth- Heinemann, Oxford, UK. 1997.
- [66]. Fuller. M.J. and Warwick. M.E., Catalytic oxidation of carbon monoxide on tin (IV) oxide, *J. Catal.* 29, 441, 1973.
- [67]. Amalric-Popescu. D. and Bozon-Verduraz F, SnO₂-supported palladium catalysts: activity in de NO_x at low temperature, *Catal. Lett.*64, 125, 2000.
- [68]. R. Kotz, S. Stucki, B. Carcer «Electrochemical waste treatment using high overvoltage anodes. Part1: physical and electrochemical properties of SnO₂ anodes «*Journal of Electrochemistry*, 21, 14, 1991.
- [69]. ROUSSET, A., *Chimie douce et science des matériaux*, *Actualité chimique*, 2000, Vol. 4, p27-34.
- [70]. CHOY, J., HAN, Y., KIM, J. Hydroxide coprecipitation route to the piezoelectric oxide Pb (Zr, Ti) O₃ (PZT). *J. Mater Chem.*, 1995, vol. 5, n°1, p 65-69.
- [71]. CHOY, J., HAN, Y., KIM, S. Oxalate coprecipitation route to the piezoelectric Pb(Zr, Ti)O₃ oxide. *J. Mater Chem.*, 1997, vol. 7, n°9, p 1807-1813.
- [72]. RAO, K.R.M., PRASADA RAO, A.V., KOMARNENI, S. Reactive PZT precursor powder by coprecipitation. *Mater. Lett.*, 1996, vol.28, p 463-467.
- [73]. EYRAUD, L., EYRAUD, P., BAUER, F. Current research in the field of PZT ceramics and ferroelectric polymers. *Adv. Ceram. Mater*, 1986, vol.1, n°3, p 223-231.

- [74]. (M. Eichhorn, *Quasi-three-level solid-state lasers in the near and mid infrared based on trivalent rare earth ions*, Applied Physics B 93 (2008) 269-316.
- [75]. Y. Bouznit, Mémoire de fin d'étude, Université - Jijel (2007).
- [76]. -M. Nazari, N. Ghasemi, H. Maddah, M.M. Moltagh, J. Nanostruct. Chem. 4, 99, (2014)
- [77]. -L.P. Rivas-Vázquez, J.C. Rendoñ-Angelès, J.L. Rodríguez-Galicia, K. Zhub, K. Yanagisawa, J. Solid State Ionics 172, 389, (2004)
- [78]. L.E. Crepaldi, C.P. Pavan, B.J. Valim, J. Braz. Chem. Soc 11(1), 64, (2000)
- II.3.Méthode de poudre
- [79]. J. P. Eberhart, "Analyse structural et chimique des Matériaux", Ed. Dunod, 1989.
- [80]. V. Bilovol, C. Herme, S. Jacobo, A.F. Cabrera, Study of magnetic behaviour of Fe-doped SnO₂ powders prepared by chemical method. Materials Chemistry and Physics 135 (2012) 334-339



Annexes

Annexes

1-Chlorier d'étain

CAS: 10025-69-1

 SnCl_2

d	2.71g/cm³
M	225.63g/mol
Masse volumique	2.71g.cm⁻³
Assay spec	98.0-103.0%
Forme	Powder
Point d'ébullition	652 °C
Point de fusion	38 °C
Sulfate (SO_4^{2-})	≤0.002%
Solubilité	1187g.l⁻¹
As	≤ 0.0001%
Ca	≤ 0.005%
Cu	≤ 0.001%
Fe	≤ 0.002%
K	≤ 0.005%
Na	≤ 0.01%
Pb	≤ 0.005%

2. Iron. (III) Chlorierhexa hydrate

C.A.S:10025-77-1

 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Assay %	Min98.0
Insoluble matter⁰%	Max 0.003
Acidity (HCl)%	Max 0.5
Free Chlorier (Cl)%	Max 0.001
Nitrogen Compounds (N)%	Max 0.002
Phosphate(PO_4)%	Max 0.001

Sulfate (SO_4)%	Max 0.001
Arsenic (As)%	Max 0.0005
Calcium (Cu)%	Max 0.02
Copper (Cu)%	Max 0.003
Ferrous iron (Fe)%	Max0.03
Lead (Pb)%	Max 0.005
Magnésium (Mg)%	Max 0.03
Manganèse(Mn)%	Max 0.8
Potassium(K)%	Max 0.005
Sodium (Na)%	Max 0.02
Zinc (Zn)%	Max 0.01

3. Sodium hydroxide pellets

C.A.S.:1310-/3-2

HNaO

WM	40
Assay%	Min 97.0
Carbonate ($NaCO$)	Max 2.0
Chlorier (Cl)%	Max 0.01
Phosphate (PO_4)%	Max 0.001
Potassium(K)	Max 0.1
Silicate (SiO_2)%	Max 0.02
Iron.(Fe)%	Max 0.001
Heavy metals(Pb)%	Max 0.001
Arsenic(As)%	Max 0.0001
Sulfate (SO_4)%	Max 0.01
Zinc(Zn)%	Max0.002

Ethanol Absolute C_2H_6O

Assay(on anhydrous substance)	100%
Assay(v/v)	99.96%
IR Spectrum	Passes test
Solubility in water	Passes test ACS
Volatile Impurities	Passes test Ph.Eur
Acidity	Max0.0001 meq/g
Alkalinity	Max 0.0001meq/g
Boiling point	78.2°C
Colouration	Max 10 APHA
Density(20/20)	0.791
n 20/D	1.361
Substances discoloured by H_2SO_4	Max 20APHA
Aldehydes (as CH_3CHO)	Max 5ppm
Aldehyde +ketones (as CH_3CHO)	Max 10ppm
l so-Amyl alcohol	Max 0.05%
Benzene	Max 2ppm
Evaporation residue	<1ppm
Formaldehyde	Max 1ppm
Furaldehyde	Max 1ppm
Higher alcohols (standard mixture)	Max 0.02%
Kettones(as CH_3COCH_3)	Max 10ppm
Methanol	Max 100ppm
2-propanol	Max 30ppm
Substances reducing $KMnO_4$(aso)	Max 3ppm
Total heavy alcohols	Max 100ppm
Water	<0.1%
Al	Max 0.1ppm
B	Max 0.02ppm
Ba	Max 0.02ppm
Ca	Max 0.2ppm
Cd	Max 0.02ppm

Annexes

Co	Max 0.01ppm
Cr	Max 0.01ppm
Cu	Max 0.1ppm
Fe	Max 0.05ppm
K	Max 0.1ppm
Mg	Max 0.05ppm
Mn	Max 0.01ppm
Na	Max 0.5ppm
Ni	Max 0.02ppm
Pb	Max 0.05ppm
Sn	Max 0.05ppm
Sr	Max 0.02ppm
Zn	Max 0.1ppm
Absorbance (240nm)(5cm)	Max 0.4
Absorbance (250-260nm)(5cm)	Max 0.3
Absorbance (270-340nm)(5cm)	Max 0.1
Conforms to ACS	Passes test
Conform to Reag.Ph.Eur	Passes test

Résumé

Les nanoparticules d'oxydes de SnO_2 , $\text{Sn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_2$ [2%,5%,10%] ont été synthétisés avec succès par la méthode de Co-précipitation.

✓ L'analyse structurale par diffraction des rayons X montre que toutes les nanoparticules se cristallisent dans la structure tétragonale de type rutile. Il a été constaté que la concentration du dopage augmente l'intensité des pics diminue.

✓ Les microstructures de nanoparticules ont été analysées en utilisant la microscopie électronique MEB à haute résolution. Les nanoparticules sont caractérisées par la présence la présence de grands agrégats sphériques de petites nanoparticules individuelles de différentes tailles.

Mots clés : nanoparticules, co-précipitation, propriétés structurales, propriétés microstructurales.

Abstract

The SnO_2 , $\text{Sn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_2$ [2%, 5%, 10%] oxide nanoparticles were successfully synthesized by the co-precipitation method.

The structural analysis by X-ray diffraction shows that all the nanoparticles crystallize in the tetragonal structure of the type It was found that the concentration of the doping increases the intensity of the peaks decreases. The nanoparticle microstructures were analyzed using high resolution SEM electron microcopy. nanoparticles are characterized by the presence of large spherical aggregats of small individual nanoparticles of different sizes.

Key words: nanoparticles ,co-precipitation, structural properties, microstructurale properties.

ملخص

تم تصنيع جزيئات الأكسيد (SnO_2 , $\text{Sn}_{(1-x)}\text{Fe}_x\text{O}_2$ [2%,5%,10%]) النانوية طريقة الترسيب المشترك يظهر التحليل البنوي بواسطة حيود الأشعة السينية X أن جميع الجسيمات النانوية تتبلور في هيكل رباعي الزوايا لنوع الروتيل وجد أن تركيز التنشيط يزيد من شدة النقصان في قمة الإنكسار حيث تم تحليل الهياكل الدقيقة للجسيمات النانوية باستخدام المجهر الالكتروني عالي الدقة تتميز الجسيمات النانوية بوجود مجاميع كروية كبيرة من الجسيمات النانوية الفردية الصغيرة ذات الأحجام المختلفة

الكلمات المفتاحية: الجسيمات النانوية الترسيب المشترك الخواص التركيبية الخواص البنوية الدقيقة