

Rapport de Stage

Le stagiaire:

Nom: AIT AHMED épouse TAHIR

Prénom: Nadia

Grade: Maître de Conférences A

Le stage :

Lieu: Laboratoire Madirel (UMR 7246), CNRS, Université d'Aix-Marseille(France).

Période de stage: du 27 Novembre 2017 au 11 Décembre 2017.

Objectifs:

Le but de ce travail est tout d'abord d'étudier l'effet de potentiel sur la structure et la morphologie d'électro-dépôts de ZnO et de tester leur activité électro-catalytique vis-à-vis de la réduction de l'eau oxygénée.

En second lieu nous souhaitons réaliser par méthode électrochimique, une électrode composite ZnO/Ni sur verre conducteur ITO, afin d'améliorer l'activité électro-catalytique vis-à-vis de la réduction des nitrates. Pour cela, nous avons modifié une électrode de ZnO déposé sur ITO, en la plongeant dans un bain de sulfate de nickel, en faisant varier les conditions d'électrodéposition (temps de déposition, température du bain).

La dernière partie est consacrée à l'élaboration de couches minces de MgO électro-déposées sur substrat de Cuivre ou de Ti. L'influence des paramètres d'électrolyse tels que la concentration en ions magnésiums, le potentiel et le temps de déposition, sur le processus d'électrocristallisation seront étudiés.

Déroulement du stage : Le stage s'est déroulé sur deux semaines consacrées à la préparation de couches minces sur différents substrats de verre ITO, Cu ou Ti.

-Electrodéposition de ZnO verre ITO en milieu nitrate. Ces films ont été obtenus par la méthode potentiostatique en imposant différents potentiels (-0.9, -1, -1.1 et -1.2V/ECS) pour une durée de 10 min.

-Electrodeposition de composite ZnO/Ni en milieu nitrate et sulfate. Ces films ont été obtenus à un potentiel de -1V pour des temps de déposition compris entre 5 et 10 min, à température ambiante ou 60°C.

-Electrodeposition de MgO sur Cu ou Ti en milieu sulfate. Ces films ont été obtenus à un potentiel de -1.2V pendant 20 min.

Des analyses complémentaires ont été réalisées sur les dépôts : microscopie MEB couplée à la microanalyse X afin d'étudier la morphologie de surface et la composition élémentaires des dépôts. Des diagrammes de diffraction de RX ont été réalisés sur les différents échantillons : ZnO, ZnO/Ni et Mg(OH)₂ pour caractériser ces couches d'un point de vue structural.

Résultats obtenus au cours du stage: Les résultats obtenus ont permis d'optimiser les conditions de dépôts. Dans le cas des électrodépôts de ZnO sur verre ITO, nous avons obtenu et caractérisé un film mince de ZnO pour un potentiel de -0,9V. Cependant la taille des cristallites diminue avec le potentiel cathodique appliqué et la densité des cristallites augmente, ce qui permet d'avoir un film dense et couvrant. Les analyses structurales ont permis de mettre en évidence une structure polycristalline avec une orientation préférentielle sur l'axe c.

-L'analyse par MEB des composites ZnO/Ni montre une morphologie sous forme de feuillets. Les résultats EDS sur ces dépôts ont mis en évidence la présence des éléments Zn, O et Ni. L'analyse DRX a révélé une structure polycristalline et confirme la présence de deux couches : Ni en surface et ZnO sous cette couche de Ni.

-Pour les dépôts de MgO sur Cu ou Ti, l'analyse MEB montre des feuillets croisés, l'analyse EDS montre la présence de Mg et O, et les résultats DRX ont confirmé la formation d'une couche d'hydroxyde de magnésium Mg(OH)₂. La déshydratation de cet hydroxyde en oxyde n'a pu être obtenue, même pour une température d'électrodéposition de 70°C.

Application des travaux entrepris: Des applications dans les domaines de l'optoélectronique et en photoluminescence peuvent être envisagées. On peut aussi tester l'activité électrocatalytique des couches ZnO et ZnO/Ni sur ITO vis-à-vis de la réduction des nitrates et de l'eau oxygénée.

**Sceau de l'Organisme
d'accueil du stagiaire**

Laboratoire MADIREL - UMR 7246
Université d'Aix-Marseille - CNRS
Bâtiment MADIREL - Campus Etoile
Av. Escadrille Normandie-Niemen
13397 MARSEILLE CEDEX 20
Tél. : (33) 4.13.55.18.01/02/03 - Fax : (33) 4.13.55.18.50


M. EYRAUD

**Signature du bénéficiaire
du stage**

