الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
**République Algérienne Démocratique et Populaire**
**Ministère de L'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**

**Université Sétif Ferhat ABBAS 1**
**Faculté des Sciences**
**Département de Chimie**

# MEMOIRE DE MASTER

**DOMAINE :** Sciences de la Matière

**FILIÉRE:** Chimie

**OPTION:** Chimie Physique

## Thème :

# Synthèse verte de nanoparticules de NiO : étude des propriétés structurales et morphologiques.

**Présenté Par :** ROUABAH Mouna et ABBAS Oumaima

**Encadrant :** Dr. MESSAI Youcef Univ. Badji Mokhtar-Annaba

**Jury de Soutenance :**

| | | |
|---|---|---|
| **Président :** | Pr AZIZI Amor | Univ. Sétif Ferhat ABBAS 1 |
| **Examinateur :** | Dr Yazid Messaoudi | Univ. Sétif Ferhat ABBAS 1 |
| **Encadrant :** | Dr MESSAI Youcef | Univ. Badji Mokhtar-Annaba |

**Année universitaire :** 2025/2

## Résumé

La présente étude décrit un procédé de synthèse verte de nanoparticules d'oxyde de nickel (NiO), employant un extrait aqueux de pollen d'abeille comme agent réducteur et stabilisant. Les nanoparticules synthétisées ont été caractérisées par diffraction des rayons X (DRX) et microscopie électronique à balayage (MEB). L'analyse DRX a révélé une structure cristalline cubique de type NaCl, avec un paramètre de maille de a = 4,168 Å et une taille moyenne des cristallites d'environ 37 nm. Les faibles valeurs de la densité de dislocations ($0{,}7795 \times 10^{-3}$ $nm^{-2}$) et de la microcontrainte ($0{,}5033 \times 10^{-3}$) témoignent d'une bonne cristallinité du matériau élaboré. L'analyse morphologique par MEB a mis en évidence des nanoparticules à forme quasi-sphérique, présentant une distribution relativement homogène. Une légère agglomération, attribuée à la forte énergie de surface des nanoparticules, est également observée.



**Mots-clés :** Synthèse verte, oxyde de nickel (NiO), pollen d'abeille, nanoparticules, diffraction des rayons X, microscopie électronique à balayage, propriétés structurales.



## Abstract

This study reports a green synthesis route for nickel oxide (NiO) nanoparticles using an aqueous extract of bee pollen as both a reducing and stabilizing agent. The synthesized nanoparticles were characterized by X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM). XRD analysis revealed a cubic NaCl-type crystal structure with a lattice parameter of a = 4.168 Å and an average crystallite size of approximately 37 nm. The low values of dislocation density ($0.7795 \times 10^{-3}$ $nm^{-2}$) and microstrain ($0.5033 \times 10^{-3}$) indicate a high degree of crystallinity of the elaborated material. SEM morphological analysis revealed quasi-spherical nanoparticles with a relatively uniform size distribution. Slight agglomeration, attributed to the high surface energy of the nanoparticles, was also observed.



**Keywords:** Green synthesis, nickel oxide (NiO), bee pollen, nanoparticles, X-ray diffraction, scanning electron microscopy, structural properties.



## ملخص

تصف هذه الدراسة طريقة تخليق أخضر لجسيمات أكسيد النيكل النانوية (NiO)، باستخدام مستخلص مائي من حبوب لقاح النحل عاملًا مُر جِّعاً ومُثَبـِّتًا في آنٍ واحد. جرى توصيف الجسيمات النانوية المُحضَّرة بتقنيتَي حيود الأشعة السينية (XRD) والمجهر الإلكتروني الماسح (SEM). كشف تحليل حيود الأشعة السينية عن بنية بلورية مكعبة من نوع NaCl، بمعامل شبكي مقداره a = 4.168 Å وحجم متوسط للبلورات الدقيقة يبلغ نحو 37 نانومتر. تدل القيم المنخفضة لكثافة الإزاحات ($0.7795 \times 10^{-3}$ $nm^{-2}$) والإجهاد الدقيق ($0.5033 \times 10^{-3}$) على درجة بلورة عالية للمادة المُعدَّة. أظهر التحليل المورفولوجي بالمجهر الإلكتروني الماسح جسيمات نانوية شبه كروية الشكل ذات توزيع حجمي منتظم نسبياً، مع ملاحظة تكتل طفيف يُعزى إلى الطاقة السطحية العالية لهذه الجسيمات.



**الكلمات المفتاحية:** التخليق الأخضر، أكسيد النيكل (NiO)، حبوب لقاح النحل، الجسيمات النانوية، حيود الأشعة السينية، المجهر الإلكتروني الماسح، الخصائص البنيوية.

# Table des matières

**Introduction générale** ..... 1

**Chapitre I : Étude bibliographique** ..... 6

I.1 Nanotechnologie ..... 7

I.1.1 Définition ..... 7

I.1.2 Domaines d'application ..... 8

I.2 Nanoparticules ..... 9

I.2.1 Définition des Nanoparticules ..... 9

I.3 Oxyde de Nickel (NiO) ..... 10

I.3.1 Structure Cristalline de Oxyde de Nickel (NiO) ..... 10

I.3.2 Propriétés de Oxyde de Nickel (NiO) ..... 12

I.4 Applications des nanoparticules de NiO ..... 16

I.4.1 Applications dans les capteurs de gaz ..... 16

I.4.2 . Applications dans les dispositifs de stockage d'énergie (batteries ..... et supercondensateurs) ..... 18

I.5 Méthodes de synthèse des nanoparticules ..... 20

I.5.1 Méthodes physiques (approche « top-down ») ..... 21

I.5.2 Méthodes chimiques (approche « bottom-up ») ..... 23

I.5.3 Les méthodes biologiques ..... 25

I.6 Synthèse verte ..... 27

I.7 Produits naturels utilisés dans la synthèse verte ..... 28

I.7.1 Extraits de plantes ..... 29

I.7.2 Bactéries et champignons ..... 29

I.7.3 Produits apicoles (miel, propolis, pollen) ..... 30

I.8 Bee Pollen (Grains de pollen d'abeille) ..... 30

I.8.1 Définition et origine ..... 30

I.8.2 Composition chimique ..... 31

**Chapitre II: Méthodes de préparation et techniques de caractérisation** ..... 42

II.1. Synthèse verte des nanoparticules de NiO ..... 43

II.1.1. Principe de la synthèse verte ..... 43

II.2. Facteurs influençant la synthèse verte des nanoparticules ..... 46

II.2.1. Effet de la température de réaction....46
II.2.2. Effet du temps de réaction....47
II.2.3. Effet du pH du milieu réactionnel....49
II.2.4. Effet de la concentration de l'extrait....50
II.2.5. Effet du précurseur métallique....52
II.3. Procédé expérimental de synthèse des nanoparticules de NiO....52
II.3.1. Matériaux et réactifs utilisés....52
II.3.2. Préparation de l'extrait de pollen....56
II.3.3. Synthèse des nanoparticules de NiO par voie verte....57
II.4. Techniques de caractérisation....60
II.4.1. Diffraction des rayons X (DRX)....60
II.4.2. Microscopie électronique à balayage (MEB)....62
**Chapitre III: Résultats et discussion**....70
III.1. Caractérisation par diffraction des rayons X (DRX)....71
III.1.1. Caractérisation structurale....72
III.1.2. Paramètres cristallographiques et structuraux....72
III.2. Analyse par Microscopie Électronique à Balayage (MEB)....74
**Conclusion générale**....78