



UNIVERSITE ABOU-BEKR BELKAID - TLEMCCEN

MEMOIRE

Présenté à :

FACULTE DES SCIENCES – DEPARTEMENT DE CHIMIE

Pour l'obtention du diplôme de :

MASTER EN CHIMIE

Spécialité : Chimie des Matériaux

Par :

Mr. Guellil Abderrahmane Ayoub

Sur le thème

**Dispersion des nanoparticules inorganiques dans
un cristal liquide nématique**

Soutenu publiquement le 03 juillet 2021 à Tlemcen devant le jury composé de :

Mme BENSMAN Amal	Maitre a Conférence classe A	Université de Tlemcen	Présidente
Mme ABDOUNE Fatima Zohra	Professeure	Université de Tlemcen	Encadrante
Mr Hamri Salah	Maitre de Recherches classe A	CRAPC-Tipaza	Examineur

Année Universitaire : 2020 ~ 2021

DÉDICACE

Ma Mère

Le paradis, ma force, ma détermination, ma tendresse. La femme qui a souffert sans me laisser souffrir. Qui n'a jamais dit non pour mes exigences et qui n'a pas dit non à mes inquiétudes. Je n'ai jamais imaginé de vivre ce moment et même pas je ne sais pas comment je le passé sans toi, Y a pas assez de mots pour vous remercier. Tu es parti et tu connais ta place dans mon âme.

Je demande à mon dieu pour m'aider... De me donner le courage et la force pour surmonter cette douloureuse épreuve.

Dieu te bénisse maman ,je t'aime.

Mon père. De reconnaissance et de gratitude pour tous les soutiens et les sacrifices dont il a fait preuve à mon égard.

A mes frère Lakhder seif-allah, Abdenoure anes, et ma sœur unique Assia, pour tous les soutiens qui m'a été apporté.

Remerciements

*Le travail présenté dans ce mémoire a été réalisé au Laboratoire de Recherches sur les Macromolécules (LRM) à la Faculté des Sciences de l'Université ABOU BEKR BELKAID Tlemcen, sous la direction de Monsieur **BERRAYAH ABDELKADER**, Professeur à l'Université de Tlemcen.*

Je remercie le bon DIEU, le tout puissant de m'avoir donné la force pour survivre, et pour dépasser toutes les difficultés.

*Je tiens à remercier tout particulièrement Madame **ABDOUNE FATIMA ZOHR**A quia accepté de m'encadrer tout au long de mon travail et à lui exprimer ma profonde gratitude et mes sincères remerciements pour l'aide précieux et les conseils judicieux qu'elle n'a cessé de me prodiguer au cours de l'élaboration de ce travail. Merci madame pour votre disponibilité quotidienne, malgré un emploi du temps chargé, pour toutes les discussions professionnelles et personnelles que nous avons eues, pour toutes les heures que vous avez passées à corriger le manuscrit et je vous remercie aussi pour votre soutien et patience, votre bonne humeur et gentillesse.*

*Je remercie aussi et j'exprime toute ma reconnaissance à Madame **HADJOU BELAID ZAKIA**, pour sa confiance, ses conseils précieux, son appréciation et aussi pour ses qualités humaines.*

*J'exprime toute ma reconnaissance envers Monsieur **Hamri Salah**, maître de recherche classe « A » à CRAPC-Tipaza d'avoir accepté de présider ce jury de mémoire et d'avoir pris le temps de lire ce travail.*

*Je remercie vivement Mademoiselle **Bensmain Amal**, maître de conférences « A » à l'Université de Tlemcen, pour avoir accepté de participer à ce jury de soutenance et de donner de son précieux temps pour examiner ce travail.*

*Je voudrais remercier, Monsieur **BENABDELLAH SID AHMED** l'ingénieur responsable du laboratoire **LRM** pour son aide, son soutien et pour tous les conseils précieux qu'il m'a donné au cours des manipulations. Ainsi que l'ingénieur responsable du laboratoire **LRM**.*

*Enfin, j'aurai une pensée particulière pour mes très **chers parents**, pour leur soutien et les encouragements dont ils m'ont fait bénéficier pendant toute cette période.*

Sommaire

Introduction générale ..	1
---------------------------------	----------

Chapitre I : Rappels bibliographiques

I Les cristaux liquides.....	3
I.1 Introduction.....	3
I.2 Historique.....	3
I.3 Définition.....	3
I.4 Classification des cristaux liquides.....	4
I.4.1 Les cristaux liquides Thermotropes.....	4
I.4.1.1 Les cristaux liquides calamitiques.....	4
I.4.1.2 Les cristaux liquides discotiques.....	4
I.4.2 Les cristaux liquides lyotropes.....	5
I.4.3 Les amphotropes.....	6
I.4.4 Les cristaux liquides polymériques.....	6
I.5 Les différentes phases d'uncristal liquide.....	6
I.5.1 La phase nématique (N).....	6
I.5.2 La phase cholestérique.....	7
I.5.3 La phase smectique (S).....	8
I.6 Propriétés des cristaux liquides nématiques.....	9
I.6.1 Biréfringence et anisotropie diélectrique.....	9
I.6.2 Propriété électrique.....	10
I.6.3 Propriétés élastiques.....	10
I.6.4 Ancrage.....	12
I.7 Effets des champs extérieurs sur le cristal liquide nématique.....	13
I.7.1 Effets de champ optique.....	13
I.7.2 Effets de champ électrique (Tension de Fréedericksz).....	14
I.8 Les Application de cristal liquide.....	15

II	Nanoparticule.....	17
II.1	Définition.....	17
II.2	Les propriétés conductrices des nanoparticules.....	18
II.3	Application des nanoparticules.....	18
III	Nanocolloïdes.....	19
III.1	Mélanges /cristaux liquides /nano-microparticules (Nanocolloïdes).....	19
III.2	Effets de dopage des cristaux liquides nématiques par des nanoparticules.....	19
III.3	Alignement du TiO ₂ par un cristal liquide.....	20
IV	Conclusion.....	20

Chapitre II : Partie expérimentale

I	Élaboration.....	21
I.1	Les matériaux utilisés.....	21
I.1.1	Le cristal liquide.....	21
I.1.2	Nanoparticules.....	22
I.2	Préparations de dioxyde de titane.....	22
I.2.1	Synthèse de dioxyde de titane TiO ₂ par procédé Sol-gel.....	23
I.2.1.1	Procédé Sol-gel.....	23
I.2.1.2	Elaboration de nanoparticules de dioxyde de titane par le procédé Sol-Gel.....	23
I.2.1.3	La Calcination.....	24
I.2.1.4	Détermination de la taille de dioxyde de titane synthétisé.....	24
I.3	Préparation de mélange.....	25
II	Les techniques d'analyse.....	26
II.1	Microscopie optique à lumière polarisante (MOP).....	26
II.2	Spectroscopie infrarouge a transformée de Fourier (FTIR).....	27
II.3	Spectroscopie UV-Visible.....	28
II.4	Diffraction des Rayons X (DRX).....	30

Chapitre III : Résultats et discussions

I	Nano-microparticules.....	33
I.1	Détermination de la taille des nanoparticules TiO ₂	33
I.2	Mécanisme réactionnelle.....	34
I.3	Analyse par spectroscopie infrarouge a transformée de Fourier.....	34
I.4	Caractérisation par diffraction des rayons x.....	35
II	Caractérisation des Mélanges préparés.....	36
II.1	Caractérisation par spectroscopie infrarouge a transformée de Fourier (FTIR).....	36
II.2	Analyse UV-Visible.....	39
II.3	Analyse par microscopie de lumière polarisé.....	41
	Conclusion et respectives.....	46
	Reference bibliographique.....	48

Liste des Figures

Figure I.1 : Molécule mésogène calametique	4
Figure I.2 : Molécule mésogène discotique	5
Figure I.3 : Les deux grandes familles de cristal liquide... ..	5
Figure I.4 : les polymères nématiques et les polymères discotiques... ..	6
Figure I.5 : la structure de la phase nématique... ..	7
Figure I.6 : la phase cholestérique	7
Figure I.7 : La structure de la phase cholestérique et l'orientation du directeur dans une phase cholestérique en fonction du pas d'hélice	8
Figure I. 8. : Structure de smectique A et C	8
Figure I.9 : Biréfringence d'un cristal liquide... ..	9
Figure I.10 : les déformations élastiques d'un cristal liquide nématique... ..	11
Figure I.11 : schéma présente l'orientation d'un cristal liquide sure l'interface	12
Figure I.12 : Transition de Fréedericksz	14
Figure I.13 : Testeurs de piles et thermomètre fabriquée en cristal liquide... ..	15
Figure I.14 : Écran à cristaux liquides... ..	16
Figure I.15 : la décarboxylation énantiosélective del'acide éthylphénylmalonique	17
Figure I.16 : Image de nanoparticule par le microscope	18
Figure II.1 : 4-Cyano-4'-pentylbiphényle (5CB)	21
Figure II.2 : Structure chimique de dioxyde de titane	22
Figure II.3 : Elaboration de dioxyde de titane par procédé Sol-Gel... ..	23
Figure II.4 : Calcination de dioxyde de titane	24
Figure II.5 : Appareillage de Zetasizer... ..	24
Figure II.6 :Bain Ultrason... ..	25
Figure II.7 : Microscope optique à lumière polarisée	27
Figure II. 8 : Spectromètre infrarouge à transformée de Fourier	28
Figure II.9 : Principe de fonctionnement de spectrophotomètre UV-Visible	29
Figure II.10 :Spectrophotomètre UV-Visible... ..	30
Figure II.11 : Principe de la Diffraction des Rayons X (DRX)	32

Figure III.1 : Distribution de la taille des nanoparticules TiO ₂	33
Figure III.2 : Schéma réactionnel de la synthèse de dioxyde de titane procédé Sol-Gel	34
Figure III.3 : Spectre FTIR du nanoparticule TiO ₂	35
Figure III.4 : Diffractogramme DRX des nano-microparticules TiO ₂	35
Figure III.5 : Spectre FTIR du cristal liquide 5CB.....	36
Figure III.6 : spectre FTIR de mélange 5CB/TiO ₂	38
Figure III.7 : Effet du dopage sur l'absorbance du 5CB	39
Figure III.8 : variation de transmittance en fonction du pourcentage de TiO ₂	40
Figure III.9 : La transition nématique-isotrope de 5CBPur TNI	41
Figure III.10 : analyse MOP pour le mélange 5CB/0.05% TiO ₂	42
Figure III.11 : analyse MOP pour le mélange 5CB / 0.1% TiO ₂	43
Figure III.12 : Analyse par MOP pour le mélange 5CB/ 1% TiO ₂	44
Figure III.13 : Evolution de la T _{NI} en fonction de TiO ₂ injecté... ..	45

Liste des tableaux

Tableau 1 : Exemples sur l'ancrage d'un cristal liquide nématique 5CB	13
Tableau 2 : Propriétés physico-chimique 5CB.....	22
Tableau 3 : Composition massique des échantillons prépare	25
Tableau 4 : Les types des pics qui présents la structure de TiO ₂	36
Tableau 5 ; Attribution des bandes observées pour cristal liquide 5CB.....	37

INTRODUCTION
GENERALE

Ces dernières années, le domaine des cristaux liquides a connu un développement très intéressant, et cela est dû à leurs propriétés physiques très variées. Cette nouvelle science nécessite des connaissances et des données très spécifiques afin de répondre aux demandes des industries telles que la nature de la mésophase, les températures de transitions des phases, l'optique et l'orientation des molécules sous l'action d'un champ électrique ou magnétique, ce qui rend cette science une technologie de pointe. Les applications des cristaux liquides sont diverses : domaine d'affichage (les écrans LCD), PDLC, en médecine (empreinte moléculaire), et dans le domaine d'électronique. Plusieurs paramètres gouvernent ces applications, tels que le contrôle de l'opacité l'encrage des molécules d'où la compréhension de l'organisation de leurs molécules à l'état libre ou en volume s'avère d'une grande importance.

L'objectif de ce travail de recherche, est d'optimiser les caractéristiques du cristal liquide nématique 5CB, et cela par dopage par des nanoparticules TiO_2 synthétisées par le procédé Sol-Gel. Le changement de l'état physique en présence du dopant est la problématique abordée, c'est-à-dire le passage de l'état nématique à l'état isotrope. Par ailleurs, l'étude de la profondeur de l'opacité de ces matériaux dopés est importante, telle que la possibilité d'obtenir des matériaux plus au moins transparent suite à une nouvelle orientation des molécules du cristal liquide est éventuelle.

Afin d'établir ces investigations, il faut d'abord comprendre le principe de fonctionnement de ces matériaux dans le cas où un champ électrique extérieur est appliqué. Le but recherché est d'avoir un matériau transparent (état ON) où il peut commuter à l'état opaque (état OFF) en présence d'un champ électriques à faible tension, pour une application dans le domaine d'affichage.

Ce travail est réalisé au sein de l'équipe de recherche « Rayonnement et Composites » du laboratoire de Recherche sur les Macromolécules (LRM) à la faculté des sciences de l'université de Tlemcen.

Ce manuscrit présente trois chapitres :

Le premier chapitre aborde une synthèse bibliographique sur cristaux liquides, nanoparticules inorganiques et le matériau nanocomposite cristal liquide/nanoparticules.

Dans le second chapitre, nous détaillons la partie expérimentale concernant le choix des matériaux, la méthode de préparation et de mise en œuvre des matériaux dopés.

Le troisième chapitre, on détaillera les résultats expérimentaux obtenus sur la caractérisation des matériaux

Enfin et pour la lecture de ce mémoire, nous concluons ce manuscrit en résumant les résultats obtenus, et en ouvrant quelques perspectives à nos travaux.

CHAPITRE I :
RAPPELS
BIBLIOGRAPHIQUES

I. Les cristaux liquides

I.1 Introduction :

Ces dernières années les cristaux liquides ont présenté un intérêt scientifique très important. Cette importance est due à leurs propriétés intrinsèques telles que la biréfringence et l'anisotropie diélectrique. Un nouveau axe de recherche sur l'amélioration des propriétés, consiste à injecter des nanoparticules au sein d'un cristal liquide, dont on présentera quelques travaux scientifiques.

I.2 Historique :

. En 1877, le physicien Otto Lehmann a découvert un composé qu'il a vu dans un microscope à lumière polarisante, un composé visqueux avec des propriétés optiques d'un solide ^[1]. En 1888 fut la première déclaration de l'existence d'un état physique de la matière, intermédiaire entre l'état liquide et l'état solide, appelé cristal liquide par le chercheur Friedrich Reinitzer lors d'une expérience sur le cholestérol ^[2-3]. Le chercheur Georges Friedel en 1922, classe les cristaux liquides selon leurs structures en deux catégories et les nomma : nématique et smectique. Malgré l'intérêt des chercheurs sur les cristaux liquides au cours de la fin du XIXe siècle, ils sont restés un sujet d'étude purement théorique. En effet, les applications des cristaux liquides ne verront le jour que plusieurs décennies plus tard.

I.3 Définition :

Un cristal liquide est un état de la matière qui combine des propriétés d'un liquide conventionnel et celles d'un solide cristallisé ^[4]. Il est caractérisé par un ordre de type liquide dans au moins une direction de l'espace des entités qui le constituent (molécules ou assemblages de molécules). Il possède un ordre moléculaire leur donnant un caractère de type solide élastique, alors que l'ordre liquide leur confère une certaine fluidité. Ce sont ces deux caractéristiques qui sont à l'origine de leurs propriétés intéressantes.

Le cristal liquide possède des phases appelées phases mésomorphes ou mésophases et classées selon l'ordre orientationnel.

La majorité des cristaux liquides sont des composés rigides, flexible avec un cœur souvent sous forme de groupements aromatiques.

I.4 Classification des cristaux liquides :

I.4.1 Les cristaux liquides Thermotropes :

Les cristaux thermotropes sont des mésophases formées par la variation de la température. Ils sont classés selon leur degré d'ordre et suivant la morphologie et la structure chimique des mésogènes.

Ils sont généralement des corps purs constitués de molécules organiques qui peuvent être allongées ou bien, sous une forme de disque ^[5], donnant deux mesogène différent :

- Calamitique
- Discotique

I.4.1.1 Les cristaux liquides calamitiques :

Les mésogènes calamitiques sont des molécules de forme bâtonnet, possédant un cœur mésogène rigide avec deux chaînes latérales souple liés entre eux par des jonctions ester, azo, ou imine ^[6]. Les molécules calamitiques caractérisées par une forte anisotropie, combinée à une certaine solidité

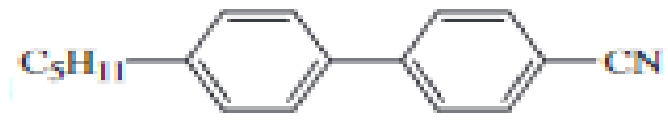


Figure I.1 : Molécule mésogène calamitique

I.4.1.2 Les cristaux liquides discotiques :

Les cristaux liquides discotiques sont des molécules de forme planes, caractérisé par un cœur polyaromatiques rigides entourées par des chaînes aliphatiques flexibles, avec des propriétés électroniques remarquables et modulables (caractère donneur ou accepteur de charges).

La forme discotique est un réseau ordonné formée par un empilement de colonnes l'une sur l'autres (des noyaux aromatiques sur des colonnes disposées par un système hexagonale) ^[7]

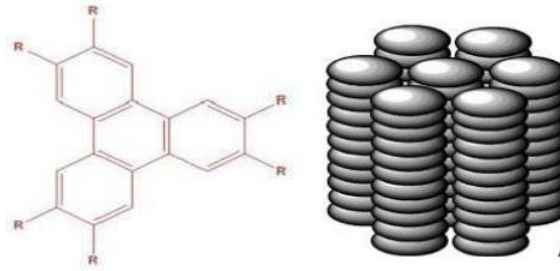


Figure I.2 : Molécule mésogène discotique

I.4.2 Les cristaux liquides lyotropes :

Les mésogènes lyotropes sont des molécules tensioactives, ils munies d'une partie hydrophobe composée d'une chaîne aliphatique et d'une partie hydrophile composée d'une tête polaire chargée ou non, par exemple un acide carboxylique [8].

En solution, ils forment des colloïdes ayant une structure régie par la concentration en tensioactif dans un solvant donné. Dans l'eau, à faible concentration, une monocouche se forme à l'interface liquide/gaz ce qui a pour effet d'abaisser la tension de surface jusqu'à une concentration critique : la concentration micellaire critique, des lamelles ou des cylindres qui peuvent ajuste les phases (nématique, smectique ou colonnaire).

- La figure suivante présente un tableau de différents exemples sur les mesogènes de cristal liquide [9] :

	C.L. THERMOTROPES	C.L. LYOTROPES
CALAMITIQUES	<p><u>PAA :</u></p>	<p><u>Exemple du Dodécyle Sulfate de Sodium (SDS) dans l'eau :</u></p>
	<p><u>5CB :</u></p>	<p><u>Micelle prolate :</u></p>
DISCOIQUES	<p><u>Hexabutoxy-triphénylène :</u></p>	<p><u>Micelle oblate :</u></p>

Figure I.3 : Les deux grandes familles de cristal liquide

I.4.3 Les amphotropes :

Cette classe de mésophases est constituée de molécules ayant une partie thermotrope et une partie lyotrope. La mésophase peut être induite par élévation de température et/ou par variation de concentration.

I.4.4 Les cristaux liquides polymériques :

Ces cristaux liquides sont formés de grandes molécules. Ils sont obtenus par condensation d'un grand nombre de molécules unitaires ^[10]. Il existe plusieurs types de cristaux liquides polymériques. On peut citer à titre d'exemples les polymères nématiques et les polymères discotiques qui sont représentés dans les figures I.4.

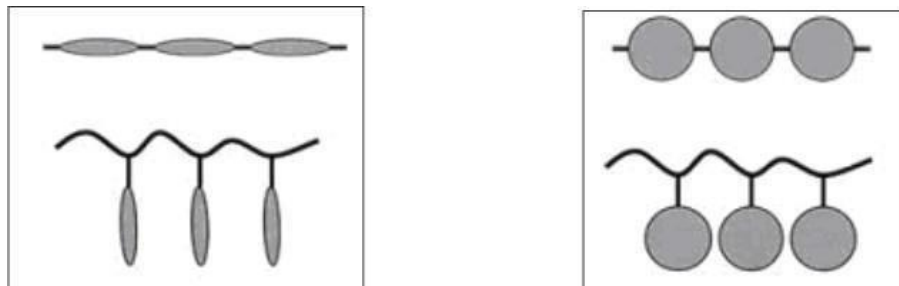


Figure I.4 : les polymères nématiques et les polymères discotiques

I.5 Les différentes phases d'un cristal liquide :

I.5.1 La phase nématique (N) :

La phase nématique d'un cristal liquide est la phase la plus proche du liquide. Les interactions entre mésogènes (molécules organiques ou micelles) tendent à les agencer, en moyenne, parallèlement les uns aux autres, définissant ainsi une orientation privilégiée de leurs axes de symétrie. Les molécules diffusent à travers l'échantillon en conservant une direction d'orientation préférentielle selon un vecteur unitaire, appelé directeur, alors que l'ordre positionnel n'existe plus ^[11].

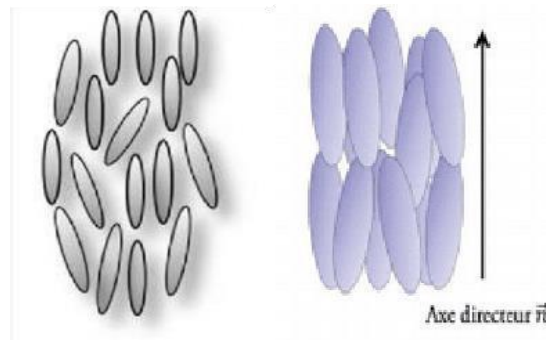


Figure I.5 : la structure de la phase nématique

1.5.2 La phase cholestérique :

La phase cholestérique est une phase nématique avec une molécule chirale qui possède des forces intermoléculaires qui favorisent l'alignement, avec un léger angle ^[12]. Les cristaux liquides formés à partir du cholestérol sont des exemples de cristaux liquides nématiques hélicoïdaux. En raison de la structure stratifiée du film de cristaux liquides, la lumière qui le traverse va être partiellement diffractée.



Figure I.6 : la phase cholestérique

- Les cristaux liquides cholestérique possèdent des propriétés optiques intéressantes. il sont orientés par un directeur appelé le pas de luis.

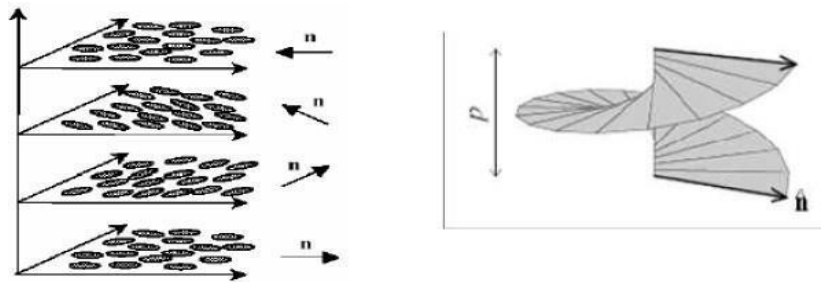


Figure I.7 : La structure de la phase cholestérique et l'orientation du directeur dans une phase cholestérique en fonction du pas d'hélice.

- Le pas de l'hélice : est un domaine de grandeur supérieur aux échelle moléculaires.

1.5.3 La phase smectique (S) :

La phase smectique c'est la phase la plus proche de solide (avantage ordonnées) dans lequel les molécules s'organisent sous forme de couche et possèdent deux ordres positionnels et orientationnel.

Il existe un nombre de phases smectiques bien que deux sous classes aient été plus énormément étudiées :

- **Les smectiques A** : le grand axe perpendiculaire aux plans.
- **Les smectiques C** : le grand axe est incliné par rapport aux plans.

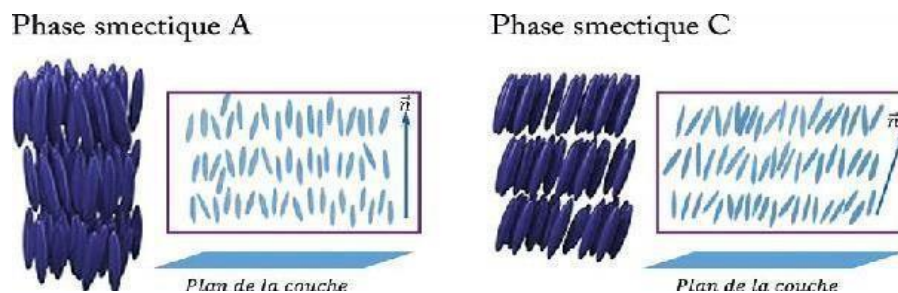


Figure I. 8. : Structure de smectique A et C

I.6 Propriétés des cristaux liquides nématiques :

Les cristaux liquides caractérisés par plusieurs propriétés ^[13] : anisotropies (Biréfringence et anisotropie diélectrique), électrique, élasticité et l'Action de champs extérieurs qui est responsable sur différentes bases d'application.

I.6.1 Biréfringence et anisotropie diélectrique :

La Biréfringence ^[14] est une propriété physique d'un cristal liquide caractérisé par une façon anisotrope .Elle dépend d'un indice de réfraction et une direction de polarisation de l'onde lumineuse. Elle contient deux phénomènes différents, biréfringence linéaire et l'autre circulaire.

La biréfringence linéaire dépend d'un indice de réfraction pour une onde polarisée rectiligne, tandis que la circulaire est pour désigner l'activité optique.

Un cristal liquide, est caractérisé par deux propriétés électriques différentes et importantes :

- Biréfringence Δn .
- Anisotropie diélectrique $\Delta \epsilon$.

La biréfringence $\Delta n = n_e - n_o$ (n_e et n_o indices de réfraction) dépend de la nature de la structure chimique de la phase nématique, elle varie entre 0,05 à 0,25.

$\Delta \epsilon = \epsilon_{||} - \epsilon_{\perp}$, où $\epsilon_{||}$ et ϵ_{\perp} sont les permittivités moyennes mesurées parallèlement et perpendiculairement à l'axe optique de la mésophase Peut être positive ou négative. Si cette dernière est positive cela indique que les molécules sont orientées parallèlement au champ électrique appliqué.

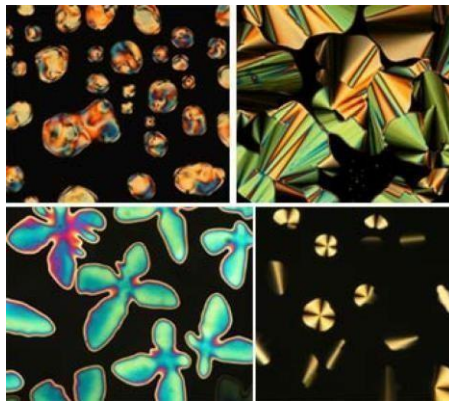


Figure 1.9 : Biréfringence d'un cristal liquide

I.6.2 Propriété électrique :

Cette propriété est importante sur les cristaux liquide nématique, surtout sa capacité à répondre à un signal électrique, en particulier pour les applications technologiques.

La réponse d'un cristal liquide a l'application d'un champ électrique dépend en partie de ses propriétés diélectriques. Elles sont assez particulières car un cristal liquide est un milieu diélectrique anisotrope ^[15]. Lorsqu'un champ électrique sinusoïdal $E = E_0.e^{i\omega t}$ appliqué dans une direction perpendiculaire à l'axe hélicoïdal d'une compose .il interagit deux m 'mécanismes de couplage différents ^[16] :

- Le champ électrique avec la polarisation hélioelectrique produise un champ électrique qui transverse une ligne suivant sa direction, le résultat : une polarisation de caractère orientationnel apparait sur le cristal liquide (couplage linéaire).
- Le couplage quadratique avec l'anisotropie d'électrique du cristal liquide tend à aligner les molécules dans la direction du champ (si $\Delta > 0$). La contribution à la densité d'énergie libre est :

$$gE^2 = -\frac{1}{2}\epsilon_0\Delta\epsilon.(\vec{n} \cdot \vec{E})^2.$$

I.6.3 Propriétés élastiques :

La phase nématique est caractérisée par un ordre orientationnel à longue distance jusqu'à 100 μ m qui détermine les propriétés élastiques de cette phase. Les propriétés élastiques ont été initialement décrites par Oseen ^[17]. Par la suite Frank ^[18] a développé la théorie élastique des cristaux liquides par analogie à la théorie de l'élasticité des solides.

La mésophase est déformée du fait des pressions imposées par la rugosité du conteneur et sa forme. La divergence (éventail), la torsion et la flexion sont les déformations nécessaires sur les variations de l'orientation du directeur.

La phase nématique décompacte a 3 déformation élastique fondamentale :

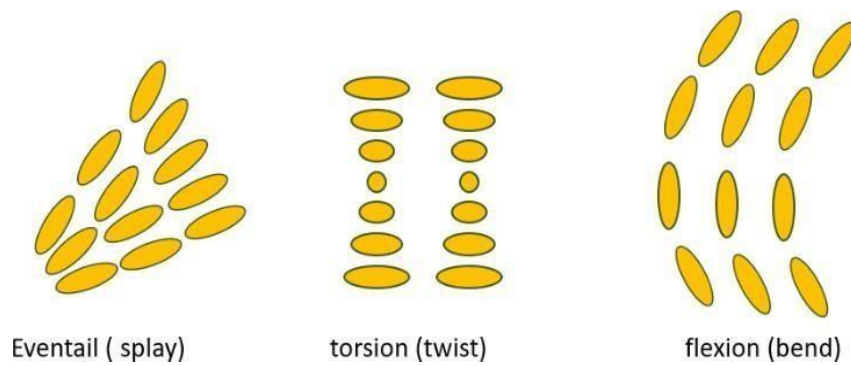


Figure I.10 : les déformations élastiques d'un cristal liquide nématique

Toute déformation passe par une théorie d'élastique du continuum^[19] pour définir sa géométrie de cristal :

$$f = \frac{1}{2} [K_{11}(\text{div } \vec{n})^2 + K_{22}(\vec{n} \cdot \text{rot } \vec{n})^2 + K_{33} (\vec{n} \cdot \text{rot } \vec{n})^2]$$

Chaque déformation est associée une constante élastique K (respectivement K_{11} , K_{22} et K_{33}) qui est totalement faible. Donc il est facile de déformer un cristal liquide.

Par exemple la torsion de la phase nématique produit la phase cholestérique, en plus des autres déformations qui produit des nombreuses autres déformations.

I.6.4 Ancrage :

Dans un cristal liquide nématique isolé et non confiné ^[20], le champ de directeur \vec{n} à l'équilibre est uniforme mais son orientation n'est pas définie. La présence de conditions d'orientations et le confinement lèvent cette dégénérescence. L'anisotropie impose une énergie de surface sur les substrats que l'on appelle énergie d'ancrage ^[21].

- En absence de contrainte externes, le cristal suit une direction \vec{n}_0 imposée par la surface. Orientation possède une énergie d'ancrage très faible.
- En présence de contraintes, le cristal suit une direction \vec{n}_s qui s'éloigne de \vec{n}_0 , l'orientation d'un cristal liquide aux interfaces prend un angle θ_s qui s'appelle angle zénithal (respectivement angle azimutal φ_s) est un angle responsable du directeur sur la surface énergie d'ancrage est plus élevée.

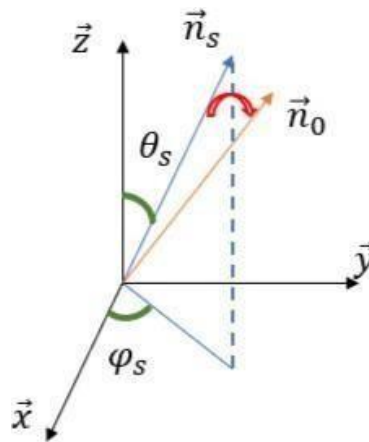


Figure I.11 : schéma présente l'orientation d'un cristal liquide sur l'interface.

Les ancrages du cristal liquide classés selon 2 principes, le nombre des états de surface stables, et la direction de l'axe facile :

- Monostable : une seule direction d'orientation. C'est le cas le plus répandu.
- Bistable : Deux orientations possibles.
- Multistables : Plusieurs orientations possibles.
- Dégénéré : continuum d'états.

Le tableau suivant présente des exemples sur l'ancrage d'un cristal liquide nématique 5CB ^[22] :

Interface	Ancrage	Orientation
Air/5CB	Monostable	Homéotrope [Gannon, et al. 1978, Vandembrouck 2001]
DMOAP/5CB	Monostable	Homéotrope [Cognard 1983]
Téflon/5CB	Monostable	Planaire [Cognard 1983, Hubert, et al. 1995]
PVA6/5CB	Monostable	Incliné [Nakamura 1981]
Polystyrène/5CB	Dégénéré	Conique [Ou Ramdane, et al. 2000]
SiO évaporé/5CB	Bistable	Incliné [Jérôme, et al. 1988, Monkade, et al. 1988]
PVMC7 sur SiO évaporé/5CB	Bistable	Planaire, 2 directions perpendiculaires [Barberi, et al. 1998a]

Tableau 1 : Exemples sur l'ancrage d'un cristal liquide nématique 5CB

I.7. Effets des champs extérieurs sur le cristal liquide nématique :

I.7.1 Effets de champ optique :

L'anisotropie structurelle des cristaux liquides est particulièrement à l'origine des effets Magnéo-optiques, acousto-optiques ^[23] et opto-optiques ^[24] à la suite de la réorientation moléculaire dans un champ magnétique, électrique, acoustique et optique respectivement. Les effets de champ sont principalement liés aux personnages L'anisotropie de ces propriétés. Utiliser le magnétisme : tout d'abord, pour Étudier le degré d'ordre des cristaux liquides. Réorientation des cristaux liquides L'effet du champ acoustique est similaire à l'effet obtenu sous l'influence du champ lumineux. Les effets magnétiques et acoustiques ne font pas partie de ce cadeau. Emplois. Par conséquent, dans ce qui suit, nous limiterons notre discussion aux seuls champs électriques, et optique.

I.7.2 Effets de champ électrique (Tension de Fréedericksz):

La transition optique de Fréedericksz a été observée pour la première fois par Zolot'ko et al. En 1980 ^[25], 47 ans après celle observée par Fréedericksz ^[26].

Les cristaux liquides (CL) peuvent être orientés sous un champ magnétique ou électrique grâce à leurs propriétés anisotropes. la compétition entre la force élastique et l'influence du champ électrique sur les cristaux liquides est traite par le phénomène de Fréedericksz. Pour le cristal liquide à anisotropie diélectrique positive confiné entre deux surfaces parallèles, et les directeurs de surface sont orientés à plat sur la surface. Dans la même direction, la texture statique est une texture uniforme, ce qui minimise l'énergie de déformation élastique car elle ne provoquera aucune déformation élastique.

Lorsqu'on applique un champ électrique perpendiculaire à la surface, le réalisateur essaie de s'aligner selon ce champ électrique. Cependant, l'existence du champ critique E_c (seuil de Fredericksz) En dessous de ce champ critique, la texture reste uniforme, et au-dessus de ce champ critique, le directeur est redirigé vers la direction du champ électrique.

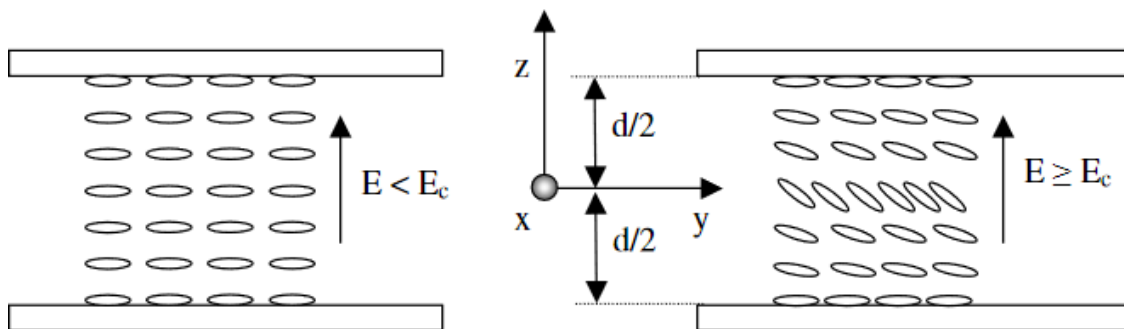


Figure I.12 : Transition de Fréedericksz

I.8. Les Application de cristal liquide :

Au cours de dernières dizaines d'années La plupart des applications des cristaux liquides sont dans l'industrie de l'affichage, fabrication des matériaux, les vitrages, et même sur les synthèses des produits chimiques.

- *L'industrie et les cristaux liquides :*
- Par exemple la fabrication des thermomètres à cristaux liquides sous principe de changement de couleur en fonction de la température. Le même principe est adopté pour des testeurs de piles.



Figure I.13: Testeurs de piles et thermomètre fabriquée en cristal liquide.

- *L'écran ACL :*

L'application la plus connue des cristaux liquides est l'écran à cristaux liquides mieux connu sous le sigle anglais « LCD » [27].

L'écran ACL est constitué de deux polariseurs croisés dont les directions de polarisation forment un angle de 90° encadrant une couche de cristaux liquides : la lumière qui passe par le premier polariseur est bloquée par le second lorsque sa direction de polarisation n'est pas modifiée par les cristaux liquides [28].

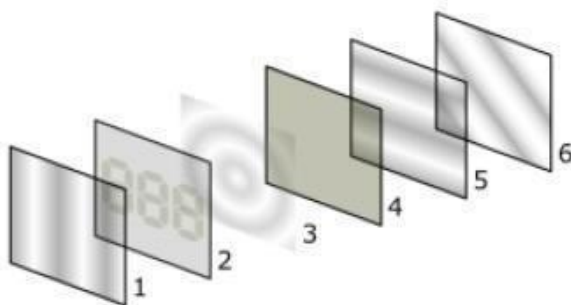


Figure I.14 : Écran à cristaux liquides

1. Filtre vertical.
2. Verre avec électrodes correspondant au filtre vertical.
3. Cristaux liquides.
4. Verre avec électrodes correspondant au filtre horizontal.
5. Filtre horizontal pour bloquer/laisser passer la lumière.
6. Surface réfléchissante.

- **Les vitrages à opacité contrôlée :**

Le vitrage comprend des cristaux liquides sous forme de gouttelettes fixées dans un polymère entre deux électrodes ITO, mais sans polariseurs. Ce type de verre passe d'un état opaque (comme le verre dépoli) à un état transparent (comme le verre ordinaire) sans tension. une fois polarisé, la luminosité ne changera pas ^[29].

- **Les synthèses :**

Cristaux liquides ont également été utilisés en synthèse, par exemple pour la décarboxylation énantiosélective de l'acide éthylphénylmalonique ^[30]. Même si l'excès énantiomérique de l'acide 2-phénylbutanoïque obtenu reste faible (18 %), il a le mérite de montrer qu'une réaction réalisée dans un solvant chiral peut se faire avec une certaine énantiosélectivité (concept repris par la suite avec des liquides ioniques chiraux ^[31]).

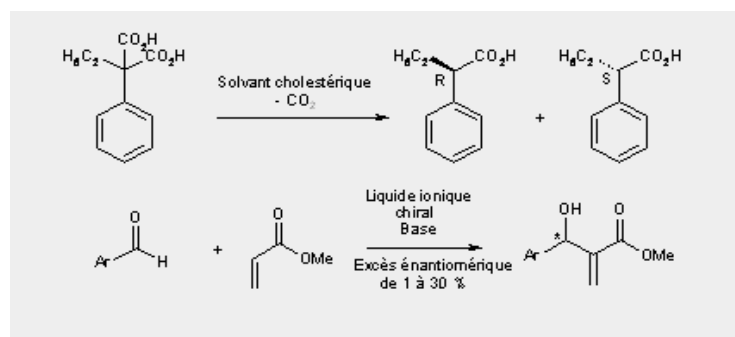


Figure I.15 : la décarboxylation énantiosélective de l'acide éthylphénylmalonique

II. Nanoparticule :

Au cours de dix dernières années, de nombreuses recherches ont porté sur le développement de nouveaux moyens pour fabriquer des matériaux chimiques de propriétés optique et élastique différentes. Parmi ces moyens on a l'injection des nanoparticules métalliques dans un cristal liquide.

II.1 Définition :

Les nanoparticules sont définies comme des nanomatériaux dans une échelle nanométrique de trois dimensions, il s'agit donc d'une particule d'un diamètre inférieur à 100 nanomètres ^[32]. Il existe une autre définition plus large, qui est définie comme une nanoparticule d'un agrégat d'atomes avec au moins une dimension à l'échelle nanométrique. Ainsi, le terme désigne plusieurs types de nano-objets :

- Fullerènes, à trois dimensions dans le nano-domaine.
- Nanotubes avec deux tailles nanométriques.
- Film de taille nanométrique uniquement.

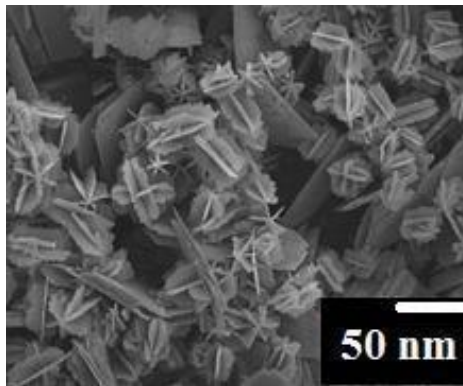


Figure I.16 : Image de nanoparticule par le microscope

II Les propriétés conductrices des nanoparticules :

La majorité des applications de champs électriques sur les nanoparticules semi-conductrices sont dues à leurs bandes de gap importantes ^[33] par exemple le TiO₂.

Le TiO₂ nanoparticule semi-conducteur dit « à grand écart » car ce dernier a une valeur de 3 eV. La valeur de cet écart correspond à l'énergie rayonnante visible en violet. C'est pour cela qu'une irradiation dans l'UV devrait provoquer un transfert des électrons de la bande de valence vers la bande de conduction.

La valeur de la conductivité électrique dans un matériau comme le dioxyde de titane a conduit à envisager un enrichissement en porteurs de charges. Le dopage avec cette nanoparticule va diminuer le gap de manière artificielle, par exemple, d'assurer l'absorption d'un rayonnement lumineux à plus basse énergie. Le phénomène de photocatalyse devient alors possible dans le domaine du visible, ce qui est évidemment recherché pour les applications industrielles ^[34].

II.3 Application des nanoparticules :

Les nanoparticules peuvent être présentées selon leur composition : métaux purs, oxydes, composés ou alliages. Cela conduit à son utilisation dans plusieurs applications importantes ^[35] :

- Le domaine énergétique : De nombreux types de matériaux peuvent être utilisés pour des applications de stockage d'énergie, pour le photovoltaïque et la fabrication des

- cellules solaires comme par exemple des nanoparticules semi-conductrices ^[36] des nanoparticules métalliques ^[37], des polymères conducteurs, du graphène, etc.
- Catalytique : pour la réalisation de catalyseurs sélectifs efficaces, de capteurs possède des nanoparticules métalliques et bimétalliques.
- Applications diverses : le photovoltaïque, domaine de la biologie (spécialement les applications antibactériennes).

En plus de son rôle important dans la modification des propriétés physiques des matériaux.

III Nanocolloïdes :

III.1 Mélanges /cristaux liquides /nano-microparticules (Nanocolloïdes) :

L'étude des matériaux composites à base de cristaux liquides thermiques connaît un nouvel essor. Notamment leur état nématique, qui peut changer en fonction des propriétés des particules qui lui sont mélangé ^[38].

Le concept "dopant-milieu hôte" est dans lequel un matériau est incorporé sous forme dispersée à de faibles proportions (dopant) dans une matrice. Comparés aux matrices solides, ces matériaux présentent deux types d'inclusions :

- Matériaux solides de taille nanométrique (particules métalliques, semi-conductrices, magnétiques ou ferroélectriques).
- Les matériaux mous.

La plupart des travaux ont porté essentiellement sur les CL_N de par leurs potentiels d'application dans le domaine de l'affichage. Actuellement ^[39]. Malgré que le dopage dans des CL présentant différentes phases autres que nématique mais elle reste la seule qui inspire le changement de propriété de CL.

III.2 Effets de dopage des cristaux liquides nématiques par des nanoparticules :

L'idée de doper un CL est née dans le but d'améliorer les afficheurs commerciaux ^[40], facilite l'orientation du vecteur directeur nématique.

Les premiers travaux expérimentaux ont été reportés à la fin des années 60 par Heilmeyer et al.^[41] lorsqu'ils dopèrent un CL_N avec des molécules dichroïques et ont montré qu'on peut

contrôler la longueur d'onde de la lumière transmise par l'afficheur en appliquant un champ électrique.

Ce phénomène est basé sur deux caractères :

- La capacité de la phase nématique de se réorienter sous application du champ électrique,
- Le Changement de propriété d'absorption en fonction de leur orientation.

D'autres systèmes à base de cristaux liquides nématiques ont été étudiés dans le but d'obtenir des afficheurs bistables ^[42]. Il s'agit de suspensions nématiques contenant des nanoparticules ferromagnétiques ou bien ferroélectriques. Le dopage par ce type de nanoparticules a ainsi permis de réduire le champ seuil de la transition de Fréedericksz, permettant le basculement d'une cellule nématique ^[43]

L'application d'un champ électrique permet d'obtenir un domaine nématique optiquement transparent, stabilisé par les agglomérats qui maintiennent cet état quand le champ est coupé.

III.3 Alignement du TiO₂ par un cristalliquide

Une étude récente sur l'alignement des nanoparticules TiO₂ par un cristal liquide nématique 5 CB sous l'application d'un champ magnétique a ouvert un nouveau axe de recherche pour d'autres applications. Ce type de matériau est synthétisé par un procédé sol-gel à partir d'un précurseur tétra n-butyl orthotitane et un cristal liquide 5 CB ^[44].

Conclusion.

Cette étude bibliographique sur les cristaux liquides, nous a permis d'orienter notre sujet de mémoire sur l'effet du dopage du cristal liquide 5 CB par des nanoparticules synthétisées par le procédé sol-gel afin d'optimiser les propriétés du 5CB.

CHAPITRE II :
PARTIE
EXPEREMENTALE

I. Élaboration :

I.1 Les matériaux utilisés :

I.1.1 . Le cristal liquide :

Le cristal liquide utilisé (5CB) est connu pour ses propriétés chimiques, thermiques, optiques et électro-optiques. La majorité des publications est portée sur un cristal liquide doté d'une anisotropie d'électricité positive et une valeur élevée de la biréfringence optique. Ces deux caractéristiques sont très importance pour la diminution du champ de commutation.

4-Cyano-4'-pentylbiphényle (5CB) est un cristal liquide utilisé dans cette expérience de Sigma Aldrich. Il possède une phase nématique dans les conditions ambiantes, sa température de transition (nématique-isotrope) $T_{NI} = 35,3^\circ$ et la température de cristallisation $T_{cry} = 21^\circ\text{C}$.

A $\lambda = 546\text{ nm}$ le 5CB contient deux indices de réfraction n_0 (ordinaires) = 1.5540 et n_e (extraordinaire) = 1.6814^[45], sa structure chimique et la suivante :

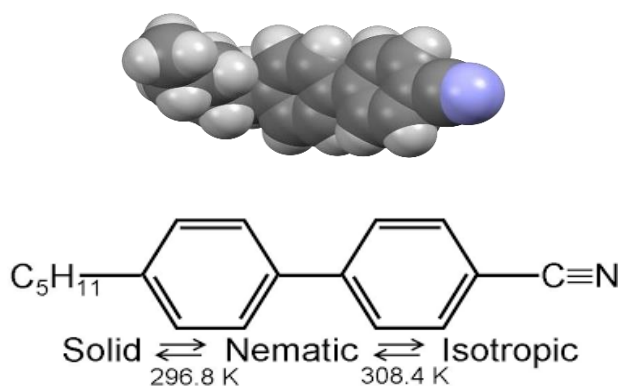


Figure II.1 : 4-Cyano-4'-pentylbiphényle (5CB)

Format	Cristal liquide
Le Nom chimique	4-Cyano-4-pentylbiphényle (5CB)
La formule chimique	$C_{18}H_{19}N$
La masse molaire moyenne	249.357 g·mol ⁻¹
La masse volumique	1.008 g/mL
Propriété physique et chimique	<ul style="list-style-type: none"> • Partie alcane : chaîne flexible • partie biphenyl : corps rigide • dipôle au niveaux de CN.... • Insoluble dans l'eau
Etat à température ambiante (25°C)	Nématique

Tableau 2 : Propriétés physico-chimique 5CB

1.1.2 Nanoparticules :

Les nanoparticules inorganiques utilisées dans cette expérience sont des nanoparticules de dioxyde de titane TiO_2 qu'on a synthétisé par un procédé Sol-Gel

Le TiO_2 est un semi-conducteur avec une large band gap (une bande estimée à 3.2 eV) Nous l'utilisons dans cette expérience pour doper le cristal liquide 5CB, on peut l'utiliser sous forme poudre en suspension ou sur la forme d'un film déposé.



Figure II.2 : Structure chimique de dioxyde de titane

Préparations de dioxyde de titane :

Le dioxyde de titane peut être préparé par différentes méthodes. Selon des dernières recherches récentes, la méthode sol-gel est reconnue comme l'une des techniques de synthèse les plus importantes pour la préparation des nanoparticules de TiO_2 (Chimie douce) ; en raison

de son faible coût, de sa basse température, de son homogénéité, de sa stabilité et de sa contrôlabilité [46].

1.2.1. Synthèse de dioxyde de titane TiO_2 par procédé Sol-gel :

1.2.1.1 Procédé Sol-gel :

La méthode sol-gel a été utilisée pour stabiliser un grand nombre de compositions d'oxydes métalliques qui ne peuvent pas être obtenues par les méthodes traditionnelles de poudre céramique [47-48]. Les procédés sol-gel offrent de nombreux avantages tels qu'une pureté et une homogénéité élevées [49-50] et une température plus basse requise par rapport à la méthode céramique.

Les sols et gels peuvent être utilisés pour fabriquer des films, des fibres et des poudres grâce aux différentes techniques telles que le revêtement par immersion et le filage. [51-52] Les matériaux peuvent être adaptés en contrôlant le processus sol-gel en faisant varier les paramètres de synthèse [53].

La méthode sol-gel implique tout d'abord la formation de sols par hydrolyse et condensation de précurseurs inorganiques ou métal-organiques. Deuxièmement, les sols liquides subissent une série de réactions chimiques et se transforment en squelette solide en phase liquide. Le système biphasique contenant des phases liquides piégées dans le solide est un gel. Des oxydes métalliques peuvent être obtenus lorsque la phase liquide est éliminée. Trois démarches ont été suivies pour la préparation des oxydes : Synthèse Sol-Gel [54], calcination puis caractérisation

1.2.1.2 Elaboration de nanoparticules de dioxyde de titane par le procédé Sol-Gel :

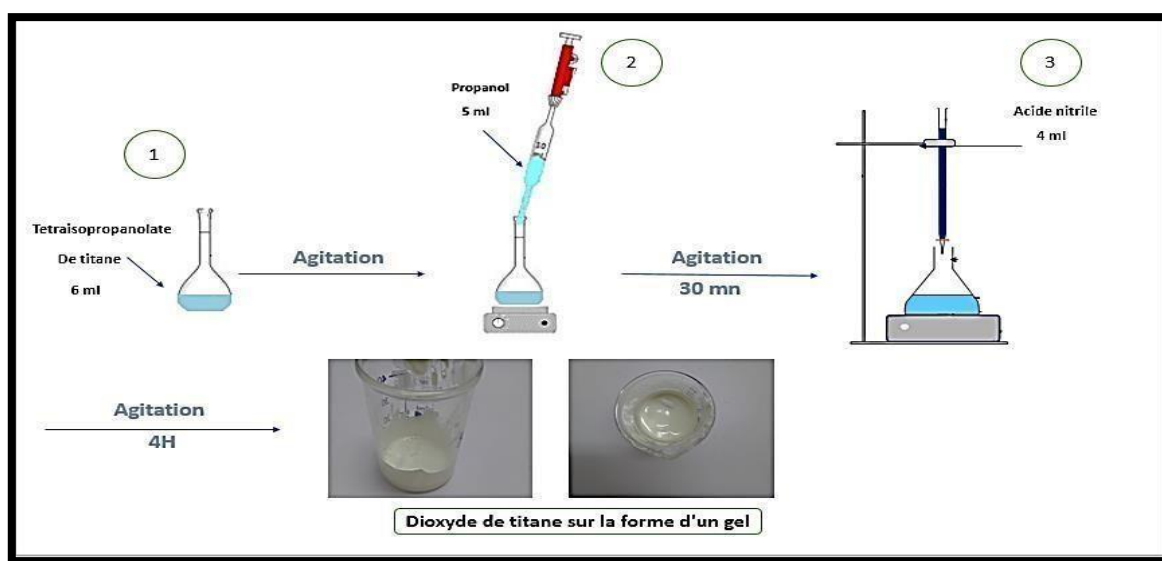


Figure II.3 : Elaboration de dioxyde de titane par procédé Sol-Gel

1.2.1.3 La Calcination :

La transformation de dioxyde de titane gel en solide (nanoparticules) se déroule dans un four avec une vitesse de chauffage 5°/min jusqu'à 400 °C, Pendant 24 H.

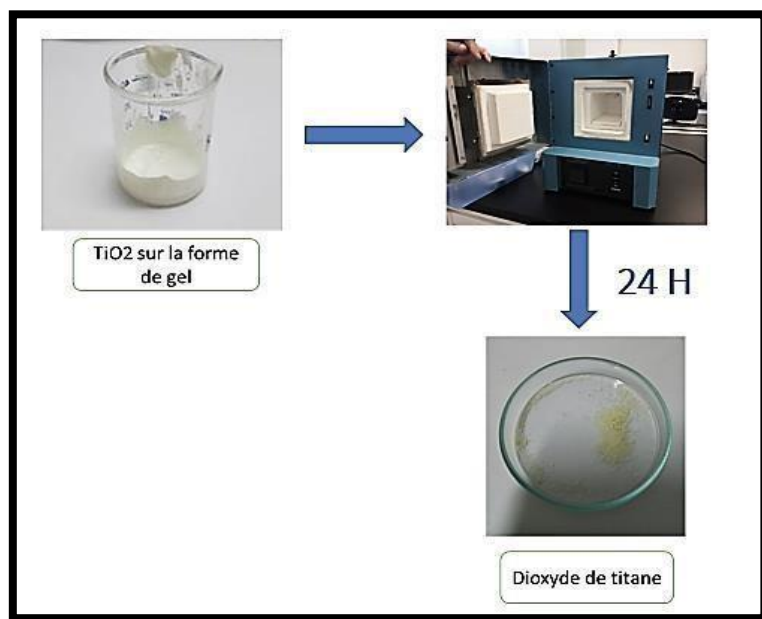


Figure II.4 : Calcination de dioxyde de titane

1.2.1.4 Détermination de la taille de dioxyde de titane synthétisé :

Le produit obtenu par le procédé Sol-Gel est analysé par l'appareil Zetasizer afin de déterminer la taille de ces nanoparticules. Afin d'avoir plus de précision sur la taille, on a fait 3 essais de calcul.



Figure II.5 : Appareillage de Zetasizer

I.3 Préparation de mélange :

L'expérience consiste à préparer quatre mélanges de CL/nanoparticule différent en faisant varier la concentration en nanoparticules, sous des conditions opératoire très précises : (température ambiante 23°C et Éclairage extérieur important) afin d'éviter la dégradation des échantillons, et aussi de s'assurer que le cristal liquide 5CB se trouve en phase nématique.

La préparation des mélanges 5CB/TiO₂ est très simple, on prend un pilulier, on pèse d'abord une petite quantité de TiO₂ puis on complète avec du 5CB.

Le tableau suivant présente les différents pourcentages massiques des mélanges préparés pour un volume final de 100 ml pour chaque échantillon :

	Le Pourcentage	
	Cristal liquide 5CB	Nanoparticule TiO ₂
Mélange 1	100 %	0%
Mélange 2	99.95 %	0.05 %
Mélange 3	99.9 %	0.1%
Mélange 4	99 %	1%

Tableau 3 : Composition massique des échantillons préparés

- **Sonification :**

Chaque mélange est laissé sous agitation mécanique pendant 12h puis une sonification par un bain ultrason afin de disperser les nanoparticules injectées.

La durée de sonification : 40 mn pour chaque mélange.



Figure II.6 : Bain Ultrason

II. Les techniques d'analyse :

Chaque échantillon est caractérisé par plusieurs techniques IRTF, UV-visible, MOP. Ces méthodes d'analyse sont importantes pour comprendre le comportement des nanoparticules au sein du cristal liquide 5CB.

II.1 Microscopie optique à lumière polarisante (MOP) :

- **Définition :**

Le microscope de polarisation ou microscope analyseur de polarisation est un microscope optique équipé de deux filtres de polarisation, appelés polariseur et analyseur.

Il utilise comme source lumineuse une lumière polarisée permettant la mise en évidence de corps biréfringents, de nouvelles méthodes d'examen font appel au microscope polarisant ou aux rayons X ^[55].

- **Principe :**

Le principe de fonctionnement est basé sur l'utilisation d'un faisceau lumineux polarisé (à travers un polariseur) traversant l'échantillon.

- **Condition d'observation au MOP :**

Les conditions d'observation sont importantes pour obtenir des résultats reproductibles et comparables, elles sont fixées pour l'ensemble de l'étude ^[56].

- Un cliché est enregistré quand l'analyseur et polariseur sont croisés.
- Un second cliché est enregistré quand le polariseur et l'analyseur sont parallèles.

- **Appareillage :**

L'instrument utilisé dans cette étude est un microscope optique Olympus BX41, connecté à un appareil photo numérique et à un ordinateur pour enregistrer des images avec grande une précision.

- **Objectif de l'analyse MOP**

Cette analyse nous permet d'étudier la morphologie des systèmes à différentes concentrations en nanoparticules TiO₂ ainsi que la détermination de la transition de phase nématique-isotrope.



Figure II.7 : Microscope optique à lumière polarisée

II.2 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) :

- **Définition :**

La spectroscopie FTIR ^[57] a une large utilisation, dans l'analyse de molécules importantes dans les industries pharmaceutiques, chimiques et polymères. L'analyse FTIR est utilisée dans les laboratoires industriels et universitaires pour mieux comprendre la structure moléculaire des matériaux ainsi que la cinétique de réaction, le mécanisme de réaction et les différentes voies dans les réactions chimiques et les cycles catalytiques. Elle est utilisée pour s'assurer que les matières premières, les composés intermédiaires et les produits finaux sont conformes aux spécifications.

Dans la chimie, la spectroscopie FTIR in situ est utilisée pour aider à intensifier les réactions chimiques, optimiser le rendement de la réaction et minimiser les impuretés des sous-produits. Dans la production chimique et pharmaceutique, la spectroscopie FTIR fonctionne comme une technologie d'analyse de processus (PAT), garantissant que les processus sont stables, sous contrôle et respectent les spécifications du produit final.

- **Principe :**

Il est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau à analyser.

- **Appareillage :**

Le spectromètre infrarouge à transformée de Fourier Agiles Technologie modèle Cary 600 séries utilisé pour analyser les échantillons dans une zone de 400 jusqu'à 4000 cm^{-1} .

- **Objectif de l'analyse**

On peut tirer différentes informations à partir des spectres de type quantitatives et qualitatives :

- Analyse qualitative : les groupements chimiques présents dans le matériau à caractériser, absorbe, donnant lieu naissance à une bande de vibration.
- Analyse quantitatives : variation de l'intensité des bandes de vibrations sous l'effet du changement du milieu réactionnel.

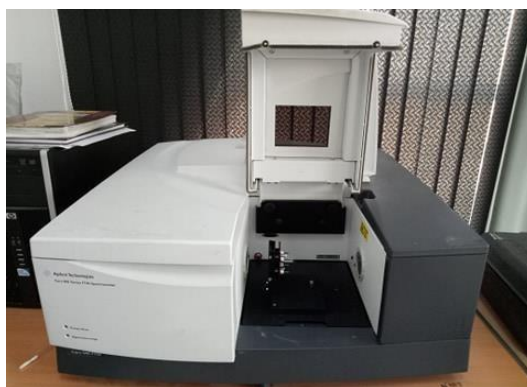


Figure II. 8 : Spectromètre infrarouge à transformée de Fourier

II.3 Spectroscopie UV-Visible :

- **Définition :**

La spectroscopie UV-Visible^[58] permet d'accéder qualitativement à des informations sur la nature de l'environnement. Cette spectroscopie est largement employée en chimie ou biochimie.

- **Principe :**

La technique spectrophotométrique est basée sur les propriétés des substances, en particulier les propriétés de certaines molécules qui absorbent certaines longueurs d'onde du spectre ultraviolet-visible. Il peut être analysé grâce à la loi de Beer-Lambert ($A = \epsilon \cdot L \cdot C$), qui montre la relation proportionnelle entre absorbance et concentration, ainsi que l'étude structurale de l'absorption du complexe par des études spectroscopiques. La méthode est basée sur l'utilisation d'un spectrophotomètre pour déterminer l'absorption d'une solution à une longueur d'onde donnée ou une gamme de longueurs d'onde soigneusement sélectionnée ^[59]

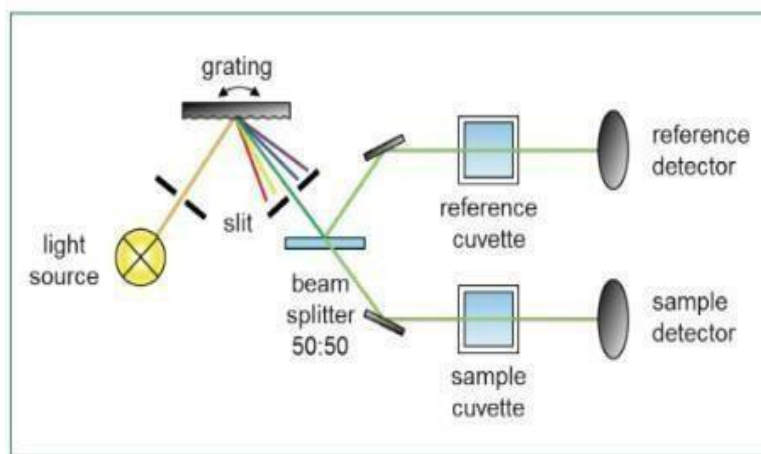


Figure II.9 : Principe de fonctionnement de spectrophotomètre UV-Visible.

▪ **Transmittance-Absorbance** ^[60] :

✓ **Transmittance**

Considérons un faisceau d'intensité I_0 .

Il traverse le milieu absorbant d'épaisseur L et ressort avec l'intensité I . La transmittance d'un milieu est un rapport :

$$T = \frac{I}{I_0}$$

- L'intensité radiante est une sorte d'énergie, exprimée en watts/m² et T dépend de nombreux paramètres : l'épaisseur,
- La nature du milieu.
- La longueur d'onde du rayonnement traversant le milieu

✓ **Absorbance** :

L'absorbance est une grandeur :

$$A = \log\left(\frac{1}{T}\right)$$

✓ **Loi de Lambert-Beer** :

Lorsqu'un milieu transparent de longueur L absorbe un rayonnement, l'intensité change selon la loi de Lambert-Beer :

$$I = I_0 \cdot e^{-\varepsilon \cdot L}$$

ε : est le coefficient d'extinction, qui dépend de la longueur de l'onde et du milieu traversé.

- **Appareillage :**

L'appareil PRO UV1200-PC SPECTROPHOTOMETER utilisé pour analyser les échantillons dans un domaine UV-Visible 200-800 nm.



Figure II.10 : Spectrophotomètre UV-Visible.

- **Objectif de l'analyse UV**

Cette analyse a pour but de voir le domaine d'absorbance des échantillons 5CB/TiO₂, et établir une étude comparative sur l'opacité des échantillons à une longueur d'onde fixe 632 nm.

II.4 Diffraction des Rayons X (DRX) :

- **Définition :**

La diffraction des rayons X^[61] (DRX) est une technique analytique qui permet d'étudier les différentes phases de la matière et des matériaux cristallins. Si l'analyse élémentaire permet d'identifier et de quantifier les éléments chimiques qui composent un matériau, la diffraction des rayons X (XRD) peut donner accès à des informations sur la disposition des éléments au sein du matériau. Par conséquent, l'analyse qualitative par diffraction des rayons X (DRX) permet d'identifier les composés cristallins et leurs formes cristallines présentes dans le matériau.

▪ **Principe :**

La diffraction des rayons X permet de comprendre l'organisation de la matière. Par exemple, on peut distinguer différentes alumines (alumine) même si elles ont toutes exactement la même composition élémentaire. Les rayons X sont des ondes électromagnétiques^[62].

Les rayons X interagissent avec les nuages d'électrons atomiques. Parmi les interactions possibles figurent la "diffusion cohérente" ou la "diffusion de Thomson". Lorsque les rayons X frappent un morceau de matière, ils seront diffusés par chaque atome de la cible. Ces rayons X diffusés interfèrent les uns avec les autres.

Si les atomes sont ordonnés, c'est-à-dire qu'ils sont placés régulièrement (c'est une caractéristique des cristaux), ces interférences seront constructives dans certaines directions (c'est-à-dire que les ondes s'additionnent),

Il est destructeur à d'autres égards (c'est-à-dire que les vagues s'annulent). Ces ondes diffusées interfèrent pour former un phénomène de diffraction avec des angles de déviation 2θ du faisceau. On détecte des diffractions rayons X par apparition des pics du diffraction sur le diffractogramme,

Le calcul de direction dans lesquelles on a un signal, passe par des lois simples^[63]:

- Distance interarticulaire (appelle d la distance entre ces plans).
- Plant imaginaire passe par les atomes.

Si les interférences sont constructrices : Condition de Bragg, alors,

$$d \cdot \sin(\theta) = n \cdot \lambda$$

Avec :

d : distance interarticulaire.

θ : l'angle de la déviation.

n : nombre entier appelé « ordre de diffraction »

λ : longueur d'onde du rayonnement monochromatique ($\lambda = 1,54 \text{ \AA}$).

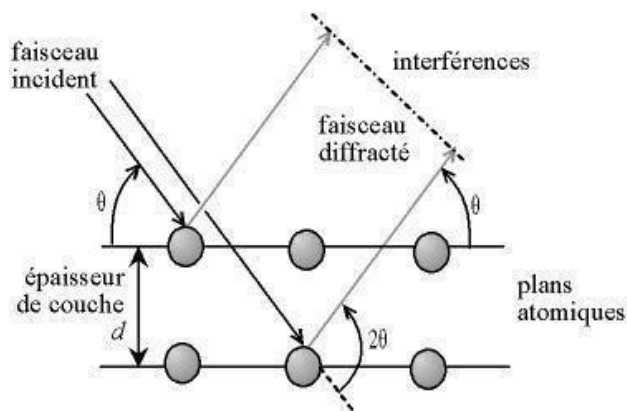


Figure II.11 : Principe de la Diffraction des Rayons X (DRX)

▪ **Objectif de l'analyse DRX**

Cette caractérisation s'effectue uniquement sur les nanoparticules TiO_2 synthétisées afin de voir la pureté ainsi que la cristallinité et en dernier les différentes phases cristallines coexistant.

CHAPITRE III :
RESULTATS ET
DISCUSSION

Ce dernier chapitre présente les résultats expérimentaux obtenus, sur la synthèse des nanoparticules par le procédé Sol-Gel et caractérisation des matériaux en fonction de la composition massique. On essayera par la suite de détailler et d'expliquer ces nouvelles données. Par ailleurs, une corrélation entre les différentes caractérisations et résultats sera faite afin de d'aboutir à l'objectif tracé.

I. Nano-microparticules :

1.1 . Détermination de la taille des nanoparticules TiO_2 :

Les particules synthétisées sont analysées par gamme Zetasizer dans un diamètre de 0.1 jusqu'à 10000 nm (0.1 nm jusqu'à 10 micromètres) avec deux angles à haute performance pour la détection des nano, micro et agrégat des particules de TiO_2 . Les particules de dioxyde de titane sont dissoutes dans un solvant alcoolique (propanol) placé dans une cuve de taille micro (micro-cuve). Cette analyse a montré une taille de 667.4 r. nm correspondant au rayon du diamètre hydrodynamique. Selon le résultat présenté par la figure III.1, on voit clairement qu'il y a eu formation d'agrégats tandis que la courbe est mono dispersée indiquant ainsi l'homogénéité de solution.

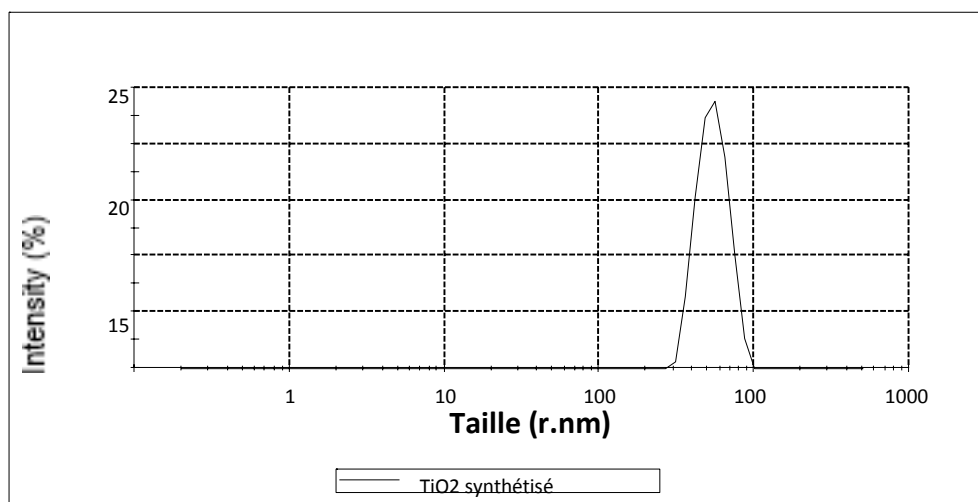
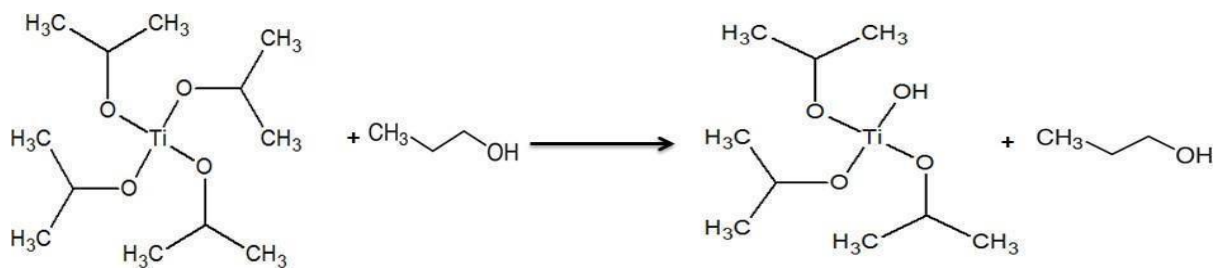


Figure III.1 : Distribution de la taille des nanoparticules TiO_2

I.2 Mécanisme réactionnelle :

▪ Hydrolyse :



▪ Condensation :

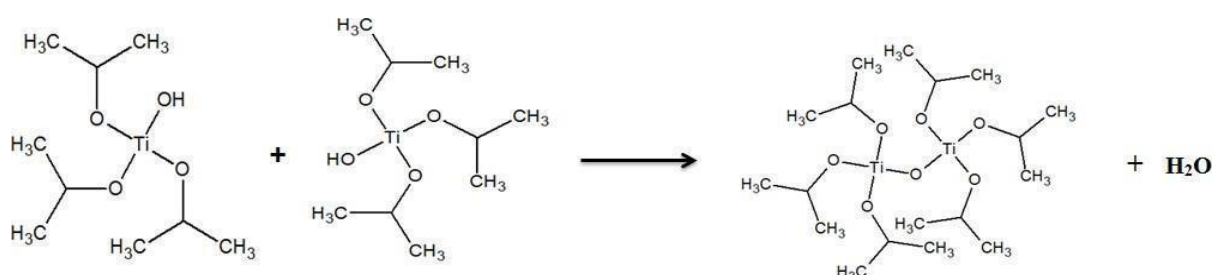


Figure III.2 : Schéma réactionnel de la synthèse de dioxyde de titane procédé Sol-Gel

La cinétique de la réaction joue un rôle important sur la taille et la forme des nanoparticules. Des travaux antérieurs ont montré que si l'étape d'hydrolyse est rapide et celle de la condensation (polymérisation) est plus au moins lente, on peut avoir des nanoparticules de forme sphérique avec des tailles de l'ordre des nano.

I.3 Analyse par spectroscopie infrarouge a transformée de Fourier :

L'analyse des Nano-microparticules TiO_2 Synthétisé par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier, a montré une bande d'absorption de vibration a 528 cm^{-1} correspondante à la liaison (Ti-O) représenté sur la figure III.3. A 3457 cm^{-1} , il y a apparitions d'une bande large moins intense d'un OH associé suite à une interaction intermoléculaire du groupement hydroxyle de H_2O avec Ti-O.

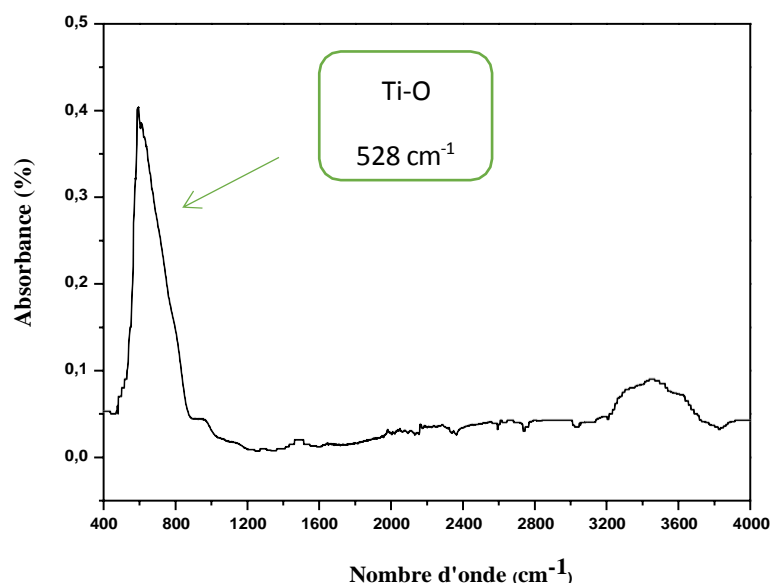


Figure III.3 : Spectre FTIR du nanoparticule TiO₂

I. 4 Caractérisation par diffraction des rayons x :

La caractérisation de ces micro ou nano particules par XRD, a révélé la présence de deux forme polymorphe : la phase rutile et anatase représentées sur la figure III. La structure de dioxyde Titane a un taux de cristallinité plus au moins élevé, la forme des pics n'est pas très fine. Le tableau 4 donne la position des atomes pour la forme anatase et celle du rutile.

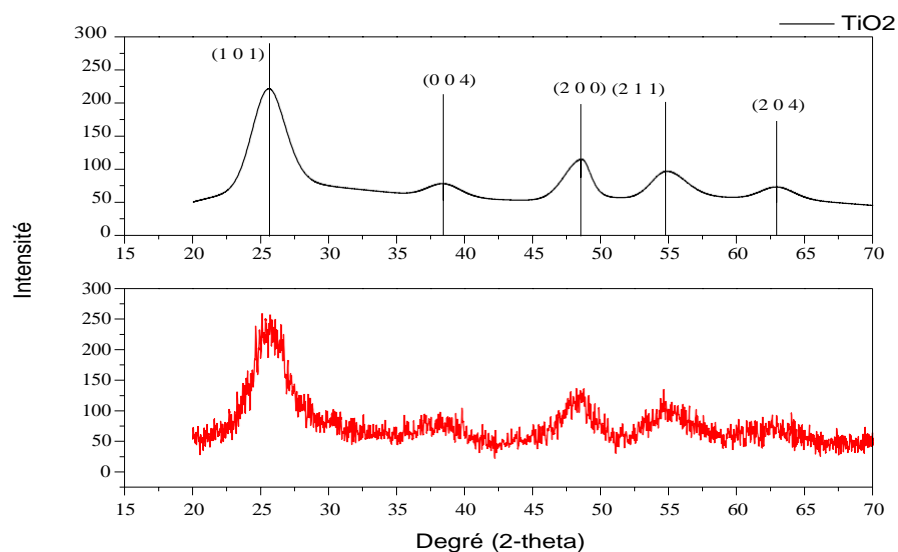


Figure III.4 : Diffractogramme DRX des nano-microparticules TiO₂

Pics	Degré (2-theta)	Type
1 0 1	25.615	Anatase
0 0 4	38.457	Anatase
2 0 0	48.585	Anatase
2 1 1	54.736	Rutile
2 0 4	62.973	Rutile

Tableau 4 : Position des atomes présents dans l'anatase et dans le rutile.

II. Caractérisation des Mélanges préparés :

II.1 Caractérisation par spectroscopie infrarouge a transformée de Fourier (FTIR) :

On a commencé par analysé le cristal liquide 5CB dont le spectre est représenté sur la figure II.5. afin de le comparer avec les autres systèmes. Il est caractérisé par une bande d'élongation de la fonction cyanure vers 2228 cm^{-1} et par d'autres bandes caractéristiques soit d'absorption d'élongation ou de déformation, les plus importante sont données sur le tableau 5.

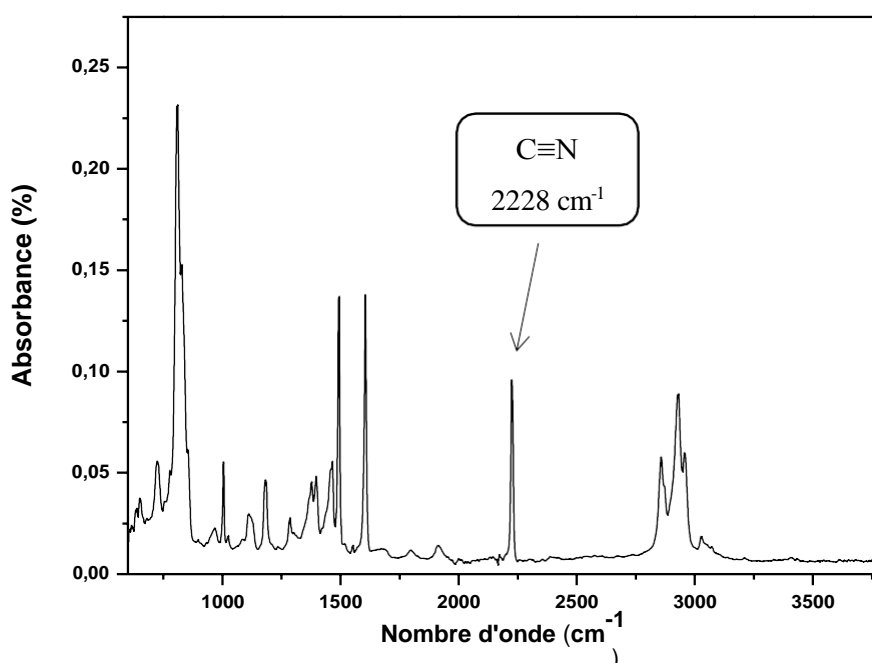


Figure III.5 : Spectre FTIR du cristal liquide 5CB

Nombre d'onde σ (cm ⁻¹)	Bande	Description
805	pCH ₃	Balancement du CH ₃ Terminal
1004,1113	C-H	Vibration de Déformation de C-H aromatique sur le plant
1182	C-C	Vibration déléation de C-C Biphényle
1381	CH ₃	Vibration de déformation symétrique du CH ₃
1405,1459	sCH ₂ , asCH ₃	Vibration de déformation symétrique de CH ₂ et asymétrique de CH ₃
1490,1605	C=C	Vibration d'élongation du Phényle
2228	C≡N	Bande d'élongation de cyanure CN
2860, 2921, 2959,2975	C-H	Bands d'élongation du C-H Aromatique

Tableau 5 ; Attribution des bandes observées du cristal liquide 5CB

Sur la figure III.6, on observe l'effet de l'addition des nano-microparticules de TiO₂ tel que sur l'agrandissement de la zone spectrale entre 500cm⁻¹ et 550 cm⁻¹, (Figure II.6), on voit clairement la bande d'absorption caractéristique de TiO₂ vers 528 cm⁻¹

Plus la concentration en nanoparticules, est importante plus la bande à 528 cm⁻¹ est plus observable, cependant pour une valeur de 0.05% les nanoparticules ne sont pas identifiées dans ce domaine spectral.

Comme on peut aussi constater que l'intensité des bandes caractéristiques du 5CB, augmente après addition des nanoparticules

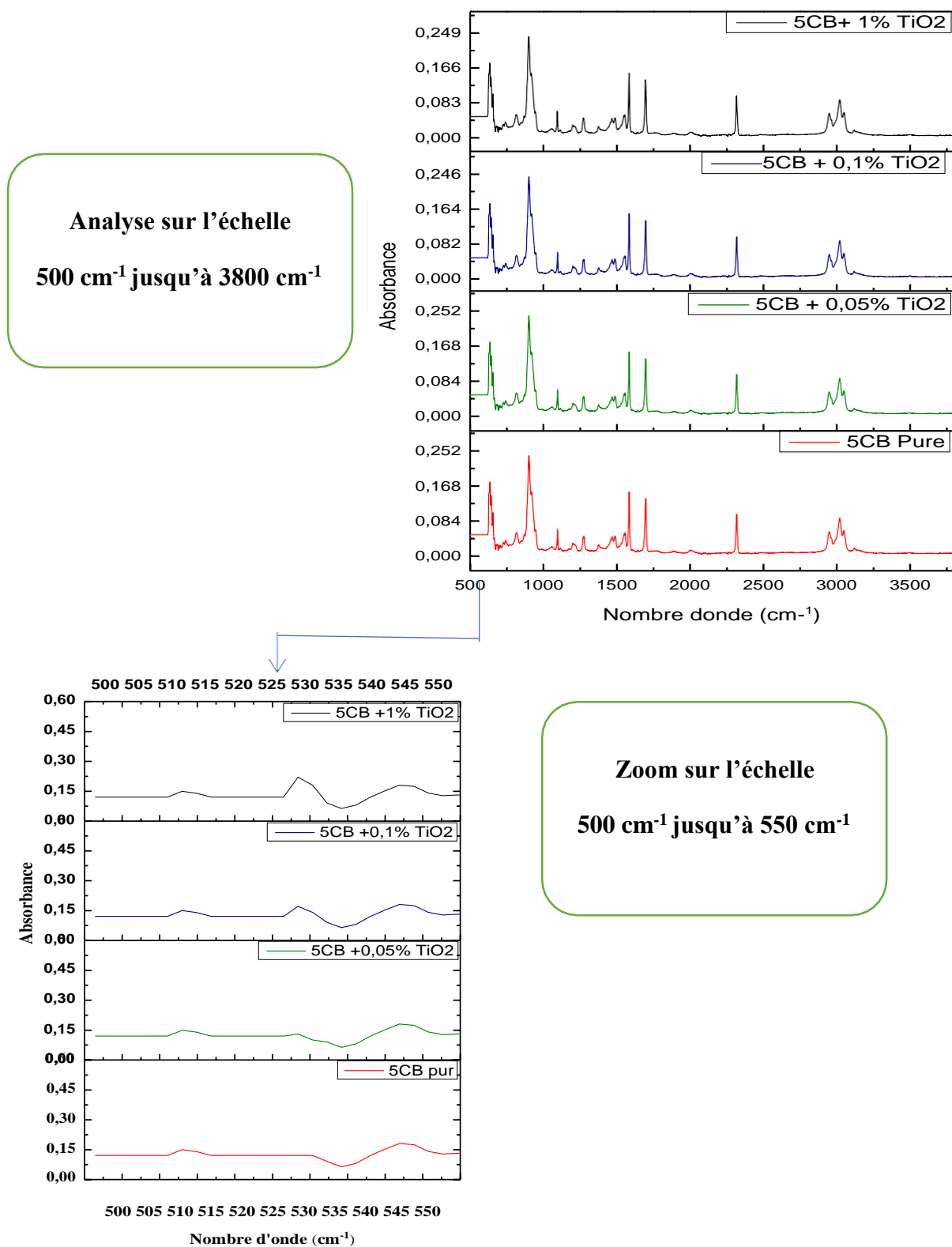


Figure III.6 : spectre FTIR de mélange 5CB/TiO₂

II.2 Analyse UV-Visible :

L'analyse UV-Visible est une technique de caractérisation simple et rapide, donnant des informations sur les propriétés physique -structurale, la nature chimique et les caractéristiques optique des matériaux.

L'étude par UV-visible permet d'obtenir l'absorbance du cristal liquide 5CB après dans le domaine spectral de la lampe d'irradiation entre 200 nm et 800 nm.

L'analyse de 5CB pur a montré une absorbance dans le domaine d'ultraviolet (280 nm jusqu'à 340 nm) avec un degré d'absorbance très faible dans le domaine visible.

L'addition des nano-microparticules provoque une augmentation de l'intensité de la bande d'absorbance caractéristique du 5 CB de cristal liquide avec shift vers le domaine Ultra-violet. Cependant aucune bande n'a été observée dans le domaine du visible selon la figure III.7

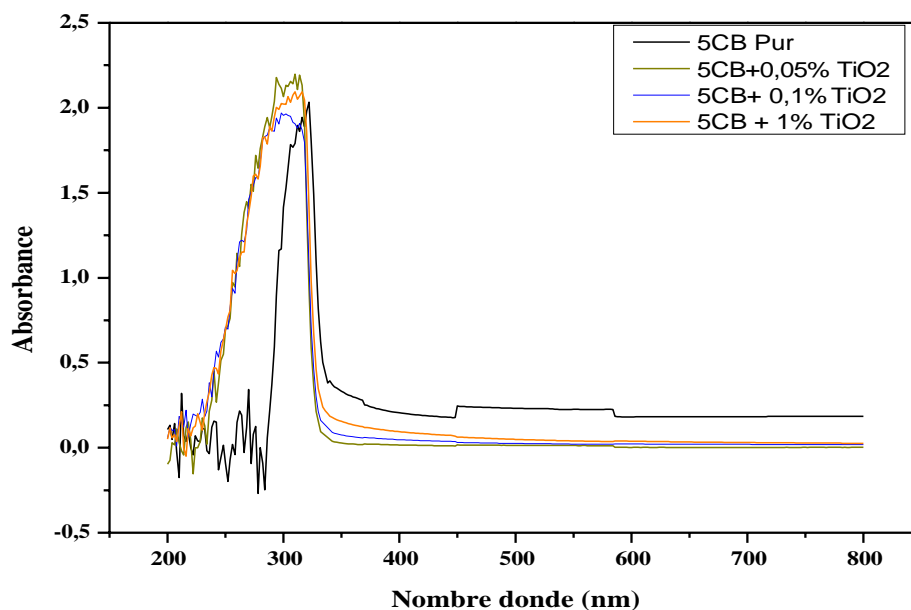


Figure III.7 : Effet du dopage sur l'absorbance du 5CB.

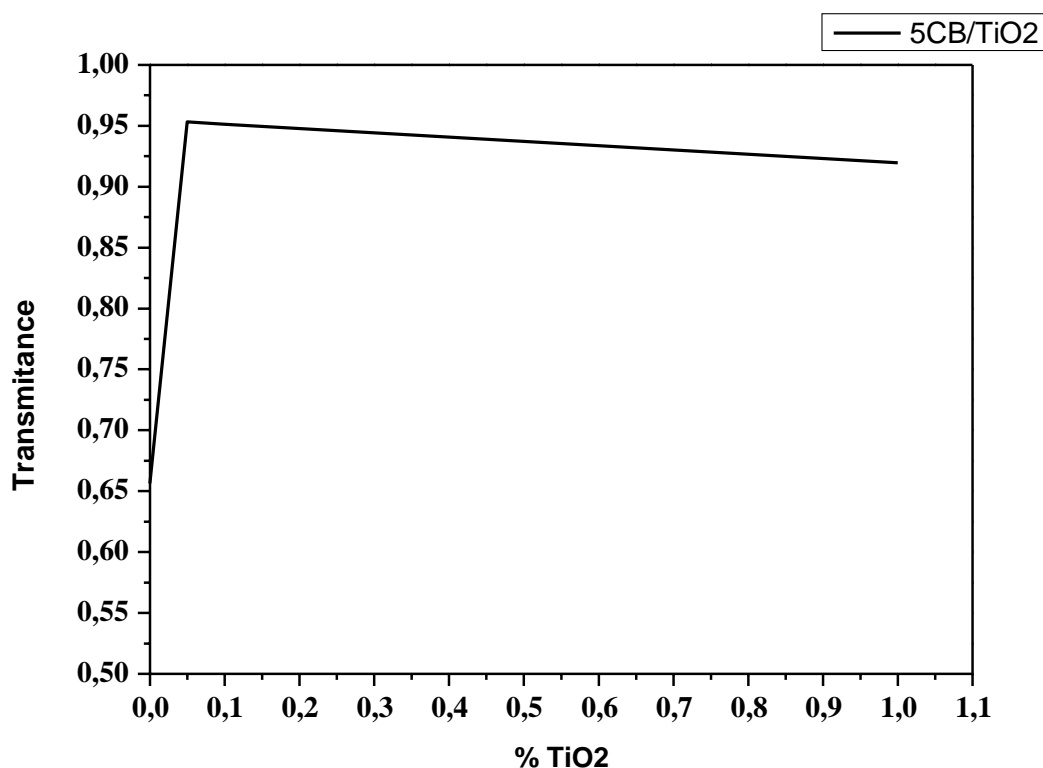
✓ Etude de l'Opacité a 632 nm :

Figure III.8 : Variation de transmittance en fonction du pourcentage de TiO₂

On a effectué une étude sur l'opacité des matériaux par UV-visible à une longueur d'onde fixe : 632 nm. Le choix de cette longueur s'est basé sur l'optimisation de l'application électrooptique suite à la valeur optimale de la biréfringence du 5CB à cette longueur d'onde.

Le nano-microparticule joue un rôle important sur le changement d'opacité de cristal liquide. Dans le domaine Visible, vers 632 nm la valeur de transmittance de 5CB pur égal à 0.6269, alors qu'après addition des nano-microparticules on observe un changement de l'opacité de cristal liquide tel que le mélange 5CB/0.05% TiO₂ montre une diminution remarquable d'opacité, il devient plus au moins transparent. Pour les valeurs plus élevées en concentration, il y a une légère amélioration de l'opacité (Figure III.8).

II.3 Analyse par microscopie Optique à lumière polarisée :

L'injection des nano-microparticules au sein du cristal liquide modifie le domaine nématique de ce dernier. On a observé par l'analyse MOP un changement sur la valeur de la transition nématique-isotrope, Tel que les nano-microparticules ont fait baisser la valeur de TNI de cristal liquide cela peut être expliqué par la réduction de la taille de de domaine nématique.

▪ Etude de TNI :

Pour cette étude MOP, on a travaillé en 2 modes différents : (polariseur / analyseur en parallèle) et polariseur / analyseur en croisé).

Le cristal liquide 5CB pur est analysé par le MOP avec une vitesse de chauffage et refroidissement de 0.5°/min dans un domaine de température 20° jusqu'à 50°C.

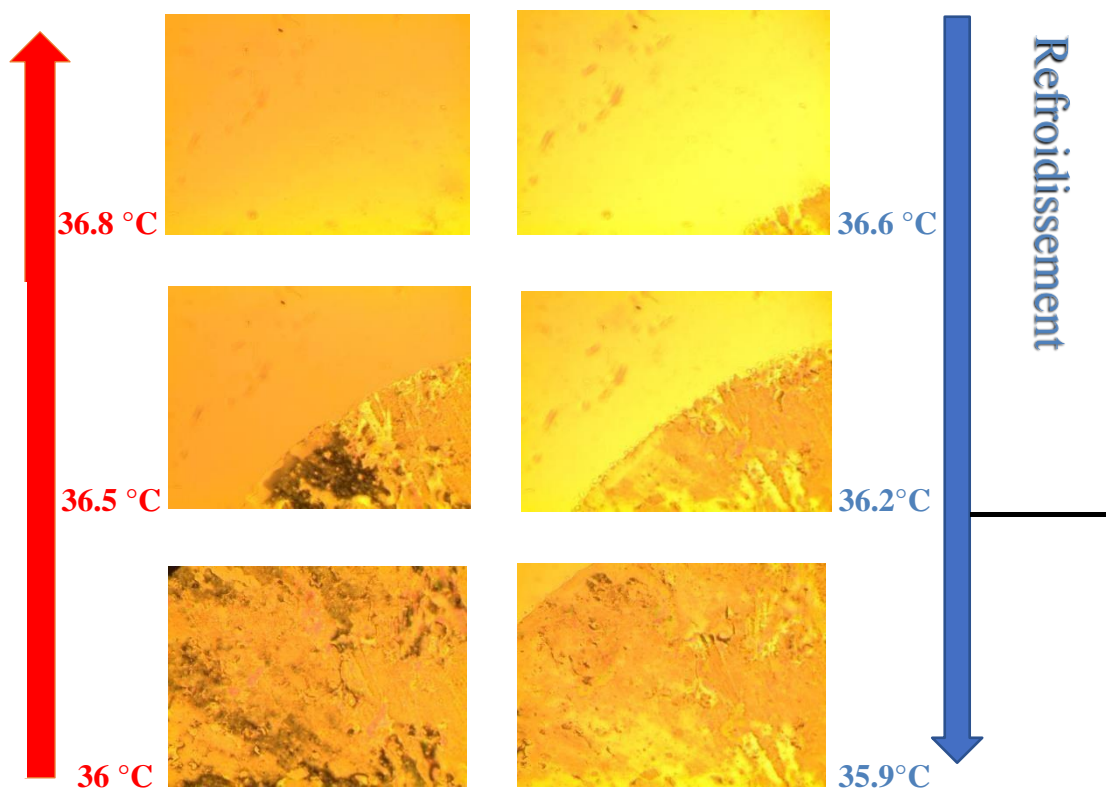


Figure III.9 : La transition nématique-isotrope de 5CB Pur

- **Chauffage** :

Le 5CB présente un début de transition de phase nématique en phase isotrope lors du (chauffage) vers 36 °C et se termine à 36.8 °C. A cette température le cristal liquide se transformé totalement en phase isotrope (liquide), ce qui fait que la transition moyenne de $TNI = 36.4$ °C de 5CB Pure.

- **Refroidissement** :

L'état isotrope se transforme en phase nématique par refroidissement à partir de 35 °C. Jusqu'à 34.7 °C où le cristal liquide est complètement nématique ce qui donne une transition moyenne $TNI = 34.9$ °C.

:

- ✓ **Mélange 5CB/ 0.05% TiO₂** :

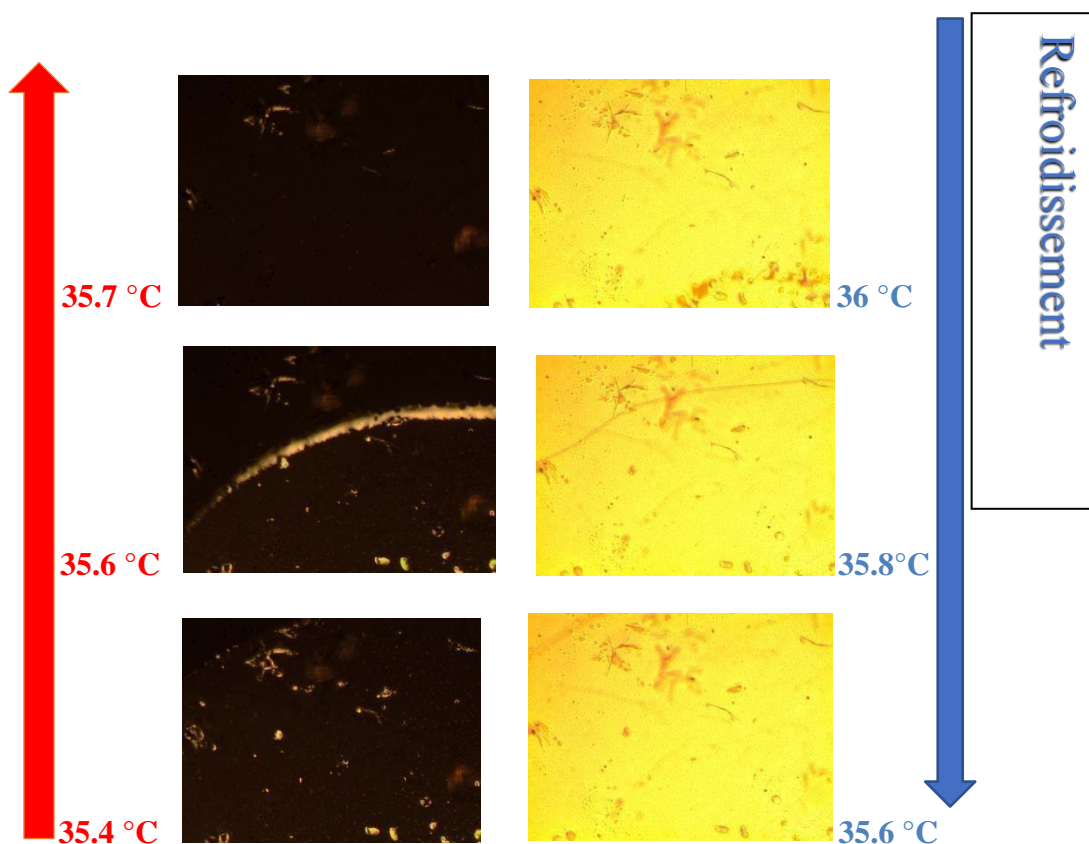


Figure III.10 : analyse MOP pour le mélange 5CB/ 0.05% TiO₂

Les résultats suivants présentent une TNI du mélange inférieurs à TNI de 5CB pur ce qui nous explique qu'on a une diminution de la taille des domaines nématiques lorsque on ajoute 0.05% de TiO_2 soit lors du chauffage ou par refroidissement.

✓ Mélange 5CB/ 0.1% TiO_2 :

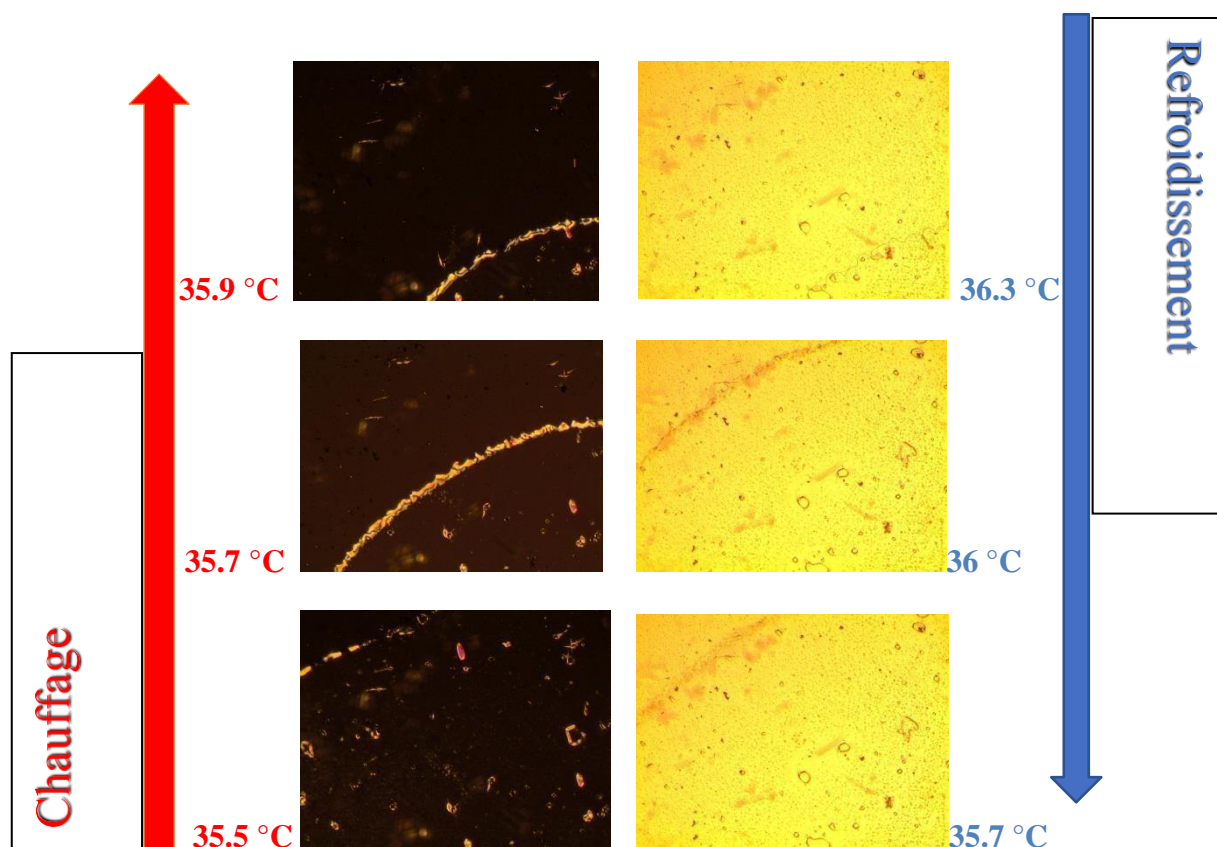


Figure III.11 : analyse MOP pour le mélange 5CB / 0.1% TiO_2

Pour la composition à 0.1% TiO_2 (Figure II.11) on observe une température de transition nématique –isotrope supérieur à celle du mélange de composition à 0.05% en nanoparticules, c'est à dire il y a eu un élargissement du domaine nématique.

✓ Mélange 5CB/ 1% TiO₂ :

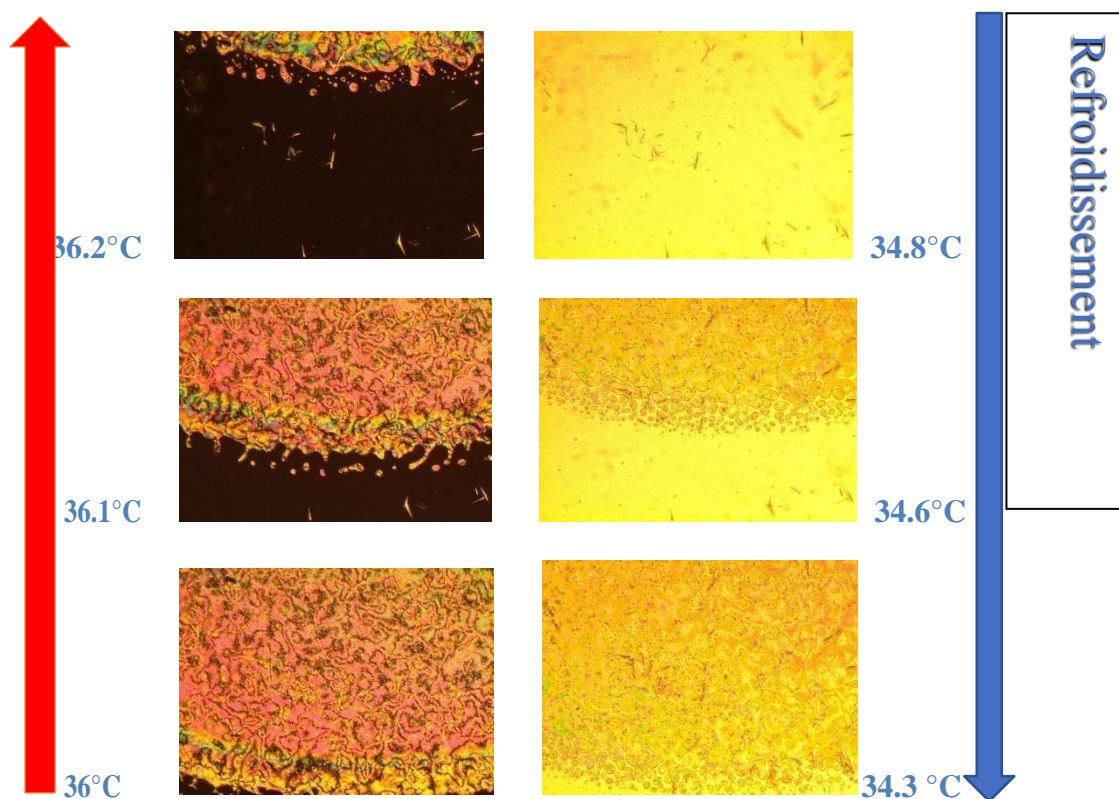


Figure III.12 : Analyse par MOP pour le mélange 5CB/ 1% TiO₂

Le mélange 5CB/1% TiO₂ montre une augmentation de TNI comparé au mélange précédant au ce qui a qui conduit une augmentation remarquable de la zone nématique, observé en chauffage ainsi qu'on refroidissement, n'empêche que cette température de transition TNI reste toujours inférieurs à la TNI de 5Cb pur

Les échantillons des trois différentes compositions présentent des températures de transition TNI inférieure à TNI de cristal pur. Ont conclue qu'il y a eu un changement dans le domaine nématique et dans l'orientation des molécules du cristal liquide.

La figure suivante Figure III.13, confirme les résultats précédents, montrant l'évolution de la TNI en fonction de quantité des TiO_2 injectée. Une chute de la TNI pour un pourcentage de 0.05% TiO_2 suivie par une augmentation pour des concentrations plus élève. Mais la TNI du mélange reste toujours inférieur à TNI de cristal pur.

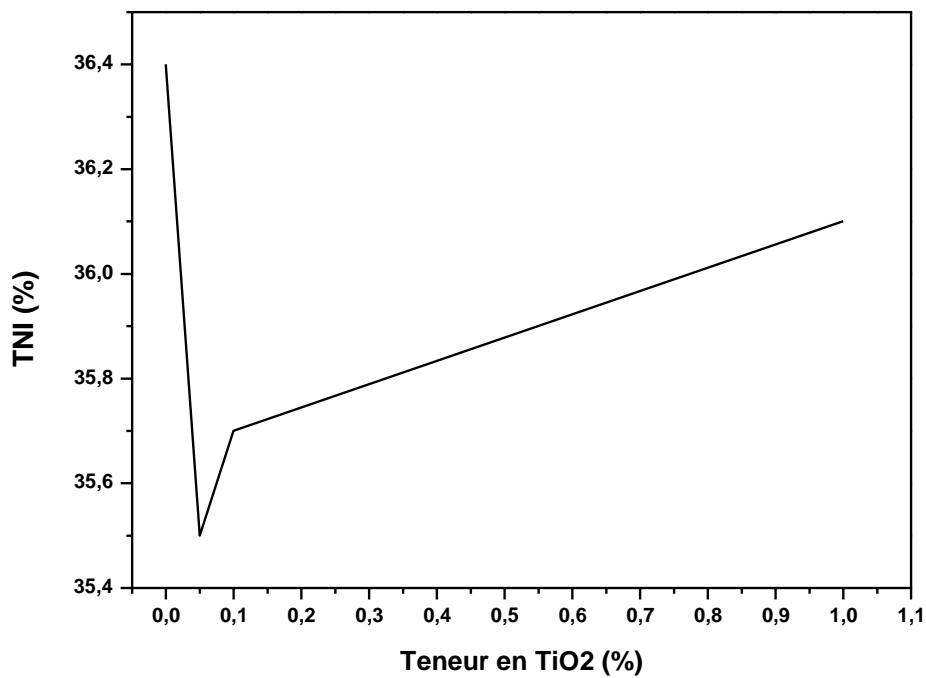


Figure III.13 : Evolution de la T_{NI} en fonction de TiO_2 injecté

CONCLUSION
GENERALE ET
PERSPECTIVES

Conclusion générale et perspectives

Le but de sujet est d'étudier l'effet de l'injection des nanoparticules TiO_2 sur le comportement du cristal liquide nématique 5CB. Comme toute étude de recherche, il est nécessaire de cibler les idées clés afin d'aboutir aux objectifs tracés, de ce fait on a fixé quelques points importants, tels que l'absorbance, l'opacité et les transitions de phases. L'intérêt est d'optimiser ces propriétés physiques pour répondre aux exigences industrielles. Pour cela on a essayé en premier lieu de synthétiser les nanoparticules TiO_2 par le procédé Sol-Gel avant de les injecter dans le matériau.

Le produit obtenu après cette synthèse a montré la présence de deux polymorphes (phases) : l'anatase et le rutile révélés par analyse DRX, comme on a constaté que ces nanoparticules synthétisées présentent un taux de cristallinité plus au moins élevé. La détermination de la taille des nanoparticules considérées comme des sphères s'est effectuée par Zétasizer (DLS) qui s'est avérée autour de 600nm de diamètre, cependant on a remarqué que la dispersion de ces nanoparticules dans la solution était homogène. Et cela selon la courbe mono-disperse obtenue.

Le changement des propriétés du 5CB après addition des nanoparticules a été remarquable, pour les différents mélanges qu'on a préparés en fonction de la teneur de TiO_2 . Ces mélanges ont été caractérisés par : la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), la microscopie optique à lumière polarisée (MOP) et UV-visible.

Les investigations faites par FTIR nous ont permis de confirmer que les micro-nanoparticules TiO_2 ne sont pas liées avec le cristal liquide 5CB par des liaisons covalentes, par contre il y a eu des interactions d'ordre physique.

L'analyse par UV-visible a révélé un changement d'opacité, tel les mélanges à 0.05% en TiO_2 ont montré une diminution importante de l'opacité dans le domaine du visible.

L'observation par la microscopie optique à lumière polarisée a confirmé les résultats trouvés en UV-visible. L'étude comparative sur la température de transition de phases nématique-isotrope en fonction de la composition, a montré que la TNI diminue pour toutes les concentrations. Par ailleurs pour une teneur de 0.05% en TiO_2 le matériau est le moins nématique que les autres d'après l'analyse de la morphologie, ce qui fait de cette composition est idéal pour les applications en électrooptique.

On a constaté qu'il y a une bonne corrélation entre les résultats obtenus à partir des différentes analyses.

Perspectives :

- ✓ Etude électrooptique du système $\text{TiO}_2/5\text{CB}$.
- ✓ Investigations sur l'orientation des molécules du 5CB en présence des nanoparticules.
- ✓ Etude de la dispersion des nanoparticules par microscopie Electronique à balayage (MEB).

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

Références bibliographiques

- [1] : Chatelain, P. Cristaux liquides. Bulletin de Minéralogie, 77(1), 323-352. **(1954)**.
- [2] : Lehmann, O. Les cristaux liquides. J. Phys. Theor. Appl., 8(1), 713-735. **(1909)**.
- [3] : Mauguin, C. Sur les cristaux liquides de M. Lehmann. Bulletin de Minéralogie, 34(3), 71-117. **(1911)**.
- [4] : Lehmann, O. Les cristaux liquides. J. Phys. Theor. Appl., 8(1), 713-735. **(1909)**.
- [5] : Gasparoux, H. Cristaux liquides et mésophase carbonée. Journal de Chimie Physique, 81, 759-767. **(1984)**.
- [6] : Guillon, D., Skoulios, A., Structure colonnaire de cristaux liquides, Journal de Physique IV, 6(C4), C4-41. **(1996)**.
- [7] : Barbarin, F., Chausse, J. P., et Germain, J. P.. Modélisation du comportement conformationnel moléculaire dans un mélange de deux cristaux liquides thermotropes en phases nématique et smectique B. Journal de Physique, 51(14), 1553-1567. **(1990)**.
- [8] : Kékicheff, P. Des cylindres aux bicouches : étude structurale des transformations de phase dans un cristal liquide lyotrope (Doctoral dissertation, Paris 11). **(1987)**.
- [9] : Petit, M. Etudes des propriétés électro-optiques, diélectriques et structurales d'un cristal liquide ferroélectrique stabilisé par un réseau polymère. Littoral. **(2007)**.
- [10] : Sterzynski, T., Guigner, D., Brostow, W., et Plass, M. Orientation macromoléculaire dans l'écoulement du poly (fluorure de vinylidène en mélange avec des polymères cristaux liquides. European polymer journal, 35(3), 437-450. **(1999)**.
- [11] : Araki T. et Tanaka H., « Agrégation colloïdale dans un cristal liquide nématique : arrestation topologique de particules par une ligne de discrimination à un seul coup », Phys. Rév. Lett. 97, 127801 **(2006)**.
- [12] : Cano, R. Étude du pouvoir rotatoire des cristaux- liquides cholestériques. Bulletin de Minéralogie, 90(3), 333-351. **(1967)**.
- [13] : Gasparoux, H., & Prost, J. Détermination directe de l'anisotropie magnétique de cristaux liquides nématiques. Journal de Physique, 32(11-12), 953-962. **(1971)**.
- [14-15] : Manai, M. Etude des propriétés électriques et optiques de cristaux liquides présentant des phases smectiques chirales et les phases frustrées SmQ et L (Doctoral dissertation, Université Sciences et Technologies-Bordeaux I). **(2006)**.
- [16] : H. Grebel, M. Hornreich, S. Shtrikman, Phys. Rev. A 28-1114. **(1983)**.
- [17] : Oseen, C.W. La théorie des cristaux liquides. Trans. A 29-883, **(1933)**.
- [18] : Frank, F.C. I. Cristaux liquides. Sur la théorie des cristaux liquides. Discuter. A 19-25 **(1958)**.

Références bibliographiques

- [19] : Poinot, I. Etude de quelques propriétés physiques de films minces de cristaux liquides smectiques c et o par une méthode équivalente à la diffusion de lumière (Doctoral dissertation, Strasbourg 1). **(1996)**
- [20] : Hubert, P. Ancrage de cristaux liquides nématiques sur des surfaces organiques, oxydées par un gaz active issu d'un plasma froid (Doctoral dissertation, Université Louis Pasteur (Strasbourg)). **(1996)**.
- [21] : PERALTA, Sébastien. Recherches des conditions d'obtention d'un ancrage faible de cristaux liquides sur des substrats. Thèse de doctorat **(2001)**.
- [22] : J.-L. Dion. Caméra ultrasonore holographique avec détecteur à cristal liquide nématique PhD, Université Paul Sabatier, Toulouse, France, juillet **(1981)**.
- [23-24]: N. V. Tabiryôn, A. V. Sukhov, and Ya. Zel'Dovich. The orientational optical non-linearity of liquid crystals. *Mol. Cryst. Liq. Cryst.*, 136:1, **(1986)**.
- [25] : V. Frederiksz et V. Zolina. Forces provoquant l'orientation d'un liquide anisotrope. *Trans, A* 29-919, **(1933)**.
- [26] : A. S. Zolot'ko, V. F. Kitami, N. Kroo, N. N. Sobolev et L. ChiUag. L'effet d'un champ optique sur la phase nématique du cristal liquide OCBP. *JETP Lett.*, 32(02) :158, **(1980)**.
- [27] : Bélisle, C. Du papier à l'écran : lire se transforme. Lire dans un monde numérique, P143. **(2011)**.
- [28] : Bosc, N. Écrans bases sur la diffusion de lumière par des cristaux liquides électriquement contrôlables. **(2007)**.
- [29] : Bosc, N. Écrans bases sur la diffusion de lumière par des cristaux liquides électriquement contrôlables. **(2007)**.
- [30] : Verbit L., Halbert T.R., Patterson R.B.; *J. Org. Chem.*, A1975-40, **(1649)**.
- [31] : Pégot B., Vo-Thanh G., Gori D., Loupy A.; *Tetrahedron Letters*, A 45-6425. **(2004)** – Nguyen Van Buu O., Vo-Thanh G., *Letters in Organic Chemistry*, A 4-158 **(2007)**, – PégotB., Nguyen Van Buu O., Gori D., Vo-Thanh G., *Beilstein J. Org. Chem.*, A 2-18. **(2006)**.
- [32] : Li, W. Elaboration par un procédé de précipitation de nanoparticules aux propriétés contrôlées : application à la magnétite (Doctoral dissertation, Institut National Polytechnique de Lorraine). **(2011)**.
- [33] : Dessombz, A. Elaboration et caractérisation de phases cristal liquides de suspensions de rutile (TiO₂). Propriétés physiques anisotropes (Doctoral dissertation, Université Paris Sud-Paris XI). **(2008)**.
- [34] : H. Kikkawa, B. O'Regan, M.A. Anderson, *J. Electroana. Chem.*, 309, **(1991)**.
-

Références bibliographiques

- [35] : Y. Fabre et al. Phys. Rev. Lett. 64 p. 539-30, H. Qiet T. Hegmann. J. of Mat. Chem. 18 p. 3288. (1990), (2008).
- [36] : H.S. Choi, S. J. Kim, H. W. Choi, C.-E. Park, Y. J. Gao, Y. Hang, S.-Y. Jeong, J.-P. Kim, J.-S. Bae, C.-R. Cho, Enhanced cycle stability of silicon nanoparticles coated with nitrogen-doped carbon layer for lithium-ion battery anode. Current Applied Physics 17, 1087-1093. (2017).
- [37] : H.W. Kang, J. Leem, S.Y. Yoon and H.J. Sung, Continuous synthesis of zinc oxide nanoparticles in a microfluidic system for photo-voltaic application. Nanoscale 6[5] 2840-6. (2014)
- [38] : Y. Fabre et al. Phys. Rev. Lett. 64 p. 539-30, H. Qiet T. Hegmann. J. of Mat. Chem. 18 p. 3288. (1990), (2008).
- [39] : Y. Garbovskiy et A. Glushchenko. « Solid State Physics ». 62, p.1. (2010).
- [40] : G.H. Heilmeyer et L.A. Zanoni. Appl. Phys. Lett. 13, p. 91. (1968).
- [41] : G.H. Heilmeyer, J.A. Castellano et A. Zanoni. Mol. Cryst. Liq. Cryst. 8, p.293. (1969).
- [42] : M. Kreuzer et al. APP. Phys. Lett. 62, p. 1712. (1993)
- [43] : U. Zammit et al. J. Phys. Chem. B 113, p. 14315. (2009).
- [44] : Ninova Kuznetsova, Iva. Elaboration par procédé sol-gel de couches minces de TiO₂ nanostructuré- Caractérisations structurale et optique. Diss. Paris 13, (2007).
- [45] : F.Z Abdoun, Thèse de doctorat de l'université de Tlemcen (2006).
- [46] : T. Phonkhokong, T. Thongtem, S. Thongtem, A. Phuruangrat, W. Promnopas, Synthèse et caractérisation de nanopoudres de TiO₂ pour la fabrication de colorant solaire sensibilisé. Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures, 11 : P. 81-90. (2016).
- [47] : Roy, R. Aids in hydrothermal experimentation .2. Methods of making mixtures for both dry and wet phase equilibrium studies. J. Am. Ceram. A 39-145. (1956).
- [48] : McCarthy, G. J. ; Roy, R.; McKay, J. M. Étude préliminaire de la fabrication de verre à basse température à partir de silices non cristallines. Confiture. Ce-ram., A 54-637. (1971). [49] : Dislich, H. New Routes to Multicomponent Oxide Glasses. Angew. Chem. Int. A 10-363. (1971).
- [50] : Zelinski, B.J.J. ; Uhlmann, D. R. Technologie Gel en Céramique. J. Phys. Chem. Solides, A 45-1069. (1984)
- [51] : Sakka, S.; Kamiya, K. The sol-gel transition in the hydrolysis of metal alkoxides in relation to the formation of glass-fibers and films. J. Non-Cryst. Solids, A 31-48. (1982).

Références bibliographiques

- [52] : Dislich, H.; Hinz, P. History and principles of the sol-gel process, and some new multicomponent oxide coatings. *J. Non-Cryst. Solids*, A 11-48. (1982).
- [53] : Livage, J.; Henry, M.; Sanchez, C. Sol-gel chemistry of transition metal oxides. *Prog. Solid State Chem.*, 18, 259. (1988).
- [54] : Mackenzie, J. D. Unusual non-crystalline solids from gels in. *J. Non-Cryst. Solids*, 73, 631. (1985), (2004).
- [55] : Beaudoin, M. A. Structure moléculaire et polymorphisme liquide cristallin : synthèse, caractérisation et simulation atomistique de cristaux liquides. Université de Sherbrooke. (2006).
- [56] : F.Z.Abdoun ,thèse de doctorat de l'université de Tlemcen .(2016).
- [57] : Halaby Macary, M. Élaboration et caractérisation de matériaux hybrides" nanoparticules ZnO-cristaux liquides" pour applications aux cellules photovoltaïques. Littoral. (2019)
- [58] : Daniels, V., & Rees, N. Analysis of the UV/visible spectrum of degraded PVC to determine polyene concentrations. *Journal of Polymer Science, Polymer Chemistry Edition*,A 2115-2122. (1974).
- [59] : Reid, R. S., Clark, R. J., & Quagraine, E. K. Accurate UV-visible spectral analysis of thiomolybdates. *Canadian Journal of Chemistry*, 85(12), A 1083-1089. (2007)
- [60] : Hubert, P., Herbin, H., Pujol, O., Clarisse, L., Deguine, A., Visez, N., & Petitprez, D. Retrieving aerosol complex refractive index from IR and UV-visible spectres d'extinction : application aux particules de SiO₂ et aux cendres volcaniques. (2016).
- [61] : MECHERI, F. Préparation et caractérisation des nano-cristallites de TiO₂ Effets des c conditions préparatoires (Doctoral dissertation). (2014).
- [62] : Assas, N. Elaboration et caractérisation de microparticules chargées de principe actif thérapeutique par encapsulation : optimisation et modélisation des transferts de matières (Doctoral dissertation). (2019).
- [63] : Gourbesville, O., Lebrun, J. L., & Marty, B. Étude par DRX de la microstructure d'un alliage de nickel (Alliage 718) : relations avec les propriétés mécaniques. *Le Journal de Physique IV*, 10(PR4), Pr4-289. (2000).

Résumé :

Ce travail consiste à préparer des mélanges de cristal liquide nématique et de nanoparticules inorganiques de type 5CB/TiO₂, dont le but d'étudier la variation des propriétés du cristal liquide sous l'effet du dopage. L'une des propriétés importante à étudier, est la transition de phase nématique-isotrope « TNI », établie par la technique MOP. On a constaté que cette température varie en fonction de la concentration du dopant « TiO₂ » qu'on a synthétisé par un procédé Sol-Gel. Cependant, une investigation sur l'opacité de ces mélanges a été suivie par UV-visible. D'autres techniques de caractérisations : FTIR, DRX, DSC ont été employées pour analyser ces mélanges afin d'optimiser leurs applications.

Mots clé : 5CB, Procède SOL-Gel, TiO₂, TNI, Opacité

Abstract:

This work consists in preparing mixtures of nematic liquid crystal and inorganic nanoparticles of the 5CB / TiO₂ type, the aim of which is to study the variation in the properties of the liquid crystal under the effect of doping. One of the important properties to study is the nematic-isotropic phase transition "TNI", established by the MOP technique. It has been observed that this temperature varies as a function of the concentration of the "TiO₂" dopant which has been synthesized by a Sol-Gel process. However, an investigation into the opacity of these mixtures was followed by UV-visible. Other characterization techniques: FTIR, DRX, DSC were used to analyze these mixtures in order to optimize their applications.

Key words: 5CB, TiO₂, Processes SOL-Gel, TNI, Opacity

ملخص :

يُتكوّن هذا العمل من تحضير مخاليط من الكريستال السائل النيماتيك والجسيمات الذويّة التي تُغيّر عضويّة من النوع 5CB/TiO₂، والهدف من هذا الدراسة التباين في خصائص البلورة السائلة تحت تأثير المنشطات. إحدى الخصائص المهمة التي يجب دراستها هي انتقال الطور النيماتيك-السائل "TNI"، الذي تم إنشاؤه بواسطة تقنية MOP. لقد لوحظ أن درجة حرارة هذا النوع لتبدل التركيز TiO₂ كمنشط الذي تم تصنيعه بواسطة عملية Sol-Gel. ومع ذلك، فإن التحليل في غمّة هذه المخاليط أُعطيته مربي الشعاع فوق البنفسجية. تم استخدام تقنيات التوصيف الأخرى مثل FTIR و DRX و DSC لتحليل هذه الخاليط من أجل تحسين تطبيقاتها.

الكلمات الدالة: العملية Sol-Gel، 5CB، TiO₂، TNI.