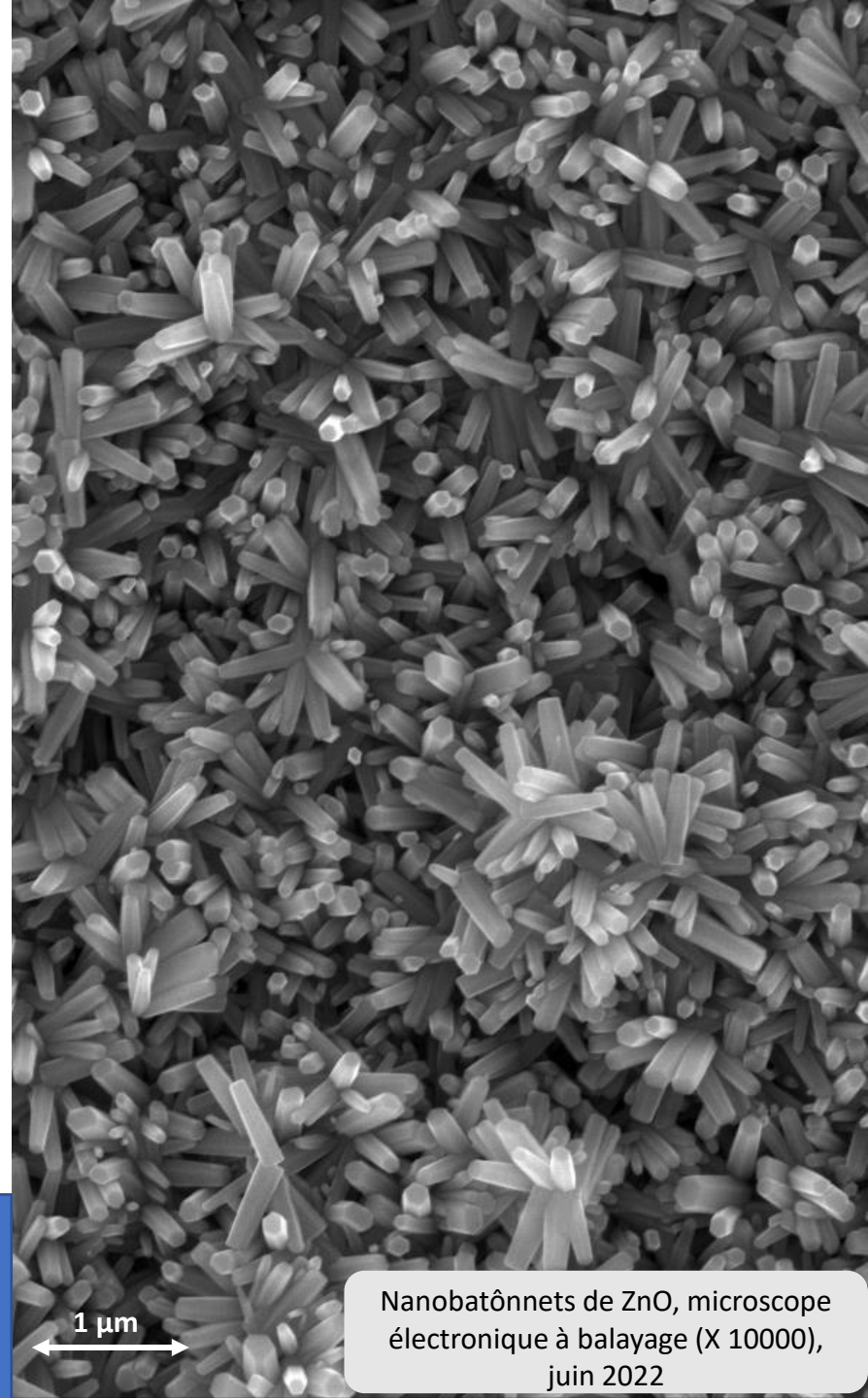


# Synthèse et caractérisation d'une couche de nanobâtonnets d'oxyde de zinc

Thème : La ville

Pierre Mazzucotelli  
N° 16775



Nanobâtonnets de ZnO, microscope  
électronique à balayage (X 10000),  
juin 2022

# Un enjeu sociétal



**Enjeux écologiques**



**Enjeux énergétiques**

Technologies prometteuses  
utilisant l'énergie disponible et  
décarbonée du **soleil**

## Mais des défis persistent :

- coûts
- durée de vie
- rendement
- disponibilité et recyclage des ressources
- intégration à l'urbanisme

Les **cellules solaires à colorant...**



## Avantages :

- faible coût
- fabrication peu énergivore
- stable dans le temps
- léger et souple
- intégration facile aux objets

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Un enjeu sociétal

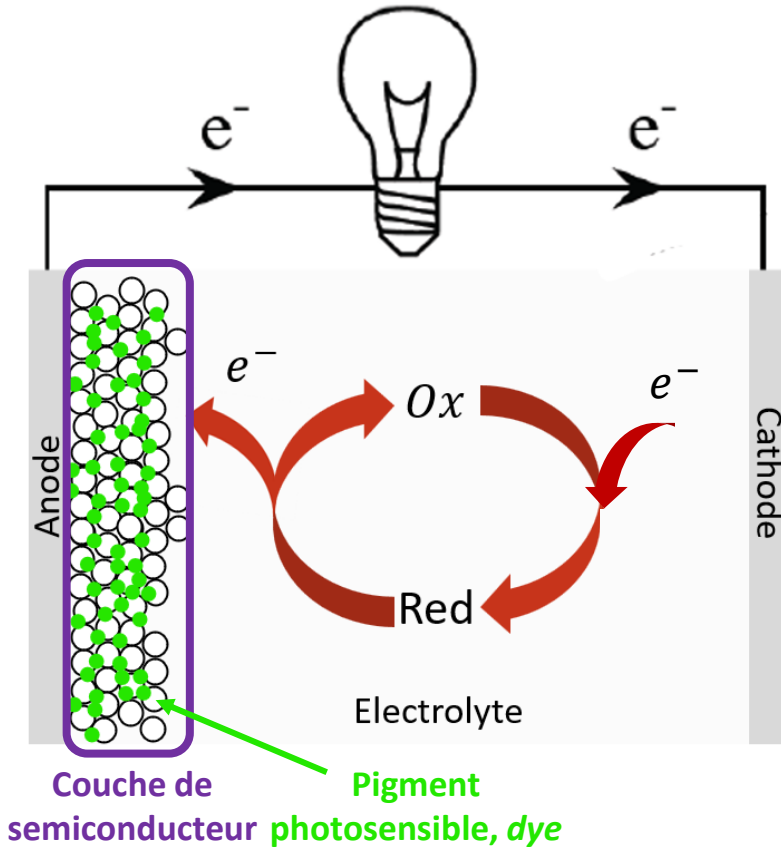
Présentation des cellules solaires à colorant

Défis d'une cellule solaire à colorant

Objectifs du TIPE

Plan

# Présentation des cellules solaires à colorant



## Principe:

- La lumière est absorbée par un **dye**
- Une fine **couche de semiconducteur** ( $ZnO$ ) transporte les  $e^-$ .

**Figure 1** : Fonctionnement d'une cellule solaire à colorant. Absorption et transport sont dissociés.

## Introduction

- I. Synthèse hydrothermale
- II. Caractérisation des propriétés photoélectriques
- III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB
- IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

## Un enjeu sociétal

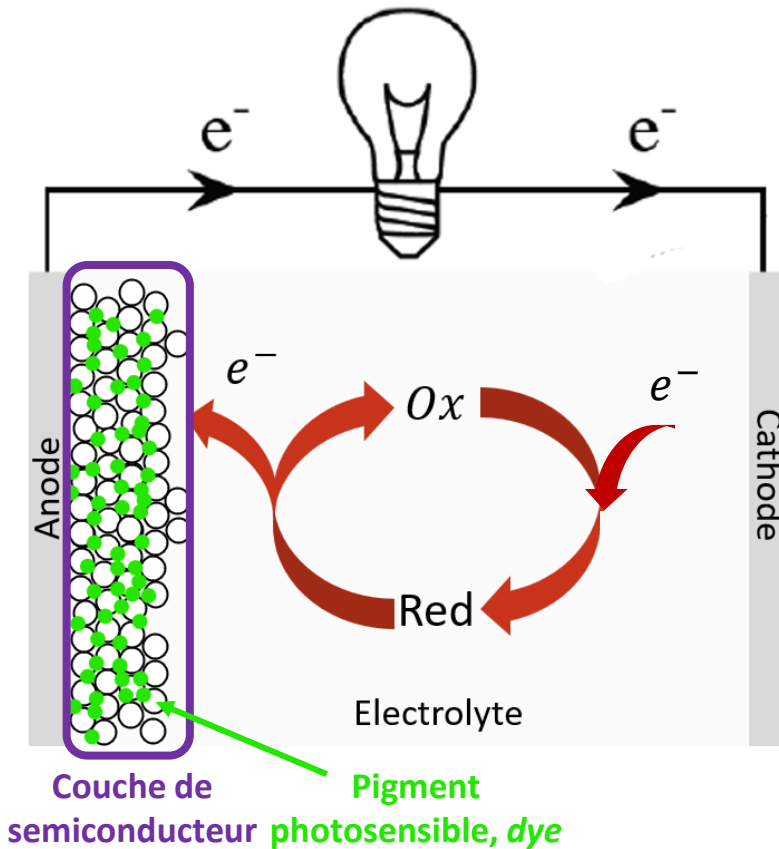
### Présentation des cellules solaires à colorant

Défis d'une cellule solaire à colorant

Objectifs du TIPE

Plan

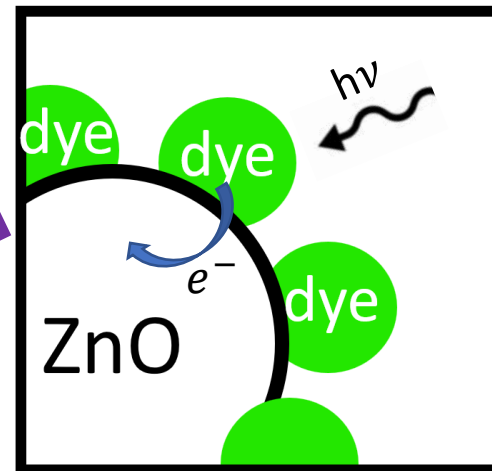
# Présentation des cellules solaires à colorant



**Figure 1 :** Fonctionnement d'une cellule solaire à colorant. Absorption et transport sont dissociés.

## Principe :

- La lumière est absorbée par un **dye**
- Une fine **couche de semiconducteur** ( $ZnO$ ) transporte les  $e^-$ .



**Figure 2 :** Processus photoélectrique à l'œuvre.

## Introduction

### I. Synthèse hydrothermale

### II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

### III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

### IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

### Conclusion

## Un enjeu sociétal

## Présentation des cellules solaires à colorant

## Défis d'une cellule solaire à colorant

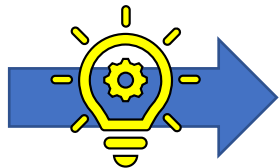
## Objectifs du TIPE

## Plan

# Défis d'une cellule solaire à colorant

Déductions :

- 1) Rôle central du **semi-conducteur**.
- 2) Nécessité d'une **grande surface** spécifique afin de maximiser la quantité de colorant adsorbée et d'assurer un haut rendement de conversion.



## Nanostructuration

*Comment ? ...* Une méthode intéressante : la synthèse hydrothermale.

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Un enjeu sociétal

Présentation des cellules solaires à colorant

Défis d'une cellule solaire à colorant

Objectifs du TIPE

Plan

# Objectifs du TIPE

## Problématique :

Dans quelle mesure une **synthèse hydrothermale** permet-elle d'élaborer une couche de **nanobâtonnets d'oxyde de zinc** de manière simple et efficace ? Et, quel est l'impact de la **couche d'amorce** sur la croissance des nanobâtonnets ?



## Objectifs :

- 1 Réaliser une synthèse hydrothermale de nanocristaux de ZnO sur verre conducteur.
- 2 Etudier l'impact d'une couche d'amorce sur la croissance du ZnO.

### Introduction

#### I. Synthèse hydrothermale

#### II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

#### III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

#### IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

### Conclusion

### Un enjeu sociétal

#### Présentation des cellules solaires à colorant

#### Défis d'une cellule solaire à colorant

#### Objectifs du TIPE

#### Plan

- I. Synthèse hydrothermale
- II. Caractérisation des propriétés photoélectriques
- III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB
- IV. Caractérisation des propriétés structurales :  
diffraction de rayons X

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Un enjeu sociétal

Présentation des cellules solaires à colorant

Défis d'une cellule solaire à colorant

Objectifs du TIPE

Plan



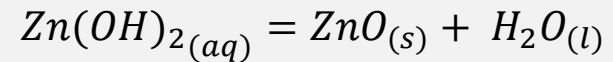
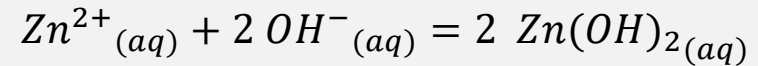
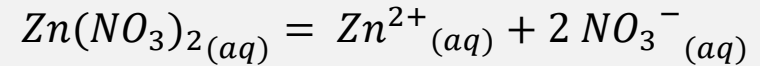
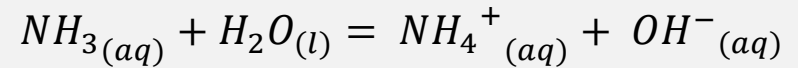
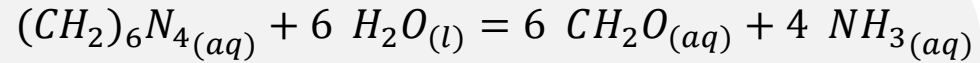


# **I. Synthèse hydrothermale**



## Carte d'identité de la méthode :

- **Objectif** : recouvrir un substrat d'une couche de nanobâtonnets de ZnO.
- **Avantages** :
  - faibles coûts
  - simplicité de mise en place
  - température de travail basse (90°C)
  - réalisée en solution aqueuse

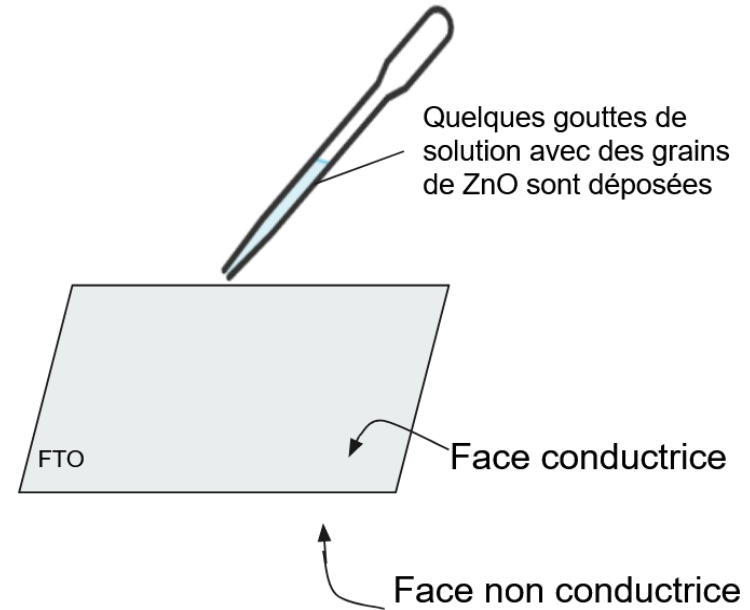


**Figure 3** – Réactions mises en jeu lors de la synthèse hydrothermale

# Mode opératoire

## Avec/Sans :

- 1 Choix du substrat : plaque en verre conductrice du type FTO (*Fluorine-doped Tin Oxide*).
- 2 Détermination du côté conducteur de la plaque à l'aide d'un multimètre.
- 3 Nettoyage de la FTO à l'eau et l'éthanol.
- 4 Mise de côté de la FTO durant 40 min pour que l'éthanol s'évapore.
- 5 ~~Ø~~ Ajout de quelques gouttes de solution de grains de ZnO constituant la future couche d'amorce.



**Figure 4** – Dépôt de la solution de grains de ZnO qui constituera la couche d'amorce.

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Méthode

Mode opératoire

# Mode opératoire

## Avec/Sans :

- 6 5 Dans un tube autoclave de 50 mL, ajout de 12,0 mL d'une solution de  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6 H_2O$  à 0,20 mol/L ainsi que 7,0 mL d'une solution d'hexaméthylènetétramine à 0,20 mol/L.
- 7 6 Introduction de la plaque dans le tube autoclave.
- 8 7 Mise à l'étuve à 90°C durant 1h30.



Obtention de 2 plaques : « **une avec couche d'amorce** » (A) + « **une sans couche d'amorce** » (B)



Figure 5 – Photographie des deux tubes

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Méthode

Mode opératoire

## **II. Caractérisation des propriétés photoélectriques**



# Principe de fonctionnement

## Idée :

ZnO = semiconducteur de *gap* égal à **3,2 eV** donc une irradiation avec  $\lambda < 376 \text{ nm}$  augmentera la conductivité du ZnO et donc celle de la plaque.

$$\Delta E = h\nu$$

avec  $h \approx 6,63 \times 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{s}$

Relation de Planck-Einstein



Un montage à trois électrodes est réalisé en mode chronoampérométrie simple avec variation d'UV.

UV (ON/OFF)  
d'une durée  
de 30 s.

235 nm

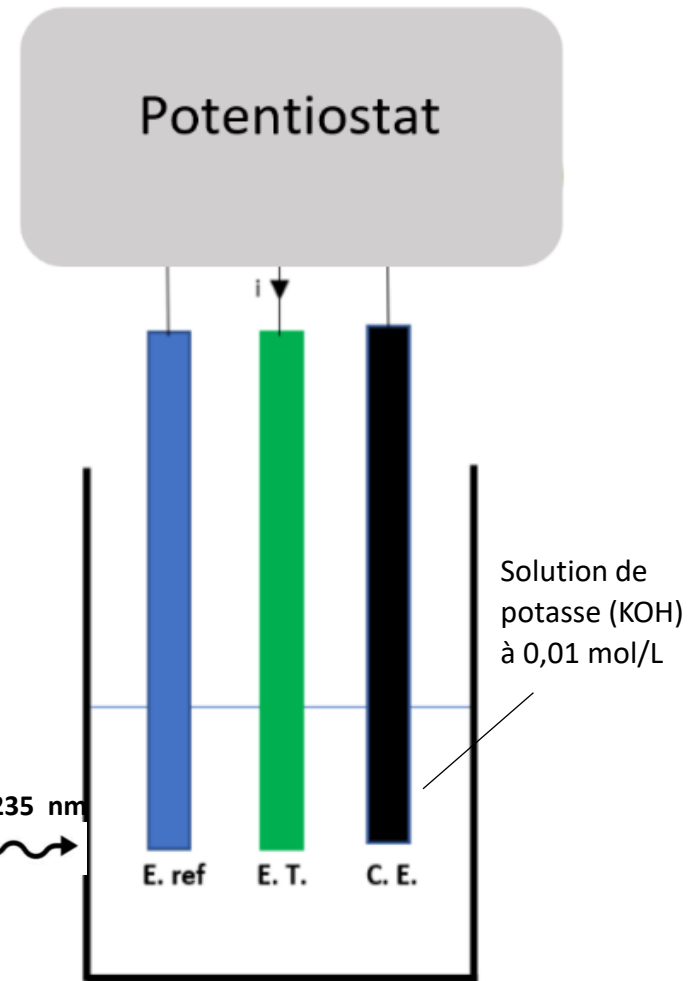


Figure 6 – Schéma du montage

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Principe de fonctionnement

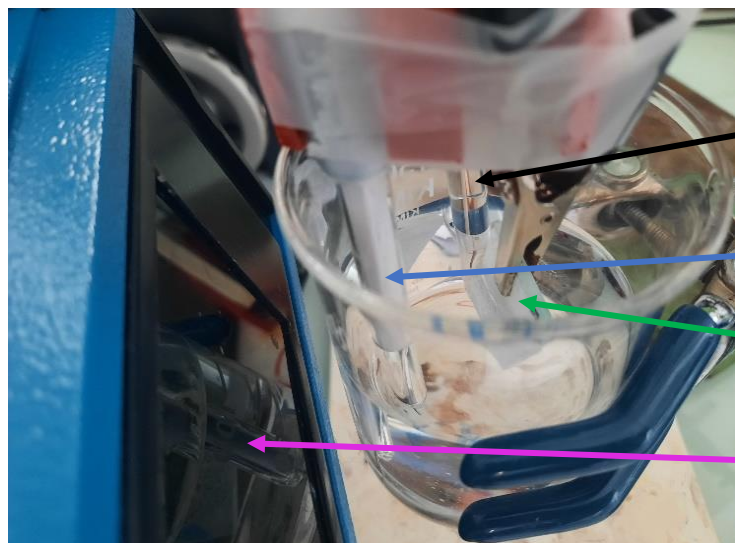
Mode opératoire

Résultats et discussions



# Mode opératoire

**En pratique** : utilisation du potentiostat OrigaStat OGS080 en mode chronoampérométrie simple



Contre-électrode  
(C.E.)

Electrode de  
référence (E.ref)

Electrode de travail  
(E.T.)

Lampe UV

**Figure 7** – Photographie des trois électrodes immergées dans la solution de potasse : électrode de travail (E.T.), contre-électrode (C.E.) et électrode de référence (E. ref).



**Figure 8** – Photographie du potentiostat OrigaStat OGS080

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Principe de fonctionnement

Mode opératoire

Résultats et discussions

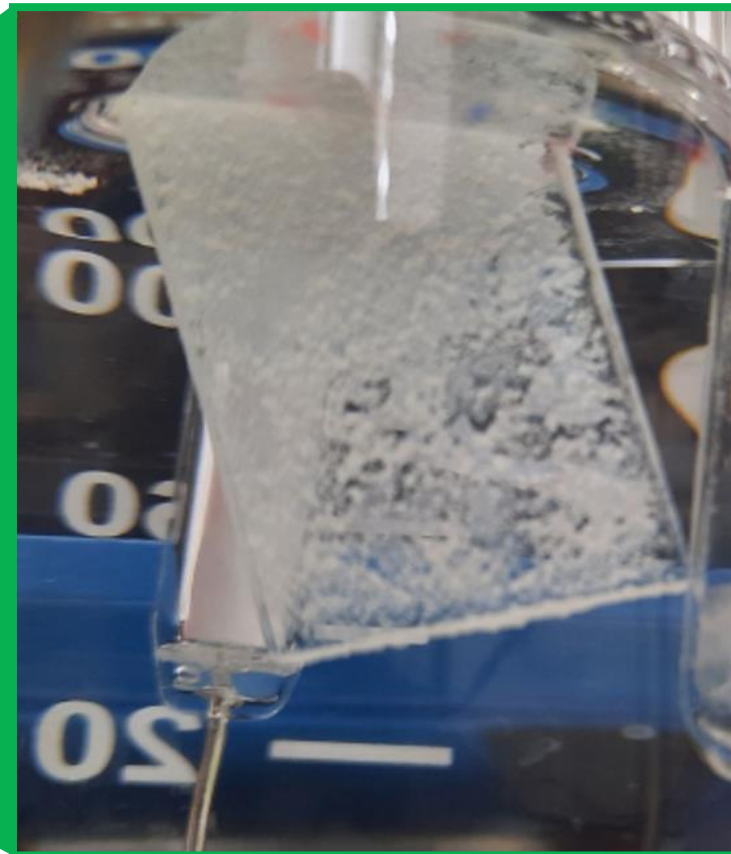
10/40

# Mode opératoire

**En pratique** : utilisation du potentiostat OrigaStat OGS080 en mode chronoampérométrie simple



Zoom sur l'électrode de travail (E.T.)



**Figure 7** – Photographie des trois électrodes immergées dans la solution de potasse : électrode de travail (E.T.), contre-électrode (C.E.) et électrode de référence (E. ref).



ON/OFF UV périodiquement (30s) en mesurant l'intensité au cours du temps.

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

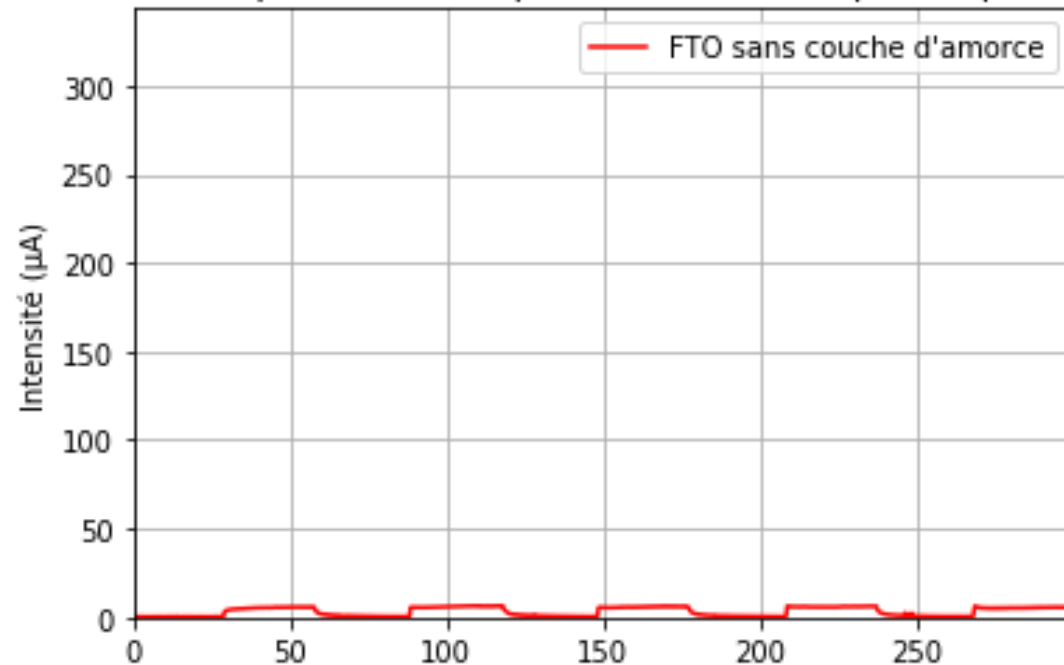
Principe de fonctionnement

Mode opératoire

Résultats et discussions

# Résultats et discussions

Chronoampérométrie simple sous UV variant périodiquement



## Résultats :

→ variation d'intensité lors de l'irradiation : le ZnO modifie donc bien la conductivité.

**Figure 9** – Comparaison de conductivité des plaques de FTO avec et sans couche d'amorce sous irradiation UV variant périodiquement (période de 30s).

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

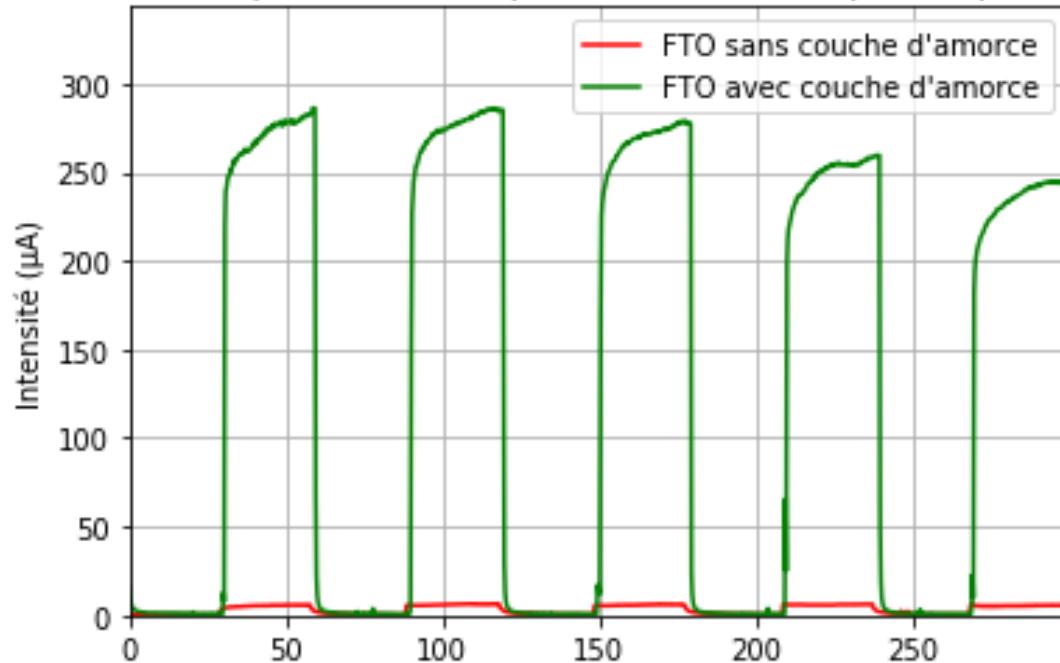
Principe de fonctionnement

Mode opératoire

Résultats et discussions

# Résultats et discussions

Chronoampérométrie simple sous UV variant périodiquement



**Figure 9** – Comparaison de conductivité des plaques de FTO avec et sans couche d'amorce sous irradiation UV variant périodiquement (période de 30s).

## Résultats :

→ variation d'intensité lors de l'irradiation : le ZnO modifie donc bien la conductivité.

→ variation plus forte pour la plaque « **avec couche d'amorce** » : la couche d'amorce joue un rôle sur la croissance des nanobâtonnets de ZnO.

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Principe de fonctionnement

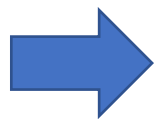
Mode opératoire

Résultats et discussions

## Comment expliquer cette différence ?


### Hypothèses :

- 1 Une **densité** de ZnO moins importante sur la plaque « sans couche d'amorce ».
- 2 Une **taille** des nanobâtonnets différente.



Nécessité d'accéder à des informations plus précises sur la **morphologie** des échantillons...

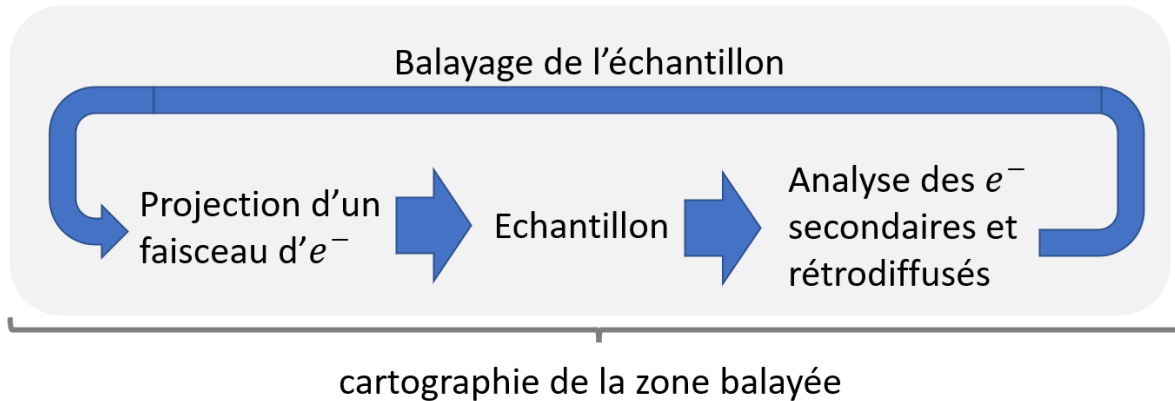


The background of the slide is a grayscale micrograph showing a dense field of small, irregularly shaped particles. These particles appear to be aggregates or clusters of smaller units, possibly nanomaterials or biological structures, viewed under a scanning electron microscope (SEM). The particles are distributed across the entire frame, creating a textured, granular appearance.

### **III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB**

# Principe de fonctionnement et mode opératoire

- Principe de fonctionnement :



Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Principe de fonctionnement et mode opératoire

Acquisition des images

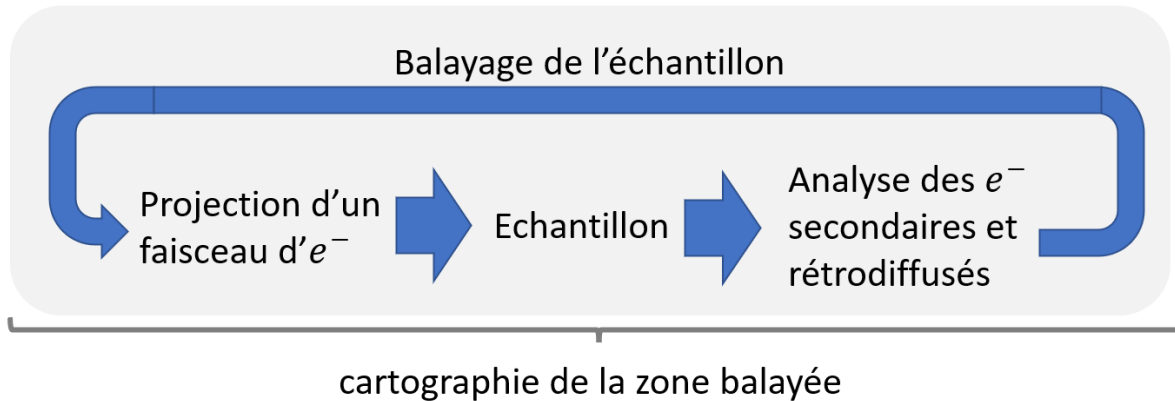
Comparaison

Résultats et discussions

14/40

# Principe de fonctionnement et mode opératoire

- **Principe de fonctionnement** :



- **Avantages** :

- grande profondeur de champ = netteté, et ce malgré un relief important;
- grande capacité de grossissement;
- image sans aucune réflexion parasite ( $e^-$  et non photon!);
- Inclinaisons de l'échantillon dans toutes les directions.

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Principe de fonctionnement et mode opératoire

Acquisition des images

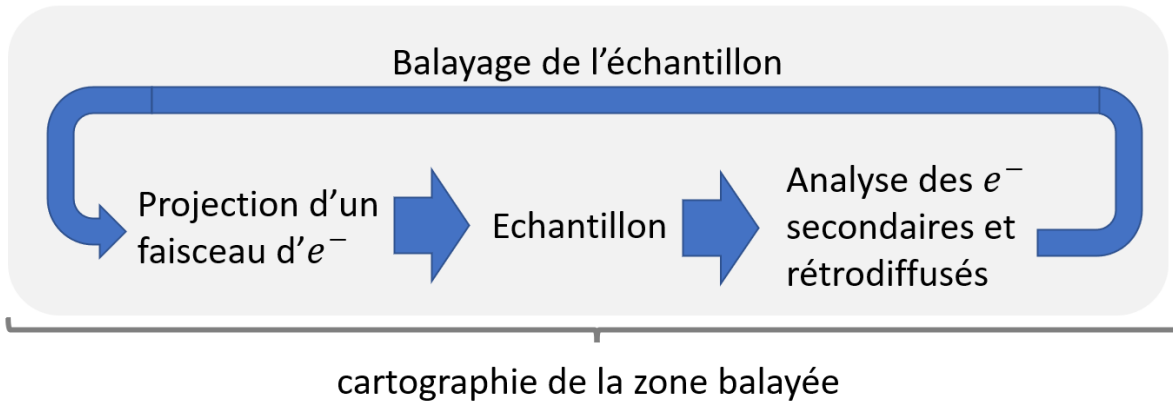
Comparaison

Résultats et discussions

14/40

# Principe de fonctionnement et mode opératoire

- **Principe de fonctionnement :**



- **Avantages :**

- grande profondeur de champ = netteté, et ce malgré un relief important;
- grande capacité de grossissement;
- image sans aucune réflexion parasite ( $e^-$  et non photon!);
- Inclinaisons de l'échantillon dans toutes les directions.



**Figure 10** – Photographie du microscope JEOL 7001F du GEMaC

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Principe de fonctionnement et mode opératoire

Acquisition des images

Comparaison

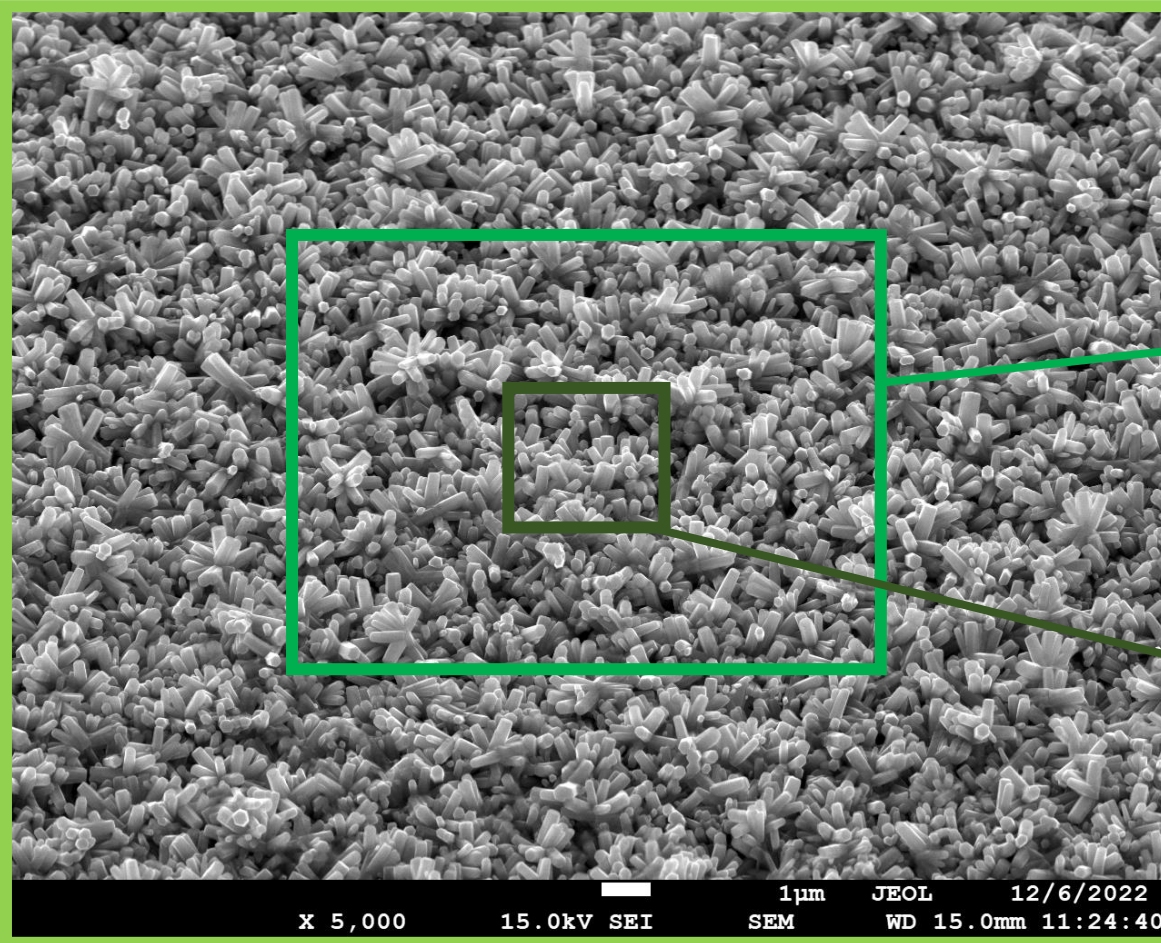
Résultats et discussions

14/40

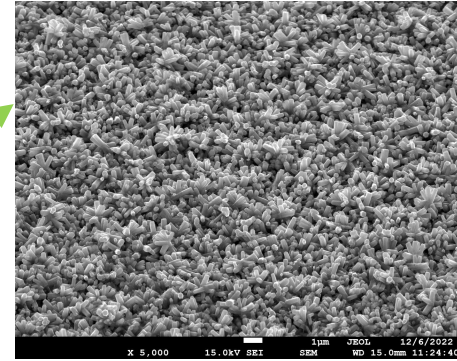


# Acquisition des images

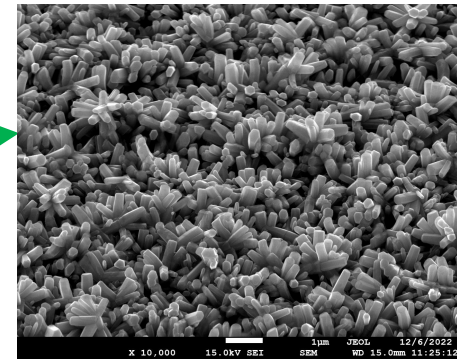
Plaque « avec couche d'amorce »



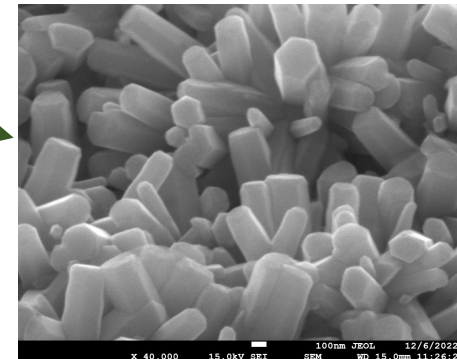
x5000



x10 000



x40 000



Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Principe de fonctionnement et mode opératoire

Acquisition des images

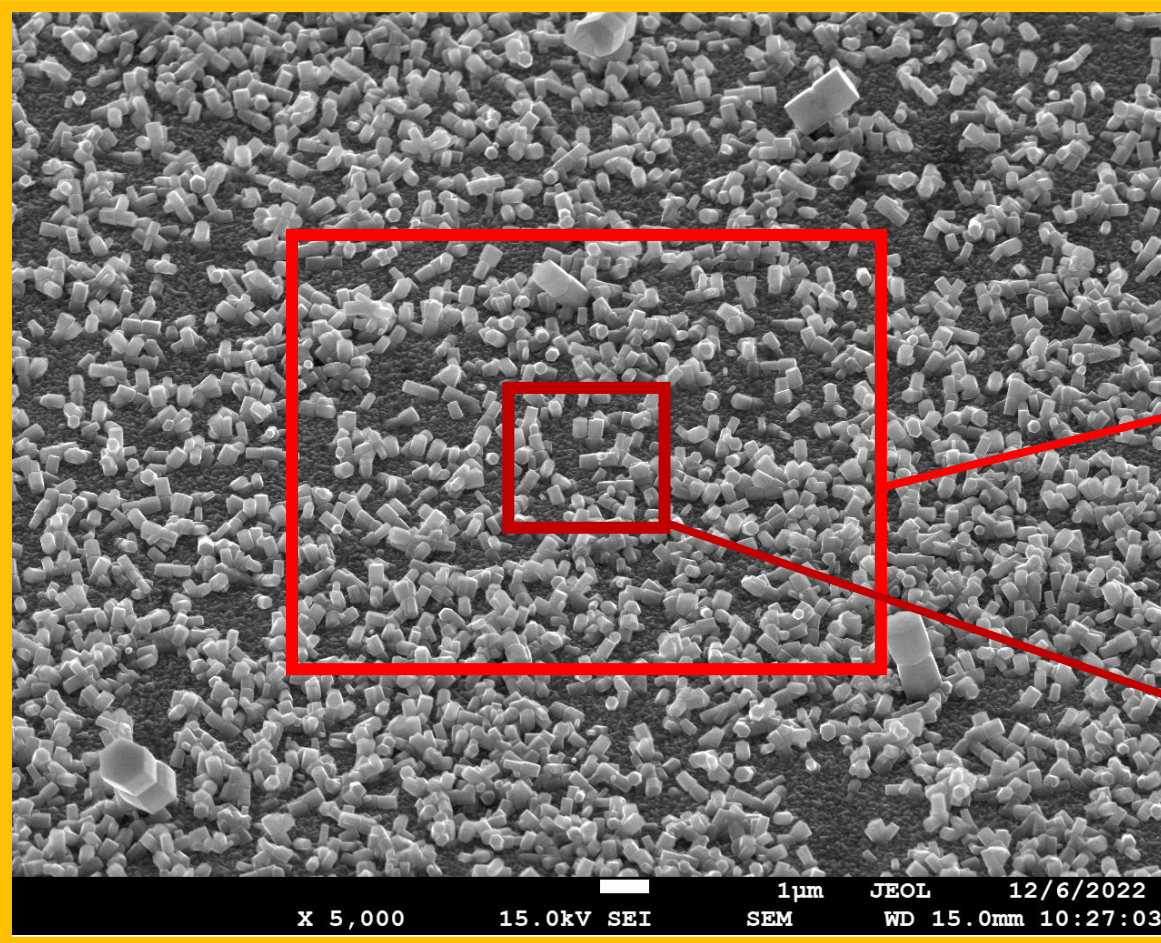
Comparaison

Résultats et discussions

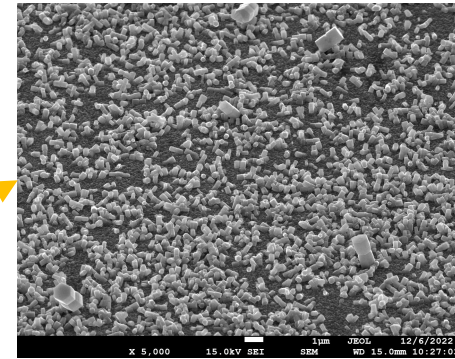


# Acquisition des images

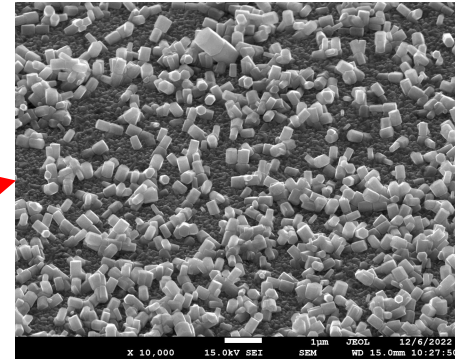
Plaque « **sans couche d'amorce** »



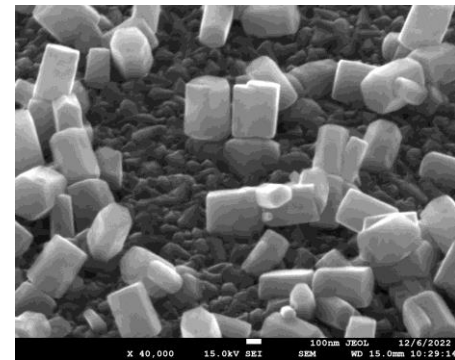
x5000



x10 000



x40 000



Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Principe de fonctionnement et mode opératoire

Acquisition des images

Comparaison

Résultats et discussions

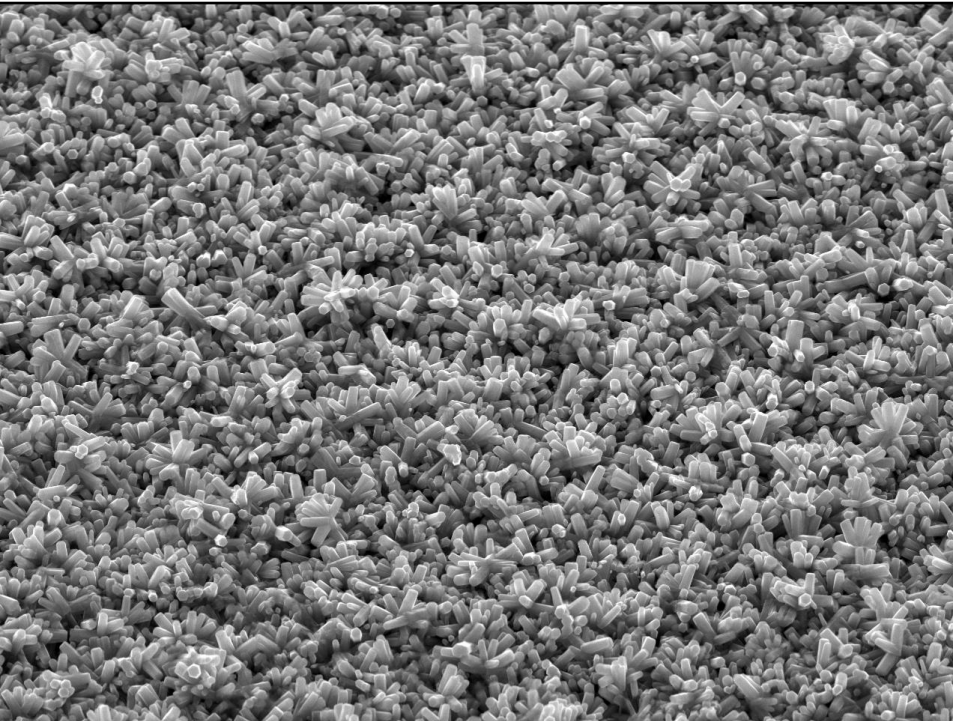
16/40



# Comparaison

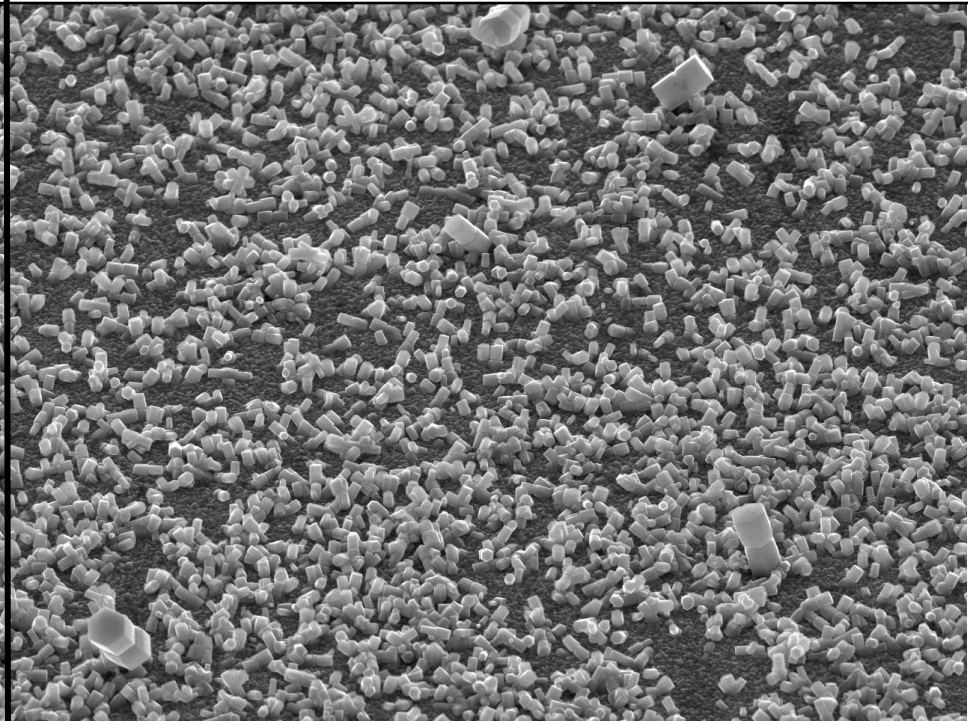
Grossissement : x 5000

Plaque « avec couche d'amorce »



X 5,000 15.0kV SEI 1µm JEOL 12/6/2022  
SEM WD 15.0mm 11:24:40

Plaque « sans couche d'amorce »



X 5,000 15.0kV SEI 1µm JEOL 12/6/2022  
SEM WD 15.0mm 10:27:03

Source : image réalisée avec JEOL 7001F, 16/06/2022, GeMaC

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Principe de fonctionnement et mode opératoire

Acquisition des images

Comparaison

Résultats et discussions

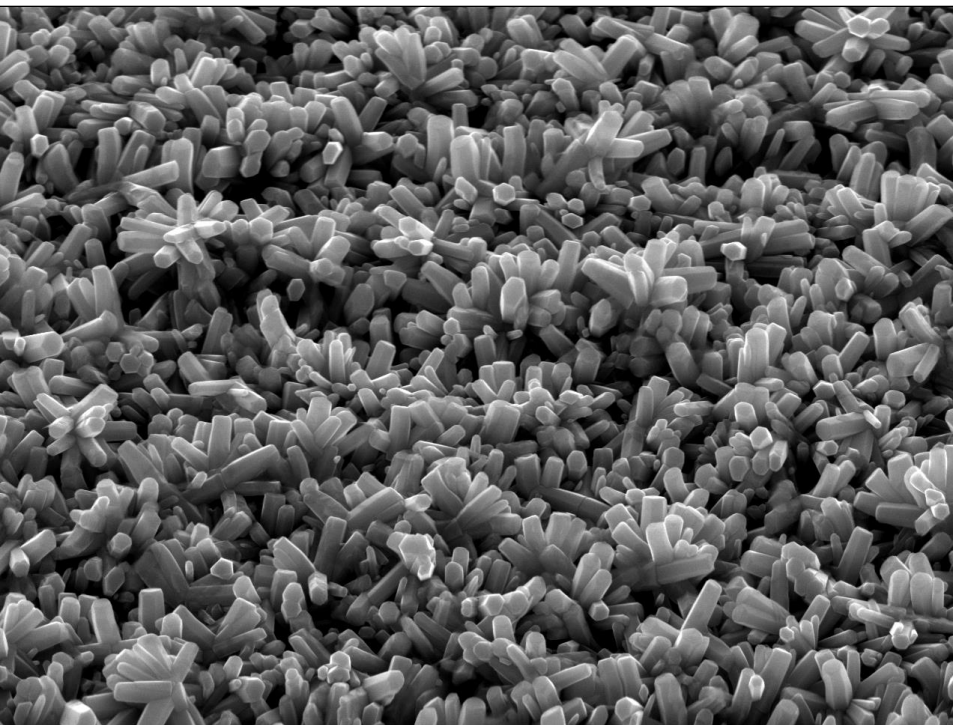
17/40



# Comparaison

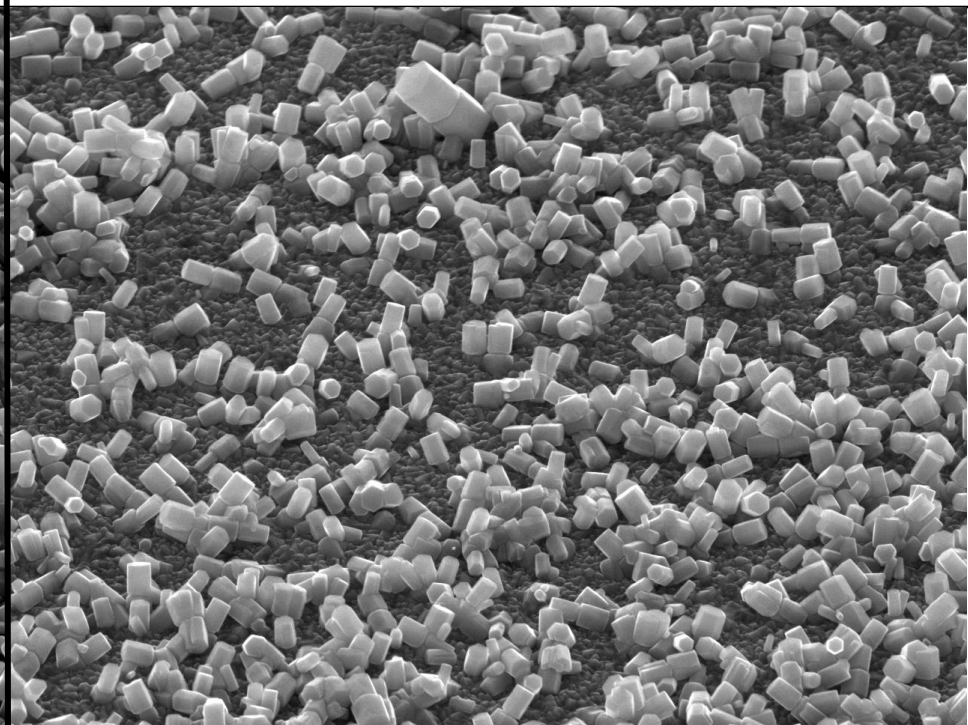
Grossissement : x 10 000

Plaque « avec couche d'amorce »



X 10,000 15.0kV SEI 1µm JEOL 12/6/2022 SEM WD 15.0mm 11:25:12

Plaque « sans couche d'amorce »



X 10,000 15.0kV SEI 1µm JEOL 12/6/2022 SEM WD 15.0mm 10:27:50

Source : image réalisée avec JEOL 7001F, 16/06/2022, GeMaC

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Principe de fonctionnement et mode opératoire

Acquisition des images

Comparaison

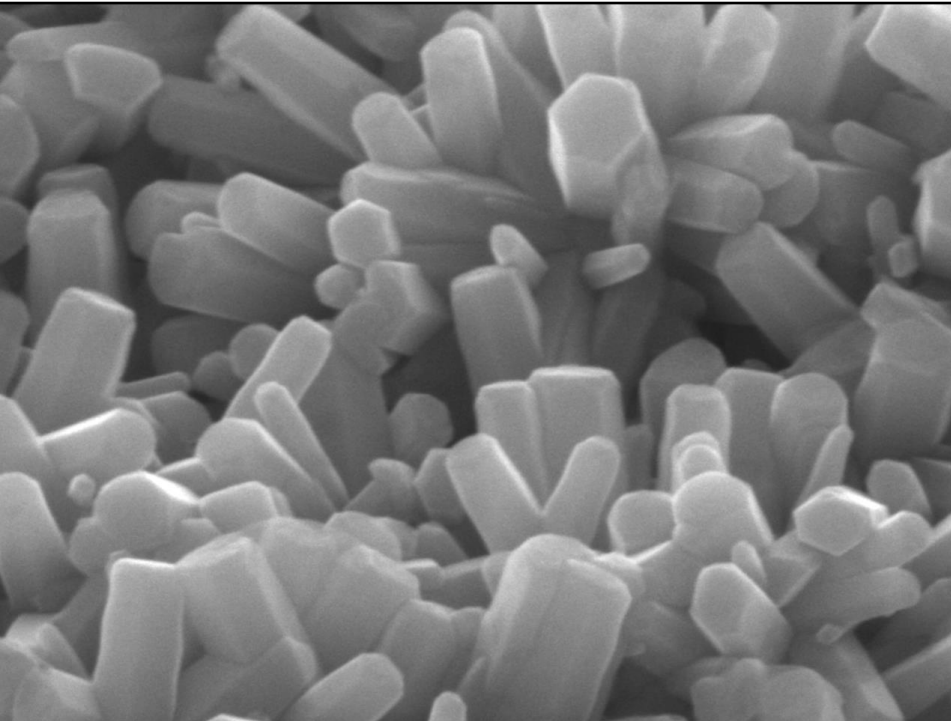
Résultats et discussions

18/40

# Comparaison

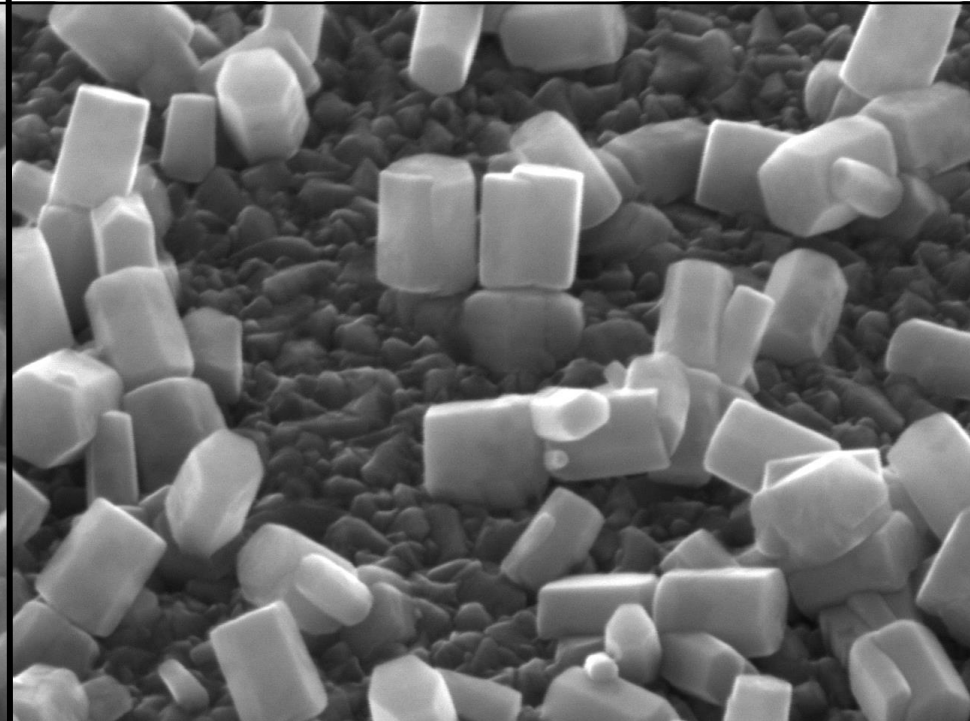
Grossissement : x 40 000

Plaque « **avec couche d'amorce** »



100nm JEOL 12/6/2022  
X 40,000 15.0kV SEI SEM WD 15.0mm 11:26:25

Plaque « **sans couche d'amorce** »



100nm JEOL 12/6/2022  
X 40,000 15.0kV SEI SEM WD 15.0mm 10:29:14

Source : image réalisée avec JEOL 7001F, 16/06/2022, GeMaC

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Principe de fonctionnement et mode opératoire

Acquisition des images

Comparaison

Résultats et discussions

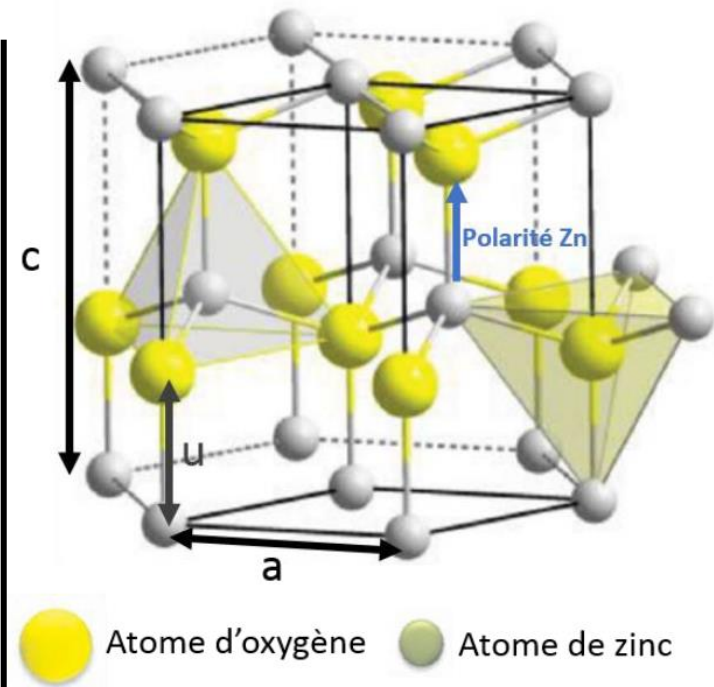
19/40



# Résultats et discussions

## Observations

- **Forme** : structure hexagonale des nanobâtonnets = variété allotropique du ZnO dite « Wurtzite ».



**Figure 11** – Structure wurtzite de l'Oxyde de Zinc. Source \*

\* Source : Verrier C., thèse de doctorat : « Fabrication et caractérisation avancée de cellules photovoltaïques à base de nanofils de ZnO » ( l'IMEP-LAHC et LMGP à l'UGA), 2017 .

# Résultats et discussions

## Observations

- **Forme** : structure hexagonale des nanobâtonnets = variété allotropique du ZnO dite « Würtzite ».
- **Taille** : Taille des bâtonnets similaire sur les deux plaques.

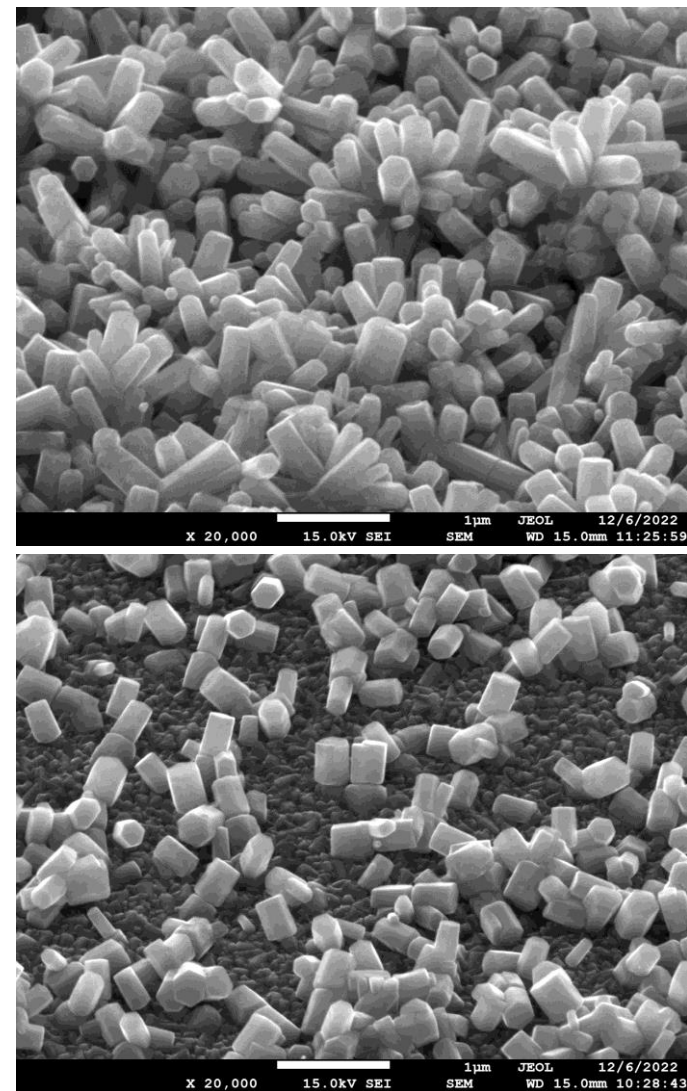


Figure 11 – Rappel des images ( x 20 000).

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Principe de fonctionnement et mode opératoire

Acquisition des images

Comparaison

Résultats et discussions

21/40

# Résultats et discussions

## Observations

- **Forme** : structure hexagonale des nanobâtonnets = variété allotropique du ZnO dite « Würtzite ».
- **Taille** : Taille des bâtonnets similaire sur les deux plaques.
- **Orientation** : Pas de direction de croissance privilégiée pour les deux plaques *a priori*.

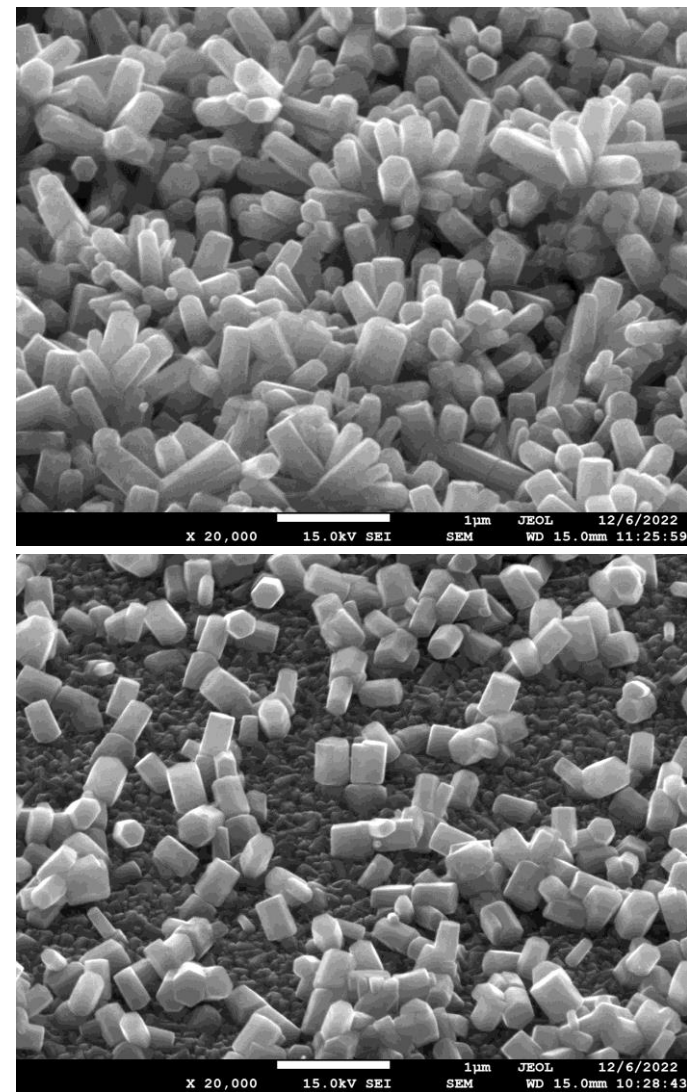


Figure 11 – Rappel des images ( x 20 000).

\* Source : Verrier C., thèse de doctorat : « Fabrication et caractérisation avancée de cellules photovoltaïc

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Principe de fonctionnement et mode opératoire

Acquisition des images

Comparaison

Résultats et discussions

22/40

# Résultats et discussions

## Observations

- **Forme** : structure hexagonale des nanobâtonnets = variété allotropique du ZnO dite « Würtzite ».
- **Taille** : Taille des bâtonnets similaire sur les deux plaques.
- **Orientation** : Pas de direction de croissance privilégiée pour les deux plaques *a priori*.
- **Densité** : *Qualitativement*, la plaque « avec couche d'amorce » présente une densité plus importante de nanobâtonnets de ZnO que la plaque « sans couche d'amorce ».

**Et Quantitativement ? ...**

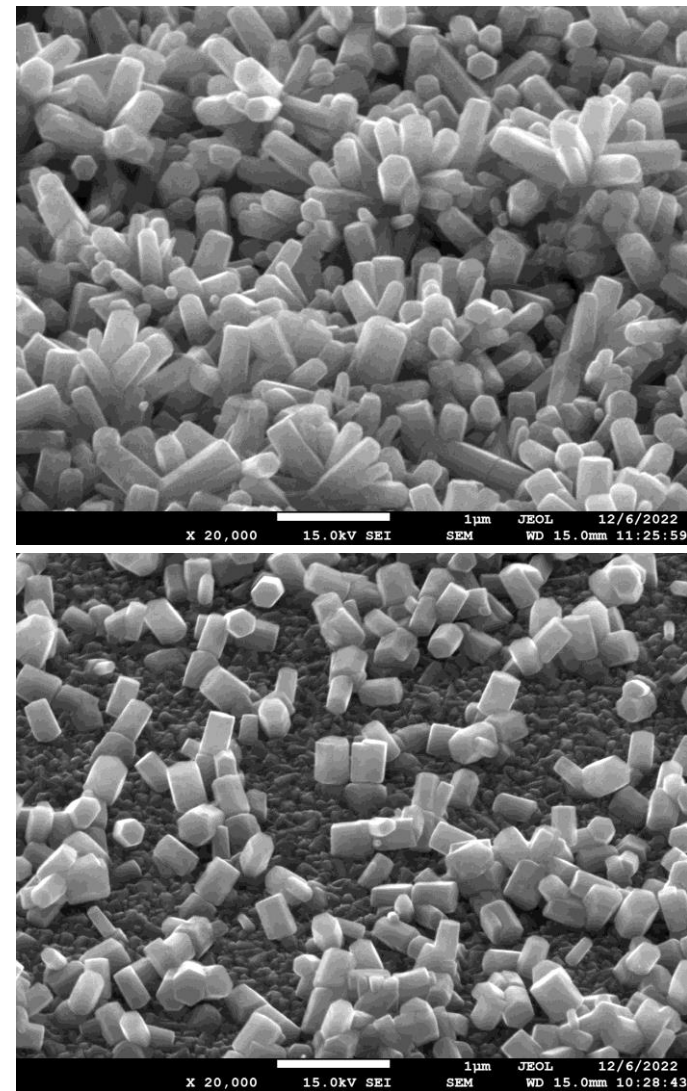


Figure 11 – Rappel des images ( x 20 000).

\* Source : Verrier C., thèse de doctorat : « Fabrication et caractérisation avancée de cellules photovoltaïc

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Principe de fonctionnement et mode opératoire

Acquisition des images

Comparaison

Résultats et discussions

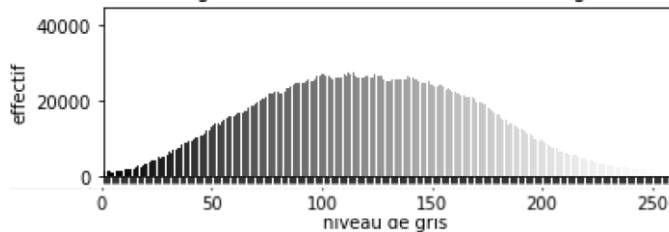
23/40



# Résultats et discussions

## Plaque « avec couche d'amorce »

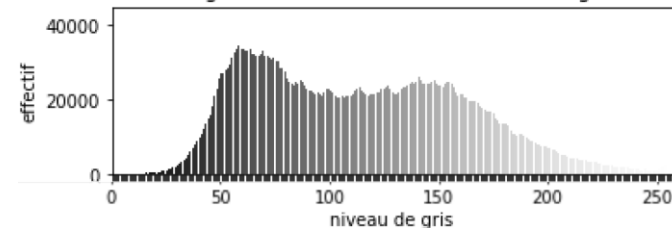
Diagramme en bâtons des niveaux de gris



x5 000

## Plaque « sans couche d'amorce »

Diagramme en bâtons des niveaux de gris



Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Principe de fonctionnement et mode opératoire

Acquisition des images

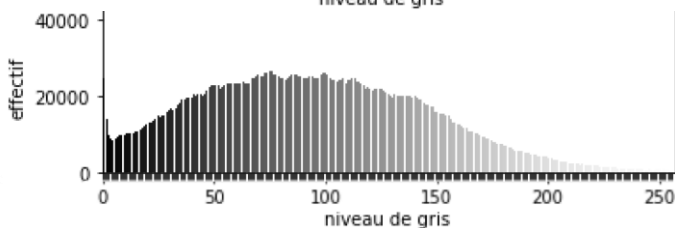
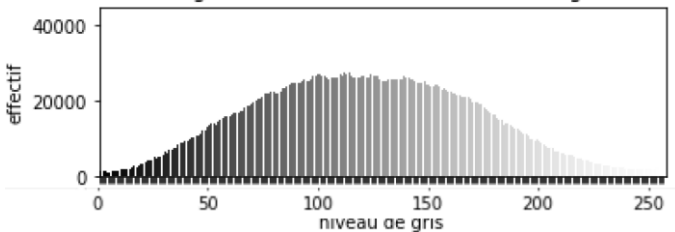
Comparaison

Résultats et discussions

# Résultats et discussions

## Plaque « avec couche d'amorce »

Diagramme en bâtons des niveaux de gris

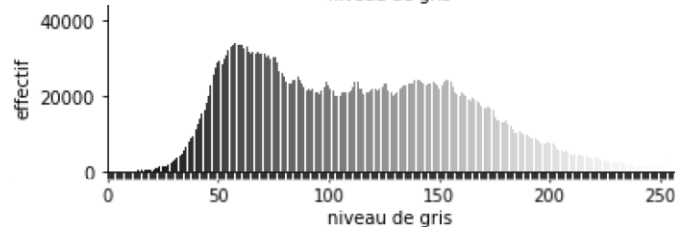
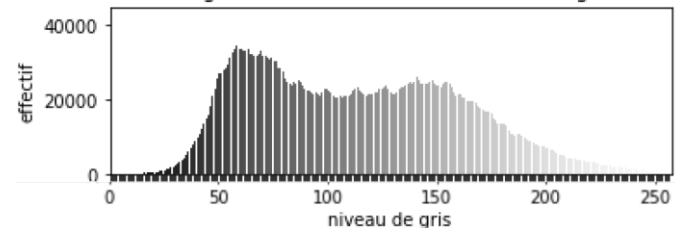


x5 000

x10 000

## Plaque « sans couche d'amorce »

Diagramme en bâtons des niveaux de gris



Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Principe de fonctionnement et mode opératoire

Acquisition des images

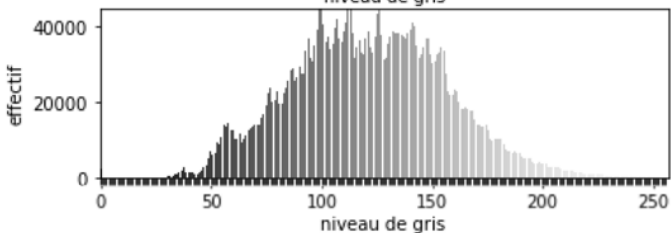
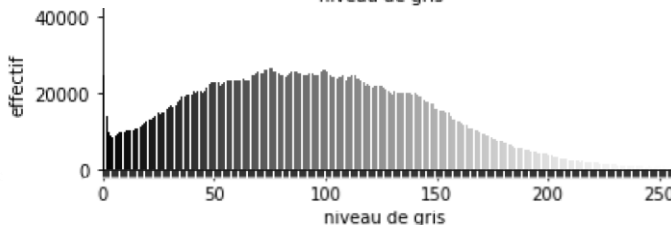
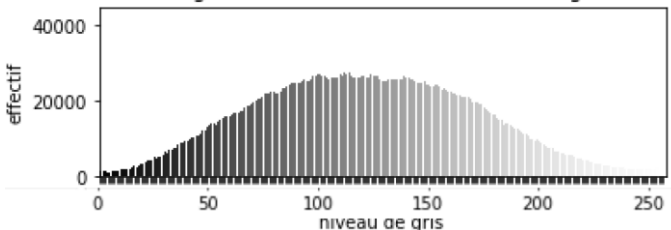
Comparaison

Résultats et discussions

# Résultats et discussions

## Plaque « avec couche d'amorce »

Diagramme en bâtons des niveaux de gris



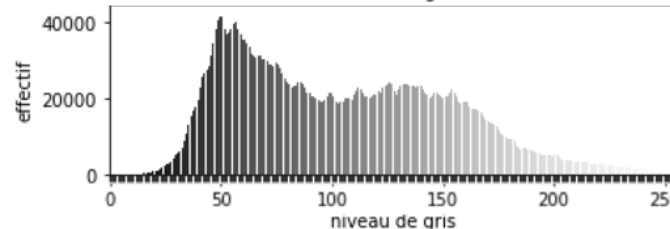
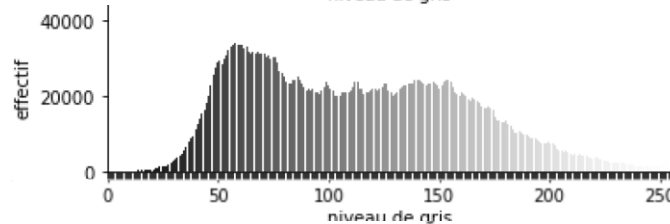
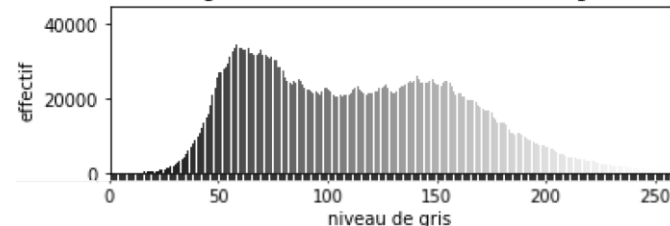
x5 000

x10 000

x40 000

## Plaque « sans couche d'amorce »

Diagramme en bâtons des niveaux de gris



Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Principe de fonctionnement et mode opératoire

Acquisition des images

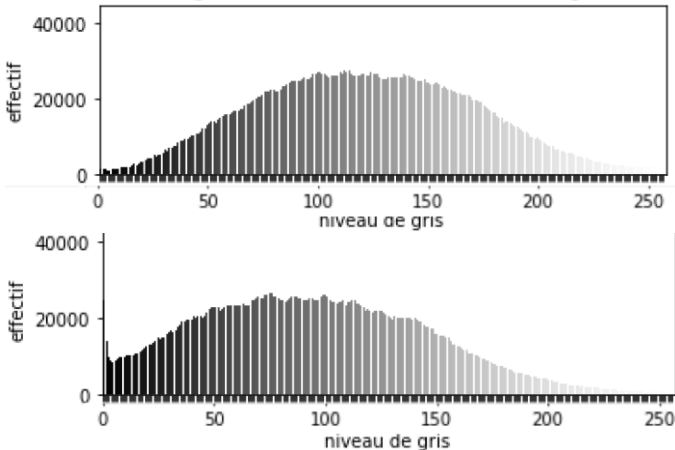
Comparaison

Résultats et discussions

# Résultats et discussions

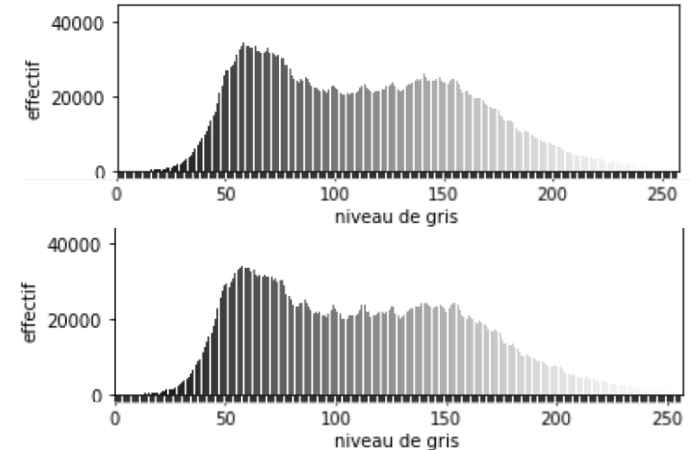
## Plaque « avec couche d'amorce »

Diagramme en bâtons des niveaux de gris



## Plaque « sans couche d'amorce »

Diagramme en bâtons des niveaux de gris



- La valeur **0** renvoie à la couleur **noire** et **255** à la couleur **blanche**.
- Similitude des profils pour une plaque donnée.
- Densité de pixel noire plus importante sur la plaque **sans couche d'amorce**  
→ faible densité de nanobatônnets.

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Principe de fonctionnement et mode opératoire

Acquisition des images

Comparaison

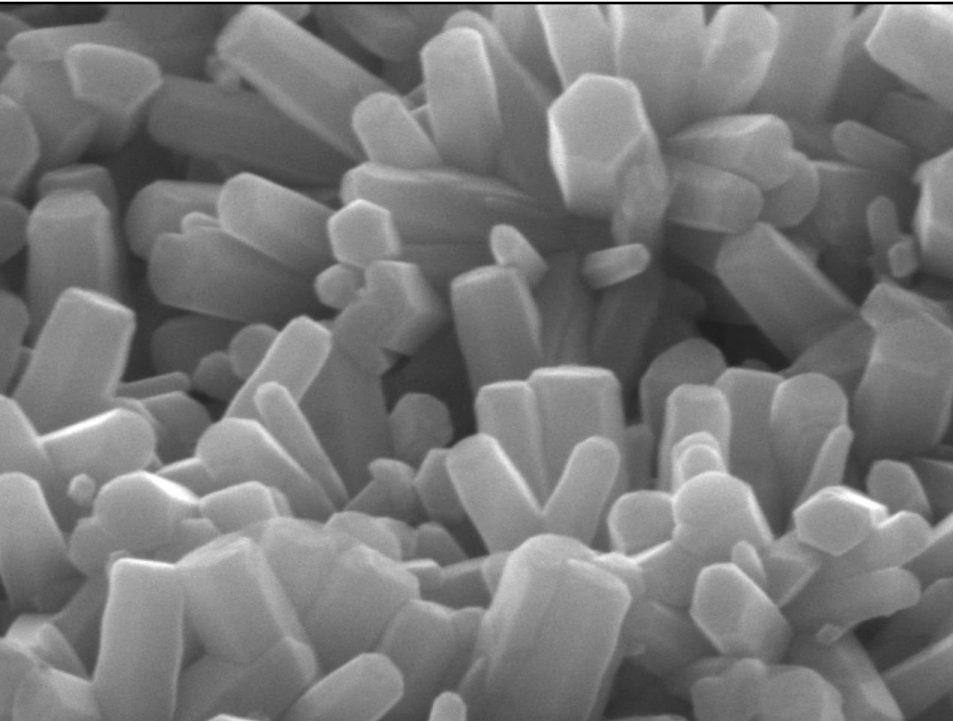
Résultats et discussions



# Comparaison

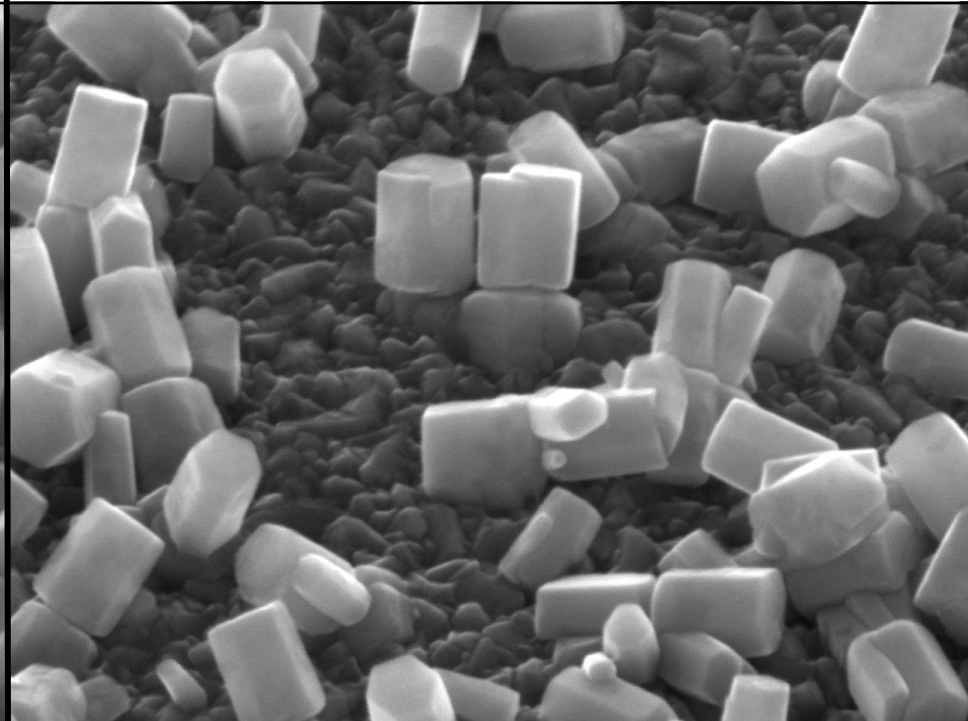
Grossissement : x 40 000

Plaque « **avec couche d'amorce** »



100nm JEOL 12/6/2022  
X 40,000 15.0kV SEI SEM WD 15.0mm 11:26:25

Plaque « **sans couche d'amorce** »



100nm JEOL 12/6/2022  
X 40,000 15.0kV SEI SEM WD 15.0mm 10:29:14

Source : image réalisée avec JEOL 7001F, 16/06/2022, GeMaC

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Principe de fonctionnement et mode opératoire

Acquisition des images

Comparaison

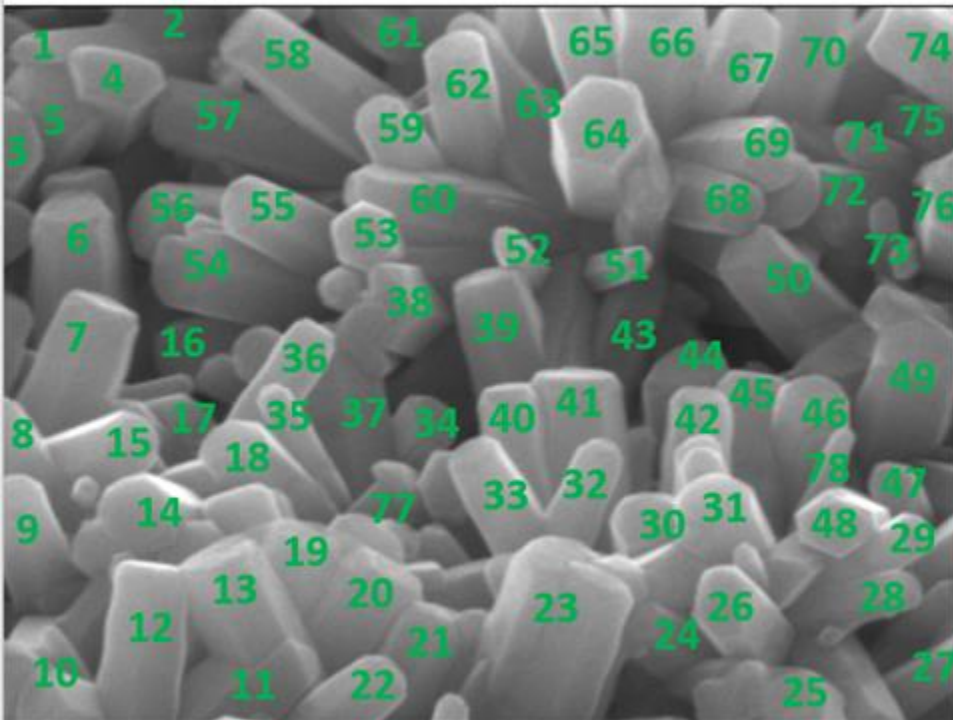
Résultats et discussions

25/40

# Comparaison

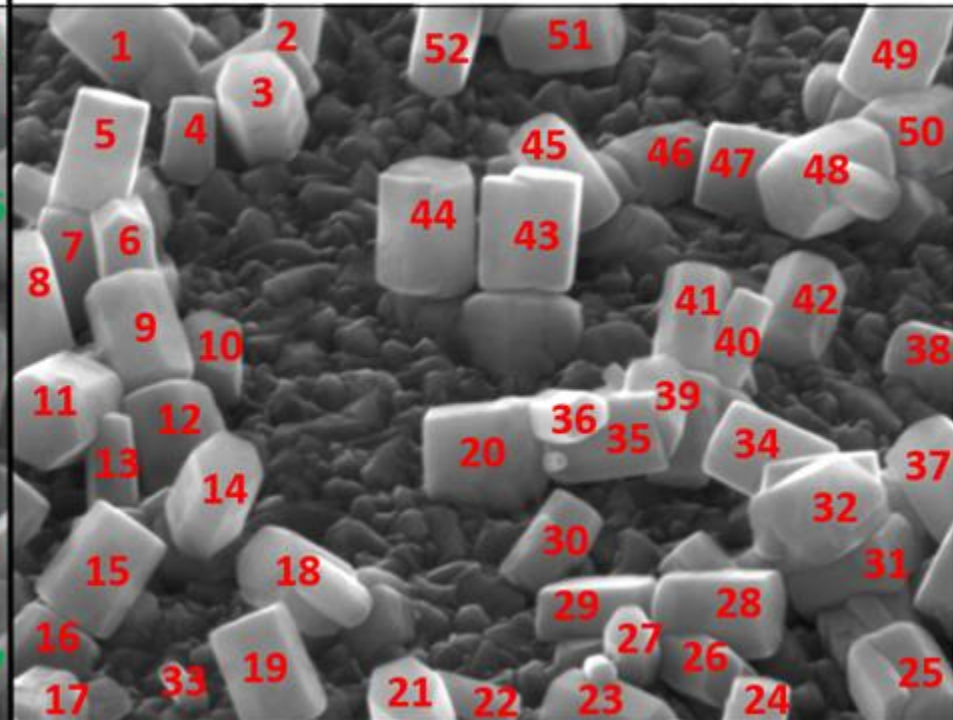
Grossissement : x 40 000

Plaque « avec couche d'amorce »



X 40,000 15.0kV SEI SEM 100nm JEOL 12/6/2022 WD 15.0mm 11:26:25

Plaque « sans couche d'amorce »



X 40,000 15.0kV SEI SEM 100nm JEOL 12/6/2022 WD 15.0mm 10:29:1

Source : image réalisée avec JEOL 7001F, 16/06/2022, GeMaC

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Principe de fonctionnement et mode opératoire

Acquisition des images

Comparaison

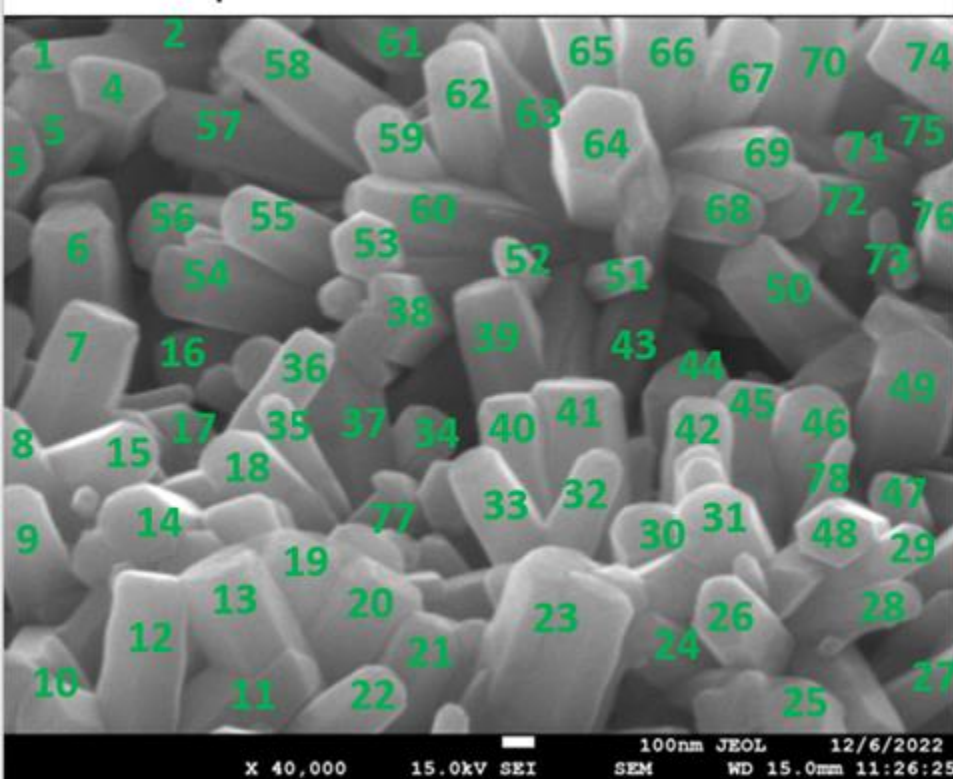
Résultats et discussions

26/40

# Comparaison

Grossissement : x 40 000

Plaque « avec couche d'amorce »



- **Ordre de grandeur :**

→ hauteur moyenne :  $2 \cdot 10^{-7} \text{ m}$

- **Calculs statistiques :**

→ Surface active totale =  $29 \cdot 10^6 \pm 6 \% \text{ nm}^2$

→ Surface plaque photo =  $37 \cdot 10^4 \pm 2 \% \text{ nm}^2$

Surface active totale / Surface  
plaque photo =  $7,46 \pm 0,49$

≈ **7,5**

Source : image réalisée avec JEOL 7001F, 16/06/2022, GeMaC

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Principe de fonctionnement et mode opératoire

Acquisition des images

Comparaison

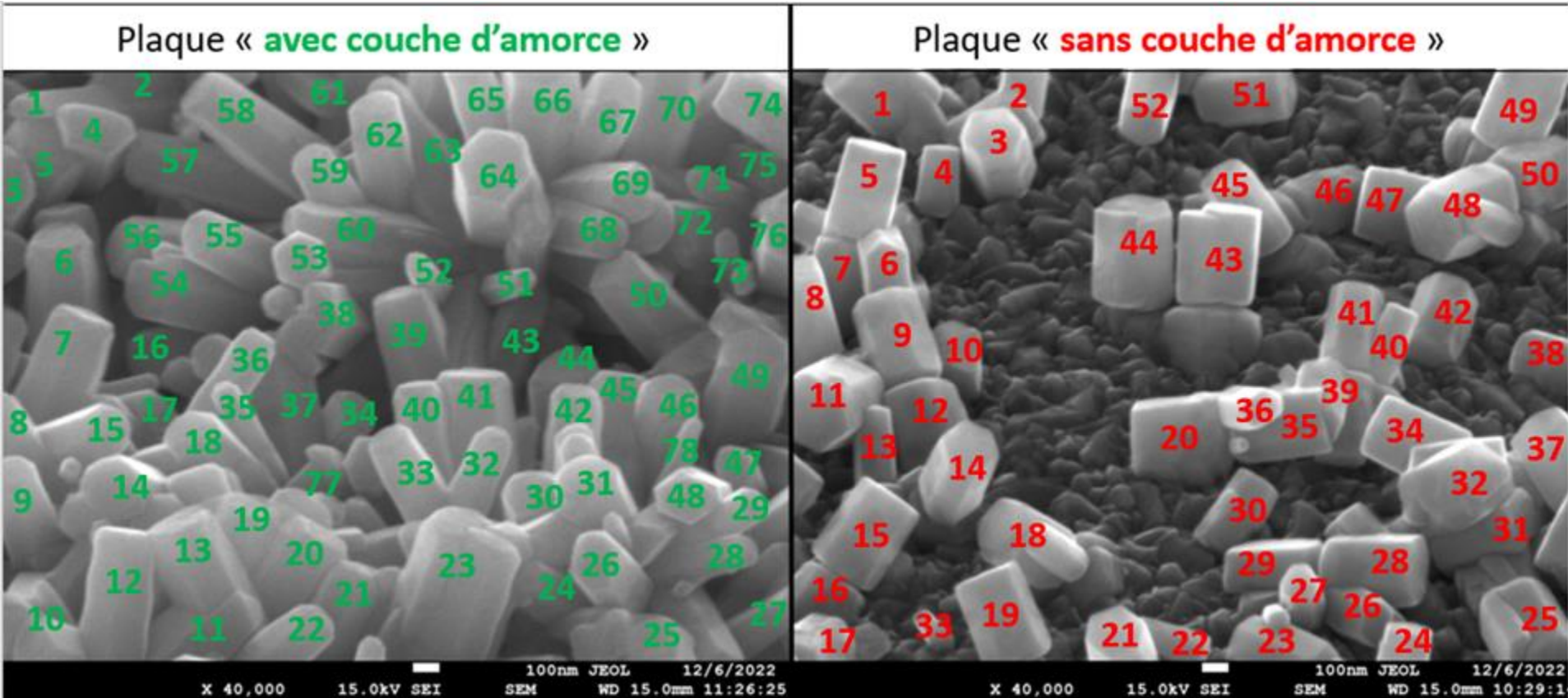
Résultats et discussions

26/40



# Comparaison

Grossissement : x 40 000



Source : image réalisée avec JEOL 7001F, 16/06/2022, GeMaC

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Principe de fonctionnement et mode opératoire

Acquisition des images

Comparaison

Résultats et discussions

27/40

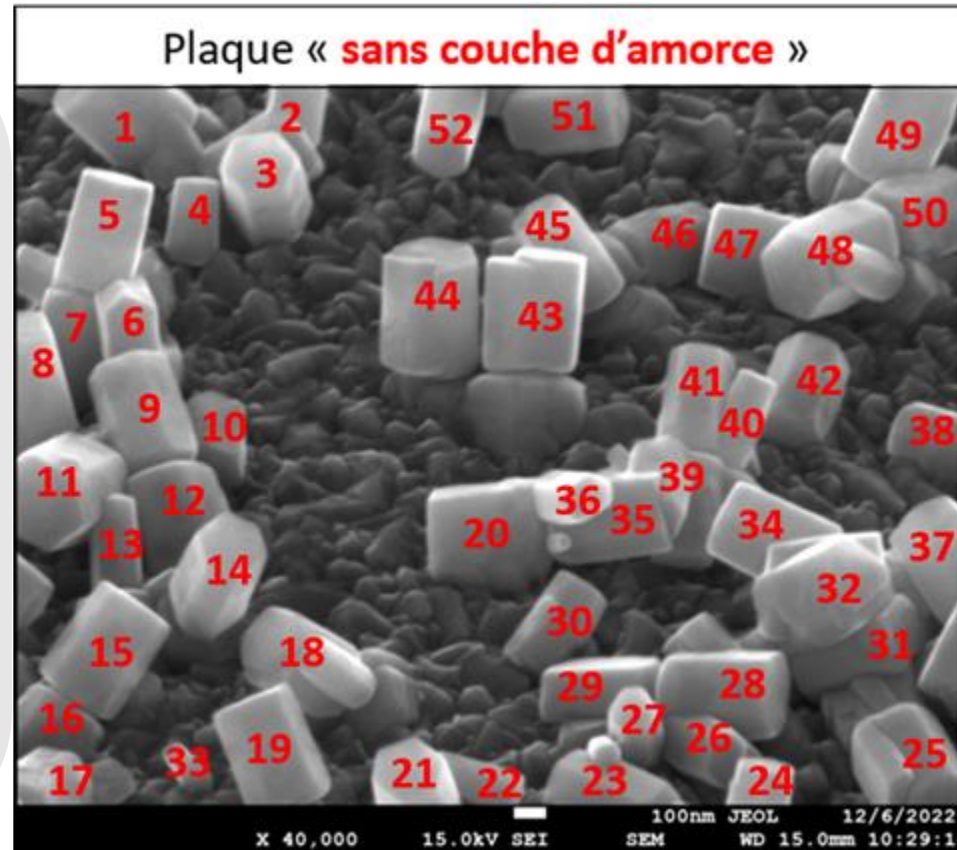


# Comparaison

Grossissement : x 40 000

- **Ordre de grandeur** : hauteur moyenne :  $2 \cdot 10^{-7} \text{ m}$
- **Calculs statistiques** :
  - Surface active totale :  $15 \cdot 10^6 \pm 8 \% \text{ nm}^2$
  - Surface plaque photo =  $37 \cdot 10^4 \pm 2 \% \text{ nm}^2$

Surface active totale / Surface  
plaque photo =  $3,92 \pm 0,32$   
 $\approx 4$



Source : image réalisée avec JEOL 7001F, 16/06/2022, GeMaC

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Principe de fonctionnement et mode opératoire

Acquisition des images

Comparaison

Résultats et discussions

28/40

The background of the slide is a grayscale micrograph showing a dense, granular material. The particles are small and irregularly shaped, with some appearing as elongated, needle-like structures. A white rectangular box is centered on the slide, containing the text.

**IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction de rayons X**

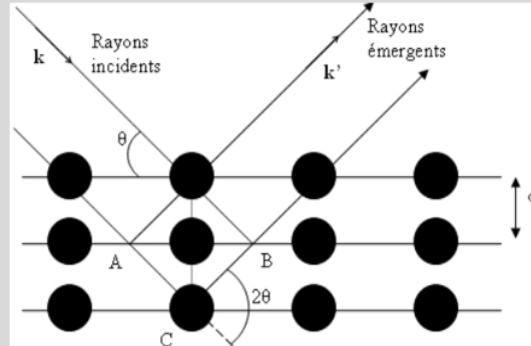


# Principe de fonctionnement et mode opératoire

- **Principe de fonctionnement :**

$\lambda \sim 10^{-10} \text{ m} =$  distances interatomiques dans le cristal

→ cristal = réseau 3D qui peut diffracter



Réflexion des rayons X par des plans espacés d'une distance d

$$\text{Loi de Bragg : } 2d \sin \theta = p\lambda$$



**Figure 12** – diffractomètre à rayons X Siemens D5000 du GEMaC

Source : ENS Lyon, site « Culture Sciences physique », Page « [Diffraction des rayons X](#) », consulté le 22 décembre 2022).

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Principe de fonctionnement et mode opératoire

Résultats et discussions

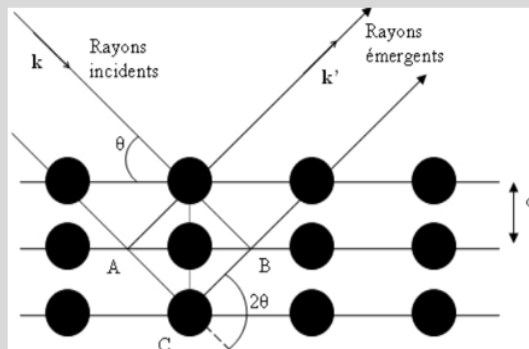
29/40

# Principe de fonctionnement et mode opératoire

- **Principe de fonctionnement :**

$\lambda \sim 10^{-10} \text{ m} =$  distances interatomiques dans le cristal

→ cristal = réseau 3D qui peut diffracter



**Loi de Bragg :**  $2d \sin \theta = p\lambda$

**Interférences :** l'intensité des rayons diffractés est alors mesurée en fonction de l'angle de diffraction  $\theta$



**Figure 12** – diffractomètre à rayons X Siemens D500 du GEMaC

Source : ENS Lyon, site « Culture Sciences physique », Page « [Diffraction des rayons X](#) », consulté le 22 décembre 2022).

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Principe de fonctionnement et mode opératoire

Résultats et discussions

30/40

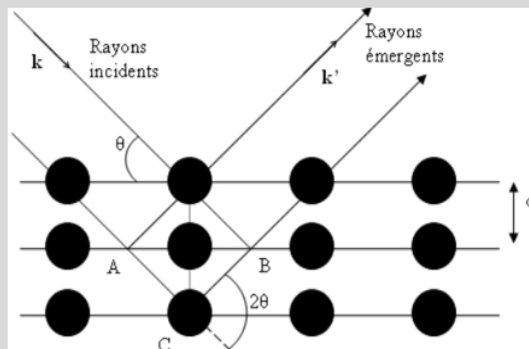


# Principe de fonctionnement et mode opératoire

- **Principe de fonctionnement :**

$\lambda \sim 10^{-10} \text{ m} =$  distances interatomiques dans le cristal

→ cristal = réseau 3D qui peut diffracter



**Loi de Bragg :**  $2d \sin \theta = p\lambda$

**Interférences :** l'intensité des rayons diffractés est alors mesurée en fonction de l'angle de diffraction  $\theta$

**Information obtenue :** orientation relative des atomes dans l'échantillon



**Figure 12** – diffractomètre à rayons X Siemens D500 du GEMaC

Source : ENS Lyon, site « Culture Sciences physique », Page « [Diffraction des rayons X](#) », consulté le 22 décembre 2022).

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Principe de fonctionnement et mode opératoire

Résultats et discussions

# Principe de fonctionnement et mode opératoire

Les indices de Miller permettent de désigner l'orientation des plans cristallins dans un cristal.

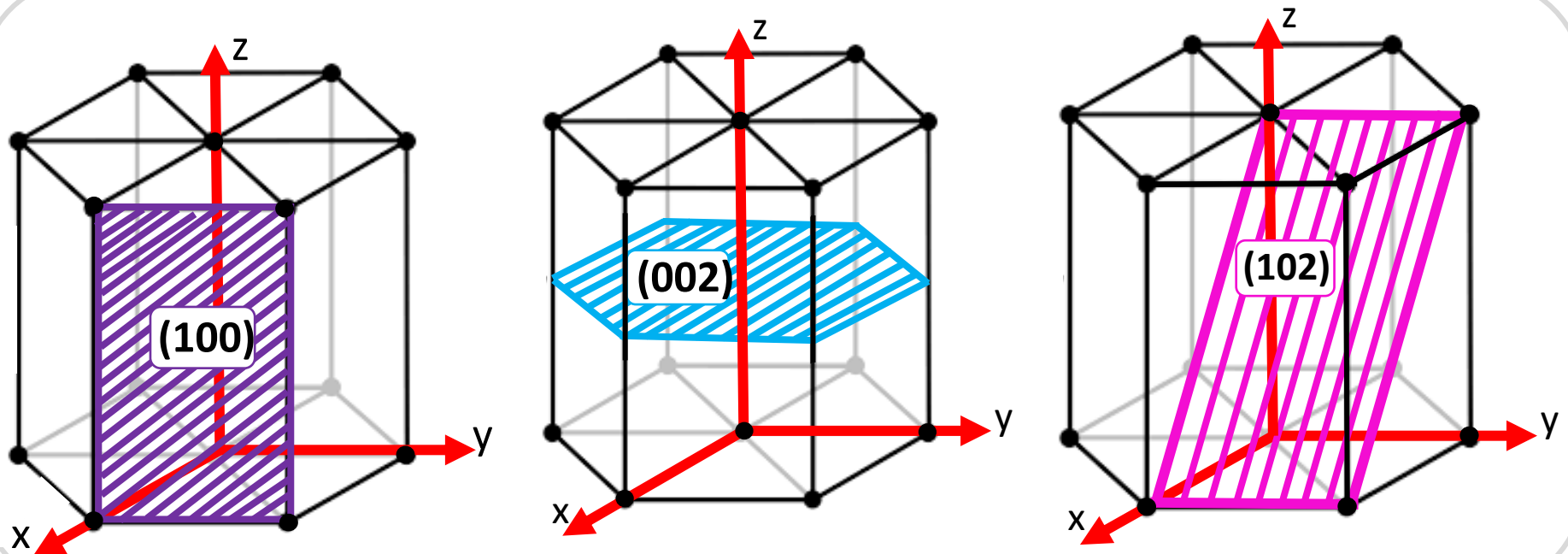


Figure 13 – Exemple de plans cristallins désignés par leur indice de Miller dans une maille hexagonale.

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

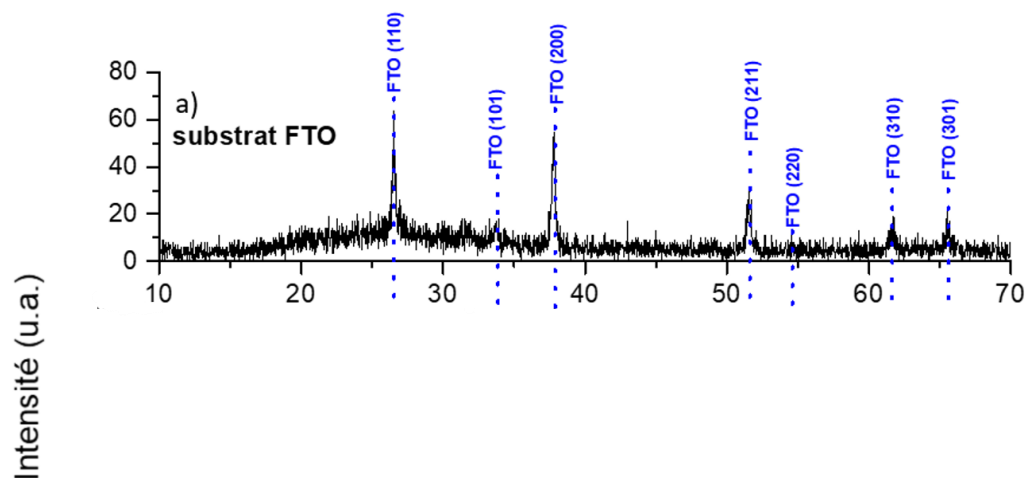
Principe de fonctionnement et mode opératoire

Résultats et discussions

32/40

# Résultats et discussions

## Résultats :



→ On retrouve tous les pics correspondants au FTO.

Figure 14 - Spectre de diffraction de rayons X : a) Substrat FTO ;

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

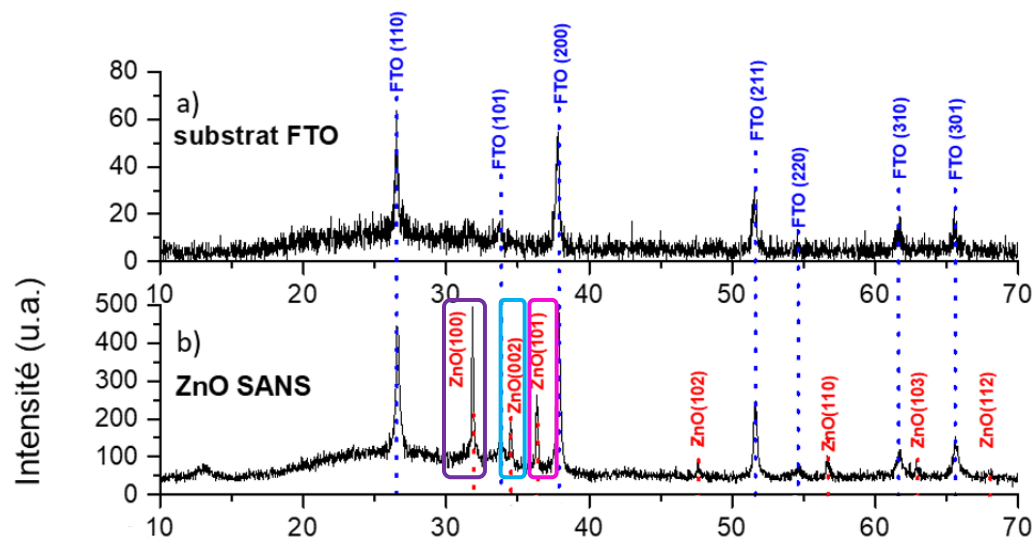
Conclusion

Principe de fonctionnement et mode opératoire  
Résultats et discussions

33/40

# Résultats et discussions

## Résultats :



→ On retrouve tous les pics correspondants au FTO.

→ « **Sans couche d'amorce** » :

- L'intensité du pic **ZnO(100)** est environ deux fois plus élevée que celle des pics **ZnO(002)** et **ZnO(101)** : l'orientation ZnO(100) est privilégiée.

Figure 14 - Spectre de diffraction de rayons X : a) Substrat **FTO** ; b) Substrat FTO **sans couche d'amorce**;

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Principe de fonctionnement et mode opératoire

Résultats et discussions

34/40



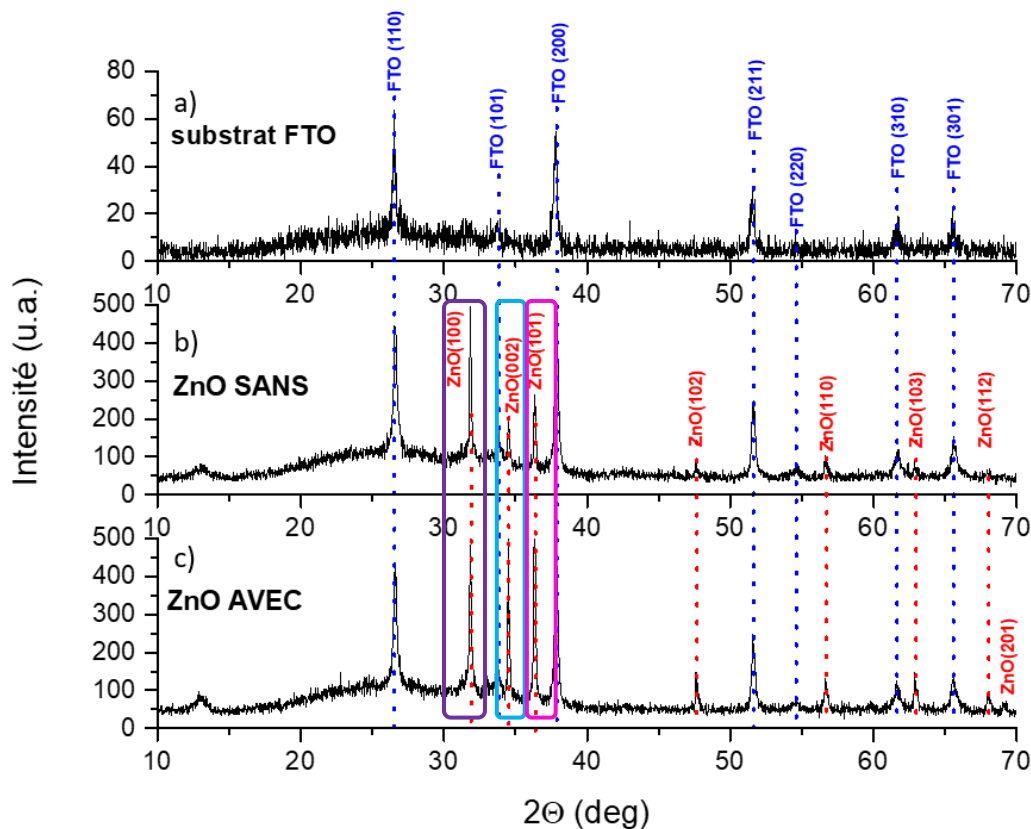


Figure 14 - Spectre de diffraction de rayons X : a) Substrat FTO ; b) Substrat FTO **sans couche d'amorce**; c) Substrat FTO **avec couche d'amorce**.

→ On retrouve tous les pics correspondants au FTO.

→ « **Sans couche d'amorce** » :

- L'intensité du pic **ZnO(100)** est environ deux fois plus élevée que celle des pics **ZnO(002)** et **ZnO(101)** : l'orientation ZnO(100) est privilégiée.

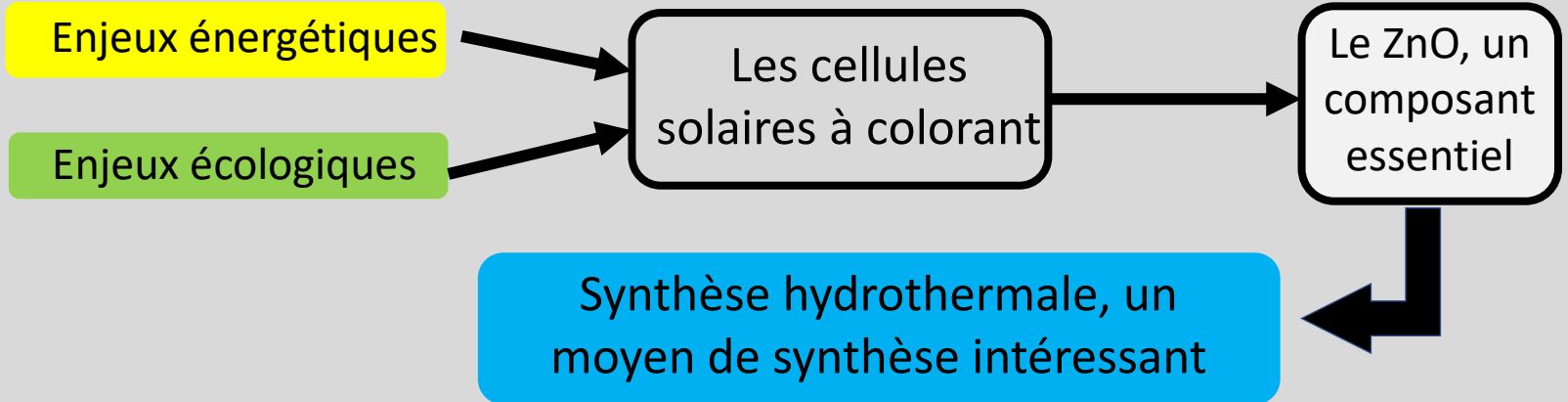
→ « **Avec couche d'amorce** » :

- Beaucoup plus de grains car intensité plus importante que **b**).
- Intensités équivalentes pour les pics **ZnO(100)**, **ZnO(002)** et **ZnO(101)** : pas d'orientation privilégiée.



# **Conclusion**

# Retour sur cette étude



Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Retour sur cette étude

Retour sur la problématique

Perspectives et remerciements

# Retour sur cette étude

Enjeux énergétiques

Enjeux écologiques

Les cellules solaires à colorant

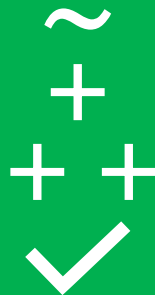
Le ZnO, un composant essentiel

Synthèse hydrothermale, un moyen de synthèse intéressant

## Paramètres :

Taille des bâtonnets  
Densité  
=> Surface spécifique  
Conductivité

Avec couche d'amorce



Sans couche d'amorce



Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

Retour sur cette étude

Retour sur la problématique

Perspectives et remerciements



# Retour sur la problématique

## Rappel de la problématique :

Dans quelle mesure une **synthèse hydrothermale** permet-elle d'élaborer une couche de **nanobâtonnets d'oxyde de zinc** de manière simple et efficace ? Et, quel est l'impact de la **couche d'amorce** sur la croissance des nanobâtonnets ?

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

[Retour sur cette étude](#)

[Retour sur la problématique](#)

[Perspectives et remerciements](#)

## Rappel de la problématique :

Dans quelle mesure une **synthèse hydrothermale** permet-elle d'élaborer une couche de **nanobâtonnets d'oxyde de zinc** de manière simple et efficace ? Et, quel est l'impact de la **couche d'amorce** sur la croissance des nanobâtonnets ?



- La synthèse hydrothermale permet une croissance **simple** et **peu coûteuse** de nanobâtonnets de ZnO sur un substrat de verre conducteur.
- L'ajout d'une couche d'amorce permet d'augmenter significativement la **densité** des nanobâtonnets. Par ailleurs, aucune direction de croissance ne semble privilégiée.

# Perspectives et remerciements

- Comparer le processus de croissance avec d'autres substrats ?
  - Avec d'autres couches d'amorce ?



- Mieux comprendre ce processus de croissance et augmenter les performances des cellules

- **30%** à la lumière ambiante par une équipe de l'EPFL en 2022 !

## Remerciements :

- Un grand merci à Gaelle Amiri, GEMaC.
- Un grand merci à Vincent Sallet, GEMaC.



Gaelle Amiri



Vincent Sallet

Images issues du site du GEMaC, <https://www.gemac.uvsq.fr/annuaire>

Introduction

I. Synthèse hydrothermale

II. Caractérisation des propriétés photoélectriques

III. Caractérisation des propriétés morphologiques : MEB

IV. Caractérisation des propriétés structurales : diffraction rayons X

Conclusion

[Retour sur cette étude](#)

[Retour sur la problématique](#)

[Perspectives et remerciements](#)

# Bibliographie

- [1] Durupthy A., Casalot A., Jaubert A., *Chimie des matériaux inorganiques, 2de année, PC-PC\**, H-Prépa Hachette Livre, Paris, **1996**, chapitres 3, 4 et 5, 24.
- [2] Verrier C., thèse de doctorat : « Fabrication et caractérisation avancée de cellules photovoltaïques à base de nanofils de ZnO », (Université Grenoble Alpes), **2017**.
- [3] Koenig E., Jacobs A., Lisensky G., Properties of Semiconductors: Synthesis of Oriented ZnO for Photoelectrochemistry and Photoremediation, *Journal of Chemical Education*, **2017**, 94, 738-742.
- [4] Ashfold M.N.R., Doherty R.P., Ndifor-Angwafor N.G., Riley D.J., Sun Y., The kinetics of the hydrothermal growth of ZnO nanostructures, *Thin Solid Films* University of Bristol, Bristol, UK, **2007**, 515, 8679-8683.



**Annexe 1** :  
Code Python  
permettant de lire,  
d'extraire les données  
relatives à la  
chronoampérométrie,  
de les mettre en forme  
puis de tracer les  
courbes du II. :

```
1 # -*- coding: utf-8 -*-
2 """
3 @author: Pierre Mazzucotelli
4 """
5 #Importation des bibliothèques
6 import matplotlib.pyplot as plt
7
8 # Définition d'une fonction extractrice des données des fichiers .txt
9 def generation_liste(titre1,titre2):
10
11     with open(titre1, "r") as tf:
12         lines1 = tf.read().split('\n')
13         lines1.pop()
14
15         L1=[float(line) for line in lines1]
16
17     with open(titre2, "r") as tf:
18         lines2 = tf.read().split('\n')
19
20         lines2.pop()
21         L2=[float(line) for line in lines2]
22
23     return L1,L2
24
25 # Génération des listes des grandeurs étudiées
26 temps1,intensite1 = generation_liste('Sans couche amorce_temps.txt',
27                                     'Sans couche amorce_intensite.txt')
28 temps2,intensite2 = generation_liste('Avec couche amorce_temps.txt',
29                                     'Avec couche amorce_intensite.txt')
30
31 # Dimensionnement des intensités
32 intensite1=[1e6*line for line in intensite1]
33 intensite2=[1e6*line for line in intensite2]
34
35 # Affichage
36 plt.plot(temps1,intensite1,color='r', label="FTO sans couche d'amorce")
37 plt.plot(temps2,intensite2,color='g', label="FTO avec couche d'amorce")
38
39 # Mise en forme
40 plt.axis([min(temps1), max(temps1), 0, 1.2*max(intensite2)])
41 plt.ylabel("Intensité (µA)")
42 plt.legend()
43 plt.title('Chronoampérométrie simple sous UV variant périodiquement')
44 plt.grid()
45 plt.show()
```

## Annexe 2 :

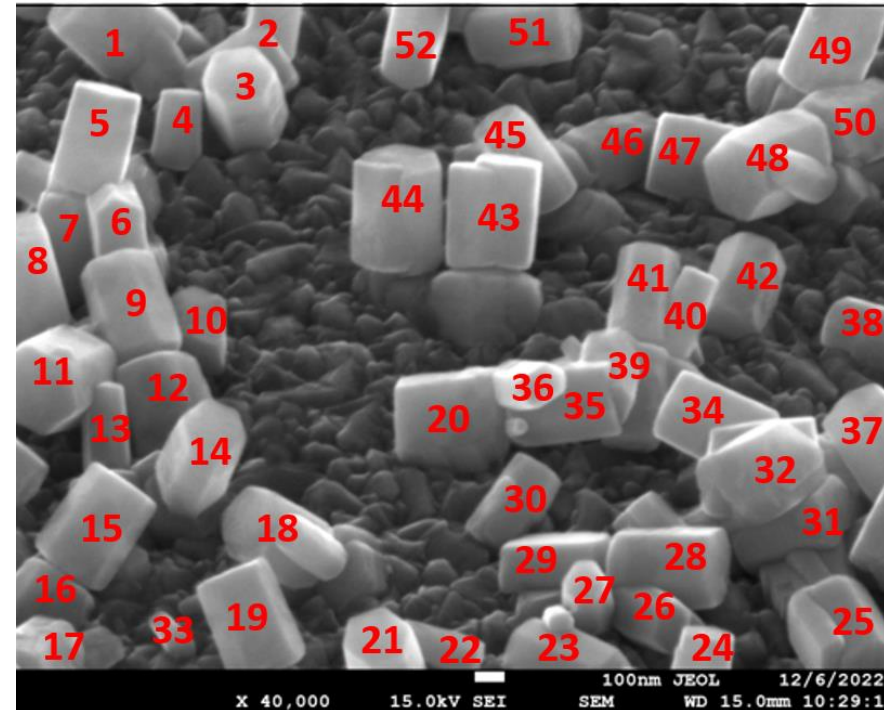
Code Python permettant de lire les images réalisées par microcopie électronique, de les afficher avec en parallèle l'histogramme en niveau de gris correspondant. Quatre bibliothèques sont nécessaires pour la lecture de l'image et le tracé des courbes. La ligne 25, en particulier, permet l'affichage en gradient de gris (cf : palette = "Greys\_r" ) directement sur l'histogramme.

```
1 # -*- coding: utf-8 -*-
2
3 """
4 @ Pierre Mazzucotelli - Histogramme niveau de gris des images MEB
5 """
6
7 # Importation des bibliothèques
8 import numpy as np
9 from imageio import imread
10 import seaborn as sns
11 from matplotlib import pyplot as plt
12
13 #Lecture de l'image
14 img = imread('Zn0-Avec-10000.png')
15
16 #Affichage de l'image
17 plt.subplot(211)
18 plt.title('Image "Avec couche d'amorce" à x40000')
19 plt.axis('off')
20 plt.imshow(img)
21
22 # Tracé de l'histogramme associé à l'image
23 plt.subplot(212)
24 effectif, valeur_gris = np.histogram(img, bins=256, range=(0, 255))
25 sns.barplot(x=valeur_gris[0:-1], y=effectif, palette="Greys_r")
26
27 # Mise en forme
28 plt.title("Diagramme en bâtons des niveaux de gris")
29 plt.xlabel("niveau de gris")
30 plt.ylabel("effectif")
31 plt.xlim([0, 256])
32 plt.ylim([0, 45000])
33 plt.tight_layout()
34 plt.show()
```

| Sans couche d'amorce |                      |                     |                      |                    |  |         |
|----------------------|----------------------|---------------------|----------------------|--------------------|--|---------|
| Nanobottonets n°     | Hauteur mesurée (cm) | Hauteur réelle (nm) | Diamètre mesuré (cm) | Diamètre réel (nm) | Surface active calculée (nm <sup>2</sup> ) |         |
| 1                    | 1                    | 1,8                 | 222                  | 1,3                | 162,5                                      | 216450  |
| 2                    | 2                    | 1,2                 | 147                  | 1,2                | 150  | 132300  |
| 3                    | 3                    | 1,1                 | 133                  | 1,6                | 200  | 153600  |
| 4                    | 4                    | 1,8                 | 222                  | 1,1                | 137,5                                      | 183150  |
| 5                    | 5                    | 2,8                 | 347                  | 1,7                | 212,5                                      | 442425  |
| 6                    | 6                    | 1,1                 | 134                  | 1,3                | 162,5                                      | 130650  |
| 7                    | 7                    | 2,3                 | 285                  | 1,5                | 187,5                                      | 320625  |
| 8                    | 8                    | 2,8                 | 247                  | 2                  | 250  | 370500  |
| 9                    | 9                    | 2,3                 | 284                  | 1,1                | 137,5                                      | 234300  |
| 10                   | 10                   | 0,5                 | 60                   | 2,5                | 312,5                                      | 112500  |
| 11                   | 11                   | 1,2                 | 147                  | 2                  | 250  | 220500  |
| 12                   | 12                   | 2,2                 | 274                  | 1,2                | 150  | 246600  |
| 13                   | 13                   | 1,8                 | 222                  | 1,3                | 162,5                                      | 216450  |
| 14                   | 14                   | 1                   | 122                  | 1,9                | 237,5                                      | 173850  |
| 15                   | 15                   | 2,7                 | 334                  | 2,1                | 262,5                                      | 526050  |
| 16                   | 16                   | 1,4                 | 174                  | 2                  | 250  | 261000  |
| 17                   | 17                   | 1                   | 122                  | 1,2                | 150  | 109800  |
| 18                   | 18                   | 2,8                 | 347                  | 1,7                | 212,5                                      | 442425  |
| 19                   | 19                   | 2,8                 | 347                  | 2,1                | 262,5                                      | 546525  |
| 20                   | 20                   | 2,2                 | 271                  | 2                  | 250  | 406500  |
| 21                   | 21                   | 1,1                 | 234                  | 1,9                | 237,5                                      | 333450  |
| 22                   | 22                   | 1,8                 | 222                  | 0,9                | 112,5                                      | 149850  |
| 23                   | 23                   | 2,3                 | 284                  | 1,4                | 175  | 298200  |
| 24                   | 24                   | 1,1                 | 134                  | 1,4                | 175  | 140700  |
| 25                   | 25                   | 1                   | 122                  | 2,1                | 262,5                                      | 192150  |
| 26                   | 26                   | 1,1                 | 134                  | 1,3                | 162,5                                      | 130650  |
| 27                   | 27                   | 0,5                 | 60                   | 1,3                | 162,5                                      | 58500   |
| 28                   | 28                   | 2,4                 | 297                  | 1,7                | 212,5                                      | 378675  |
| 29                   | 29                   | 2,4                 | 297                  | 1,2                | 150  | 267300  |
| 30                   | 30                   | 2,3                 | 284                  | 1,4                | 175  | 298200  |
| 31                   | 31                   | 2,3                 | 284                  | 1,5                | 187,5                                      | 319500  |
| 32                   | 32                   | 1,3                 | 162                  | 2,2                | 275  | 267300  |
| 33                   | 33                   | 1,1                 | 134                  | 0,6                | 75   | 60300   |
| 34                   | 34                   | 2,3                 | 284                  | 2                  | 250  | 426000  |
| 35                   | 35                   | 2,4                 | 297                  | 1,9                | 237,5                                      | 423225  |
| 36                   | 36                   | 0,8                 | 97                   | 1                  | 125  | 72750   |
| 37                   | 37                   | 1,8                 | 223                  | 1,8                | 225  | 301050  |
| 38                   | 38                   | 1,4                 | 174                  | 1,3                | 162,5                                      | 169650  |
| 39                   | 39                   | 1                   | 122                  | 1,5                | 187,5                                      | 137250  |
| 40                   | 40                   | 1,8                 | 222                  | 1                  | 125  | 166500  |
| 41                   | 41                   | 2,1                 | 260                  | 1,5                | 187,5                                      | 292500  |
| 42                   | 42                   | 1,8                 | 222                  | 1,9                | 237,5                                      | 316350  |
| 43                   | 43                   | 4,8                 | 597                  | 2,5                | 312,5                                      | 1119375 |
| 44                   | 44                   | 2,6                 | 322                  | 2,2                | 275  | 531300  |
| 45                   | 45                   | 2,4                 | 297                  | 1,2                | 150  | 267300  |
| 46                   | 46                   | 1,7                 | 209                  | 1,8                | 225  | 282150  |
| 47                   | 47                   | 1,9                 | 234                  | 1,6                | 200  | 280800  |
| 48                   | 48                   | 1,8                 | 222                  | 2,4                | 300  | 399600  |
| 49                   | 49                   | 2,1                 | 259                  | 2,1                | 262,5                                      | 407925  |
| 50                   | 50                   | 0,9                 | 109                  | 2,1                | 262,5                                      | 171675  |
| 51                   | 51                   | 2,3                 | 285                  | 1,5                | 187,5                                      | 320625  |
| 52                   | 52                   | 1,8                 | 222                  | 1,4                | 175  | 233100  |

### Annexe 3 : Analyse quantitative de la plaque « sans couche d'amorce » au grossissement x40 000.

Plaque « sans couche d'amorce »



- **Ordre de grandeur** : hauteur moyenne de l'ordre de  $2 \cdot 10^{-7} m$

- **Calculs statistiques** :

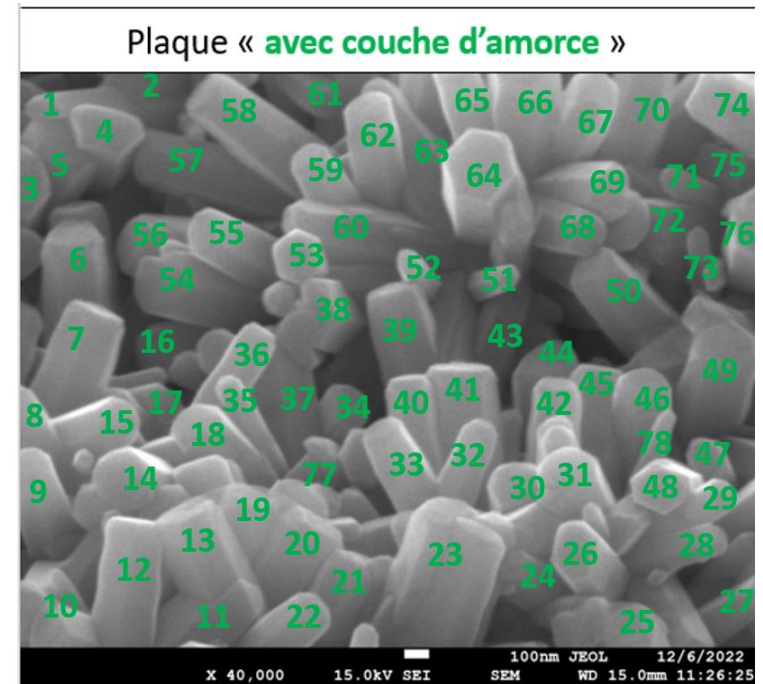
Surface active totale :  $15 \cdot 10^6 \pm 8 \% \text{ nm}^2$  (déterminé par Excel)

Surface plaque photo =  $37 \cdot 10^4 \pm 2 \% \text{ nm}^2$  (déterminé en propageant « à la main »)

$$\text{Surface active totale / Surface plaque photo} = 3,92 \pm 0,32 \approx 4$$

| 59               | Avec couche d'amorce |                     |                 |                    |  |          |
|------------------|----------------------|---------------------|-----------------|--------------------|--|----------|
| Nanoballonets n° | Hauteur mesurée (cm) | Hauteur réelle (nm) | Diamètre mesuré | Diamètre réel (nm) | Surface active calculée (nm <sup>2</sup> ) |          |
| 60               | 1                    | 3,2                 | 400             | 1,4                | 175  | 420000   |
| 61               | 2                    | 1,2                 | 150             | 2,2                | 275  | 247500   |
| 62               | 3                    | 1                   | 125             | 1,3                | 162,5                                      | 121875   |
| 63               | 4                    | 1,3                 | 162,5           | 1,8                | 225  | 219375   |
| 64               | 5                    | 1,8                 | 225             | 2,2                | 275  | 268125   |
| 65               | 6                    | 2,8                 | 350             | 1,7                | 212,5                                      | 446250   |
| 66               | 7                    | 2,7                 | 337,5           | 1,8                | 225  | 455625   |
| 67               | 8                    | 2,7                 | 337,5           | 0,8                | 100  | 202500   |
| 68               | 9                    | 3,2                 | 400             | 1,2                | 150  | 360000   |
| 69               | 10                   | 1,4                 | 175             | 1,8                | 225  | 236250   |
| 70               | 11                   | 2,2                 | 275             | 1,7                | 212,5                                      | 350625   |
| 71               | 12                   | 4                   | 500             | 2                  | 250  | 750000   |
| 72               | 13                   | 2,6                 | 325             | 2,7                | 337,5                                      | 658125   |
| 73               | 14                   | 1,4                 | 175             | 2,2                | 275  | 288750   |
| 74               | 15                   | 2,4                 | 300             | 1,5                | 187,5                                      | 337500   |
| 75               | 16                   | 1,7                 | 212,5           | 1,2                | 150  | 191250   |
| 76               | 17                   | 1,1                 | 137,5           | 1,2                | 150  | 123750   |
| 77               | 18                   | 3,4                 | 425             | 1,7                | 212,5                                      | 541875   |
| 78               | 19                   | 1,7                 | 212,5           | 1,5                | 187,5                                      | 239062,5 |
| 79               | 20                   | 2,7                 | 337,5           | 1,8                | 225  | 455625   |
| 80               | 21                   | 2,7                 | 337,5           | 1,7                | 212,5                                      | 430312,5 |
| 81               | 22                   | 2,5                 | 312,5           | 1,5                | 187,5                                      | 351562,5 |
| 82               | 23                   | 4,2                 | 525             | 3,2                | 400  | 1260000  |
| 83               | 24                   | 1,7                 | 212,5           | 1,3                | 162,5                                      | 207187,5 |
| 84               | 25                   | 1,2                 | 150             | 1,4                | 175  | 157500   |
| 85               | 26                   | 1,7                 | 212,5           | 1,9                | 237,5                                      | 302812,5 |
| 86               | 27                   | 2,2                 | 275             | 1,2                | 150  | 247500   |
| 87               | 28                   | 3,2                 | 400             | 1,2                | 150  | 360000   |
| 88               | 29                   | 2,7                 | 337,5           | 1,2                | 150  | 303750   |
| 89               | 30                   | 0,8                 | 100             | 1,9                | 237,5                                      | 142500   |
| 90               | 31                   | 1,7                 | 212,5           | 2                  | 250  | 318750   |
| 91               | 32                   | 2,6                 | 325             | 1,4                | 175  | 341250   |
| 92               | 33                   | 2,5                 | 312,5           | 1,5                | 187,5                                      | 351562,5 |
| 93               | 34                   | 1                   | 125             | 1,7                | 212,5                                      | 159375   |
| 94               | 35                   | 3,2                 | 400             | 0,9                | 112,5                                      | 270000   |
| 95               | 36                   | 3,1                 | 387,5           | 1,4                | 175  | 406875   |
| 96               | 37                   | 2,7                 | 337,5           | 1,7                | 212,5                                      | 430312,5 |
| 97               | 38                   | 1,2                 | 150             | 2                  | 250  | 225000   |
| 98               | 39                   | 2,7                 | 337,5           | 2,2                | 275  | 556875   |
| 99               | 40                   | 3,2                 | 400             | 1,7                | 212,5                                      | 510000   |
| 100              | 41                   | 2,7                 | 337,5           | 2,2                | 275  | 556875   |
| 101              | 42                   | 2,7                 | 337,5           | 1,8                | 225  | 455625   |
| 102              | 43                   | 3,2                 | 400             | 1,6                | 200  | 480000   |
| 103              | 44                   | 2,2                 | 275             | 2,2                | 275  | 453750   |
| 104              | 45                   | 2,7                 | 337,5           | 1,7                | 212,5                                      | 430312,5 |
| 105              | 46                   | 2,7                 | 337,5           | 1,8                | 225  | 455625   |
| 106              | 47                   | 1,5                 | 187,5           | 1,2                | 150  | 168750   |
| 107              | 48                   | 0,7                 | 87,5            | 2,2                | 275  | 144375   |
| 108              | 49                   | 3                   | 375             | 2,3                | 287,5                                      | 646875   |
| 109              | 50                   | 3,2                 | 400             | 1,7                | 212,5                                      | 510000   |
| 110              | 51                   | 1,5                 | 187,5           | 0,7                | 87,5                                       | 98437,5  |
| 111              | 52                   | 0,7                 | 87,5            | 0,8                | 100  | 52500    |
| 112              | 53                   | 0,7                 | 87,5            | 1,4                | 175  | 91875    |
| 113              | 54                   | 3,7                 | 462,5           | 1,8                | 225  | 624375   |
| 114              | 55                   | 2,7                 | 337,5           | 1,7                | 212,5                                      | 430312,5 |
| 115              | 56                   | 1,7                 | 212,5           | 1,8                | 225  | 286875   |
| 116              | 57                   | 4,3                 | 537,5           | 1,7                | 212,5                                      | 685312,5 |
| 117              | 58                   | 4,2                 | 525             | 1,6                | 200  | 630000   |
| 118              | 59                   | 1,7                 | 212,5           | 1,4                | 175  | 223125   |
| 119              | 60                   | 4,2                 | 525             | 1,7                | 212,5                                      | 669375   |
| 120              | 61                   | 1,7                 | 212,5           | 1,4                | 175  | 223125   |
| 121              | 62                   | 3,2                 | 400             | 1,8                | 225  | 540000   |
| 122              | 63                   | 2,7                 | 337,5           | 1                  | 125  | 253125   |
| 123              | 64                   | 1,7                 | 212,5           | 2,3                | 287,5                                      | 366562,5 |
| 124              | 65                   | 2,6                 | 325             | 1,8                | 225  | 438750   |
| 125              | 66                   | 3                   | 375             | 2,2                | 275  | 618750   |
| 126              | 67                   | 2,8                 | 350             | 1,9                | 237,5                                      | 498750   |
| 127              | 68                   | 2,7                 | 337,5           | 1,1                | 137,5                                      | 278437,5 |
| 128              | 69                   | 2,8                 | 350             | 1,7                | 212,5                                      | 446250   |
| 129              | 70                   | 3,2                 | 400             | 1,9                | 237,5                                      | 570000   |
| 130              | 71                   | 1,7                 | 212,5           | 0,6                | 75   | 95625    |
| 131              | 72                   | 1,7                 | 212,5           | 1,8                | 225  | 286875   |
| 132              | 73                   | 1,7                 | 212,5           | 0,7                | 87,5                                       | 11562,5  |
| 133              | 74                   | 2,7                 | 337,5           | 1,9                | 237,5                                      | 480937,5 |
| 134              | 75                   | 1,7                 | 212,5           | 1,2                | 150  | 191250   |
| 135              | 76                   | 1,4                 | 175             | 1,2                | 150  | 157500   |
| 136              | 77                   | 0,8                 | 100             | 0,8                | 100  | 60000    |
| 137              | 78                   | 2,2                 | 275             | 0,7                | 87,5                                       | 144375   |

## Annexe 4 : Analyse quantitative de la plaque « avec couche d'amorce » au grossissement x40 000.



- **Ordre de grandeur** : hauteur moyenne de l'ordre de  $2 \cdot 10^{-7} m$
- **Calculs statistiques** :  
 Surface plaque photo =  $37 \cdot 10^4 \pm 2 \% nm^2$   
 Surface active totale =  $29 \cdot 10^6 \pm 6 \% nm^2$

Surface active totale / Surface plaque photo =  $7,46 \pm 0,49 \approx 7,5$