



Université Mohamed Khider de Biskra
Faculté des sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie
Département des Sciences de la matière

MÉMOIRE DE MASTER

Domaine de Sciences de la matière
Filière de chimie
Chimie des matériaux

Réf. :

Présenté et soutenu par :
Hassanine Ghada et Hassani Amina

Le : jeudi 26 avril 2018

Synthèse, caractérisation et propriétés Photo-catalytique d'un composite à base de Fer et Bismuth $\text{BiFeO}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$

Jury :

Mlle. SRITL.FATIMA	M.C.«A»	Université Med Khider-Biskra	président
Mr. DJANI.FAIÇAL	M.C.«A»	Université Med Khider-Biskra	Rapporteur
Mr. MAKHLOUFI.RACHID	M.C.«B»	Université Med Khider-Biskra	Examineur

Remerciements

Nous remercions Dieu, de tout-puissant, qui nos donné la force et le courage pour poursuivre notre étude.

Mes remerciements les plus sincères à Mr Djani Faïçal maître de conférences de classe A à l'université de Biskra, qui nous fait l'honneur d'avoir accepté d'encadrer ce mémoire. Sans ses orientations et ses suggestions ce mémoire n'aurait jamais pu voir la lumière.

Nous remercions très chaleureusement Mlle Sriti Fatima Président du jury maître de conférences de classe A et Mr Rachid Makhloufi maître de conférences de classe B pour avoir accepté de participer et d'évaluer ce travail.

Un grand merci à tous les enseignants et les ingénieurs de laboratoire de Département des Sciences de la Matière filière Chimie pour leurs aides.

Nous remercions tous qui ont resté à côté de nos de pré et de loin surtout (Dj. Mazouzi, S. Hachani, Ch. Laiadi) pendant toute cette période de formation.

Merci

DEDICACE

Je dédie ce modeste travail à mon père «Yousef», à celle qui m'a donné
la vie, qui s'est sacrifiée pour mon bonheur et ma réussite, à ma mère

«Fatima»

A mes frères Mohamed et Abd Elaziz et mon unique sœur Zabra

A chaque cousins et cousines sur tous : Ilham.H, Mehdi.H

A toutes mes proches et ma famille HASSANI

Je dédie spécialement ce travail à Mes proches amis Hadjer.F, Tamadhor.R,
Hadjer.G, Nedjla.D, Amel.K, Aida.K, Nedjla.K, Fatima.B et mon binôme de

la vie ma sœur et ma jumelle Ghada.Hassanine

A toute promotion «Master 2» Chimie Des Matériaux 2019.

Amina Hassani

DEDICACE

Malgré qu'il ait quitté ma vie, il a vécu dans mon cœur

À mon cher père Ali;

A ma très chère mère;

A mon frère Mostafa et mes sœurs Mayada et Dhikra;

A Mon fiancé Mohamed;

A toutes mes proches et à ma famille.

A mon binôme et chère sœur Amina

A mes amis et ma promotion de 2^{me} master chimie des matériaux

Ghada Hassanine

Sommaire

Abréviations.....	i
Liste des tableaux.....	ii
Liste des figures.....	iii

Introduction générale

Introduction générale.....	1
Références.....	2

Chapitre I

I.1. Introduction.....	3
I.2. BiFeO ₃	6
I.2.1. Effet des nanoparticules de BiFeO ₃ sur différents colorants textiles.....	7
I.2.1.1. Méthyle orange.....	7
I.2.1.2. Rhodamine B.....	8
I.2.1.3. Bleu de méthylène, Noir réactif-5 et Rouge Congo.....	9
I.3. mesures prises pour augmenter l'efficacité du photocatalyseur BiFeO ₃	11
I.3.1. Effet de dopage.....	11
I.3.1.1. Dopage par éléments terres rares.....	11
I.3.1.2. Dopage par d'autres éléments.....	14
I.3.2. Effet de l'insertion de Co-catalyseur.....	16
I.3.3. Effet des composites d'hétérostructure.....	19
I.3.4. Effet des structures 1-D (Nanofibres).....	21

Chapitre II

II.1. Introduction.....	23
II.2. Méthodes de synthèses.....	23
II.2.1. Synthèse par voie liquide.....	23
II.2.1.1. Méthode sol-gel citrate.....	23

II.2.1.1.1. Les avantages du procédé sol-gel.....	25
II.2.1.1.2. Les inconvénients du procédé sol-gel.....	25
II.2.1.2. Méthode de sol -gel combustion.....	26
II.2.1.3. Méthode auto-combustion	26
II.2.1.3.1. choix de glycine.....	26
II.3. Méthodes de caractérisation.....	27
II.3.1. Diffraction des rayons X (DRX)	27
II.3.1.1. Principe	27
II.3.1.2. Diffraction sur poudre	28
II.3.2. L'analyse thermogravimétrie	29
II.3.3. Spectroscopie infrarouge IR	30
II.3.3.1. L'analyse de spectre infrarouge	31
II.3.4. Spectroscopie UV-Vis	32
II.3.4.1. Domaine spectral.....	32
II.3.4.2. Loi d'absorption de la lumière - loi de BEER-LAMBERT.....	32

Chapitre III

III.1. Introduction.....	34
III.2. La synthèse du composite binaire $\text{BiFeO}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$	34
III.2.1. Synthèse par la méthode sol-gel	34
III.2.2. Synthèse par la méthode sol-gel combustion	38
III.2.3. Synthèse par la méthode auto-combustion	41
III.3. Caractérisation.....	44
III.3.1. Analyse thermique (ATG/ATD) du précurseur	44
III.3.2. Analyse par la diffraction des rayons X.....	45
III.3.3. Analyse par Spectroscopie Infrarouge (IR).....	47
II.3.3.1. $\text{BiFeO}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$ préparé par sol-gel	47
II.3.3.2. $\text{BiFeO}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$ préparé par sol-gel combustion	48
II.3.3.3. $\text{BiFeO}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$ préparé par auto-combustion	49

II.3.4. Etude des propriétés photocatalytiques.....	49
II.3.4.1. Photodégradation de BiFeO ₃ -Bi ₂ O ₃ synthétisé par sol-gel.....	50
II.3.4.2. Photodégradation de l'oxyde BiFeO ₃ -Bi ₂ O ₃ synthétisé par sol-gel combustion ...	51
II.3.4.3. Photodégradation de BiFeO ₃ -Bi ₂ O ₃ synthétisé par auto-combustion	53
Références.....	57
Conclusion et perspective.....	65
Annexe	67

Abréviations

ABO ₃	Oxyde de type pérovskites
BFO	Oxyde de BiFeO ₃
AOP	Processus d'oxydation avancée
ATG	Analyse thermogravimétrique
ATD	Analyse thermique différentielle
DRX	Diffraction des rayons X
$d_{(hkl)}$	Distance entre les plans réticulaire
FT-IR	Fourier transformé infrarouge
UV-Vis	Ultraviolet –visible
KBr	Bromure de potassium
MO	Méthyle orange
A	Absorbance

Liste des tableaux

Chapitre I

Tableau I.1	Photocatalyse de méthyle orange par les nanoparticules de BiFeO ₃ .	07
Tableau I.2	Photocatalyse de rhodamine B par les nanoparticules de BiFeO ₃ .	08
Tableau I.3	Photocatalyse du bleu de méthylène, le réactif noir-5, Rouge Congo par les nanoparticules de BiFeO ₃ .	09
Tableau I.4	Photocatalyse du bleu de méthylène, le réactif noir-5, Rouge Congo par les nanoparticules de BiFeO ₃ .	12
Tableau I.5	Nanoparticules de BiFeO ₃ dopées et Co-dopées en tant que photocatalyseur sur différents colorants.	15
Tableau I.6	Différents Co-catalyseurs sur BFO en tant que photocatalyseur sur colorants.	17
Tableau I.7	Composites d'hétérostructures de BiFeO ₃ sur différents polluants.	19
Tableau I.8	Fibres de BiFeO ₃ comme photocatalyseur sur les colorants.	21

Chapitre II

Tableau II.1	Chaleur de combustion pour chacun des agents réducteurs.	27
---------------------	--	-----------

Chapitre III

Tableau III.1	Dissolution des précurseurs employés dans la synthèse du BiFeO ₃ par voie sol gel.	36
Tableau III.2	Les paramètres cristallographiques de BiFeO ₃ et Bi ₂ O ₃ .	47
Tableau III.3	Résumé des résultats des tests photocatalytiques MO/BiFeO ₃ .	55

Liste des figures

Chapitre I

Figure I.1	Le processus impliqué dans la photocatalyse.	01
Figure I.2	Structure des cristaux ABO_3 .	03
Figure I.3	$BiFeO_3$ en tant que photocatalyseur.	04
Figure I.4	Schottky barrière.	16
Figure I.5	potentiel de band de valence et conduction de TiO_2 et $BiFeO_3$.	18

Chapitre II

Figure II.1	Les étapes principales d'une synthèse d'un matériau par voie sol-gel.	25
Figure II.2	Les interférences constructives produisant la condition de Bragg.	28
Figure II.3	Diffractomètre des rayons X (MiniFlix600 RigaKu)	29
Figure II.4	Appareil ATD-ATG LINSEIS STA 2400.	30
Figure II.5	Instrumentation de la spectroscopie infrarouge.	31
Figure II.6	Schéma de principe d'un spectromètre FT-IR.	31
Figure II.7	Représentation schématique qui montre la mesure d'absorbance.	32
Figure II.8	Appareil UV-Visible.	33

Chapitre III

Figure III.1	Les différentes étapes de la synthèse de $BiFeO_3$ par voie sol-gel.	36
Figure III.2	Les différentes étapes de préparation de la poudre $BiFeO_3$ par la méthode sol gel.	37
Figure III.3	Les différentes étapes de la synthèse de $BiFeO_3$ par sol gel combustion.	39
Figure III.4	Différentes étapes de préparation de la poudre $BiFeO_3$ par sol-gel combustion.	40
Figure III.5	les différentes étapes de la synthèse de $BiFeO_3$ par auto-combustion.	42
Figure III.6	Différentes étapes de préparation de la poudre $BiFeO_3$ par Auto-combustion.	43
Figure III.7	Thermogrammes ATG-ATD de l'oxyde $BiFeO_3$.	44
Figure III.8	Comparaison de diffractogramme de la composition préparée par sol gel avec le fichier ASTM (Annexe).	45
Figure III.9	Comparaison de diffractogramme de la composition préparée par sol gel combustion avec le fichier ASTM (Annexe).	46
Figure III.10	Comparaison de diffractogramme de la composition préparée par auto-combustion avec le fichier ASTM (Annexe).	46
Figure III.11	Le spectre infrarouge de $BiFeO_3-Bi_2O_3$ préparé par sol gel (calciné à $800^\circ C$).	48
Figure III.12	Le spectre infrarouge de $BiFeO_3-Bi_2O_3$ préparé par sol gel combustion (calciné à $800^\circ C$).	48
Figure III.13	Spectre infrarouge de $BiFeO_3-Bi_2O_3$ préparé par auto-combustion.	49

Figure III.14	Structure moléculaire de méthyle orange.	50
Figure III.15	Spectre UV- visible du méthyle orange.	50
Figure III.16	Spectre UV- visible du BiFeO ₃ -Bi ₂ O ₃ (sol-gel).	51
Figure III.17	Spectres UV-visible de la photocatalyse par BiFeO ₃ -Bi ₂ O ₃ synthétisé par sol gel (lumière solaire)	51
Figure III.18	Spectre UV-visible du BiFeO ₃ .Bi ₂ O ₃ (sol gel combustion).	52
Figure III.19	Spectres UV- visible de la photocatalyse par BiFeO ₃ -Bi ₂ O ₃ synthétisé par sol-gel combustion (lumière visible).	52
Figure III.20	Spectres UV- visible de la photocatalyse par BiFeO ₃ -Bi ₂ O ₃ synthétisé par sol-gel combustion (lumière solaire).	53
Figure III.21	Spectre UV visible du BiFeO ₃ .Bi ₂ O ₃ (auto-combustion).	53
Figure III.22	Spectres UV- visible de la photocatalyse par BiFeO ₃ -Bi ₂ O ₃ synthétisé par auto-combustion (lumière visible).	54
Figure III.23	Spectres UV- visible de la photocatalyse par BiFeO ₃ .Bi ₂ O ₃ synthétisé par auto-combustion (lumière solaire).	54

Introduction générale

Introduction Générale

La recherche de nouveaux matériaux dans le domaine de la chimie appliquée est un enjeu économique important. Cette recherche particulièrement orientée vers la préparation de matériaux performants qui doivent répondre à certains critères : stabilité chimique et mécanique à long terme, facilité de mise en œuvre et cout faible. Cependant, il est difficile de réunir toutes ces exigences dans un seul matériau. Les propriétés des matériaux sont définies par la nature des liaisons chimique, l'arrangement atomique la microstructure, l'étude des relations entre l'organisation à l'échelle atomique et les propriétés des matériaux constituent le domaine de la science des matériaux [1].

Les oxydes mixtes sont des phases solides homogènes comportant plusieurs types des cations métalliques d'états d'oxydation différents. Les cations se combinent avec les ions oxygènes O^{2-} pour donner des structures cristallographiques bien définies. Les méthodes de préparations, la nature chimique des cations ainsi que la composition chimique de ces oxydes sont d'une importance fondamentale, Ces cations entraînent la variation des propriétés physiques telles que la structure cristallographique, la conductivité électrique et la surface spécifique, induisant ainsi des modifications importantes du comportement électrochimique de ces matériaux [2].

Par rapport à autres matériaux semi-conducteurs photosensibles, les matériaux ABO_3 présentent plusieurs avantages en photocatalyse en raison de la grande concevoir de modifier la bande interdite et d'autres propriétés photophysiques par les cations A et B [3].

Dans le cadre de ce mémoire nous sommes intéressés à la synthèse d'une phase du système $BiFeO_3$ - Bi_2O_3 par méthodes suivantes : sol-gel, sol-gel combustion et auto-combustion. Concernent la caractérisation on à utilisé : DRX, l'analyse par IR, ATG-ATD et UV-visible. En fin nous essayons de faire quelques tests sur l'activité photocatalytiques de notre oxyde, ce travail a pour but de :

- Synthèse d'composite à base de Fer et Bismuth $BiFeO_3$ - Bi_2O_3 par différentes méthodes.
- Caractérisation par différentes techniques.
- Etude des propriétés photocatalytiques.

Cette étude s'article autour de quatre chapitres principaux:

✓ Le premier chapitre, dans lequel nous avons présenté les études précédentes sur l'oxyde bismuth de ferrite BFO, dans le domaine de photocatalyse pour la dégradation des colorants organique comme des polluants issues de l'industrie.

✓ Le deuxième chapitre décrit les différentes techniques expérimentales de synthèse et de caractérisation des matériaux synthétisées.

✓ Le troisième chapitre présente les différentes étapes de la synthèse ainsi que la caractérisation des échantillons, et regroupe les résultats obtenus lors de cette étude.

Bibliographie

- [1] Hasseni , R. (2014). Effet de la température de calcination et de l'agent de complexation sur les propriétés structurales d'un oxyde mixte. thèse de doctorat, université de biskra.
- [2] Adaika, K. (2015). Synthèse et caractérisation physicochimique des oxydes $\text{LaCr}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}_3$. thèse doctorat, Université de Biskra
- [3] Sahnoune, D. (2015). Etude de l'influence des conditions de synthèse sur les propriétés des oxydes de la structure spinelle NiFe_2O_4 , Mémoire de Magister, Université de Biskra.

Chapitre I

Etude bibliographique sur BiFeO_3

I.1. Introduction :

Parmi les 1,39 milliards de mètres cubes d'eau disponibles sur la terre, seulement 2,5% d'eau douce et une simple quantité de 0,29-0,49% est disponible pour l'humanité [1]. D'où le traitement et la réutilisation de l'eau est très importante. La pollution de l'eau est l'un des plus grands défis auxquels sont confrontés par les pays développés et les chercheurs à travers le monde effectuent des différentes approches pour l'éliminer complètement [2]. Les effluents de différentes industries comme le textile et la pharmacie sont devenues une grande menace pour l'environnement [3]. Certains effluents sont toxiques pour la vie aquatique et certains colorants des industries textiles peuvent devenir cancérigènes par décoloration anaérobie [4]. C'est une indication claire de la nécessité de traiter les effluents avant leur rejet dans les eaux. Les approches habituelles utilisées pour le traitement de l'eau sont 1) Adsorption 2) Sédimentation 3) Coagulation et 4) Flottement des ions [5]. Une technique appelée oxydation avancée.

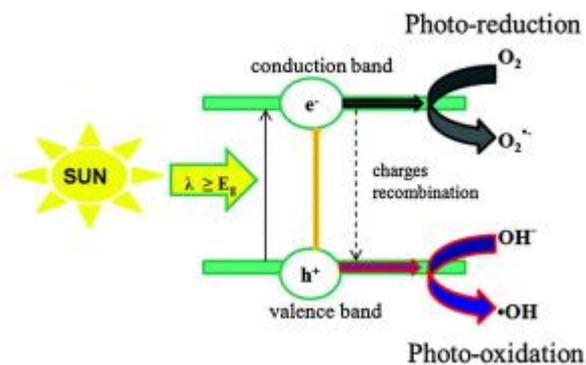


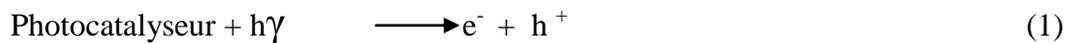
Figure I.1: Le processus impliqué dans la photocatalyse [6].

Le processus (AOP) est une bonne alternative pour le traitement des eaux usées. La technique AOP utilise une méthode d'oxydation des effluents par radical hydroxyle OH[•] [7]. Ce processus comprend les étapes suivantes:

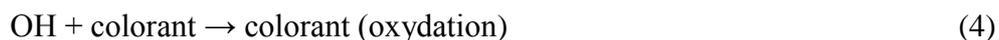
- i) Formation d'OH⁻ (ions hydroxydes).
- ii) Attaque initiale des molécules cibles par les radicaux OH[•] et décomposition ultérieure en molécules plus petites et en substances moins nocives jusqu'à minéralisation complète.

La capacité de détruire presque tous les effluents organiques toxiques en ne le transfert de la pollution sous une autre forme confère à cette technique un remettre différentes

techniques existantes [8]. Cette méthode est très adaptable à petite échelle et convient aux pays développés qu'ils sont les principales victimes de la pollution de l'eau. Certaines techniques AOP sont 1) la technique UV-Photolytique 2) Fenton procédé 3) procédé photo-Fenton 4) procédé d'ozonation 5) sonolyse 6) photocatalyse 7) biodégradation [9]. De toutes ces techniques, la photocatalyse est un outil très prometteur en raison de son utilisation pour la récolte de l'énergie solaire pour traiter les effluents dans les eaux usées. Le processus impliqué dans la photocatalyse est la suivante - lorsque la lumière d'énergie égale à ou supérieure à la bande interdite du semi-conducteur tombe sur elle il y a une génération de paire e^- / lacune et ils se déplacent vers la surface du catalyseur et subissent des réactions redox avec les composés liés à la surface. Les molécules d'eau (H₂O) sont oxydées par les trous pour produire des radicaux OH[•] et les électrons réduisent l'oxygène dissous pour produire un anion radicalaire superoxyde O²⁻ (c'est-à-dire) oxygène.



Les radicaux OH[•] et les ions O²⁻ produits, oxydent et réduisent les molécules de colorant pour produire d'autres espèces plus simples conduisant ainsi à décoloration du colorant. Les anions radicalaires superoxydes réagissent avec des ions H⁺ et conduisent à la formation de plus de radicaux OH[•] qui aide à l'oxydation du colorant.



Sans la présence de molécules d'oxygène et d'eau dissoutes, il n'y aura pas de formation de radicaux OH[•] et par conséquent il n'y aura aucune dégradation de la molécule de colorant par la photocatalyse [2].

Figure I.1 montre le processus général impliqué dans la photocatalyse. Chaque fois que la lumière tombe sur le semi-conducteur, il y a formation de la paire d'électrons et de trous.

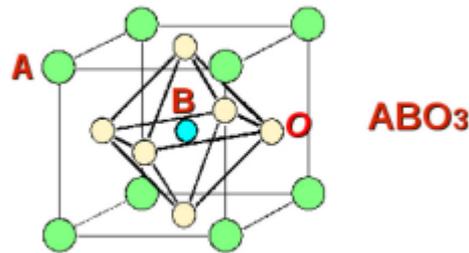


Figure I.2: Structure des cristaux ABO₃.

Des Semi-conducteurs photosensibles comme TiO₂, Le ZnO, le CdS, le ZnS ont été étudiés de manière approfondie pour la photocatalyse. Mais la plupart d'entre eux sont des semi-conducteurs à bande interdite large qui n'absorbent que dans la région UV du spectre solaire, qui ne forme que 4% de celui-ci. L'efficacité de ce processus est grandement réduite par la recombinaison des paires e⁻/trous (c.-à-d.) diminuant indirectement l'efficacité du photocatalyseur lui-même [10]. Cependant, les années passées, un nouveau groupe de matériaux relevant de la classe de structure pérovskite est devenue des matériaux de grand intérêt pour les applications photocatalytiques [11]. Les cristaux de pérovskite ont la formule générale ABX₃, où A et B sont deux cations de tailles différentes. Le cation A est plus grand que le cation B. Les propriétés des cristaux sont déterminées par les cations. X est l'anion qui se lie aux cations. X peut être un halogénure ou un oxyde. La pérovskite ABX₃ idéale présente une symétrie cubique avec le groupe d'espace Pm $\bar{3}$ m, où le cation B est coordonné à 6 fois et le cation A est coordonné 12 fois cubo octaèdre coordonné entouré par un octaèdre d'X-anions. Cette étude a été limitée à Pérovskites ABO₃ **Figure I.2** qui peut être facilement synthétisés et principalement étudié.

La pérovskite ABO₃ présente des distorsions du réseau qui se traduisent par transfert des phases cristallines dans les phases suivantes: phases orthogonales, tétragonale, monocliniques et tricliniques. Les différents degrés de basculement résultats dans différentes propriétés électroniques et optiques. Par rapport à autres matériaux semi-conducteurs photosensibles, les matériaux ABO₃ présentent plusieurs avantages en photocatalyse en raison de la grande concevoir de modifier la bande interdite et d'autres propriétés photophysiques en les cations A et B [12]. Certains pérovskites ABO₃ rapportés destinés à l'application de la photocatalyse appartiennent aux différents groupes comme (i) Titanates: SrTiO₃, BaTiO₃, CaTiO₃, CoTiO₃, NiTiO₃, FeTiO₃, CdTiO₃ (ii) Tantalates: NaTaO₃, AgTaO₃, KTaO₃ (iii) Ferrites: BiFeO₃, LaFeO₃, GdFeO₃ (iv) D'autres, comme LaCaO₃, LaNiO₃ [13]. BiFeO₃ est un photocatalyseur largement étudié depuis (i) son la bande interdite se situe dans la région

visible du spectre solaire (ii) montrant un comportement multiferroïque à la température ambiante qui facilite une séparation efficace des porteurs de charge et (iii) une stabilité chimique élevée de l'échantillon [14]. Dans cette revue, les différents travaux réalisés sur BiFeO₃ nanostructures basées sur la dégradation photocatalytique de diverses molécules organiques sont présentées.

I.2. BiFeO₃ :

Le matériau BiFeO₃ (BFO) présente un comportement multiferroïque à une température ambiante. Le BFO montre une température de Neel de 370 °C et une température de curie de 830 °C. Bien que les matériaux BiFeO₃ puissent être facilement préparés à température ambiante, ces matériaux présentent souvent des phases impures comme Bi₂Fe₄O₉ et Bi₂₅FeO₃₉ [15]. Le BiFeO₃ multiferroïque présente une structure pérovskite de déformation rhomboédrique avec groupe d'espace R3c à température ambiante.

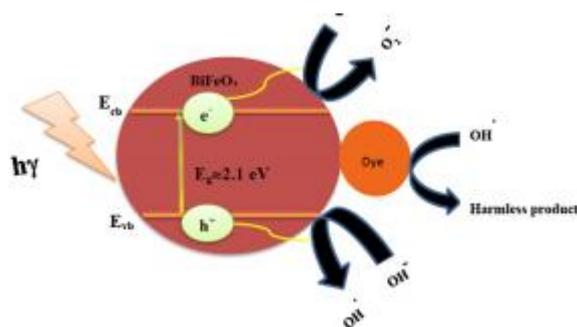


Figure I.3 : BiFeO₃ en tant que photocatalyseur.

La propriété de couplage magnétoélectrique de BiFeO₃ ouvre de nombreux degrés de liberté, grâce à ce que ces multiferroïques peuvent être utilisés dans les domaines de la mémoire non volatile, de la spintronique, des capteurs et des dispositifs piézoélectriques [16]. De plus, la bande interdite de BiFeO₃ située dans la région de la lumière visible du spectre solaire étend leur horizon au domaine de la photovoltaïque et de la photocatalyse [17].

Le mécanisme de photocatalyse impliqué dans la dégradation du colorant à l'aide de la nanoparticule BiFeO₃ en tant que photocatalyseur est illustré à la **Figure I.3**.

I.2.1. Effet des nanoparticules de BiFeO₃ sur différents colorants textiles :

Les nanoparticules de BiFeO₃ se sont avérées avoir une bonne propriété catalytique dans le spectre solaire visible. L'effet des nanoparticules de BiFeO₃ sur différents colorants tels que Le méthyle orange (MO), la rhodamine B (RhB), le bleu de méthylène (MB), le rouge Congo (CR) et le noir réactif-5 (RB-5) sont résumés.

I.2.1.1. Méthyle orange :

Le **Tableau I.1** montre divers travaux effectués à l'aide de nanoparticules de BiFeO₃ sur du méthyle orange, un colorant azoïque largement utilisé dans l'industrie textile. Malgré leur large application, il a été rapporté qu'ils présentaient une propriété mutagène [18].

Tableau I.1: Photocatalyse de méthyle orange par le BiFeO₃ nanoparticule :

N	Méthode de synthèse	Taille des particules	Band e gap (eV)	Conditions expérimental	% dégradation de colorant
1	Hydrothermal	1400 nm	2.05	30mg/l de PC ; 5mg/l de colorant ; 300W lampe Xe.	72% après 35 min
2	Co-précipitation	150-200 nm	2.1	6.4mmol/l de PC ; 20mg/l de colorant ; 70 W lampe UV.	>95% après 260 min
3	Sol-gel	50-250 nm	2.1-2.2	30 mg/l de PC; 5 mg/l de colorant ; 300W lampe Xe.	100% après 460 min
4	Poly acrylamide gel	52 nm	2.12	2.5 g/l de PC; 10 mg/l de colorant; 20W-Hg lampe & 20W-triphosphore. Lampes fluorescent.	70% à la lumière UV et 40% à la lumière visible après 360 min
5	Sol-gel	80-120 nm	2.18	30mmol/l de PC; 15 mg/l de colorant; 300W lampe Xe.	90% après 16 h à la lumière visible et 90% après 8 h à la lumière UV
6	Sol-gel; Hydrogénation à la surface de BFO	150 nm	2.20-2.01	0.3g de PC ; 5mg/l de colorant ; 300W lampe Xe.	75% après 2h
7	Hydrothermal	67-120 nm	1.97-2.12	0.2g de PC ; 5mg/l de colorant ; 300W lampe Xe.	30% après 210 min

I.2.1.2. Rhodamine B :

La rhodamine B (RhB) est un colorant cationique utilisé dans de nombreuses applications industrielles. Ce colorant ajouté à sa merveilleuse application est également identifié pour avoir certaines propriétés cancérigènes [19]. **Tableau I.2** donne le détail des travaux menés sur le colorant Rhodamine B.

Tableau I.2: Photocatalyse de rhodamine B par les nanoparticules de BiFeO₃.

N	Méthode de synthèse	Forme et taille des particules	Bande gap (eV)	Conditions expérimental	% dégradation de colorant
1	Hydrothermal	100-150 nm	2.1	0.15 g de PC ; 4.8 mg/l de colorant ; 500W lampe Xe.	40% après 4h
2	Hydrothermal avec micro-onde assisté	Différentes morphologies ; ballon (10 µm) fleur (1 µm) miel d'abeille (10 µm)	2.08 2.06 1.93	0.1g de PC ; 20mg/l de colorant ; 300 W lampe Hg.	49% 61% 87% après 240 min
3	Ultrason	60-80 nm	2.0	0.5 g/l de PC; 25 mg/l de colorant ; lumière solaire.	100% après 40 min
4	Sol-gel	35 nm 128 nm	2.06 2.324±0.013	0.02 g de PC; 10 ⁻⁵ mol/l de colorant; 500W lampe Xe. 5 mg/l de PC ; 1mg/l de colorant ; 500W Lampes Xe.	100% après 60 min 84% après 50 min
5	Auto-combustion	20 nm	2.0	4.8mg/l de colorant ; 300m de PC; simulator solaire AM 1.5.	>95% après 10 min

I.2.1.3. Bleu de méthylène, Noir réactif-5 et Rouge Congo :

Le bleu de méthylène est un colorant thiazine cationique bleu largement utilisé dans le domaine médical pour traiter diverses maladies et troubles. Sa formule chimique est C₁₆H₁₈N₃SCL [20]. Le noir réactif-5 (RB-5) est un colorant azoïque qui, lors de la réaction avec des fibres textiles, forme une liaison colorant covalent-fibres lors de la réaction avec des fibres textiles [21]. Les colorants azoïques réactifs libérés par les industries de teinture des textiles sont réputés être très récalcitrants aux procédés classiques de traitement des eaux usées. Il a été observé que près de 90% des colorants réactifs, même après le traitement des boues, resteraient inchangés. Le rouge Congo (CR) est l'un des colorants diazo secondaires les plus fréquemment utilisés. La benzidine est un métabolite toxique du rouge Congo, responsable du cancer de la vessie chez l'homme cependant, ces colorants sont couramment utilisés dans l'industrie textile [20]. Les détails des travaux effectués à l'aide de nanoparticules BFO sur le bleu de méthylène, le noir réactif 5, le rouge Congo sont présentés dans le **Tableau I.3**.

Tableau I.3: Photocatalyse du bleu de méthylène, le réactif noir-5, Rouge Congo par les nanoparticules de BiFeO₃.

N	Méthode de synthèse	Colorant	Forme et taille des particules	Bande gap (eV)	Conditions expérimental	% dégradation de colorant
1	Ultrason	Blue de méthylène	40.12 nm	2.17	1.5mg/l de BM; 0.5 g/l de PC ; lumière solaire.	100% après 90 min
2	solvothormal	Blue de méthylène	Microsphères	2.1	50mg de PC ; 10 mg/l de colorant ; 500 W lampe Xe.	86% après 240 min
3	Ultrason	Noir réactif-5	50-80 nm	2.07	2.5 g/l de RB-5; 0.5 g/l de PC ; lumière solaire.	99% après 50 min
4	Hydrothermal	Rouge Congo	5 et 50 nm	2.19 et 2.1	10 mg/l de colorant; 2 g/l de PC; 500W lampe Xe.	95% après 120 min
5	Sol-gel	Blue de méthylène	128 nm	2.324±0.013	1 mg/l de colorant ; 5 mg/l de PC ; 500W lampe Xe	68% après 50 min

Le travail effectué sur la dégradation de différents colorants textiles en utilisant des nanoparticules de BiFeO₃ comme photocatalyseur est expliqué ici [23]. Les études permettent de déduire que la procédure de synthèse joue un rôle important dans la formation de (i) particules plus petites et (ii) de morphologie avec une surface spécifique plus grande puisque photocatalytique est une surface montrant une plus grande activité photocatalytique que leurs homologues en vrac d'autre part, on constate que le pH de la solution a une grande influence sur la décoloration du colorant par les nanoparticules de BiFeO₃. Le point isoélectrique des nanoparticules de BFO se situe autour du pH 2, ce qui signifie qu'à un pH inférieur, le nombre de Co-ions entourant les nanoparticules de BFO est moindre, ce qui ouvre la voie à une plus grande adsorption des molécules de colorant sur la surface du catalyseur ceci est vérifié par les études effectuées à l'aide de mesures de potentiel zêta par [24]. Les nanoparticules de BiFeO₃ ont montré une recyclabilité et une stabilité même après 5 cycles, bien qu'une photocorrosion sur des nanoparticules de BiFeO₃ ait été rapportée à l'aide d'études de spectroscopie photoélectronique par rayons X (XPS) [25]. Pour le traitement de l'eau chargée en polluants organiques inorganiques et microbiens La photocatalyse à semi-conducteurs est une technologie prometteuse, mais la séparation et le recyclage du catalyseur sous forme d'une poudre après le traitement sont extrêmement difficiles il en résulte non seulement une perte de l'agent photocatalytique, mais également une pollution secondaire par les particules photocatalytiques [26]. Cette difficulté est facilement surmontée en utilisant les photocatalyseurs BiFeO₃ en raison de sa propriété magnétique qui facilite le retrait des particules en utilisant des aimants, le traitement est terminé [27]. Mis à part la surface plus élevée, une taille de particule plus faible créant des lacunes d'oxygène à la surface de la propriété des nanoparticules de BiFeO₃ car ces défauts contribuent à la séparation efficace des charges photo-générées ainsi qu'à une amélioration de l'absorption optique des photocatalyseurs BFO [28]. Les améliorations des propriétés ont été confirmées par des études de photoluminescence (PL) et de spectroscopie d'impédance électronique (EIS). Cependant, il convient de noter que si les défauts atteignent la surface au-delà du niveau optimal, ils agissent comme des centres de recombinaison. Presque toutes les études de dégradation photocatalytique de BiFeO₃ rapportées par les chercheurs obéissent à la cinétique de pseudo-premier ordre se rapportent également au modèle de Langmuir-Hinshelwood modifié [29]. Une autre observation intéressante était que les nanoparticules de BFO présentaient une activité photocatalytique supérieure à la lumière ultraviolette plutôt qu'à la lumière visible. La raison en est peut-être due au fait que la source soit entièrement une source UV, pour laquelle l'énergie de la lumière UV ($E=h\nu$) largement utilisée est supérieure à

la lumière visible car elle a des longueurs d'ondes plus courtes. En réalité, le spectre solaire ne contient que 3 à 4% de lumière ultraviolette.

Mais à ce jour, la commercialisation des nanoparticules de BiFeO₃ en tant que fibre textile utilisant une technologie à base d'oxydes photocatalytiques n'est toujours pas possible en raison de la faible activité photocatalytique des nanoparticules de BiFeO₃, malgré le grand potentiel qu'elle offre en termes de décoloration des colorants [30]. Différents chercheurs ont pris différentes mesures pour surmonter et accroître l'efficacité de la photocatalyse de BiFeO₃.

I.3. Mesures prises pour augmenter l'efficacité du photocatalyseur BiFeO₃ :

I.3.1. Effet du dopage :

L'introduction des atomes étrangers comme dopants au niveau des sites A ou B ou bien les deux sites A et B simultanément de la phase BiFeO₃ a une influence sur la propriété multiferroïque. Par conséquent, il est raisonnable d'observer certains effets positifs sur la propriété photocatalytique de BiFeO₃.

I.3.1.1. Dopage par éléments terres rares :

Les éléments des terres rares (ER) sont un ensemble de dix-sept éléments chimiques du tableau périodique, en particulier les quinze lanthanides plus le scandium et l'yttrium. Leurs propriétés magnétiques, luminescentes et électrochimiques rendent ces éléments irremplaçables dans notre monde technologique. Des études précédentes menées sur BiFeO₃ dopé aux terres rares dans le site de Bismuth ont démontré que le dopage peut en déduire que cela aide (i) éliminer la formation de phases secondaires, (ii) transformation de phase structurelle et (iii) influence sur les propriétés ferroélectriques et ferromagnétiques [31]. Les travaux menés sur les nanoparticules de BFO dopées aux terres rares, Mg et Ca, sont mis en évidence dans le **Tableau I.4**.

Tableau I.4: Photocatalyse du bleu de méthylène, le réactif noir-5, Rouge Congo par les nanoparticules de BiFeO₃-doppés.

N	Dopants	Méthode de synthèse	Colorants	Bande gap (eV)	Conditions expérimental	% de dégradation de colorant
1	Yttrium	(i) Pechini modifié (ii) Citrate sol-gel	Rhodamine B Rhodamine B	1.97-2.29 2.2-1.5	10mg de PC; 50mg/l de colorant ; Lampe 40W. 0.1 g de PC ; 0.01 de colorant ; 100W lampe Xe	8% après 60 min 18% après 120 min
2	Lanthane	(i) Sol-gel Auto combustion (ii) Hydrothermal (iii) Hydrothermal (iv) Solvothermal	Noir réactif-5 Rouge de phénol Rhodamine B Bleu de méthylène	2.04-2.65 2.03-1.89 2.08-2.11 2.04-2.66	10 mg / l de colorant; 0,2 g de PC; Lumière visible. 100 mg de PC; 3,5 g / l de rouge de phénol; 150W Lampe Xe. 4,8 mg / l de colorant; 0,15 g de PC; 500W Lampe Xe. 3,2 mg / l de colorant; 100 mg de PC + H ₂ O ₂ ; 150W Lampe Hg.	100% après 70 min 90,1% après 120 min 98% en 4 h dans Visible et 2 h sous UV 87% après 70 min
3	Dysprosi um	Sol-gel	Bleu de méthylène	2.35-2.26	5 mg / l de PC; 1 mg / l de colorant; Lumière du soleil.	92% après 240 min
4	Néodym e	Voie chimique douce	Rhodamine B	2.12-2.05	160 mg de PC; 6 mg / l de colorant; Lampe Xe 300W	59% après 180 min
5	Gadolini um	(i) sol-gel (ii) sol-gel (iii) sol-gel	Rhodamine B Bleu de méthylène Rhodamine B	2.03-2.2 2.38-2.29 2.2-2.1	5 mg / l de colorant; 40 mg de PC; 500W Lampe Xe. 1 mg / l de colorant; 50 mg de PC; Lumière du soleil. 5 mg / l de colorant; 0,3 g de PC; Lampe Xe 300W	94% après 120 min 94% après 240 min 56,8% après 270 min
6	Ytterbiu m	Hydrothermal	Rhodamine B	2.08-2.35	4,8 mg / l de colorant; 0,15 g de PC; 500W Lampe Xe.	Environ 80% après 120 min

La plupart des dopants des terres rares ont des rayons ioniques presque similaires ou inférieurs à celui de Bi⁺³ et peuvent donc s'intégrer facilement dans la matrice BiFeO₃. La bande interdite du BiFeO₃ dopé aux terres rares a montré une augmentation ou une diminution marginale, mais elle se trouve toujours dans la plage de lumière visible du spectre solaire [32]. Les nanoparticules de BiFeO₃ dopées avec des éléments de terres rares ont montré une amélioration du comportement photocatalytique jusqu'à certaines concentrations de terres rares. Le dopage au-dessus de ces limites diminue cette propriété photocatalytique. L'amélioration du comportement photocatalytique pourrait être due : (i) BiFeO₃ dopé aux terres rares montrent une augmentation de la propriété diélectrique du matériau multiferroïque à mesure que la concentration du dopant augmente. Grâce à cette amélioration, il existe une séparation efficace des porteurs de charge produits par la photoexcitation. Par conséquent, il y a une augmentation de la région de charge d'espace et elle est proportionnelle à la longueur de Debye.

$$L_D = \sqrt{\frac{\epsilon_r K T}{e^2 N_D}} \quad (6)$$

Où ϵ_r est ainsi la permittivité de l'espace libre et ϵ_r est le constant diélectrique du matériau diélectrique, N_D est la densité du donneur, K est la constante de Boltzmann de l'homme et T est la température. À partir de l'expression, il est possible de vérifier que l'augmentation de la concentration en dopant augmente la longueur de Die Debye et, par conséquent, le taux de recombinaison diminue efficacement [33]. (ii) Un comportement universel montré par les dopants de terres rares au niveau de la composition de transition est qu'ils ont une constante diélectrique plus élevée que les autres compositions, conduisant à une largeur de charge d'espace plus importante et à un comportement photocatalytique amélioré. Un changement de phase similaire a été rapporté pour phase orthorhombique avec le groupe spatial mixte dû à R3c ainsi que Pn21a, qui est également polaire et permet le déplacement polaire dans le système BFO et est également vérifié avec différents dopants de Nd. La, Gd [34] et La diminution du comportement photocatalytique lorsque la concentration du dopant augmente au-delà d'une concentration optimale peut être justifiée par deux raisons, l'une est due à la formation de la phase non polaire de REFeO₃, une phase qui entraîne une diminution de la séparation des charges. De plus, on pense qu'à concentration plus élevée, il pourrait y avoir une transition de phase ferroélectrique à paraélectrique [35]. D'autre part, la concentration en dopants et la barrière de charge d'espace sont inversement liées.

$$W = \sqrt{\frac{2\epsilon_0 V_s}{e N_d}} \quad (7)$$

Où W : est l'épaisseur de la couche de charge d'espace, ϵ et ϵ_0 sont les constantes diélectriques statiques du semi-conducteur et du semi-conducteur et le vide, V_s est le potentiel de surface, N_d est le nombre d'atomes donneurs de dopant, e est l'électronique charge. Par conséquent, l'augmentation de la concentration de dopant au-delà du niveau optimal conduit à une diminution de la largeur de la charge dans l'espace, augmentant ainsi la probabilité de recombinaison, entraînant une diminution de l'efficacité du photocatalyseur [36]. Balakumar et al essayé d'expliquer la charge efficace. Séparation dans BiFeO₃ dopé aux terres rares en prenant en compte la nature ferroélectrique de BiFeO₃ qui possède son propre champ de polarisation avec le milieu colorant [35].

I.3.1.2. Dopage par d'autres éléments :

Les dopants métalliques comme Al, Mg, Ca et Mn ont été introduits dans le site Bi⁺³ de BiFeO₃. Dans certains cas, les sites Bi⁺³ et Fe⁺³ ont été dopés avec une terre rare et un autre dopant afin de voir l'amélioration dans les études photocatalytiques. Le **Tableau I.5** résume les travaux réalisés sur le BiFeO₃ dopé utilisés dans la dégradation du colorant.

Tableau I.5: Nanoparticules de BiFeO₃ dopées et Co-dopées en tant que photocatalyseur sur différents colorants.

N	Dopants	Méthode de synthèse	Colorants	Conditions expérimentales	% dégradation de colorant
1	Strontium	Auto-combustion	Méthyle orange	20 mg / l de colorant; 30 mmol / l de PC; 300W Lampe Hg.	En dessous de 80% après 120 min
2	Aluminium	Citrate sol-gel	Rhodamine B	0,1 mmol de colorant; 0,1 g de PC; 100W Lampe Xe.	<10% après 180 min
3	Magnésium	Citrate sol-gel	Rhodamine B	0,1 mmol de colorant ; 0,1 g de PC ; 100 W Lampe Xe	<20% après 180 min
4	Calcium et manganèse	Hydrothermal	Rhodamine B	Lumière UV-vis	Environ 60% après 2 h
5	Lanthane et calcium	Solvothermal	Bleu de méthylène	3,2 mg / l de colorant; 100 mg de PC en H ₂ O ₂ ; 150W Lampe Hg	93% après 90 min
6	Lanthane et baryum	Solvothermal	Bleu de méthylène	3,2 mg / l de colorant; 100 mg de PC en H ₂ O ₂ ; 150W Lampe Hg	93% après 60 min
7	Néodyme et nickel	sol-gel	Bleu de méthylène	3,2 mg / l de colorant; 100 mg de PC en H ₂ O ₂ ; 150W Lampe Hg	93% après 90 min

Le dopage par des métaux ne semble pas augmenter l'effet photocatalytique des nanoparticules de BiFeO₃. Le dopage de cette dernière phase au strontium et au manganèse a montré un effet photocatalytique un peu plus élevé que le BiFeO₃ pure [37]. Mais l'insertion de Ca, Al et Mg [32]. Dans la matrice BiFeO₃ n'a pas donné de résultats positifs par rapport à

ceux non dopés. L'augmentation de l'activité photocatalytique de BiFeO₃ dopé au Sr [38] est attribuée à la formation de défiance à la surface de la nanoparticule, ce qui est utile pour l'adsorption d'oxygène, ce qui a également été rapporté par Wang et al.

Le Co-dopage avec différents dopants n'a pas non plus amélioré le comportement photocatalytique [39]. Ont utilisé dans leurs études le procédé au photo-fenton pour étudier la dégradation du bleu de méthylène, qui semblait être plus efficace que la simple utilisation du catalyseur. La diminution de la propriété photocatalytique peut être due à l'augmentation du taux de recombinaison d'électrons et de trous photo-générés en raison des variations des bandes interdites. On peut en déduire que le type de dopant influence grandement la dégradation des polluants organiques.

I.3.2. Effet de l'insertion de Co-catalyseur :

L'addition de Co-catalyseurs au sein de la matrice de BiFeO₃ a montré une augmentation considérable de la propriété photocatalytique comme indiqué dans le **Tableau I.6** [40].

L'amélioration peut être attribuée à la séparation efficace des charges provoquée par la bande d'énergie de l'hétérostructure Pt/BiFeO₃. ont étudié l'hétérostructure Pt/BiFeO₃ dans laquelle des nanoparticules de Pt étaient utilisées comme Co-catalyseur. Le platine est un métal avec un travail important qui signifie qu'ils ont une énergie et un niveau de Fermi plus faibles et qu'il se forme donc une barrière de Schottky **Figure I.4**, en raison de la jonction métal-conducteur qui facilite une séparation efficace des charges. La formation de la barrière de Schottky entre un semi-conducteur de type n et un métal peut être expliquée comme suit. Cette formation de barrière aide efficacement à augmenter la propriété photocatalytique du photocatalyseur lors de la séparation des charges. Au sein du système, l'énergie nécessaire pour amener un électron de l'énergie du fermi métallique au vide correspond au travail de travail du métal Φ_M et à la différence d'énergie entre la bande minimale de conduction (CB) et l'énergie du vide (Vac).

Tableau I.6 : Différents Co-catalyseurs sur BFO en tant que photocatalyseur sur colorants.

N	Méthode de synthèse	Colorant	Conditions expérimentales	% dégradation de colorant
1	Pt-BiFeO ₃	Méthyle Orange	0,25 g de PC; 5 mg / l de colorant; Lampe Xe 300W	70% après 210 min
2	Ag-BiFeO ₃	Rhodamine B Méthylène Orange	0,1 g de PC; 5 mg / l de colorant; 200W Lampe Xe. 20 mg / l de colorant ; 50 mg PC ; 450W Lampe Xe	79,3% après 3 h 100% après 90 min
3	Pd Sm-BiFeO ₃	(i) Méthyle Orange ii) Phénol	0,3 g de PC ; 5 mg / l de colorant ; 300W Lampe Xe	87% après 2 heures

Lorsque le métal et le semi-conducteur sont réunis, en fonction de la stabilité, la direction du flux d'électrons sera du semi-conducteur au métal parce que dans la plupart des cas, le métal aura des basses énergies de Fermi (E_{Fermi}) par rapport aux semi-conducteurs, ce qui conduit à la formation d'une barrière de potentiel. Jusqu'aux E_{Fermi} du semi-conducteur atteint l'équilibre avec celui du métal, il serait un flux continu d'électrons conduisant à une valeur constante d' E_{Fermi} pour les deux appareils. Les électrons (du semi-conducteur) doit surmonter cette barrière pour passer du semi-conducteur au métal. Cela entraînera un épuisement des électrons à la interface semi-conducteur. En d'autres termes, il y a une accumulation des électrons négatifs du métal à l'interface et une formation de la couche de charge d'espace positive ou de la couche d'appauvrissement en dessous la surface du semi-conducteur afin de maintenir électrique neutralité à l'interface. Ce résultat influence la flexion du groupe dans la bande de conduction.

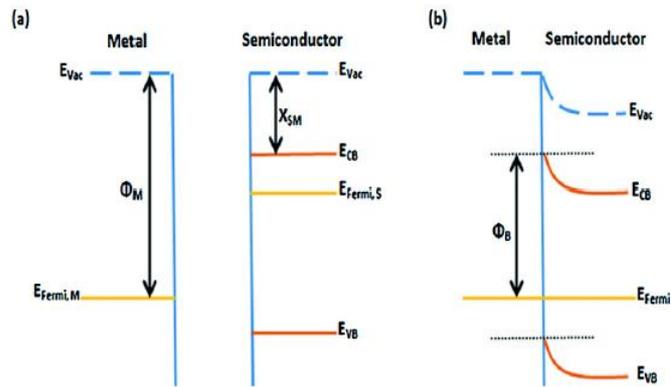


Figure I.4 : Barrière de Schottky.

Cette flexion ou la barrière de Schottky (B) peut être exprimé par l'équation suivante

$$\Phi_B = \Phi_M - X_{SM} \quad (8)$$

Basé sur le concept de stabilité, la barrière Schottky peut servir comme piège à électrons efficace où l'électron est incapable de s'écouler retour au semi-conducteur. Cela fait que le métal agit comme un puits d'électrons pour l'électron photo-induit. La barrière de Schottky empêche la recombinaison de l'électron-trou et prolonge la durée de vie de l'électron pour la photo-réaction. Ainsi, l'hétérostructure Pt/BFO présentait un comportement photocatalytique amélioré. Il a aussi confirmé l'amélioration du comportement photocatalytique par des études de photoluminescence [41]. Dans leurs études, ils ont signalé que les espèces actives prédominantes pour la dégradation du colorant étaient les ions O_2^- plutôt que OH^- . Des effets similaires sont observés dans le photocatalyseur g-C₃N₄ / BiFeO₃ [42].

Ajoutant jusqu'à 1,0 wt% de Pt sur BiFeO₃ a montré une augmentation de 5 fois en photocatalytique activité par rapport à BiFeO₃ pure et une amélioration similaire a également été rapportée dans les particules d'argent (Ag) sur le BFO, mais une augmentation de la concentration de platine (Pt) supérieure à celle-ci a révélé une diminution de l'activité photocatalytique. Cela pourrait être dû au surpeuplement du Co-catalyseur sur la surface qui tend à bloquer l'absorption de la lumière par Nanoparticules BiFeO₃ [43]. Ont étudié l'amélioration apportée dans couplant l'effet du dopage avec la concentration optimale de terres rares et Co-catalyseur sur photo-catalyseur BFO. Ils ont a signalé une amélioration significative de la propriété photocatalytique de BFO.

I.3.3. Effet des composites d'hétérostructure :

Le **Tableau I.7** présente les travaux effectués par les hétérostructures BiFeO₃ composites sur divers polluants. Ces hétérostructures de BFO ont également montré une bonne augmentation de la capacité de dégradation des colorants [44] par rapport aux particules de BiFeO₃.

Tableau I.7 : Composites d'hétérostructures de BiFeO₃ sur différents polluants.

N		Colorants	Conditions expérimentales	% dégradation de colorant
1	TiO ₂ / BiFeO ₃ poreux	(i) phase liquide Phénol ii) phase gazeuse acétaldéhyde	0,1 g de PC dans 10 mg / l de Phénol; 150W Lampe Xe	Environ 70% après 60 min
2	BiFeO ₃ /TiO ₂ core shell	Congo Red	500W Lampe Xe	70% après 120 min
3	BiFeO ₃ /Ce-TiO ₂ Core shell	Méthyle Orange	500W Lampe Xe	74,8% après 300 min 93,5% dans UV
4	BiFeO ₃ /BiVO ₄	Rhodamine B	100 mg PC ; 10 mg / l de colorant ; 300W Lampe Xe	90% après 150 min
5	CuO/BiFeO ₃	(i) orange méthylique ii) Phénol	5 mg / l de colorant; 2,5 g / l de PC; 300W Lampe Xe.	50% après 270 min 50% après 150 min sous UV
6	g-C ₃ N ₄ /BiFeO ₃	Rhodamine B	100 mg de PC; 100 ml de colorant; Lampe Xe 300W	90% après 90 min
7	BiFeO ₃ /graphene	(i) Méthylène Orange (ii) Congo Red	10 mg / l de colorant ; 2,5 g / l de PC ; Lampe Xe 200W. 3,3 mmol de PC ; 0,1 g / l de colorant ; Lampe 500W Xe.	37% après 6 h 75% après 2 h
8	BiFeO ₃ /MWCNT	Rhodamine B	30 mg de PC en 1 mmol de solution de colorant; Lampe Xe 300W.	100% après 120 min

Les différentes hétérostructures utilisées pour former un hybride noyau-coquille, des composites et des hétérojonctions avec BFO dans l'étude de la propriété photocatalytique. Structure noyau-coquille de BiFeO₃ / TiO₂ tel que rapporté par [45] implique deux semi-conducteurs. Quand deux semi-conducteurs comme BiFeO₃ qui a plus bande de conduction que TiO₂ sont réunis l'excitation d'électron dans le BiFeO₃ provoque l'injection des électrons dans la bande de conduction basse de l'autre semi-conducteur, TiO₂ et forment le centre

d'électrons Ti^{+3} alors que les trous s'accablent dans la bande de valence de BiFeO₃ pour former le centre du trou. Ainsi la recombinaison des électrons photo-générés et des trous est diminuée en augmentant la durée de vie des porteurs de charge et en atteignant un transfert de charge interfacial amélioré vers le produit organique adsorbé molécule et les décomposer.

Les Champs dipolaires de la molécule de TiO₂ agissent comme une force motrice en aidant les porteurs de charge à migrer vers la surface. Cependant, le mécanisme exact de la propriété photocatalytique efficace de cette structure noyau-coquille reste à explorer et à comprendre clairement. A travers ces hétérostructures, la génération d'hydrogène (H₂) par fractionnement de l'eau est également rendue possible. M. Humayum et al. Ont étudié l'effet photocatalytique des nanocomposites de TiO₂ et de Pôros BiFeO₃ [44]. En utilisant ces nanocomposites, ils ont produit environ 0,8 $\mu\text{mol/h}$ d'hydrogène par division de l'eau. Cela ne sera autrement pas possible si seul BiFeO₃ est utilisé car BiFeO₃ est un photo-oxydant et sa position au bord de la bande de conduction (CB) est légèrement plus positive que l'électrode à hydrogène standard. (SHE) comme indiqué à la **Figure I.5**.

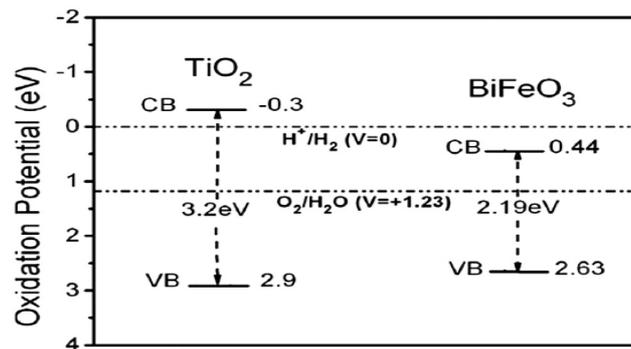


Figure I.5 : Le potentiel de bande de valence et de conduction de TiO₂ et BiFeO₃.

Les structures hybrides de BFO formées avec une concentration optimale de Le graphène et les nanotubes de carbone à parois multiples (MWCNT) ont entraîné une augmentation de la propriété photocatalytique. C'est à cause de la séparation efficace des charges et surface spécifique supérieure. Le TiO₂ étant un photocatalyseur efficace et largement étudié, Xiao Fei Wang et al. Comparé l'efficacité de 10% de BFO / MWCNT sur TiO₂ dopé au N pour l'élimination complète de 1 mM RhB. Il a été rapporté que 10% de BiFeO₃ / MWCNT prenait 130 minutes, qui comprend 10 min d'adsorption physique et 120 min de dégradation photocatalytique alors que le TiO₂ dopé au N prenait 310 min dans les mêmes conditions. À partir des résultats, on peut conclure formant des hétérostructures appropriées avec BFO, nous pouvons atteindre supers améliorations des propriétés photocatalytiques par rapport à les homologues déjà existants [46].

I.3.4. Effet des structures 1-D (Nanofibres) :

Les nanofibres sont des structures unidimensionnelles à fort aspect rapport et ces structures sont confinées dans deux dimensions. Leur rapport de forme élevé aide à réduire le taux de recombinaison et augmentant ainsi l'efficacité des photocatalyseurs. Les différents travaux réalisés avec les nanofibres BiFeO₃ sont mis en évidence dans **Tableau I.8**.

Tableau I.8: Fibres de BiFeO₃ comme photocatalyseur sur les colorants.

N		Colorants	Conditions expérimentales	% dégradation de colorant
1	Nanofibres BiFeO ₃	Rhodamine B Bleu de méthylène et la rhodamine B	10 mg de PC dans 100 ml de solution de colorant; Source de lumière UV. 5 mg / l de PC; 1 mg / l de colorant; 500W Lampe Xe.	14,3% après 5 h 98% et 100% après 50 min
2	Nattes nanofibreuses BiFeO ₃	4-chlorophénol	0,5 à 0,7 mg de PC 5-7,5 mg / l de chlorophénol. Source de lumière UV	100% après 90 min
3	BiFeO ₃ mesh BiFeO ₃ mat	Bleu de méthylène	10 mg de colorant; 5 mg de PC; Lumière du soleil	96% 83% après 4 h
4	Nanofibres de BiFeO ₃ dopées	Congo Red	Lumière visible	75% après 3 h
5	Dy dopé BiFeO ₃ nanofibers	Bleu de méthylène	5 mg / l de PC; 1 mg / l de colorant; Lumière du soleil	92% après 4 h
6	BiFeO ₃ dopé Ba et Mn nanofibres	Congo Red	Lampe Xe 500W	40% après 2 h
7	BiFeO ₃ co-dopé Ca-Mn nanofibres	Congo Red	Lumière visible	42% après 2 h
8	BiFeO ₃ @Carbon core-shell nanofibres	Méthyle Orange	0,5 g / l de PC dans 20 mg / l de colorant; Lampe aux halogénures métalliques 400 W	Environ 90% après 3 h

Le comportement photocatalytique des fibres a montré une augmentation tendance en raison de leur structure unidimensionnelle qui inhibe la possibilité de recombinaison dues à une délocalisation accrue des électrons et résistance de recombinaison améliorée. De plus, la surface des fibres semble être semblable à des structures cristallites interconnectées qui permettent aux porteurs photogénérés d'atteindre facilement la surface et d'agir efficacement sur les molécules de colorant. Balakumar et al. étudiés sur des fibres et des fibres BiFeO₃ dopées au dysprosium (Dy) [35]. Et a signalé une propriété photocatalytique des fibres améliorée par rapport aux particules. Le maillage BiFeO₃ et le mat BiFeO₃ en tant que photocatalyseur ont été étudiés sur le colorant bleu de méthylène. La maille BiFeO₃ a montré une activité nettement accrue en raison de sa plus grande interaction de surface avec le colorant par rapport au mat. Ces structures 1-D avec une structure interconnectée très compacte facilitent une interaction de charge importante et limitent la recombinaison de charge [47]. L'un des avantages de ces structures est la suppression des l'étape de filtration supplémentaire du photocatalyseur une fois le processus de dégradation terminé [48]. Nanoparticules de BiFeO₃ sphériques mésoporeuses et creuses décrites par Yuning Huo et al [49]. Ont également montré une dégradation accrue. La nanoparticule BiFeO₃ ayant une surface spécifique de 27 m²g⁻¹ et un volume de pores de 0,064 m³g⁻¹ présentait la dégradation la plus élevée. Cela peut être attribué à la plus grande absorption de la lumière par les sphères creuses via de multiples réflexions lumineuses. Ces sphères creuses présentaient également une recyclabilité et une stabilité élevée.

II.1. Introduction

Les nanocristaux sont des matériaux qui se placent entre les cristaux massifs et les molécules. Depuis plusieurs décennies, un effort important de la recherche sur les nanomatériaux est consacré au développement et à l'amélioration des méthodes de synthèse. En effet, l'obtention de matériaux de taille et de forme contrôlées à l'échelle nanométrique est un prérequis nécessaire à de nombreuses applications dans des domaines aussi variés que l'électronique, l'optique, la catalyse ou bien encore la médecine [1].

Dans ce contexte, il existe nombreuses méthodes de synthèse et techniques de caractérisation qui permettent l'obtention de tels matériaux.

II.2. Méthodes de synthèses :

La chimie du solide offre divers modes de préparation des catalyseurs oxyde mixtes (spinelle, pérovskite, pyrochlore,...). Les propriétés catalytiques de ces derniers dépendent du mode et des conditions de préparation ainsi que de la température de synthèse, le but étant aussi d'augmenter leurs surfaces spécifiques, ce qui leur confère une activité catalytique plus élevée par effet géométrique. Différentes méthodes sont connues pour la synthèse des oxydes mixtes. Nous résumons dans ce qui suit les méthodes utilisées dans ce travail [2]:

II.2.1. Synthèse par voie liquide :

La synthèse par voie liquide permet d'obtenir des poudres à répartition chimique homogène, il est défini par transformation d'une solution organométallique à un matériau solide [3]. Parmi les techniques de synthèse en voie liquide, nous pouvons citer : le procédé sol-gel [4], la synthèse hydrothermale [5], ou la coprécipitation [6].

II.2.1.1. Méthode sol-gel citrate :

Ces oxydes ont été préparés à partir de la méthode sol-gel dite "aux citrates". Les précurseurs nitrates de chaque métal sont préalablement dissous dans un minimum d'eau. Ces solutions sont ensuite mélangées avec l'acide citrique tel que $n \text{ acide citrique} = n \text{ A} + n \text{ B}$. Après homogénéisation du mélange sous agitation, la solution finale est mise à l'évaporateur rotatif dans un bain dont la température est comprise entre 50 et 70°C. Le gel obtenu après évaporation sous vide du solvant est séché à l'étuve pendant plusieurs heures à une température supérieure à 60°C. Avant d'être calcinée, les nitrates présents dans la poudre obtenue sont décomposés dans un four à moufle (température inférieure à 250°C), cette réaction étant très exothermique. En fin la poudre va être calcinée à une température élevée [9].

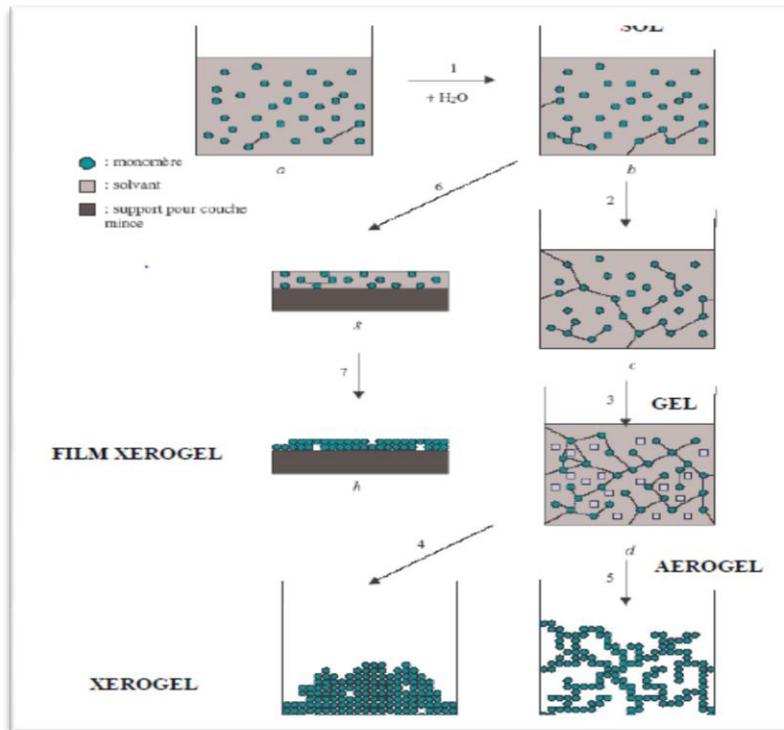


Figure II.1 : Principales étapes d'une synthèse d'un matériau par voie sol-gel [9].

II.2.1.1.1. Les avantages du procédé sol-gel :

- Obtention des poudres fines.
- Une meilleure homogénéité chimique du système.
- Contrôle de la structure et de la composition à l'échelle moléculaire.
- Synthèse de nouvelles phases cristallines à partir de solides non cristallins.
- Les pertes par évaporation sont minimisées, ainsi que la pollution de l'air.
- La synthèse des matériaux se fait à des températures relativement basses en comparant à la méthode par voie solide, d'où une économie d'énergie thermique.
- Possibilité de dopage relativement simple en phase sol.

II.2.1.1.2. Les inconvénients du procédé sol gel:

- Des groupements hydroxyles et des carbonates restent après traitement thermique.
- La durée d'obtention des gels peut varier d'heures à des jours.
- Un retrait du gel important lors du séchage.

- Coût des précurseurs très élevé. [10, 11].

II.2.1.2. Méthode sol-gel combustion :

La méthode de combustion ou la synthèse auto-propagée à haute température est encore une voie de synthèse chimique qui nécessite plus de calcination, cette méthode a été accidentellement découverte en 1988 au sein de laboratoire de Prof.Ptil en Inde [12].

Cette méthode repose sur la combustion de précurseur pour former la phase pérovskite. Une solution acide contenant les ions métalliques (La, Sr, Fe, Mn,...) et le combustible (saccharose, urée, glycine, acide citrique) est chauffée afin d'obtenir une résine, puis séchée. La mousse solide ainsi obtenue est ensuite enflammée dans un réacteur et les cendres produites broyées après combustion pour obtenir la poudre finale. Cette poudre peut-être une phase pérovskite pure ou nécessiter une calcination supplémentaire [2].

II.2.1.3. Méthode auto-combustion :

Cette méthode développée par Merzahanov [13], est basée sur la réaction d'autopropagation d'une réaction sans (ou avec un faible) apport énergétique extérieur. La réaction est hautement exothermique et très rapide. On assiste ainsi à une montée en température très brutale (10^3 à 10^6 K.s⁻¹) [Schubert00], une combustion de tous les précurseurs puis un refroidissement jusqu'à la température ambiante. Parmi les conditions requises, la solution aqueuse de cations métalliques doit contenir un combustible (urée, acide citrique, glycine...) et un comburant (nitrates). Le combustible joue aussi le rôle d'agent complexant qui a pour effet de favoriser l'homogénéité des cations en solution [14].

Une fois ce mélange réalisé, il suffit de lui apporter une énergie minimale (comme le placer sur une plaque chauffante) pour générer la formation d'un gel. Une fois le point de gélification atteint, la réaction s'amorce automatiquement et se propage induisant alors une flamme qui brûle tous les résidus organiques du mélange et forme ainsi l'oxyde. Les cendres produites broyées après combustion pour obtenir la poudre finale. Cette poudre peut-être une phase pure ou nécessite une calcination supplémentaire [2].

II.2.1.3.1. Choix de la glycine :

Dans les procédés d'auto-combustion, deux réactifs sont essentiels pour amorcer les réactions redox : le comburant et le combustible. Si les nitrates métalliques sont une évidence comme comburant de par leur excellente solubilité dans l'eau, leur capacité à entretenir une combustion (fort pouvoir oxydant) et leur prix, la nature du combustible impose de répondre à

Chapitre II : techniques de synthèse et de caractérisation

deux critères: il faut que ce soit un bon agent chélatant pour éviter les précipitations sélectives lors de la mise en solution des cations mais également un réducteur efficace. La littérature recense plusieurs candidats ; les plus fréquemment utilisés sont l'urée, l'acide citrique et la glycine.

La glycine est connue pour être le plus simple des acides aminés. De formule $\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$, elle présente un caractère ionique grâce aux ses fonctions acide carboxylique et amine, ce qui lui permet de complexer un très grand nombre de cations métalliques. En effet, les alcalins et les alcalino-terreux sont principalement captés par le groupe COO tandis que les métaux de transition sont généralement complexés par l'amine. Concernant les propriétés de réduction, les chaleurs de combustion des agents réducteurs données par Hwang sont répertoriées pour chacun des composés dans le **Tableau I.1** [13, 14].

Tableau I.1: Chaleur de combustion pour chacun des agents réducteurs.

Combustible	Urée	Acide citrique	Glycine
Chaleur de combustion	-2.98 Kcal/g	-2.76 Kcal/g	-3.24Kcal/g

II.3. Méthodes de caractérisation :

II.3.1. Diffraction des rayons X (DRX) :

La diffraction de Rayons X (DRX) est une technique permettant l'analyse de la structure et de la cristallinité des matériaux à partir de l'interaction rayons X/matière. C'est une technique de caractérisation qui permet d'accéder à un grand nombre d'informations :

- Détermination du caractère cristallin ou amorphe d'une structure.
- Mise en évidence de la structure cristalline du matériau et détection des phases secondaires.
- Calcul des paramètres de mailles dans le plan et hors du plan, ainsi que de l'épaisseur de la couche mince.
- Détermination des états de contraintes et de la taille des cristallites [15].

II.3.1.1. Principe :

Le principe de la méthode repose sur la diffraction des rayons X par une famille de plans réticulaires (hkl) favorablement orientée sous un angle Θ par rapport au faisceau incident. Ceci se traduit dans le diffractogramme, représentant l'intensité en fonction de l'angle de diffraction Θ , par l'observation de raies à partir des quelles peuvent être déterminées les distances réticulaires d_{hkl} , caractéristiques d'un composé cristallin donné [16] :

La loi de Bragg $\longrightarrow 2d_{hkl} \sin\theta = n\lambda$

n : est un nombre entier positif appelé ordre de la diffraction

d : la distance inter-réticulaire.

θ : l'angle de diffraction.

λ : longueur d'onde de rayons X.

On peut démontrer la loi de Bragg géométriquement, considérons deux rayons parallèles frappant deux atomes situés sur une même droite perpendiculaire à la surface, La différence de marche entre les deux faisceaux diffractés par deux plans réticulaires consécutifs est égale à $2d_{hkl}\sin\theta$. Les interférences sont constructives lorsque cette différence de marche est un multiple entier n de la longueur d'onde λ [17].

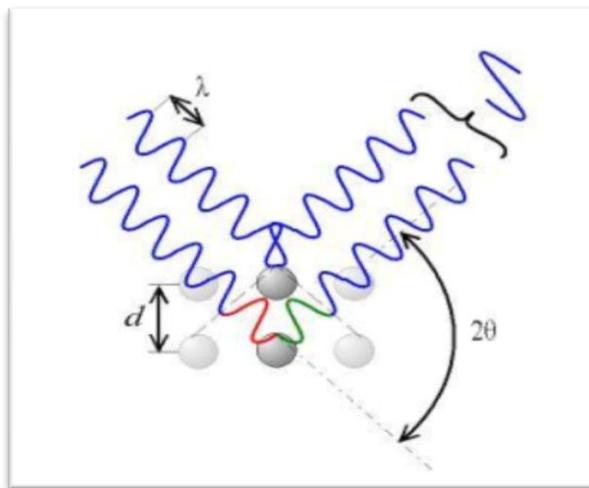


Figure II.2: les interférences constructives produisent la condition de Bragg.

II.3.1.2. Diffraction sur poudre :

L'analyse par diffraction des rayons X est une méthode de caractérisation non destructive, elle permet d'identifier les phases cristallisées présentes dans tout matériau par comparaison avec un fichier de références réactualisé annuellement et comportement actuellement les données de 69500 composés (fichier J.C.P.D.S) Joint comité for poudre diffraction standards. Une analyse soignée des diffractogramme permet d'accéder à diverses caractéristiques d'un matériau cristallisé :

- ✓ **La position** : la détermination des positions des raies permet l'identification de la phase cristalline et le calcul de ses paramètres de maille.
- ✓ **La forme** : la forme des raies donne des informations sur la taille des domaines cohérents de diffraction et sur le taux de défauts de structure présents dans l'échantillon.
- ✓ **Intensité relative** : la détermination des intensités relatives des raies permet de remonter à la position des différents atomes dans la maille cristalline [18].

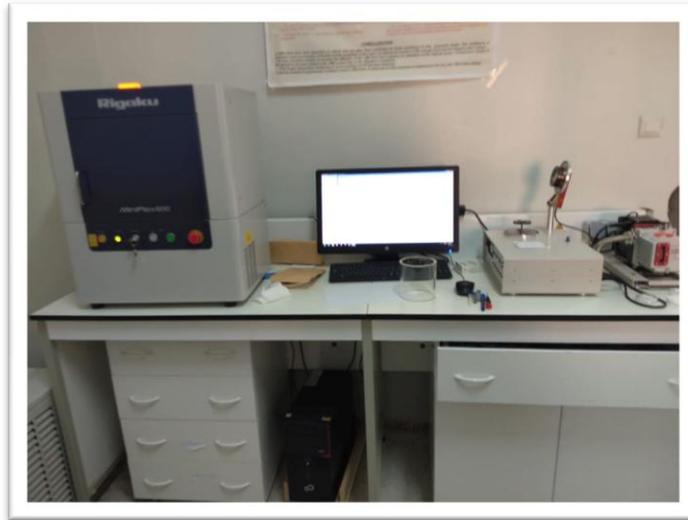


Figure II.3 : L'appareille de la diffraction des rayons X (MiniFlex600 RigaKu).

II.3.2. L'analyse thermogravimétrie :

Une analyse thermogravimétrique (ATG) qui permet de mesurer la variation d'une masse d'un échantillon en fonction de la température de traitement thermique. Cette variation de masse peut être une perte de masse telle que l'émission de vapeurs ou un gain de masse lors de la fixation d'un gaz par exemple [19].

La thermogravimétrie est l'association, de la pesée continue de substance participant à une réaction chimique donnée avec une variation linéaire de la température des substances en fonction du temps. La courbe comporte différents paliers correspondant à la perte des substances sous forme de vapeurs (eau,..) ou gaz (CO, CO₂, etc.) issues des réactions chimiques. Dans la thermogravimétrie, l'élévation de la température imposée aux substances soumises à la pesée continue peut être assez importante, il est alors indispensable que les substances ainsi chauffées ne se volatilisent pas de façon appréciable. Cette restriction est valable aussi bien pour les substances pures que pour les phases mixtes dont la composition pourrait alors varier. Les solides sont en générale moins volatiles que les liquides, on

Chapitre II : techniques de synthèse et de caractérisation

comprend que la thermogravimétrie est surtout employée pour étudier les réactions des solides [20].

Ce type d'analyse mesure le changement massique d'un matériau en fonction du temps et de température donnée dans une atmosphère contrôlée, ce type d'analyse thermique est utilisé en recherche pour le but de déterminer l'humidité absorbée par le matériau, la stabilité thermique du solide, le point de décomposition d'un explosif, le mécanisme de dégradation et la cinétique des réactions [12].

La thermogravimétrie TG consiste à mesurer la variation de poids d'un échantillon soumis à un traitement thermique. C'est donc une analyse quantitative. Elle permet d'étudier les phénomènes chimiques, physiques ou physico-chimiques qui se traduisent, sous l'effet de la température et sous atmosphère contrôlée, par une variation de poids.



Figure II.4: Appareil ATD-ATG de marque LINSEIS STA 2400.

II.3.3. Spectroscopie infrarouge IR :

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'identification basée sur l'absorption ou la réflexion, par l'échantillon, des radiations électromagnétiques. Cette technique peut donner des renseignements sur des particularités des structures puisque la fréquence de vibration cation-oxygène dépend de la masse du cation, de la forme de la liaison cation-oxygène et du paramètre de maille [2].



Figure II.5: Instrumentation de la spectroscopie infrarouge (Shimadzu).

II.3.3.1. L'analyse de spectre infrarouge :

La méthode utilisée pour la préparation de poudre est celle des pastilles. Elle consiste à mélanger 0,001 g de l'échantillon à étudier avec un excès de bromure de potassium (KBr). Le mélange est ensuite comprimé sous forte pression afin de former une pastille. Ensuite analysé à l'aide d'un spectromètre à Transformée de Fourier. Des modes de vibrations spécifiques et caractéristiques des liaisons chimiques seront effectués par le rayonnement infrarouge [13].

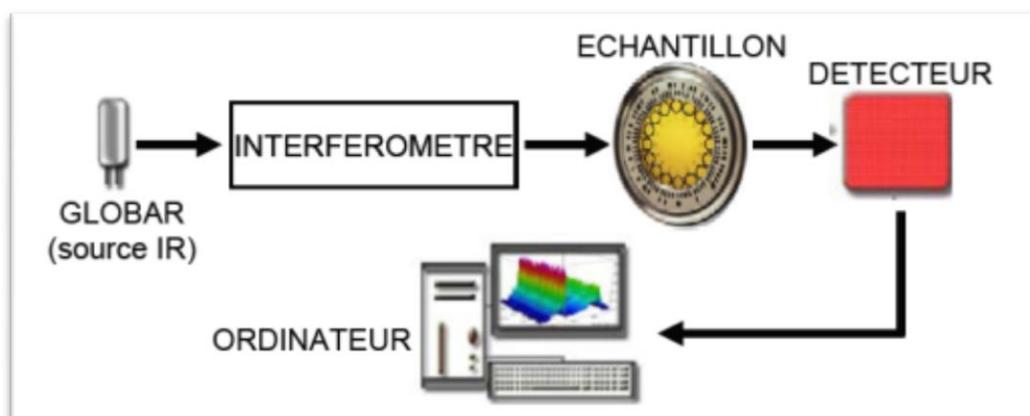


Figure II.6: Schéma de principe d'un spectromètre FT-IR.

II.3.4. Spectroscopie UV-Vis :

La spectroscopie d'absorption dans l'UV et le visible est une méthode très commune dans les laboratoires. Elle est basée sur la propriété des molécules d'absorber des radiations lumineuses de longueur d'onde déterminée [21].

II.3.4.1. Domaine spectral :

Le domaine UV-visible s'étend environ de 800 à 10 nm. Il est divisé en trois parties:

- Le visible : 800 nm - 400 nm.
- L'UV-proche : 400 nm - 200 nm.
- L'UV-lointain : 200 nm - 10 nm.

II.3.4.2. Loi d'absorption de la lumière - loi de BEER-LAMBERT :

La spectrophotométrie UV-visible est une méthode de caractérisation basée sur la mesure de la densité optique d'un milieu à une longueur d'onde donnée. Un spectre d'absorption est obtenu lorsque les variations de la densité optique sont représentées en fonction des longueurs d'onde.

Les mesures sont effectuées par un spectrophotomètre. La lumière monochromatique incidente d'intensité I_0 (de puissance P_0) traverse alors l'échantillon, et l'appareil mesure l'intensité I de la lumière transmise. D'après la loi de Beer Lambert, la densité optique DO est fonction de la concentration C de la solution, du coefficient d'absorption molaire ϵ et de la longueur du trajet optique [22].

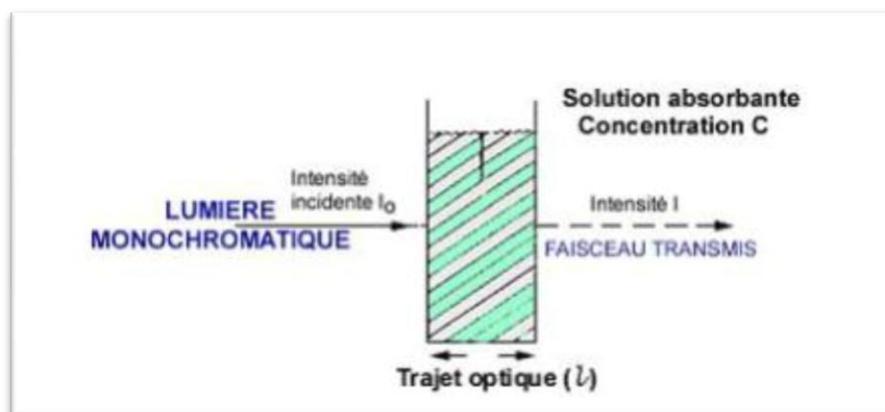


Figure II.7: Représentation schématique qui montre la mesure d'absorbance.

L'absorbance est définie comme suit:

Chapitre II : techniques de synthèse et de caractérisation

$$A = \log (I_0/I) = -\log T$$

T : est la transmittance définie par la relation suivante : $T = (I/I_0)$

Avec:

I_0 : Intensité lumineuse incidente.

I : Intensité lumineuse transmise

La loi de Beer-Lambert, indique que pour une longueur d'onde λ , l'absorbance d'une solution est proportionnelle à sa concentration et à la longueur du trajet optique (épaisseur de la solution traversé par la lumière).

$$A = \log (I_0/I) = \epsilon \cdot \ell \cdot c \quad (\text{Loi de Beer-Lambert})$$

A: Absorbance ou densité optique à une longueur d'onde λ (sans unité).

ϵ : Coefficient d'extinction molaire, il dépend de la longueur d'onde λ et de la nature chimique de l'entité (L/mol/cm).

ℓ : Longueur du trajet optique dans la solution traversée, elle correspond à l'épaisseur de la cuve utilisée (cm) [23].



Figure II.8: Appareil UV-visible

III.1. Introduction :

Ce chapitre est consacré à l'élaboration et la caractérisation du composite binaire BiFeO₃-Bi₂O₃. Notre matériau est synthétisé par trois méthodes différentes ; sol-gel, sol-gel combustion et auto-combustion. Les échantillons que nous avons obtenus ont été analysés par diverses techniques d'analyse telles que la diffraction des rayons X (DRX), spectroscopie infrarouge à transformation de fourrier (FT-IR), l'UV-visible et analyse thermogravimétrique (ATG/ATD) pour étudier l'impact de la méthode de synthèse sur les propriétés photocatalytiques de BiFeO₃-Bi₂O₃.

III.2. La synthèse du composite binaire BiFeO₃-Bi₂O₃ :

III.2.1. Synthèse par la méthode sol-gel :

Des proportions stœchiométriques des nitrates de bismuth Bi(NO₃)₃.5H₂O et les nitrates de fer Fe(NO₃)₃.9H₂O sont dissoutes séparément dans 50 ml d'eau distillée, puis mélangées. Le bécher contenant le mélange obtenu est chauffé à dans un bain marie jusqu'à atteindre 80 °C. Lors du chauffage le mélange est traité par une solution de l'acide citrique ce qui est utilisé comme agent complexant à fin d'obtenir un xérogel stable. Le gel résultant est séché dans un étuve pendant 24 H à T =100 °C. Le solide sec obtenu subit un broyage pour atteindre une poudre fine. En fin, la poudre obtenue a été calcinée à T= 800 °C pendant 5 heures pour former la phase pérovskite désirée.

L'organigramme qui résume les étapes de synthèse que nous avons mentionné au dessus est présenté dans la **Figure II.1**.

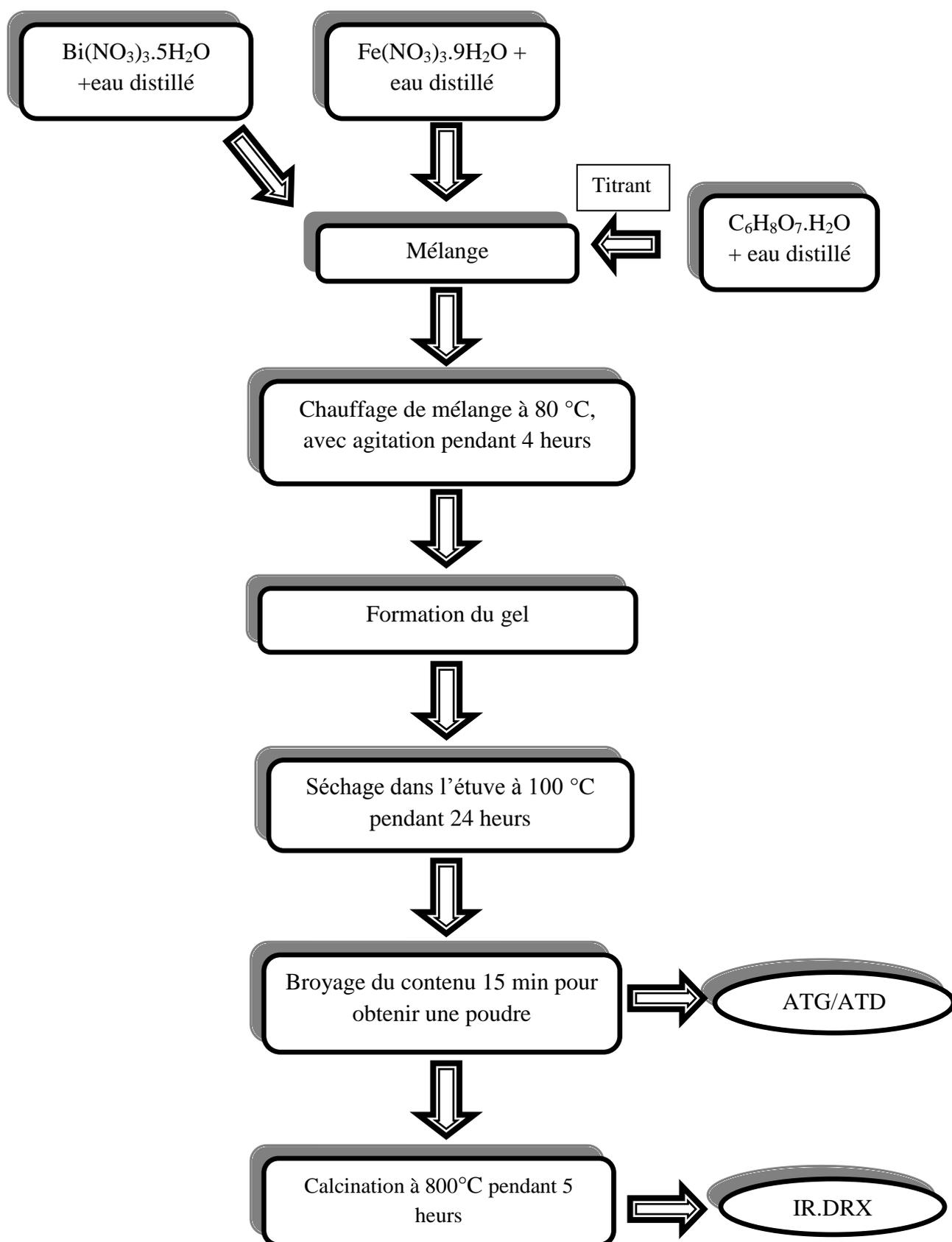
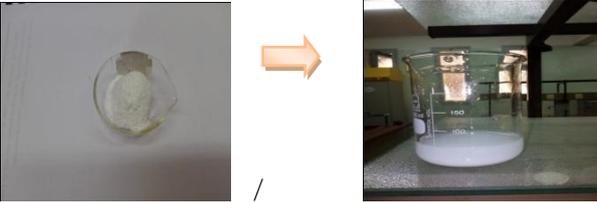


Figure III.1 : Les différentes étapes de la synthèse de BiFeO₃-Bi₂O₃ par voie sol-gel.

Tableau III.1: Dissolution des précurseurs employés dans la synthèse du BiFeO₃-Bi₂O₃ par voie sol gel.

Réactifs	Préparation des précurseurs
<p>Nitrate de bismuth pentahydraté</p>	<div style="text-align: center;">  <p>(I) : 4.84g + 50ml eau distillé</p> </div>
<p>Nitrate de fer nanohydraté</p>	<div style="text-align: center;">  <p>(II) : 4.04g + 50 ml eau distillé</p> </div>
<p>L'acide citrique</p>	<div style="text-align: center;">  <p>(III) : 4.20g + 50ml eau distillé</p> </div>

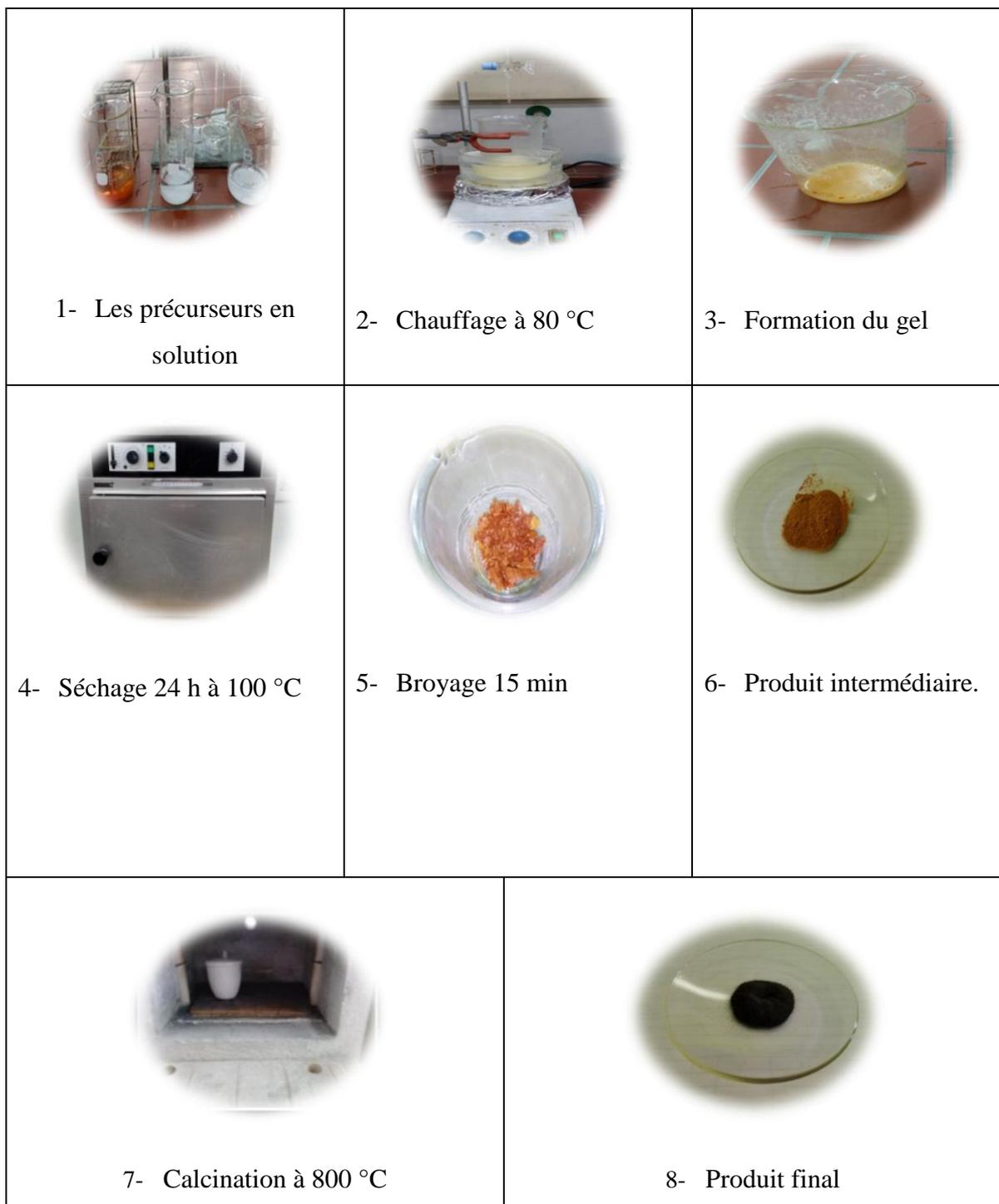


Figure III.2: Les différentes étapes de préparation de la poudre $\text{BiFeO}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$ par la méthode sol gel.

III.2.2. Synthèse par la méthode sol-gel combustion :

Les étapes initiales sont similaires à celles de la méthode sol-gel. La différence est que après la formation du gel, ce dernier est placé directement sur la plaque chauffante à haute température (environ 300 °C) jusqu'à la combustion et l'obtention de cendre, après le broyage, on obtient une poudre fine. En fin la poudre obtenue a été calcinée à T= 800 °C pendant 5 heures. Les déroulements de synthèse BiFeO₃-Bi₂O₃ par sol gel combustion sont représentés dans l'organigramme suivant :

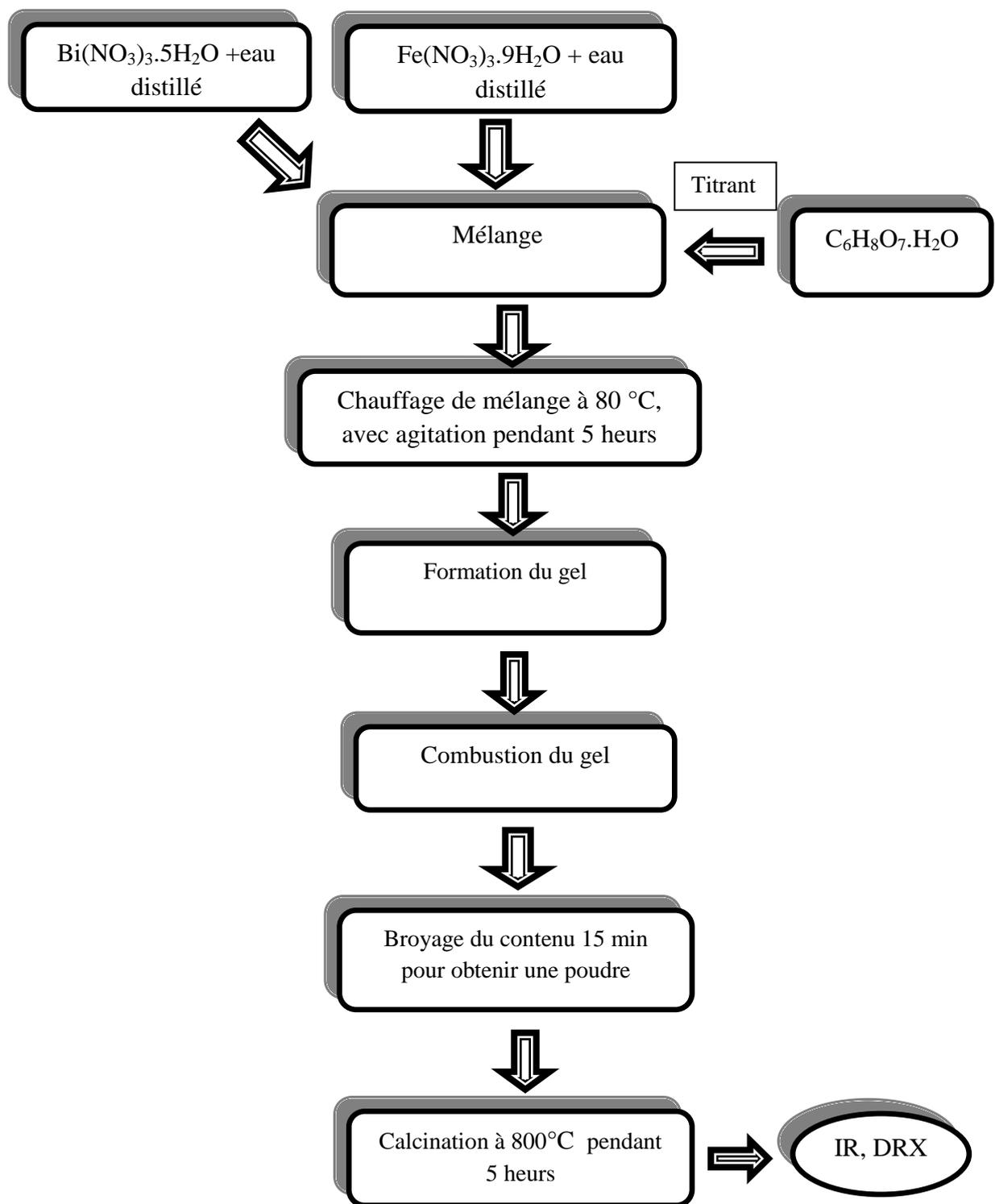


Figure III.3: Les différentes étapes de la synthèse de BiFeO₃-Bi₂O₃ par sol gel combustion.

combustion.

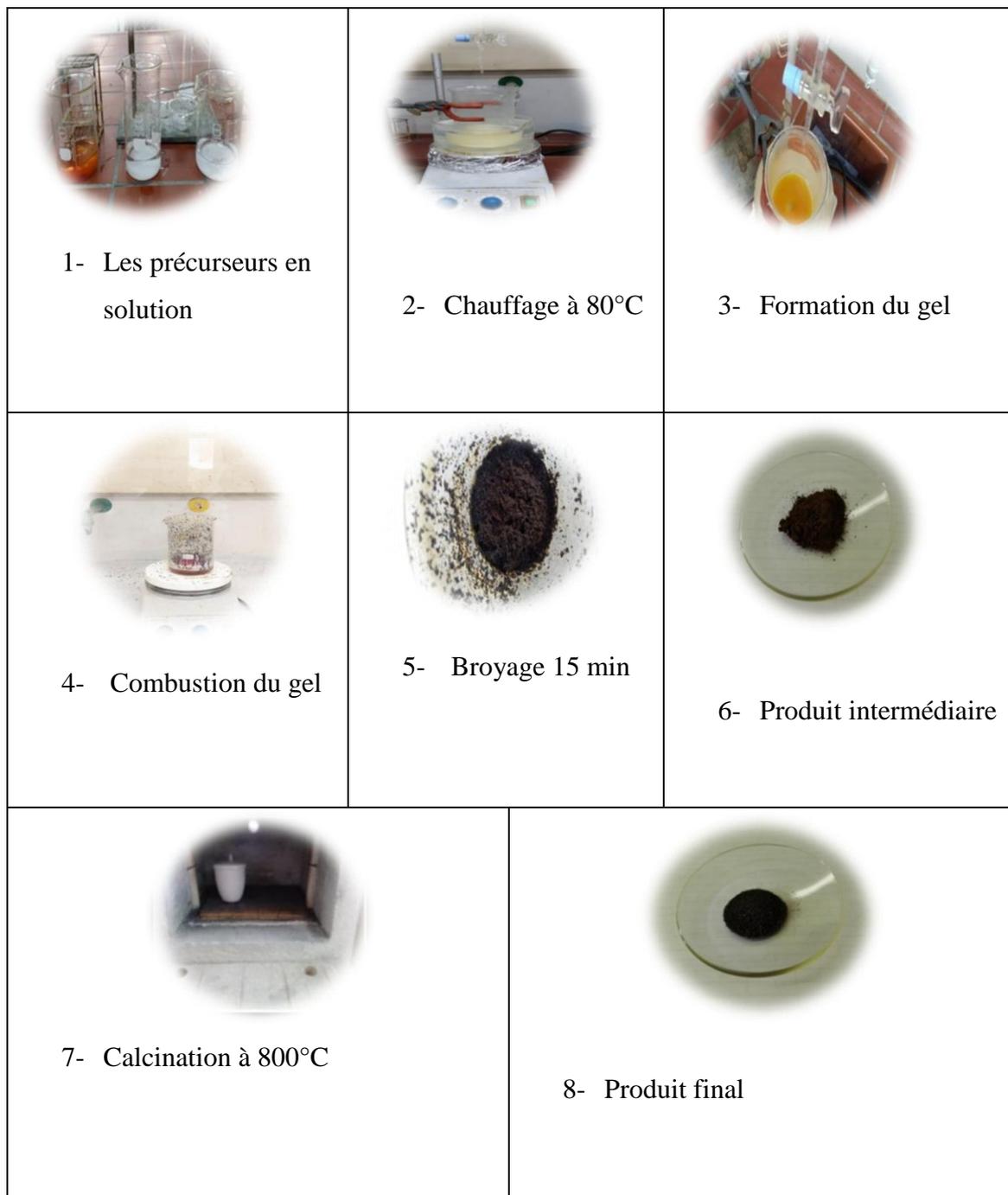
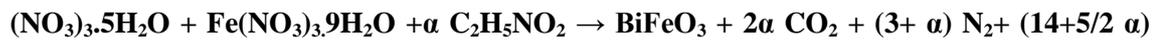


Figure III.4: Différentes étapes de préparation de la poudre $\text{BiFeO}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$ par sol-gel combustion.

III.2.3.Synthèse par la méthode auto-combustion :

Les produits de départ que nous avons employés dans ce stade de synthèse sont des nitrates hydratés ; nitrates de bismuth Bi(NO₃)₃.5H₂O et nitrates de fer Fe(NO₃)₃.9H₂O, ces nitrates sont utilisés comme comburant dans la synthèse et la glycine est combustible selon la réaction suivante :

Bi



H₂O

On dissout 4.84 g de Bi(NO₃)₃.5H₂O, 4.04 g de Fe(NO₃)₃ et 4,99 g de la glycine respectivement, dans des béchers contenant 50 ml d'eau distillée. Les solutions obtenues sont ensuite mélangées à température ambiante. Le mélange obtenu est chauffée pendant 2 heures jusqu'à la combustion et l'obtention de cendre. Le produit qui en résulte est soumis à un broyage pour une poudre très fine de la phase pérovskite souhaitée.

Les étapes de synthèse sont décrites dans la représentation schématique comme suit :

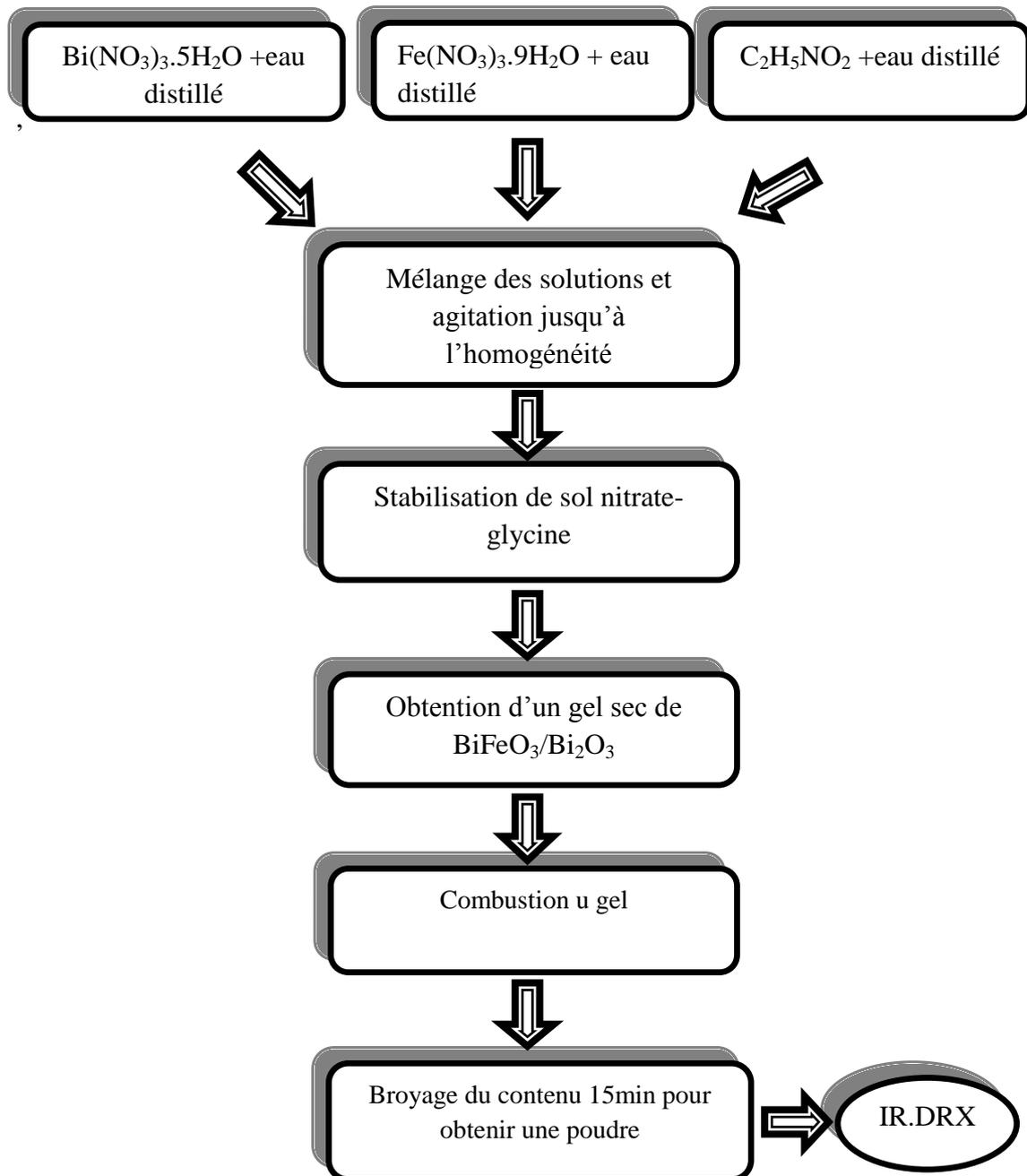


Figure III.5: Les différentes étapes de la synthèse de BiFeO₃-Bi₂O₃ par auto-combustion.

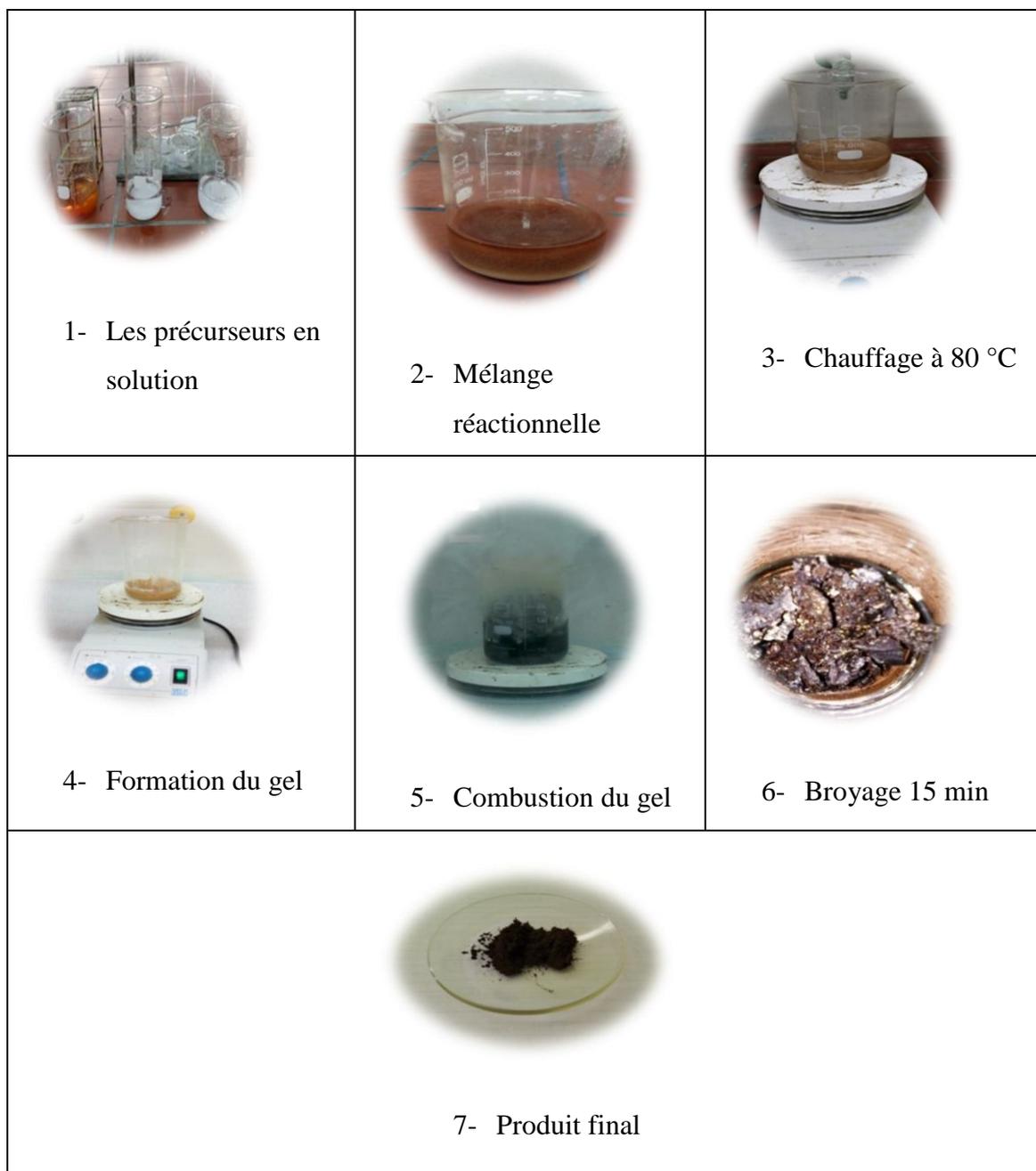


Figure III.6: Différentes étapes de préparation de la poudre $\text{BiFeO}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$ par Auto-combustion.

III.3. Caractérisation :

Différentes méthodes sont utilisées dans la caractérisation du BiFeO₃-Bi₂O₃, parmi lesquelles on a utilisé : DRX, FT-IR, ATG/ATD, UV-Vis.

III.3.1. Analyse thermique (ATG/ATD) du précurseur :

Dans le but d'estimer préalablement la température de calcination permettant de former le composite BiFeO₃-Bi₂O₃. Le précurseur issu de la méthode sol gel a été analysé par thermogravimétrie (ATG/ATD) à l'aide d'un appareil de type labsys, sous flux d'air. L'échantillon que nous avons analysé a subi un traitement thermique dans un intervalle de température varie de l'ambiante jusqu'à 800 °C.

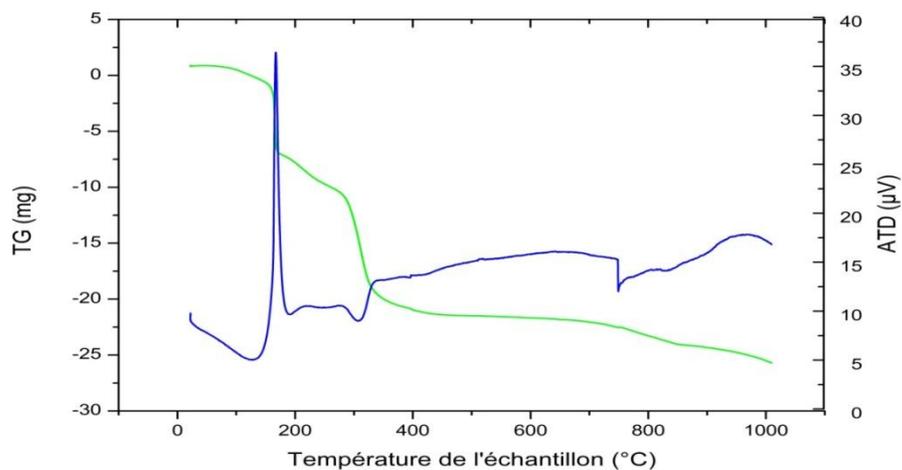


Figure III.7: Thermogrammes ATG-ATD de BiFeO₃-Bi₂O₃.

La courbe (ATG-ATD) du précurseur analysé est illustrée dans la **Figure III.7**. D'après cette figure, il est évident que les courbes ATG/ATD présentes trois étapes de décomposition thermique.

La première étape de perte progressive de poids à 190°C, représente une perte de masse de (17.04%) environ, accompagnée d'un pic exothermique, cette étape peut être attribuée à la décomposition des nitrates non carbonés.

La seconde étape de perte de poids à température 310 °C, représente une perte de masse de (32.95%), accompagnée d'un pic endothermique correspond à la destruction du réseau de gel et la combustion des restes organique, ainsi que le dégagement du dioxyde de carbone.

Une dernière partie représente une perte de masse de (10.22%) à température 780°C, accompagné d'un petit pic exothermique qui peut être attribuée à la formation de la phase BiFeO₃-Bi₂O₃ [1].

III.3.2. Analyse par la diffraction des rayons X :

La composition élaborée a été analysée par la technique de diffraction des rayons X (DRX). Le traitement des diffractogramme est réalisé à l'aide du logiciel (X'pert highscore). Les positions et les intensités des raies de diffraction observées sont comparées à celles données par les fiches ASTM.

Le diffractogramme que nous avons obtenu pour l'échantillon élaboré par la méthode sol gel est illustré dans la **Figure III.8**.

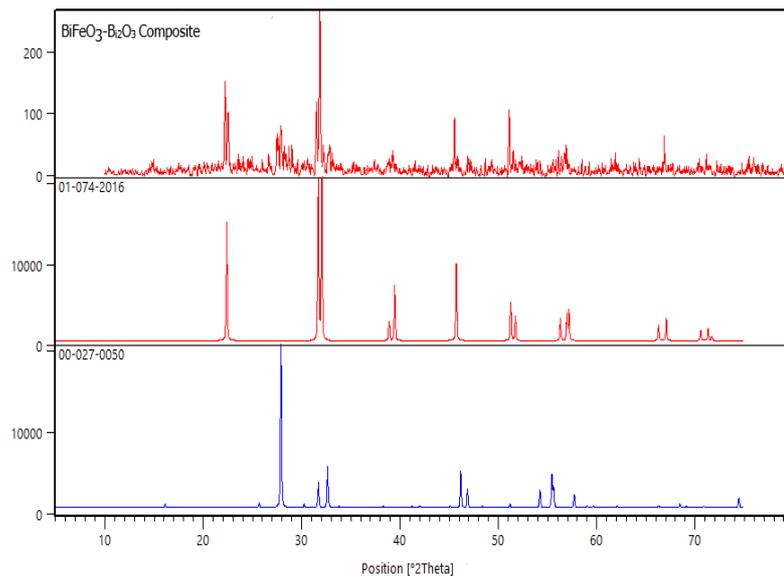


Figure III.8: Comparaison de diffractogramme de la composition préparée par sol gel avec le fichier ASTM (Annexe).

La comparaison de diffractogramme DRX que nous avons obtenu avec la base des données JCPDS indique que les pics sont similaires à ceux de BiFeO₃, avec la présence des pics parasites, ils sont attribués à la phase minoritaire Bi₂O₃, ce qui implique la formation du système composite binaire BiFeO₃-Bi₂O₃ [2].

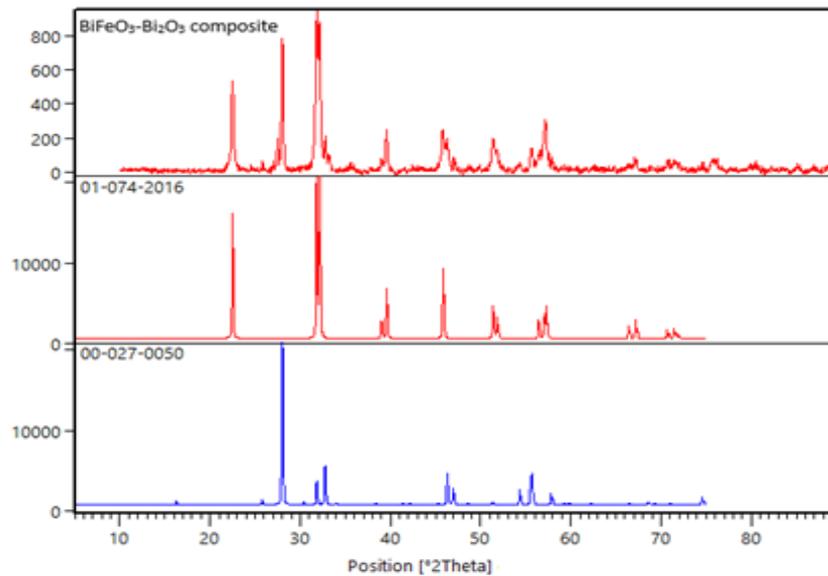


Figure III.9: Comparaison de diffractogramme de la composition préparée par sol gel combustion avec le fichier ASTM (Annexe).

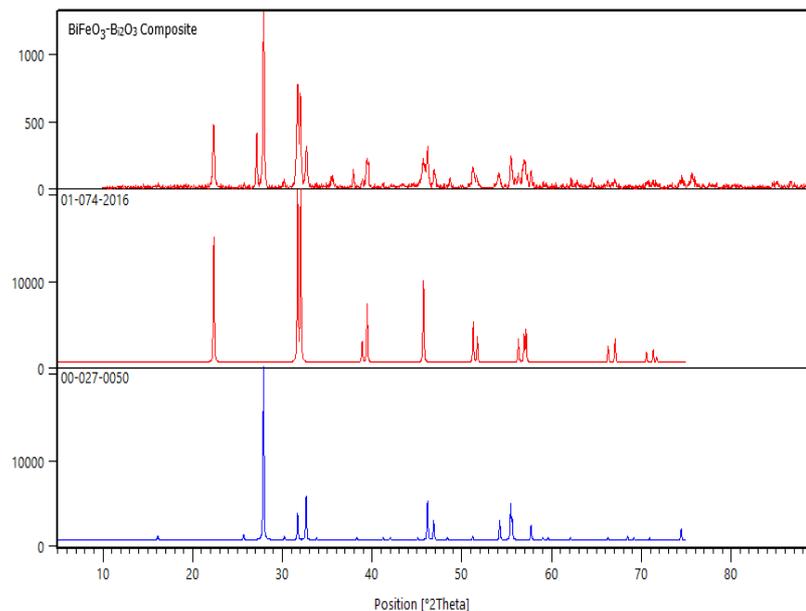


Figure III.10: Comparaison de diffractogramme de la composition préparée par auto-combustion avec le fichier ASTM (Annexe).

Pour les deux échantillons préparés par sol gel combustion et auto-combustion, les diffractogrammes sont montrés dans les **Figures III.9 et III.10**, respectivement. La comparaison de chacun des diffractogrammes DRX que nous avons obtenu avec la base des données JCPDS indique que les pics sont similaires à ceux de la phase BiFeO₃, des pics supplémentaires sont aussi apparus, ils sont attribués à la phase Bi₂O₃, ce qui favorise la formation du système composite binaire BiFeO₃-Bi₂O₃[3,4].

Les paramètres cristallographiques de BiFeO₃ et Bi₂O₃ sont résumés dans le **Tableau III.2** suivant :

Tableau III.2: Les paramètres cristallographique de BiFeO₃ et Bi₂O₃.

Les paramètres cristallographiques	BiFeO ₃	Bi ₂ O ₃
a (Å)	3.9620	7.7430
b (Å)	3.9620	7.7430
c (Å)	3.9620	5.6300
α (°)	89.4000	90.0000
β (°)	89.4000	90.0000
γ (°)	89.4000	90.0000
Système cristallin	Rhomboédrique	Tétragonal
Groupe d'espace	R _{3m}	P _{-421c}

III.3.3. Analyse par Spectroscopie Infrarouge (IR) :

L'analyse par spectroscopie infrarouge (IR) nous informe sur la nature des groupements fonctionnels ainsi que leurs modes de vibration. Les spectres infrarouges obtenus pour les différents échantillons de BiFeO₃-Bi₂O₃ préparés par les trois méthodes de synthèse mentionnées précédemment sont montrés dans les Figures suivantes. L'attribution des bandes aux différents modes de vibration se fait par comparaison avec celles citées dans la littérature.

II.3.3.1. BiFeO₃-Bi₂O₃ préparé par sol-gel :

Le spectre infrarouge du composite BiFeO₃-Bi₂O₃ est présenté dans la figure suivante :

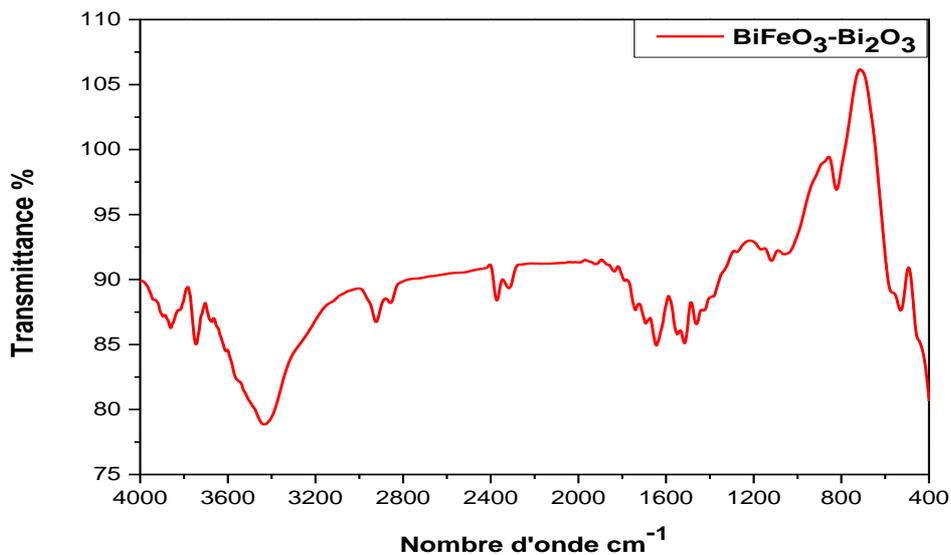


Figure III.11: Le spectre infrarouge de BiFeO₃-Bi₂O₃ préparé par sol gel (calciné à 800°C).

Le spectre infrarouge de BiFeO₃-Bi₂O₃ préparé par sol-gel présente une large bande caractéristique à 3440 cm⁻¹, cette bande est attribuée la vibration d'élongation du groupement d'hydroxyle (O-H) de l'eau. Des bandes apparaissent à 577 cm⁻¹ et 520 cm⁻¹, elles correspondent à la vibration de la bande métal-oxygène (Fe-O) et (Bi-O), respectivement [2,3].

II.3.3.2. BiFeO₃-Bi₂O₃ préparé par sol-gel combustion :

Le spectre infrarouge de BiFeO₃-Bi₂O₃ présenté en dessus :

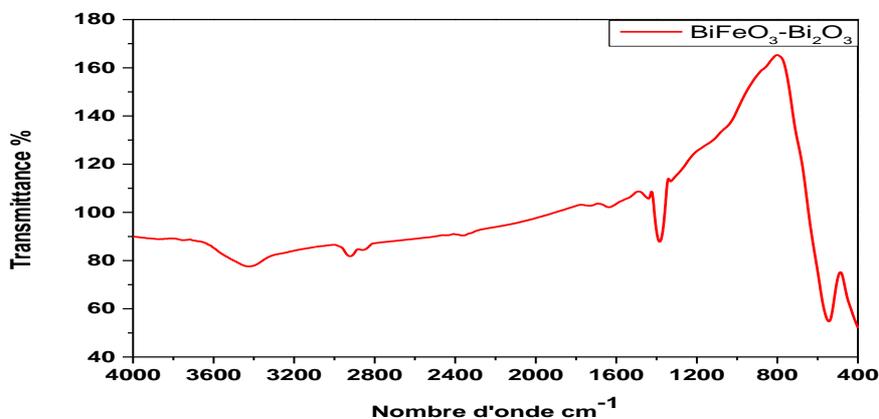


Figure III.12: Spectre infrarouge de BiFeO₃-Bi₂O₃ préparé par sol-gel combustion (calciné à 800 °C).

Le spectre infrarouge de BiFeO₃-Bi₂O₃ élaboré par sol-gel combustion présente une bande de faible intensité située à 3400 cm⁻¹ située, elle correspond au groupement (OH) de la molécule H₂O. Une autre bande apparaît à 547 cm⁻¹ due à la liaison métal-oxygène (Bi-O). A 1384 cm⁻¹ on observe une bande intense correspond aux ions nitrate [5].

II.3.3.3. BiFeO₃-Bi₂O₃ préparé par auto-combustion :

Le spectre infrarouge de BiFeO₃-Bi₂O₃ illustré dans la figure suivante :

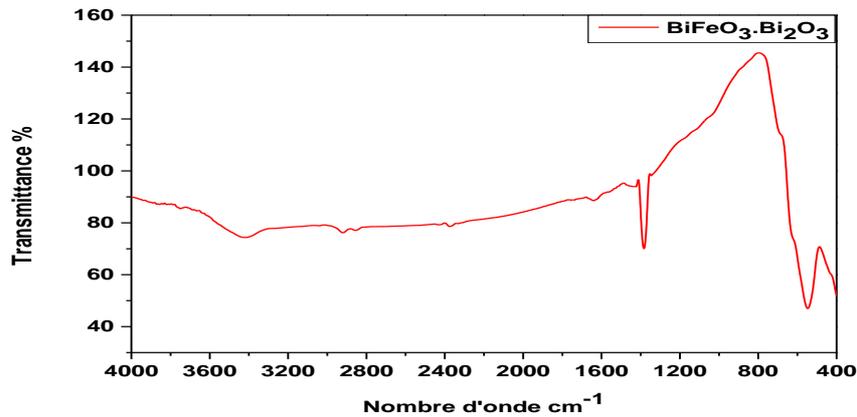


Figure III.13: Spectre infrarouge de BiFeO₃-Bi₂O₃ préparé par auto-combustion.

Ce spectre présente une autre bande à 3438 cm⁻¹ correspond à la liaison (O-H) de la molécule H₂O. Une bande infrarouge caractéristique apparaît à 550 cm⁻¹ attribué à la bande métal-oxygène Bi-O de la structure pérovskite. [4]

II.3.4. Etude des propriétés photocatalytiques :

Pour estimer la capacité photocatalytique de l'oxyde synthétisé, on a préparé 1000 ml d'une solution mère de méthyle orange (MO) de concentration C= (10⁻³) mol/l, on la note S_M. On a prélevé 10 ml de la solution S_M, ensuite ce prélèvement a subi une dilution 20 fois afin d'obtenir une solution fils on le note S_F. Avant de commencer les tests photocatalytiques, on doit déterminer la longueur d'onde λ_{\max} du méthyle orange, ce dernier possède une λ_{\max} de l'ordre de 463 nm.

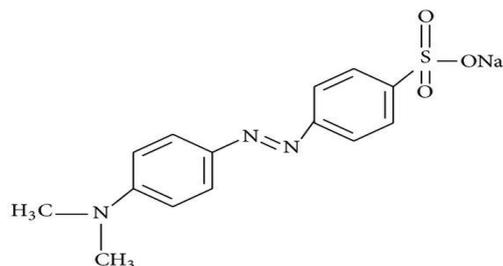


Figure II.14 : Structure moléculaire de méthyle orange.

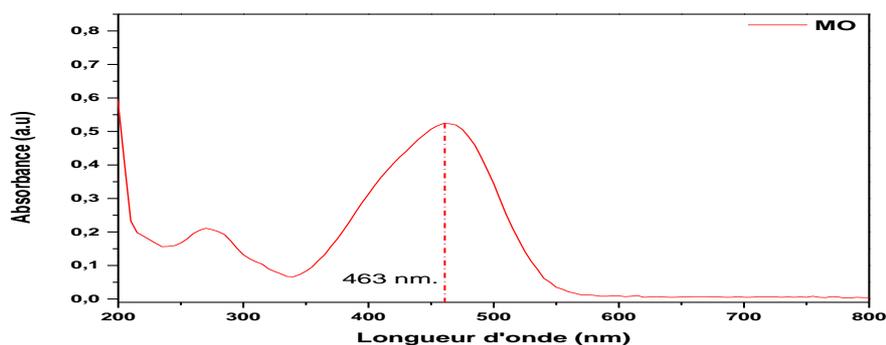


Figure III.15: Spectre UV- visible du méthyle orange.

Pour étudier la photodégradation du MO par le composite BiFeO₃-Bi₂O₃ préparé par la méthode sol-gel, on introduit 0,160 g du BiFeO₃-Bi₂O₃ à 80 ml de solution S_F, le mélange MO/BiFeO₃ est mis en obscurité pendant 30 minutes sous agitation magnétique. On mesure l'absorbance A₀. Ensuite, des quantités de mélange sont exposées à l'irradiation solaire et artificielle sous l'agitation magnétique. Chaque 30 minute, on prend un prélèvement du chacun des mélanges irradiés, on le met à la centrifugation pour séparer le MO et BiFeO₃-Bi₂O₃. Le centrifugat est analysé par la spectroscopie UV-Visible dont l'intervalle de la longueur d'onde est compris entre 200-800 nm pour mesurer l'absorbance de BiFeO₃-Bi₂O₃. Le blanc de nos tests est une solution aqueuse de BiFeO₃-Bi₂O₃ de concentration massique 2 g/l.

II.3.4.1. Photodégradation de BiFeO₃-Bi₂O₃ synthétisé par sol-gel :

Le spectre UV-visible ci-dessus montre que le composite BiFeO₃-Bi₂O₃ synthétisé par sol-gel a une bande d'absorption dans l'intervalle [200-800 nm].

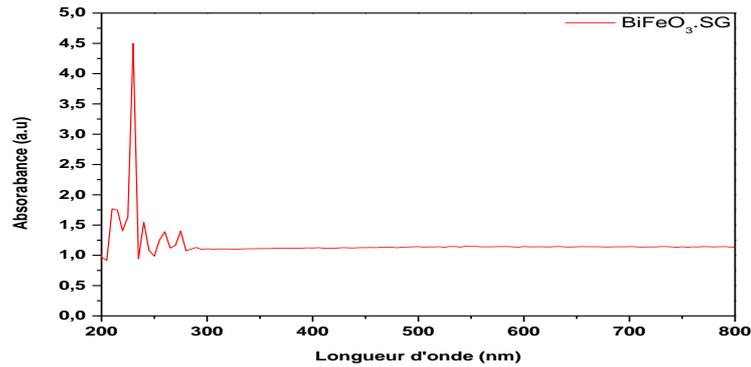


Figure III.16: Spectre UV- visible du BiFeO₃-Bi₂O₃ synthétisé par sol-gel.

On a mesuré l'absorbance sous l'effet de la lumière solaire chaque 30 min pendant 3h, les courbes de variation de l'absorbance au cours du temps sont rassemblées dans la **Figure III.17**.

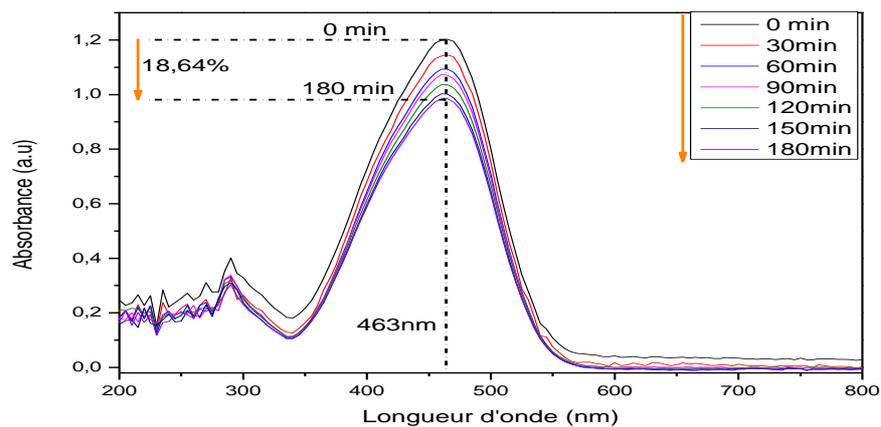


Figure III.17: Spectres UV- visible de la photocatalyse par BiFeO₃-Bi₂O₃ synthétisé par sol-gel (lumière solaire).

II.3.4.2. Photodégradation de l'oxyde BiFeO₃-Bi₂O₃ synthétisé par sol-gel combustion :

Le spectre UV-visible ci-dessus montre que le composite BiFeO₃-Bi₂O₃ synthétisé par sol-gel combustion a une bande d'absorption dans l'intervalle [200-800 nm].

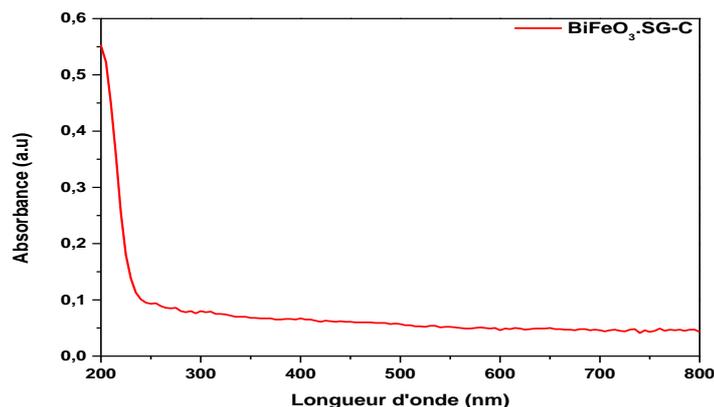


Figure III.18: Spectre UV- visible du BiFeO₃-Bi₂O₃ (sol-gel combustion).

Sous l'effet de la lampe UV-visible (de puissance 300w) on a mesuré l'absorbance de MO en présence du catalyseur BiFeO₃-Bi₂O₃ chaque 30 min pendant 2h.

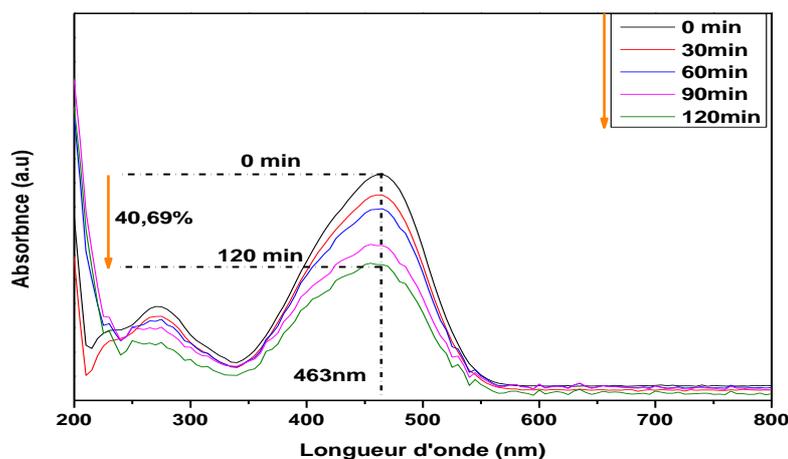


Figure III.19: Spectres UV- visible de la photocatalyse par BiFeO₃-Bi₂O₃ synthétisé par sol-gel combustion (lumière visible).

Les courbes qui montrent les changements de l'absorbance au cours du temps sont associées à la **Figure III.19**, à partir de cette figure, on remarque un abaissement graduel de l'absorbance de MO sous l'effet du catalyseur. L'absorbance initial que nous avons rapporté est égale 0,836 ce grandeur a atteint 0,462 après 2 heure.

Sous l'effet d'irradiation de la lumière solaire, on a mesuré l'absorbance de MO en présence du catalyseur BiFeO₃-Bi₂O₃ au cours du temps chaque 30 min pendant 4h et 30 min.

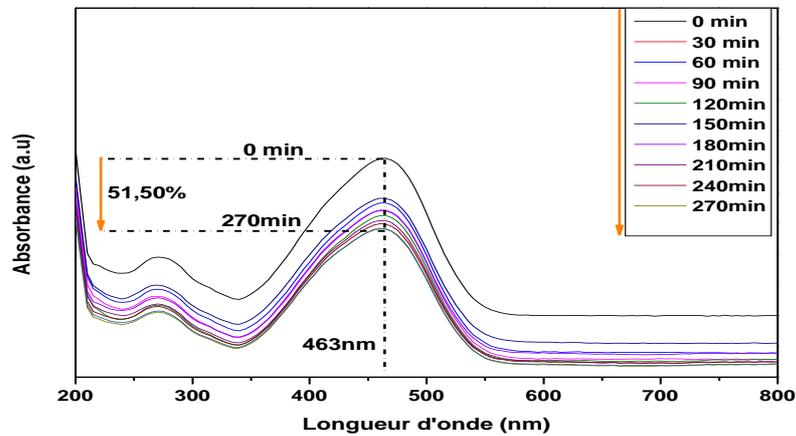


Figure III.20: Spectres UV- visible de la photocatalyse par BiFeO₃-Bi₂O₃ synthétisé par sol-gel combustion (lumière solaire).

La Figure III.20 représente l'évolution de l'absorbance de MO en présence du catalyseur BiFeO₃-Bi₂O₃, nous observons que l'absorbance initiale est égal à 1.466. Ensuite, elle diminue jusqu'à atteindre 0.703 après 4h et 30min heures.

II.3.4.3. Photodégradation de BiFeO₃-Bi₂O₃ synthétisé par auto-combustion :

Le spectre UV-visible ci-dessus montre que le composite BiFeO₃-Bi₂O₃ synthétisé par auto-combustion a une bande d'absorption dans l'intervalle [200-800 nm].

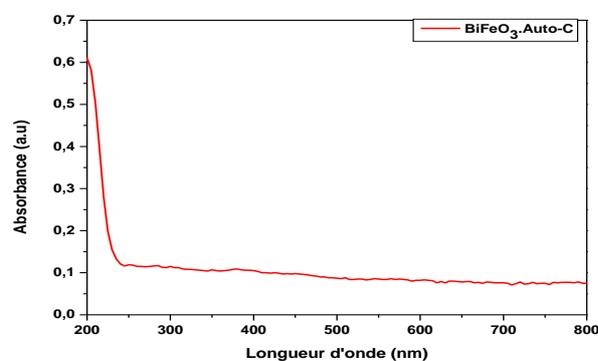


Figure III.21: Spectre UV- visible du BiFeO₃-Bi₂O₃ (auto-combustion).

On a mesuré l'absorbance sous l'effet de la lumière artificielle de MO en présence du catalyseur BiFeO₃-Bi₂O₃ chaque 10 min pendant 1h, les courbes de variation de l'absorbance au cours du temps sont associées dans la **Figure III.22** :

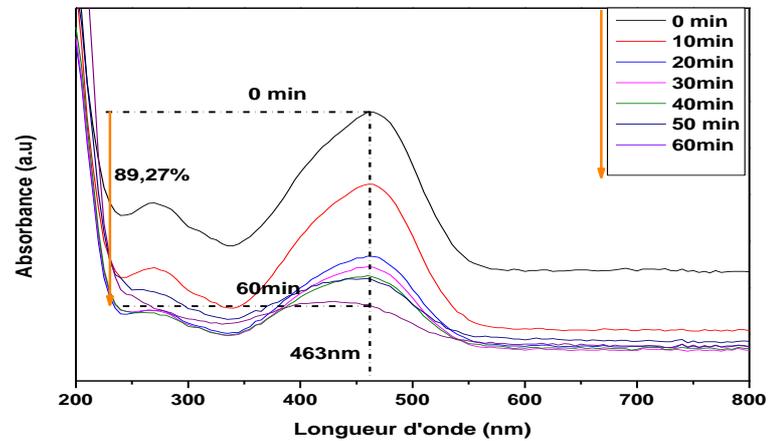


Figure III.22: Spectres UV- visible de la photocatalyse par BiFeO₃-Bi₂O₃ synthétisé par auto-combustion (lumière visible).

A partir de la Figure, on a vu que l'absorbance de départ est égale à 0,478, après 1 heure ce paramètre est devenu de l'ordre 0,061.

Sous l'effet de faisceaux de la lumière solaire, on a mesuré l'absorbance de MO en présence du catalyseur BiFeO₃-Bi₂O₃ au cours du temps chaque 30 min pendant 5h.

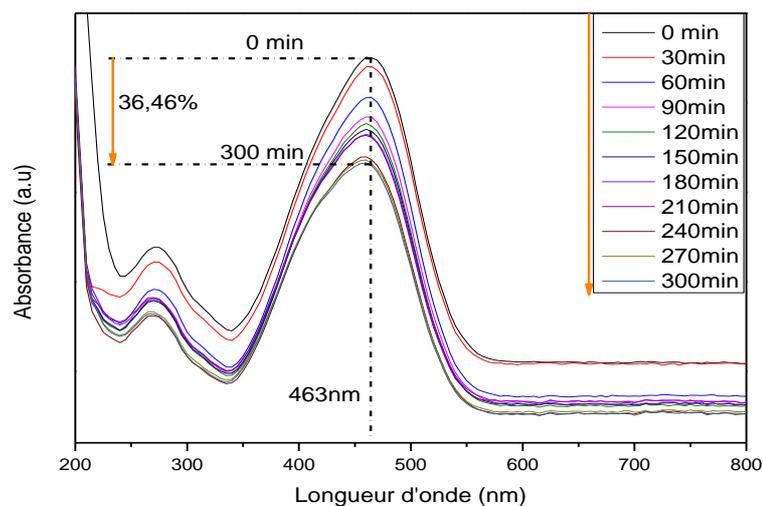


Figure III.23: Spectres UV- visible de la photocatalyse par BiFeO₃-Bi₂O₃ synthétisé par auto-combustion (lumière solaire).

Nous observons que l'absorbance initiale est égal à 0.877. Ensuite, elle diminue jusqu'à atteindre 0.579 après 5 heures.

Une comparaison de l'effet de méthode de synthèse et les différents paramètres qui influent sur l'activité photocatalytique du système BiFeO₃-Bi₂O₃ sur la dégradation du méthyle orange est représenté dans le tableau suivant :

Tableau III.3 : L'évolution de la dégradation photocatalytique du méthyle orange par le composite BiFeO₃-Bi₂O₃.

N°	Méthode de synthèse	La phase formée	Bande IR du M-O	Source de la lumière	% dégradation du colorant
1	Sol-Gel	BiFeO ₃ -Bi ₂ O ₃	Bi-O: 577cm ⁻¹ Fe-O: 520 cm ⁻¹	Solaire	18.64% après 3h
2	Sol-Gel combustion	BiFeO ₃ -Bi ₂ O ₃	Bi-O : 547cm ⁻¹	Lampe visible (300w)	40.96% après 2h
				Solaire	51.50% après 4h et 30min
3	Auto-combustion	BiFeO ₃ -Bi ₂ O ₃	Bi-O: 550cm ⁻¹	Lampe visible (300w)	89.27% après 1h
				Solaire	36.46% après 5h

Les résultats obtenus montrent que le MO a été dégradé par le, BiFeO₃-Bi₂O₃ avec 36.46% dans une heure sous la lumière artificielle (une diminution de l'absorbance), par contre le pourcentage de dégradation est 40.56% dans 2 heures.

Aussi, ce tableau nous informe que le MO a été dégradé par BiFeO₃-Bi₂O₃ (synthétisé par auto-combustion) avec un grand pourcentage 89.27% après une heure

sous la lumière solaire, par comparaison au BiFeO₃-Bi₂O₃ synthétisé par les deux autres méthodes (sol-gel et sol-gel combustion).

Donc, le composite BiFeO₃-Bi₂O₃ synthétisé par la méthode auto-combustion qui a été introduit comme un photocatalyseur a donné un meilleur résultat de la photodégradation. [5]

Références bibliographique

Bibliographie

Chapitre I

- [1] Tripathi, Lata, Mishra, A.K. Dubey, Anilkumar, Tripathi, C.B. (2015). Water pollution through energy sector. *Int. J. Technol. Enhanc. Emerg. Eng. Res.* 3, 92–96.
- [2] Rauf, M.A. Meetani, M.A. Hisaindee, S. (2011). An overview on the photocatalytic degradation of azo dyes in the presence of TiO₂ doped with selective transition metals. *Desalination* 276, 13–27.
- [3] Borker, P. Salker, A.V. (2006). Photocatalytic degradation of textile azo dye over Ce_{1-x}Sn_xO₂ series. *Mater. Sci. Eng. B.* 133, 55–60.
- [4] Zubair Alam, M., Ahmad, S., Malik, A., Ahmad, M.(2010). Mutagenicity and genotoxicity of tannery effluents used for irrigation at Kanpur, India. *Ecotoxicol. Environ. Saf.* 73, 1620–1628.
- [5] Chong. Meng Nan. Jin. Bo. Chow. Christopher W.K. Saint, Chris. (2010a). Recent developments in photocatalytic water treatment technology: a review. *Water Res.* 44, 2997–3027.
- [6] Colmenares. Juan Carlos. Luque. Rafael. (2014). Heterogeneous photocatalytic nanomaterials: prospects and challenges in selective transformations of biomass-derived compounds. *Chem. Soc. Rev.* 43, 765–778.
- [7] Elmolla. Emad, S. Chaudhuri. Malay. (2010). Comparison of different advanced oxidation processes for treatment of antibiotic aqueous solution. *Desalination.* 256, 43–47.
- [8] Mota, L.N., Albuquerque, L.F., Beltrame, L.T.C., Chiavone-Filho, O., Machulek Jr., A. Nascimento, C.A.O. (2008). Advanced oxidation processes and their application in the petroleum industry: a review. *Braz. J. Petrol. Gas* 2, 122–142.
- [9] Ni, Meng, Leung, Michael K.H., Leung, Dennis Y.C. Sumathy, K. (2007). A review and recent developments in photocatalytic water-splitting using TiO₂ for hydrogen production. *Renew. Sustain. Energy Rev.* 11, 401–425.
- [10] Rajeshwar, K, Osugi, M.E. Chanmanee, W. Chenthamarakshan, C.R., Zaroni, M.V.B., Kajitvichyanukul, P., Krishnan-Ayer, R.(2008). Heterogeneous photocatalytic treatment of organic dyes in air and aqueous media. *J. Photochem. Photobiol. C* 9, 171–192.

- [11] Kanhere. Pushkar. Chen. Zhong. (2014). A review on visible light active perovskite-based photocatalysts. *Molecules*. 19, 19995–20022.
- [12] Shi, Jinwen, Guo, Liejin, (2015). ABO₃-based photocatalysts for water splitting. *Prog. Nat. Sci. Mater. Int.* 22, 592–615.
- [13] Konta. Ryoko. Ishii. Tatsuya. Kato. Hideki. Kudo. Akihiko. (2004). Photocatalytic activities of noble metal ion doped SrTiO₃ under visible light irradiation. *J. Phys. Chem. B* 108, 8992–8995.
- [14] Wang, Yong gang, Xu, Gang, Ren, Zhaohui, Wei, Xiao, Weng, Wenjian, Du, Piyi, Shen, Ge, Han, Gaorong, (2008). Low temperature polymer assisted hydrothermal synthesis of bismuth ferrite nanoparticles. *Ceram. Int.* 34, 157–1569.
- [15] Layek. Samar. Verma, H.C. 2012). Magnetic and dielectric properties of multiferroic BiFeO₃ nanoparticles synthesized by a novel citrate combustion method. *Adv. Mat. Lett.* 3, 533–538.
- [16] Sando, D., et al. (2013). Crafting the magnonic and spintronic response of BiFeO₃ films by epitaxial strain. *Nat. Mater.* 12, 641–646.
- [17] Tiwari, Devendra, Fermin, David, Chaudhuri, T.K. Ray, Arabinda, (2015). Solution processed bismuth ferrite thin films for all-oxide solar photovoltaics. *J. Phys. Chem. C* 119, 5872–5877.
- [18] Ventura-Camargo, Bruna de Campos, Marin-Morales, Maria Aparecida, (2013). Azo dyes characterization and toxicity—a review. *Textiles Light Ind. Sci. Technol.* 2, 85–103.
- [19] Jaina. Rajeev. Mathura. Megha. Sikarwara. Shalini. Mittal. Alok. (2007). Removal of the hazardous dye rhodamine B through photocatalytic and adsorption treatments. *J. Environ. Manage.* 85, 956–964.
- [20] Rafatullah, Mohd., Sulaiman, Othman, Hashim, Rokiah, Ahmad, Anees, (2010). *J. Hazard. Mater.* 177, 70–80.
- [21] El-Zawahry, Fatm. Manal, M. Abdelghaffar. Rehab, A. Abdelghaffar Hassabo. Ahmed, G. (2016). Equilibrium and kinetic models on the adsorption of Reactive Black 5 from aqueous solution using Eichhornia crassipes chitosan composite Carbohydrate. *Polymers*. 136, 507–515.
- [22] Sakkas, Vasilios A., Azharul Islam, Md., Stalikas, Constantine, Albanis, Triantafyllos A., (2010). Photocatalytic degradation using design of experiments:

- a review and example of the Congo red degradation. *J. Hazard. Mater.* 175, 33–44.
- [23] Gao. Tong, et al. (2015b). Shape-controlled preparation of bismuth ferrite by hydrothermal method and their visible-light degradation properties. *J. Alloys Compd.* 648, 564–570.
- [24] Hengky. Chang. Moya. Xavier. Mathur. Neil, D. Dunn. Steve. (2012). Evidence of high rate visible light photochemical decolourisation of Rhodamine B with BiFeO_3 nanoparticles associated with BiFeO_3 photocorrosion. *RSC Adv.* 2, 11843–11849.
- [25] Huo. Yuning. Jin. Yi. Zhang. Ya. (2010). Citric acid assisted solvothermal synthesis of BiFeO_3 microspheres with high visible-light photocatalytic activity. *J. Mol. Catal. A Chem.* 331, 15–20.
- [26] Mamba, G., Mishra, A. (2016). Advances in magnetically separable photocatalysts: smart, recyclable materials for water pollution mitigation. *Catalysts* 6, 1–34.
- [27] Wang, Xiong, Lin, Ying, Ding, Xifeng, Jiang, Jinguo, (2011). Enhanced visible-light-response photocatalytic activity of bismuth ferrite nanoparticles. *J. Alloys Compd.* 509, 6585–6588.
- [28] Wang, Sen, Da Chen, Feng Niu, Zhang, Ning, Qin, Laishun, Huang, Yuexiang, (2016a). Hydrogenation-induced surface oxygen vacancies in BiFeO_3 nanoparticles for enhanced visible light photocatalytic performance. *J. Alloys Compd.* 688, 399–406.
- [29] Soltani, Tayyebe, Entezari, Mohammad H., (2013a). Sono-synthesis of bismuth ferrite nanoparticles with high Photocatalytic activity in degradation of Rhodamine B under solar light irradiation. *Chem. Eng. J.* 223, 145–154.
- [30] Dhanalakshmi. Radhalayam. Muneeswaran, M. Shalini, K. Giridharan, N.V. (2016). Enhanced photocatalytic activity of La-substituted BiFeO_3 nanostructures on the degradation of phenol red. *Mater. Lett.* 165, 205–209.
- [31] Sati, Prakash Chandra, Arora, Manisha, Chauhan, Sunil, Kumar, Manoj, Chhoker, Sandeep, (2014). Effect of Dy substitution on structural, magnetic and optical properties of BiFeO_3 ceramics. *J. Phys. Chem. Solids* 75, 105–108.
- [32] Madhu, C. Bellakki. Manjunnath, B. Manivannan, V. (2010). Synthesis and characterization of cation doped BiFeO_3 material for photocatalyst applications. *Indian J. Eng. Mater. Sci.* 17, 131–139.

- [33] Chen, Zhiwu, Wu, Yongpeng, Wang, Xin, Jin, Wuliang, Zhu, Chengbin. (2015). Ferromagnetism and enhanced photocatalytic activity in Nd doped BiFeO₃ nanopowders. *J. Mater. Sci. Mater. Electron.* 26, 9929–9940.
- [34] Kaur, Manpreet, Yadav, K.L, Uniyal, Poonam. (2015). Investigations on multiferroic, optical and photocatalytic properties of lanthanum doped bismuth ferrite nanoparticles. *Adv. Mater. Lett.* 6, 895–901.
- [35] Sakar, M, Balakumar, S, Saravanan, P, Bharathkumar, S. (2015). Compliments of confinements: substitution and dimension induced magnetic origin and bandbending mediated photocatalytic enhancements in Bi_{1-x}Dy_xFeO₃ particulate and fiber nanostructures. *Nanoscale* 7, 10667–10679.
- [36] Zhang, Ning, Chen, Da, Niu, Feng, Wang, Sen, Qin, Laishun, Huang, Yuexiang, (2016). Enhanced visible light photocatalytic activity of Gd-doped BiFeO₃ nanoparticles and mechanism insight. *Sci. Rep.* 6, 26467.
- [37] Pei, Yan-Ling, Zhang, Chaolei, (2013). Effect of ion doping in different sites on the morphology and photocatalytic activity of BiFeO₃ microcrystals. *J. Alloys Compd.* 570, 57–60.
- [38] Bhushan, B, Basumallick, A, Vasanthacharya, N.Y, Kumar, S, Das Sr, D. (2010). induced modification of structural, optical and magnetic properties in Bi_{1-x}Sr_xFeO₃ (x = 0, 0.01, 0.03, 0.05 and 0.07) multiferroic nanoparticles. *Solid State Sci.* 12, 1063–1069.
- [39] Vanga, Pradeep Reddy, Mangalaraja, R.V., Ashok, M. (2015b). Effect of (Nd, Ni) co-doped on the multiferroic and photocatalytic properties of BiFeO₃. *Mater. Res. Bull.* 72, 299–305.
- [40] Niu, Feng, et al. (2015b). Synthesis of Pt/BiFeO₃ heterostructured photocatalysts for highly efficient visible-light Photocatalytic performances. *Sol. Energy Mater. Sol. Cells* 143, 386–396.
- [41] Khan, Maksudur, R, Chuan, Tan Wooi, Yousuf, Abu, Chowdhury, M.N.K, Cheng, Chin Kui. (2015). Schottky barrier and surface plasmonic resonance phenomena towards the photocatalytic reaction: study of their mechanisms to enhance photocatalytic activity. *Catal. Sci. Technol.* 5, 2522–2531.
- [42] Fan, Ting, Chen, Chang chun, Tang, Zhonghai, Ni, Yaru, Lu, Chunhua. (2015). Synthesis and characterization of g-C₃N₄/BiFeO₃ composites with an enhanced visible light Photocatalytic activity. *Mater. Sci. Semicond. Process.* 40, 439–445.

- [43] Wang, Sen, Da Chen, Feng Niu, Zhang, Ning, Qin, Laishun, Huang, Yuexiang, (2016b). Pd cocatalyst on Sm-doped BiFeO₃ nanoparticles: synergetic effect of a Pd cocatalyst and samarium doping on photocatalysis. *RSC Adv.* 6, 34574–34587.
- [44] Humayun. Muhammad, et al. (2016). Enhanced visible-light activities of porous BiFeO₃ by coupling with nanocrystalline TiO₂ and mechanism. *Appl. Catal. B Environ.* 180, 219–226.
- [45] Li. Shun. Lin. Yuan-Hua. Zhang. Bo-Ping. Li. Jing-Feng. Nan. Ce-Wen. (2009b). BiFeO₃/TiO₂ core-shell structured nanocomposites as visible-active photocatalysts and their optical response mechanism. *J. Appl. Phys.* 105 (054310), 1–5.
- [46] Wang, Xiao Fei, Fan, JinChen, Qian, Fei, Min, YuLin. (2016c). Magnetic BiFeO₃ grafted with MWCNT hybrids as advanced photocatalysts for removing organic contamination with a high concentration. *RSC Adv.* 6, 49966–49972.
- [47] Feng, Yannan, Wang, Huanchun, Shen, Yang, Lin, Yuanhua, Nan, Cewen. (2013). Magnetic and photocatalytic behaviors of Ca Mn co-doped BiFeO₃ nanofibres. *Mod. Res. Catal.* 2, 1–5.
- [48] Liu, Yi, Zuo, Ruzhong, Qi, Shishun, (2013). Controllable preparation of BiFeO₃@carbon core/shell nanofibers with enhanced visible photocatalytic activity. *J. Mol. Catal. A. Chem.* 376, 1–6.
- [49] Huo. Yuning. Miao. Miao, Zhang. Yi. Zhu. Jian. Li. Hexing. (2011). Aerosol-spraying preparation of a mesoporous hollow spherical BiFeO₃ visible photocatalyst with enhanced activity and durability. *Chem. Commun.* 47, 2089–2091.

Chapitre II

- [1] Maache, M. (2014). Elaboration de films minces d'oxydes semi-conducteurs par voie Sol-Gel. Thèse de doctorat, université de Biskra.
- [2] Haliouche, A. (2015). Effet de la substitution du potassium sur les propriétés des oxydes $\text{LaCo}_{0.9}\text{Fe}_{0.1}\text{O}_3$. Mémoire de magister, université de Biskra.
- [3] khariief, A. (2012). Synthèse, caractérisations et étude structural des céramiques PZT de type pérovskite $\text{Pb}_{1-x}\text{La}_z\text{Ca}_x [(\text{Zr}_Y \text{Ti}_{1-Y})_{0.75} (\text{Sb})_{0.25}] \text{O}_3$. Mémoire de magistère, université de Constantine.
- [4] Hirashima, H. Onishi, E, Nakagowa, M. (1990). Preparation of PZT powders from metal alkoxides. J, Non-Cryst. Solids, 121, 404-406.
- [5] Kutty, T.R.N. Balachandan, R. (1984). Direct preparation of lead zirconate titanate by the hydrothermal method, Mater. Res. Bull, 19, 1479-1488.
- [6] Rao, K.R.M. Rao, A.V.P. Komarneni, S. (1996). Reactive PZT precursor powder by Coprécipitation, Mater. Lett, 28, 463-467.
- [7] Benaicha, A. (2018) Synthèse et propriétés des oxydes $\text{LaFe}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}$. thèse de doctorat, université de Biskra.
- [8] Collignon, F. (2008). Cahier technologique Sol-Gel. Centre de Ressources Technologiques en Chimie. Belgique. www.certech.be.
- [9] Pierre, A.C. (1992). Introduction aux procédés Sol-Gel. Editions Septima Paris,p.8.
- [10] Mackenzie, J.D, Non-Cryst, J. Solids, 48. 1-10, 1982.
- [11] Cho, C.R. Jang, M.S. Jeong, S.Y. Kim, Y.B. Cryst. Res. (1993). Technol.28.1085-1092.
- [12] Aouissi, M. (2015). Élaboration, caractérisation et étude catalytique de nouvelles phases de matériaux mixtes à base de cérium. Mémoire de magister, université de Biskra.
- [13] Bouchel, W. (2018). Synthèse, caractérisation et propriétés photocatalytiques des oxydes BaFe_2O_4 et CeO_2 . Mémoire de master, université de Biskra.
- [14] Epherre, R. (2010). Pérovskites de manganèse nanométriques : vers des applications biomédicales. Thèse de doctorat, université Bordeauxi.

- [15] Allain, M. (2006). Croissance et études de films minces et d'hétérostructures d'oxydes pérovskites réalisées par dépôt laser pulsé. Thèse de doctorat, Université de Versailles Saint-Quentin-en-Yvelines (UVSQ).
- [16] Djellabi, R. (2015). Contribution de la photocatalyse à l'élimination des polluants industriels. Thèse de doctorat. Université d'Annaba.
- [17] Lebid, M. (2012). Etude de l'influence des conditions de synthèses sur les propriétés physicochimiques du système LaFeO_3 . mémoire de magister, université de Biskra.
- [18] Abdennouche, H. (2014). Détermination de la limite de substitution dans le système $\text{SrTiO}_3\text{-NaF-MgF}_2$. Mémoire de master, université de Bejaïa.
- [19] Diafi, M. (2013). Synthèse et propriétés physiques d'oxyde mixtes à base de lanthane calcium et aluminium. Thèse de doctorat, université de Biskra.
- [20] Bahmani, A. (2012). Synthèse, caractérisation et propriétés électriques d'oxydes mixtes dans les systèmes Sr-Ca-Bi-O et Sr-Sn-Ti-O . thèse de doctorat, université d'Oran.
- [21] Yarik, S. Moussous, L. (2016). Dégradation des polluants organiques par des catalyseurs de type pérovskite/ TiO_2 . Mémoire de master, université de Bejaïa
- [22] Burt, R.J. Leigh ET C. J. (1996). Pickett, J. Chem. Soc. Chem. Comm. 940.
- [23] Fardjallah, KH. (2017). Synthèse et caractérisation des oxydes mixtes à base de $\text{Sr (Fe, Ni, Al) O}_3$, Mémoire de Master, Université de Biskra.

Chapitre III

- [1] Carvalho, T.T. Tavares, P.B. (2008). Synthesis and thermodynamic stability of multiferroic BiFeO₃, 3984–3986. ATG/ATD
- [2] Kuk Kim, J. Kim, S. Kim, W.J. (2005). Sol–gel synthesis and properties of multiferroic BiFeO₃, 4006 – 4009.
- [3] Wei, J., Xue, D. (2008). Low-temperature synthesis of BiFeO₃ nanoparticles by Ethylenediaminetetraacetic acid complexing sol–gel process. 43, 3368–3373
- [4] Godara, S. Sinha, N. Kumar, B. (2014). Synthesis and Characterization of Multiferroic BFO Nanoparticles by Auto-combustion Route with Various Complexing Agents. 6, 2083-20850.
- [5] Mehedi Hasana,*, Md. Fakhrul Islama, Rubayyat Mahbuba, Md. Sarowar Hossain, M.A. Hakima. (2016). A soft chemical route to the synthesis of BiFeO₃ nanoparticles with enhanced magnetization. 73, 179–186.
- [6] Sessa Sai Kumar, V. Venkateswara Rao, K. Ch. Shilpa Chakra, A. Krishnaveni, T. (2011). Synthesis of Nanocrystalline Bismuth Ferrite by Solution Combustion Synthesis Method. 1, 52-58.
- [7] Skiker, R. Ammuri, A. Ziat, Z. Saidi, M. (2015). Bi₁₂TiO₂₀/BiFeO₃ Hétérostructures : Synthèse et étude des propriétés photocatalytiques (Bi₁₂TiO₂₀/BiFeO₃ Heterostructures : Synthesis and study of photocatalytic properties). 6, 2114-2119.

Conclusion et perspective

Conclusion générale et perspective

❖ Conclusion :

Dans ce travail, l'élaboration de notre matériau a été effectuée par différentes méthodes de synthèse dite: sol-gel, sol-gel combustion et auto-combustion dans l'eau distillé comme solvant à une seule température de calcination, ensuite le système BiFeO₃-Bi₂O₃ a subi une caractérisation physicochimique par de multiples techniques telles que : DRX, IR, ATG-ATD et UV-visible

Afin de déterminer l'activité photocatalytique des composés synthétisés, on a suivi la photodégradation du MO en présence de l'oxyde synthétisé en tant que photocatalyseur par spectroscopie UV-Vis. Les résultats obtenus nous ont permis d'arriver aux conclusions suivantes :

- L'analyse thermogravimétrique et différentielle (ATG/ATD) nous ont permis d'identifier les différentes transformations qui ont lieu au cours d'un cycle de chauffage, de déterminer la température de calcination correspondante au passage de la forme des différents métaux à la forme oxyde qui commence à partir de 800°C, de déterminer le domaine de stabilité de la phase pérovskite pure dans le domaine de température étudié.
- L'analyse par DRX confirme :
 - La formation de la phase BiFeO₃-Bi₂O₃ pour les trois échantillons synthétisés par différentes méthodes, la phase Bi₂O₃ est minoritaire dans l'échantillon synthétisé par sol gel.
- L'analyse par IR des échantillons montre :
 - Pour le composite BiFeO₃-Bi₂O₃: l'apparition des bandes vers 520 cm⁻¹, 550 cm⁻¹ et 577cm cm⁻¹ des liaisons Bi-O et Fe-O pour la poudre synthétisée par auto combustion et sol gel.
 - L'apparition de bande vers 3440 cm⁻¹ de la liaison (O-H) pour la poudre synthétisée.
- Les tests photocatalytiques :
 - BiFe₃-Bi₂O₃ préparé par auto combustion montre une grande dégradation de MO (89.27 %) au cour du temps, Le meilleur résultat de dégradation obtenu est

avec une concentration de $\text{BiFeO}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$ égale à 2mg/1ml sous la lumière artificielle (lampe de 300 w).

❖ **Perspectives :**

BiFeO_3 , un matériau multiferroïque à température ambiante est largement utilisé comme photocatalyseur dans la décoloration de différents colorants à la fois dans l'UV et de la lumière visible en raison de sa bande interdite, qui réside dans la région visible du spectre solaire. Les particules de BiFeO_3 qui ont une taille plus petite et une surface plus grande ont montré un effet photocatalytique plus élevé. Pour augmenter encore l'efficacité de BiFeO_3 en tant que photocatalyseur, les chercheurs ont expérimenté différentes techniques telles que (i) le dopage, (ii) les hétérostructures telles que le noyau-enveloppe, les Co-catalyseurs et les composites, et (iii) les structures 1-D. Outre ces propriétés, les nanoparticules de BiFeO_3 ont également montré une recyclabilité et une stabilité pendant au moins cinq cycles. Le problème de la nanotoxicité résultant de l'utilisation de nanomatériaux dans le traitement de l'eau peut être complètement éliminé en raison de sa capacité à se séparer facilement de l'eau traitée à l'aide d'un aimant. Les études ci-dessus permettent de déduire qu'une séparation efficace des charges est obtenue dans tous les cas de nanostructures BFO. Dans certaines hétérostructures, l'efficacité des catalyseurs BFO était comparable à celle du TiO_2 , l'un des photocatalyseurs les plus efficaces.

Par conséquent, le défi consiste maintenant à faire passer le photocatalyseur BiFeO_3 de l'échelle du laboratoire à l'utilisation pratique. L'effet du comportement multiferroïque et de la structure cristalline sur le photocatalyseur doit être examiné et étudié. Le champ d'application des photocatalyseurs BFO peut être encore étendu en étudiant le comportement photocatalytique du BFO sur différents polluants tels que les pesticides, les antibiotiques, etc. L'utilisation de nanostructures à base de BiFeO_3 comme photocatalyseur a bien progressé, mais il reste un grand travail à faire pour développer cette technologie.

Annexe

Fiche ASTM N° 01-047-2016 de BiFeO₃

Name and formula

Reference code:	01-074-2016
Compound name:	Bismuth Iron Oxide
Common name:	Bismuth iron(III) oxide
ICSD name:	Bismuth Iron Oxide
Empirical formula:	BiFeO ₃
Chemical formula:	BiFeO ₃

Crystallographic parameters

Crystal system:	Rhombohedral
Space group:	R3m
Space group number:	160
a (Å):	3,9620
b (Å):	3,9620
c (Å):	3,9620
Alpha (°):	89,4000
Beta (°):	89,4000
Gamma (°):	89,4000
Calculated density (g/cm ³):	8,35
Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	186,55
Z:	1,00
RIR:	8,89

Subfiles and quality

Subfiles:	Corrosion ICSD Pattern Inorganic
Quality:	Calculated (C)

Comments

ICSD collection code:	028027
Creation Date:	01/01/1970
Modification Date:	01/01/1970
ICSD Collection Code:	028027
Temperature Factor:	ITF
Additional Patterns:	See PDF 01-086-1518. X-ray Diffraction Study of the Atomic Structure of Ferromagnetic Bi Fe O3. b a2 (R3MR). ABX3.

References

Primary reference:

Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)

Structure:

Tomashpol'sky, Y.Y., Venevtsev, Y.N., Zhdanov, G.S., *Kristallografiya*, **12**, 252, (1967)

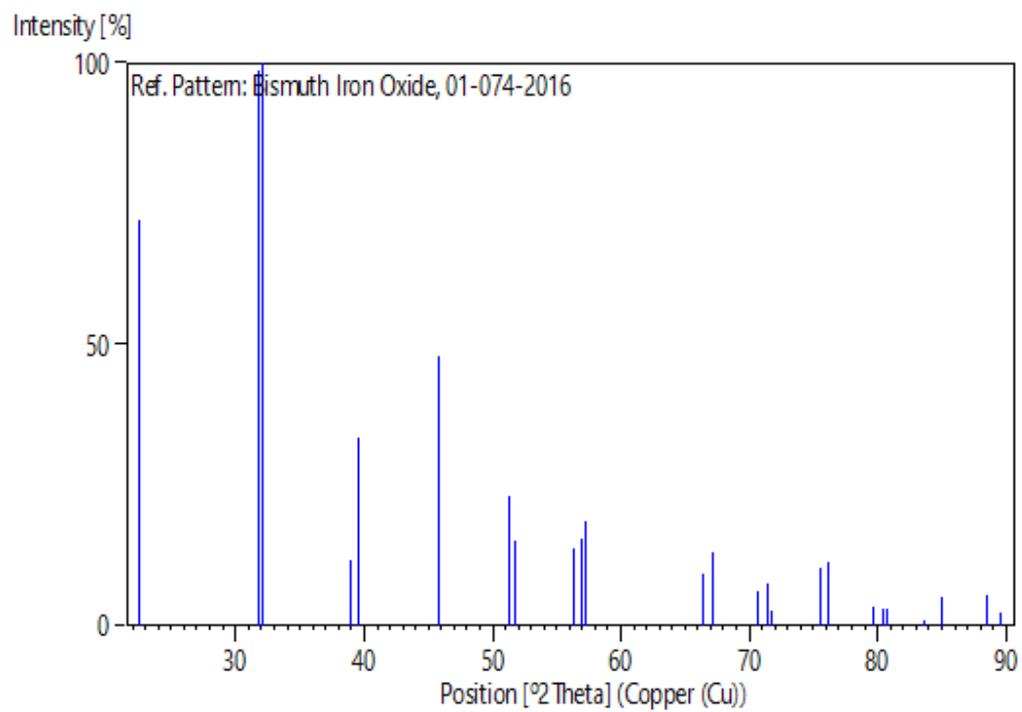
Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	0	0	3,96157	22,424	72,1
2	1	1	0	2,81588	31,752	98,9
3	1	-1	0	2,78685	32,092	100,0
4	1	1	1	2,31129	38,936	11,6
5	1	-1	1	2,27935	39,504	33,5
6	2	0	0	1,98078	45,771	47,8
7	2	1	0	1,77906	51,314	23,0
8	2	-1	0	1,76437	51,773	15,0
9	2	1	1	1,63145	56,349	13,6
10	2	-1	1	1,61452	56,993	15,5
11	1	-2	1	1,60899	57,207	18,7
12	2	2	0	1,40794	66,338	9,3
13	2	-2	0	1,39342	67,120	13,2
14	2	2	1	1,33286	70,610	6,1
15	3	0	0	1,32052	71,370	7,6
16	2	-2	1	1,31448	71,749	2,7
17	3	1	0	1,25667	75,609	10,3
18	3	-1	0	1,24888	76,165	11,3
19	3	1	1	1,20241	79,678	3,3
20	3	-1	1	1,19333	80,407	3,0
21	1	-3	1	1,18887	80,771	3,0
22	2	2	2	1,15565	83,603	0,8
23	2	-2	2	1,13968	85,047	5,2
24	3	2	0	1,10404	88,487	5,5
25	3	-2	0	1,09352	89,566	2,4

Structure

No.	Name	Elem.	X	Y	Z	Biso	sof	Wyck.
1	O1	O	0,49300	0,50700	0,05700	0,5000	1,0000	9b
2	FE1	Fe	0,00000	0,00000	0,55000	0,5000	1,0000	3a
3	BI1	Bi	0,00000	0,00000	0,00000	0,5000	1,0000	3a

Stick Pattern



Fiche ASTM N° 00-027-0050 de Bi₂O₃

Name and formula

Reference code:	00-027-0050
Compound name:	Bismuth Oxide
PDF index name:	Bismuth Oxide
Empirical formula:	Bi ₂ O ₃
Chemical formula:	Bi ₂ O ₃

Crystallographic parameters

Crystal system:	Tetragonal
Space group:	P-421c
Space group number:	114
a (Å):	7,7420
b (Å):	7,7420
c (Å):	5,6310
Alpha (°):	90,0000
Beta (°):	90,0000
Gamma (°):	90,0000
Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	337,51
Z:	4,00
RIR:	-

Subfiles and quality

Subfiles:	Alloy, metal or intermetallic Inorganic
Quality:	Calculated (C)

Comments

Creation Date:	01/01/1970
Modification Date:	01/01/1970

References

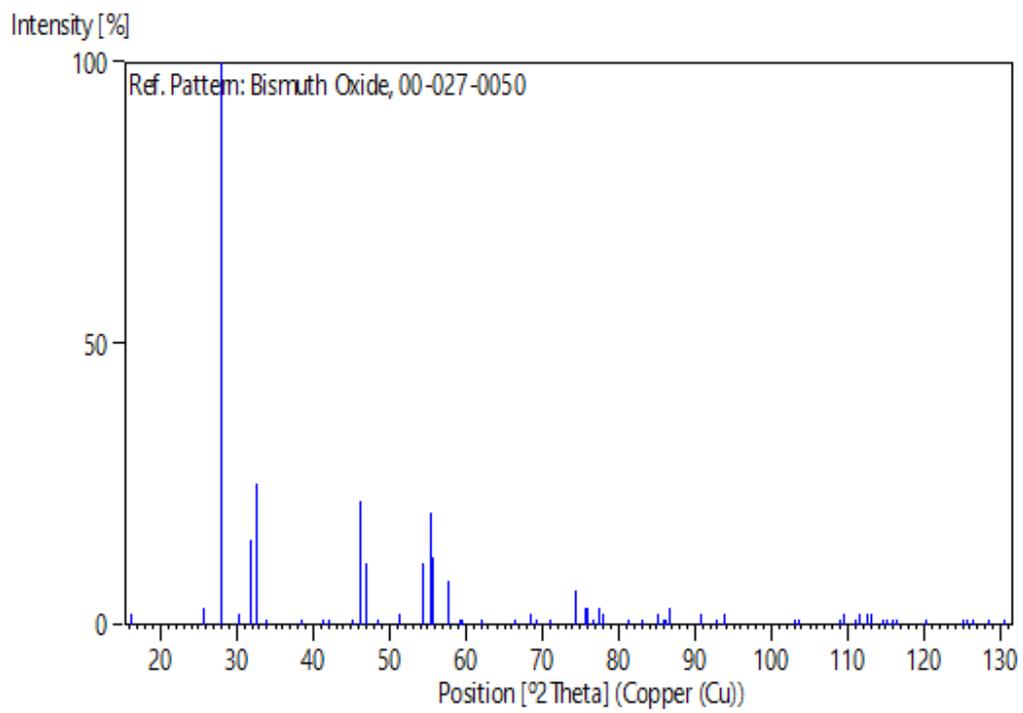
Primary reference:	Medernach, J., Snyder, N.Y.S. College of Ceramics, Alfred Univ., Alfred, New York, USA., <i>ICDD Grant-in-Aid</i>
Unit cell:	Aurivillius, B., Malmros., <i>Trans. Roy. Inst. Techn.</i> , 291 , 545, (1972)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	0	5,47400	16,179	2,0
2	2	1	0	3,46200	25,712	3,0
3	2	0	1	3,19000	27,947	100,0
4	2	1	1	2,94900	30,283	2,0
5	0	0	2	2,81500	31,762	15,0
6	2	2	0	2,73700	32,692	25,0
7	1	0	2	2,64600	33,850	1,0
8	3	0	1	2,34600	38,337	1,0
9	2	1	2	2,18400	41,305	1,0
10	3	2	0	2,14700	42,051	1,0
11	3	2	1	2,00600	45,163	1,0
12	2	2	2	1,96260	46,219	22,0
13	4	0	0	1,93550	46,905	11,0
14	4	1	0	1,87770	48,439	1,0
15	4	1	1	1,78130	51,245	2,0
16	2	0	3	1,68890	54,271	11,0
17	4	2	1	1,65470	55,488	20,0
18	2	1	3	1,65010	55,656	12,0
19	4	0	2	1,59500	57,756	8,0
20	4	1	2	1,56220	59,087	1,0
21	4	3	0	1,54840	59,667	1,0
22	4	3	1	1,49300	62,121	1,0
23	0	0	4	1,40770	66,351	1,0
24	4	4	0	1,36860	68,505	2,0
25	4	3	2	1,35680	69,185	1,0
26	4	1	3	1,32750	70,938	1,0
27	6	1	0	1,27280	74,487	6,0
28	6	0	1	1,25770	75,536	3,0
29	2	2	4	1,25190	75,948	3,0
30	6	1	1	1,24150	76,699	1,0
31	4	4	2	1,23090	77,482	3,0
32	6	2	0	1,22410	77,994	2,0
33	5	4	1	1,18220	81,322	1,0
34	6	1	2	1,15980	83,237	1,0
35	4	0	4	1,13850	85,156	2,0
36	6	3	1	1,13060	85,894	1,0
37	4	1	4	1,12640	86,292	1,0
38	6	2	2	1,12260	86,656	3,0
39	2	0	5	1,08140	90,848	2,0
40	6	0	3	1,06330	92,845	1,0
41	6	4	1	1,05460	93,843	2,0
42	6	3	3	0,98310	103,172	1,0
43	4	4	4	0,98130	103,437	1,0
44	7	4	1	0,94660	108,929	1,0
45	6	1	4	0,94410	109,355	2,0
46	6	5	2	0,93500	110,944	1,0
47	6	4	3	0,93190	111,500	2,0
48	8	2	1	0,92610	112,561	2,0
49	6	2	4	0,92370	113,009	2,0
50	8	0	2	0,91520	114,635	1,0
51	6	6	0	0,91240	115,185	1,0
52	7	4	2	0,90890	115,883	1,0
53	8	3	0	0,90610	116,451	1,0

54	2	2	6	0,88780	120,373	1,0
55	6	6	2	0,86800	125,107	1,0
56	8	4	0	0,86560	125,722	1,0
57	8	3	2	0,86260	126,505	1,0
58	9	1	0	0,85500	128,563	1,0
59	6	0	5	0,84850	130,416	1,0

Stick Pattern



ملخص:

في هذا البحث تمت دراسة خصائص التركيبة للاوكسيد الثنائي $\text{BiFeO}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$ و المحضرة بثلاث طرق مختلفة و المسماة طريقة محلول-هلام، محلول-هلام و بتقنية الاحتراق الذاتي ، تمت دراستها باستعمال التقنيات المتنوعة: انعراج الأشعة السينية، تحليل مطيافية ما تحت الأحمر، التحليل الحراري الثقلي، مطيافية فوق البنفسجي المرئي. النتائج المتحصل عليها أثبتت تشكل التركيبة الخليط $\text{BiFeO}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$. الخصائص الفوتوتحفيزية للتركيبة المذكورة أعلاه تم دراستها من خلال التفكك الضوئي لبرتقالي المثل. $\text{BiFeO}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$ المصنع بتقنية الاحتراق الذاتي اظهر نتائج جيدة حيث وصلت نسبة تفكك برتقالي المثل إلى 89.27%.

الكلمات المفتاحية: BiFeO_3 , التفكك الضوئي, الأشعة السينية, مطيافية فوق البنفسجي المرئي, برتقالي المثل.

Abstract:

In this research, the properties of a binary composite oxide $\text{BiFeO}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$ synthesized by three different methods, namely: sol-gel, sol-gel combustion and self-combustion, have been studied and characterized by various techniques including: XRD, FTIR, TGA and UV-Vis. The obtained results confirm the formation of the composite mixture $\text{BiFeO}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$. The photocatalytic properties of the above mentioned composite have been investigated throughout the photodegradation of methyl orange. $\text{BiFeO}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$ prepared by self-combustion has shown good results. It was found that 89.27% of MO was degraded in the presence of the composite under study.

Key words $\text{BiFeO}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$, photodegradation, XRD, FTIR, UV-Vis, methyl orange.

Résumé :

Dans cette recherche, Les propriétés d'un composite oxyde binaire $\text{BiFeO}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$ synthétisé par trois méthodes différentes nommées : sol gel, auto combustion et sol gel combustion, ont été étudiées et caractérisées par diverses techniques y compris : DRX, FTIR, ATG et UV-Vis. Les résultats obtenus confirment la formation d'un mélange composite $\text{BiFeO}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$. Les propriétés photocatalytiques du composite mentionné au-dessus ont été enquêtées par la photodégradation de méthyle orange. Le $\text{BiFeO}_3\text{-Bi}_2\text{O}_3$ préparé par auto combustion a montré de bons résultats. Il a été trouvé que 89.27% de MO sont dégradés en présence du composite sous étude.

Mots clés : BiFeO_3 , photodégradation, DRX, UV-Vis, méthyle orange.

