



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: Sciences de la Matière
Filière: Chimie
Spécialité: Chimie des Matériaux

Présenté par :
Ghamri Nour Elhouda
Aouiche Oumaima

Le : jeudi 24 septembre 2020

*Dégradation photocatalytique du
colorant bleu de méthylène par des
nanoparticules de NiFe₂O₄ sous une
irradiation visible*

Devant le jury :

<i>Président</i>	<i>Mr. OUMARI Mahmoud</i>	<i>Prof Univ. BISKRA</i>
<i>Rapporteur</i>	<i>Mr. DJANI Faïçal</i>	<i>M.C.A Univ. BISKRA</i>
<i>Examineur</i>	<i>Mme. DJOUDI Lynda</i>	<i>M.C.B Univ. BISKRA</i>

2019/2020

Remerciement:

*Je remercie **ALLAH** le tout-puissant qui m'a offert la santé, le courage, la patience et la volonté, me permettant de mener à terme ce présent travail.*

Ce travail a été réalisé au Laboratoire du département des sciences de la matière de l'université Mohamed Kheider de Biskra.

Nous remercions tout d'abord le bon Dieu tout-puissant de nous avoir donné la santé, la volonté, la force, le courage et la puissance pour pouvoir surmonter les moments difficiles, et atteindre nos objectifs et sans lesquels notre projet n'aurait pas pu voir la lumière du jour.

À nos familles pour tout le soutien qu'elles nous ont apporté.

*Nous exprimons notre profonde gratitude à **Djani faiçal** pour l'encadrement et la compétence avec lequel il a suivi ce travail. Je le remercie profondément pour sa gentillesse, qui nous ont fait sentir du bien-être durant la préparation de ce travail. Merci pour tout.*

Nous tenons à remercier les membres du jury d'avoir examiné et évalué notre modeste travail.

Nous tenons à remercier aussi les enseignants de l'université de Biskra plus précisément le département de chimie et tous ceux qui ont contribué de près ou de loin, à la réalisation de ce projet.

Merci.

Dédicace :

Je dédie cet humble travail, fruit de mes études, à ma mère bien-aimée qui m'a inondé de son amour et ma grand-mère, que Dieu ait pitié d'elle, qui a travaillé dur pour m'amener au niveau scolaire où je suis maintenant

À mon mari, ma vie, qui m'a encouragé à terminer mes recherches scientifiques

À mes frères Faiçal et Naima

À mes tante et mes cousins

À la famille de mon mari

À tous mes amis et à tout le monde



A mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, leur soutien et leurs prières tout au long de mes études...

A mes chères sœurs pour leurs encouragements permanents, et leur soutien moral...

A mes chers frères, pour leur appui et leur encouragement....

A toute ma famille pour leur soutien tout au long de mon parcours universitaire...

A toute la promotion de chimie des matériaux ...

Je dédie cet humble travail...

Oumaima...



Sommaire

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

Introduction générale

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

Chapitre I : Etude bibliographique

A. Les spinelles.....	4
I.1. La structure spinelle.....	4
I.2. Groupe d'espace et symétrie ponctuelle.....	4
I.3. Les différents types des spinelles.....	4
B. Les ferrites.....	5
C. La dépollution de l'eau.....	6
I.1. Pollution des eaux.....	6
I.1.1. Définition.....	6
I.2. Les colorants.....	6
I.2.1. Les colorants azoïque.....	6
I.2.2. Bleu de méthylène.....	6
I.3. La photocatalyse.....	7
I.3.2. Définition.....	7
I.3.2. comment ca marche ?.....	7
I.3.3. Les paramètres influençant l'activité photocatalytique.....	8

I.3.4. Les avantages de la photocatalyse.....	9
Références.....	10

Chapitre II : Technique de synthèse et de caractérisation

A. Méthodes de synthèse.....	13
II .1. Les synthèses par voie solide.....	13
II .2. Les synthèses par voie liquide.....	13
II .2.1. La synthèse par Co-précipitation.....	13
II .2.2. La synthèse hydrothermale.....	14
II .2.3. La méthode sol gel.....	14
II .2.4. La méthode combustion.....	14
II .3. Les avantages et inconvénients de ces méthodes.....	15
B. Techniques de Caractérisation.....	16
II .1. Diffraction des rayons X.....	16
II .1.1. Principe de fonctionnement.....	17
II .1.2. Analyse d'un diagramme de diffraction X sur poudre.....	18
C. Spectroscopie infrarouge.....	18
D. Spectroscopie d'absorption dans l'UV-Visible.....	19
II .1. Domaine spectral.....	19
II .2. Loi de Beer-Lambert.....	19
Références.....	21

Chapitre III : synthèse et caractérisation de NiFe₂O₄ et NiO

A. Synthèse, Caractérisation et activité photocatalytique de NiFe₂O₄.....	24
--	-----------

III .1. Synthèse par voie sol gel de NiFe ₂ O ₄	24
III.1.1. Préparation de l'oxyde NiFe ₂ O ₄ par voie sol-gel.....	24
III.1.2. Préparation de l'oxyde NiO par voie sol-gel.....	26
III.2. Caractérisation.....	29
III.2.1. Spectroscopie Infrarouge.....	29
Conclusion générale.....	31
Résumé.....	

Abréviations :

C.F.C	Cubique à Face Centré
λ	Taux d'inversion
P.O.A	Procédé d'Oxydation Avancé
IUPAC	L'Union internationale de chimie pure et appliquée
SC	Semi-conducteur
(h⁺/e⁻)	Paire (électron/Trou)
BC	Bande de Conduction
BV	Bande de Valence
Ads	Adsorbé
T_{ad}	Température adiabatique
I	Intensité
Tr	Transmittance
UV	Ultraviolet
FTIR	Fourier transformé infrarouge
DRX	Diffraction des rayons X
d_{hkl}	Distance entre les plans réticulaire
NiFe₂O₄	Ferrite de nickel
NiO	Oxyde de nickel
KBr	Bromure de potassium

Liste des tableaux

Chapitre I

Tableau I.1	Propriétés physico-chimiques de bleu de méthylène	7
--------------------	---	---

Chapitre II

Tableau II.1	Étude comparatif des différentes méthodes de synthèse	16
---------------------	---	----

Liste des figures

Chapitre I

Figure I.1	(a) Structure cristalline du spinelle $MgAl_2O_4$	4
Figure I.2	(b) Structure spinelle	5
Figure I.3	Exemple d'un colorant azoïque	6
Figure I.4	La structure moléculaire de colorant de bleu de méthylène	7
Figure I.5	Schéma représentatif du principe de la photocatalyse	8

Chapitre II

Figure II.1	Diffractomètre de rayons X	17
Figure II.2	Schéma de principe du diffractomètre BRUKER-SIEMENS-D5000	18
Figure II.3	spectromètre Infrarouge à transformée de Fourier FTIR-Shimadgu 8400S	19
Figure II.4	Photographie du spectrophotomètre UV-Visible utilisé	20

Chapitre III

Figure III.1	Différentes étapes de préparation de la poudre $NiFe_2O_4$ par sol gel	25
Figure III.2	Différentes étapes de synthèse de $NiFe_2O_4$ par sol gel	26
Figure III.3	Différentes étapes de préparation de la poudre NiO par sol gel	27
Figure III.4	Différentes étapes de synthèse de NiO par sol gel	28
Figure III.5	Les spectres d'absorption infrarouge de l'oxyde spinelle non calciné $NiFe_2O_4$	29
Figure III.6	Les spectres d'absorption infrarouge de l'oxyde non calciné NiO	30

Introduction Générale

Introduction Générale

La recherche en nanosciences peut viser à explorer, synthétiser et comprendre les nouveaux nanomatériaux et les phénomènes associés.

Les nanomatériaux magnétiques ont gagné de grands intérêts au cours des dernières années pour leurs applications fascinantes [1] comme le nano-magnétisme [2] dans la cartographie des limites de mise à l'échelle de la technologie de stockage magnétique d'informations, de la tige d'antenne, du support de ciblage de médicaments, etc. Ferrites nanocristallins qui possède une formule générale MFe_2O_4 (M = ion métallique divalent) est l'une des classes de matériaux les plus attractives pour les applications technologiques.

La ferrite de nickel a été étudiée de manière intensive comme l'un des nanomatériaux magnétiques. Le ferrite de nickel ($NiFe_2O_4$) a une structure spinelle inverse. La localisation des cations bivalents (Ni^{2+}) dans la structure cristalline est étroitement liée aux propriétés magnétiques du ferrite de nickel. Cependant, la ferrite de nickel a diverses applications telles que les capteurs de gaz, les fluides magnétiques, les catalyseurs, les systèmes de stockage magnétique, les matériaux photomagnétiques, l'imagerie par résonance magnétique, l'administration de médicaments spécifiques au site et les dispositifs à micro-ondes [3–4].

Les propriétés des matériaux synthétisés sont influencées par la composition et la microstructure, qui sont sensibles à la méthodologie de préparation utilisée dans la synthèse.

Dans le cadre de ce mémoire nous nous sommes intéressés à la synthèse des phases du système Spinelle $NiFe_2O_4$ et l'oxyde de nickel NiO par la méthodes sol-gel pour puis la caractérisation par la DRX et l'analyse par IR et PSD ... En fin nous essayons de faire quelques tests sur l'activité photocatalytiques de nos oxydes, ce travail a pour but de :

- ✓ Synthèse des composés $NiFe_2O_4$ et NiO .
- ✓ Caractérisation par différentes techniques.
- ✓ Etude des propriétés photocatalytiques.

Ce travail est organisé comme suit :

- ✓ Introduction générale.
- ✓ Le premier chapitre, dans lequel nous avons présenté de façon générale les oxydes de type spinelle et une partie de ce chapitre fait l'objet de traitement des eaux polluées.
- ✓ Le deuxième chapitre décrit les différentes techniques expérimentales de synthèse et de caractérisation des matériaux utilisées .
- ✓ 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.
- ✓ Finalement, nous terminons ce mémoire par une conclusion générale qui résume l'ensemble de résultats.

Référence :

- [1] C.T. Black, C.B. Murray, R.L. Sandstrom, S. Sun, *Science* 290 (2000) 1131.
- [2] C. Zhou, T.C. Schulthess, D.P. Landau, *J. Appl. Phys.* 99 (2006) 08H906.
- [3] X.F. Chu, D.L. Jiang, C.M. Zheng, *Sens. Actuators B* 123 (2007) 793.
- [4] Y.T. Jong, K.J. Sung, K.B. Geol, Y.K. Nam, C.M. Haing, J. Kyu, L. Angew, *Chem. Int. Ed.*44 (2005) 1068.

Chapitre I. Etude bibliographique

A. Les spinelles :

I.1. La structure spinelle :

Le réseau spinelle doit son nom au minéral MgAl_2O_4 de structure cubique, cette structure fut observée pour la première fois par Bragg et par Nishikawa [1]. Les ferrites sont des matériaux de structure spinelle, et de formule chimique MFe_2O_4 ou M est un ion métallique divalent ($\text{Co}^{2+}, \text{F}^{2+}, \text{Zn}^{2+}$). Les ions oxygènes dont les dimensions sont relativement grandes, forment un réseau cubique à faces centrées (CFC), définissant des sites cationiques tétraédriques et octaédriques. Les sites tétraédriques seront désignés par la notation A et les sites octaédriques par la notation B [2].

La maille élémentaire du réseau spinelle comporte 32 anions O^{2-} et 24 cations métalliques répartis au sein des 64 sites tétraédriques dont 8 sites seulement sont occupés par des ions métalliques et limités par quatre ions oxygènes, et 32 sites octaédriques dont 16 sites sont occupés et limités par six ions oxygènes (Figure I.1). Selon la répartition des ions divalents et trivalents dans les sites tétraédriques (A) et octaédriques (B), on définit 2 types de spinelles : spinelle directs et inverse [2].

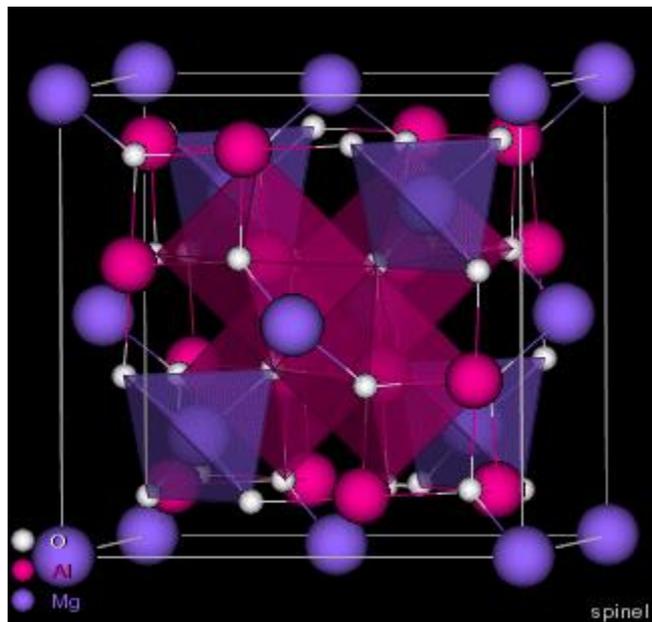


Figure I.1 : (a) Structure cristalline du spinelle MgAl_2O_4

I.2. Groupe d'espace et symétrie ponctuelle:

Le minéral spinelle est $(\text{Mg}^{2+})_A[\text{Al}_2^{3+}]_B\text{O}_4$. Il sert de référence à la description de la structure. Le contenu des sites A est indiqué entre parenthèses et celui des sites B entre crochets. Le groupe d'espace de MgAl_2O_4 est le groupe numéro 227, $\text{Fd}\bar{3}m$. Ce groupe est décrit dans les tables internationales avec deux origines. Dans la disposition 1, l'origine est en $\bar{3}m$, c'est-à-dire sur un site B. Dans cette description, les coordonnées des atomes d'oxygène sont (u, u, u) $(3/8, 3/8, 3/8)$. Dans la disposition 2, l'origine est en $\bar{4}3m$, sur un site A. Cette disposition se déduit de la première par translation de $(-1/8, -1/8, -1/8)$ [3].

I.3. Les différents types des spinelles :

Le mode de répartition des cations sur les sites tétraédriques et octaédriques permet de distinguer deux types de composés de structure spinelle:

Les spinelles contenant des ions divalents et trivalents sont classés par rapport au spinelle $MgAl_2O_4$ selon que le cation divalent occupe les sites A ou les sites B. lorsque le cation divalent occupe les sites A, le spinelle est dit « normale » ou encore « direct » exemple $ZnFe_2O_4$ ($(Zn^{2+})_A[Fe^{3+}_2]_BO_4$). Lorsque le cation divalent occupe les sites B, le spinelle est dit « inverse ». Barth et Posnjak [4] ont montré que la distribution d'ions peut se faire d'une autre façon, c'est-à-dire que les cations M^{2+} occupent la moitié des sites octaédriques tandis que les ions Fe^{3+} se répartissent pour moitié dans les sites A et pour l'autre moitié dans les sites B. Les spinelles tels que les ferrites de cobalt $CoFe_2O_4$ possèdent une distribution ionique de cette nature, sont appelées spinelles inverses et la représentation du ferrite de cobalt avec la distribution des cations peut s'écrire $(Fe^{3+})_A(Fe^{3+}Co^{2+})_BO_4^{2-}$, les distances entre premiers voisins A et B sont $r_{AB}=0.3473$ nm, $r_{BB}=0.2962$ nm, $r_{AA}=0.3625$ nm, son paramètre de maille est 0.8392 nm [2].

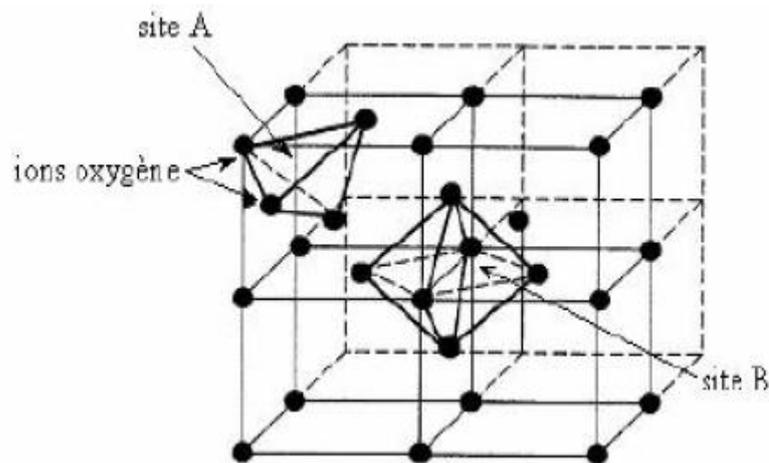
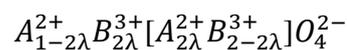


Figure I.2 : (b) Structure spinelle

L'existence au sein du réseau cubique à faces centrées des ions O^{2-} , de sites tétraédriques et octaédriques permet d'envisager des distributions ioniques variables entre ces différents sites cristallographiques. Ces arrangements cationiques peuvent être décrits par un terme appelé degré d'inversion λ . La formule d'un tel oxyde s'écrit de la façon suivante :



Où λ représente le taux d'inversion ou degré d'inversion ($0 \leq \lambda \leq 0.5$)

$\lambda = 0$: le spinelle est dit « normal »

$0 < \lambda < 0.5$: le spinelle est dit statiquement désordonné

$\lambda = 0.5$: le spinelle est dit « inverse » [2].

B. Les ferrites :

Les recherches les plus récentes portent sur les ferrites de structure spinelle. Ces matériaux possèdent les propriétés magnétiques et électroniques requises pour servir de filtres à spin à température ambiante. Les ferrites de structure spinelle sont une classe d'oxydes de formule générale XFe_2O_4 dans laquelle X est un cation divalent de métal de transition, tel que Fe^{2+} , Mn^{2+} , Ni^{2+} ou Co^{2+} . A l'exception de Fe_3O_4 , qui a largement été étudié en tant qu'électrode demi métallique dans des jonctions tunnel classiques [5], $MnFe_2O_4$, $NiFe_2O_4$ et $CoFe_2O_4$ sont des matériaux isolants et ferrimagnétiques dont les températures de Curie sont bien au-dessus de 300 K [6].

Les ferrites peuvent être divisées selon leur structure cristallographique en 3 familles principales les hexaferrites, les ferrites grenat et les ferrites spinelles.

C. La dépollution de l'eau :**I.1.Pollution des eaux :****I.1.1.Définition :**

La pollution de l'eau est une dégradation physique, chimique ou biologique de l'eau suite entre autres, au rejet de substances soluble ou insolubles, provoqué par l'homme et ses activités. Elle perturbe les conditions de vie de la faune et la flore aquatiques, elle compromet les utilisations de l'eau et l'équilibre du milieu naturel et peut entraîner des perturbations sur l'environnement et la santé humaine [7].

Donc, La pollution des eaux est un sujet d'actualité, ce qui génère un nouveau domaine de recherche qui est le traitement des eaux usées.

I.2.Les colorants :

C'est en 1876 que Witt remarqua que les substances colorées renfermaient tout un groupement caractéristique qu'il appela chromophore. Il constata qu'en introduisant un chromophore dans un hydrocarbure (composé non coloré) celui-ci se colorait. Il devient donc un chromogène ; c'est à dire une molécule plus ou moins fortement colorée [8].

C'est un produit capable de teindre une substance ou un ensemble de substances d'une manière durable. Il doit donc posséder des groupements qui lui confèrent la couleur : groupements chromophores et des groupements qui permettent une fixation permanente sur la substance à teindre : ce sont les groupements auxochromes [9].

Donc, Les principes de classification des colorants sont basés sur les structures chimiques synthétiques et sur les méthodes d'application aux différents substrats [10].

I.2.1.Les colorants azoïques :

Les colorants azoïques présentent 70 % de la production mondiale des colorants synthétiques [11]. Ce type de colorant est caractérisé par les groupements réactifs qui forment des liaisons covalentes avec les groupes de $-OH$, $-NH$ ou $-SH$ des fibres (coton, laine, soie, nylon) [12].

Donc, les colorants azoïques se répartissent en plusieurs catégories : les colorants basiques, acides, directs et réactifs solubles dans l'eau, les azoïques dispersés et à mordant non-ioniques insolubles dans l'eau. la figure (1) donne un exemple d'un colorant azoïque.

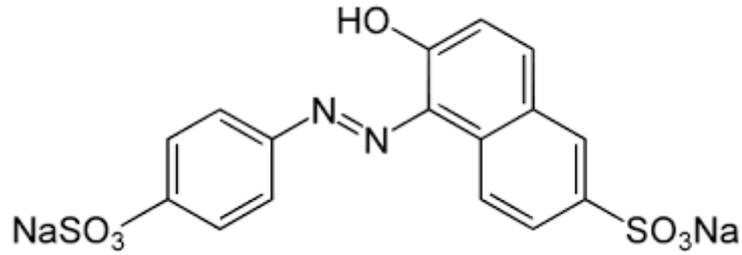


Figure I.3 : Exemple d'un colorant azoïque.

I.2.2.Blue de méthylène :

Le bleu de méthylène ou chlorhydrate de tétraméthylthionine c'est un colorant cationique, dont la base est une base ammonium, est obtenu par l'action de l'oxyde d'argent ; cette base a été appelée bleu Borrel par LAVERAN.

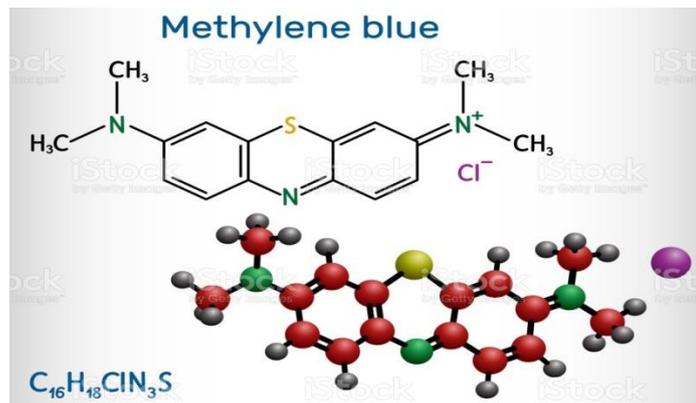


Figure I.4 : La structure moléculaire de colorant de bleu de méthylène

- **Propriétés :**

Tableau I.1 : Propriétés physico-chimiques de bleu de méthylène

Formule brute	C ₁₆ H ₁₈ ClN ₃ S
Masse molaire	319,85 g/mol
Solubilité dans l'eau	40 g/l à 20 °C
Solubilité dans l'éthanol	0,3 g/l à 20 °C
Émanations dangereuses	Vapeurs toxiques d'oxydes d'azote, d'oxydes de soufre, de monoxyde de carbone, chlorure d'hydrogène.
Apparence et odeur	Solide poudre, bleu foncé, inodore
Point de fusion	180°C

I.3. La photocatalyse:

I.3.1. Définition :

La photocatalyse hétérogène est apparue à la fin du 20^{ème} siècle comme nouveau « Procédé d'Oxydation Avancé » (POA). Actuellement, plus de 1000 articles par an sont publiés concernant cette nouvelle science [13-14].

Donc, L'Union internationale de chimie pure et appliquée (IUPAC) définit la catalyse comme un procédé qui augmente la vitesse d'une réaction sans que son enthalpie libre soit modifiée.

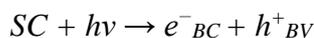
Toute réaction catalytique nécessite l'emploi d'un catalyseur, substance à l'origine du processus catalytique qui apparaît à la fois comme réactif et produit de la réaction, c'est-à-dire qu'il est restauré en fin de processus, et donc n'apparaît pas dans le bilan global de la réaction. En effet, le catalyseur intervient dans une (ou plusieurs) étapes de la réaction, expliquant son influence sur la vitesse de la réaction, et est ensuite régénéré dans une étape suivante.

De ce fait, le catalyseur est utilisé en quantité beaucoup plus faible que les autres réactifs. De plus, le catalyseur n'influe pas sur la composition de l'équilibre thermodynamique en fin de réaction [15].

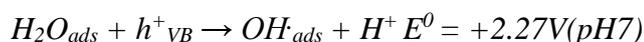
I.3.2. Comment ça marche ?

La photocatalyse hétérogène est basée sur le principe de génération d'une paire électron-trou lors de l'absorption d'un photon par un semi-conducteur. Lors de l'absorption d'un photon d'énergie suffisamment élevée, un électron est excité et passe de la bande de valence vers la bande de conduction du semi-conducteur.

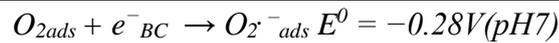
La distance entre les bandes de valence et de conduction est appelée bande interdite. La valeur de la bande interdite détermine l'énergie minimale que le photon doit avoir pour exciter un électron vers la bande de conduction. Lors du processus d'absorption d'un photon, il y a déplacement d'un électron sur la bande de conduction (e_{BC}^-) et formation d'une lacune, qu'on nomme «trou» sur la bande de valence (h_{BV}^+). On considère l'électron et le trou comme des porteurs de charges.



L'électron peut ainsi participer à des réactions de réduction (photo-réduction) et le trou à des réactions d'oxydation (photo-oxydation). Le trou peut donc par exemple oxyder une molécule d'eau ou un anion hydroxyle adsorbé à la surface du photocatalyseur pour former un radical hydroxyle très réactif:



L'électron peut réduire une molécule d'oxygène adsorbé et former un radical superoxyde capable de participer à son tour à des réactions d'oxydation:



Il est possible de décomposer le processus de photocatalyse en quatre étapes:

1. Absorption de la lumière
2. Séparation de la paire électron-trou (migration vers la surface du matériau).
3. Réaction redox à la surface.
4. Migration diffusionnelle des produits de la surface du catalyseur vers la phase fluide [16].

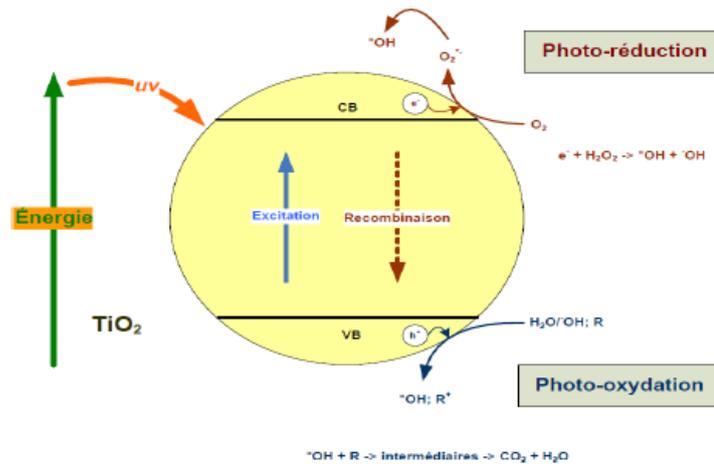


Figure I.5 : Schéma représentatif du principe de la photocatalyse

I.3.3. Les paramètres influençant l'activité photocatalytique:

- ☞ Effet de la surface spécifique et de la taille des particules.
- ☞ Photolyse directe.
- ☞ Influence du pH.
- ☞ la concentration initiale en polluant.
- ☞ Influence du flux lumineux.
- ☞ la température.
- ☞ la concentration de catalyseur.
- ☞ la cristallinité du catalyseur [17].

I.3.4. Les avantages de la photocatalyse:

La photocatalyse présente plusieurs avantages parmi lesquelles on peut citer :

- ☞ C'est une technologie destructive et non sélective
- ☞ Minéralisation totale possible: formation de H₂O et CO₂ et autres espèces
- ☞ Elle fonctionne à température et pression ambiante
- ☞ Catalyseur utilisé non toxique, actif sous différentes formes physiques, bon marché
- ☞ Elle est efficace pour de faibles concentrations en polluants
- ☞ Elle nécessite une faible consommation d'énergie [18].

Référence :

- [1] W. H. Bragg, Phil. Mag, **30**, p305 (1915); Nishikawa, Math. Phys. Soc, **8**, 199 (1915)
- [2] Ajroudi, L (2011). Ferrites de cobalt nanostructurés ; élaboration, caractérisation, propriétés catalytiques, électriques et magnétiques. Thèse de doctorat. Université de Sud, Tunis.
- [3] Meslem, M (2019). La structure électronique et le magnétisme dans le matériau spinelle NiFe₂O₄. Mémoire de master. Université de MOHAMED BOUDIAF, MSILA.
- [4] Barth, T. F. W., and Posnjak, E., Z. Krist, **82**, 325 (1932).
- [5] G. Hu and Y. Suzuki, Phys. Rev. Lett. 89, 276601 (2002).
- [6] Matzen Sylvia. Films ultraminces épitaxiés de MnFe₂O₄, CoFe₂O₄ et NiFe₂O₄ pour le filtrage de spin à température ambiante. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2011. Français.
- [7] Analyse des eaux résiduaires – Mesure de la pollution <http://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/mesures-analyses-thl/analyse-dans-l-environnement-eau-et-air-42831210/analyse-des-eaux-résiduaires-p4200/> (accessed Jan 3, 2017).
- [8] Capon M, Courilleu V, Valette C, Chimie des couleurs et des odeurs, Nantes, Culture et technique, 1999.
- [9] Z. Guivacrch, Traitement des polluants organiques en milieux aqueux par procédé électrochimique d'oxydation avancée "Electro-Fenton" : application à la minéralisation des colorants synthétiques, Thèse de Doctorat, Université de Marne-La-Vallée, 24 septembre 2004.
- [10]: Masoud B. Kasiri; Traitement des Eaux Usées Colorées : Procédé Photo-Fenton Hétérogène; Éditions universitaires européennes; 2011.
- [11] Heinrich Zollinger; Color Chemistry: syntheses, properties, and applications of organic dyes and pigments; Wiley-VCH; 2, édition illustrée; 1987.
- [12] Bauer, C; Jacques, P; Kalt, A; Environmentally Benign Photocatalysts : Applications of Titanium Oxide-based Materials; Springer Science and Business Media; édition illustrée; 2010.
- [13] J.-M. Herrmann, Catalysis Today 53 (1999) 115-129.
- [14] J. Herrmann, Topics in Catalysis 39 (2006) 3-10.
- [15] D. SCHAMING, C.COLBEAU-JUSTIN, H.REMITA, Photocatalyse : des matériaux nanostructurés aux réacteurs photocatalytiques, Procédés chimie - bio – agro/Chimie verte, 2017.
- [16] JM. Herrmann, Applied Catalysis B: Environmental 99 (2010) 461-468.

[17] F. Bosc. Synthèse et caractérisation des couches minces et de membranes photocatalytiques mésostructurées à base de TiO₂ anatase. Matériaux. Université Montpellier II - Sciences et Techniques du Languedoc, 2004. Français.

[18] Sihem Helali. Application de la photocatalyse pour la dégradation des polluants chimiques et bactériologiques dans l'eau en utilisant des catalyseurs irradiés par des photons de lumière naturelle ou artificielle (UV-A /UV-B). Autre. Université Claude Bernard - Lyon I, 2012. Français.

Chapitre II. Technique de synthèse et de caractérisation

A. Méthodes de synthèse :

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 condition de préparation ainsi que de la température de synthèse, le bute 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, par la voie solide comme la méthode céramique, ou bien par la voie liquide comme la méthode sol-gel, co-précipitation, combustion, microémulsion, l'hydrolyse de flamme, ...etc. dans notre travail on a utilisé la méthode sol-gel comme une méthode de synthèse. On va citer quelques célèbres méthodes [1].

II.1. Les synthèses par voie solide:

La synthèse des oxydes (pérovskites) par réaction à l'état solide est l'une des méthodes les plus utilisées dans la chimie du solide ; utilisé dans l'industrie.

Il consiste à faire un mélange de plusieurs oxydes solides à une température inférieure à leurs températures de fusion respectives de telle sorte que la réaction s'effectue à l'état solide. Une telle réaction se produit d'abord à l'interface entre les grains des solides, puis se poursuit par diffusion des réactifs du cœur vers l'interface réactionnelle. L'élévation de la température accélère ce processus de diffusion à travers le solide. Cette diffusion est souvent l'étape limitant [2-3].

II.2. Les synthèses par voie liquide:

II.2.1. La synthèse par Co-précipitation:

Parmi les nombreuses méthodes de chimie douce possibles : (décomposition des précurseurs, micro émulsion, sol-gel.....), la co-précipitation peut conduire à l'obtention de plus grandes quantités de poudre et à des tailles de grains nanométriques [4].

Cette méthode est la plus ancienne dans les techniques de préparation des oxydes (pérovskites) par voie chimique. La co-précipitation simultanée des précurseurs de la pérovskite permet d'obtenir un composé amorphe relativement homogène. Les précurseurs des sites A et B de la structure pérovskite (acétate, chlorure, nitrate) sont mélangés dans l'eau. Toutes les espèces sont ensuite précipitées à pH basique sous forme d'oxalate ou de hydroxyde, après les étapes intermédiaires de décantation, rinçage et filtration, le précipité subit un lavage destiné à casser les agglomérats. Une fois séché, le précipité amorphe est ensuite calciné jusqu'à obtention de la phase pérovskite. Cette méthode permet l'obtention des cristaux très fins.

Afin de maîtriser la morphologie, la taille et la distribution de tailles des particules à l'issue de la co-précipitation, il est nécessaire de maîtriser les vitesses des quatre étapes cinétiques intervenant lors de la co-précipitation d'un solide. Ces étapes sont :

- ✓ La génération d'un précurseur apte à se condenser.

- ✓ La naissance de germes par condensation.
- ✓ La croissance de germes par condensation également.
- ✓ Le vieillissement des particules [5].

Les paramètres suivants ont une grande importance :

- ✓ Contrôle du pH
- ✓ Temps d'agitation
- ✓ Ordre d'introduction des réactifs dans la solution basique
- ✓ Contrôle de la température ambiante [5].

II.2.2. La synthèse hydrothermale:

La synthèse hydrothermale est un processus qui a fait ses preuves pour la préparation des particules fines d'oxyde de taille inférieure à 100 nm[6]. Elle est basée sur des réactions qui se produisent en présence d'un équilibre entre l'eau liquide et l'eau vapeur sous une température et une pression élevées ($T > 100^{\circ}\text{C}$ et $P > 1$ bar). Le traitement hydrothermal permet de cristalliser des matériaux céramiques dont la vitesse de cristallisation est trop lente dans les conditions standards ou de précipiter des phases qui ne sont pas stables dans ces conditions. La réaction se fait, généralement, sous une pression autogène qui correspond à la pression de vapeur saturante de la solution à température et composition de solution données [7].

II.2.3. La méthode sol gel:

Les termes sol et gel ont été empruntés à la science des colloïdes, discipline introduite par Graham en 1861.

- ✓ Un sol est une dispersion stable de particules colloïdales au sein d'un liquide. Afin que les particules solides, plus denses que le liquide, restent dispersées, leur taille doit être suffisamment petite pour que les forces responsables de la dispersion (interaction de Van Der Waals) restent supérieures aux forces de gravitation.
- ✓ Un gel est un ensemble solide, amorphe, tridimensionnel, de macromolécules, gonflé par un solvant et contenant des pores sub-micrométriques. Si le réseau solide est constitué de particules colloïdales, le gel est dit colloïdal. Si le réseau solide est constitué de macromolécules, le gel est appelé polymérique.

Pour de nombreuses applications, les gels doivent être séchés, c'est-à-dire subir une opération d'évacuation du solvant. On est amené à distinguer deux types de gels secs :

- ✓ **Les xérogels** : le séchage intervient par évaporation à pression atmosphérique et permet d'obtenir un matériau massif ou une poudre [8].
- ✓ **Les aérogels** : le départ du solvant est réalisé par évacuation hypercritique conduisant à un matériau de très faible densité [9].

La méthode sol-gel présente de nombreux avantages qui sont en fait liés au rôle du précurseur organique intermédiaire possédant plusieurs fonctions [10]:

- ✓ Il permet une meilleure homogénéité du dépôt pendant la phase d'évaporation, avec dégagement de HNO₃.
- ✓ Il permet une formation plus aisée des oxydes mixtes par dégradation de la molécule organique à basse température.
- ✓ Il permet la formation de cristallites beaucoup plus petites du fait d'une durée de pyrolyse moins longue et d'une température plus basse [11].

II.2.4. La méthode combustion:

La méthode de combustion ou la synthèse auto-propagée à haute température (SHS) 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. Pour n'importe qu'elle combustion le combustible et le comburant sont nécessaires, pour la synthèse des oxydes par combustion les nitrates des métaux sont utilisés comme comburant et les combustibles utilisés sont des composés à base d'hydrazine ou l'urée ou la glycine [12]. La réaction de synthèse auto-propagée à haute température est caractérisée par la température adiabatique de combustion Tad qu'est définie comme la limite supérieure de n'importe quel système de combustion [13], en général la combustion se produit pas si Tad > 2200°C, lorsque 1200°C < Tad.

II.3. Les avantages et inconvénients de ces méthodes:

Le tableau II.1 propose les principaux avantages et inconvénients de ces méthodes présentées ci-dessus.

Tableau II.1 : Étude comparatif des différentes méthodes de synthèse.

Méthode	Avantages	inconvénients
Voie solide	<ul style="list-style-type: none"> ☞ Très simple. ☞ Bonne homogénéité de la distribution des précurseurs. ☞ Basses températures de préparation. 	<ul style="list-style-type: none"> ☞ Hautes températures que dépend grand énergie. ☞ Lenteur des réactions. ☞ Possible hétérogénéité de composition du produit.
Co-précipitation	<ul style="list-style-type: none"> ☞ Fortes surfaces, ☞ stabilité thermique ☞ basses températures de préparation, (température ambiante) 	Solvants méthode dépendant de la pérovskite
Hydrothermale	<ul style="list-style-type: none"> ☞ Méthode de synthèse simple et non coûteuse ☞ permet choix de la morphologie et taille des particules 	<ul style="list-style-type: none"> ☞ La corrosion cause à haute temperature par la base ☞ La difficulté de maintien de la haute pression
	<ul style="list-style-type: none"> ☞ pureté des précurseurs, ☞ bonne homogénéité de la 	<ul style="list-style-type: none"> ☞ Séchage délicat ☞ Changement volumique

Sol gel	distribution des précurseurs, ☞ basses températures de préparation,	important durant l'élaboration du matériau, ☞ procédés longs et complexes.
Combustion	☞ La durée de la réaction est courte ☞ Les matériaux inorganique sont synthétisés dans une seule étape utilisant l'énergie chimique des réactifs ☞ Les produits de la réaction sont extrêmement poreux	☞ Températures très élevées ☞ Utilise réactions hautement exothermiques

B. Techniques de Caractérisation :

Les solides synthétisés ont été caractérisés par un ensemble de techniques physico-chimiques, permettant ainsi de mieux comprendre leur structure, leurs propriétés et leur réactivité.

De nombreuses techniques sont utilisées dans la caractérisation des oxydes mixtes. Dans notre travail, nous avons utilisé les méthodes suivantes:

II.1. Diffraction des rayons X :

La diffraction des rayons X est l'une des méthodes les plus utilisées dans la caractérisation des matériaux [14]. A l'aide de cette technique on peut obtenir des informations structurales (symétrie cristalline, paramètres de maille, distribution des atomes au sein de la maille élémentaire), texturales (dimension des cristallites, tensions internes du réseau) et de composition (qualitatives et quantitatives, en comparant la position et l'intensité des raies de diffraction obtenues) [15].

II.1.1. Principe de fonctionnement :

La poudre, constituée d'une infinité de grains (cristallites), est bombardée par un faisceau de rayon X monochromatique de longueur d'onde connue produit grâce à une anticathode de cuivre. Le rayonnement émis est défini par un système de fentes (fentes Soller) et de fenêtres situées avant et après l'échantillon. Ce dernier est placé sur un porte échantillon qui tourne d'un mouvement uniforme autour d'un axe situé dans son plan (cercle goniométrique), permettant ainsi d'augmenter le nombre d'orientations possibles des plans réticulaires (hkl). Les particules étant orientées au hasard, il y aura toujours une famille des plans donnant lieux à la diffraction, c'est à dire pour lesquels la relation de BRAGG est vérifiée [16]:

$$2 d_{hkl} \sin \theta = n \lambda$$

Ou : λ : Longueur d'onde du faisceau de rayons X incident,
n : Nombre entier,

θ : Angle de diffraction,

d_{hkl} : Distance interréticulaire caractérisant la famille de plans repérée par les indices h, k, l



Figure II.1 : Diffractomètre de rayons X

II.1.2. Analyse d'un diagramme de diffraction X sur poudre:

Une analyse soignée des diffractogrammes permet d'accéder à diverses caractéristiques d'un matériau cristallisé :

- ✓ **La position** : la détermination des positions des raies permet de remonter à la phase cristalline et à 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.
- ✓ **L'intensité relative** : la détermination des intensités relatives des raies permet de remonter à la position des différents atomes dans la maille cristalline [17].

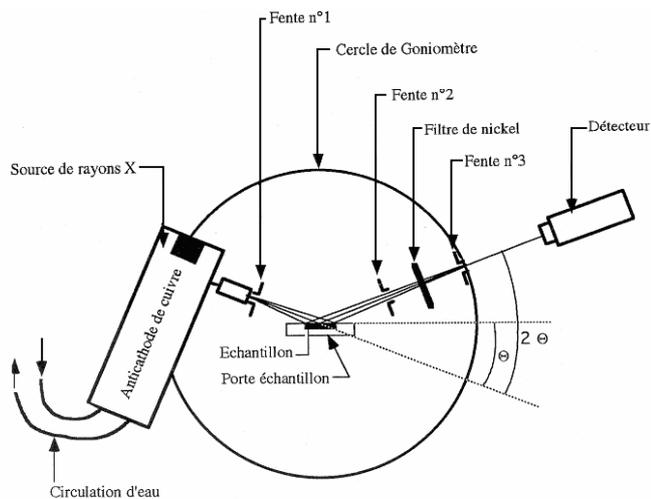


Figure II.2 : Schéma de principe du diffractomètre BRUKER-SIEMENS-D5000

C. Spectroscopie infrarouge:

La spectroscopie infrarouge est l'une des techniques spectroscopiques d'absorption, non destructives, les plus utilisées. Cette technique de caractérisation permet d'obtenir des informations sur les modes vibratoires de molécules, et, en particulier, sur la chimie des surfaces des catalyseurs hétérogènes. Les spectres des poudres étudiés représentent soit leur absorbance, soit leur transmittance T_r , en fonction du nombre d'onde dans un domaine de 400 cm^{-1} à 4000 cm^{-1} . La transmittance de chaque échantillon est définie comme étant le rapport entre l'intensité du rayonnement infrarouge ayant traversé l'échantillon I et l'intensité du rayonnement de référence I_0 , ainsi :

$$T_r = I / I_0$$

Les pastilles des poudres à analyser sont formées de 1% en masse du produit préalablement broyé et dispersé dans du KBr. Les pastilles ont été compactées sous une pression de 10 Tonnes par cm^2 (10 kbars) pendant 15 minutes, de façon à obtenir des pastilles translucides de 13 mm de diamètre. L'étalonnage de l'appareil est réalisé à l'aide d'une pastille de KBr pur, bien séchée auparavant dans une étuve à 150°C , car il est hygroscopique. L'attribution des bandes aux différents modes de vibration se fait par comparaison avec celles citées dans la littérature. Tous les échantillons ont été analysés par spectrophotométrie infrarouge à transformée fourrier FTIR-8400s (Figure II.3), sur un spectromètre PYE UMCAM PHILIPS, dont l'étendue est située entre 4000 et 400 cm^{-1} . Tous les échantillons ont été conditionnés sous forme de dispersion dans une pastille de KBr (environ 1 mg d'échantillon et de 200 mg de KBr ont été employés pour la préparation des granules) [18].



Figure II.3 : spectromètre Infrarouge à transformée de Fourier FTIR-Shimadgu 8400S

D. Spectroscopie d'absorption dans l'UV-Visible:

La spectrophotométrie 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 dans de longueurs d'onde déterminées [19].

II.1. Domaine spectral :

Dans une molécule, les transitions électroniques UV-Visibles mettent en jeu les énergies les plus importantes de la chimie (environ de 13000 à 50000cm^{-1} soit 160 à 665 KJ. mol^{-1}).

L'ordre de grandeur des énergies mises en jeu est celui des énergies de liaison des molécules et ces rayonnements peuvent parfois provoquer des ruptures de liaisons. Plus généralement, ils provoquent des transitions électroniques entre les différents niveaux d'énergie des molécules.

C'est une technique qualitative. Elle permet d'identifier une substance chimique et de déterminer la concentration d'un soluté dans une solution, par interaction des électrons des molécules du soluté (appelé chromophore) avec la lumière. Lorsqu'un faisceau d'intensité I_0 traverse une solution d'un chromophore, ce dernier absorbe plus que d'autres certaines longueurs d'onde et restitue une intensité I du faisceau initial.

Le dosage de solutions colorées est effectué par spectrophotométrie dans le domaine du visible à une longueur d'onde choisie, en se basant sur la loi de Beer-Lambert [19].

II.2. Loi de Beer-Lambert:

$$A = \log (I_0/I) = \epsilon \cdot \lambda \cdot C$$

Avec:

I_0 : L'intensité de la lumière incidente

I : L'intensité lumineuse transmise.

C : la concentration des espèces absorbantes

ϵ : est le coefficient d'extinction molaire, c'est une caractéristique de la substance étudiée à une longueur d'onde donnée. Si C est la molarité, ϵ est en $\text{L. mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$

λ : longueur du trajet optique (en cm).

Le spectrophotomètre UV-Vis mono-faisceau utilisé durant notre travail est un appareil de marque Spectrophotomètre UV-iLine 9400 - SECOMAM. Les cuves utilisées sont en verre de 1cm de diamètre [19].



Figure II.4 : Photographie du spectrophotomètre UV-Visible utilisé

Référence :

- [1] Haliouche, A. (2015). Effet de le 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.
- [2] L. Smart et E.Moore, Introduction à la Chimie du Solide, Masson Paris, 1997.
- [3] C. Boudaren, Thèse de Doctorat, Constantine (Algérie) , 2002.
- [4] M. Muhammed, Y.Zhang, S.Andersson, Applied Catalysis B: Environmental, Vol 6, 325-337, 1995.
- [5] B. V. Tilak, R.A.Y.Srinivasan, Comprehensive treatise of Electrochemistry, Ed Plenum press New York, 1982.
- [6] B. Baruwati, D.K. Kumar, and S.V. Manorama, Hydrothermal synthesis of highly crystalline ZnO nanoparticles: A competitive sensor for LPG and EtOH. Sensors and Actuators B: Chemical, 2006. 119(2): p. 676-682.
- [7] SALLEM, F (2017). Synthèses optimisées et caractérisations avancées de nanotubes de titanate et de leurs fonctionnalisations : vers l'élaboration de nanovecteurs de molécules thérapeutiques. Thèse de doctorat. Université El Manar, Tunis.
- [8] T. Tawara, I. Suemune, H. Kumano, Physica E ,Vol 13, 403, 2002.
- [9] M. V. Artemyer, U. Woggon, R. Wannemacher, H. Jaschinski, W. Langbein, Nano letters. 1, 6, 309 (2001)
- [10] B.V.Tilak, R.A.Y.Srinivasan, Comprehensive treatise of Electrochemistry, Ed Plenum press New York, 1982.
- [11] P. Miquel « Réduction catalytique de NO_x par les hydrocarbures sur les catalyseurs à base de pérovskite », Université de Lille 1, 2009.
- [12] K.N.Shinde, S.J.Dhoble, H.C.Swart, K.Park, Phosphate Phosphors for Solid-State Lighting, Springer-Verlag Berlin Heidelberg 2012.
- [13] Schubert, N.Hüsing, Synthesis of Inorganic Materials, Wiley.Germany2012.
- [14] Méthode Spectrométriques d'analyse et de caractérisation Diffraction X, pp 7-8, Axe « Génie des procédés », Centre SPIN, Ecole des Mines de Saint-Etienne.
- [15] U.D. Altermatt and I. D. Brown, ActaCryst, A,34,1987
- [16] J.d.Hanawalt. H.W.Rinn. and L.K. Frevel, Chemical Analysis by X-Ray Diffraction, Industrial & Engineering Chemistry Analytical Edition, Vol 10, No 9, 457-512, 1938.
- [17] Ajroudi, L (2011). Ferrites de cobalt nanostructurés ; élaboration, caractérisation, propriétés catalytiques, électriques et magnétiques. Thèse de doctorat. Université de Sud, Tunis.

[18] Adaika, K (2015). Synthèse et caractérisation physicochimique des oxydes $\text{La Cr}_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}_3$. Thèse de doctorat. Université Khider Mohamed, Biskra.

[19] Djerada, N. Arab, L (2017). Photodégradation d'un colorant textile en milieu aqueux par la poudre de TiO_2 . Mémoire de Master. Université A. MIRA, Bejaïa.

Chapitre III : Synthèse et Caractérisation de NiFe₂O₄ et NiO

Nous exposerons, dans ce chapitre, la synthèse et les résultats obtenus après la caractérisation des composés synthétisés par diffraction des rayons X (DRX), analyse par spectroscopie infrarouge (FTIR). Finalement une étude de l'activité photocatalytique de ces composés. Pour conclure, une discussion brève des résultats obtenus a été faite.

A. Synthèse, Caractérisation et activité photocatalytique de NiFe₂O₄ :

III.1 Synthèse :

III.1.1. Préparation de l'oxyde NiFe₂O₄ par voie sol-gel:

La méthode sol-gel a été utilisée pour préparer l'oxyde NiFe₂O₄ en plusieurs étapes. Cette méthode est basée sur l'acide citrique comme agent de complexation qui est très efficace pour la synthèse de nos échantillons, car possède la propriété de chélater les métaux et former un complexe soluble et très stable. Cette méthode a l'avantage de produire des poudres très fines de grande homogénéité.

1 mole de nitrates de nickel et 2 moles de nitrates de fer sont soumis ensemble avec 3 moles d'acide citrique (5,7636 g) comme agent de complexation , en utilisant comme un solvant une quantité d'eau distillée est ajoutée en excès puis on met la solution sous agitation à T= 80 °C jusque la formation d'un gel, après séchage dans l'étuve pendant 24 H à T =100 °C et après le broyage, on obtient une poudre fine. En fin la poudre obtenue a été calcinée à T= 600 °C pendant 6 heures avec une vitesse de chauffage de 5°C/min.

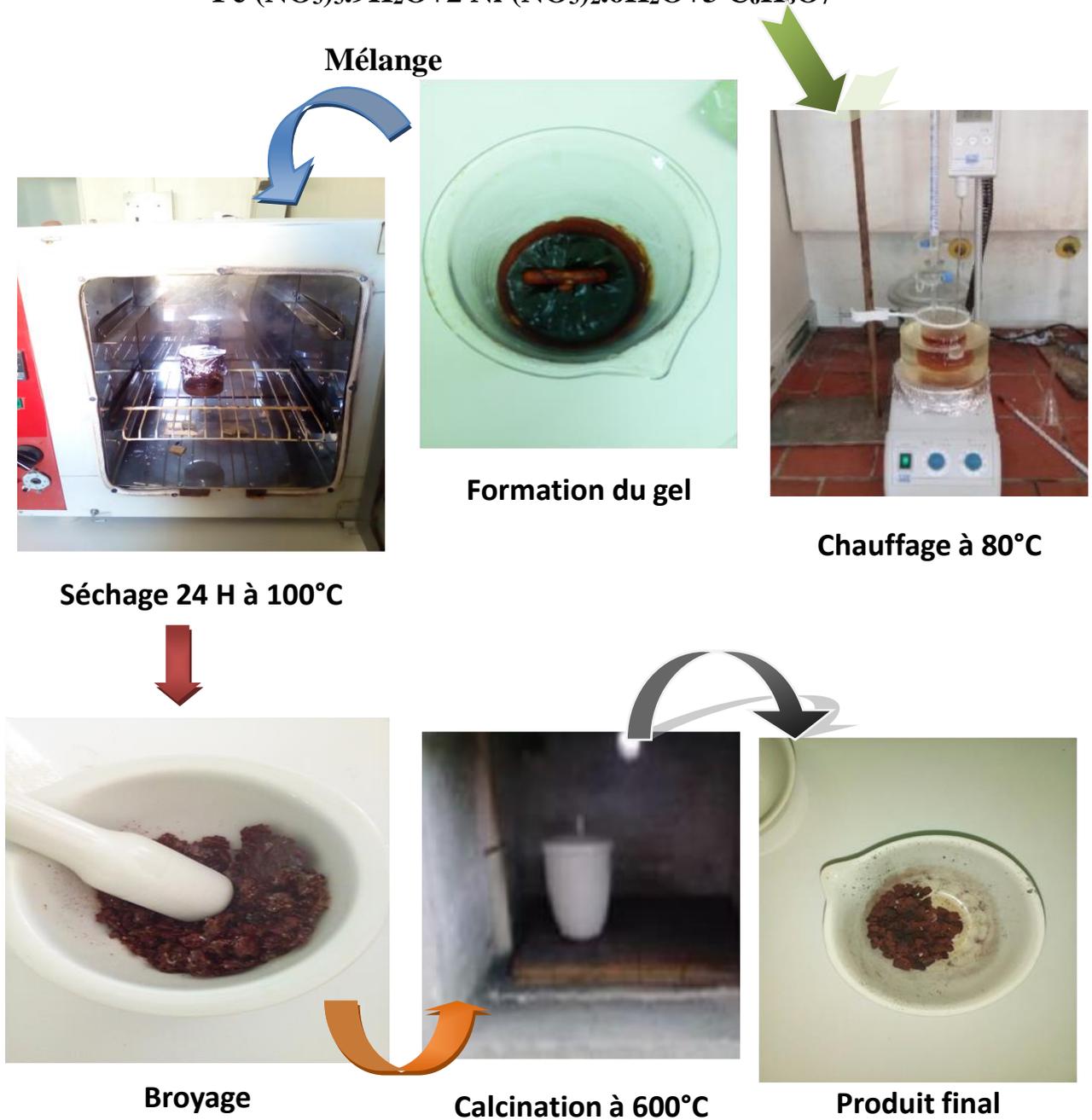


Figure III.1 : Différentes étapes de préparation de la poudre NiFe₂O₄ par sol gel.

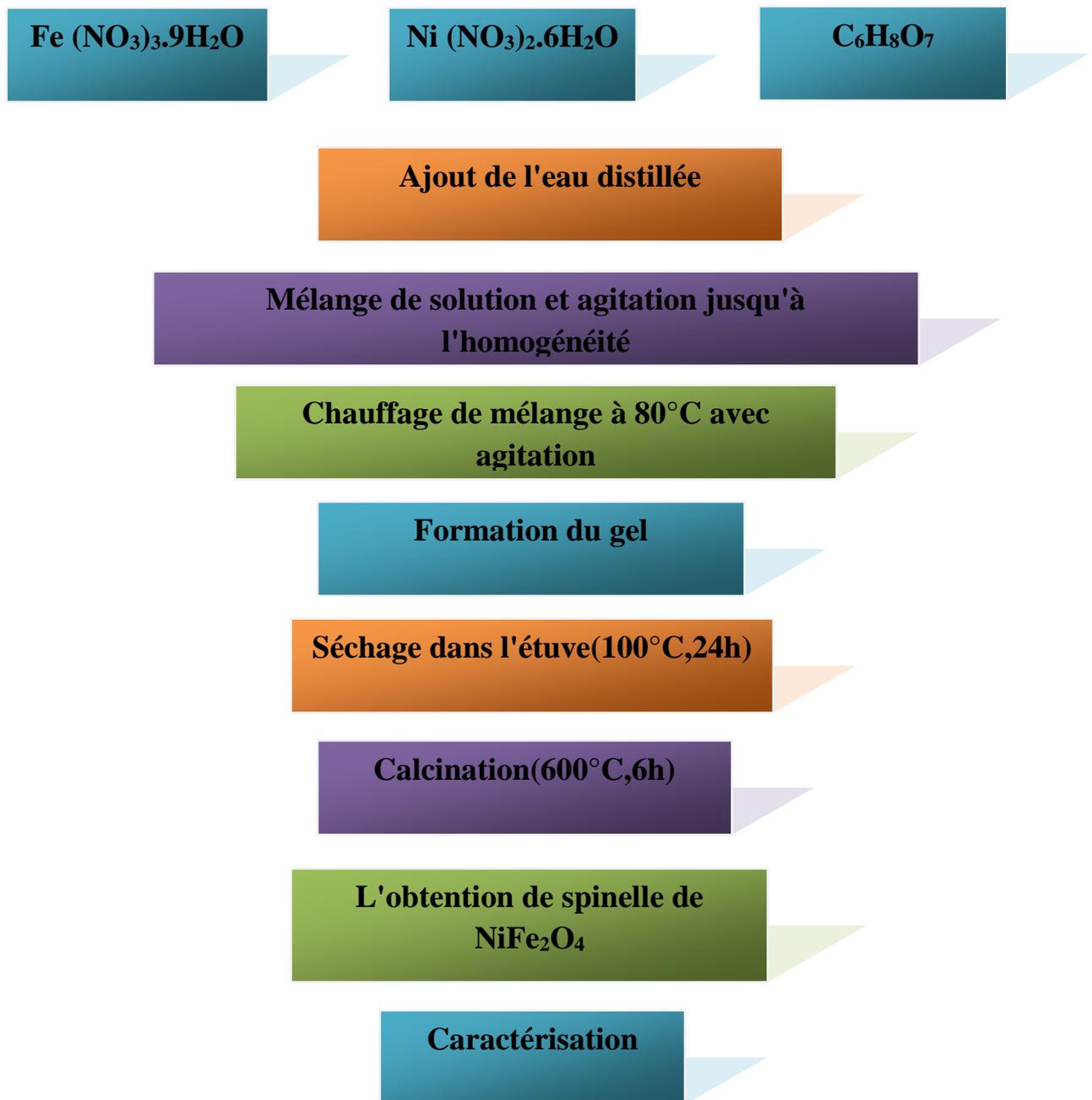


Figure III.2 : Différentes étapes de synthèse de NiFe₂O₄ par sol gel.

III.1.2. Préparation de l'oxyde NiO par voie sol-gel:

3 mole de nitrates de nickel avec 3 moles d'acide citrique (5,7636 g) comme agent de complexations , en utilisant comme un solvant une quantité d'eau distillée est ajoutée en excès puis on met la solution sous agitation à T= 80 °C jusque la formation d'un gel, après séchage dans l'étuve pendant 24 H à T =100 °C et après le broyage, on obtient une poudre fine. En fin la poudre obtenue a été calcinée à T= 550 °C pendant 6 heures avec une vitesse de chauffage de 5°C/min.

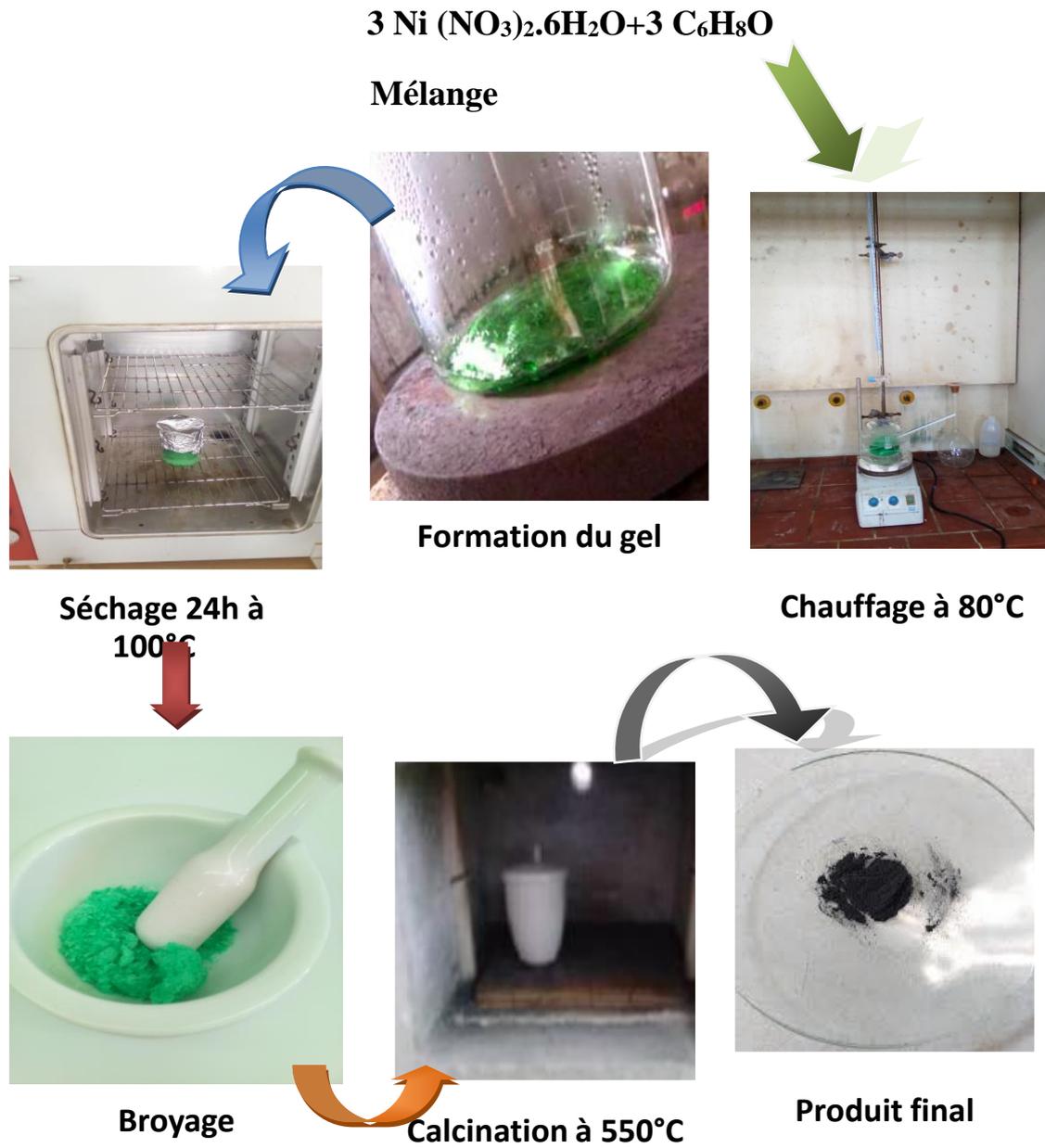


Figure III.3 : Différentes étapes de préparation de la poudre NiO par sol gel.

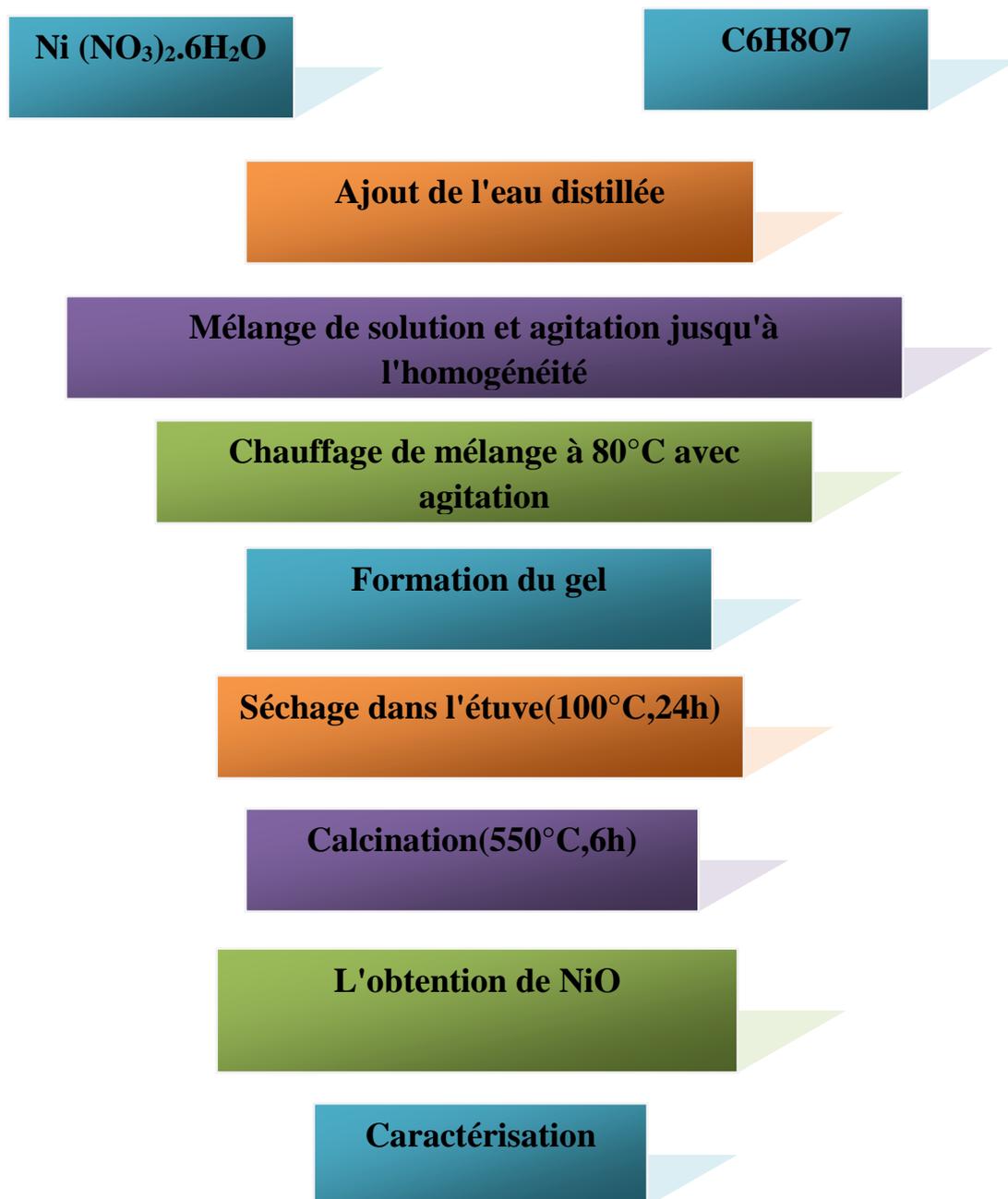


Figure III.4 : Différentes étapes de synthèse de NiO par sol gel.

III.2. Caractérisation :

III.2.1. Spectroscopie Infrarouge :

Les spectres Infrarouge en transmission ont été réalisés sur un spectrophotomètre à transformée de Fourier FT.IR-8400s. Les longueurs d'onde étudiées sont comprises entre 400-4000 cm⁻¹. La technique de granulé de KBr a été utilisée (1mg d'échantillon pour 200 mg de matrice de KBr).

L'attribution des bandes aux différents modes de vibration se fait par comparaison avec celles citées dans la littérature.

Les résultats d'IR sont traités par le logiciel IR solution.

Pour une caractérisation plus poussée des nanocristaux de NiFe₂O₄ synthétisés non calciné, les spectres FTIR ont été enregistrés dans la plage de 400 à 4000 cm⁻¹. Les bandes IR des solides sont généralement attribuées à la vibration des ions dans le réseau cristallin. Deux grandes bandes d'oxygène métallique principales sont observées dans les spectres IR de tous les spinelles, et des ferrites en particulier. Le spectre FTIR de NiFe₂O₄ nanocristallin est illustré à la figure 5.

La bande à -3400 cm⁻¹ correspond à l'hydroxyde. Les deux autres bandes se produisant à env. 2300–2400 cm⁻¹ sont attribués aux vibrations CH₂ antisymétriques et symétriques des chaînes de carbone, respectivement.

Le spectre infrarouge est présenté dans la figure suivante :

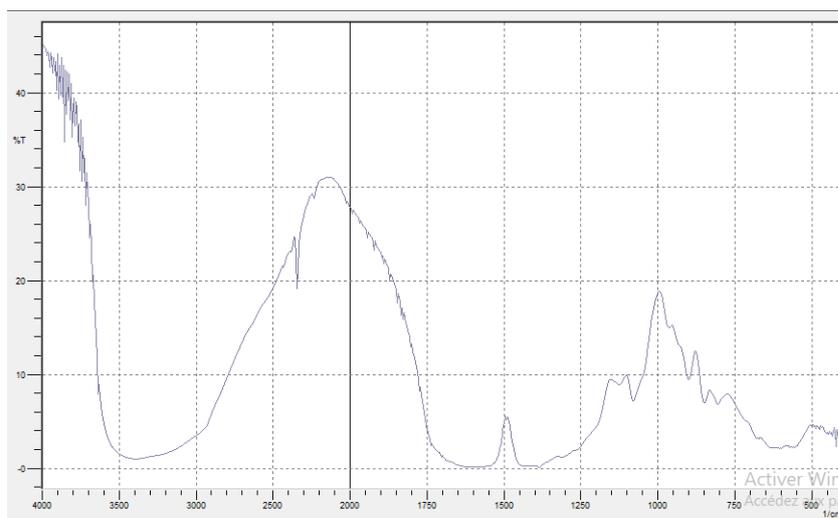


Figure III.5 : Les spectres d'absorption infrarouge de l'oxyde spinelle non calciné NiFe₂O₄

Le spectre infrarouge de l'échantillon préparé non calciné (NiO) par la méthode sol-gel est présenté dans la figure suivante :

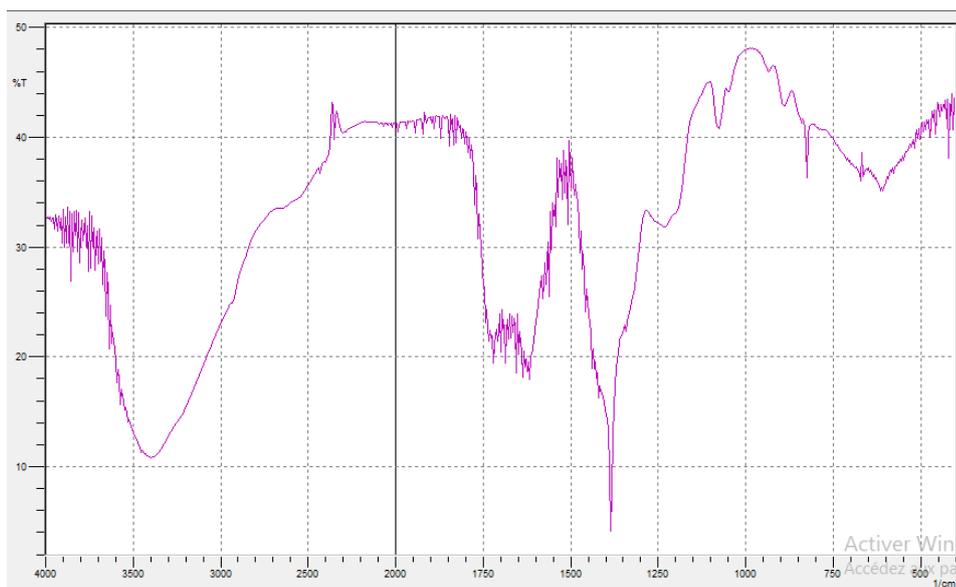


Figure III.6 : Les spectres d'absorption infrarouge de l'oxyde non calciné NiO

Conclusion Générale

Conclusion Générale

Notre travail est consacré à la synthèse des spinelles par la méthode sol-gel (ou citrate).

Ferrite de nickel synthétisé à partir de nitrates métalliques et acide citrique et en utilisant l'eau comme solvant par procédé sol-gel, elle s'avère bonne pour la synthèse de NiFe_2O_4 de taille nanométrique. L'acide citrique joue un rôle important comme un agent complexant dans le processus de synthèse. La phase de formation du NiFe_2O_4 est étudiés selon les techniques de diffraction de rayons X, de radiofréquences (FT-IR). Le produit synthétisé présentant une seule phase de structure spinelle inverse.

L'analyse thermogravimétrique et différentielle (ATD /ATG) à partir des articles, nous a permis d'identifier les différentes transformations qui ont lieu au cours d'un cycle de chauffage, la température de calcination correspondante au passage de la forme complexe des différents métaux à la forme oxyde qui commence à partir de 600 °C pour les échantillons étudiés NiO et NiFe_2O_4 .

Résumé :

Dans nos travaux, nous avons préparé des oxydes spinelles de type spinelle $NiFe_2O_4$ et NiO avec une technologie sol-gel, et la structure de ces oxydes a été étudiée dans nos travaux avec une technique d'analyse: spectroscopie infrarouge (IR) uniquement; Comme nous n'avons pas pu terminer les travaux et réaliser d'autres techniques d'analyse: rayons X, microscopie électronique à balayage (MEB) ; Spectroscopie ultraviolette visible (UV-Vis) ; Enfin, une étude de la propriété de photodégradation du bleu de méthyle par les oxydes synthétiques et leur utilisation comme photocatalyseurs.

Mots de clés : $NiFe_2O_4$; NiO ; spinelle ; sol-gel.

Abstract:

In our work, we prepared spinel oxides of the type of spinel $NiFe_2O_4$ et NiO with a sol-gel technology, and the structure of these oxides has been studied in our work with analysis technique: infrared spectroscopy(IR) only; As it was not possible for us to complete the work and carry out other analysis techniques: x-rays; scanning electron microscopy(SEM); Visible ultraviolet spectroscopy (UV-Vis) ; Finally, a study of the photodegradation property of methyl blue by synthetic oxides and their use as photocatalysts.

Keywords: $NiFe_2O_4$, NiO , spinel, sol-gel.

الملخص:

في عملنا هذا قمنا بتحضير أكاسيد من نوع سبينيل $NiFe_2O_4$ و NiO بتقنية صول جال كما تمت دراسة بنية هذه الأكاسيد في عملنا هذا بتقنية تحليل : مطيافية ما تحت الأحمر فقط ؛ حيث لم يتسنى لنا إكمال العمل وإجراء تقنيات التحاليل الأخرى : الأشعة السينية ؛المجهر الالكتروني الماسح ؛ مطيافية فوق البنفسجي المرئي؛ وفي الأخير دراسة خاصة التفكك الضوئي لالزرق الميثيل بواسطة الأكاسيد المصنعة و استعمالهم كمحفزات.

الكلمات المفتاحية: $NiFe_2O_4$ ؛ NiO ؛ سبينيل؛ صول جال.