

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MOULOU D MAMMERI, TIZI OUZOU



FACULTE DES SCIENCES
DEPARTEMENT DE CHIMIE

MEMOIRE DE MASTER
SPECIALITE : CHIMIE
OPTION : CHIMIE PHYSIQUE

Présentée par :

ARGANE Tinhinane

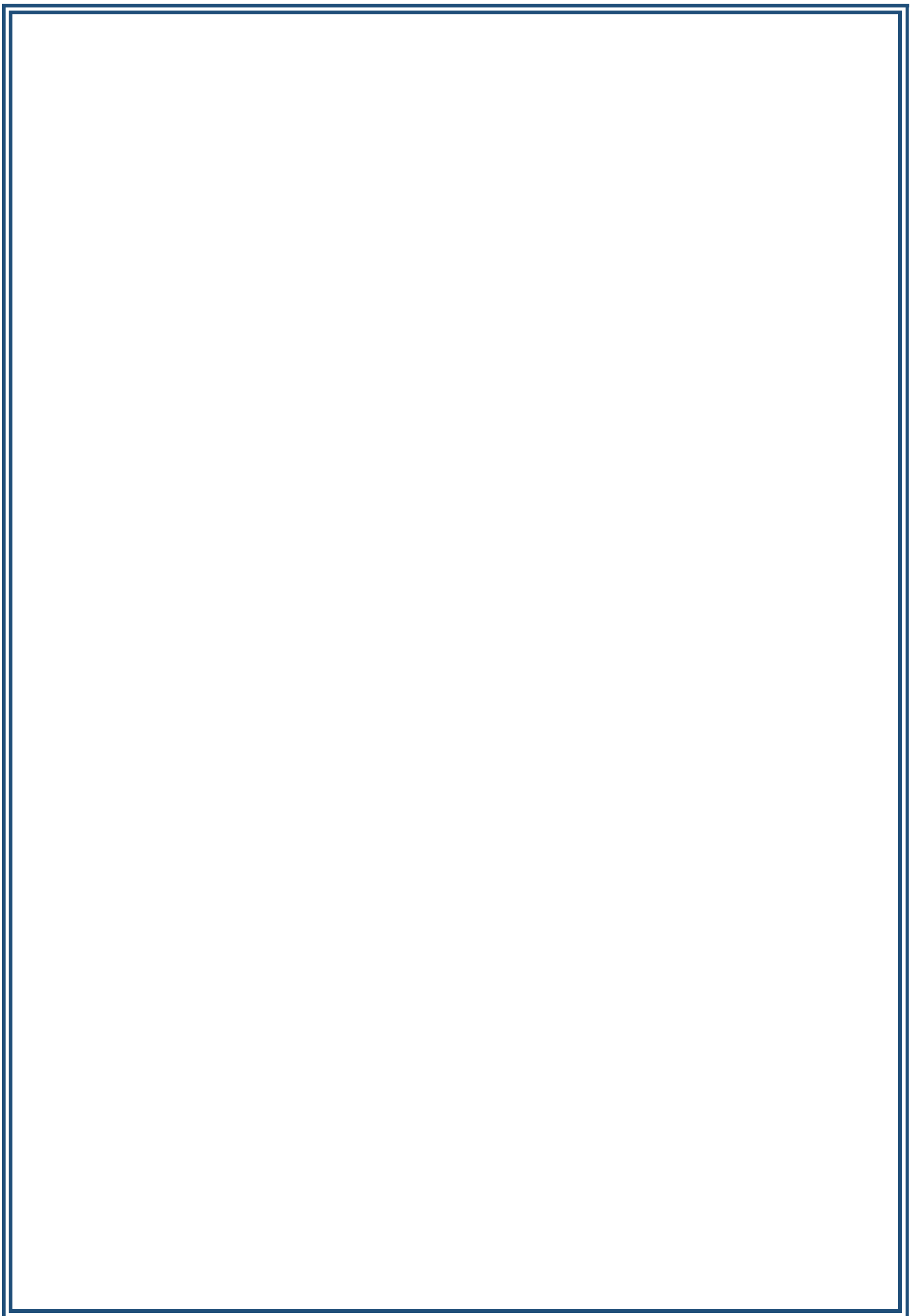
Sujet :

*Synthèse d'un nanocomposite ZnO/Starch par
la méthode micro-ondes
Application : Photocatalyse*

Devant le jury d'examen composé de :

M^{me} SELLAM Djamila	MCA	UMMTO	Présidente
M^{me} BOZETINE Hakima	MCA	UMMTO	Rapporteur
Mr MEZIANE .Smail	Professeur	UMMTO	Co- Rapporteur
M^{me} DEKKAR Sadia	MCB	UMMTO	Examinatrice

Déposé le 20/10/2021



Remerciements

Toute ma gratitude à **Mme H. BOZETINE**, MCA à l'Université **Mouloud. MAMMERY** de Tizi-Ouzou, pour avoir acceptée de diriger ce travail et de m'avoir soutenu durant sa concrétisation. Votre aide, clairvoyance et rigueur ont été d'un apport capital pour cette étude.

Je tiens également à remercier Mr S. MEZIANE Professeur à l'Université **Mouloud. MAMMERY** de Tizi-Ouzou qui a collaboré de près à la réalisation de ce travail

Je suis très reconnaissante à Mme **D.SELLAM MCA** à l'Université **Mouloud. MAMMERY** de Tizi-Ouzou d'avoir honoré ce jury, en acceptant sa présidence.

Je voudrai aussi remercier **Mme S. DEKKAR MCB** à l'Université **Mouloud. MAMMERY** de Tizi-Ouzou, qui a bien voulu accepter de faire partie de jury et d'examiner ce travail.

Enfin, je remercie tout mes enseignantes et enseignants de m'avoir aider durant mon parcours d'étude.

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

Chapitre I : Partie bibliographique

I.1- L'oxyde de Zinc.....	4
I.1.1- Définition	4
I.1.2- Propriétés de l'oxyde de Zinc.....	4
I.1.2.1- Propriétés chimiques	4
I.1.2.2- Propriétés cristallographiques du ZnO.....	5
I.1.2.3-Propriétés électroniques	7
I.1.2.3- Propriétés électriques	7
I.1.2.4- Propriétés catalytiques	8
I.1.2.5- Propriétés optiques	8
I.1.3 - Méthodes de Synthèse de ZnO	9
I.1.4 - Les applications de ZnO	9
I.1.5- Application de ZnO en photocatalyse	9
I.1.5.1- Définition de la photocatalyse	9
I.1.5.2- Principe de la photocatalyse	9
I.2- Nanocomposites	10
I.2.1- Définition	10
I.2.2- Nanocomposite oxyde métallique – carbone	11

Chapitre II : Matériel et méthodes

II.1- Méthodes de synthèse	13
II.2- Synthèse des photocatalyseurs	13
II.2.1- Mode opératoire.....	13

II.2.1.1- Préparation des nanoparticules de ZnO pure	13
II.2.1.2- Préparation des nanoparticules ZnO/Starch	14
II.3- Application à la photocatalyse	15
II.3.1- Préparation des solutions	16
II.3.2- Test photocatalytic	16
II.3.3 -Calcul de taux de dégradation.....	17
II.3.4 -Cinétique de dégradation	17
II.4 -Techniques de caractérisation	19
II.4.1- La microscopie électronique à balayage (MEB)	19
II.4.2-La spectrophotométrie UV-Visible	19
II.4.3- Spectroscopie infrarouge	20
Chapitre III : Résultats et discussion	
III.1- Caractérisation des catalyseurs.....	22
III.1.1- Caractérisation structurale et morphologique des photocatalyseurs :.....	22
III.1.2- Caractérisation optique des photocatalyseurs.....	24
III.2- Résultats des tests photocatalytiques	25
III.3- Cinétique de dégradation.....	27
III.4- Le mécanisme de la photodégradation du MO par ZnO/Starch 400°C.....	28
III.5- Régénération de photocatalyseur	31
Conclusion générale.....	33
Références bibliographiques	35

Introduction Générale

Actuellement la recherche s'orienter vers l'utilisation de nouvelles énergies alternatives dites « vertes » afin de contrer l'amenuisement des ressources énergétiques. Parmi ces énergies nous pouvons citer, les énergies géothermale, hydraulique mais également solaire. L'un des moyens d'utiliser l'énergie solaire de manière efficace et « propre » est la photocatalyse.

La photocatalyse hétérogène est une méthode alternative pour la destruction complète des colorants organiques et d'autres molécules toxiques. Ce processus nécessite un photocatalyseur et implique la génération des radicaux d'un pouvoir oxydant très élevé entraînant une minéralisation complète de ces polluants [1,2]. Plusieurs semiconducteurs tels que, TiO_2 , ZnO , WO_3 , et Fe_2O_3 ont été utilisés. L'oxyde de Zinc (ZnO) est un semiconducteur intéressant, il a été largement utilisé en raison de sa large bande interdite (3,37 eV), sa stabilité physique et chimique, son faible coût, sa facilité de préparation, et sa capacité d'absorption élevée des rayonnements. Cependant, la recombinaison des porteurs de charges peut diminuer significativement ces performances photocatalytiques. Pour pallier à ce problème, plusieurs stratégies ont été adoptées telles que la fabrication des hétérojonctions [3,4], le dopage avec les éléments métalliques [5,6] et l'hybridation avec les nanomatériaux de carbone.

L'hybridation de l'oxyde de Zinc avec les matériaux de carbone représente une stratégie importante pour développer de nouveaux matériaux et améliorer leurs propriétés. Par conséquent, les méthodes de synthèse de ces matériaux hybrides sont d'une importance capitale et pourraient ouvrir une voie pour le développement de nouveaux matériaux d'une efficacité photocatalytique élevée.

Dans notre étude, nous avons préparé le nanocomposite ZnO /Carbone par une simple qui consiste à un chauffage sous micro-ondes. Dans cette méthode nous avons utilisé l'amidon (starch) comme source de carbone et agent de polymérisation et stabilisateur, ce qui permet de contrôler la mobilité des cations de zinc, puis de contrôler la croissance de ZnO -NPs.

L'activité photocatalytique de nanocomposite préparé a été évaluée par la photodégradation de méthyle orange (MO) sous la lumière UV.

La rédaction de ce mémoire est organisée selon trois chapitres :

Chapitre I : Ce chapitre est dédié à la partie bibliographique. Dont nous avons donné un aperçu sur l'oxyde de Zinc, le principe de la photocatalyse et quelques notions sur les nanocomposites.

Chapitre II : Il est consacré aux méthodes expérimentales ainsi que les différentes techniques de caractérisation utilisées.

Chapitre III : Dans ce chapitre, nous avons présenté les différents résultats obtenus et leur discussion.

Nous terminons la rédaction de ce mémoire par une conclusion générale qui résume l'essentiel des résultats obtenus ainsi que les perspectives relatives à la poursuite de cette étude.

Chapitre I: Partie bibliographique

Dans ce chapitre, nous commençons par une étude théorique des propriétés principales de l'oxyde de Zinc, les méthodes de synthèse et les différents domaines d'application. Ensuite on donne un aperçu sur la photocatalyse. Quelques notions sur les nanocomposites (oxyde métallique-carbone) sera donnée à la dernière partie de ce chapitre.

I.1- L'oxyde de Zinc

I.1.1- Définition

L'oxyde de zinc est un composé chimique inorganique contenant de l'oxygène et le zinc, corps ionique de formule chimique ZnO . Il existe dans l'écorce terrestre sous forme naturelle, sous le nom de Zincite, mais peut aussi être synthétisé de manière artificielle sous forme massive.



Figure I.1 : Oxyde de Zinc (ZnO) massif sous forme naturelle (a) et (b) sous forme de poudre

I.1.2- Propriétés de l'oxyde de Zinc

I.1.2.1- Propriétés chimiques

L'oxyde de zinc pur se trouve sous forme de poudre blanche. Le ZnO cristallin est thermo chromique, changeant du blanc au jaune lorsqu'il est chauffé à l'air et redevenant blanc par le refroidissement. Ce changement de couleur est causé par une faible perte d'oxygène à une température élevée. L'oxyde de zinc s'obtient par transformation du sulfure de zinc. Cette transformation se fait par une réaction exothermique, si bien qu'une fois amorcée l'opération se poursuit sans apport extérieur de chaleur. L'oxyde de zinc pur est donc facile à préparer, peut être coûteux ce qui le favorise pour une utilisation en industrie.

ZnO se décompose en vapeurs de zinc et d'oxygène à environ 1975°C ce qui reflète sa grande stabilité. Par contre le chauffage à 950°C en présence de carbone implique la réduction de l'oxyde contenu dans le métal, ce dernier étant plus volatile que l'oxyde.

Néanmoins la température à laquelle se produit cette transformation reste largement supérieure à la température d'utilisation, le ZnO est donc stable dans le cas d'applications dans les cellules solaires ou autres.

I.1.2.2- Propriétés cristallographiques du ZnO

Il existe trois phases cristallographiques différentes pour le ZnO: la phase B4 (**Würtzite**), la phase B3 (**Zinc blende**), et la phase B1 (**Rock Salt**) (**figure I.1**). La structure hexagonale Würtzite est thermodynamiquement stable à température ambiante. La structure Zinc blende (**cubique**) est observée lorsque ZnO est déposé sur certains substrats de symétrie cubique. Alors que la structure **Rock Salt** (**type NaCl**) est obtenue lorsqu'une pression hydrostatique (10 – 15 GPa) est appliquée sur la structure Würtzite. Cette dernière est métastable et peut persister à pression atmosphérique.

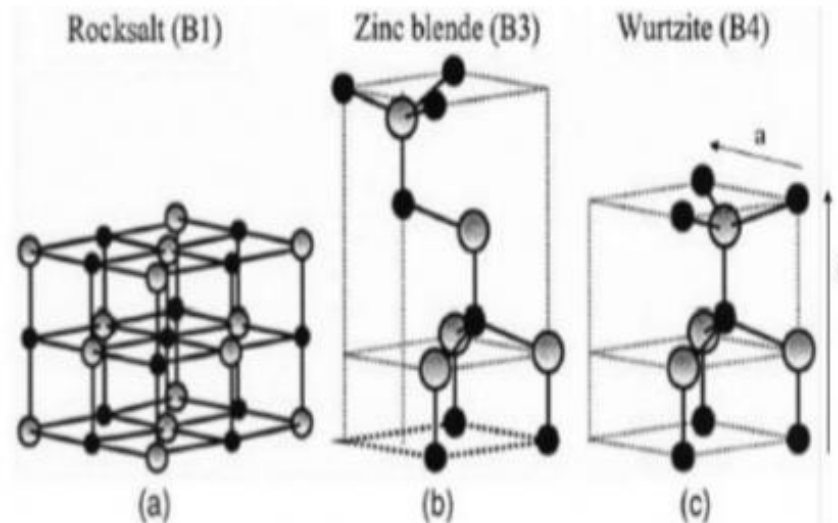


Figure I.2 – Structure cristalline de ZnO a) Rocksalt NaCl ; b) Zinc blende ; et c) wurtzite

La figure (I.1c) représente la maille primitive de la structure hexagonale Würtzite ZnO dont les paramètres de maille sont : $a = 3,2498 \text{ \AA}$ et $c = 5,2066 \text{ \AA}$. la structure est décrite par deux réseaux de type hexagonal compact; l'un de Zn^{+2} et l'autre de O^{-2} décalés d'un vecteur $\mu = 0,379 c$, qui correspond à la translation existante entre les deux sous-réseaux. Il en résulte une structure avec un empilement de tétraèdres où chaque atome de zinc est entouré de 4

atomes d'oxygène et vice versa **figure (1-2)**. Les paramètres de maille a , b et c déterminent la position relative des sous-réseaux de l'anion O^{2-} et du cation Zn^{+2} .

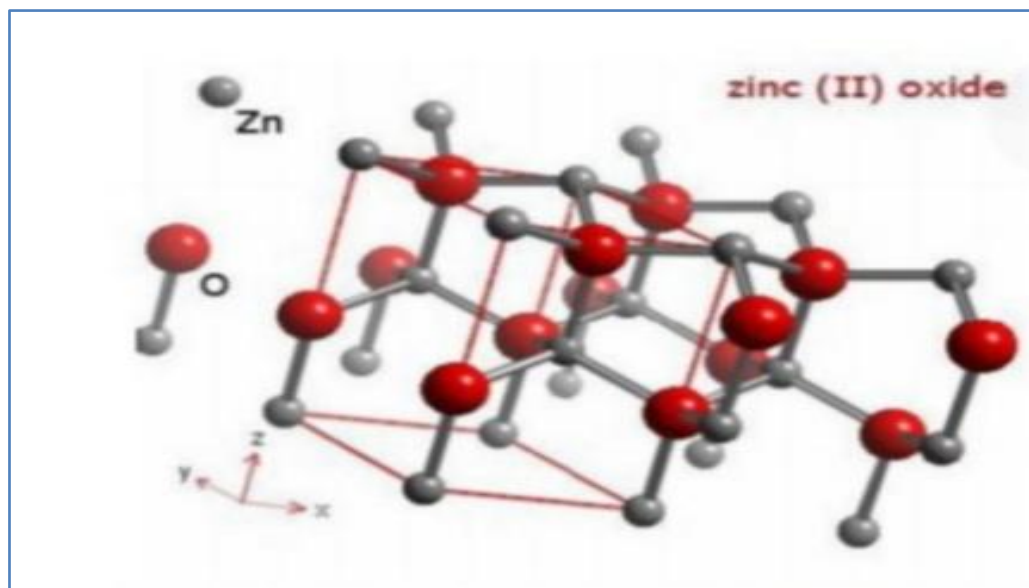


Figure 1.3: Structure cristallographique du ZnO (Wurtzite)

Dans le tableau (I-1), on présente un récapitulatif de quelques caractéristiques structurales de l'oxyde de zinc.

Tableau I.1 : Les caractéristiques importantes de l'oxyde de zinc.

Réseau		Hexagonal Wurtzite	
Paramètres de maille		$a=3.2499 \text{ \AA}$ $c=5.2060 \text{ \AA}$ $\Rightarrow c/a=1.6019$	
Distance entre O^{2-} et Zn^{+2} , (les plus proches voisins)		Suivant l'axe c	$d=1.96 \text{ \AA}$
		Pour les trois autres	$d=1.98 \text{ \AA}$
Rayon ionique pour une coordination tétraédrique	Liaison covalente	Zn neutre = 1.31 \AA	O neutre = 0.66 \AA
	Liaison ionique	$Zn^{+2} = 0.60 \text{ \AA}$	$O^{2-} = 1.38 \text{ \AA}$
		$Zn^{+2} = 0.74 \text{ \AA}$	
Rayon cristallin pour une coordination tétraédrique		$O^{2-} = 1.24 \text{ \AA}$	

D'après les valeurs des rayons ioniques du cation et de l'anion indiquées dans le tableau, on peut remarquer que la structure est relativement ouverte. En effet, les atomes de

zinc et d'oxygène n'occupent que 40 % du volume du cristal [7], laissant des espaces vides de rayon 0.95Å. Il est possible que dans certaines conditions des atomes de zinc en excès puissent se loger dans ces espaces c'est-à-dire en position interstitielle. Cette caractéristique permet d'expliquer certaines propriétés particulières de l'oxyde, liées aux phénomènes de semi conductivité de photoconductivité, de luminescence ainsi qu'aux propriétés catalytiques et chimiques du solide.

I.1.2.3-Propriétés électroniques:

On rappelle que les structures électroniques de bande d'oxygène et du zinc sont: **O** : $1S^2 2S^2 2P^4$ et **Zn** : $1S^2 2S^2 2P^6 3S^2 3P^6 3d^{10} 4S^2$. Lorsqu'ils se lient dans le matériau, ils forment un semi-conducteur. La largeur de la bande interdite pour le ZnO (différence énergétique entre le minimum de la bande de conduction et le maximum de la bande de valence) est de 3.37 eV à la température ambiante. Cette valeur varie avec la température. Lorsqu'on introduit des atomes étrangers, ils peuvent occuper les places de **Zn**, de **O** ou se mettre en position interstitielle (entre deux atomes du réseau). De même, sans le dopage les atomes en excès de **Zn** peuvent aussi se mettre en positions interstitielles (Zn_i). Dans le réseau de **ZnO**, il y a aussi des places vacantes (non occupées) de l'oxygène. On appelle ces imperfections «défauts de structure ». Leurs énergies sont toujours situées dans la bande interdite. Le dopage ou les défauts intrinsèques jouent un rôle très important dans les caractéristiques du semi-conducteur. Ils peuvent modifier considérablement leurs propriétés pour obtenir des matériaux à paramètres ajustés pour les applications particulières en modifiant simplement les caractéristiques du dopant (type, nature, température, concentration, technique de dopage, etc.) [8]. Dans l'oxyde de zinc, il existe deux types d'imperfection dans le réseau cristallin responsables de la conduction de type **n** observée dans le matériau. La première imperfection est intrinsèque (atome de Zn en position interstitielle (Zn_i) et lacune d'oxygène V_o , la deuxième est intentionnelle (dopage).

I.1.2.3- Propriétés électriques

L'oxyde de Zinc est un semi-conducteur du groupe A^{IV} B^{II}. Il possède une large bande interdite directe de 3, 37 eV à température ambiante. Le ZnO présente une conductivité électrique naturelle de type **n** qui est due à la présence des atomes de zinc interstitiels [9] et une importante énergie de liaison des excitons (60 meV). Cette conductivité est due à la présence de défauts ponctuels intrinsèques tels que les lacunes électroniques.

I.1.2.4- Propriétés catalytiques

La capacité d'une substance d'être un catalyseur dans un système spécifique dépend de sa nature chimique et de ses propriétés de surface. L'efficacité de l'oxyde de zinc dépend de son mode de préparation. Elle est essentiellement due au degré de perfection du réseau cristallin, et aux propriétés semi-conductrices (lacunes, atomes en positions interstitiels,...).

L'oxyde de zinc est utilisé en tant que piège et capteur chimique de gaz (H_2S , CO_2 , H_2CH_4). En suspension dans l'eau, il peut jouer le rôle de catalyseur photochimique pour un certain nombre des réactions comme l'oxydation de l'oxygène en ozone, l'oxydation de l'ammoniaque en nitrate, la réduction du bleu de méthylène, la synthèse du peroxyde d'hydrogène, ou encore l'oxydation des phénols.

I.1.2.5- Propriétés optiques

L'oxyde de zinc est un matériau transparent ayant un indice de réfraction égale à 2. En couches minces, son indice de réfraction et son coefficient d'absorption varient en fonction des conditions d'élaboration des couches. L'indice de réfraction a une valeur variant entre 1,7 et 2,2 suivant les auteurs [10].

ZnO fait partie de la famille des oxydes semi-conducteurs transparents et présente une forte absorption et diffusion des rayonnements ultraviolets. Sous l'action d'un faisceau lumineux de haute énergie ($E > 3,4 \text{ eV}$) ou d'un bombardement d'électrons, l'oxyde de zinc émet des photons. Ce phénomène correspond à la luminescence. En fonction des conditions d'élaboration et des traitements ultérieurs différentes bandes de photoluminescence ont été observées. Elles vont du proche UV ($\lambda = 350 \text{ nm}$), au visible (rayonnement de couleur verte de longueur d'onde proche de $\lambda = 550 \text{ nm}$).

La bande UV de ZnO est attribuée à la recombinaison de la paire excitonique alors que celles observées dans le visible correspondrait à la présence de défauts au sein de la structure des NPs de ZnO tels que des lacunes d'oxygène ou de zinc ou encore de la présence d'oxygène, de zinc interstitiel ou de défauts d'état de surface.

I.1.3 - Méthodes de Synthèse de ZnO

Les procédés de synthèse sont distingués en trois catégories : les méthodes chimiques, les méthodes physiques et les méthodes mécaniques. Il a été rapporté dans la littérature que les NPs de ZnO peuvent être synthétisées par réaction en phase vapeur, liquide ou solide et

par techniques sol-gel [11-12], spray-pyrolyse [13-14], micro-onde [15] ou encore par évaporation thermique [16].

I.1.4 - Les applications de ZnO

L'oxyde de zinc (ZnO) possède de nombreux domaines d'application. La largeur de sa bande interdite lui confère d'intéressantes propriétés optoélectroniques, avec la réalisation de détecteurs ultraviolets [17] mais également avec la fabrication de diodes laser émettant dans le bleu ou dans l'ultraviolet [18] et les cellules solaires [19]. L'oxyde de Zinc se trouve dans le domaine de la catalyse, de la photocatalyse [20-21], des capteurs (gaz et humidité) [22-23]. Les nanoparticules de ZnO ont trouvé également de larges applications en biologie et en pharmacie en raison de leur non-toxicité.

I.1.5- Application de ZnO en photocatalyse

L'oxyde de zinc est utilisé en photocatalyse hétérogène en raison de son faible coût, de sa très bonne stabilité et de son énergie de gap de 3,37 eV. ZnO a démontré une très bonne efficacité photocatalytique dans de nombreuses études, supérieure même à celle d'autre semi-conducteur pour la dégradation de certains polluants.

I.1.5.1- Définition de la photocatalyse

La photocatalyse est l'activation d'un semi-conducteur par irradiation lumineuse afin de permettre la production d'espèces réactives de l'oxygène (EROs) responsables de la dégradation des polluants.

I.1.5.2- Principe de la photocatalyse

La photocatalyse repose sur le principe suivant: un semi-conducteur est activé par une irradiation lumineuse possédant une énergie supérieure ou égale à l'énergie de gap (E_g). L'excitation due à cette irradiation va permettre à des électrons (e^-) de la bande de valence (BV) de se déplacer vers la bande de conduction (BC), générant des trous (h^+) dans la BV. Les électrons et les trous photogénérés vont entrer en réaction avec O_2 et H_2O pour former respectivement les radicaux superoxydes $O_2^{\cdot-}$ et hydroxyle OH^\cdot . Ces radicaux vont alors réagir avec le polluant pour le minéraliser. Ce procédé permet la dégradation de nombreuses molécules [24-25]. Le mécanisme de la photodégradation et résumé sur la **figure I.3** et les différentes réactions déroulées à la surface du photocatalyseur sont données comme suit :

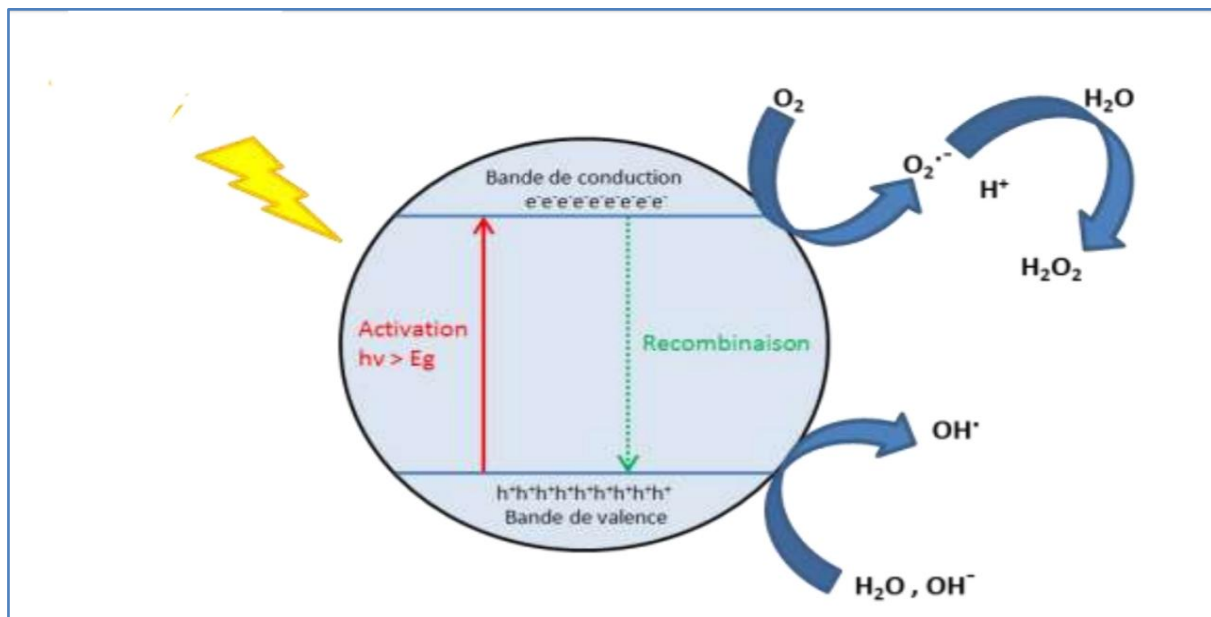
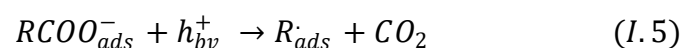
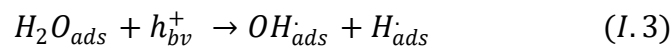


Figure I.4 : Schéma présentant le principe de la photocatalyse.



I.2- Nanocomposites

I.2.1- Définition

Les nanocomposites sont une catégorie de nouveaux matériaux, solide multiphasé dont une des phases a au moins une dimension inférieure à 100 nanomètres (nm), un nanocomposite est généralement la combinaison d'une matrice massive avec une phase de renfort nanométrique de propriétés différentes résultantes des différences structurales et chimiques. Un tel matériau peut se présenter sous la forme de particules, de fibres, de

tubes,...etc. L'assemblage final ayant généralement des propriétés supérieures aux propriétés de chacun des matériaux constitutifs

I.2.2- Nanocomposite oxyde métallique/carbone

Récemment, de nouvelles génération de matériaux composites Oxyde métallique-carbone ont été synthétisés puisque la combinaison de l'oxyde métallique et les nanomatériaux de carbone semble être une stratégie idéale pour une activité photocatalytique avancée du fait que les nanomatériaux de carbone réduit les recombinaisons des paires électron- trou photogénérés [26] et augmente la capacité d'adsorption de nanocomposité formé [27]. Plusieurs nanocomposite de type ZnO/matériaux de carbone, comme le ZnO/graphen, ZnO/nanofibre de carbone, ZnO/CQDS et ZnO/carbone amorphe ont été étudié [28]. Par conséquent, les méthodes de synthèse de ces matériaux hybrides d'une structure bien définie sont d'une importance capitale et pourraient ouvrir une voie pour le développement de nouveaux matériaux d'une efficacité photocatalytique élevée.

Chapitre II

Matériels et méthodes

II.1- Méthodes de synthèse

La synthèse micro-onde est une méthode de synthèse thermique, où l'apport de chaleur se fait par un chauffage micro-onde. Les radiations micro-ondes permettent une meilleure homogénéité de la chaleur dans la solution et un chauffage direct des réactifs contrairement à une plaque chauffante dont la chaleur diffuse à travers la verrerie. La vitesse de croissance des particules dans le cas d'une synthèse micro-onde est beaucoup plus rapide que dans le cas d'une synthèse hydrothermale classique.

Les micro-ondes se focalise directement sur l'échantillon, la raison pour laquelle l'échantillon est placé dans un réacteur classique équipé d'une agitation et travaillant à la pression désirée. Cette méthode nous permet de produire des nanostructures en utilisant des produits non toxiques, biodégradables et non couteux.

II.2- Synthèse des photocatalyseurs

Les réactifs utilisés lors des différentes synthèses sont cités dans le tableau (II.1).

Nom commercial	Formule Chimique	Masse molaire (g /mol)	Etat physique
Acétate de zin dihydraté	$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$	219.50	Solide
Hydroxyde de sodium	NaOH	40.00	Solide
L'amidon (starch)	$(C_6H_{10}O_5)_4$	162.14	Solide

II.2.1- Mode opératoire

II.2.1.1- Préparation des nanoparticules de ZnO pure

Un volume de 50 ml d'une solution d'acétate de zinc dihydraté ($Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$) de concentration (1.5 M) est mélangé avec 67 ml d'une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) de concentration (2 M). La solution de NaOH est ajoutée goutte à goutte et sous agitation pendant 30 min (pH = 8.3). Le mélange obtenu est par la suite versé dans un cristalliseur de 500 ml puis chauffé par micro-onde pendant 4 min (deux fois) à la puissance 800 W. Le précipité blanc est obtenu et récupération par centrifugation et lavé plusieurs fois

avec l'eau distillée. Le précipité obtenu est ensuite séché dans une étuve à 80 °C pendant 12 h ensuite à 200°C pendant 4 h. L'organigramme représenté sur la **figure II.1** résume les étapes de synthèse de la poudre de ZnO.

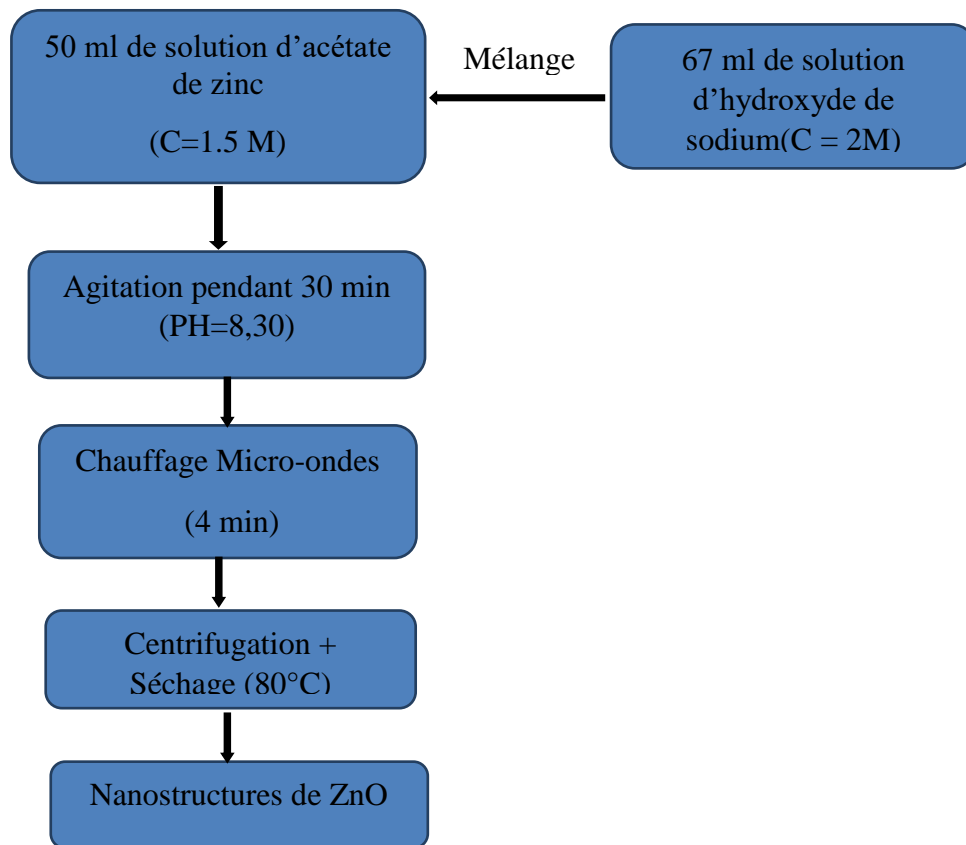


Figure II.1 : Procédé de synthèse de ZnO pure par micro-ondes.

II.2.1.2- Préparation des nanoparticules ZnO/Starch

Un volume de 50 ml d'une solution d'acétate de zinc dihydraté ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) de concentration (1.5 M) et avec 1g de starch (amidon), on ajoute goutte à goutte et sous agitation (30 min) 67 ml d'une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) de concentration (2 M). Le pH du mélange est fixé à 8.30. Le mélange obtenu est versé ensuite dans un cristalliseur de 500 ml puis chauffé par micro-onde pendant 4 min (deux fois) à la puissance 800 W. Le précipité obtenu est récupération par centrifugation suivie d'un rinçage à l'eau distillée. Le précipité est ensuite séché dans une étuve à 80 °C pendant 12 h suivie d'une calcination à 400°C pendant 4h. La figure II.2 représente les micrographies des différentes poudres obtenues.

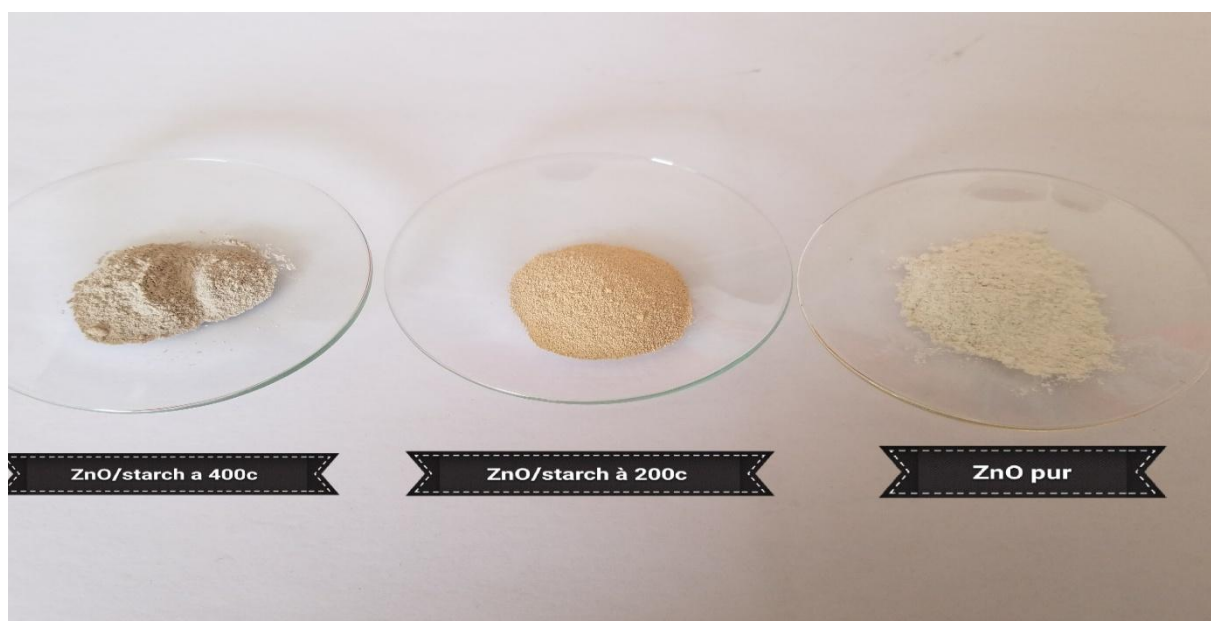


Figure II-2 : Micrographie des poudre de ZnO pur, ZnO/Starch 200°C et ZnO/Starch 400°C

II.3- Application à la photocatalyse

Le colorant considéré dans cette étude est le méthyle orange (MO) ou encore orangé de méthyle, c'est un indicateur coloré utilisé pour caractériser un milieu acide, il appartient à la famille anionique, aussi appelé Hélianthine de formule chimique $C_{14}H_{14}NaO_3S$. Le tableau 1 résume les caractéristiques physico-chimiques du méthylorange. Ce dernier est sous forme d'une poudre cristalline d'une couleur jaune orangé.

Tableau 1 : caractéristiques physico-chimiques du méthylorange et sa structure chimique.

Nom commercial Nom chimique	Méthylorange Orange de Méthyle	Aspect et structure chimique
Famille	Colorants azoïques	
Formule brute	$C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$	
Solubilité dans l'eau ($g.L^{-1}$) à 19,85 °C	5,20	
Point de fusion	> 300°C	
pH	-	
Masse molaire ($g.mol^{-1}$)	327,33	
Masse volumique ($g.cm^{-3}$)	1,28	

Le chauffage de méthyle orange jusqu'à la décomposition, dégage des vapeurs toxiques d'oxydes d'azote, d'oxydes de soufre, de monoxyde et dioxyde de carbone. Le

méthylorange est considéré comme une substance toxique pour les organismes aquatiques, entraîne des effets néfastes à long terme et peut provoquer une allergie cutanée.

II.3.1- Préparation des solutions

a) Solution de MO

La solution mère du MO de concentration 1 g L^{-1} a été préparée par la dissolution des cristaux de MO dans un litre d'eau distillée. Les solutions standards pour les tests photocatalytiques, ont été obtenues par des dilutions successives de la solution mère jusqu' à l'obtention des solutions de concentration désirée.

b)- Longueur d'onde d'absorption MO

La détermination de la longueur d'onde de méthyle orange est une étape préliminaire. Le spectre UV-Visible d'une solution de MO à une concentration de 5 mg/L obtenus dans un domaine spectral de 200 à 800 nm est représenté par la **figure II.5**.

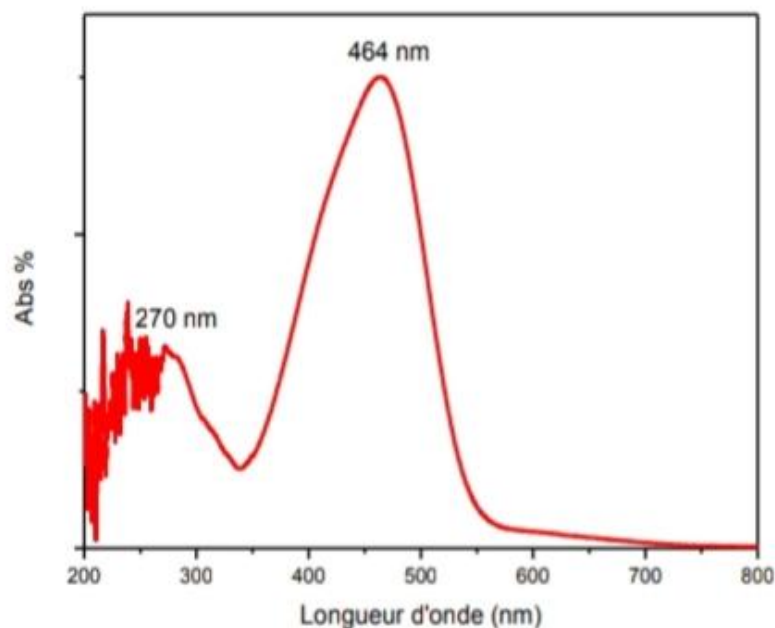


Figure II.3 : Spectre UV-Visible d'une solution diluée de méthyl-orange.

Le spectre UV-Visible de la solution de MO indique que la bande maximale d'absorption de ce colorant est 464 nm.

II.3.2- Test photocatalytique

Une masse de 100 mg de catalyseur est dispersée dans 100 ml d'une solution de méthylorange d'une concentration initiale de 10 mg/L. Avant l'irradiation, la suspension est agitée pendant 30 min pour atteindre l'équilibre adsorption-désorption entre le MO et le catalyseur. Maintenus sous agitation, la suspension irradiée avec une lampe UV d'une puissance de 125 W placée à une distance de 17 cm de hauteur. Un volume de 2 ml de la suspension est prélevé chaque 10 min et centrifugés pour séparer le photocatalyseur. Le surnageant est ensuite analysé par la spectrophotométrie UV-visible. Cette analyse nous permet de suivre la diminution de l'intensité du pic d'absorption de méthylorange ($\lambda = 465$ nm) en fonction du temps d'irradiation.

II.3.3 -Calcul de taux de dégradation

L'évolution de l'efficacité de dégradation est réalisée par la détermination du taux de dégradation, notée R (%), qui est calculé à l'aide de la formule suivante :

$$R(\%) = \frac{A_0 - A_t}{A_0} \times 100$$

II.3.4 -Cinétique de dégradation

La cinétique de la dégradation de méthyle orange est déterminée à partir des valeurs d'absorbance trouvées. La détermination de la constante de vitesse "k" permet de donner un ordre de grandeur de la vitesse.

• Cinétique de premier ordre

$$v = \frac{-dC}{dt} = K_{app} C^1$$

Avec :

V : Vitesse de dégradation catalytique ($\text{mg l}^{-1} \text{ min}^{-1}$).

Kapp : Constante apparente de dégradation (min^{-1}).

[C] : Concentration de méthyle orange (mg/l).

t : Temps de réaction (min).

-L'intégration de cette équation (avec $C = C_0$ à $t = 0$) conduit à l'équation suivante :

$$\ln\left(\frac{c_0}{c}\right) = k_{\text{app}} t$$

II.4 -Techniques de caractérisation

II.4.1- La microscopie électronique à balayage (MEB)

Le principe de la microscopie électronique à balayage est basé sur l'interaction électrons-matière qui résulte du bombardement de l'échantillon par un faisceau électronique très énergétique de l'ordre de 30 à 40 KeV. Cette technique est non-destructive et elle permet des observations superficielles avec une résolution de quelques nanomètres et une profondeur de champ très importante.

Dans ce travail nous avons utilisé un microscope de type Philips ESEM XL 30 à filament de tungstène couplé à un système de la microanalyse X (**Figure II-4**)



Figure II.4: Photographie de l'appareil MEB

II.4.2-La spectrophotométrie UV-Visible

La méthode spectroscopique UV-visible est basée sur l'interaction d'un rayonnement électromagnétique et de la matière dans le domaine s'étendant du proche UV au très proche IR. L'absorption des rayonnements par un atome ou plus généralement une molécule dans cette gamme de longueur d'onde provoque le passage d'un électron de niveau fondamental à un niveau excité. La spectrophotométrie, est une méthode analytique quantitative et qualitative qui consiste à mesurer l'absorbance ou la densité optique, pour des longueurs d'onde (λ) données, d'une substance chimique généralement en solution. Cette méthode d'analyse est intéressante car elle est non destructive et elle permet de travailler avec de faibles quantités de substances. La valeur de l'absorbance, notée A définit par la loi de **Beer-Lambert** est donnée par la relation suivante:

$$A = \log \frac{I_0}{I} = \varepsilon \ell c$$

A correspond à l'absorbance, ε au coefficient d'extinction molaire, c à la concentration des espèces absorbantes et l à la distance traversée par le faisceau lumineux. Le coefficient d'extinction molaire est spécifique de la substance étudiée pour une longueur d'onde donnée.

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

Avec: I_0 = intensité lumineuse du faisceau à l'entrée de la cuve et I_s son intensité à la sortie de la cuve.



Figure II-5 : Photographie de l'appareil UV-Visible.

II.4.3- Spectroscopie infrarouge

La spectroscopie IR est l'une des méthodes utilisées pour déterminer la structure des molécules organiques ou inorganiques à partir de leurs propriétés vibrationnelles. Elle permet de détecter les vibrations caractéristiques des liaisons et d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le, matériau. Lorsque la longueur d'onde apportée du faisceau lumineux est voisine de l'énergie de la molécule, cette dernière va absorber le rayonnement et on enregistre une diminution de l'intensité réfléchie ou transmise. Une absorption n'est pas dûe automatiquement à une vibration, cela dépendra aussi de la géométrie de la molécule et sa symétrie. Par conséquent, à un matériau de composition chimique et de structure donnée, va correspondre un ensemble de bandes d'absorption caractéristiques permettant d'identifier le matériau. L'appareillage utilisé dans ce travail est représenté sur la **figure II-6**.



Figure II-6 : Photographie de l'appareil infrarouge.

Chapitre III

Résultats et discussion

Dans ce chapitre, nous donnerons un récapitulatif des résultats obtenus et leurs discussion. Il est exposé en deux parties. La première partie est consacrée aux résultats de la caractérisation structurale et morphologique et la deuxième partie aux résultats des tests photocatalytiques.

III. 1- Caractérisation des catalyseurs

III.1.1- Caractérisation structurale et morphologique des photocatalyseurs

Les spectres IR ont été enregistrés en phase solide dans l'intervalle allant de 400 à 4000 cm^{-1} . Les spectres obtenus pour tous les échantillons sont représentés dans la [figure III.1](#). Le spectre IR de ZnO pur montre deux bandes d'absorption à 688 et 873 cm^{-1} , qui caractérisent la bande d'élongation de Zn-O et une bande à 470 cm^{-1} qui caractérise la bande de vibration de la même liaison [29]. La présence des bandes à 1417 et 1584 cm^{-1} est probablement due à la présence des groupements nitrate résiduels dans le matériau [30]. Dans le spectre IR de ZnO/Starch 400°C deux nouvelles bandes apparaissent, une bande à 1050 cm^{-1} correspond à la bande des groupements et C-O-C et une bande à 2982 cm^{-1} correspond à l'élongation des liaisons C-H de starch [31].

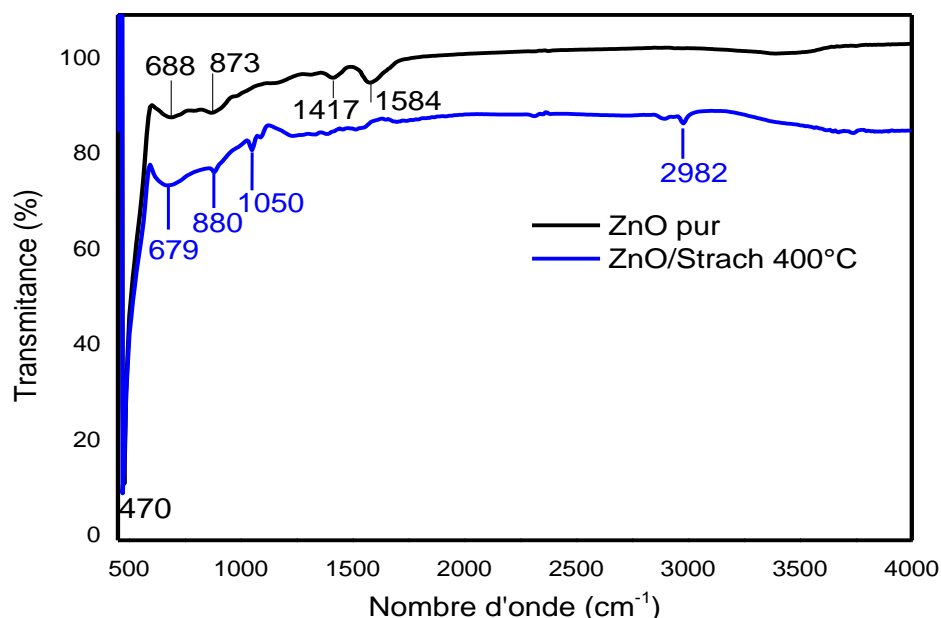


Figure III.1 : Spectre infrarouge de ZnO pur et le nanocomposite ZnO/Starch 400°C

]. On comparant les spectres IR de ZnO pur et de nanocomposite ZnO/Starch 400°C, les mêmes bandes qui caractérisent ZnO sont observées avec un faible déplacement des deux bande (880, 679 cm^{-1}). Le déplacement de ces bandes est expliqué par une interaction entre le

ZnO et l'amidon (starch). On remarque aussi l'absence des bandes qui caractérisent les nitrates dans le spectre ZnO/Strach calciné à 400°C. Ceci est dû à la décomposition des nitrates à 400°C.

La [figure III.2](#) montre les micrographies MEB des matériaux synthétisés. Ces résultats montrent des morphologies différentes. La [figure III.2a](#) montre que la morphologie de ZnO pur est sous forme de nanorode d'une structure hexagonal et les [figures III.2b](#) et [III.2c](#) montrent une morphologie sous forme de nanoparticules sphériques pour le nanocomposite ZnO/Starch.

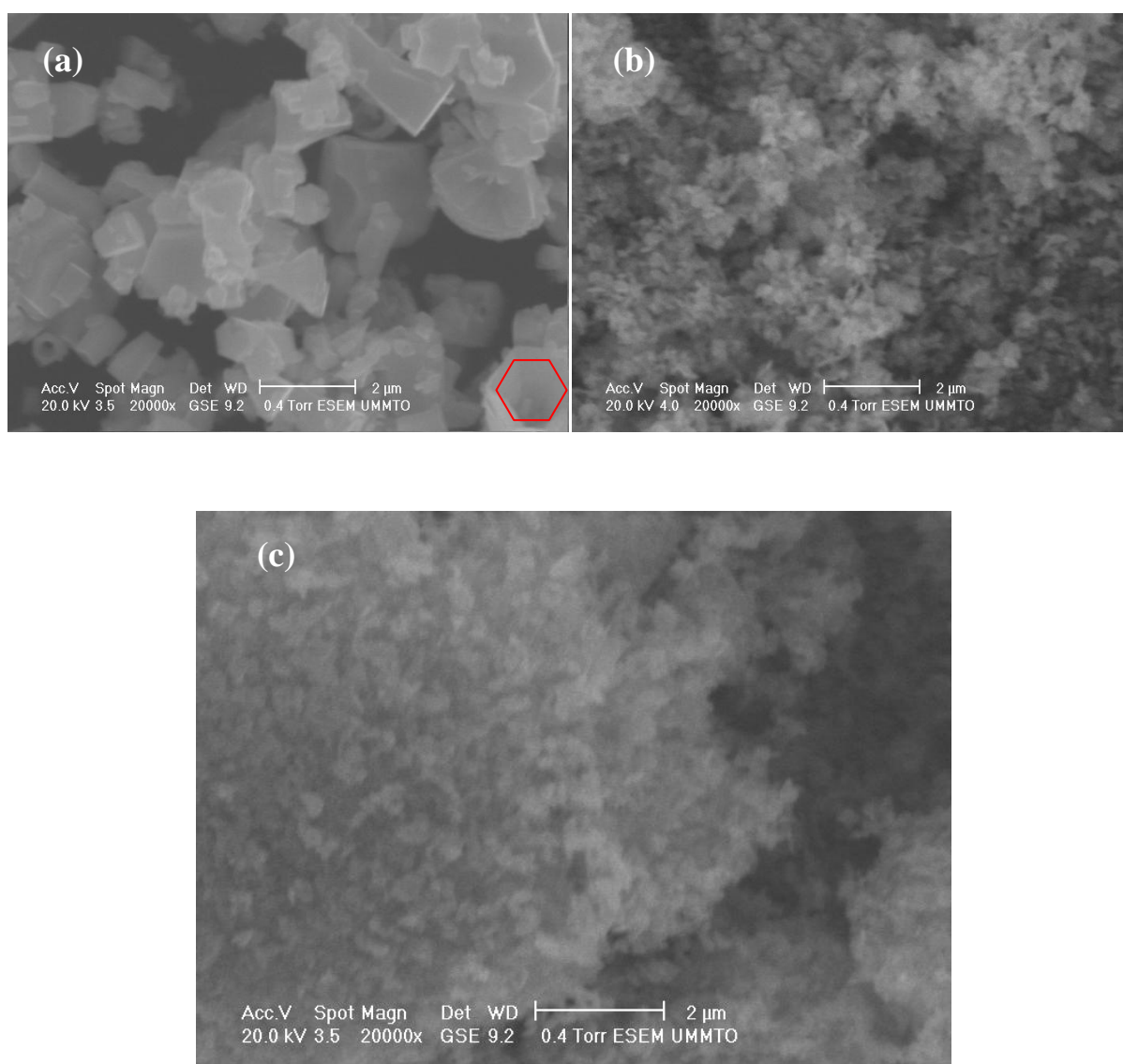


Figure III.2: Images MEB de (a) ZnO Pur, (b) ZnO starch 200°C et (c) ZnO starch 400°

III.1.2- Caractérisation optique des photocatalyseurs

Les propriétés optiques des photocatalyseurs préparés ont été déterminées par l'analyse UV-Visible, les spectres sont obtenus dans une gamme de longueur d'onde allant de 200 à 800 nm et les résultats obtenus sont représentés sur la [figure III.3](#). Dans le spectre UV-Vis de ZnO pur, une absorption est observée à 378 nm. Cette absorption est une caractéristique fondamentale de cet oxyde qui correspond à l'énergie du gap de ZnO dans le cas des transitions électroniques de la bande de valence (BV) vers la bande de conduction (BC)[32]. La même bande a été observée pour le nanocomposite ZnO starch 200°C. Pour le nanocomposite ZnO/Starch 400°C, on remarque un léger déplacement de cette bande vers les faibles longueurs d'onde (376 nm), qui est généralement dû à la diminution de la taille des nanoparticules [33], une bande d'absorption à 290 nm attribuée à la transition $\pi-\pi^*$ de la double liaison C=C. Ces deux bandes indiquent la présence de ZnO et le carbone dans le nanocomposite ZnO/Starch 400°C. Le spectre d'absorption de ZnO/Starch 400°C présente également une forte absorption dans le visible.

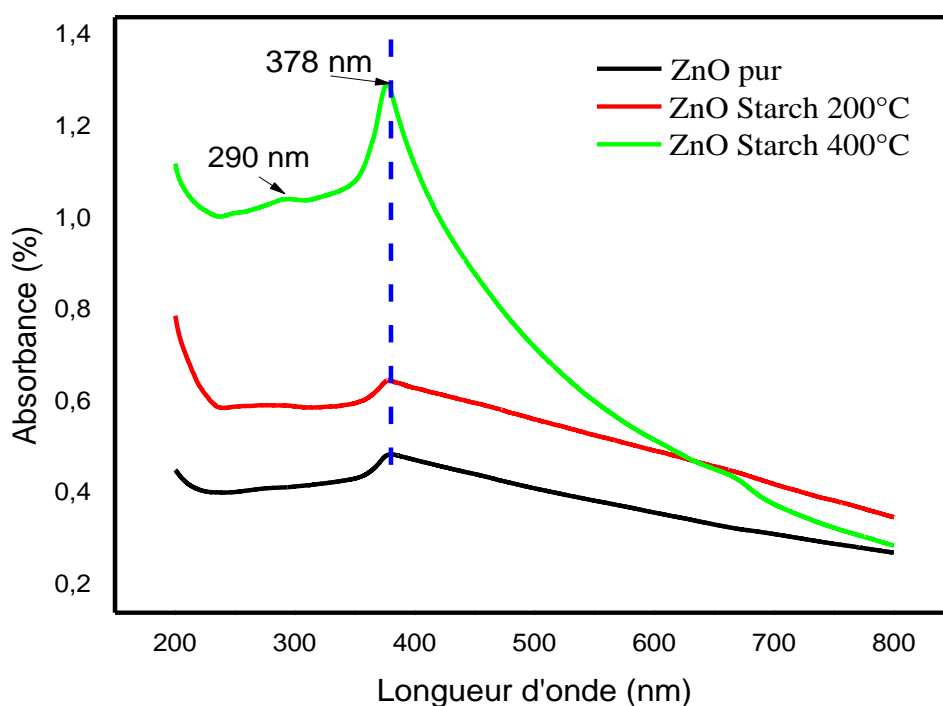


Figure III. 3: Spectres d'absorption UV-Visible de ZnO pur, ZnO/Starch 200°C et ZnO /Starch 400°C.

III.2- Résultats des tests photocatalytiques

L'activité photocatalytique des nanomatériaux obtenus vis-à-vis des molécules organiques a été évaluée en utilisant le MO comme molécules polluant modèle. La réaction de la photodégradation a été effectuée dans une cellule en verre sous la lumière UV. La source de la lumière est une lampe UV ($\lambda = 365$ nm). Le résultat de la décoloration du MO en présence de nanocomposite ZnO/Starch 400°C et la lumière UV est représenté sur la [figure III.4](#). La solution de MO devient incolore après 90 min d'irradiation. Ce qui indique la dégradation de totale ce polluant. Cette dégradation est confirmée par l'analyse UV-Visible.

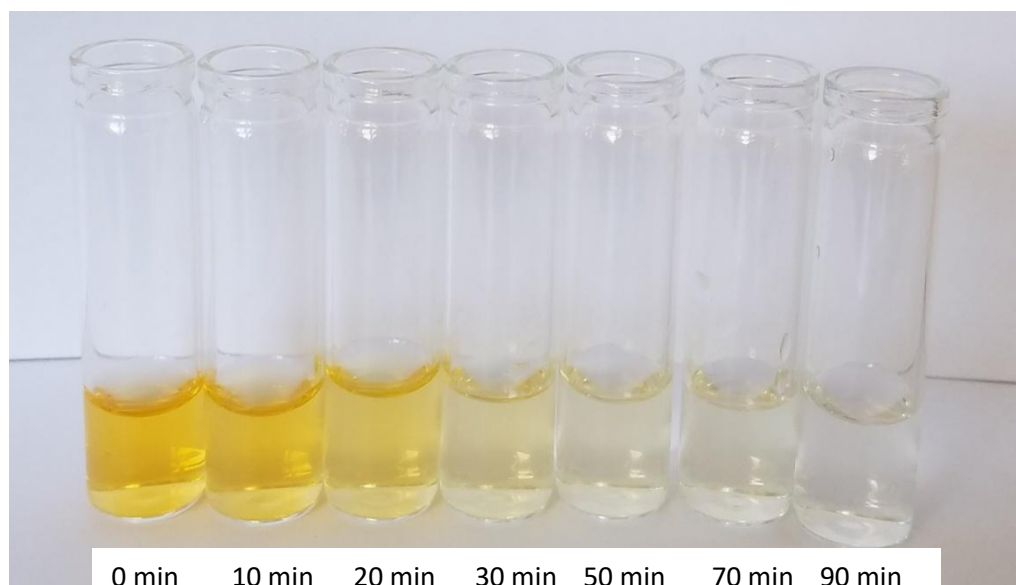


Figure III.4 : Décoloration du MO en fonction du temps d'irradiation par la lumière UV en présence de ZnO Starch.

La [figure III.5](#) montre l'évolution de spectre d'absorption UV-Visible de MO en fonction du temps d'irradiation avec la lumière UV en absence et en présence de photocatalyseur ZnO/Starch 400°C. On remarque sur la [figure III.5.a](#) que l'intensité de pic d'absorption caractéristique de méthyle orange (456 nm) diminue légèrement avec le temps d'irradiation, ce qui indique que la lumière UV seule ne dégrade pas cette molécule. Il s'agit de la photolyse qui a une cinétique très lente. Par contre sur la [figure III.5.b](#), on remarque que l'intensité de la bande d'absorption à 456 nm diminue avec le temps d'irradiation. Cette bande disparaît après 90 min d'irradiation et aucune nouvelle bande n'apparaît, ce qui indique la

décomposition totale de la structure de MO en présence de catalyseur de ZnO/starch 400°C [34].

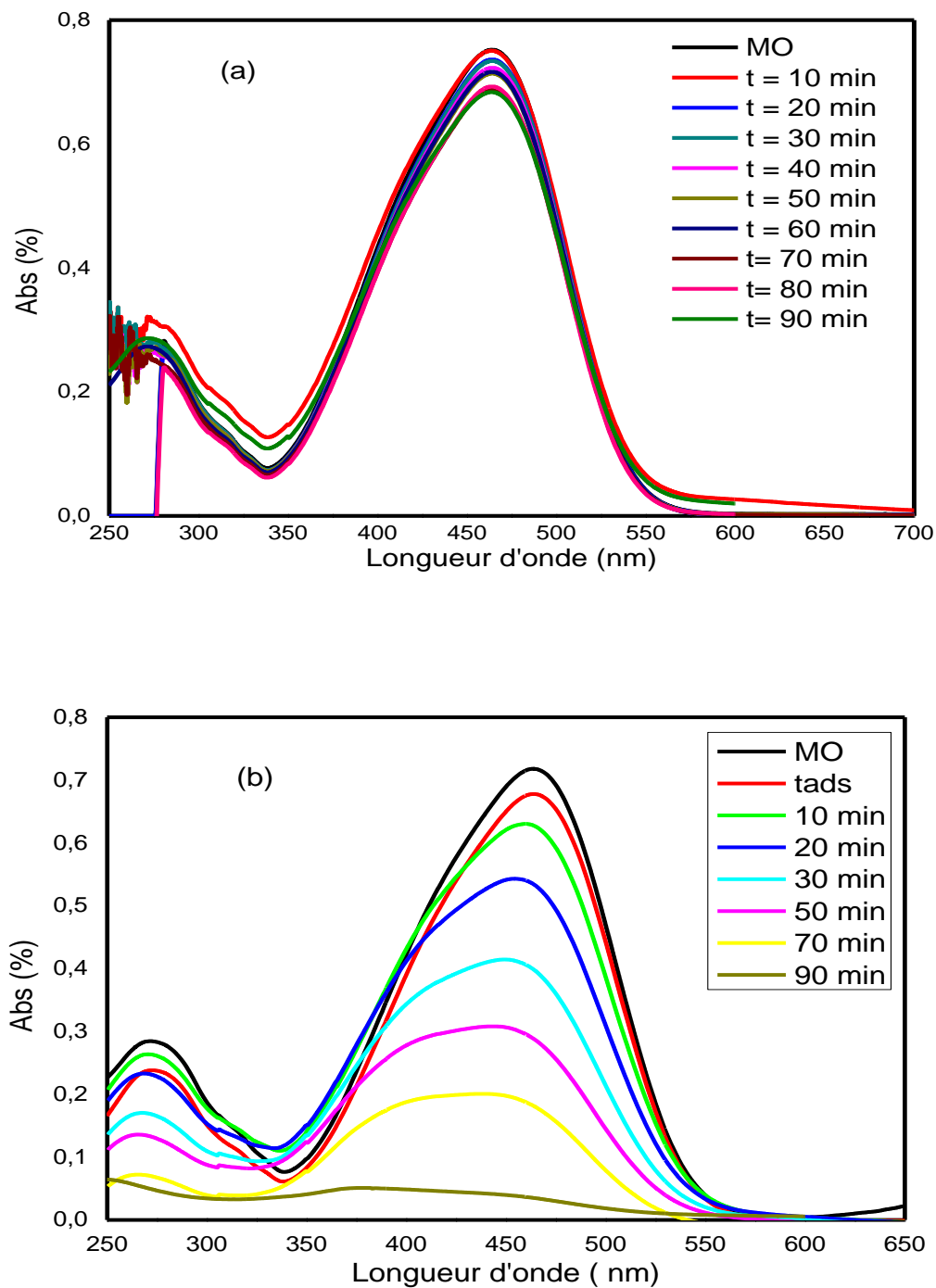


Figure III.5: Evolution des spectres d'absorption UV-Vis de MO en fonction du temps d'irradiation UV ($\lambda = 365$ nm), (a) en absence du photocatalyseur (b) en présence du catalyseur ZnO Starch 400°C

La figure III.6 montre l'activité photocatalytique de ZnO pur, ZnO/starch 200°C et ZnO /Starch 400°C, sous l'irradiation UV. En absence du photocatalyseur (test à blanc), uniquement 9 % de MO a été dégradé après 90 min d'irradiation. Le pourcentage de dégradation atteint 21,62 %, 78.8 % et 96.6 % pour ZnO pur, ZnO/starch 200°C et ZnO/starch 400°C, respectivement pour le même temps d'irradiation.

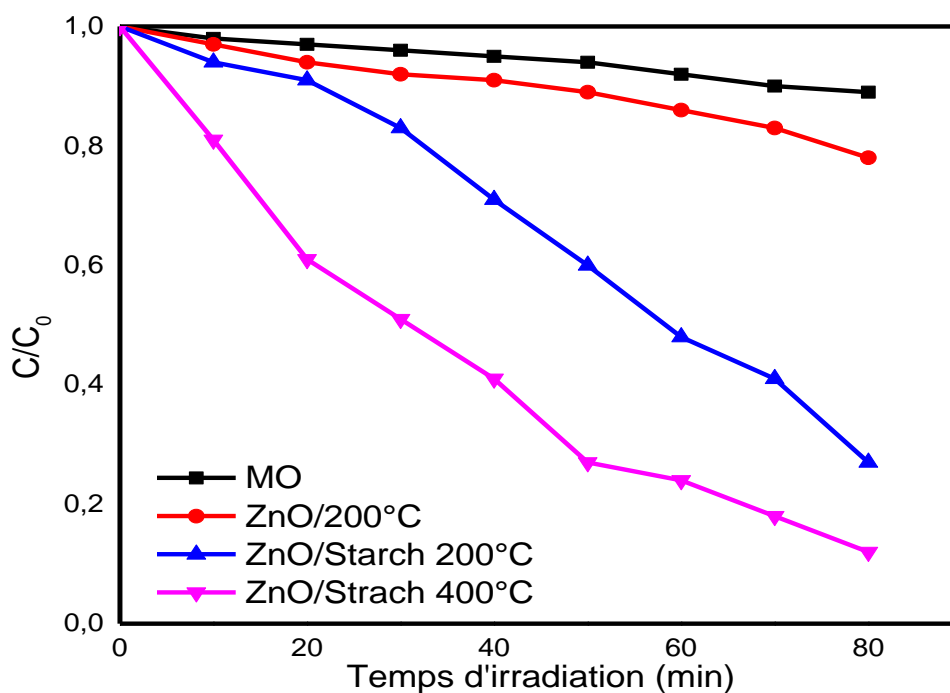


Figure III.6 : Dégradation de MO en fonction du temps d'irradiation UV ($\lambda = 365 \text{ nm}$), en absence du photocatalyseur et en présence de ZnO pur, ZnO starch 200°C et ZnO /Starch 400°C

III.3 Cinétique de dégradation

En photocatalyse, la réaction de dégradation est du premier ordre [35]. La concentration de MO est liée au temps (t) d'irradiation selon la relation :

$$\ln \frac{C_0}{C} = k_{app} t \quad (6)$$

Où : k_{app} est la constante de vitesse apparente (min^{-1}).

Les valeurs de la constante k_{app} pour les différents photocatalyseurs sont déterminées à partir du tracé $\ln (C_0/C)$ en fonction du temps (Figure III.12). Les valeurs des constantes de vitesse apparentes obtenues et les valeurs des coefficients de corrélation correspondants sont

donnés dans le [tableau III.1](#). Ces résultats indiquent que la constante de vitesse de la réaction de dégradation de MO en présence de nanocomposite ZnO/starch 400°C est 1.29, 1.5 et fois plus grande que celle de, ZnO/starch 200°C et ZnO pur respectivement.

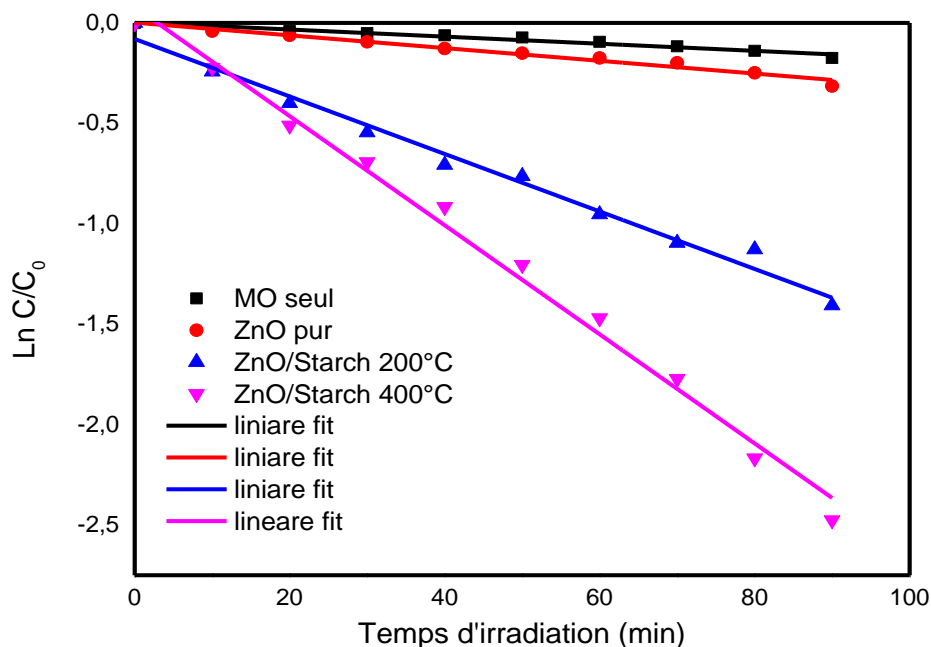


Figure III.13 : Représentation semi-logarithmique de la cinétique de dégradation de MO seul et en présence de ZnO pur, ZnO /Starch 200°C et ZnO/Starch 400°C.

Tableau III.1 : Constantes de vitesse de dégradation de MO en absence et en présence des différents Photocatalyseurs

	MO seul	ZnO pur	ZnO /Starch 200°C	ZnO /Strach 400°C
La constante de vitesse (min^{-1})	$1,75 \cdot 10^{-3}$	$5,23 \cdot 10^{-2}$	$6,05 \cdot 10^{-2}$	$7,76 \cdot 10^{-2}$
Coefficient de corrélation	0,985	0,988	0,990	0,977

III.4- Le mécanisme de la photodégradation du MO par ZnO/Starch 400°C

Pour comprendre le mécanisme de la dégradation de MO par le nanocomposite ZnO/starch nous avons réalisé des testes photocatalytique en présence des accepteurs des radicaux libres, des lacunes électroniques et des électrons photogénérés. Pour cela, nous avons ajouté le propanol-2 pour piéger les radicaux hydroxyles OH^\bullet [36], l'oxalate d'ammonium pour piéger les lacunes électroniques [37] et le dichromate de potassium pour piéger les électrons photogénérés [38]. Les résultats obtenus sont représentés sur la [figure III.8](#). A partir de cette figure nous constatons une diminution de pourcentage de dégradation en présence des accepteurs des espèces actives ([Tableaux III.2](#)). Une importante diminution est observée en présence de propanol-2, ce qui indique que les radicaux hydroxyles (OH^\bullet) sont les espèces actives majeurs dans le processus de la photodégradation de MO par le nanocomposite.

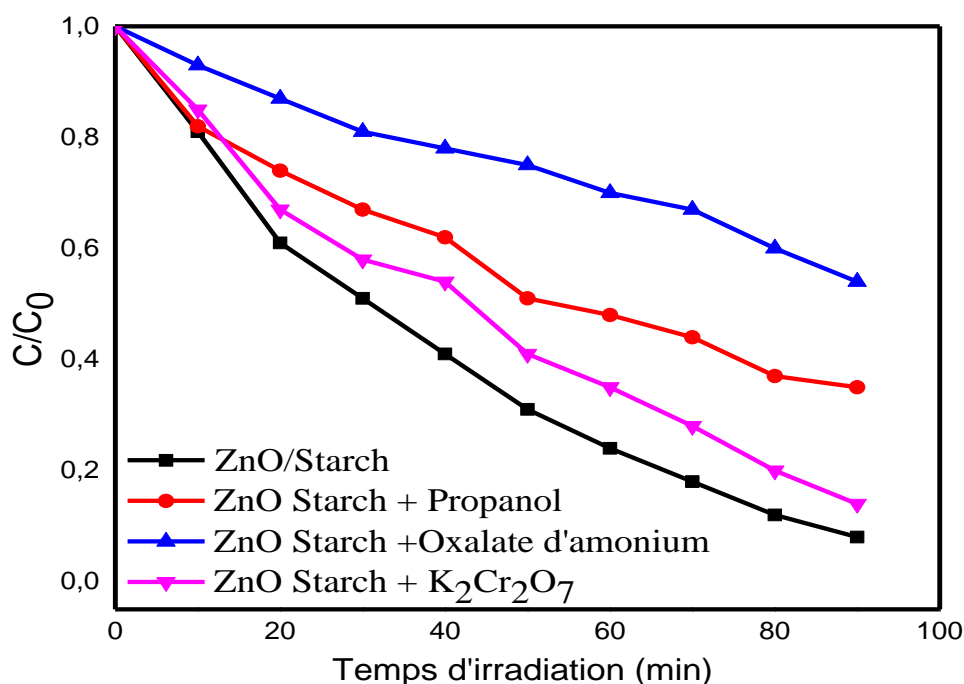


Figure III.8: Dégradation de MO en fonction du temps d'irradiation UV ($\lambda = 365 \text{ nm}$) par ZnO /Starch 400°C, en présence des accepteurs des radicaux hydroxyle, lacune électronique et les électrons photogénérés.

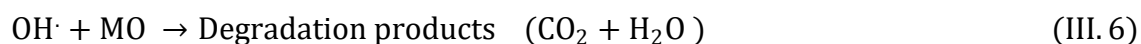
Tableau III.1 : Pourcentage de dégradation de MO en présence des différents scavenger

	ZnO/Starch	ZnO/Starch + propanol-2	ZnO /Starch + Oxalate d'ammonium	ZnO /Strach + K ₂ Cr ₂ O ₇
Pourcentage de dégradation (%)	96,6	39,18	62.16	79.72

Le mécanisme de la photodégradation de MO est expliqué donc comme suit:

Lorsque le nanocomposite est irradié avec la lumière UV, les électrons (e^-) dans la bande de valence (VB) de ZnO sont excités vers la bande de conduction (CB), créant de ce fait des trous (h^+) dans la bande de valence (VB). Les électrons photogénérés sont transférés de la bande de conduction de ZnO aux nanomatériaux de carbone.

Les électrons accumulés sur la surface des CQDs réagissent avec les molécules d'oxygène (O_2) présentées sur la surface de ce nanocomposite pour former le radical ($\cdot O_2^-$) et par conséquent, la formation du radical OH^\cdot . Les trous photogénérés dans la bande de valence réagissent avec les molécules d'eau ou avec les groupements hydroxydes (OH^-) pour former des agents oxydant forts, les radicaux hydroxyles OH^\cdot . Les radicaux OH^\cdot sont responsable de la dégradation de la majorité des molécules organiques [39]. Les réactions chimiques responsables de formations des radicaux libres sont données comme suit :



III.5 Régénération de photocatalyseur

La régénération de catalyseur est un facteur important qui influe directement sur le coût d'un processus. Pour évaluer sa stabilité, le nanocomposite ZnO/starch 400°C a été utilisé pour plusieurs cycles de dégradation. Une masse de 50 mg de ZnO/Starch 400°C est dispersée dans 50 ml d'une solution de MO. Le mélange est irradié avec la lumière UV pendant 90 min. le catalyseur est récupéré par centrifugation (premier cycle de la dégradation). La même procédure a été effectuée pour les autres cycles. Les résultats obtenus sont représentés sur la [figure III.9](#). Ces résultats montrent que le pourcentage de dégradation atteint 95 % après le quatrième cycle indiquant une photostabilité et une reproductibilité du photocatalyseur ZnO/Starch

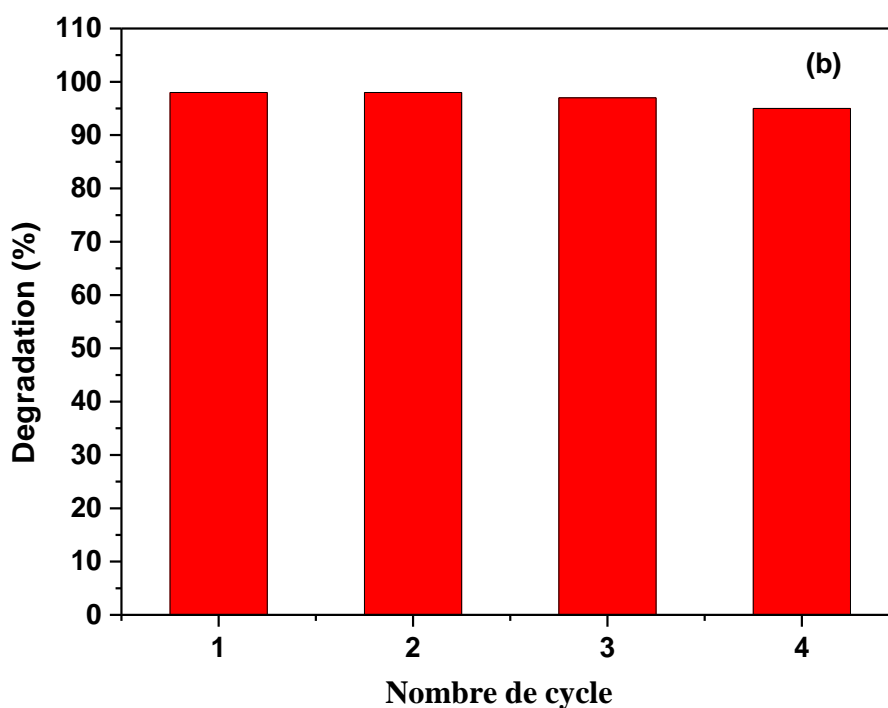


Figure III. 9: Cycles de la photodégradation de MO en présence de 50 mg de ZnO/Starch400°C sous la lumière UV. [MO] = 10 mg/l.

Conclusion Générale

L'objectif de ce travail est la synthèse d'un nanocomposite ZnO /carbone par la méthode micro-ondes et son application comme photocatalyseur pour la dépollution des eaux.

Les photocatalyseurs obtenus sont caractérisés par différentes méthode de caractérisation à savoir, la spectroscopie infrarouge (IR) et la microscopie électroniques à balayage (MEB). Les propriétés optiques des différents échantillons sont déterminées par la spectroscopie UV- Visible.

La caractérisation par la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier a confirmé la formation de nanocomposite ZnO/Carbone par l'interaction entre le ZnO et l'amidon (starch).

Les résultats de la caractérisation morphologique montre que la morphologie de ZnO est affectée par la présence de starch.

L'analyse par la spectroscopie UV-Visible montre que le nanocomposite absorbe dans le domaine de l'UV et le visible.

Les résultats des tests photocatalytiques ont indiqué que le nanocomposite ZnO/starch 400°C présente une meilleure activité photocatalytique par rapport à ZnO pur. La présence des nanoparticules de carbone a amélioré la performance photocatalytique de ZnO.

L'étude de mécanisme de la photodégradation de MO par le nanocomposite ZnO/Starch 400°C à suggéré que le radicaux hydroxyle OH^\bullet est l'espèce la plus active dans le processus photocatalytique.

Au terme de ce mémoire quelques perspectives sont envisageables:

- Compléter la caractérisation de matériau hybride ZnO/Strach pour confirmer sa formation.
- Confirmer la minéralisation complète de méthyle orange par la chromatographie en phase liquide et la détermination de DCO à la fin de la réaction photocatalytique..

Références bibliographiques

- [1] Y.Zong, Z.Li, X.Wang , J.Ma and Y.Men 2014 Ceram. Int. 40 10375
- [2] O. Mekasuwandumrong, P.Pawinrat, P. Prasertthdam and J.Panpranot 2010 Chem. Eng. J. 164 77
- [3] W. Cao , L. Chen and Z.Qi 2015 J. Mol. Catal. A: Chem. 401 81
- [4] M. Jiassi, H.Chorfi, M. Sadoun and B. Bessais 2013 Super. Micros. 62 192
- [5] N-K.Divya and P-P. Pradyumnan 2017 Bull. Mater. Sci. 40 1405
- [6] L.Jiang and L. Gao 2005 Mater. Chem. Phys. 91 313
- [7] U Ozgur, Y. Alivov, C Liu, A Teke, M. Reshchikov, S Dogan, V Avrutin, S. Cho et H Morkoc, Journal of Applied Physics 98.4 (août 2005), p. 041301 (cf. p. 15, 22–23, 26, 181, 204).
- [8] H. Morkoç et Ü. Özgür.. Wiley-VCH, mar. 2009 (cf. p. 23, 155).
- [9] H. JieJin , S.Min-Jong, P. Choon-Bae , Physica B 404 ,1097–1101 , 2009.
- [10] C. CHEVALIER-CESAR, Elaboration et caractérisation d'un réseau de nanofils de ZnO hydrothermale et son application à la détection, Thèse de doctorat, Université Paris-Est (2013).
- [11] A. Taabouche, Contribution à l'étude structurale et microstructurale de films ZnO obtenus par ablation laser, thèse de magister, Université Mentouri Constantine (2010).
- [12] J.-M Hermann,. Topics in catalysis, 34 (2005) 49 - 65.
- [13] H . Shokry Hassan, A-B.Kashout, I.Morsi and A-A-A.Nasser, journal of basic and applied sciences 3 (2014) 216-221.
- [14] D-F. Ollis, Journal of Physical Chemistry B: 109 (2005) 2439-2444.
- [15] R. Andreozzi, V.Caprio, A.Insol and R. Marotta, Catalysis Today, 53 (1999) 51-59.
- [16] P. K. Labhane, V. R. Huse, L. B. Patle, A. L. Chaudhari, G. H. Sonawane, , Journal of Materials Science and Chemical Engineering 3 (2015) 39-51.
- [17] Y.Main Liu, Y.BenXia, L.Jun Wang, Q.Feng Su and W.Min Shi, journal of cristal growth 300 (2007) 353 – 357.

Références bibliographiques

- [18] Y.Zhen Zheng, J.Xing Zhao, S-Q. Bi, X. Tao, M. Huang, J-F. Chena, Dual interfacial modifications of hierarchically structured iodine-doped ZnO photoanodes for high-efficiency dye-sensitized solar cells
- [19] H.W. Kang, J. Leem, S.Y. Yoon and H.J. Sung, *Nanoscale*, 6 (2014) 2840-2846.
- [20] S. Baruah, M. Jaisai, R. Imani, M.M. Nazhdans J. Dutta, , *Sci. Technol. Adv. Mater*, 11 (2010) 055002.
- [21] J.Peral, X. Domenech, D-F. Ollis. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 70(1997) 117-140.
- [22] N.Van Hieu, N. Duc Khoang, D.Trug, 244-245 (2013) 209-2016.
- [23] S.GHANEM, Elaboration et caractérisation des matériaux en couches minces d'oxydes de zinc pour applications capteurs, Thèse de doctorat (2013)
- [24] M-R. OFFMANN, S-T. MARTIN, W. CHOI, D-W.BAHNEMANN, *Chemical Reviews.*, 95(1995) 69-96.
- [25] J-M HERMANN, C. GUILLARD, A , AGUELLERO, A. TEJEDOR , L. PIEDRA, A.FERNADEZ-ALBA, *Catalysis Today*, 54 (1999) 353-367.
- [26] H.Bozetine, Q.Wang, A.Barras, M.Li, T.Hadjersi, S. Szunerits, R.Boukherroub, *colloid and interface* (2016)
- [27] X.Li, Q. Wang, Y. Zhao, W. Wu , J. Chen and H.Meng , *J. Colloid Interface Sci* (2013) 411 69.
- [28] X.Chen, Z. Wu , , Z. Gao and B.-Ce Ye, *Nanomaterials*, 7 (2017) 258.
- [29] X.Li, Q. Wang, Y. Zhao, W. Wu, J. Chen and H. Meng, *J. Colloid Interface Sci* (2013) 411 69
- [30] Yang Guo, Hongsheng Wang, Chuanglong He, Lijun Qiu, and Xuebo Cao *Langmuir* 2009, 25(8),4678–46844,
- [31] A.Khorsand.Zak, W. H. abd. Madjid, M.R. Mahmoudian, M.Daroudi, R.Yousefi *Advanced powder technology* 24 (2013) 618-624.
- [32] S.Akir, A.Hamdi1, A. Addad, Y. Coffinier, R.Boukherroub and A. Dakhlaoui Omrani, *Applied surface science* (2016)
- [33] Wu L, Cai X, Nelson K, Xing W, Xia J, Zhang R et al 2013 *Nano Res.* 6 312

Références bibliographiques

- [34] [41] Mansur A A, Mansur H S, Ramanery F P, Oliveira L C and Souza P P 2014 Appl. Catal. B: Environ. 158 269
- [35] F. Barka-Bouaifel, B. Sieber, N. Bezzi, J. Benner, P. Roussel, L. Boussekey, S. Szunerits and R. Boukherroub, J. Mater. Chem, 21 (2011) 10982–10989.
- [36] Liu, D.D.; Liu, Y.M.; Wu, Z.S.; Tian, F.; Ye, B.C.; Chen, X.Q. J. Taiwan Inst. Chem. E 2016, 68, 506–51
- [37] Chen, X.Q.; Wu, Z.S.; Liu, D.D.; Gao, Z.Z. Nanoscale Res. Lett. 2017, 12, 143
- [38] Zhang, Y.H.; Chen, Z.; Liu, S.Q.; Xu, Y.J. Appl. Catal. B Environ. 2013, 140, 598–607
- [39] Mohammadzadeh S, Olya M E, Arabi A M, Shariati A and Khosravini M R 2015 J. Environ. Sci. 35 194

Résumé

Un nanocomposite ZnO/Carbone est synthétisé par la méthode micro-ondes. L'amidon (starch) à été utilisé comme source de carbone. Le photocatalyseur obtenu est caractérisé par différentes technique comme, la spectroscopie infrarouge (IR) et la microscopie électronique à balayage (MEB). Les propriétés optiques de ce nanocomposites sont examinées par la spectroscopie UV-Visible. L'activité photocatalytique de nanocomposite ZnO/Carbone à été évaluée par la dégradation du méthylorange (MO) sous la lumière UV. Les résultats montrent une dégradation de 95,6% de MO au bout de 90 min d'irradiation. Un mécanisme de dégradation est proposé à la fin de ce travail pour expliquer le processus de la photodégradation de MO par le nanocomposite ZnO/Carbone.

Abstract

A photocatalyst based on a ZnO/carbone nanocomposite was synthesized by a microwave method. The starch were used comme source de carbone. The as-prepared photocatalyst was characterized by different techniques such as, scanning electron microscopy (SEM), Fourier transform infrared spectroscopy,. The optical properties of the nanocomposites were examined using UV–Visible spectrophotometer. The photocatalytic activity of ZnO/Carbone was evaluated by degradation of methyorange (MO) under UV light irradiation. The binary heterostructure exhibits higher photocatalytic activity compared to pure ZnO. It was found that a degradation of 95.6% of MO was achieved within 90 min of UV light irradiation. Finally, a possible mechanism is proposed to explain the photodegradation of MO by this nanocomposite.