

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITÉ MOULOU D MAMMERI DE TIZI-OUZOU
FACULTÉ DES SCIENCES
DÉPARTEMENT DE CHIMIE



DOMAINE : SCIENCES DE LA MATIÈRE

FILIÈRE : CHIMIE

SPÉCIALITÉ : CHIMIE PHYSIQUE

MÉMOIRE DE MASTER ACADÉMIQUE

THÈME

**Élaboration et caractérisation d'un matériau piézoélectrique
de structure pérovskite : application et modélisation**

Présenté par : **KHAMES seliouna**

Mémoire soutenu

*publiquement, le **01/07/2025** devant le jury composé de :*

Nom et Prénom	Grade	Affiliation	Qualité
OUGHANEM MHAND	MCB	<i>UMMTO</i>	<i>Président</i>
ALI OUMESSAAD	MCB	<i>UMMTO</i>	<i>Examinatrice</i>
SAIDI MALIKA	MCB	<i>UMMTO</i>	<i>Encadrante</i>
FERRAG FATIHA	MCA	<i>UMMTO</i>	<i>Co-encadrante</i>

Remerciements

Remerciements

Avant toute chose, je rends grâce à Dieu, le Tout-Puissant, pour m'avoir accordé la santé, la patience et la force nécessaires à la réalisation de ce mémoire.

Je tiens à exprimer ma sincère gratitude à Madame Saïdi Malika, encadrante de ce travail, pour sa disponibilité, sa confiance et ses orientations tout au long de cette étude.

Mes remerciements les plus profonds vont à Madame Ferrag Fatîha, co-encadrante, dont l'aide a été essentielle tout au long de ce travail. Sa présence constante, ses conseils scientifiques, son implication et son accompagnement technique ont été d'un grand soutien et ont largement contribué à la réussite de ce mémoire.

Je remercie également tous les membres du Laboratoire de Chimie Appliquée et Génie Chimique (LCAGC) ainsi que du Laboratoire de Chimie de l'Environnement pour leur accueil, leur assistance et les moyens mis à ma disposition.

Un grand merci aux professeurs de discussion Monsieur Oughanem Mhand et Madame Ali Oumessaad qui ont consacré le temps pour examiner mon travail.

Remerciements

Mes remerciements s'adressent aussi à mes enseignants, mes collègues, mes amis, et à toute personne qui m'a apporté son aide, ses encouragements ou son soutien moral.

À toutes celles et ceux qui ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce travail, je vous adresse mes plus sincères remerciements.

Dédicaces

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail :

À ma mère ma source de bonheur, pour son amour , sa patience et ses prières.

À mon père.

À mon frère Amayes.

À mes grands-parents maternels.

À mes tantes et oncles.

Aux petits anges Mastan et Délina.

À Lyes, pour son aide précieuse et ses encouragements tout au long de ce travail.

Et à tous mes amies.

Liste des tableaux

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Récapitulatif du colorant Golden Yellow GL 200% (Basique Yellow 28)

Tableau I.2 : Exemples des méthodes classiques de traitement des aux colorés par le colorant Golden Yellow 200 %

Tableau I.3 : Les différents procédés d'oxydation avancés

Tableau I.4 : Quelques applications des piézoélectriques dans la piézocatalyse

Tableau II.1: Réactifs utilisés dans les différentes expériences

Tableau II.2 : Matériels utilisés dans les différentes expériences

Tableau II.3 : Fiche technique du colorant GY

Tableau II.4 : Variables et les niveaux de matrice du plan de Box-Behnken

Tableau II.5 : Matrice d'expériences de plan Box-Behnken

Tableau III.1 : Informations sur les deux phases obtenus lors de l'analyse DRX

Tableau III.2 : La matrice d'expériences de plan Box-Behnken

Tableau III.3 : Récapitulatif des effets significatifs sur Y2

Liste des figures

Liste des figures

Figure I.1 : Représentation de la structure chimique du colorant Golden Yellow GL 200 % (Basic Yellow 28)

Figure I.2 : Effet piézoélectrique direct et inverse.

Figure I.3 : Microstructure typique d'une surface céramique.

Figure I.4 : Structure du PVDF.

Figure I.5: Schéma de la réaction catalytique.

Figure I.6 : Représentation tridimensionnel d'octaèdre

Figure I.7: Structure cristalline du NBT

Figure I.8 : Schéma de transition de phase de NBT

Figure I.9 : Dispositif expérimental de la méthode hydrothermal

Figure I.10 : Étapes de synthèse sol-gel

Figure I.11 : Plan de box-behnen à 3 facteurs.

Figure II.1 : Organigramme de préparation de poudre NBT par voie solide

Figure II.2 : Protocole de préparation du catalyseur NBT

Figure II.3 : Diffractomètre des rayon X (Plateau technique USTHB)

Figure II.4 : Spectromètre Infra-Rouge (Laboratoire LCAGC)

Figure II.5 : Le protocole expérimentale de la piézocatalyse .

Figure III.1 : Diffractogramme des rayons X de poudre NBT

Figure III.2 : Spectres FTIR de catalyseur NBT

Figure III.3 : Détermination du pH_{pzc} du catalyseur NBT

Figure III.4. :Évolution de l'absorbance du colorant GY en fonction du temps .

Figure III.5 : Spectres FTIR du colorant GY

Figure III.6 : Évolution de l'absorbance du colorant GY en présence de catalyseur NBT sous lumière ambiante

Figure III.7 :Évolution de l'absorbance du colorant GY en présence de catalyseur NBT sous irradiations solaires

Figure III.8 : Effet du pH sur la dégradation du colorant GY

Figure III.9 : Effet du concentration de catalyseur sur la dégradation du colorant GY

Liste des figures

Figure III.10 : Effet du concentration de catalyseur sur le phénomène dégradation

Figure III.11 : Le taux d'élimination du colorant GY dans les conditions optimales

Figure III.12 : Histogramme des effets principaux des facteurs

Figure III.13 : Profils de prévision de la réponse Y2 en fonction de X1, X2 et X3

Figure III.14 : Effet du pH (X1) et de la concentration du polluant (X2) à concentration du catalyseur constante (X3 = 0, soit 0,55 g/L)

Figure III.15 : Effet du pH (X1) et de la concentration du catalyseur (X3) à concentration du polluant constante (X2 = 0, soit 10 mg/L)

Figure III.16 : Effet de la concentration du polluant (X2) et du catalyseur (X3) à pH constant (X1 = 0, soit pH = 6)

Liste des abréviations

POA : Procédés d'Oxydation Avancée

PBB : Box-Behnken (plan d'expérience)

BET : Brunauer–Emmett–Teller (méthode d'analyse de surface spécifique)

Ct/C₀ : Rapport des concentrations à un temps t et à l'instant initial

DRX : Diffraction des Rayons X

FTIR : Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier

GY : Golden Yellow

NBT : Na_{0.5}Bi_{0.5}TiO₃ (matériau piézocatalytique)

pH : Potentiel Hydrogène

pH_{pzc} : Le point de charge nulle

R² : Coefficient de Détermination

UV-Vis : Spectroscopie Ultraviolet-Visible

λ max : Longueur d'onde maximale d'absorption

ANOVA : Analyse de la Variance

min : Minute(s)

°C : Degré Celsius

mg : Milligramme

mg/L : Milligramme par litre (unité de concentration)

m²/g : Mètre carré par gramme (unité de surface spécifique)

% : Pourcentage

UMMTO : Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou

LCAGC : Laboratoire de Chimie Appliquée et Génie Chimique

Table des matières

Liste des tableaux.....	i
Liste des figures.....	ii
Liste des abréviations.....	iv
Introduction générale.....	1
Chapitre I : Généralités	
I.1.Introduction.....	2
I.2. Pollution des eaux par les colorants.....	2
I.2.1. Classification des Colorants.....	2
I.2.1.1. Classification Chimique.....	2
I.2.1.2. Classification Tinctoriale des Colorants.....	3
I.2.3. Caractéristiques environnementales des colorants.....	3
I.2.4. Impact environnemental des colorants.....	3
I.2.5. Le colorant basique Golden Yellw 200%.....	4
I.3. Méthodes de traitement des eaux usées.....	5
I.3.1. Traitement physique.....	5
I.3.2. Traitement chimique.....	5
I.3.3. Traitement biologique.....	5
I.4. Procédés d'oxydation avancés (POA).....	8
I.4.1. Procédé Photo-Fenton.....	8
I.4.2. Photolyse UV.....	9
I.4.3. Ozonation avancée.....	9
I.4.4. Photocatalyse.....	9
I.4.5. Piézocatalyse.....	9
I.5. Piézoélectricité.....	10
I.6. Matériaux piézoélectriques.....	10
I.6.1. Céramiques.....	10
I.6.2. Polymères.....	11
I.6.3. Cristaux.....	11
I.6.4. Composites.....	11
I.7. Piézocatalyse.....	12
I.8. Pyroélectricité.....	13
I.9. Ferroélectricité.....	13
I.10. Matériaux piézoélectriques sans plomb de type ABO ₃	13
I.10.1. Structure pérovskite.....	13
I.10.2. Matériaux piézoélectriques à structure pérovskite.....	14
I.11. Application des piézoélectriques de structure pérovskite dans la piézocatalyse.....	15
I.12. Méthodes d'élaboration des composés piézoélectriques.....	15
I.12.1. Synthèse par voie solide.....	16
I.12.2. Synthèse par voie liquide (chimique).....	16
I.13. Plans de Box-Behnken.....	17
Chapitre II : Méthodes et matériel	
I.14.Conclusion.....	18
II.1. Introduction.....	19

Table des matières

II.2. Matériels et produits utilisés	19
Produits utilisés	19
Materiel utilisés	20
II.3. Synthèse de catalyseur NBT par voie solide	20
II.4. Caractérisation de la poudre NBT	22
II.4.1. Diffraction des rayon X (DRX)	22
II.4.2. Spectroscopie Infra-Rouge IR	22
II.4.3. Point de charge nul pH _{zpc}	23
II.4.4. Analyse de la surface spécifique de la poudre NBT par la méthode BET	23
II.4.5. Test d'adsorption	24
II.4.6. Détermination de l'acidité ou basicité du catalyseur NBT	25
II.5. Étude du colorant GY	25
II.5.1. Propriétés physico-chimiques du colorant GY	25
II.5.2. Balayage spectral du colorant Golden Yellow	25
II.5.3 Courbe d'étalonnage	26
II.6.1. Test photocatalytique en condition de lumière ambiante	27
II.6.2. Étude de l'efficacité photocatalytique sous irradiation solaire	27
II.7. Protocole de dégradation piézocatalytique	27
II.7.1. Determination de la concentration résiduelle du colorant GY	28
II.8. Étude des paramètres opératoires en piézocatalyse	28
II.9. Plan expérimental Box–Behnken	29
II.9.2. Tableau expérimental et variables codés	29
II.10. Conclusion	30
Chapitre III : Résultats et discussion	
III.1. Introduction	31
III.2. Caractérisation du catalyseur NBT	31
III.2.1. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)	31
III.2.2. Résultats d'analyse spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) du catalyseur NBT	33
III.2.3. Valeurs du pH point zéro charge de NBT	34
III.2.4. Détermination de l'acidité ou basicité du catalyseur NBT	34
III.2.5. Détermination de la surface spécifique du catalyseur NBT par l'analyse BET	35
III.2.6. Étude cinétique de l'adsorption du colorant GY sur le catalyseur NBT	35
III.3. Résultat d'analyse spectroscopie IR du colorant GY	36
III.4. Étude photocatalytique du catalyseur NBT	37
III.4.1. Effet de la lumière artificielle du laboratoire sur le colorant	37
III.4.2. Dégradation du colorant en présence de NBT sous irradiation solaire	38
III.5. Étude paramétrique en piézocatalyse	39
III.5.1. Influence du pH	39
III.5.2. Influence de la concentration en catalyseur	40
III.5.3. Influence de la concentration en colorant	40
III.6. Cinétique de dégradation du colorant textile par piézocatalyse	41
III.7. Optimisation et modélisation des conditions expérimentales par le plan Box-Behnken	42
III.7.1. Qualité du modèle	42

Table des matières

III.7.2. Modélisation mathématique	43
III.7.3. Interprétation des coefficients	43
III.7.4. Analyse de la réponse Y2 (rendement de dégradation)	44
III.7.5. Graphiques de contours iso-réponses	45
Conclusion générale	47
Références bibliographiques.....	
Annexe.....	

Introduction Générale

Introduction générale

L'industrialisation rapide, notamment dans le secteur textile, a engendré une pollution massive des ressources hydriques, caractérisée par la présence persistante de colorants synthétiques dans les effluents. Ces molécules, souvent toxiques, non biodégradables et résistantes aux procédés de traitement conventionnels, nécessitent le développement de solutions innovantes et durables.

Dans ce contexte, la piézocatalyse apparaît comme une voie prometteuse de dégradation avancée des polluants organiques. Ce procédé repose sur l'utilisation de matériaux piézoélectriques, capables de générer des charges électriques à leur surface sous l'effet de vibrations mécaniques, déclenchant ainsi des réactions d'oxydation conduisant à la minéralisation des polluants.

L'objectif principal de ce mémoire est d'évaluer l'activité piézocatalytique d'un matériau innovant : le $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$ (NBT), un catalyseur piézoélectrique sans plomb à structure pérovskite, respectueux de l'environnement.

Ce travail se structure autour de trois chapitres : le premier résume les généralités théoriques sur la pollution des eaux par les colorant textiles et les méthode de traitement en basant sur la piézocatalyse ett aussi les matériaux sans plombs de structure pérovskite .Le deuxième intitulée de méthodes et matériels parle de l'élaboration et les différentes méthodes de caractérisation de ce matériau NBT (comme IR , DRX , BET) , et dans le dernier chapitre est consacré pour les résultats des caractérisation et de l'étude paramétrique de dégradation , un plan d'expérience de box-behnken a été appliquer pour modéliser le système .

Ce travail met en évidence le potentiel réel de la piézocatalyse comme procédé de traitement des eaux usées colorées , et valorise l'utilisation de matériaux sans plomb respectueux de l'environnement dans des applications catalytique avancées .

Chapitre I
Généralités

I.1.Introduction

Ce chapitre présente les généralités sur la pollution des eaux par les colorants, de comparer les différentes méthodes de traitement existantes, en mettant un accent particulier sur la piézocatalyse et l'utilisation des compositions sans plomb de type ABO_3 comme catalyseurs innovants pour le traitement des effluents colorés.

I.2. Pollution des eaux par les colorants

Aujourd'hui, les colorants sont omniprésents dans de nombreux secteurs industriels, notamment dans la teinture textile, les tanneries, la fabrication du papier, les cosmétiques et les produits de savonnerie [01–05]. Une part significative de ces substances est libérée dans les eaux usées au cours des procédés de teinture, entraînant une pollution persistante et facilement observable. En raison de leur structure aromatique et de leur grande stabilité chimique, ces colorants résistent aux processus naturels de dégradation. Cette résistance pose de sérieux défis environnementaux et sanitaires. Leur présence dans les milieux aquatiques peut réduire la pénétration de la lumière, altérant ainsi la photosynthèse et perturbant l'équilibre des écosystèmes aquatiques [01].

Un colorant est une substance qui, une fois appliquée correctement sur un support, le colore de façon durable, soit en s'y fixant, soit en s'y dissolvant. Les substances colorantes se distinguent par leur capacité à absorber certaines longueurs d'onde de la lumière visible (entre 400 et 800 nm). Ce phénomène est lié à la présence de groupes chromophores dans leur structure moléculaire, qui absorbent sélectivement l'énergie lumineuse. La couleur perçue résulte alors de la réflexion, de la transmission ou de la diffusion de la lumière restante [06].

I.2.1. Classification des Colorants

I.2.1.1. Classification Chimique

Cette classification se base sur la nature de la structure chimique et la nature des groupements chromophores [07][08]. On distingue les sept classes suivantes:

- Les colorants azoïques, comme Acid orange 7, Acid Red 18
- Les colorants triphénylméthanes, tels que le Crystal Violet
- Les colorants xanthènes, en particulier la fluorescéine et l'éosine
- Les colorants indigoïdes, par exemple le carmin indigo

- Les colorants anthraquinoniques, notamment l' Alizarine
- Les colorants phtalocyanines, comme la phénolphthaléine
- Les colorants nitrés et nitrosés, tels que le Naphtol Yellow S

I.2.1.2. Classification Tinctoriale des Colorants

Leur classement se base sur la nature des groupements auxochromes contrairement au classement chimique qui se base sur la nature des groupements chromophores [09]. On distingue:

- Les colorants acides (Anioniques), tels que le Methyl orange et la Rhodamine B
- Les colorants basiques (Cationiques), comme le Basic Red 46
- Les colorants directs, par exemple le Naphtol Yellow S
- Les colorants réactifs
- Les colorants de cuve, notamment que l' indigo
- Les colorants azoïques insolubles
- Les colorants à mordants, en particulier l'alizarine
- Les colorants dispersés, tels que Celliton Fast Blue B

I.2.3. Caractéristiques environnementales des colorants

La plupart des colorants synthétiques présentent une forte stabilité chimique et sont difficilement biodégradables. Leur structure complexe (souvent aromatique et sulfonée) les rend persistants dans les milieux aquatiques. De plus, certains colorants sont toxiques, cancérigènes ou mutagènes [10].

I.2.4. Impact environnemental des colorants

Lorsque les eaux usées contenant des colorants sont rejetées sans traitement, elles provoquent [11] :

- Une altération de la couleur naturelle des eaux, ce qui affecte la photosynthèse aquatique
- Une augmentation de la demande chimique en oxygène (DCO)
- Une toxicité envers les organismes aquatiques
- Une bioaccumulation potentielle dans les chaînes alimentaires

I.2.5. Le colorant basique Golden Yellow 200%

Dans le cadre de cette étude, le colorant Golden Yellow GL 200 % (Figure I.1), également connu sous le nom de Basic Yellow 28, a été choisi comme polluant modèle en raison de son large usage industriel, de sa stabilité chimique et de sa persistance dans l'environnement.

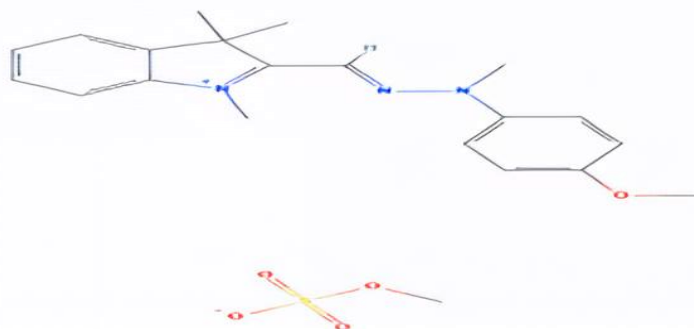


Figure I.1 : Représentation de la structure chimique du colorant Golden Yellow GL 200 % (Basic Yellow 28)

Ce colorant a été récupéré auprès de l'entreprise Fital, située à Bab Ezzouar (Alger). Fital est l'un des six complexes industriels (unités de production) opérant dans le domaine du textile, notamment la filature, le tissage et le finissage, relevant de l'Entreprise des Textiles Divers Algérie (EPE TDA). Le Tableau I.1 présente les principales caractéristiques du colorant.

Tableau I.1 : Récapitulatif du colorant Golden Yellow GL 200% (Basique Yellow 28)

Caractéristiques	Détails	Référence
Nom commerciale	Golden Yellow GL 200%	[12]
Nom CI (couleur index)	Basique Yellow 28	[13]
Formule chimique	$C_{20}H_{24}N_3O.CH_3SO_4$	[14]
Masse molaire	~433.5 g/mol	[14]
Classe chimique	Colorant basique (cationique)	[13], [15]
Classification tinctoriale	Diarylide / Azoïque	[15]
Solubilité	Soluble dans l'eau (~75 g/l)	[16]
Stabilité chimique	Stable jusqu'à 120 °C	[17]
Solidité à la lumière	Élevée (note 6-7 sur 8)	[17]
Applications principales à l'échelle mondiale	Teinture des fibres textiles (acrylique, coton), papiers , cuirs, PVC, encres	[18], [19]
Toxicité potentielle	Faible à température ambiante, mais dégradation possible à 200 °C (cancérogène probable)	[20], [21]

Impact environnemental	Persistance dans l'eau : modérément toxique pour certains organismes aquatiques ($EC_{50} = 1 - 100 \text{ mg/l}$)	[21], [22]
-------------------------------	--	------------

I.3. Méthodes de traitement des eaux usées

I.3.1. Traitement physique

Les procédés physiques reposent sur des méthodes de séparation visant à extraire les polluants présents dans l'eau. Ils permettent notamment d'éliminer les solides en suspension, les liquides non miscibles ainsi que certains polluants organiques dissous. Parmi ces techniques figurent la décantation, la sédimentation, la floculation, la filtration, la flottation, l'extraction et l'adsorption (notamment sur charbon actif ou biocharbon). Ces traitements ont l'avantage d'être basés sur des principes simples, ce qui facilite leur mise en œuvre [23].

I.3.2. Traitement chimique

Le traitement chimique implique l'ajout de réactifs afin de provoquer des réactions chimiques telles que la coagulation, l'oxydation ou la neutralisation. Ces réactions permettent de transformer les polluants dissous ou de les précipiter pour faciliter leur élimination [24].

I.3.3. Traitement biologique

Les procédés biologiques, tels que les boues activées, les lagunages ou les lits bactériens, reposent sur l'activité de microorganismes capables de dégrader les composés organiques solubles, comme les graisses, les protéines et les sucres. Ces traitements peuvent être réalisés en conditions aérobies (présence d'oxygène) ou anaérobies (absence d'oxygène). Bien qu'efficaces, ces procédés présentent certaines limites : l'activité microbienne peut être inhibée, voire détruite, en présence de fortes concentrations de polluants toxiques [25].

Tableau I.2 : Exemples des méthodes classiques de traitement des eaux colorées par le colorant Golden Yellow 200 %

Catégorie	Méthode	Principe	Exemple d'application sur le colorant	Avantages	Limites

			Golden Yellow		
Physique	Adsorption (charbon actif, zéolite, argile)	Fixation des molécules de colorant sur un matériau poreux.	Adsorption du Golden Yellow sur charbon actif pour éliminer la couleur dans les effluents de teinture.	Simple, rapide, efficace à faible concentration.	Saturation de l'adsorbant, coût de régénération.
	Filtration (sable, membrane)	Séparation physique par tamisage ou passage à travers un milieu filtrant.	Filtration sur sable après coagulation pour éliminer les particules colorées et floccs de Golden Yellow.	Facile à mettre en œuvre, économique.	Inefficace sur colorants dissous, colmatage possible.
	Décantation	Séparation par gravité des particules lourdes ou flocculées.	Décantation après coagulation-floculation pour séparer les floccs chargés de Golden Yellow.	Peu coûteuse, simple à opérer.	Nécessite prétraitement, lente.

Chimique	Coagulation-floculation	Ajout de coagulants pour agglomérer les particules et colorants.	Traitement des eaux colorées par Golden Yellow avec sulfate d'aluminium ou chlorure ferrique.	Méthode courante, rapide et simple.	Génération de boues, dépend du pH et de la dose.
	Neutralisation / Précipitation chimique	Précipitation du colorant par ajustement du pH ou ajout de réactifs basiques/acides.	Précipitation du Golden Yellow par ajustement du pH avec chaux ou soude pour réduction de la couleur.	Facile, économique.	Contrôle strict du pH, efficace sur certains types seulement.
Biologique	Boues activées	Dégradation biologique par micro-organismes aérobies dans des bassins aérés.	Dégradation partielle du Golden Yellow dans les réacteurs biologiques à boues activées des STEP textiles.	Écologique, économique à long terme.	Lente, peu efficace sur les colorants résistants et toxiques.
	Lagunes biologiques	Dégradation lente par micro-	Traitement d'effluents	Méthode naturelle, peu	Très lente, demande

(bassins naturels)	organismes dans des bassins naturels.	faiblement colorés contenant Golden Yellow dans des lagunes biologiques.	coûteuse, peu d'énergie.	beaucoup d'espace.
--------------------	---------------------------------------	--	--------------------------	--------------------

I.4. Procédés d'oxydation avancés (POA)

Les procédés d'oxydation avancée sont fondés sur la génération in situ de radicaux libres très réactifs, principalement les radicaux hydroxyles ($\bullet\text{OH}$) et superoxydes ($\text{O}_2^{\bullet-}$). Ces espèces oxydantes permettent la minéralisation partielle ou totale des composés organiques, en les transformant en molécules biodégradables ou en produits finaux comme le dioxyde de carbone et des sels minéraux [26]. Ces procédés sont particulièrement efficaces à faibles concentrations de polluants, ce qui les rend adaptés à une application en fin de chaîne, souvent en complément d'autres traitements. Il y a différents procédés d'oxydation avancée sont résumés dans le tableau I.3.

Tableau I.3 : Différents procédés d'oxydation avancés

Procédés	Principe
Photolyse	Lumière
Fenton	$\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$
Photolyse avec H_2O_2	Lumière / H_2O_2
Ozonolyse	O_3 / lumière
Photocatalyse homogène : photo Fenton	$\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$ /lumière
Photocatalyse hétérogène	Catalyseur / lumière
Oxydation anodique, électro Fenton	Procédé d'oxydation électrochimique

I.4.1. Procédé Photo-Fenton

Une combinaison de photo-irradiation et de H_2O_2 avec Fe^{2+} ou Fe^{3+} peut être appelée photo-Fenton, qui génère plus de $\text{HO}\bullet$ par rapport à la réaction de Fenton classique [27]. La décomposition directe des molécules de H_2O_2 par la lumière UV conduit à la génération de $\text{HO}\bullet$

supplémentaire . Dans le même temps, Fe^{2+} peut être régénéré pour catalyser la réaction de Fenton en raison de la photolyse réductrice de $[Fe(OH)]^{2+}$ (complexe hydroxyle de fer) et Fe^{3+} . Le photo-Fenton solaire a été développé en utilisant la lumière solaire gratuite et renouvelable comme source d'irradiation dans le procédé photo-Fenton pour le traitement des effluents textiles. C'est une méthode économique et écologique [28].

I.4.2. Photolyse UV

La photolyse par rayonnement ultraviolet repose sur l'absorption directe de la lumière UV par les molécules d'eau ou de polluants, entraînant la formation de radicaux hydroxyles. Ces derniers attaquent et dégradent les composés organiques [29].

I.4.3. Ozonation avancée

L'ozonation avancée combine l'action de l'ozone avec des agents chimiques ou un rayonnement UV afin de renforcer le pouvoir oxydant du procédé. Ce traitement est très efficace pour la dégradation des micropolluants organiques et des composés difficiles à éliminer par les techniques conventionnelles [30].

I.4.4. Photocatalyse

La photocatalyse est un procédé d'oxydation avancée utilisant un catalyseur activé par la lumière (généralement UV) pour générer des espèces réactives. Les matériaux semi-conducteurs, comme le dioxyde de titane (TiO_2), sont les plus utilisés. Sous l'effet de la lumière, ils produisent des radicaux libres ($\bullet OH$) capables d'oxyder et de décomposer des contaminants tels que les pesticides, les médicaments, les produits pharmaceutiques ou certains métaux lourds [31].

I.4.5. Piézocatalyse

La piézocatalyse repose sur l'utilisation de matériaux piézoélectriques, capables de générer un champ électrique lorsqu'ils sont soumis à une contrainte mécanique (pression, vibration). Ce champ favorise la séparation des charges électriques à la surface du matériau, ce qui permet la formation d'espèces oxydantes (comme les radicaux hydroxyles). Ces espèces sont ensuite responsables de la dégradation des polluants organiques présents dans l'eau [32].

I.5. Piézoélectricité

La découverte du terme piézoélectricité a été la première fois en 1880 par les frères Pierre et Jacques Curie [33]. Le terme piézoélectricité vient de la langue grec « piézein » qui signifie l'action presser ou appuyer. Le terme piézoélectricité signifie la propriété que présentent certains corps de se polariser électriquement. Les types de piézoélectricité :

a) L'effet piézoélectrique direct : C'est la propriété que présentent certains corps de se polariser électriquement sous l'action d'une contrainte mécanique .

b) L'effet piézoélectrique inverse : C'est les modifications des dimensions de matériaux piézoélectriques provoquées par l'application d'une tension électrique [34].

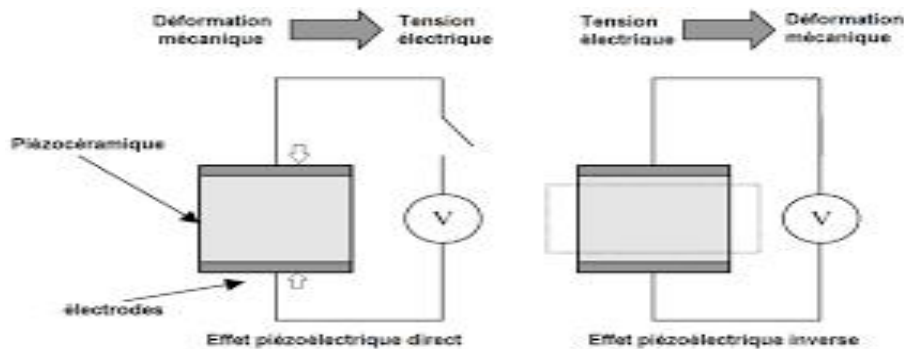


Figure I.2 : Effet piézoélectrique direct et inverse.

I.6. Matériaux piézoélectriques

I.6.1. Céramiques

Le terme « céramique » désigne généralement un solide qui n'est ni un métal ni un polymère (comme des poteries, des briques et des tuiles). Scientifiquement est un matériau inorganique polycristallin, il présente une structure complexe de grains et de joints.

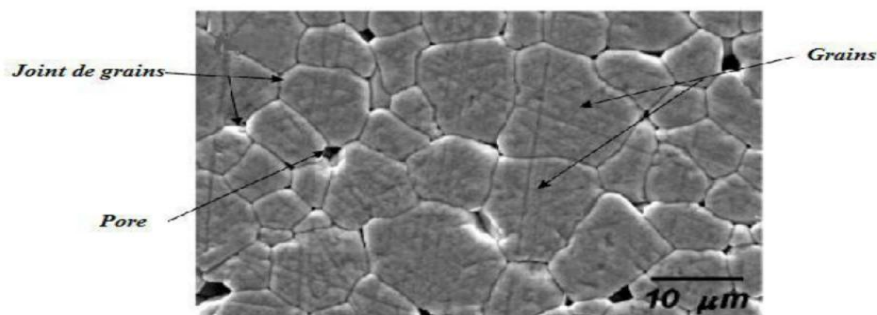


Figure I.3 : Microstructure typique d'une surface céramique.

Les céramiques piézoélectriques sont les matériaux les plus adaptés à l'heure actuelle car ils présentent des performances supérieures à celles des cristaux grâce à leurs composition (mélange d'oxydes) ainsi que leurs procédés de fabrication [35] .

I.6.2. Polymères

Sont des composés organiques légers, flexibles et capable de répondre à une incitation électrique par un changement de forme ou de dimensions. Il existe deux types de polymères :

- Polymères à base de fibres de caoutchouc, laine, cheveux, bois et soie .
- Polymères polyvinylidène difluorure (PVDF), a une piézoélectricité qui dépasse plusieurs fois celle de quartz. Il sont les plus utilisés car il ont une grande flexibilités, des faibles facteurs de couplage électromécanique , la haute résistance mécanique [36].



Figure I.4 : Structure du PVDF

I.6.3. Cristaux

Certains cristaux sont naturellement piézoélectrique tel que le quartz, il est composé d'atomes de silicium chargés positivement et d'atomes d'oxygène chargés négativement. En absence de déformation ces charges coïncident, mais lorsqu'on applique une force sur le cristal on remarque une déformation de ce matériau de sorte que les barycentres se séparent générant une tension électrique mesurable (effet direct). Inversement,

si une tension est appliquée le cristal se déforme (effet inverse). Le quartz vibre à une fréquence de résonance élevée déterminée par sa forme et sa taille, typiquement de 32768 Hz [37].

I.6.4. Composites

Un matériau composite est un matériau hétérogène formé d'au moins deux constituants non

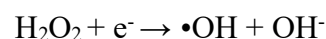
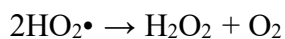
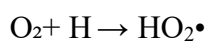
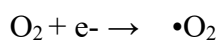
miscibles, généralement une céramique et une phase flexible non piézoélectrique tel qu'un polymère dans les piézocomposites. Cette association conduit à la formation d'un matériau composite avec des propriétés uniques que les matériaux d'origine n'ont pas individuellement [38].

I.7. Piézocatalyse

Les matériaux piézoélectriques jouent un rôle principale dans les réactions catalytiques, agissant eux-mêmes comme catalyseurs sans nécessité de lumière solaire pour manifester une activité catalytique. Ce procédé repose sur l'application d'une pression mécanique externe dans un matériau piézoélectrique, en produisant la naissance d'un champ électrique capable à séparer des charges libres .

En présence de colorant organiques soluble dans l'eau, ces charges favorisent la formation des radicaux hydroxyles ($\cdot\text{OH}$) et de radicaux superoxydes ($\text{O}_2\cdot^-$) lors d'une réaction d'oxydoréduction qui sont essentiels à la décomposition des colorants organiques [39].

Réaction de réduction (via les électrons



Réaction d'oxydation (via les trous)



Réaction de dégradation :

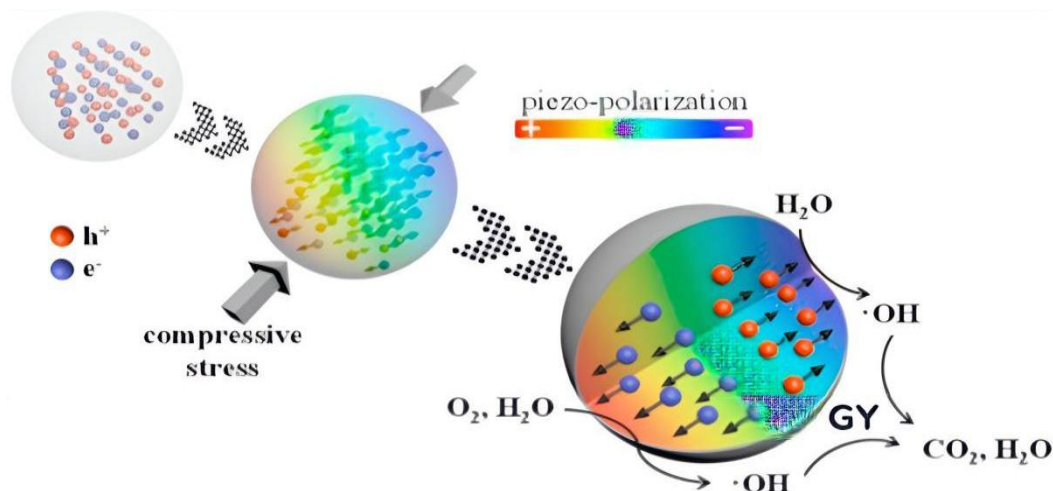


Figure I.5: Schéma de la réaction catalytique.

I.8. Pyroélectricité

Est la capacité d'un matériau à changer son signe de charge sous l'action d'un changement de température. Cet effet est assez limité par rapport à l'effet piézoélectrique car le coefficient de couplage électrothermique obtenue dans ce cas ne dépasse pas 10 % sauf dans des rares cas [40].

I.9. Ferroélectricité

Est l'aptitude de certains cristaux polaires à posséder une polarisation spontanée, inversable sous l'action d'un champ électrique extérieur suffisamment fort [41].

I.10. Matériaux piézoélectriques sans plomb de type ABO_3

I.10.1. Structure pérovskite

La pérovskite a été découverte en 1830 par le géologue Gustave Rose, son nom provient de celui d'un minéralogiste russe "Lev Aleksevich Von Pérovski".

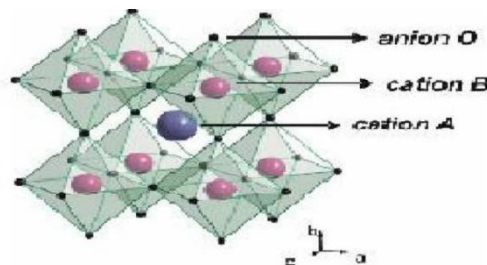


Figure I.6 : Représentation tridimensionnel d'octaèdre

Au début elle était un minéral précieux de titanate de calcium $CaTiO_3$ avec une structure cubique simple. Mais avec le temps le terme a évolué vers un arrangement atomique de type ABO_3 [42], les atomes A occupent le centre du cube, les atomes B les sommets et les atomes d'oxygènes le milieu des arêtes du cube [43].

En fonction des types d'atomes qui occupent les sites A et B on distingue deux catégories de structures pérovskite :

- **Structure pérovskite simple** : Ce sont les structures ABO_3 dont les sites A et B sont occupés

par un seul type d'atomes : BaTiO_3 , SrTiO_3 , KNbO_3 .

- **Structure pérovskite complexe** : Ce sont les structure ABO_3 dont l'un des sites A ou B est occupé par deux types d'atomes : $\text{Na}_{0,5}\text{Bi}_{0,5}\text{TiO}_3$, $\text{K}_{0,5}\text{Bi}_{0,5}\text{TiO}_3$ [44].

I.10.2. Matériaux piézoélectriques à structure pérovskite

Le titanate de bismuth et de sodium (BNT) $\text{Na}_{0,5}\text{Bi}_{0,5}\text{TiO}_3$, a été découvert en 1960 par Smolenskii et ses collaborateurs. Ce composé appartient à la famille des pérovskites, caractérisée par une double substitution sur le site A par deux cations de valence différente [45].

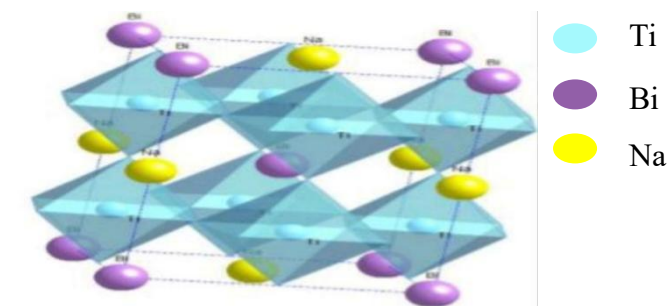


Figure I.7: Structure cristalline du BNT

À température ambiante, le BNT adopte une structure rhomboédrique et présente des propriétés ferroélectriques, ce qui lui confère également un comportement piézoélectrique. En fonction de la température, le BNT peut exister sous différentes phases polymorphes. Sa structure cristalline a été établie de manière précise grâce à des analyses de diffraction de neutrons en température, menées par Thomas et Jones. Selon la température, le BNT peut présenter diverses symétries cristallines[46].

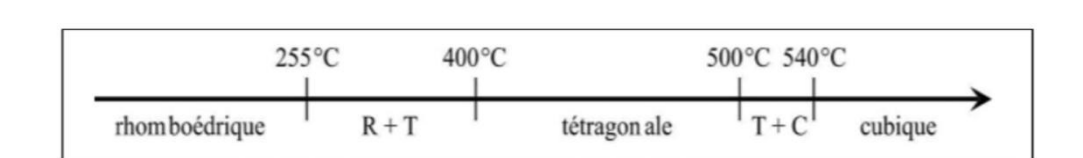


Figure I.8 : Schéma de transition de phase de NBT

I.11. Application des piézoélectriques de structure pérovskite dans la piézocatalyse

Les matériaux piézoélectriques à structure pérovskite sont capables de générer une polarisation électrique sous l'effet de contraintes mécaniques (vibration, ultrasons, agitation magnétique, etc.). Cette propriété est mise à profit en piézocatalyse, une technique innovante utilisée pour la dégradation des polluants. Le Tableau I.4 présente un aperçu de quelques travaux de recherche dans ce domaine.

Tableau I.4 : Quelques applications des piézoélectriques dans la piézocatalyse

N°	Application	Principe de fonctionnement	Matériaux utilisés	Résultats attendus	Référence
1	Dégradation de polluants organiques	Vibration mécaniques génèrent des radicaux $\bullet\text{OH}/\text{O}_2\bullet$ qui oxydent les polluants	ZnO , NBT , BaTiO ₃ , BiFeO ₃	Dégradation des colorants , pesticides , médicaments	[47]
2	Réduction de CO ₂	Couplage piézocatalyse/ photocatalyse améliore la séparation des charges (réduction catalytiques du CO ₂)	BaTiO ₃ , ZnO	Production de CO , CH ₃ OH , HCOOH	[48]
3	Production d'hydrogène (H ₂)	Charges piézoélectriques provoquent des réaction redox (séparation de H ₂ O)	BaTiO ₃ , ZnO, SrTiO ₃ (dopé)	Production de H ₂ sans source lumineuse ni électricité	[49]
4	Inactivation de bactéries	Les radicaux formés oxydent les parois cellulaires des bactéries	ZnO	Désinfection , stérilisation de l'eau ou des surfaces	[50]
5	Synthèse organique verte	Vibration déclenchent des réactions organiques sans chaleur ni solvants	SrTiO ₃	Réactions chimiques propres, catalyse sans additifs	[51]

I.12. Méthodes d'élaboration des composés piézoélectriques

I.12.1. Synthèse par voie solide

La synthèse par voie solide est très utilisée en industrie en raison de sa simplicité et son coût raisonnable [52]. Ce procédé implique la réaction à hautes températures d'un mélange d'oxydes et/ou de carbonates des différentes espèces à introduire.

Le mélange d'espèces s'effectue en milieu alcoolique dans des bols en téflon à l'aide d'un broyeur par attrition en présence des billes de zircone. La poudre synthétisée est calcinée à des températures élevées et ensuite broyée manuellement à l'aide d'un mortier en agate [53].

I.12.2. Synthèse par voie liquide (chimique)

➤ **Synthèse hydrothermale :** Cette méthode est utilisée pour l'élaboration des matériaux très divers et pour la réalisation des dépôts. Cette méthode est caractérisée par un traitement thermique sous pression dans un autoclave qui contient une solution aqueuse en présence d'oxydes ou d'hydroxydes. La réaction se produit vers 350 °C et la pression à l'intérieur d'autoclave peut atteindre 15 MPa [54].

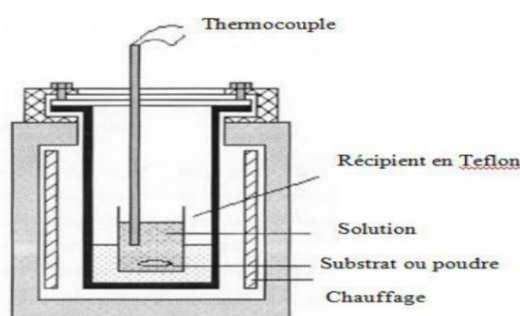


Figure I.11 : Dispositif expérimental de la méthode hydrothermal

➤ **Procédé sol - gel :** Le terme sol-gel correspond à l'abréviation «solution-gélification». Un «sol» est une suspension colloïdale d'oligomères, évolue par des réactions chimiques pour former un gel, un réseau tridimensionnel ayant une viscosité élevée.

Le principe de ce procédé consiste à former un réseau d'oxydes à partir de précurseurs moléculaires en solution. Cette transformation s'effectue par une série de réactions chimiques « principalement l'hydrolyse, la condensation et la polymérisation » qui permettent de passer d'un état liquide à un état solide. Généralement ces transformations se déroulent à température ambiante.

Enfin , un traitement thermique est nécessaire pour assurer la densification du matériau et obtenir la phase inorganique souhaitée [54] .

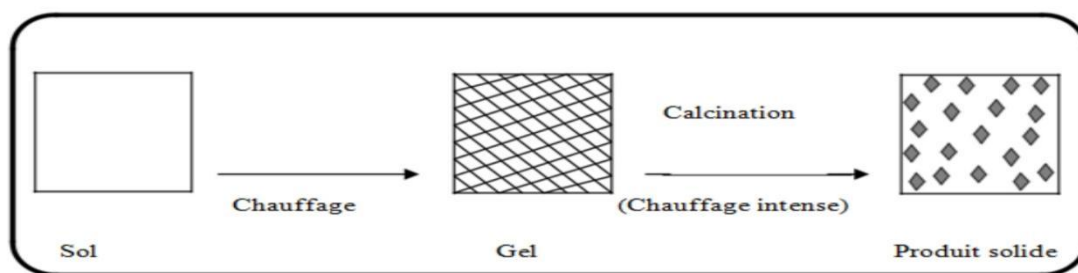


Figure I.12 : Étapes de synthèse sol-gel

➤ **Synthèse par co-précipitation :** La co-précipitation est l'une des méthodes les plus anciennes utilisées pour la préparation des oxydes mixtes. Elle consiste à obtenir une solution liquide homogène contenant les différentes espèces chimiques, puis à provoquer leur précipitation simultanée par l'effet d'ions communs. Le précipité formé est ensuite séparé de la phase aqueuse par filtration, séché , puis soumis à une décomposition thermique pour aboutir à l'oxyde mixte. Les précurseurs obtenus peuvent être des hydroxydes, des oxalates ou encore des dioxyde [55] [56]. Ce procédé a été développé par Eyraud et al [57]. Et repose sur la co-précipitation , en milieu basique d'espèces soluble dans l'eau.

I.13. Plans de Box-Behnken

Box et Behnken (1960) ont introduit un type différent de plans d'expériences pour les modèles du deuxième ordre qui permettent l'estimation de certaines interactions. Comme les plans de Box-Behnken comportent moins de points, leur coût est moindre que celui des plans composites centrés pour le même nombre de facteurs. Un plan de Box-Behnken est un type de plan de surface de réponse qui ne contient pas un plan factoriel fractionnaire ou un plan factoriel fractionnaire.

Les plans de Box-Behnken pour 3 facteurs impliquent trois blocs, dans chacun, un plan factoriel 2² qui est représenté par chaque paire de traitement pendant que le troisième facteur reste fixé à 0. Donc le plan de Box-Behnken de 3 facteurs possède 15 essais (12 arêtes et 3 points au centre- Figure I.13).

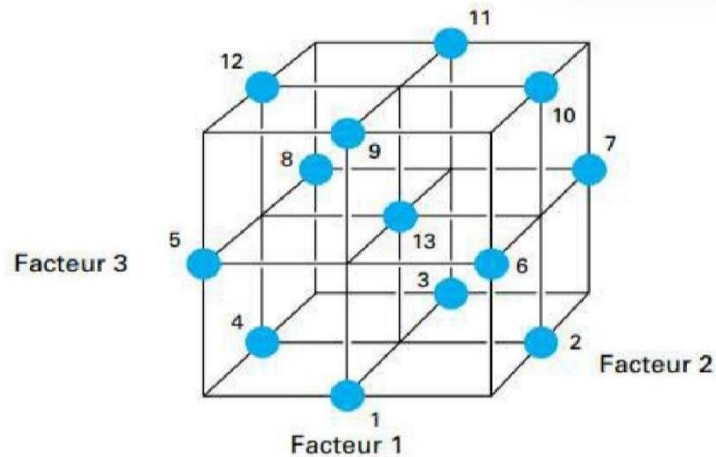


Figure I.13 : Plan de box-behnen à 3 facteurs.

Les plans de Box-Behnken possèdent les propriétés suivantes :

- Ils nécessitent 3 niveaux pour chacun des facteurs ; -1 , 0 et $+1$ pour assurer la condition d'orthogonalité.
- Ils possèdent la propriété de séquentialité
- Les erreurs de prédiction sur les réponses calculées sont plus faibles que les erreurs expérimentales [58].

I.14. Conclusion

La piézocatalyse constitue une alternative efficace, durable et écologique aux traitements classiques des eaux usées. Les matériaux piézoélectriques, en particulier ceux à structure pérovskite sans plomb comme le NBT, offrent des perspectives intéressantes en raison de leur activité catalytique sous stimulation mécanique. Cette revue des généralités établit les fondations nécessaires à la mise en œuvre expérimentale décrite dans le chapitre suivant.

Chapitre II
Méthodes et matériels

II.1. Introduction

Ce chapitre présente les différents produits utilisés, les méthodes mises en oeuvre, ainsi que les techniques analytiques adoptées tout au long de cette étude.

Le catalyseur a été synthétisé par voie solide, puis soumis à diverses analyses afin de caractériser ses propriétés physico-chimiques.

La longueur d'onde d'absorption maximale du colorant sélectionné a été déterminée, pour le suivi de la cinétique de dégradation.

Afin de vérifier l'adsorption préalable du colorant sur le catalyseur, une étude cinétique a été réalisée avant l'application du procédé de piézocatalyse.

II.2. Matériels et produits utilisés

➤ Produits utilisés

Les réactifs utilisés dans ce travail sont de qualité analytique. L'eau distillée a été utilisée pour la préparation de l'ensemble des solutions. Le Tableau II.1 regroupe les différents réactifs employés dans ce travail.

Tableau II.1: Réactifs utilisés dans les différentes expériences

Reactifs	Formule chimique	Pureté (approximative)	Rôle dans l'expérience
Acide sulfurique	H ₂ SO ₄	~95-98% (concentré)	Réglage du pH / Agent acidifiant
Azoture de potassium	KNO ₃	≥ 98	Agent réactif (<i>très toxique</i>)
Chlorure de sodium	NaCl	≥ 99	Solution ionique / Électrolyte
Hydroxyde de sodium	NaOH	≥ 98	Réglage du pH / Base forte
Acide chlorhydrique	HCl	≥ 37 % en solution	Réglage du pH / Acide fort
Carbonate de sodium	Na ₂ CO ₃	≥ 99	Précurseur de Na pour la synthèse de NBT
Dioxyde de bismuth	Bi ₂ O ₃	98 à 99 %	Précurseur de Bi pour la synthèse de NBT
Dioxyde de titane	TiO ₂	≥ 99 %	Précurseur de Ti / Matériau catalytique

Éthanol	C ₂ H ₅ OH	≥ 96%	Solvant / Lavage
Eau distillé	H ₂ O	/	Solvant / Lavage / Préparation des solutions
phénolphtaléine	C ₂₀ H ₁₄ O ₄	≥ 99 %	Indicateur coloré (rose à fushia)

➤ **Matériel utilisés**

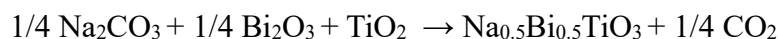
Le matériel utilisé au cours de cette étude est présenté dans le tableau II.2.

Tableau II.2 : Matériels utilise dans les différentes expériences

Appareil / Instrument	Utilisation principale
Balance analytique	Pesée précise des réactifs
Broyeur par attrition	Broyage et homogénéisation des poudres
Étuve	Séchage des échantillons
Four à moufle	Calcination des matériaux
Spectrophotomètre UV-Visible	Analyse de l'absorbance des solutions
Bain ultrasonique 40 kHz	Activation piézocatalytique par ultrasons
Plaque d'agitation	Agitation des solutions pendant les réactions

II.3. Synthèse de catalyseur NBT par voie solide

La synthèse de la poudre à été effectuer par voie solide à partir d'un mélange stœchiométrique des carbonates et d'oxydes (carbonate de sodium Na₂CO₃, oxyde de bismuth III Bi₂O₃ et dioxyde de titane TiO₂), la pureté et la marque de ces précurseurs sont donnés dans le tableau II.1. La poudre NBT est formée par la réaction chimique suivante :



Le mélange et broyage de cette poudre à été effectuer par attrition pendant 2h dans un milieu qui contient de l'éthanol et en présence des billes de zircone. La poudre obtenue est sécher dans un étuve pendant 6h, ensuite rebroyée manuellement à l'aide d'un mortier en agate pour réduire la tailles des particules. Pour éliminer les impuretés le matériau est calcinée à 850 °C pendant 2h. Les étapes de la synthèse sont représenter sur les Figures II.1 et II.2.

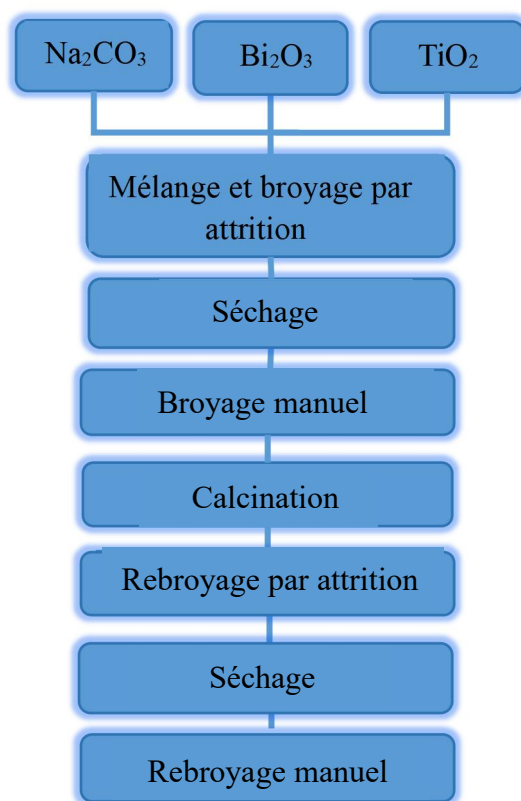


Figure II.1 : Organigramme de préparation de poudre NBT par voie solide

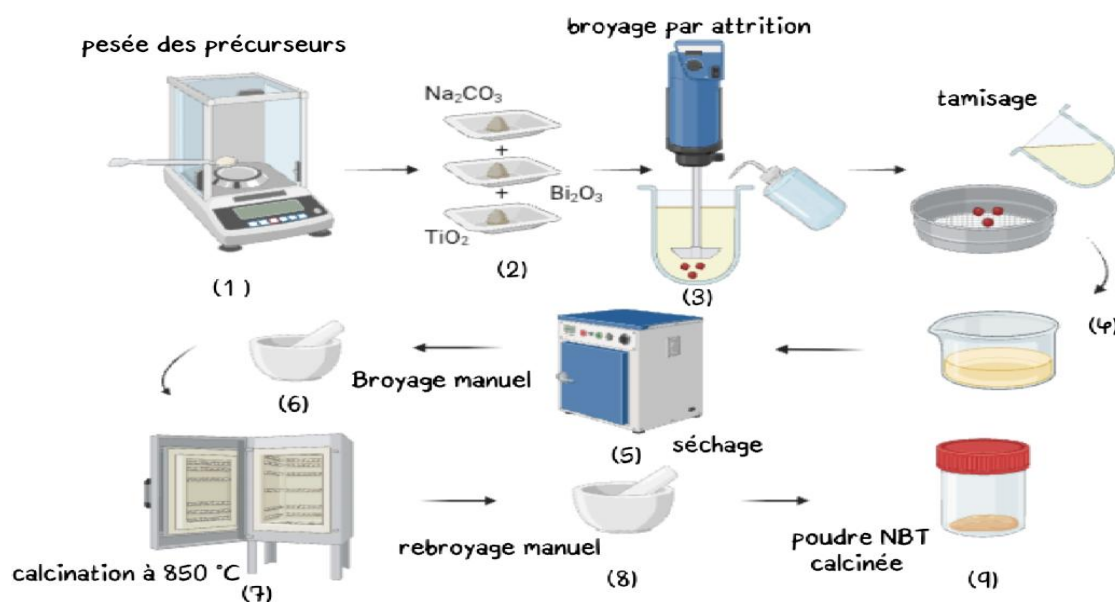


Figure II.2 : Protocole de préparation du catalyseur NBT

II.4. Caractérisation de la poudre NBT

La caractérisation du NBT obtenu a été réalisée à l'aide de diverses méthodes analytiques.

II.4.1. Diffraction des rayons X (DRX)

Une analyse par diffraction des rayons X (DRX) a été réalisée au plateau technique de l'USTHB. Le diffractomètre utilisé est de marque Panalytical, modèle Empyrean. Cette analyse a pour objectif d'identifier les phases cristallines présentes dans les poudres synthétisées. La technique de diffraction des rayons X permet de déterminer la structure cristalline, la pureté du matériau, ainsi que la présence éventuelle de phases secondaires.

La méthode employée repose sur la géométrie de Bragg-Brentano, dans laquelle l'échantillon en poudre, constitué de cristallites orientés de manière aléatoire, est irradié par un faisceau de rayons X. Lorsque les conditions de diffraction de Bragg sont satisfaites, des pics caractéristiques apparaissent sur le diffractogramme, révélant ainsi les différentes phases présentes [59].



Figure II.3 : Diffractomètre des rayons X

II.4.2. Spectroscopie Infra-Rouge IR

Une analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) a été effectuée au laboratoire (LCAGC) pour compléter la caractérisation structurale. Cette technique repose sur l'absorption du rayonnement infrarouge par les vibrations spécifiques des liaisons chimiques dans le solide. Pour le matériau de type pérovskite NBT, le spectre IR permet d'identifier les

bandes caractéristiques des liaisons B–O et O–B–O (avec B = Ti), confirmant ainsi la formation de la phase recherchée. Les bandes situées entre 400 et 1000 cm^{-1} sont particulièrement révélatrices et permettent de suivre la formation et l'évolution structurale des phases céramiques [60].



Figure II.4 : Spectromètre Infra-Rouge

II.4.3. Point de charge nul pHpzc

Le pHpzc du matériau a été déterminé par la méthode d'addition de solide. Des solutions de nitrate de potassium (KNO_3) à une concentration de 0,1 N ont été préparées, puis leur pH initial a été ajusté dans une plage allant de 2 à 12 à l'aide de solutions d'HCl ou de NaOH (0,1 N).

Dans des flacons contenant 50 mL de chaque solution, une masse de 0,1 g du matériau à base de NBT a été ajoutée. Les suspensions obtenues ont été agitées pendant 48 heures à température ambiante, puis le pH final a été mesuré.

La courbe du pH final en fonction du pH initial a été tracée. Le point où la droite $\text{pH}_{\text{final}} = \text{pH}_{\text{initial}}$ croise la courbe correspond au pHpzc, soit le pH pour lequel la surface du matériau est électriquement neutre ($\Delta\text{pH} = 0$) [61].

II.4.4. Analyse de la surface spécifique de la poudre NBT par la méthode BET

L'analyse de la surface spécifique de l'échantillon a été réalisée au sein de Laboratoire Chimie

Appliquée & Génie Chimique de l'UMMTO en utilisant la méthode BET (Brunauer- Emmett-Teller). Cette technique d'analyse permet de déterminer la surface spécifique d'un matériau solide, c'est-à-dire la surface totale accessible aux molécules de gaz par unité de masse (exprimée en m^2/g). Elle est largement utilisée pour caractériser des matériaux poreux, tels que les catalyseurs, les argiles, les adsorbants ou les poudres métalliques.

La méthode repose sur l'adsorption physique d'un gaz (souvent de l'azote) à basse température (généralement à 77 K) sur la surface du solide. Le gaz se fixe d'abord en monocouche, puis en multicouches, formant une succession de couches sur le matériau. En mesurant les volumes de gaz adsorbés à différentes pressions relatives, on peut estimer la quantité de gaz formant la première couche (monocouche). À partir de cette information, on peut ensuite calculer la surface spécifique du matériau [62].

II.4.5. Test d'adsorption

L'adsorption est un processus au cours duquel les molécules du colorant GY se fixent à la surface du catalyseur NBT. Cette méthode est utilisée pour étudier les interactions entre un matériau et une substance dissoute. Le suivi de ce phénomène se fait généralement en mesurant la concentration résiduelle de catalyseur dans la solution à différents temps. Dans cette expérience, la variation de la concentration du colorant GY est suivie à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible, qui mesure l'absorbance proportionnelle à la concentration.

Une solution de Golden Yellow (GY) a été préparée à une concentration de 5 mg/L, puis le catalyseur NBT a été ajouté à une concentration de 1 g/L. Le mélange, contenu dans un bécher de 250 mL et protégé de la lumière, a été maintenu sous agitation continue à température ambiante. Des prélèvements de 3,5 mL ont été effectués à des intervalles bien définis pendant une durée de 24 heures, puis filtrés par centrifugation afin d'éliminer le catalyseur.

L'absorbance des échantillons a été mesurée par spectrophotométrie UV-Visible à la longueur d'onde maximale du GY (λ_{max}), afin de suivre l'évolution du processus d'adsorption du colorant au cours du temps.

II.4.6. Détermination de l'acidité ou basicité du catalyseur NBT

Pour évaluer le caractère acide ou basique du matériau NBT, une expérience a été réalisée en mettant en contact une masse de 0,2 g du catalyseur avec 50 mL d'une solution de NaCl à 0,02 mol/L. Le mélange a été réparti dans deux erlenmeyers, puis soumis à une agitation constante pendant 48 heures à température ambiante (environ 25 °C), afin de permettre un échange d'ions entre le solide et la solution. Après ce temps de contact, deux gouttes de phénolphthaléine ont été ajoutées dans chaque erlenmeyer pour détecter toute variation de pH. Ensuite, un titrage acido-basique a été effectué : le premier échantillon a été titré avec une solution de NaOH à 0,02 M, et le second avec une solution de HCl à 0,02 M. L'objectif de cette manipulation est d'identifier la tendance acido-basique de surface du catalyseur, en observant l'éventuelle apparition ou non d'une coloration caractéristique liée au virage de la phénolphthaléine.

II.5. Étude du colorant GY

II.5.1. Propriétés physico-chimiques du colorant GY

Tableau II.3 : Propriétés physico-chimiques du colorant GY

Nom comercial	Golden yellow 200%
Type de colorant	Basique (catinique)
Formule brute	$C_{20}H_{24}N_3O.CH_3SO_4$
Masse molaire	~ 433.5 g/mol
Solubilité dans l'eau	Bonne ~75g/L à 25 °C
Stabilité thermique	Stable jusqu'à environ 180 °C
Longueur d'onde maximale	420-440 nm

II.5.2. Balayage spectral du colorant Golden Yellow

Le balayage spectral permet de déterminer la longueur d'onde d'absorption maximale λ_{max} d'un colorant, essentielle pour les mesures d'absorbance selon la loi de Beer-Lambert. Cette longueur d'onde correspond à la transition électronique la plus intense de la molécule colorée.

Une solution du colorant Golden Yellow de concentration 30 mg/L a été préparée dans l'eau

distillée. Le spectre d'absorption a été enregistré à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible, sur l'intervalle spectrale compris entre 200 et 800 nm.

II.5.3 Courbe d'étalonnage

La courbe d'étalonnage a été réalisée afin d'établir la relation entre l'absorbance et la concentration du colorant en solution. Ce principe repose sur la loi de Beer-Lambert, qui s'écrit sous la forme suivante : $A = \epsilon \times l \times C$

Avec ,

- A : Absorbance
- ϵ : Coefficient d'absorption molaire ($L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$)
- l: Longueur du trajet optique (cm)
- C: Concentration de la solution $mg \cdot L^{-1}$

Cette loi montre que, dans un domaine de linéarité, l'absorbance est proportionnelle à la concentration. Ainsi, la mesure de l'absorbance d'une solution de concentration inconnue permet, par interpolation dans la droite d'étalonnage, de déterminer cette concentration.

Pour cela, des solutions étalons de concentrations connues ont été préparées à partir d'une solution mère. Les concentrations 0 ; 5 ; 10 ; 15 ; 20 ; 25 et 30 mg/L ont été considérées .

Pour chaque solution, l'absorbance a été mesurée à la longueur d'onde maximale d'absorption λ_{max} du colorant GY à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible

II.5.4. Analyse Infra-Rouge (IR)

La spectroscopie infrarouge permet d'identifier les groupes chimiques présents dans le colorant GY. Le spectre montre des bandes typiques des liaisons N=N (azote-azote), C=C (aromatique) et

SO₃⁻ (sulfonate). Cette analyse confirme la structure du colorant et permet de détecter d'éventuelles modifications après traitement par piézocatalyse.

II.6. Évaluation de l'activité photocatalytique du Na_{0.5}Bi_{0.5}TiO₃

II.6.1. Test photocatalytique en condition de lumière ambiante

Ce test a pour objectif d'étudier le traitement photocatalytique du colorant Golden Yellow (GY) en présence du catalyseur NBT ($\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$), dans des conditions ambiantes. La dégradation a été réalisée à température ambiante, sous la lumière du laboratoire (lumière blanche artificielle), sans recours à une source lumineuse spécifique.

Une solution de 250 mL de GY a été préparée à une concentration de 5 mg/L, avec l'ajout du catalyseur NBT à une concentration de 1 g/L. Le mélange a été maintenu sous agitation continue pendant 3 heures.

Des prélèvements de 3,5 mL ont été effectués toutes les 15 minutes afin de suivre la cinétique de dégradation du colorant. L'analyse des échantillons a été réalisée par spectrophotométrie UV-Visible, à la longueur d'onde maximale (λ_{max}) du GY.

II.6.2. Étude de l'efficacité photocatalytique sous irradiation solaire

Une deuxième expérience, identique à la précédente, a été effectuée cette fois sous lumière solaire naturelle. L'objectif principal de ces tests est de vérifier si le matériau étudié possède une activité photocatalytique, c'est-à-dire s'il est capable de dégrader un polluant organique (le colorant Golden Yellow) en présence de lumière.

II.7. Protocole de dégradation piézocatalytique

La piézocatalyse repose sur l'activation d'un catalyseur piézoélectrique par une force mécanique, (ultrasons), pour générer des charges électriques capables de dégrader des polluants organiques. Dans un bécher, une masse connue de catalyseur NBT est dispersée dans une solution aqueuse contenant le colorant Golden Yellow (GY) à une concentration définie. Le mélange est d'abord

soumis à une agitation magnétique pendant 1 heure, puis traité dans un bain à ultrasons pendant une heure supplémentaire, dans le but de favoriser la dégradation du colorant.

Des échantillons sont ensuite prélevés, filtrés (par centrifugation), puis analysés par spectrophotométrie UV-Visible afin de mesurer l'absorbance résiduelle du GY. Ces données

permettent de calculer le taux de dégradation du colorant. L'ensemble du protocole est illustré dans le montage expérimental présenté à la Figure II.3.

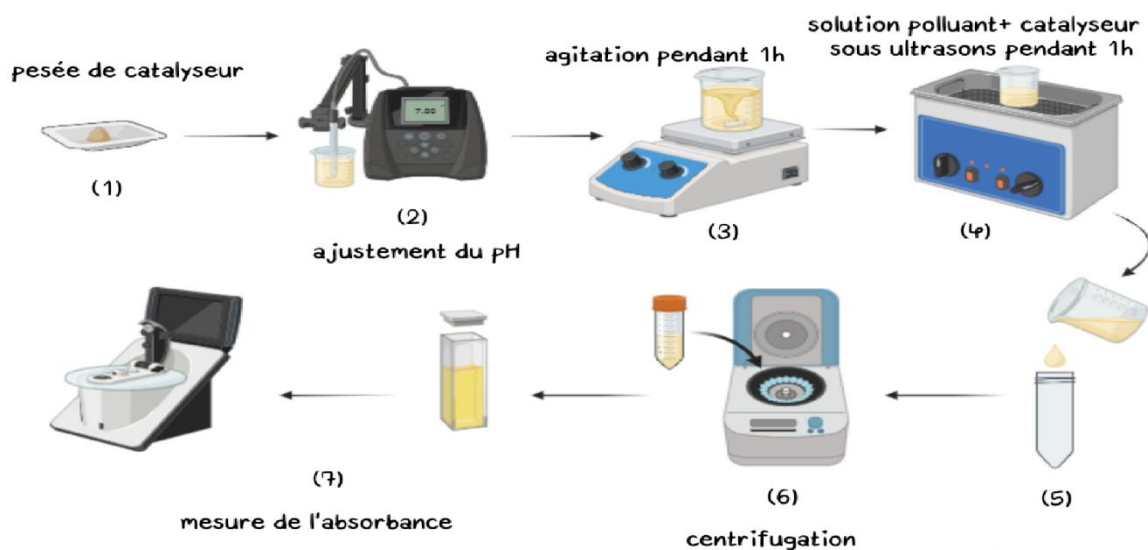


Figure II.5 : Schéma du procédé de traitement du polluant par piézocatalyse

II.7.1. Détermination de la concentration résiduelle du colorant GY

Le taux de dégradation du colorant Golden Yellow (GY) peut être déterminé à partir de sa concentration initiale (C_0) et de sa concentration résiduelle (C) après traitement.

La concentration finale du colorant est obtenue en appliquant la loi de Beer-Lambert, à partir des mesures d'absorbance réalisées par spectrophotométrie UV-Visible.

Le taux de dégradation (R%) est ensuite calculé selon la relation suivante :

$$R (\%) = [(C_0 - C) / C_0] \times 100$$

Où,

C_0 : concentration initiale du colorant (mg/L)

C_t : concentration après un certain temps de traitement (mg/L)

II.8. Étude des paramètres opératoires en piézocatalyse

L'étude paramétrique a pour objectif d'optimiser les conditions expérimentales afin d'obtenir la meilleure efficacité piézocatalytique possible pour la dégradation du colorant organique en solution aqueuse.

Dans ce travail, trois paramètres principaux ont été étudiés :

- Le pH initial de la solution,
- La concentration en catalyseur,
- La concentration en colorant,

II.9. Plan expérimental Box–Behnken

Pour le but de mieux comprendre l'effet combiné des différents paramètres sur l'efficacité piézocatalytique du catalyseur NBT, une approche statistique a été adoptée. Le plan de Box-Behnken a été choisi comme outil d'optimisation pour modéliser la réponse avec un nombre réduit d'expériences.

II.9.1. Choix des variables et niveaux

Le tableau II.4 ci-dessous représente les variables et les niveaux choisis pour l'expérimentation des trois facteurs influençant la dégradation piézocatalytique du colorant. Ces niveaux sont choisis en fonction des plages opératoires réalistes et expérimentalement accessibles, afin d'assurer à la fois la validité des résultats et la pertinence de l'analyse.

II.4 : Variables et les niveau de matrice du plan de Box-Behnken

Niveau codés	X ₁ (pH)	X ₂ (Concentratio n en polluant)	X ₃ (concentration en catalyseur)
-1	2	0.1	5
0	6	0.55	10
1	10	1	15

II.9.2. Tableau expérimental et variables codés

Dans le but d'analyser l'influence de différents facteurs sur la réponse du système, un plan d'expériences de type Box-Behnken a été adopté. Les niveaux des variables ont été codés afin de simplifier l'analyse statistique. La matrice expérimentale correspondante est présentée dans le tableau II.5.

Tableau II.5 : Matrice d'expériences de plan Box-Behnken

Expériences	Facteurs		
	X ₁	X ₂	X ₃
1	0	-1	-1
2	-1	0	-1
3	1	0	-1
4	0	1	-1
5	-1	-1	0
6	1	-1	0
7	0	0	0
8	0	0	0
9	0	0	0
10	-1	1	0
11	1	1	0
12	0	-1	1
13	-1	0	1
14	1	0	1
15	0	1	1

II.10. Conclusion

Le protocole expérimental mis en place permet d'obtenir un catalyseur piézoélectrique NBT sans plomb, aux propriétés cristallographiques et morphologiques favorables. La rigueur des méthodes de caractérisation permet de mieux comprendre les interactions entre le catalyseur et les molécules de colorant. Les protocoles de dégradation et d'analyse UV-Vis constituent une base fiable pour l'évaluation de l'activité piézocatalytique, qui sera présentée et discutée dans le chapitre suivant.

Chapitre III
Résultats et discussion

III.1. Introduction

Ce chapitre présente l'ensemble des résultats obtenus lors de la caractérisation du catalyseur NBT élaboré par voie solide. Cette caractérisation a été réalisée à l'aide de la diffraction des rayons X (DRX), de la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) et de l'analyse de la surface spécifique par la méthode BET. De plus, l'analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) a également été réalisée pour le colorant textile.

L'évaluation des performances piézocatalytiques du matériau pour la dégradation d'un colorant textile est également examinée.

La longueur d'onde maximale d'absorption, nécessaire à la quantification de la dégradation du colorant textile lors du traitement, est déterminée par l'analyse du spectre UV-Visible du colorant. Un test d'adsorption est réalisé pour évaluer la capacité du catalyseur à interagir avec le polluant avant activation mécanique. L'étude de l'efficacité piézocatalytique a été réalisée en tenant compte de plusieurs paramètres expérimentaux: le pH de la solution, la masse de catalyseur et la concentration du colorant.

Enfin, un plan expérimental Box-Behnken est utilisé pour optimiser les conditions opératoires et modéliser la réponse catalytique.

III.2. Caractérisation du catalyseur NBT

III.2.1. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)

L'analyse par diffraction des rayons X (DRX) a été réalisée afin d'identifier les phases cristallines dans l'échantillon synthétisé. Les résultats obtenus montrent la présence de deux phases, dont les formules chimiques, paramètres de maille sont donnés dans le Tableau III.1.

➤ **Phase majoritaire** : $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$ (NBT)

La phase dominante correspond à $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$, un oxyde mixte à structure cubique de type pérovskite (groupe d'espace Pm-3m). Elle est identifiée par des pics d'intensité élevée, notamment à $2\theta \approx 32,9^\circ$.

La forte intensité et la netteté de ces pics indiquent que le produit principal formé lors de la synthèse est bien celui recherché, confirmant la bonne cristallinité et la taille nanométrique des cristallites favorisent également les performances fonctionnelles du matériau en piézocatalyse.

➤ **Phase secondaire : $\text{Bi}_4\text{Ti}_8\text{O}_{22}$**

La seconde phase identifiée est $\text{Bi}_4\text{Ti}_8\text{O}_{22}$, détectée en faible proportion. Il s'agit d'un oxyde complexe de bismuth et titane. Les pics correspondants, par exemple à $2\theta \approx 28,3^\circ$, sont de faibles intensités, ce qui confirme son caractère minoritaire dans l'échantillon.

Cette phase peut résulter d'un léger excès de précurseurs riches en Bi, ou encore de conditions de traitement thermique non optimales[63].

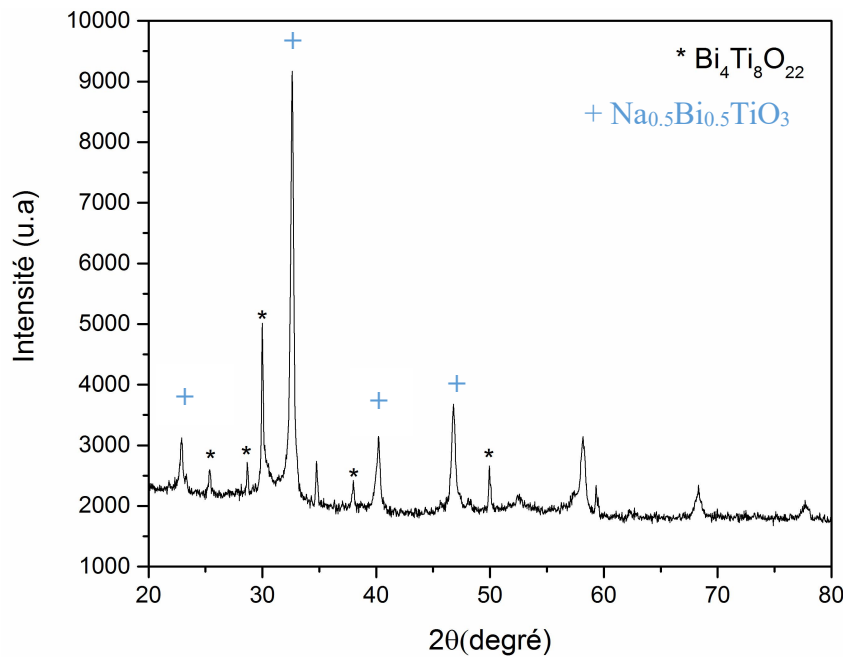


Figure III.1 : Diffractogramme des rayons X de poudre NBT

Tableau III.1 : Informations relatives aux deux phases identifiées par analyse DRX

Échantillon	Paramètres de maille (Å)			Structure cristalline	Volume de cellule (nm ³)
	a	b	c		
$\text{Na}_{0,5}\text{Bi}_{0,5}\text{TiO}_3$	3,884231	3,884231	3,884231	Cubique (Pm-3m)	0.05996
$\text{Bi}_4\text{Ti}_8\text{O}_{22}$	14,62588	3,810798	10,02181	Triclinique	0.41601

III.2.2. Résultats d'analyse spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) du catalyseur NBT

Le spectre infrarouge du composé $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$ (NBT) révèle plusieurs bandes caractéristiques confirmant la formation de la phase pérovskite.

- Une bande intense observée autour de $600\text{--}650\text{ cm}^{-1}$ correspond à la vibration d'étirement des liaisons Ti–O dans les octaèdres TiO_6 , qui constitue la structure de base des composés pérovskites. Cette bande est considérée comme la signature spectroscopique principale de la phase NBT [64][68].
- Une bande secondaire, plus faible, vers 400 cm^{-1} est attribuée aux modes de flexion des liaisons O–Ti–O [65].
- La largeur de la bande entre 450 et 600 cm^{-1} peut également résulter d'un chevauchement entre les vibrations Bi–O et Ti–O, car les liaisons Bi–O dans les sites A de la maille pérovskite sont actives dans cette région du spectre [65].

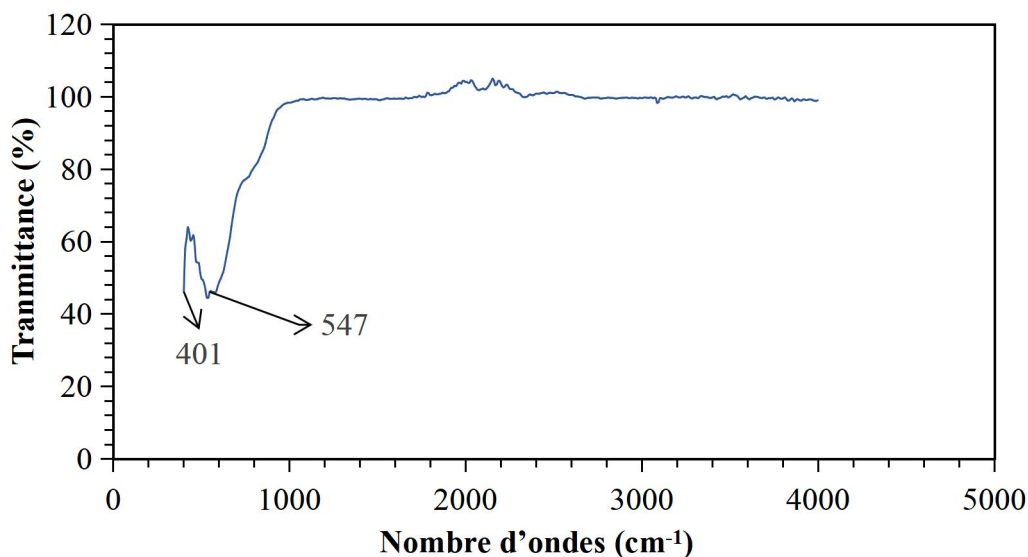


Figure III.2 : Spectres FTIR de catalyseur NBT

- Aucune bande significative n'est détectée entre 1000 et 1600 cm^{-1} , ce qui indique l'absence de groupes carbonyles (C=O). Ces groupes sont typiquement associés à des résidus organiques provenant de solvants (éthanol) [66] [64].
- De plus, aucune absorption n'a été relevée dans la région $3200\text{--}3600\text{ cm}^{-1}$, ce qui indique une absence de groupes hydroxyles (O–H) ou d'eau physiquement adsorbée. L'absence de ce signal indique que l'échantillon est bien séché [64,66].

III.2.3. Valeurs du pH point zéro charge de NBT

Le graphique représenté en Figure II.3 illustre l'évolution du pH final en fonction du pH initial. Le point d'intersection entre la courbe $\text{pH}_{\text{final}} = f(\text{pH}_{\text{initial}})$ et la droite de regression linéaire qui modélise la relation entre deux variables (pH_{final} et $\text{pH}_{\text{initial}}$) correspond au pH_{pzc} du matériau étudié. Le pH_{pzc} du matériau NBT est égal à 6.65. Cela implique que :

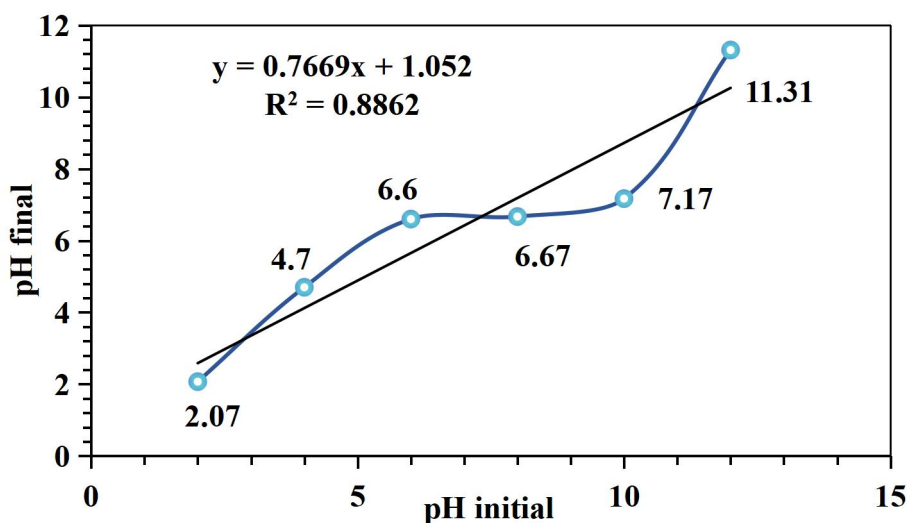


Figure III.3 : Détermination du pH_{pzc} du catalyseur NBT

Le pH_{pzc} du matériau NBT est égal à 6.65. Cela implique que :

- À $\text{pH} < 6.65$, la surface du matériau est globalement chargée positivement, ce qui favorise l'adsorption des espèces anioniques.
- À $\text{pH} > 6.65$, la surface devient chargée négativement, ce qui favorise l'adsorption des espèces cationiques.

III.2.4. Détermination de l'acidité ou basicité du catalyseur NBT

La détermination de l'acidité ou de la basicité du catalyseur NBT permet d'évaluer la nature des sites actifs présents à la surface du matériau. Cette caractérisation est essentielle pour comprendre le comportement du matériau face à différentes molécules (polluants, réactifs...) et Adapter le type de surface (acide ou basique) au type de polluant ciblé (cationique ou anionique).

Le catalyseur NBT n'a montré aucune réaction lors du dosage acide, ce qui indique l'absence de sites basiques actifs à sa surface. En revanche, le dosage par une base a conduit à la consommation de 0,5 mL de réactif, suggérant la présence de sites acides en faible quantité, et indiquant ainsi que la surface NBT est légèrement acide. Ce résultat est en accord avec le faible rendement d'élimination du colorant (8,84 %) observé lors de l'étude cinétique de l'adsorption.

III.2.5. Détermination de la surface spécifique du catalyseur NBT par l'analyse BET

L'analyse BET réalisée à 77 K avec l'azote comme gaz adsorbé a permis d'estimer la surface spécifique du catalyseur étudié. La courbe BET linéarisée a fourni une surface spécifique de 5,812 m²/g, valeur confirmée également par le modèle de Langmuir. Cette surface relativement faible indique une porosité limitée ou une structure peu développée en surface.

Cette faible surface spécifique suggère une capacité très limitée du matériau à adsorber le colorant en l'absence de stimulation externe. Autrement dit, l'adsorption passive du colorant sur le catalyseur est négligeable, ce qui confirme que l'élimination du polluant est principalement due à l'effet piézocatalytique, et non à une simple adsorption physique.

En effet, dans le cas de la piézocatalyse, l'efficacité ne dépend pas principalement de la surface poreuse, mais plutôt de la capacité du matériau à générer des charges électriques sous l'effet d'une contrainte mécanique (ultrasons, agitation...). Ces charges sont responsables de la formation d'espèces réactives capables de dégrader les molécules de colorant en solution.

III.2.6. Étude cinétique de l'adsorption du colorant GY sur le catalyseur NBT

La cinétique d'adsorption a été suivie pendant 24 heures afin d'évaluer la capacité du catalyseur NBT à retenir le colorant GY en absence d'ultrasons (sans activation piézocatalytique). Dans les conditions suivantes : concentration en colorant de 5 mg/L, concentration du catalyseur 1 g/L et pH libre, des prélèvements ont été réalisés sous agitation continue, pour suivre le phénomène d'adsorption physique ou chimique à la surface du catalyseur NBT.

La cinétique d'adsorption du colorant GY sur le catalyseur NBT a montré un rendement d'élimination de 8,84 % au cours des 30 premières minutes, suivi d'une phase de stabilisation. Cette évolution rapide vers un équilibre confirme que l'adsorption est faible et de nature

physique. Cette étape, réalisée avant l'activation piézocatalytique, permet d'isoler les effets de l'adsorption pour mieux attribuer ensuite la dégradation aux mécanismes catalytiques activés par les ultrasons.

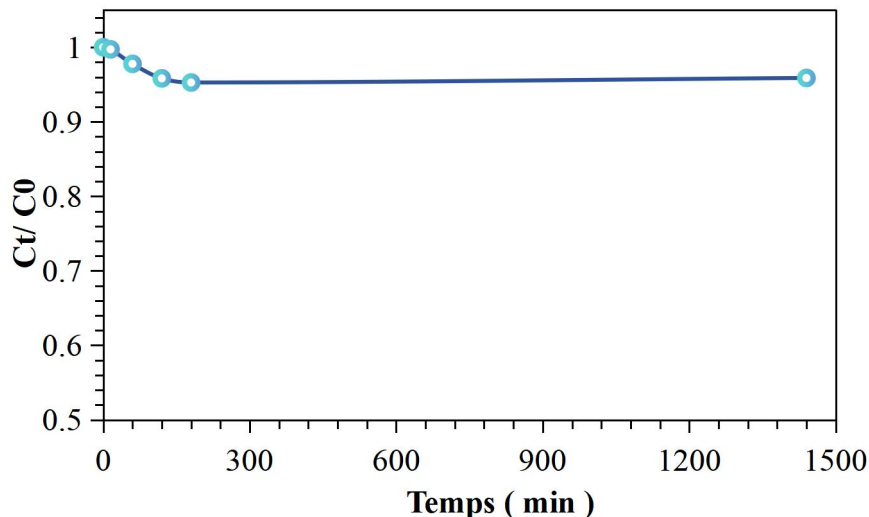


Figure III.4. : Évolution de l'absorbance du colorant GY en fonction du temps

Il est important de noter que l'agitation mécanique seule ne conduit pas à une dégradation du colorant. Cette étape préliminaire vise uniquement à atteindre l'équilibre d'adsorption sans activation des propriétés catalytiques du matériau.

III.3. Résultat d'analyse spectroscopie IR du colorant GY

L'analyse du spectre infrarouge du colorant Golden Yellow représenté sur la Figure III.7 permet de déduire la présence de plusieurs groupes fonctionnels caractéristiques, selon les bandes observées :

- Une large bande autour de 3300 cm^{-1} correspond à la vibration d'élongation $\nu(\text{O-H})$ ou $\nu(\text{N-H})$, indiquant la présence possible de groupes hydroxyles ou amines primaires [68].
- Des bandes situées entre 2950 et 2850 cm^{-1} sont caractéristiques des vibrations $\nu(\text{C-H})$ des groupes méthyle ($-\text{CH}_3$) ou méthylène ($-\text{CH}_2-$) [69].
- Une bande notable aux environs de 1600 cm^{-1} peut être attribuée à la vibration $\nu(\text{C=C})$ du cycle aromatique ou à une déformation $\delta(\text{N-H})$, ce qui est typique des structures aromatiques ou azoïques [70].

- Une absorption à $1450\text{--}1400\text{ cm}^{-1}$ indique des déformations angulaires $\delta(\text{C-H})$ liées à des chaînes alkyles [69].

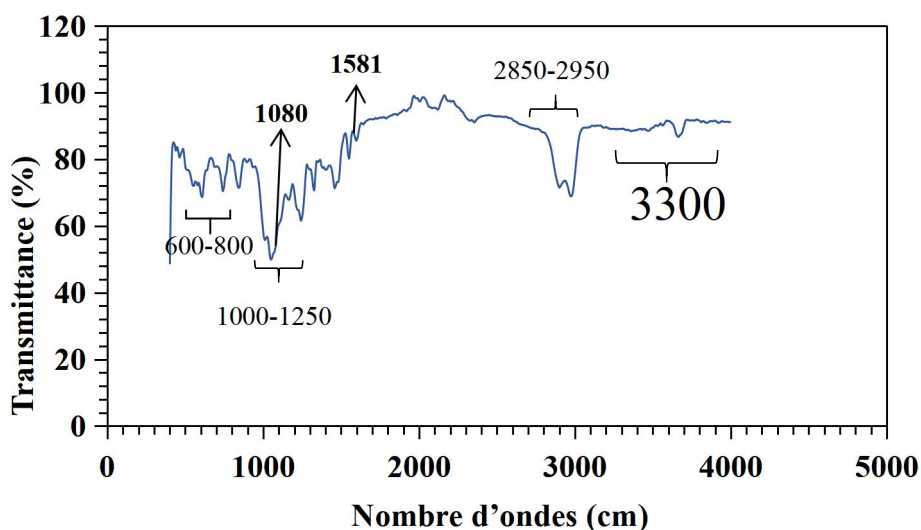


Figure III.5 : Spectres FTIR du colorant GY

- Dans la zone $1250\text{--}1000\text{ cm}^{-1}$, plusieurs bandes associées à des vibrations $\nu(\text{C-N})$ ou $\nu(\text{C-O})$ ont été détectées, ou à des déformations du noyau aromatique [68].
- Une bande entre 1200 et 1050 cm^{-1} correspond à la vibration asymétrique $\nu(\text{S=O})$ des groupes sulfonates ($-\text{SO}_3\text{H}$), s'ils sont présents dans la molécule [68].
- Enfin, des bandes observées entre 800 et 600 cm^{-1} sont souvent liées aux déformations hors plan C-H et renseignent sur le type de substitution du noyau aromatique [70].

III.4. Étude photocatalytique du catalyseur NBT

III.4.1. Effet de la lumière artificielle du laboratoire sur le colorant

La Figure III.8 montre que le rapport de concentration C_t/C_0 reste presque constant sur une durée de 180 minutes (3 heures).

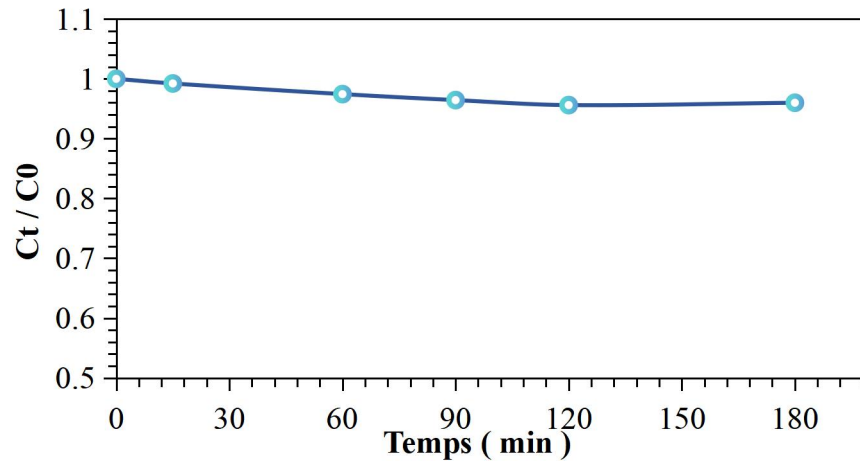


Figure III.6 : Évolution de l'absorbance du colorant GY en présence de catalyseur NBT sous lumière artificielle

La lumière blanche artificielle du laboratoire, de faible intensité et pauvre en UV, ne permet pas une activation efficace du catalyseur. Le système ne montre aucune réelle dégradation du colorant, même sur une très longue durée. Cela confirme que la lumière du laboratoire seule n'est pas suffisante pour initier efficacement le processus photocatalytique avec catalyseur NBT.

III.4.2. Dégradation du colorant en présence de NBT sous irradiation solaire

Le rapport de concentration C_t/C_0 diminue de 1 jusqu'à environ 0.83 après 180 minutes (3 heures).

La courbe présente une lente diminution, indiquant une certaine dégradation du colorant, celle-ci reste limitée dans le temps et peu prononcée.

Sur 3 heures, la dégradation est partielle, ce qui reflète une faible efficacité photocatalytique.

La lenteur de la réaction peut s'expliquer par une activité catalytique modeste du NBT, une recombinaison rapide des charges ou un manque d'intensité lumineuse suffisante dans certaines plages du spectre solaire.

En résumé, la photocatalyse est fonctionnelle, mais le rendement est faible et le processus est lent, ce qui limite son intérêt pour un traitement rapide ou à grande échelle.

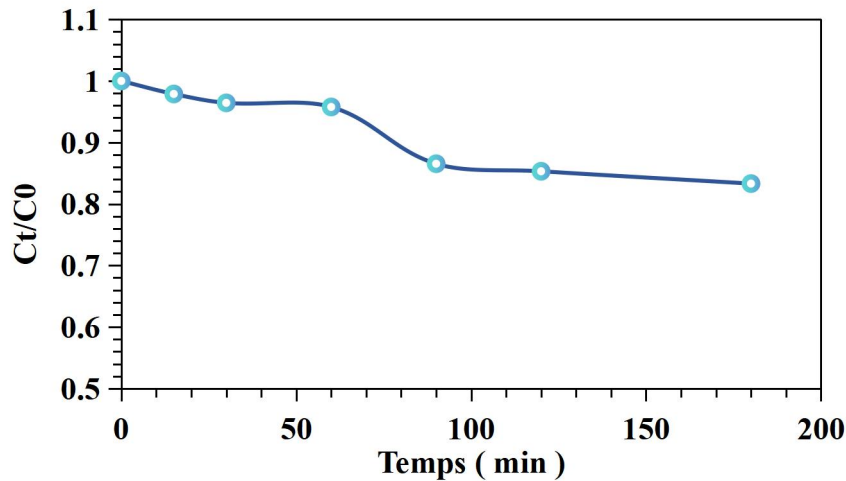


Figure III.7 : Évolution de l'absorbance du colorant GY en présence de catalyseur NBT sous irradiations solaires

III.5. Étude paramétrique en piézocatalyse

Pour optimiser la dégradation d'un colorant cationique textile GY en piézocatalyse, une étude paramétrique a été menée en faisant varier trois facteurs : le pH du milieu, la concentration en catalyseur, et la concentration initiale du colorant.

III.5.1. Influence du pH

Le traitement du colorant textile par procédé piézocatalytique est réalisé dans les conditions opératoires suivant : concentration en polluant 10 mg/L, dose de NBT 1g/L et pH 2, 6 et 10. Un taux d'élimination de 85 %, 76 % et 69 % est observé pour le pH 10, pH 6 et pH 2 respectivement, durant le traitement du colorant, Figure III.10. Le pH 10 est retenu comme valeur optimale pour la suite des essais. Le milieu basique favorise l'adsorption du colorant (chargé positivement) sur la surface du catalyseur (chargée négativement) et stimule la formation de radicaux hydroxyles réactifs.

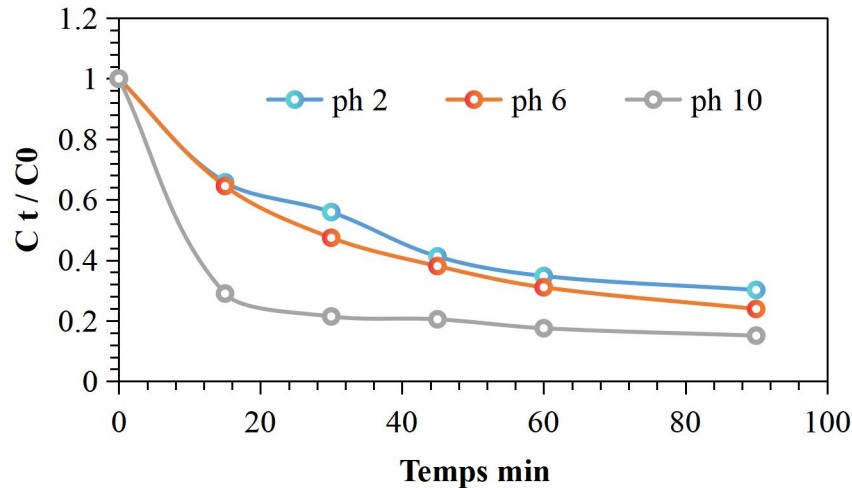


Figure III.8 : Effet du pH sur la dégradation du colorant GY.

III.5.2. Influence de la concentration en catalyseur

Le dégradation du GY par procédé piézocatalytique est réalisé dans les conditions opératoires suivant : pH 10, concentration en polluant 10 mg/L, dose de NBT 0,1, 0,55 et 1g/L. Cette étude montre que l'efficacité augmente avec la quantité de catalyseur NBT, un rendement de 79 % d'élimination à 0,1 g/L, 81 % à 0,55 g/L, et 85 % à 1 g/L. Une concentration plus élevée en catalyseur offre davantage de sites actifs pour l'adsorption et la réaction, ce qui accélère la dégradation. La valeur 1 g/L est considérée pour la suite des tests.

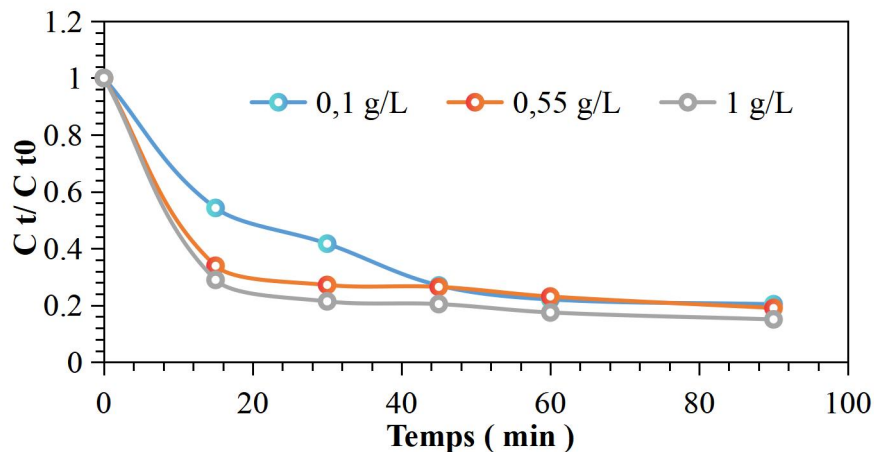


Figure III.9 : Effet de la concentration en catalyseur sur la dégradation du colorant GY

III.5.3. Influence de la concentration en colorant

Le traitement du colorant textile par procédé piézocatalytique est réalisé dans les conditions opératoires suivant : pH 10, la dose de NBT 1g/L et concentration en polluant 5.10 et 15 mg/. Le

taux d'élimination atteint 93 % à 5 mg/L, contre 85 % à 10 mg/L et seulement 88 % à 15 mg/L. Une concentration trop élevée en polluant peut saturer les sites catalytiques et ralentir la réaction par effet de compétition ou d'inhibition. La concentration 5 mg/L en polluant est retenue comme valeur optimale.

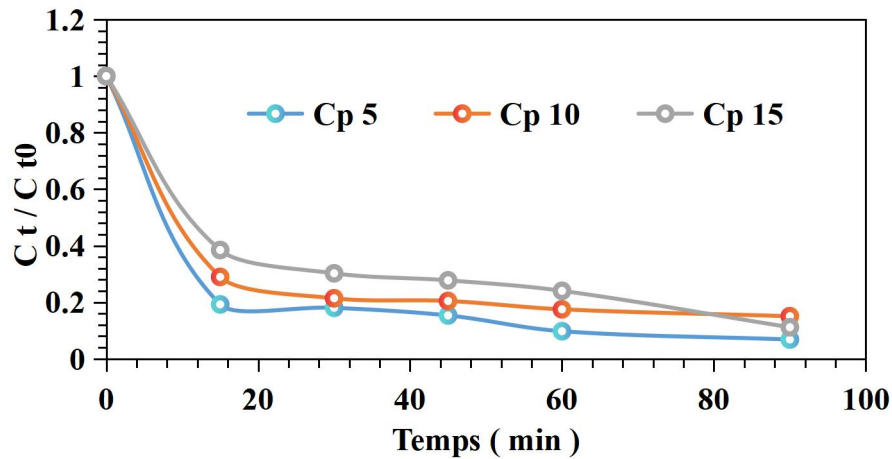


Figure III.10 : Effet du concentration de catalyseur sur le phénomène dégradation

III.6. Cinétique de dégradation du colorant textile par piézocatalyse

La cinétique de dégradation du polluant GY par piézocatalyse est examinée dans les conditions optimales suivantes : pH = 10, 1 g/L de NBT, et 5 mg/L de polluant. L'évolution de la concentration résiduelle en colorant en fonction du temps est suivie par UV-Visible Figure(III.13). Un taux d'élimination de 93 % est examiné après s 90 minutes.

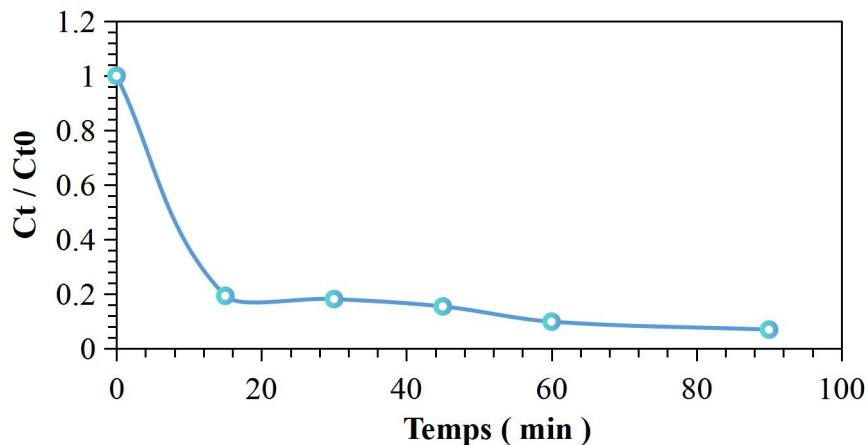


Figure III.11: Le taux d'élimination du colorant GY dans les conditions optimales

III.7. Optimisation et modélisation des conditions expérimentales par le plan

Box-Behnken

Un plan de Box Behnken à trois facteurs a été utilisé dans cette étude. 15 séries expérimentales ont été générées par le PBB en combinant différentes valeurs de pH (X1), de concentration en polluant (X2) et de concentration en catalyseur (X3). Les résultats ont permis de construire un modèle mathématique de type quadratique, d'analyser les effets des facteurs et de déterminer les conditions expérimentales optimales pour maximiser la dégradation du polluant. Les résultats sont présentés dans le tableau III.2.

Tableau III.2 : La matrice d'expériences de plan Box-Behnken

Code	X1	X2	X3	y obs	y prev
0--	0	-1	-1	13,116531	13,19983
-0-	-1	0	-1	11,165312	10,661438
+0-	1	0	-1	69,02439	68,371465
0+-	0	1	-1	8,7082204	8,791519
--0	-1	-1	0	30,460705	30,685672
+--0	1	-1	0	63,739837	64,009972
0	0	0	0	23,577236	23,934403
0	0	0	0	23,00813	23,934403
0	0	0	0	24,227642	23,934403
-+0	-1	1	0	18,897922	19,168056
110	1	1	0	52,267389	52,492356
0-+	0	-1	1	31,219512	30,641113
-0+	-1	0	1	25,663957	25,672729
+0+	1	0	1	83,224932	83,382757
0++	0	1	1	21,95122	21,37282

III.7.1. Qualité du modèle

- ❖ $R^2 = 0,999089$: indique que plus de 99,9 % de la variabilité des données est expliquée par le modèle.
- ❖ R^2 ajusté = 0,998177 : confirme l'excellente adéquation du modèle.
- ❖ RMSE = 1,0255 : montre une faible erreur de prédiction.
- ❖ Nombre d'observations = 15

III.7.2. Modélisation mathématique

Les résultats expérimentaux ont permis de proposer un modèle mathématique quadratique décrivant l'évolution de la réponse Y2 en fonction des variables X1, X2 et X3. L'équation du modèle est la suivante :

$$Y2 = 23,9344 + 16,6621X1 + 7,5056X3 - 3,4191X2 + 23,0876X1^2 - 5,4330X2^2 - 1,2149X3X2 + 12,1928X1X3^2 - 2,3396X2X1^2$$

Les coefficients indiquent les effets linéaires, quadratiques et les interactions entre les variables.

Le tableau ci-dessous résume les estimations :

Tableau III.3 : Récapitulatif des effets significatifs sur Y2

Terme	Constante	X1	X2	X3	X1*X1
Estimation	23,934403	16,66215	-3,419151	7,5056459	23,087694
	X2*X2	X2*X3	X1*X3*X3		X1*X1*X2
	-5,433083	-1,214995	12,192864		-2,339657

III.7.3. Interprétation des coefficients

❖ **Effets linéaires**

X1 (pH) : Effet fortement positif (+16,66). Une augmentation du pH favorise considérablement l'efficacité du traitement. Cela peut s'expliquer par une meilleure déprotonation des sites actifs du catalyseur à pH alcalin.

X2 (polluant) : Effet négatif (-3,42). Une augmentation de la concentration du polluant diminue l'efficacité, probablement en raison de la saturation des sites catalytiques ou d'un effet d'inhibition.

X3 (catalyseur) : Effet positif (+7,51). L'augmentation de la quantité de catalyseur améliore la dégradation du polluant par accroissement du nombre de sites actifs disponibles.

❖ **Effets quadratiques**

X1² (pH²) : Coefficient très élevé (+23,09), traduisant une forte non-linéarité. L'optimum se situe à pH élevé .

X_2^2 (polluant²) : Coefficient négatif (-5,43), indiquant une décroissance de la réponse aux fortes concentrations du polluant.

❖ **Effets d'interaction**

$X_3 * X_2$: Effet négatif (-1,21), suggérant qu'un excès simultané de catalyseur et de polluant peut provoquer un phénomène de compétition ou de déséquilibre stœchiométrique.

$X_1 * X_3^2$: Interaction très significative (+12,19), indiquant que le pH influence fortement l'effet de la concentration du catalyseur de manière synergique.

$X_1^2 * X_2$: Interaction quadratique défavorable (-2,34) entre pH^2 et polluant, ce qui peut traduire un comportement inhibiteur du polluant à pH élevé.

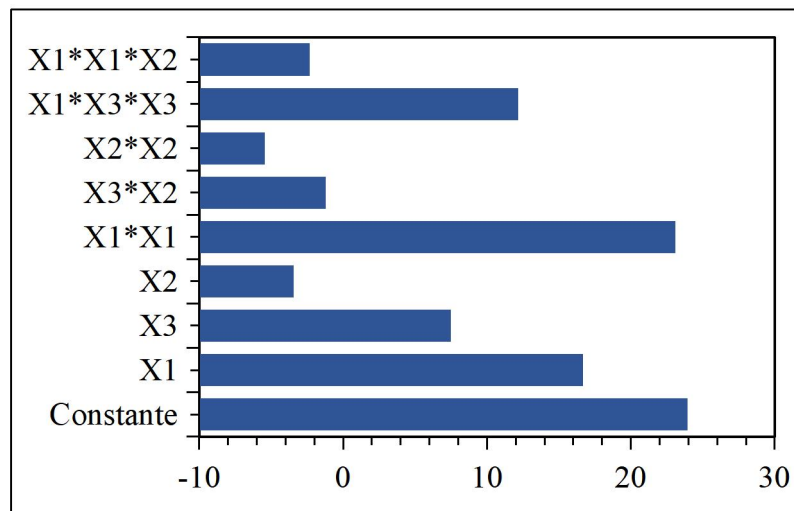


Figure III.12 : Histogramme des effets principaux des facteurs

III.7.4. Analyse de la réponse Y2 (rendement de dégradation)

➤ **Profils de réponse et de désirabilité**

Les profils de réponse illustrent la variation de la réponse Y2 et de la fonction de désirabilité en fonction des variables étudiées. La valeur optimale prédite de Y2 est de 85,61 %, avec un intervalle de confiance compris entre 84,24 % et 86,98 %, ce qui reflète une bonne précision du modèle.

Les conditions optimales codées sont :

* $X_1 = 1$ (pH élevé)

* $X_2 = -0,615$ (concentration de colorant faible)

* X3= 1 (concentration de catalyseur élevée)

La fonction de désirabilité atteint une valeur de 0,9748, proche de 1, ce qui indique que les conditions expérimentales permettent d'atteindre la dégradation maximale

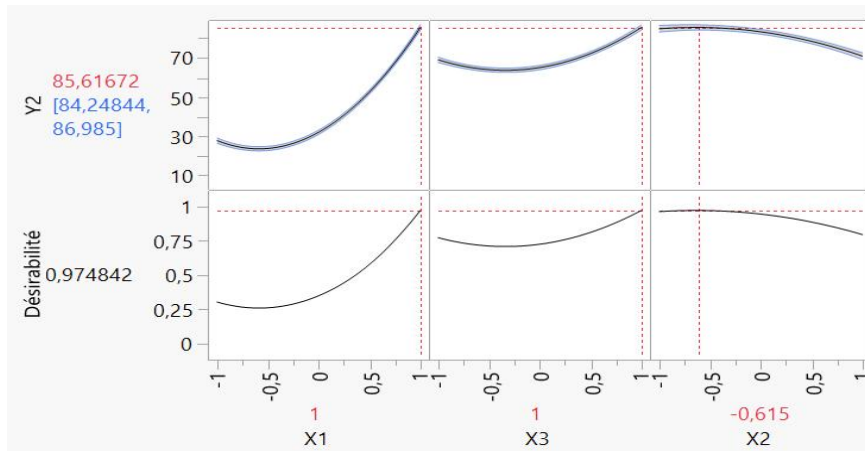


Figure III.13 : Profils de prévision de la réponse Y2 en fonction de X1, X2 et X3

III.7.5. Graphiques de contours iso-réponses

➤ Diagramme 1

Ce graphe montre que l'efficacité Y2 est maximale à pH = 10 (X1 = +1) et polluant = 5 mg/L (X2 = -1), atteignant environ 80 % de rendement. Lorsque le pH diminue à 2 (X1 = -1) et que le polluant augmente à 15 mg/L (X2 = +1), le rendement chute en dessous de 40 %. Cela confirme que le milieu acide et une forte pollution dégradent considérablement l'efficacité catalytique.

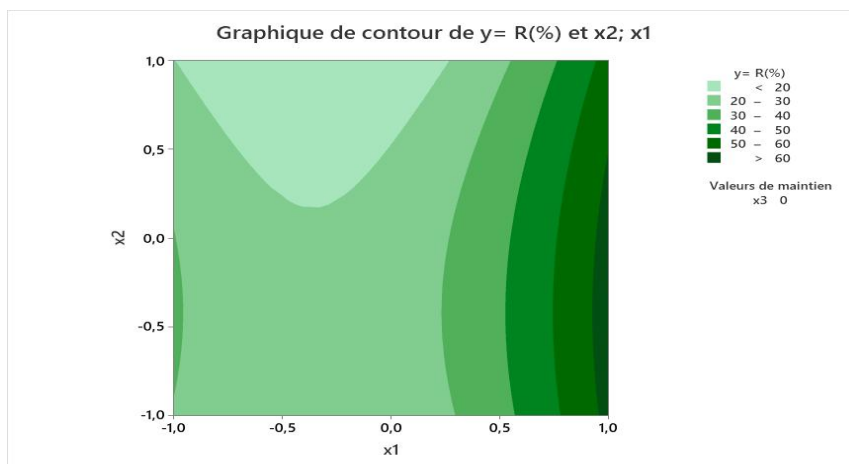


Figure III.14 : Effet du pH (X1) et de la concentration du polluant (X2) à concentration du catalyseur constante (X3 = 0, soit 0,55 g/L)

➤ **Diagramme 2**

Ce graphe met en évidence un effet positif du pH sur le rendement Y2. À faible pH ($X1 = -1$, soit pH = 2), l'efficacité est faible, même avec un catalyseur élevé. Cependant, en augmentant le pH à 10 ($X1 = +1$), le rendement s'améliore fortement, surtout avec $X3 = 1$ g/L. Le rendement maximal observé ici atteint près de 85 %. Le pH basique optimise donc les conditions de surface du catalyseur, augmentant la dégradation du polluant lorsque le catalyseur est également en quantité suffisante.

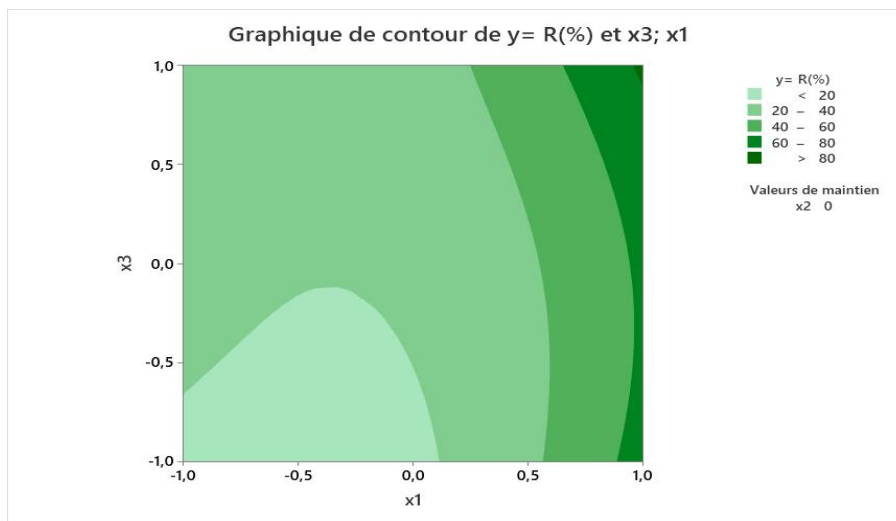


Figure III.15 : Effet du pH ($X1$) et de la concentration du catalyseur ($X3$) à concentration du polluant constante ($X2 = 0$, soit 10 mg/L)

➤ **Diagramme 3**

Ce graphe montre que le rendement Y2 augmente clairement avec l'augmentation de la concentration du catalyseur ($X3$), passant de 0,1 à 1 g/L. À l'inverse, une hausse de la concentration du polluant ($X2$) de 5 à 15 mg/L entraîne une diminution significative du rendement. Le meilleur rendement est obtenu lorsque $X2 = 5$ mg/L (codé -1) et $X3 = 1$ g/L (codé +1), avec un pH constant de 6. Dans ces conditions, le rendement atteint environ 75–80 %. Cela indique que plus la charge organique est faible et le catalyseur élevé, meilleur est le rendement à pH neutre.

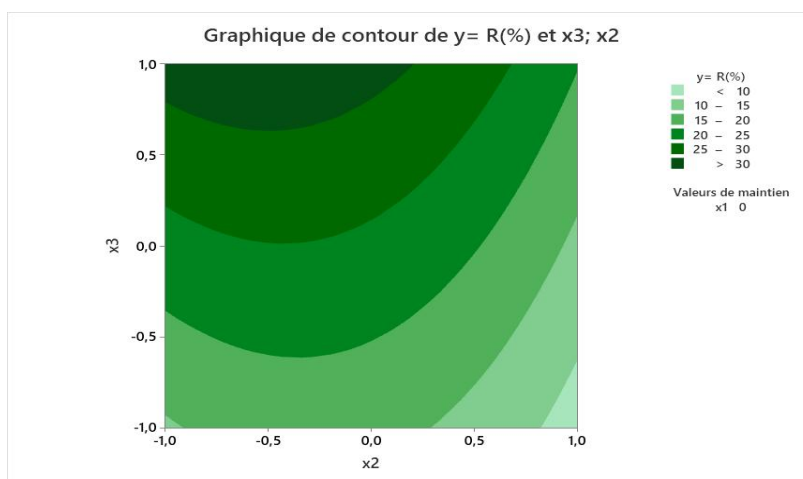


Figure III.16 : Effet de la concentration du polluant (X_2) et du catalyseur (X_3) à pH constant ($X_1 = 0$, soit pH = 6)

➤ Conclusion

L'ensemble des trois graphes montre que le rendement optimal est atteint lorsque :

pH = 10 ($X_1 = +1$)

Concentration en polluant = 5 mg/L ($X_2 = -1$)

Concentration en catalyseur = 1 g/L ($X_3 = +1$)

Dans ces conditions, le rendement prédit est de 85,62 %, avec une désirabilité de 0,9748, ce qui constitue la combinaison la plus favorable selon le modèle obtenu.

Conclusion Générale

Conclusion générale

La pollution des eaux par les colorants synthétiques représente un problème environnemental majeur. Face aux limites des méthodes classiques de traitement, la piézocatalyse apparaît comme une solution innovante, efficace et respectueuse de l'environnement.

Dans ce travail, nous avons étudié les performances du $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$ (NBT), un catalyseur piézoélectrique sans plomb à structure pérovskite, pour la dégradation du colorant Golden Yellow. Le NBT a été synthétisé, caractérisé par différentes techniques (DRX, FTIR, MEB/EDX, pHzc), puis testé dans des conditions optimisées par un plan expérimental Box-Behnken.

Les résultats obtenus ont montré une bonne efficacité du NBT en piézocatalyse, avec un rendement de dégradation satisfaisant. Ce catalyseur s'est révélé stable, actif et adapté au traitement des effluents colorés.

Ce mémoire met en évidence le potentiel des matériaux piézoélectriques, notamment ceux sans plomb, dans les procédés de traitement avancé des eaux usées. Des recherches complémentaires pourraient porter sur la réutilisation du catalyseur, son application à d'autres polluants, ou encore le développement de systèmes à plus grande échelle.

Références bibliographiques

- [1] Dalhaton, S. (2014) Application des techniques d'oxydation avancée pour la dépollution des effluents organiques dans les eaux de rejet industriels : cas des savonneries. Thèse de doctorat, Université de Grenoble.
- [2] Rajgopalan, S. (1995) Water pollution problem in the textile industry and control. In: Trivedy, R.K. (ed.) Pollution. Karad, India, pp. 21–44.
- [3] Routh, T. (1998) Anaerobic treatment of vegetable tannery wastewater by UASB process. *Journal of Environmental Protection*, pp. 115–123.
- [4] Ali, M. and Sreekrishnan, T. (2001) Aquatic toxicity from pulp and paper mill effluents – a review. *Advances in Environmental Research*, pp. 175–196.
- [5] Kolpin, D.W. et al. (2002) Pharmaceuticals, hormones, and other organic wastewater contaminants in US streams: A national reconnaissance. *Environmental Science & Technology*, 36(6), pp. 1202–1211.
- [6] Bizani, E., Fytianos, K., Poulios, I. and Tsiridis, V. (2006) Photocatalytic decolorization and degradation of dye solutions and wastewaters in the presence of TiO₂. *Journal of Hazardous Materials*, 136(1), pp. 85–94.
- [7] Puthiya, V.N., Rajan, G. and Srikrishnaperumal, T.R. (2013) Degradation of dyes from aqueous solution by Fenton processes: A review. *Environmental Science and Pollution Research*, 20, pp. 2099–2132.
- [8] Abazied, S.H. (2016) Basics in colors, dyes and pigments chemistry: A review. *Chemistry International*, 2(1), pp. 29–36.
- [9] Encyclopaedia Universalis (2008) Encyclopaedia Universalis. Paris: Encyclopaedia Universalis France.
- [10] Reife, R. and Freeman, H.S. (1996) *Environmental Chemistry of Dyes and Pigments*. New York: Wiley-Interscience.
- [11] Puthiya, V.N., Rajan, G. and Srikrishnaperumal, T.R. (2013) Degradation of dyes from aqueous solution by Fenton processes: A review. *Environmental Science and Pollution Research*, 20, pp. 2099–2132.
- [12] Alchem Chemical Co. (2020) Fiche technique – Basic Yellow 28. Alchem.
- [13] Society of Dyers and Colourists (2019) Colour Index International, Basic Yellow 28 (CI 48054).

Références bibliographiques

- [14] PubChem (2025) Basic Yellow 28 – CID 104397. National Center for Biotechnology Information. Available at: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/104397> (Accessed: May 2025).
- [15] Wiley-VCH (2020) Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 7th ed. Entry: Basic Yellow 28.
- [16] Rawat, P., Sharma, A. and Mehta, R. (2019) Solubility of cationic dyes in aqueous systems. *Journal of Molecular Liquids*, 279, pp. 273–281.
- [17] Society of Dyers and Colourists (2015) *Textile Dyes Handbook*. SDC.
- [18] Puthiya, V.N., Rajan, G. and Srikrishnaperumal, T.R. (2013) Degradation of dyes from aqueous solution by Fenton processes: A review. *Environmental Science and Pollution Research*, 20, pp. 2099–2132.
- [19] Reife, R. (1993) Dyes and their degradation products. *Environmental Science & Technology*, 27(4), pp. 761–768.
- [20] DyStar Textiles (2020) Technical Data Sheet – Basic Yellow 28. DyStar Group.
- [21] European Chemicals Agency (2025) Substance Evaluation Report – Basic Yellow 28. Available at: <https://echa.europa.eu/> (Accessed: May 2025).
- [22] Sánchez-Rodríguez, A. et al. (2021) Dye toxicity in aquatic organisms. *Environment International*, 153, 106530.
- [23] Ganaie, R.J., Rafiq, S. and Sharma, A. (2023) Recent advances in physicochemical methods for removal of dye from wastewater. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 1110, 012040.
- [24] Samsami, S. et al. (2024) Comprehensive review of industrial wastewater treatment techniques. *Environmental Science and Pollution Research*.
- [25] Hai, F.I., Yamamoto, K. and Fukushi, K. (2007) Hybrid treatment systems for dye wastewater. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology*, 37(4), pp. 315–377.
- [26] Esplugas, S. et al. (2007) Ozonation and advanced oxidation technologies to remove endocrine disrupting chemicals and pharmaceuticals in water effluents. *Journal of Hazardous Materials*, 149(3), pp. 631–642.

Références bibliographiques

- [27] Babuponnusami, A. and Muthukumar, K. (2014) A review on Fenton and improvements to the Fenton process for wastewater treatment. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 2, pp. 557–572.
- [28] Yasar, A. and Yousaf, S. (2012) Solar-assisted photo-Fenton for cost-effective degradation of textile effluents in comparison to AOPs. *Global NEST Journal*, 14, pp. 477–486.
- [29] Schneider, M. et al. (2014) *Advanced Oxidation Processes for the Removal of Pollutants*. Amsterdam: Elsevier.
- [30] von Gunten, U. (2003) Ozonation of drinking water: Part I. Oxidation kinetics and product formation. *Water Research*, 37(7), pp. 1443–1467.
- [31] Fessi, N. (2018) Intensification de la dégradation de polluants organiques par photocatalyse dans des émulsions de Pickering. Thèse de doctorat, Université de Lyon, Université de Gabès.
- [32] Tu, S. et al. (2020) Piezocatalysis and piezo-photocatalysis: Catalyst classification, modification strategies, mechanisms, and applications. *Advanced Functional Materials*, 30, 2005158.
- [33] Curie, J. and Curie, P. (1880) Développement par compression de l'électricité polaire dans les cristaux hémihédres à faces inclinées. *Bulletin de Minéralogie*, 3, pp. 90–93.
- [34] Futura-Sciences (2025) Piézoélectricité : qu'est-ce que c'est ?. Available at: <https://www.futura-sciences.com/>
- [35] Marzencki, M. (2007) Conception de micro-générateurs intégrés pour systèmes sur puce autonomes. Thèse de doctorat, Université Joseph Fourier.
- [36] Nouria, H. (2008) Contribution à la conception d'un micro-convertisseur d'énergie mécanique vibratoire en énergie électrique. Thèse de doctorat, Université de Franche-Comté.
- [37] Sahraoui, L. (Magister) Génération et détection des ondes de volume dans les structures piézoélectriques et modélisation d'un échographe à ultrasons. Université de Batna.
- [38] Goujon, L. (1999) Étude des composites piézo-électriques 1.3 pour applications électroacoustiques sous-marines. Thèse de doctorat, INSA de Lyon.
- [39] Kalhori, H. (2023) Contribution piézoélectrique au processus de dégradation catalytique des colorants organiques à l'aide de nanoparticules de catalyseurs BaTiO₃. Thèse de doctorat, INRS.
- [40] Kingon, A.I., Terblanche, P.J. and Clark, J.B. (1982) *Ceramics Intn*, 8, p. 108.
- [41] Dorcet, V. (2008) Thèse de doctorat, Université de Limoges, n°01.

Références bibliographiques

- [42] Tu, S. et al. (2020) Piezocatalysis and piezo-photocatalysis: classification and application. *Advanced Functional Materials*, 30, 2005158.
- [43] Millon, C. (2003) Contributions à l'étude de procédés de réalisation de structures métal/PZT/métal sur silicium pour microsystèmes piézoélectriques. Thèse de doctorat, INSA Lyon.
- [44] Aydi, A. (2005) Élaboration et caractérisations diélectriques de céramiques ferroélectriques et/ou relaxeurs de formule $M\text{SnO}_3\text{-NaNbO}_3$ ($M = \text{Ba}, \text{Ca}$). Thèse de doctorat, Université de Sfax.
- [45] Xiong, L. et al. (2024) Piezocatalytic techniques and materials for degradation of organic pollutants: A review. *Environmental Research*, 252, 117087.
- [46] Haddouf, K. (2018) Étude structurale d'une solution solide. Mémoire de Master, Université Mohamed Khider, Biskra.
- [47] Rodel, J. et al. (2009) Perspective on the development of lead-free piezoceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, 92, pp. 1153–1177.
- [48] Guo, Y. et al. (2023) Piezocatalysis: A promising alternative route for CO_2 reduction. *Journal of CO_2 Utilization*, 70, 102360.
- [49] Zhang, J. et al. (2021) Hydrogen generation and degradation of organic dyes by new piezocatalytic materials. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 13(15), pp. 17850–17859.
- [50] Yu, S., Zhang, J. and Huang, J. (2021) Piezoelectric disinfection of water co-polluted by bacteria and organic pollutants. *ACS ES&T Water*, 1(5), pp. 1167–1175.
- [51] Li, Z. et al. (2024) Advancements and opportunities in piezo-(photo)catalytic synthesis of value-added chemicals. *Reaction Chemistry & Engineering*, 9(3), pp. 591–610.
- [52] Elidrissi, A., Krim, O. and Ousslimane, S. (2008) Effect of sequence concentrations on segmented polyurethanes properties. *Pigment & Resin Technology*, 37(2), pp. 73–79.
- [53] Cassel, B., Twombly, B. and Summers, F. (1995) Thermal analysis methods to analyze automotive recyclat. pp. 10–16.
- [54] Fagel, N. (2005) Géologie des argiles, Chapitre 3. Université de Liège.
- [55] Choy, J., Han, Y. and Kim, J. (1995) Hydrolyse co-precipitation route to piezoelectric oxide $\text{Pb}(\text{Zr},\text{Ti})\text{O}_3$ (PZT). *Journal of Materials Chemistry*, 5, pp. 65–69.
- [56] Rao, K.R.M., Prasada Rao, A.V. and Komareneni, S. (1996) Reactive PZT precursor powder by coprecipitation. *Materials Letters*, 28, pp. 463–467.

Références bibliographiques

- [57] Eryaud, L. et al. (1981) Influence of the initial lead content on the properties of doped PZT ceramics prepared by wet or dry methods. *Ferroelectrics*, 34, pp. 133–138.
- [58] Ferreira, S. et al. (2007) Box-Behnken design: An alternative for the optimization of analytical methods. *Analytica Chimica Acta*, 597(2), pp. 179–186.
- [59] Cullity, B.D. and Stock, S.R., 2001. *Elements of X-Ray Diffraction*. 3rd ed. Upper Saddle River, NJ: Prentice Hall.
- [60] Depero, L.E., Sangaletti, L., Parmigiani, F., Giulotto, E. and Rollandi, L., 1997. Structural modeling based on the oxygen sublattice features in the Perovskite family. *Materials Research Society Symposium Proceedings*, 453, pp.461–466.
- [61] Lütke, S.F., Igansi, A.V., Pegoraro, L., Dotto, G.L., Pinto, L.A.A. and Cadaval, T.R.S., 2019. Preparation of activated carbon from black wattle bark waste and its application for phenol adsorption. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 7(5), p.103396.
- [62] Lowell, S., Shields, J.E., Thomas, M.A. and Thommes, M., 2004. *Characterization of porous solids and powders: surface area, pore size and density*. Dordrecht: Springer.
- [63] Jones, G. O. and Thomas, P. A. (2002). Investigation of the structure and phase transitions in the novel A-site substituted distorted perovskite $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$. *Acta Crystallographica Section B*, 58(2), pp. 168–178.
- [64] Suchanicz, J., Kusz, J., et al. (2011) ‘Raman and infrared spectroscopy of $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$ – BaTiO_3 ceramics’, *Journal of Electroceramics*, 26(1-4), pp. 76–80.
- [65] Dawson, J.A., et al. (2015) ‘Defect chemistry and oxygen transport in $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$ perovskites: A first-principles study’, *Journal of Materials Chemistry A*, 3(18), pp. 9907–9916.
- [66] Chem LibreTexts (2023) IR Spectrum Table by Functional Group. Available at: <https://chem.libretexts.org> (Accessed: 25 June 2025).
- [67] Sharma, A. and Yadav, K.L. (2019) ‘FTIR and Raman study of $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$ – BaTiO_3 system’, *Ceramics International*, 45(1), pp. 342–348.
- [68] Socrates, G., 2004. *Infrared and Raman Characteristic Group Frequencies: Tables and Charts*. Chichester: Wiley.
- [69] Pavia, D.L., Lampman, G.M. & Kriz, G.S., 2014. *Introduction to Spectroscopy*. Boston: Cengage Learning.

Références bibliographiques

[70] Colthup, N.B., Daly, L.H. & Wiberley, S.E., 1990. Introduction to Infrared and Raman Spectroscopy. San Diego: Academic Press

Annexe

➤ Synthèse du catalyseur NBT

Synthèse de 20 g de NBT

Masse molaire des composés :

- $\text{Na}_2\text{CO}_3 = 105.98 \text{ g/mol}$
- $\text{TiO}_2 = 79.87 \text{ g/mol}$
- $\text{Bi}_2\text{O}_3 = 465.92 \text{ g/mol}$
- $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TO}_3 = 211.855$

Tableau 1 : Détermination des masses des réactifs nécessaires pour la synthèse du NBT

Réactif	Masse nécessaire (g)
Na_2CO_3	2.5
TiO_2	7.45
Bi_2O_3	11
NBT	20

➤ pHpzc (point de charge zéro)

Le tableau ci-dessous présente les données expérimentales ayant permis de déterminer le point de charge nulle (PHZC) du catalyseur NBT

Tableau 2 : Valeurs de pH initial et final pour la détermination du point de charge nulle (PHZC) du NBT

PH initial	2	4	6	8	10	12
pH final	2.07	4.7	6.6	6.67	7.17	11.31

➤ Balayage spectral

Les données suivantes présentent l'absorbance du colorant Golden Yellow en fonction des longueurs d'onde.

Annexe

Tableau 3 : Absorbance du colorant Golden Yellow en fonction de la longueur d'onde.

Abscis	abs
762	0,0516
600	0,0525
439	1,1664
298	0,163
257	0,4403

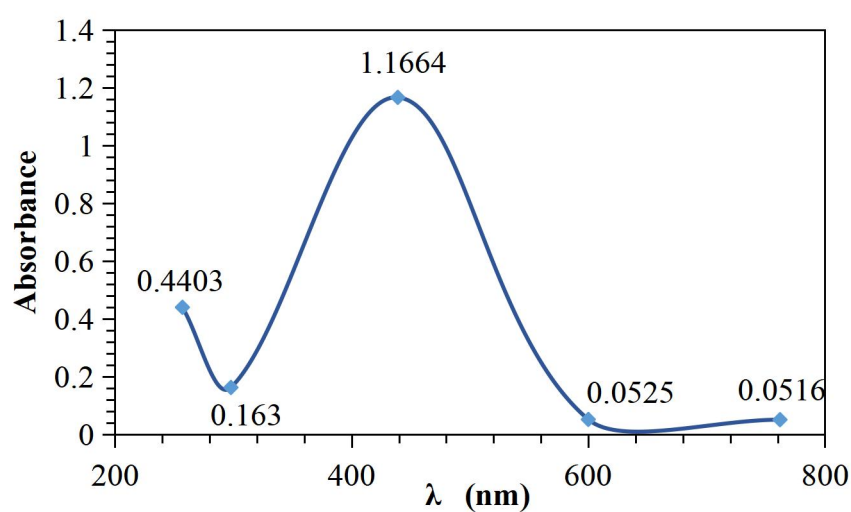


Figure 1 : Spectre d'absorption UV-Visible du colorant Golden Yellow, concentration du colorant 30 mg/L

➤ Courbe d'étalonnage

Les absorbances mesurées du colorant Golden Yellow en fonction des concentrations sont regroupées dans le tableau suivant.

Tableau 4 : Relation entre l'absorbance et la concentration du colorant Golden Yellow.

c mg/L	abs
0	0
5	0,1798
10	0,348
15	0,5762

Annexe

20	0,7629
25	0,9133
30	1,18

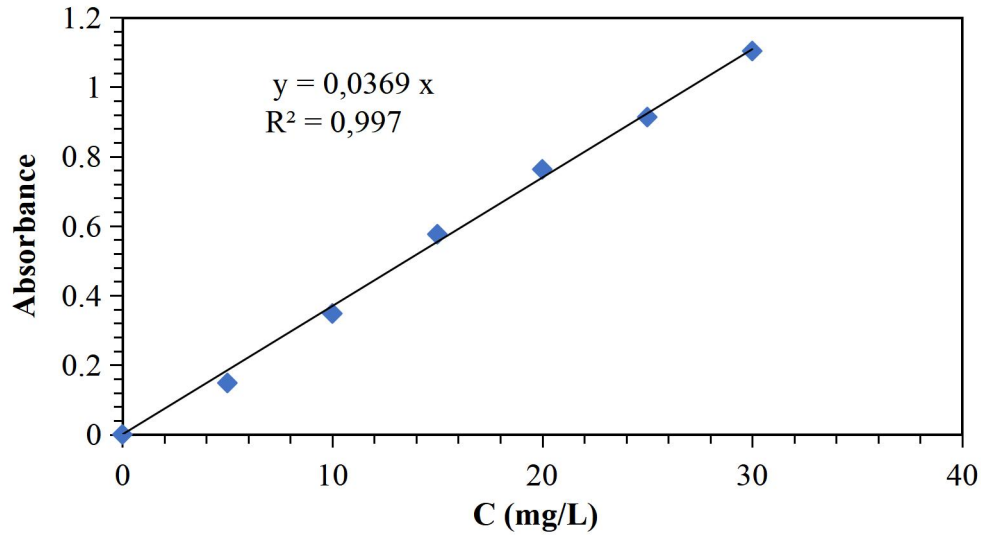


Figure III.7 : Courbe d'étalonnage du colorant Golden Yellow

➤ Cinétique d'adsorption

Le tableau suivant montre l'évolution de concentration du colorant Golden Yellow en fonction du temps lors de l'adsorption.

Tableau 5 : Évolution de la concentration du colorant Golden Yellow au cours du temps par adsorption (C_t/C_0).

temps	C	C_t/C_0
0	5	1
15	4.859078591	0.997219132
30	4.441734417	0.911568409
60	4.764227642	0.977753059
120	4.669376694	0.958286986
180	4.642276423	0.95272525
1440	4.672086721	0.958843159

Annexe

➤ Photocatalyse

Les données suivantes montrent l'évolution de la concentration du colorant au cours du temps lors de la photocatalyse réalisée sous irradiations solaires.

Tableau 6 : Photocatalyse du NBT sous irradiations solaires

t min	c	c/c0
0	5	1
15	4.769647696	0.978865406
30	4.699186992	0.964404894
60	4.666666667	0.957730812
90	4.216802168	0.865406007
120	4.157181572	0.853170189
180	4.059620596	0.833147942

Les données ci-dessous correspondent à la variation de concentration du colorant Golden Yellow au cours du temps sous la lumière blanche

Tableau 7 : Photocatalyse du NBT sous la lumière du laboratoire

t min	Ct	Ct/C0
0	5	1
15	4.834688347	0.992213571
60	4.390243902	0.901001112
90	4.74796748	0.974416018
120	4.699186992	0.964404894
150	4.658536585	0.956062291
180	4.677506775	0.959955506

➤ Etude paramétrique

Annexe

Effet du pH :

Les résultats suivants illustrent l'influence du pH de la solution sur l'efficacité de dégradation du colorant par piézocatalyse.

Tableau 8 : Effet du pH sur la dégradation piézocatalytique du colorant Golden Yellow (C_{pt}/C_{p0}).

	ph2	ph6	ph10
T MIN	$C_p t/C_p t_0$	$C_p t/C_p t_0$	$C_p t/C_p t_0$
0	1.00	1.00	1.00
15	0.66	0.64	0.29
30	0.56	0.47	0.21
45	0,41	0.38	0.20
60	0.35	0.31	0.18
90	0.30	0.24	0.15

Effet de la dose de catalyseur :

Les données ci-après présentent l'effet de la quantité de catalyseur NBT utilisée sur le rendement de dégradation du colorant.

Tableau 9 : Influence de la concentration en catalyseur sur la dégradation du colorant (C_{pt}/C_{p0}).

	cp 0,1 g/L	cp 0,55g/L	cp 1g/L
t	$C_p t/C_p t_0$	$C_p t/C_p t_0$	$C_p t/C_p t_0$
0	1	1	1
15	0.543	0.339	0.290
30	0.417	0.272	0.214
45	0.270	0.265	0.205
60	0.221	0.231	0.175
90	0.204	0.191	0.151

Effet de la concentration initiale du polluant

Annexe

Le tableau suivant résume l'effet de la concentration initiale du colorant Golden Yellow sur l'efficacité de sa dégradation.

Tableau 10: Influence de la concentration initiale du colorant Golden Yellow sur son taux de dégradation (C_{pt}/C_{p0}).

	5 mg/L	10 mg/L	15 mg/L
T MIN	$C_p t/C_p t_0$	$C_p t/C_p t_0$	$C_p t/C_p t_0$
0	1	1	1
15	0.19	0.29	0.38
30	0.18	0.21	0.30
45	0.15	0.20	0.28
60	0.09	0.17	0.24
90	0.06	0.15	0.11

Résumé

Résumé

Ce travail porte sur l'étude de la piézocatalyse comme méthode de traitement des eaux colorées, en utilisant le $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$ (NBT), un catalyseur piézoélectrique sans plomb à structure pérovskite. Le NBT a été synthétisé, caractérisé, puis testé pour la dégradation du colorant Golden Yellow. L'optimisation des conditions opératoires a été réalisée par un plan Box–Behnken. Les résultats montrent une bonne efficacité du NBT en piézocatalyse.

Abstact

This study investigates piezo-catalysis for dye wastewater treatment using lead-free $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$ (NBT), a perovskite piezoelectric catalyst. The NBT was synthesized, characterized, and tested for the degradation of Golden Yellow dye. A Box–Behnken design was used to optimize conditions. Results show good piezocatalytic efficiency of NBT.

الملخص

تم في هذا العمل دراسة كفاءة التحفيز البيزوكاتاليتي في إزالة صبغة Golden Yellow من مياه ملوثة، باستخدام الوسيط NBT وهو مركب كهروضغطي خالٍ من الرصاص . جرى تحضيره ودراسة خصائصه بعدة تقنيات، ثم تقييم نشاطه تحت ظروف مختلفة. تم تحسين الظروف التجريبية باستخدام مخطط Box–Behnken وأظهرت النتائج فعالية واضحة لهذا الوسيط في معالجة المياه بطريقة صديقة للبيئة.