



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE ABOU-BEKR BELKAID - TLEMCEM

MEMOIRE

Présenté à :

FACULTE DES SCIENCES – DEPARTEMENT DE CHIMIE

Pour l'obtention du diplôme de :

MASTER EN CHIMIE

Spécialité : Chimie Appliquée

Par: **BOUKLI HACENE NOOR EL-HAYET**
BEKKARA SELMA

Sur le thème

Développement des matériaux de structure pérovskite à base de Titane et de Zircone pour la dégradation de l'ibuprofène

Soutenu le 22 .juin 2022 à Tlemcen devant le jury composé de :

Mme BEDRANE Sumeya
Mme EL KORSO Sanâa
Mr BRIXI NIGASSA
Mohammed El Amine

Professeure
Professeure
MCB

Université de Tlemcen
Université de Tlemcen
Université de Tlemcen

Présidente
Encadrante
Examineur

Année Universitaire : 2021 ~ 2022

Dédicaces

Je dédie ce travail à mes chers parents qui ont toujours été là pour me voir réussir, qui m'ont encouragé et soutenu tout au long de mes études et pour leur présence, leurs énormes efforts, leur amour, leur attention, et surtout pour leurs sacrifices afin de me procurer une atmosphère sereine.

A mon père, à qui je dois ma vie ma réussite et tout mon respect, pour son soutien, son affection et la confiance qu'il m'a accordé.

A la femme qui a souffert sans me laisser souffrir, qui n'a jamais dit non à mes exigences et qui n'a épargné aucun effort pour me rendre heureuse, mon adorable mère.

A ma très chers sœur Djazia ma deuxième maman et mon bras droit, à mon frère, en signe de reconnaissance et de gratitude pour le dévouement et les sacrifices dont vous avez fait toujours preuve à mon égard.

A mes nièces Ranime, Razane et Nelya mon neveu Wassil ma source de joie et de bonheur.

A mon binôme mais avant tout mon amie Noorpour son soutien sa patience et sa compréhension, qui a toujours été là depuis le début de cette aventure.

BEKKARA Selma

Je dédie ce travail à ma famille qui ma dotée d'une éducation
digne, à l'être le plus cher de ma vie, ma mère.

A mon très cher père, et aussi à mon grand-père qui a toujours
été à mes côtés et qui n'a jamais cessé de partager avec moi
son savoir et ses connaissances.

A la mémoire de ma chère grand-mère qui était tout pour moi.

A mon frère et ma sœur qui ont toujours étaient là pour moi.

A tous les membres de ma famille, a tous mes amis et tous
ceux qui m'aiment.

A mon binôme qui est surtout une merveilleuse amie Selma,
qui a toujours été attentionnée, patiente et compréhensive
pendant nos 5 années de formation

BOUKLI HACENE Noor El Hayet

Remerciement

Ce travail a été réalisé au niveau du laboratoire de recherche de catalyse et synthèse en chimie organique LCSCO de l'université de Tlemcen.

Tout d'abord nous remercions nos chers professeurs du master "chimie appliquée " qui nous ont donné une formation de qualité et à Mme BEDRANE Sumeya, professeur à l'UABT pour avoir été notre responsable pendant cette formation, pour son écoute, sa compréhension, sa gentillesse et ses conseils précieux.

Nous remercions Mr CHOUKCHOU-BRAHAM Noureddine, professeur à l'UABT qui nous a accueillis dans son laboratoire de recherche LCSCO à bras ouvert

Nous tenons à remercier M^{me} EL KORSO Sanaa, professeur à l'UABT qui nous a assuré l'encadrement avec compétence et responsabilité ainsi que pour la confiance qu'elle nous a accordé et pour son soutien.

Nous remercions infiniment M^{me} KERMAD Amina, Maître de recherche "A" au Centre de Recherche Scientifique et Technique en Analyses Physico-Chimiques (CRAPC / LCSCO) pour ses conseils précieux, son aide durant tout notre stage.

Nous avons l'honneur d'exprimer nos profondes gratitude à M^{me} BEDRANE Sumeya, Professeure à l'UABT, de nous avoir fait l'honneur de présider le Jury de ce mémoire de Master.

Nous tenons à remercier MrBRIXI NIGASSA Mohammed El Amine, Maître de conférences B, d'avoir accepté de juger ce travail.

Nous tenons à remercier vivement les doctorantes du LCSCO plus particulièrement Senouci Bereksi Nadia pour sa disponibilité, ses conseils et son aide ainsi que CHOUKCHOU Zineb et DIB Nihel.

Nous associons à ces remerciements l'ensemble du personnel du laboratoire pour leur aide et leur gentillesse.

Nous remercions vivement tous ceux qui de près ou de loin ont contribué d'une manière ou d'une autre à la réalisation de ce mémoire.

Sommaire

Introduction générale.....	1
Chapitre I : Partie bibliographique	
I.1 Généralités sur les pérovskites.....	3
I.1.1 Introduction.....	3
I.1.2 Description de la structure pérovskite.....	3
I.1.2.1 Pb (Zr _x Ti _{1-x})O ₃ « PZT ».....	4
I.1.2.2 Ba (Zr _x Ti _{1-x})O ₃ « BZT ».....	5
I.2 Définition de la piézoélectricité.....	6
I.3 Les méthodes d'élaboration des matériaux pérovskites.....	6
I.3.1 Synthèse par voie solide.....	6
I.3.2 Synthèse par voie liquide ou chimique.....	7
I.3.2.1 Co-précipitation.....	7
I.3.2.2 Hydrothermale.....	8
I.3.3.3 Le procédé Sol-Gel.....	8
I.4 Applications Catalytiques.....	9
I.4.1 Photocatalyse.....	9
I.4.2 Piézocatalyse.....	10
I.4.3 Piézophotocatalyse.....	11
I.5 Mise au point bibliographique sur l'élaboration des matériaux pérovskites.....	11
I.6 Conclusion.....	15
Chapitre II : Partie expérimentale	
II.1 Produits utilisés.....	15
II.2 Synthèse des PBZT.....	16
II.3 Méthodes de caractérisation.....	16
III.3.1 Diffraction des rayons X.....	16
III.3.2 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier IRTF.....	17

III.3.3 Spectroscopie Raman.....	18
----------------------------------	----

Chapitre III : Résultats et discussion

III.1 Effet de la température.....	22
III.2 Effet de la concentration du baryum.....	23
III.2.1 Analyse de diffraction des rayons X (DRX).....	25
III.2.2 Analyse FTIR.....	26
III.2.3 Analyse Raman.....	27
IV. Conclusion.....	28
Conclusion générale et perspectives.....	29
Références bibliographiques.....	30

Liste des figures

Figure I.1 : Les éléments chimique qui peuvent occuper les sites A et B de la structure pérovskite ABO_3 .
Figure I.2 : Représentation de la structure pérovskite.
Figure I.3 : Représentation de la structure PZT.
Figure I.4 : Représentation de la structure BZT.
Figure I.5 : Représentation de l'effet direct et inverse de la piézoélectricité.
Figure I.6 : Etapes d'élaboration des échantillons par la méthode de réaction à l'état solide.
Figure I.7 : Présentation des étapes principales de la méthode sol-gel.
Figure I.8 : Principe de la photocatalyse.
Figure I.9 : Mécanisme de la piézocatalyse.
Figure II.1 : Loi de Bragg donnant les directions où les interférences sont constructives.
Figure II.2 : Schéma du principe de l'analyse par spectroscopie d'absorption IR.
Figure II.3 : La diffusion de la lumière et des échanges d'énergie.
Figure II.4 : Positon des raies Stokes et anti-Stokes.
Figure III.1 : Diffractogrammes des matériaux PBZT.
Figure III.2 : (A) Diffractogrammes des matériaux calcinés à 1000°C, (B) Zoom du pic à 31°
Figure III. 3 : Spectre FTIR des PBZT calcinés à 1000 °C.
Figure III.4 : spectre Raman des matériaux PBZT

Liste des tableaux

Tableau I.1 a : Travaux sur l'élaboration des matériaux pérovskites avec et sans plomb.

Tableau I.1 b : Travaux sur l'élaboration des matériaux pérovskites avec et sans plomb.

Tableau II.1 : Les produits utilisés et leurs caractéristiques.

Tableau II.2 : Signification des symboles de mode de vibration Raman.

Tableau II.3 : Conditions de l'analyse.

Tableau III.1 : propriétés structurales des matériaux à différentes températures.

Tableau III.2 : propriétés structurales des matériaux à 1000°C.

INTRODUCTION

GENERALE

Plusieurs composés organiques (teintures rejetées par les industries du textile, cuir, imprimerie, alimentation ou autres) sont libérés dans l'eau du à la croissance rapide des consommateurs orientés vers la haute technologie, provoquant de graves problèmes de pollution environnementale et de santé.¹

Les procédés d'oxydation avancée (POAs) ont suscité beaucoup d'attention en tant qu'alternative aux procédés de traitements traditionnels des effluents grâce à leur pouvoir nettoyant élevé. Ils sont basés sur la génération in situ de radicaux hautement oxydants particulièrement les radicaux hydroxyles (HO●).²

La photocatalyse en présence des semiconducteurs est parmi les POAs les moins coûteux et les plus prometteurs, qui permet la conversion directe de l'énergie solaire en énergie chimique, en lui offrant une voie prometteuse pour lutter contre la pollution de l'environnement et la crise de l'énergie dans le monde.²

Récemment, les matériaux pérovskites ABO_3 ont fait preuve de performances catalytiques prometteuses pour dégrader les colorants organiques¹. Les pérovskites à base de Plomb Zircon et Titane (PZT) sont généralement utilisées pour dégrader les polluants.

Les nouvelles normes de l'union européennes (RoHS) ont pour but de limiter l'usage de certaines matières chimiques dangereuses, tel que le Plomb, par conséquent le besoin de le remplacer ou de minimiser son pourcentage.³

L'objectif principal de ce travail de fin d'étude est d'élaborer des matériaux pérovskites complexes, en substituant le plomb par le baryum : $Pb(Zr_{0,53}Ti_{0,48})O_3$ (PZT), $(Pb_{1-x}Ba_x)(Zr_{0,52}Ti_{0,48})O_3$; ($x=0; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,5$) (PBZT) par voie sol-gel et de les caractériser par différentes techniques physico-chimiques pour une éventuelle application catalytique.

Ce manuscrit est divisé en trois chapitres :

Le premier chapitre est dédié à la synthèse bibliographique des matériaux pérovskites, leurs structures et leurs propriétés électriques ainsi que leurs applications catalytiques sont décrites.

Le second chapitre décrit la préparation de ces matériaux mais aussi les différentes techniques d'analyse utilisées pour leur caractérisation à savoir : la diffraction des rayons X (DRX), infrarouge a transformé de Fourier (IRTF) et la spectroscopie Raman.

Le dernier chapitre sera dédié à la discussion des résultats obtenus.

Une conclusion générale et des perspectives seront données à la fin de ce mémoire.

PARTIE
BIBLIOGRAPHIQUE

I.1 Généralités sur les pérovskites

I.1.1 Introduction

Découvert en 1830 par le minéralogiste Gustav Rose à partir d'échantillons provenant de l'Oural ramenés par Lev Alexeïevitch Perovski.⁴

Les pérovskites sont une famille de céramiques cristallines, qui tirent leur nom d'un minéral spécifique; CaTiO_3 appelé pérovskite, avec une structure cubique simple, et a été le premier à être décrit.⁵

Les pérovskites ont une structure qui ressemble à la structure du minérale d'origine sa forme générale est ABX_3 .⁵

Environ 90% des éléments du tableau périodique peuvent contribuer à la formation d'une structure pérovskite stable, et cela dès que A est un cation d'une famille de métaux alcalino-terreux ou métaux de transition et B un cations métaux de transition 3d, 4d, 5d ou métaux nobles, ce qui augmente grandement le nombre de combinaisons possibles (Figure I.1).⁴

	IA																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																																											
--	----	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

Figure I.1: les éléments chimiques qui peuvent occuper les sites A et B de la structure pérovskite ABO_3 .⁴

I.1.2 Description de la structure des pérovskites

La structure pérovskite idéale est connu d'être la plus simple. Sa maille contient une seule molécule ABO_3 de symétrie cubique et de groupe spatial $\text{Pm}\bar{3}\text{m}$.⁶ (Figure I.2)

Tel que :

A : représente un cation de grand rayon avec un nombre de coordination 12 (par exemple : Ba, Pb, Sr, K...).⁴

B : un cation de rayon plus faible, de charge plus importante avec un nombre de coordination 6 (ex : Ti, Sn, Zr, Ta, ...).⁴

O : est l'ion d'oxygène.

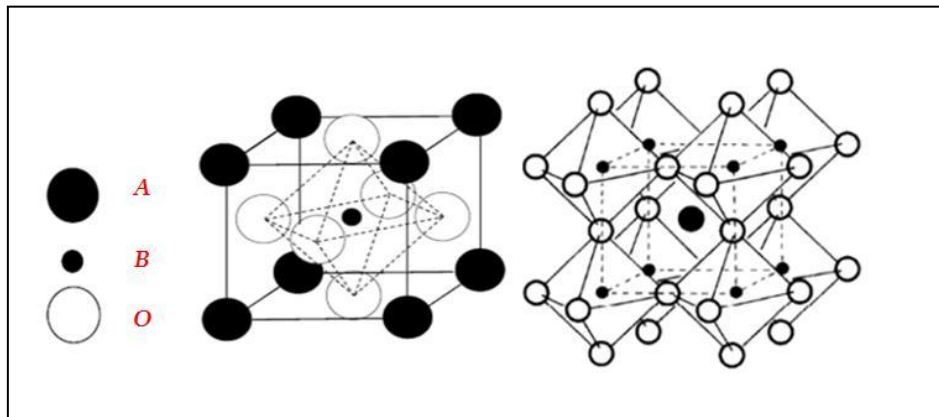


Figure I.2 : représentations de la structure pérovskite.⁷

Selon la nature des sites A et B 2 types de pérovskites sont distinguées :

Les pérovskites simples ou les sites A et B sont occupés par un seul type de cations (LaFeO₃, BaFeO₃.....).

Les pérovskites complexes dont l'un (ou les deux sites A ou B) est occupés par deux types d'atomes : AA'BO₃ (La_{0.8}Sr_{0.2}CoO₃), ABB'O₃ (SrCo_{0.8}Fe_{0.2}O₃), AA'BB'O₃ (Ba_{0.5}Sr_{0.5}Co_{0.8}Fe_{0.2}O₃).

Parmi ces pérovskites complexes il y a ceux à base de zircone titane comme les PZT (PbZrTiO₃) et les BZT (BaZrTiO₃).

I.1.2.1 Pb (Zr_xTi_{1-x}) O₃« PZT »

Les premiers matériaux de PZT ont été élaborés en 1954 avec une structure cubique ABO₃, ou le plomb est au sommet du cube , les atomes d'oxygène au centre de chaque face et le centre du cube est occupé par le zircone et/ou le titane (Figure I.3).⁸

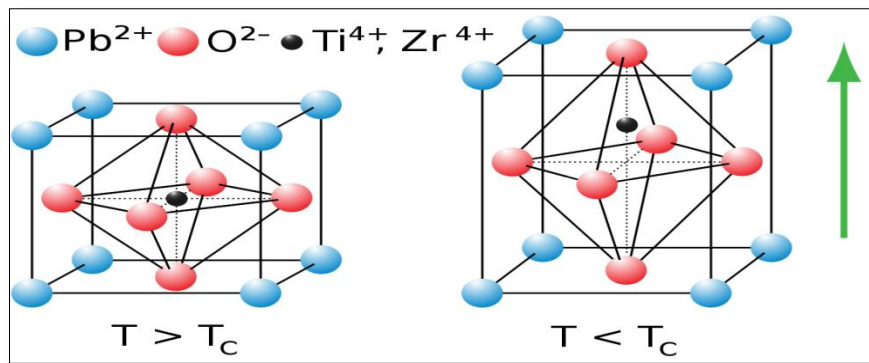


Figure I.3 : Représentation de la structure PZT.⁹

La température de curie (T_c) de PZT est de 350°C , lorsque ce dernier possède une température supérieure à T_c la maille est cubique Centro-symétrique, et si la température est inférieure à T_c , la maille est non Centro-symétrique en lui offrant une propriété piézoélectrique.¹⁰

Le PZT fait actuellement l'objet de restrictions mondiales en raison de sa toxicité pour le plomb¹¹, il est à l'heure actuelle toléré dans les matériaux piézoélectriques, mais dès qu'un matériau alternatif sera identifié, l'usage du plomb sera limité à une concentration massique de 0,1%.¹²

I.1.2.2 Ba ($\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x}$) O_3 « BZT »

La demande croissante de remplacement de ces matériaux pérovskites à base de plomb a incité les chercheurs à se concentrer davantage sur le développement de systèmes efficaces sans plomb, comme le BaZrTiO_3 (BZT)¹³ (Figure I.4).

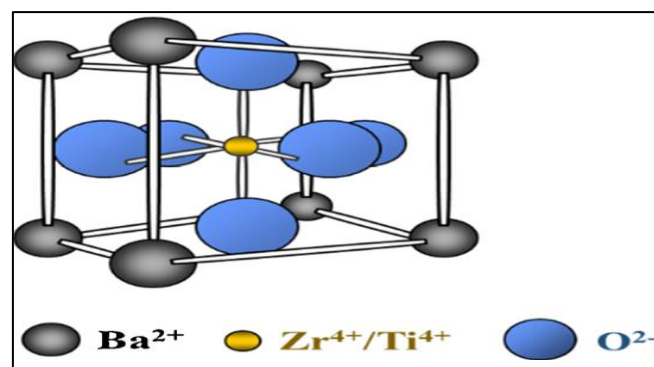


Figure I.4 : Représentation de la structure BZT.¹⁴

I.2 Définition de la piézoélectricité

Les matériaux pérovskites représentent une grande partie des familles piézoélectriques. Cette piézoélectricité, du grec "piézo" signifiant presser ou serrer est la propriété de certains corps de se charger électriquement lorsqu'ils sont soumis à une contrainte mécanique. Ce comportement repose sur la structure cristalline,¹⁵ une action mécanique entraîne l'apparition d'un dipôle électrique dans chaque maille cristalline du matériau en déplaçant les centres de charges positives et négatives. C'est l'effet piézoélectrique direct. Inversement, la mise en œuvre d'un champ électrique entraîne une déformation mécanique du matériau. C'est l'effet inverse(Figure I.5).¹⁶

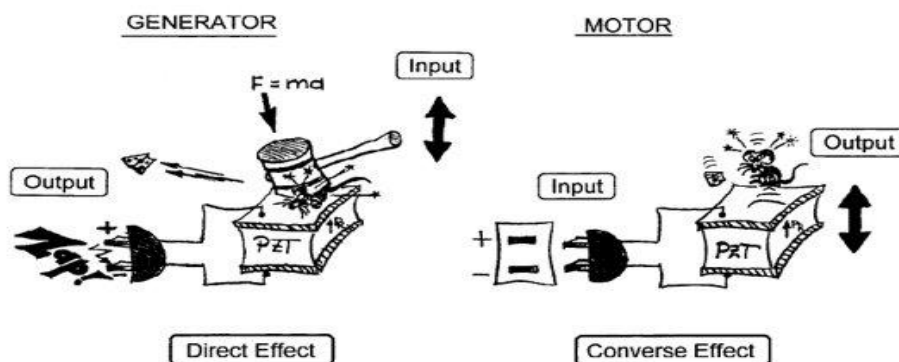


Figure I.5 : Représentation de l'effet directe et inverse de la piézoélectricité.¹⁷

Les propriétés des matériaux pérovskites dépendent fortement des méthodes d'élaborations.

I.3 Les méthodes d'élaboration des matériaux pérovskites en poudre

Les matériaux pérovskites en poudre peuvent être synthétisés par plusieurs méthodes qu'on classera en 2 catégories

- La synthèse par voie solide.
- La synthèse par voie liquide ou chimique.

I.3.1 Synthèse par voie solide

Employé dans le secteur industriel, la synthèse consiste à réaliser un mélange de plusieurs solides à une température inférieure à leurs températures de fusion, de façon à ce que la réaction se produise à l'état solide. Cette réaction se produit d'abord à l'interface entre les

grains des solides, puis par diffusion des réactifs du cœur à l'interface de la réaction. La hausse de température accélère ce processus de diffusion via le solide (Figure I.6).⁵

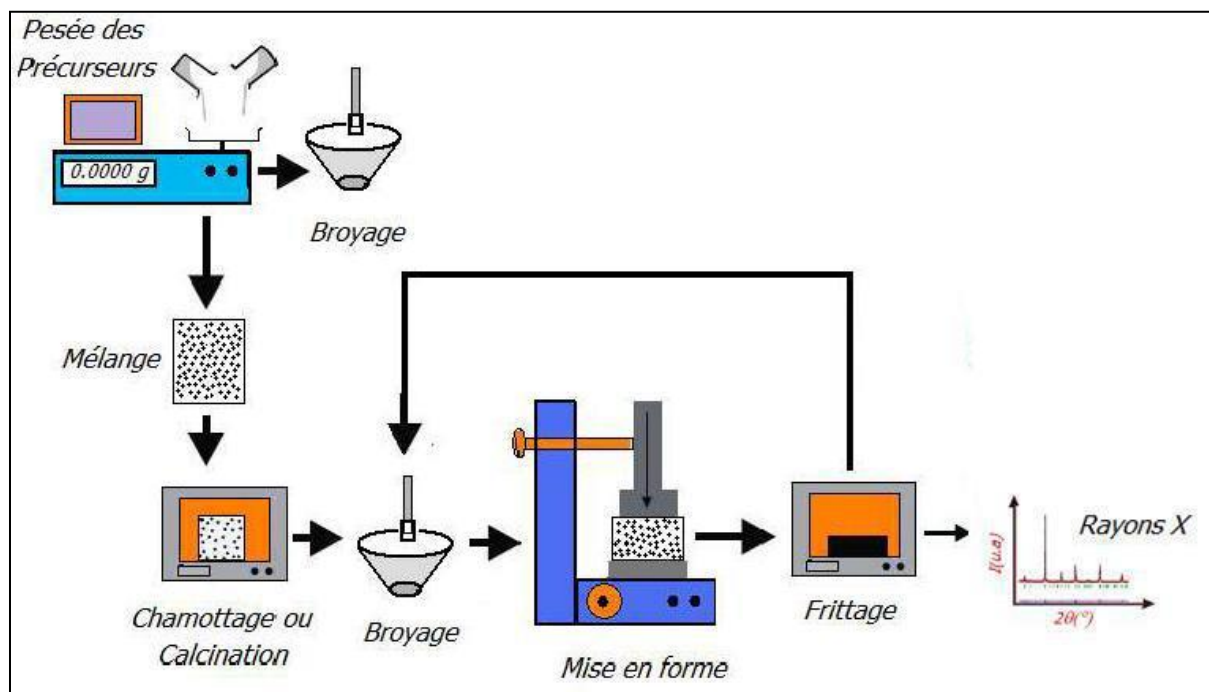


Figure I.6 :Etapes d'élaboration des échantillons par la méthode de réaction à l'état solide¹⁸

I.3.2 Synthèse par voie liquide ou chimique

La synthèse liquide ou chimique a beaucoup évolué au cours de ces dernières années. Elle a pour intérêt d'obtenir des produits très homogènes. Les techniques varient essentiellement dans la manière dont elles sont mise en œuvre¹⁹ :

- Le mélange de précurseur à décomposer.
- L'élimination du solvant avant ou pendant la calcination.

Parmi les procédés les plus courants citons la synthèse par la Co-précipitation, la synthèse hydrothermale, la synthèse sol-gel.¹⁹

I.3.2.1 Co-précipitation

Parmi les techniques d'élaboration des matériaux pérovskites la méthode de Co-précipitation est la plus ancienne¹⁹. Les précurseurs sont mélangés dans l'eau et ensuite précipitées en milieu basique, le précipité subit un lavage après les étapes intermédiaires(décantation, rinçage et filtration), le précipité amorphe séché subit enfin une calcination.¹⁸

La multiplication des étapes de la synthèse, la difficulté de contrôler le pH de la Co-précipitation des métaux et/ou de la présence des phases secondaires dans le solide final afin d'arriver à la phase pérovskite rend le rendement de cette méthode très faible.¹⁸

I.3.2.2 Hydrothermale

La synthèse hydrothermale se fait par un traitement thermique sous pression dans un autoclave qui contient une solution aqueuse en présence d'oxydes ou d'hydroxyde, la réaction est réalisée vers 350°C et à l'intérieur de l'autoclave la pression peut atteindre 15MPa. La synthèse a deux avantages principaux¹⁹ :

- L'élimination ou la minimisation de toute étape à haute température.
- L'utilisation de matières premières relativement peu coûteuses.

Ce procédé est très utilisé pour la synthèse des poudres de PZT.

I.3.3.3 Procédé Sol-gel

Le procédé sol-gel est utilisé principalement pour la fabrication des récipients en verre découvert en 1845 par Jacques-Joseph Ebelmen,¹⁹ mais aussi pour l'élaboration des céramiques et des composés organo-minéraux.⁴

Le procédé Sol-Gel implique des réactions qui conduisent à la formation du « sol » qui se transforme en « gel », d'où le nom du procédé « Sol – Gel ».³

Le sol : signifie une suspension de particules colloïdales dans un liquide.⁵

Le gel : désigne un solide semi-rigide qui peut être colloïdal ou un polymère.⁵

❖ Principe de la méthode

La préparation des matériaux par voie sol-gel doit passer par les étapes suivantes⁴ (Figure I.7) :

- Formation d'un sol : mise en solution des précurseurs de base.
- Gélification.
- Formation d'un xérogel par le séchage.

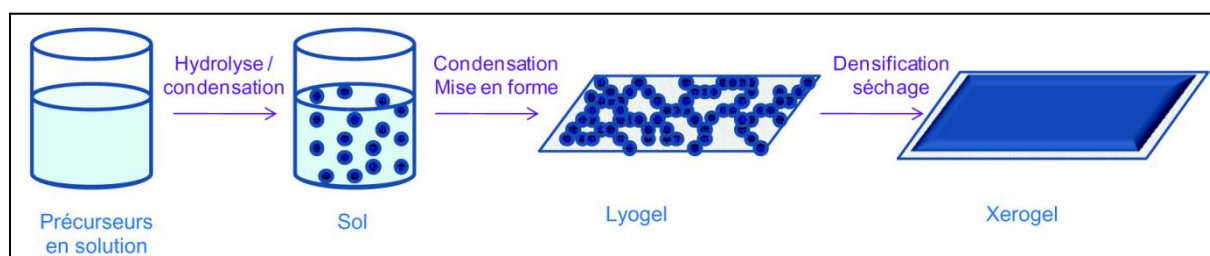


Figure I.7: Présentation des étapes principales de la méthode sol-gel.²⁰

❖ Avantages de la méthode

Le choix de cette méthode dans le cadre de notre étude est due au nombreux avantages qu'elle présente⁴ :

- Production des poudres fines.
- La synthèse des se fait à des températures basses.
- Obtention de produits finaux avec une haute pureté.
- Possibilité de fabrication des matériaux à différentes formes physiques.
- En phase sol le dopage est simple à faire.

I.5 Applications catalytiques

Les pérovskites sont un véritable trésor de la science des matériaux. Ces matériaux aux structures cristallines particulières présentent des propriétés structurales, électriques et magnétiques surprenantes, utilisés dans les voitures, téléphones portable, écran tactile et filtres hyperfréquences...²¹

Ces derniers peuvent être considérer comme des semi-conducteurs et donc être utilisé en photocatalyse (application photocatalytique), mais aussi en piézocatalyse (application piézocatalytique) grâce à leur propriétés pizoélectriques.¹⁸

I.5.1 Photocatalyse

La photocatalyse des semi-conducteurs a récemment attiré l'attention des chercheurs du monde entier, et les activités augmentent de manière exponentielle en raison de ses nombreuses applications dans le domaine de la production d'énergie, de l'assainissement de l'environnement et de divers processus industriels.²²

La photocatalyse est un processus qui repose sur l'excitation d'un semi-conducteur par un rayonnement lumineux conduisant à l'accélération de la photo-réaction en faisant intervenir des réaction entre les paires électrons / trou (e^-/h^+) et les produits organiques et inorganiques adsorbés sur la surface du matériau.²³(Figure I.8)

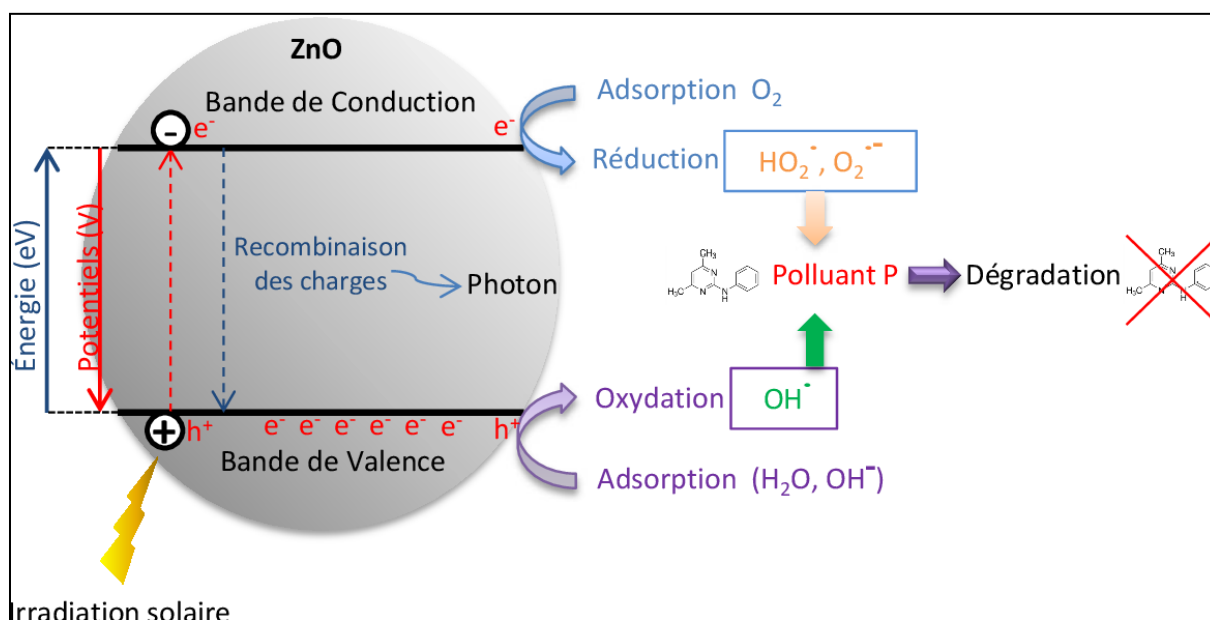


Figure I.8 : Principe de la photocatalyse.²⁴

I.5.2 Piézocatalyse

La piézocatalyse est un procédé qui présente l'avantage de protéger l'environnement, d'un fonctionnement simple, d'un haut taux de décomposition de colorant et de la non-toxicité. Toutefois, la recherche a principalement porté sur le développement de matériaux piézoélectriques qui présentent un comportement catalytique.²⁵

Certains matériaux piézoélectriques typiques ont été explorés dans le cadre des piézocatalyseurs, notamment $BaTiO_3$, $(Ba,Sr)TiO_3$ et $Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O_3$ (PZT).²⁶

Le procédé d'oxydation avancée piézo-catalytique est basé sur l'application d'une pression externe à l'aide de vibration, conduisant à la création d'un champ électrique capable de séparer au sein du matériau les charges libres qui génèrent à leur tour des réactions redox pour produire des espèces actives oxydées telles que les radicaux $\text{OH}\cdot$, ces derniers décomposent les molécules des polluants²⁷. (Figure I.9)

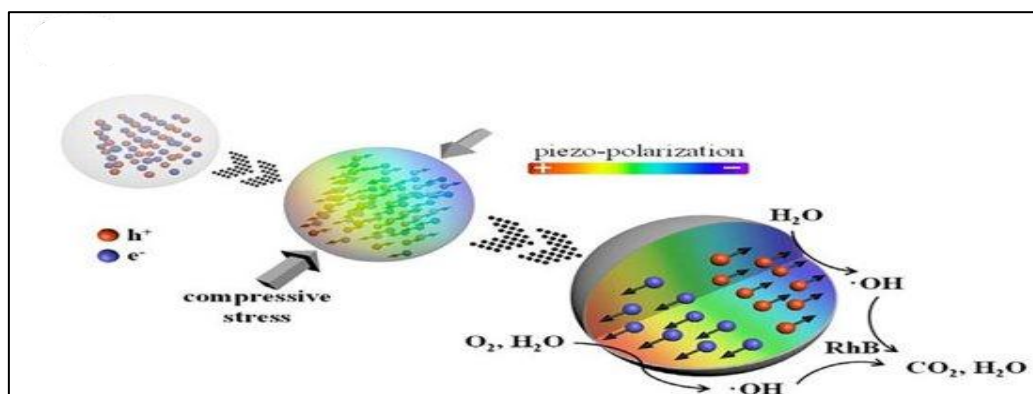


Figure I.9 : Mécanisme de la piézocatalyse.²⁸

I.5.3 Piézophotocatalyse

Une nouvelle approche de la piézophotocatalyse, combinant la semi-conduction, la piézoélectricité, la photoexcitation et la photocatalyse, a été développée.²⁹

Le principe de la piézophotocatalyse trouve principalement son origine dans la théorie des bandes d'énergie en photocatalyse. On peut également considérer que le principe de réaction de la piézophotocatalyse est la combinaison de la photocatalyse à la piézocatalyse.³⁰

I.6 Mise au point bibliographique sur l'élaboration des matériaux pérovskites

Le tableau (Tableau I.1 a et b) représente un ensemble de travaux réalisés sur l'élaboration des différents matériaux pérovskites avec et sans plomb :

Tableau I.1a : Travaux sur l'élaboration des matériaux pérovskites avec et sans plomb

Articles	Matériaux	Méthodes	Résultats	Test catalytique
Bochene,D et al. ³¹	$(\text{Pb}_{1-x}\text{Ba}_x)(\text{Zr}_{0.65}\text{Ti}_{0.35})\text{O}_3$	Sol-gel	Structure pérovskite sans impuretés.	/
Zengmei Wang et al. ³²	$0.5\text{Ba}(\text{Ti}_{0.8}\text{Zr}_{0.2})\text{O}_3$ - $0.5(\text{Ba}_{0.7}\text{Ca}_{0.3})\text{TiO}_3$	Sol-gel	Structure pérovskite pure sans impuretés	/
M. Bradha et al. ³³	$\text{La}_{0.8}\text{A}_{0.2}\text{TiO}_{3.5-\delta}$ (A=Ba, Sr, Ca)	Méthode sol-gel à l'acide citrique	Structure orthorhombique	Photocatalyse
J. Paul Praveen et al. ³⁴	$x\text{Ba}(\text{Zr}_{0.2}\text{Ti}_{0.8})\text{O}_3-(1-x)(\text{Ba}_{0.7}\text{Ca}_{0.3})\text{TiO}_3$ (x = 0.5)	Sol-gel	Formation d'une phase pérovskite complète	Piézocatalyse
Yawei Feng et al. ²⁸	PZT-1 riche en Zr dopé au BF PZT-2 non dopé PZT-3 non dopé	1- méthode conventionnelle de réaction à l'état solide 2- la même méthode 3- synthèse hydrothermal	1-Les diagrammes XRD des catalyseurs PZT montrent de forts pics de diffraction caractéristiques attribuables à la phase rhomboédrique du PZT	/

Tableau I.1 b: Travaux sur l'élaboration des matériaux pérovskites avec et sans plomb.

Articles	Matériaux	Méthodes	Résultats	Test catalytique
RajatSyal et al. ³⁵	BZT-xBCT (x =0.45, 0.50 et 0.55) $(1-x)\text{Ba}(\text{Zr}_{0.20}\text{Ti}_{0.80})\text{O}_{3-x}(\text{Ba}_{0.70}\text{Ca}_{0.30})\text{TiO}_3$ Sans plomb	Sol-gel	L'analyse XRD des compositions a révélé une structure pérovskite	Piézocatalyse
Moolchand Sharma et al. ³⁶	$\text{Ba}_{0.9}\text{Ca}_{0.1}\text{CexTi}_{1-x}\text{O}_3$	Méthode conventionnelle de réaction à l'état solide.		Photocatalyse et piézocatalyse .
Moolchand Sharma et al. ³⁷	$\text{BaZr}_{0.02}\text{Ti}_{0.98}\text{O}_3$	Méthode conventionnelle de réaction à l'état solide.	Formation d'une structure pérovskite.	Photocatalyse et piézocatalyse .
Badapanda, T et al. ³⁸	$\text{Ba}(\text{Zr}_{0.05}\text{Ti}_{0.95})\text{O}_3$	combinaison d'une réaction à l'état solide et d'une technique de broyage à boulets à haute énergie.	structure tétragonale de type pérovskite sans phase délétère.	/
K.H. Omran et al. ³⁹	$\text{Pb}(1-x)\text{CaxZr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48}\text{O}_3(\text{PCZT})$	Pechini méthode.	structure tétragonale de type pérovskite.	/

I.7 Conclusion

Dans ce chapitre nous avons présenté les matériaux pérovskites leurs méthodes d'élaboration ainsi que les applications catalytiques.

La recherche bibliographique a démontré que malgré la toxicité du plomb, les matériaux pérovskites à base de plomb sont encore utilisés à cause de leurs excellentes propriétés pour la dégradation des polluants, et que la recherche d'une nouvelle alternative pour ce dernier est nécessaire.

L'étude de la synthèse bibliographique quant à elle a démontré que la méthode la plus utilisée pour l'élaboration de ces derniers est la méthode conventionnelle par voie solide et rarement la méthode sol-gel.

Ce qui nous ramène à l'objectif de ce mémoire qui sera l'élaboration et la caractérisation des matériaux pérovskite en substituant le plomb par le baryum préparés par voie sol-gel, $(\text{Pb}_{1-x}\text{Ba}_x)(\text{Zr}_{0,52}\text{Ti}_{0,48})\text{O}_3$; ($x=0;0,05;0,1; 0,2;0,3;0,5$) (PBZT).

PARTIE
EXPERIMENTALE

L'objectif principale de ce travail est de synthétiser des matériaux pérovskites de type : $(\text{Pb}_{1-x}\text{Ba}_x)(\text{Zr}_{0,52}\text{Ti}_{0,48})\text{O}_3$; ($x=0 ; 0,05 ; 0,1 ; 0,2 ; 0,3 ; 0,5$)(PBZT), par voie sol-gel.

La méthode d'élaboration des matériaux pérovskites, les différentes méthodes de caractérisation sont décrites dans ce chapitre.

II.1 Produits utilisés

Le tableau suivant regroupe les propriétés des différents produits utilisés au cours de ce travail.

Tableau II.1 : Les produits utilisés et leurs caractéristiques.

Produit	Formule chimique	Pureté	Densité	Masse molaire g/mol	Fournisseur
Acétate de Baryum	$\text{Ba}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2$	99%	/	255,42	SIGMA ALDRICH
Acétate de plomb trihydraté	$\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_4\text{Pb}$	99%	/	379,33	SIGMA ALDRICH
2-propanol	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OHCH}_3$	/	0,79	60,10	BIOCHEM CHEMOPHARMA
1-butanol	$\text{C}_4\text{H}_9\text{OH}$	/	0,807- 0,812	74,12	PROLABO
2-propanol	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OHCH}_3$	/	0,784	60,11	Honeywell Riedel-de Haen
1-butanol	$\text{C}_4\text{H}_9\text{OH}$	/	0,810	74,12	GPR RECTAPUR
Butoxide de zirconium	$\text{Zr}(\text{C}_4\text{H}_9\text{O})_4$	80 Wt % dans le 1- butanol	1,049	383,68	ALDRICH

Isoprpoxyde de titane	Ti(C ₃ H ₇ O) ₄	97%	0,96	284,22	ALDRICH
-----------------------	--	-----	------	--------	---------

II.2 Synthèse des PBZT

Le PZT a été préparé par méthode sol-gel selon les proportions suivantes: H₂O: [Pb(C₂H₃O₂)₂.3H₂O: Ba(C₂H₃O₂)₂] : Zr(C₄H₉O)₄ : Ti(C₃H₇O)₄= 66,67 : 1-x : x :0,53 : 0,48(Rapport molaire) et H₂O : (C₄H₉OH : CH₃CH₂OHCH₃) = 1 : 6,67 (Rapport volumique)⁴⁰. La solution est laissée vieillir 24 heures puis séchée dans un bain de sable à 80 °C pendant 24 heures. Le solide récupéré est broyé ensuite calciné à 680, 800 et 1000 °C pendant 2 h avec un pas de 3°C/min.

II.3 Méthodes de caractérisation

II.3.1 Diffraction des rayons X

L'analyse par diffraction des rayons X est une technique qui permet d'étudier les structures cristallines, elle est basée sur les interactions de la structure cristalline d'un échantillon avec des radiations de courte longueur d'onde⁴¹.

Le principe de cette méthode est l'application d'un rayonnement d'une longueur d'onde λ des rayons X ($0.1 < \lambda < 10\text{nm}$) sur le matériau. Lorsque le rayonnement pénètre l'échantillon, une partie de l'énergie est absorbée et les atomes sont excités, avec une émission de radiations dans toutes les directions.⁴² Selon loi de BRAGG (Figure II.1):

$$2d_{hkl}\sin\Theta = n\lambda^{42}$$

Où :

λ : la longueur d'onde utilisée.

Θ : l'angle d'incidence des rayons X (angle de Bragg).

n : l'ordre de la diffraction.

d : la distance interréticulaire.

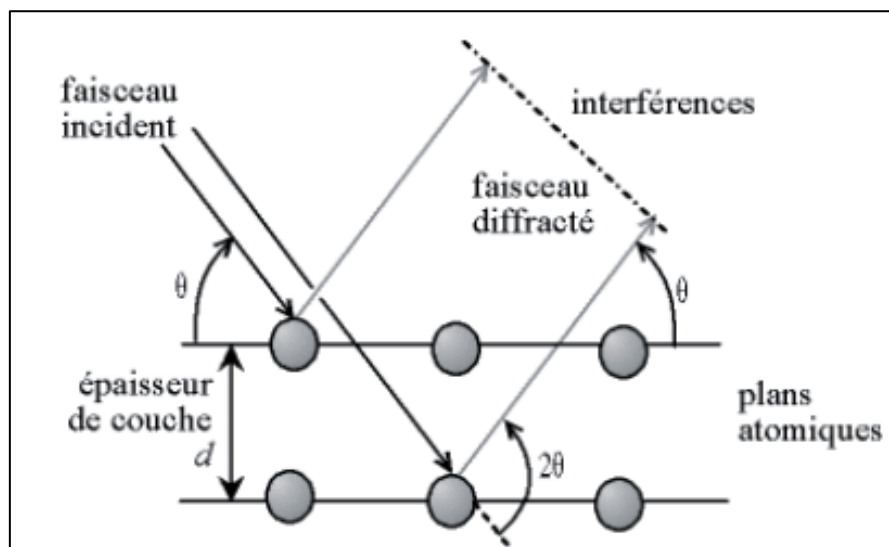


Figure II.1 : Loi de Bragg donnant les directions où les interférences sont constructives⁴¹.

Le matériau calciné est broyé avant d'être positionné dans le porte échantillon et introduit dans l'appareil d'analyse « RigakuMiniFlex 600 » ; lié à un refroidisseur d'eau pure (débit de l'eau 4,2L/min). Le diffractogramme est obtenu grâce au logiciel de pilotage Mini Flex Guidance, et par la suite interpréter les résultats par le logiciel PDXL, selon les conditions suivantes :

- Domaine 2θ compris entre 10° et 90° .
- Le pas $0,02^\circ$.
- Temps d'acquisition 2s.
- Source de radiation : Cuka (anticathode de cuivre) de $\lambda = 1,5148 \text{ \AA}$ et d'une radiation d'accélération de 40 KV avec un courant de 15 mA.

II.3.2. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

La spectroscopie IRTF est une technique d'analyse qui permet d'identifier les liaisons chimiques des molécules présentes dans le matériau à analyser, à partir d'un spectre infrarouge d'absorption ou transmission d'un matériau.²

Le principe de cette technique est de mesurer la quantité de lumière qu'un échantillon absorbe à chaque longueur d'onde λ ; elle consiste à projeter un faisceau contenant plusieurs fréquences de lumière à la fois, et de mesurer la quantité de ce faisceau absorbée par l'échantillon, par la suite le faisceau est modifié pour contenir une combinaison différente de fréquences donnant un deuxième point de données. Ce processus se répète rapidement et sur une courte durée, grâce à un logiciel, toutes ces données seront récoltées, pour déduire l'absorption à chaque longueur d'onde λ .¹⁹

La méthode utilisée pour l'analyse des échantillons poudres est celle avec du KBr ; des pastilles ont été préparés en broyant une petite quantité du matériau avec une quantité du KBr(10% cata/ 90% KBr), par la suite à l'aide d'une presse on forme la pastille qui sera introduite dans le porte échantillon de l'appareil « Agilent Technologies Cary 600 series FTIR Spectrometer ».

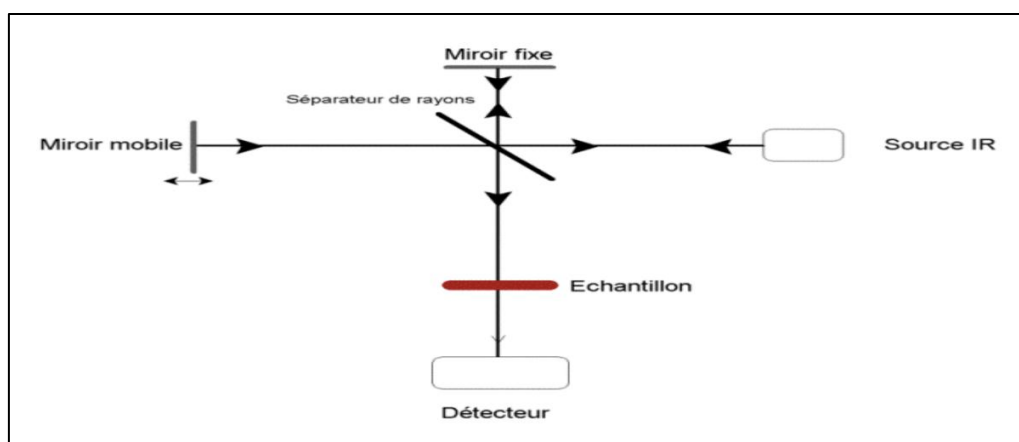


Figure II.2 : Schéma du principe de l'analyse par spectroscopie d'absorption FTIR.⁴

Un spectre IRTF collecte conjointement des données spectrales à haute résolution sur une large gamme spectrale. Chaque bande d'absorption correspond à un mode de vibration d'une liaison chimique entre deux atomes. Pour interpréter, on s'appuie principalement sur des bibliothèques de spectres de référence⁴³.

II.3.3 Spectroscopie Raman

La spectroscopie Raman est une technique qui s'intéresse principalement à la diffusion de la lumière sous irradiation par une lumière de fréquence fixe. Lorsqu'on soumet un échantillon transparent à une onde électromagnétique monochromatique, on aura une grande partie du faisceau incident qui sera transmise, et une petite partie de la lumière sera diffusée.⁴⁴

Le spectre des radiations diffusées est mesuré durant l'irradiation, à l'aide d'un spectrophotomètre à réseau ou à transformé de Fourier ; l'intensité des raies Raman atteint 0,01% de celle de la source excitatrice⁴⁵.

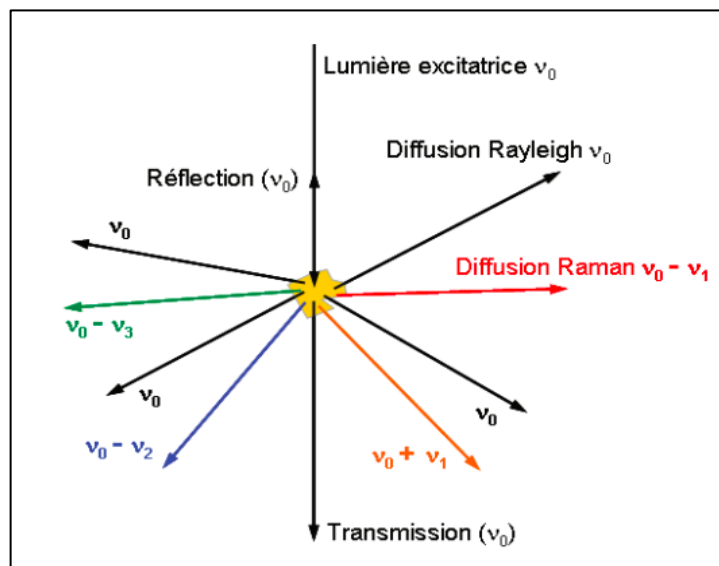


Figure II.3 : La diffusion de la lumière et des échanges d'énergie⁴⁵.

Une partie de la lumière est diffusée à la même fréquence que la radiation incidente ν_0 ; c'est la diffusion Rayleigh (élastique).

La deuxième partie induit un changement de fréquence ; c'est la diffusion Raman (inélastique), elle représente 1 photon Raman pour 10^8 photons incidents, il y'a deux cas :

- Diffusion Stokes ($\lambda_{R.incident} > \lambda_{R.diffusé}$) : la fréquence du photon diffusé ($\nu_d = \nu_0 + \nu$) est supérieure à celle du photon incident, produisant une perte d'énergie pour le photon.
- Diffusion anti-Stokes ($\lambda_{R.incident} < \lambda_{R.diffusé}$) : la fréquence du photon diffusé ($\nu_d = \nu_0 - \nu$) est inférieure à celle du photon incident, produisant un gain d'énergie pour le photon⁴⁶.

En Pratique on s'intéresse principalement à la diffusion Raman Stokes qui est beaucoup plus intense à température ambiante.

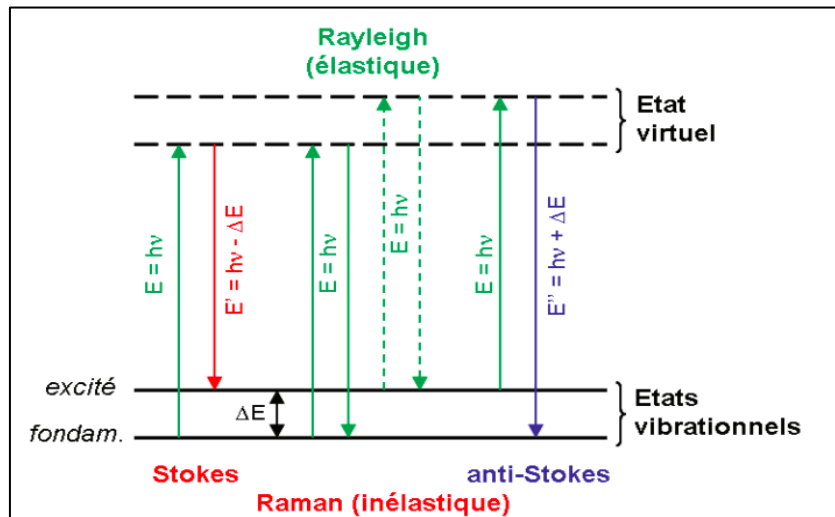


Figure II.4 : Positions des raies Stokes et anti-Stokes⁴⁵

La diffusion est basée sur l'excitation d'un électron par l'absorption d'un photon incident (Lumière monochromatique) puis le retour à son état initial en émettant un photon d'énergie.

La molécule subit une relaxation vibrationnelle avant de se désexciter c'est-à-dire il y a une perte d'énergie sous forme de vibration appelé « phonon ». Il représente un quantum d'énergie de vibration dans un solide cristallin. Il existe deux types de phonons⁴⁷ :

- Phonons acoustiques : les atomes oscillent dans le même sens.
- Phonons optiques : les atomes oscillent en sens opposés.

Ces deux types de phonons présentent⁴⁷ :

- Des modes longitudinaux : la polarisation (P) est parallèle au vecteur d'onde (K).
- Des modes transverses : la polarisation (P) est perpendiculaire au vecteur d'onde (K).

La spectroscopie Raman nous permet de caractériser les matériaux en identifiant les phases des composés chimiques, par détermination de la structure cristalline et par l'étude des systèmes amorphes et cristallins.⁴⁸ Sur la base de ces structures cristallines des symboles ont été définis pour identifier les modes de vibration (Tableau II.2)

Tableau II.2 : Signification des symboles de modes de vibration Raman.⁴⁹

Symbole	Propriété de symétrie	Par rapport à l'élément
A/B	Symétrique/Asymétrique	Axe principal C _n
$\frac{1}{2}$	Symétrique/Asymétrique	Plan vertical
u/g	Symétrique/Asymétrique	Centre i
'/'	Symétrique/Asymétrique	Plan horizontal
E	Doublement dégénéré	2 modes sont confondus en une seule raie
T	Triplement dégénéré	3 modes sont confondus en une seule raie

Le composé est déposé sur une lame en verre transparente dans les domaines spectraux concernés et introduit dans l'appareil « LABRAM HR EVOLUTION RAMAN SPECTROMETER HORIBA scientific » calibré par un étalon silice. Le logiciel pour traiter les données est LabSpec 6-HORIBA.Scientific.

Tableau II.3 : Conditions de l'analyse.

Acquisition	Accumulation	Réseau	Laser	Objet	Filtre
20 s	20 s	600	633 nm	50	100 %

RESULTATS
ET
DISCUSSION

Dans le cadre de ce mémoire nous avons commencé par l'élaboration des matériaux pérovskites de type $(\text{Pb}_{1-x}\text{Ba}_x)(\text{Zr}_{0,52}\text{Ti}_{0,48})\text{O}_3$; ($x=0; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,5$) en substituant le plomb par la baryum afin de diminuer la toxicité du plomb et trouver un matériaux alternatif possédant les mêmes propriétés structurales pérovskites.

La préparation a été suivi par une calcination à trois température (680°C , 800°C , 1000°C) afin d'étudier l'effet de la température mais aussi l'effet de la concentration en baryum. Et enfin une caractérisation par différentes techniques d'analyses : DRX, IR, RAMAN a été effectuée.

III.1 Effet de la température

La figure (III.1) présente les diffractogrammes des matériaux $(\text{Pb}_{1-x}\text{Ba}_x)(\text{Zr}_{0,52}\text{Ti}_{0,48})\text{O}_3$; ($x=0; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,5$), calcinés à différentes températures ($680, 800$ et 1000°C) avec un pas de $3^\circ\text{C}/\text{min}$ dans le but d'étudier l'effet de la température sur la structure cristalline des différentes compositions.

Les résultats mettent en évidence des raies correspondant à la structure pérovskite. Cette structure est caractérisée par les pics situés autour de $2\theta=21,96^\circ; 31,06^\circ; 38,34^\circ; 44,72^\circ; 50,1^\circ; 55,4^\circ; 64,76^\circ; 69,44^\circ$ attribués respectivement aux plans (100), (110), (111), (200), (201), (211), (220) et (212)⁵⁰. Des phases indésirables sont détectées aussi telles que : Ti_2O_3 ($2\theta=24,08; 34,37; 42,48; 60,10$), BaPbO_3 ($2\theta=20,59; 29,51; 42,49; 46,01; 52,70; 61,59$) et PbZrO_3 ($2\theta=24,01; 34,67; 46,66; 60,17$), qui peuvent être dû à une distribution non homogène dans la structure pérovskites^[51,52], ces derniers disparaissent en augmentant la température de calcination.

Notons que, plus la température de calcination augmente, plus l'intensité des pics caractéristiques de la structure pérovskite s'améliore, sauf pour le matériau avec une teneur en baryum de $x=0,5$ à cause du pourcentage élevé de ce dernier qui nécessite des hautes températures de calcination⁵³.

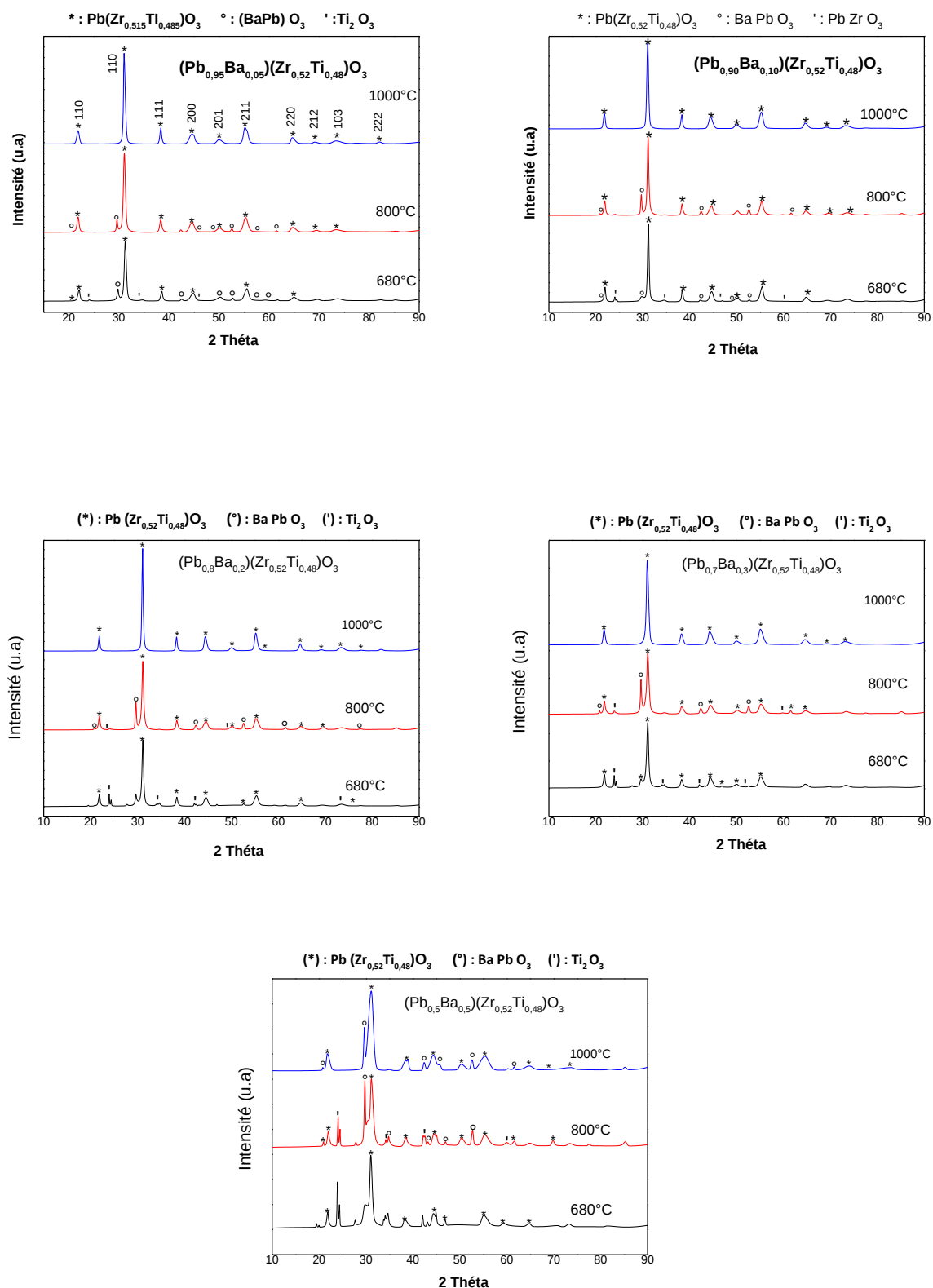


Figure III.1 : Diffractogrammes des matériaux PBZT.

Le tableau (III.1) montre les phases obtenues à différentes températures. L'obtention de la phase monoclinique pour toutes les concentrations a été remarquée, sauf pour $x=0,3$ la phase cubique à 1000°C est apparue ainsi que la phase quadratique pour $x=0,05$ à 680°C.

Tableau III.1 : propriétés structurales des matériaux à différentes températures.

	680°C	800°C	1000°C
100% 0%	Monoclinique $a \neq b \neq c, \alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$	/	/
95% 5%	Quadratique $a = b \neq c, \alpha = \gamma = \beta = 90^\circ$	monoclinique $a \neq b \neq c, \alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$	Monoclinique $a \neq b \neq c, \alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$
90% 10%	Monoclinique $a \neq b \neq c, \alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$	Monoclinique $a \neq b \neq c, \alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$	Monoclinique $a \neq b \neq c, \alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$
80% 20%	Monoclinique $a \neq b \neq c, \alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$	Monoclinique $a \neq b \neq c, \alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$	Monoclinique $a \neq b \neq c, \alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$
70% 30%	Monoclinique $a \neq b \neq c, \alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$	Monoclinique $a \neq b \neq c, \alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$	Cubique $a = b = c, \alpha = \gamma = \beta = 90^\circ$
50% 50%	Monoclinique $a \neq b \neq c, \alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$	Monoclinique $a \neq b \neq c, \alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$	Monoclinique $a \neq b \neq c, \alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$

A cet effet, la meilleure structure a été obtenue pour une température de calcination de 1000°C. Pour cela, l'étude de l'effet de la concentration de la substitution du baryum a été réalisée à cette température (1000°C).

III.2 Effet de la concentration du baryum

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

La figure (III.2 (A)) présente les diffractogrammes des matériaux PBZT ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3$ et $0,5$), calcinés à 1000°C , ainsi que le PZT à 680°C

Il est évident d'après les diffractogrammes que tous les échantillons présentent des pics caractéristiques de la structure pérovskite de phase monoclinique, sauf pour $x=0,3$ cubique (Tableau III.2).

Un décalage du pic à 31° vers les faibles θ est remarqué (III.2 (B)) ; en effet Omran et al.³⁹ ont travaillé sur des PZT dopé au Calcium qui a le même rayon ionique que le baryum ($r_{\text{Ba}^{2+}}=r_{\text{Ca}^{2+}}= 1,35^{\circ}$) et ont constaté un shift vers les faibles θ . ceci est peut être expliqué par un changement de phase³⁹, ou bien une substitution du Titane ($r_{\text{Ti}^{4+}}= 0,61^{\circ}$) ou zircone($r_{\text{Zr}^{2+}}= 0,72$) par le baryum ($r_{\text{Ba}^{2+}}=1,35$).^[3954]

L'élargissement du pic pour $x=0,5$ est remarqué, ce changement est attribué à la présence de contraintes uniformes et non-uniformes dans les réseaux du composé avec apparition de l'impureté PbBaO_3 à $2\theta= 20,29,42,52$, qui est dans la même phase monoclinique de la structure pérovskite.⁵⁴

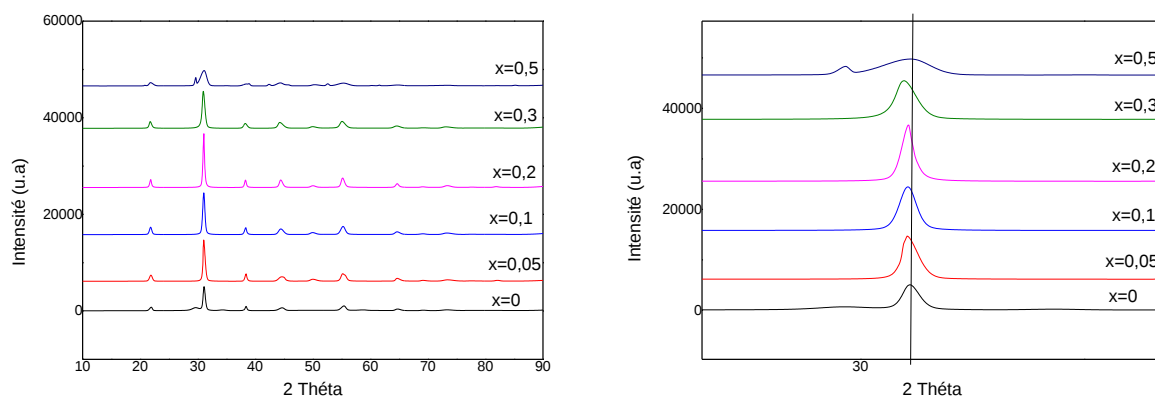


Figure III.2 (A) : Diffractogrammes des matériaux calcinés à 1000°C , (B) Zoom du pic à 31°

Tableau III.2 : propriétés structurales des matériaux à 1000°C

Pourcentages	Paramètres	Phases	Coefficients stœchiométriques
100% 0%	$a \neq b \neq c, \alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$	Monoclinique	$\text{Pb}(\text{Zr}_{0,525}\text{Ti}_{0,475})\text{O}_3$
95% 5%	$a \neq b \neq c, \alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$	Monoclinique	$\text{Pb}(\text{Zr}_{0,525}\text{Ti}_{0,475})\text{O}_3$
90% 10%	$a \neq b \neq c, \alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$	Monoclinique	$\text{Pb}(\text{Zr}_{0,525}\text{Ti}_{0,475})\text{O}_3$
80% 20%	$a \neq b \neq c, \alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$	Monoclinique	$\text{Pb}(\text{Zr}_{0,525}\text{Ti}_{0,475})\text{O}_3$
70% 30%	$a = b = c, \alpha = \gamma = \beta = 90^\circ$	Cubique	$\text{Pb}(\text{Zr}_{0,65}\text{Ti}_{0,35})\text{O}_3$
50% 50%	$a \neq b \neq c, \alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$	Monoclinique	$\text{Pb}(\text{Zr}_{0,525}\text{Ti}_{0,475})\text{O}_3$

III.2.2 Analyse FTIR

Une analyse spectroscopie infrarouge à transformé de fourrier (FTIR) est réalisée pour une étude vibrationnelle sur les matériaux à différents pourcentages calcinés à 1000°C dans la plage de 400 à 1200 cm^{-1} (Figure III.3).

Ce spectre révèle la formation d'une large bande entre 450-950 cm^{-1} . D'après la littérature cette bande chevauche avec trois autres bandes suivantes :

La première située à 593 cm^{-1} attribuée au mode $\nu\text{M-O}^{55}$ et la 2ème bande située entre 480 à 700 cm^{-1} attribuée au mode $\nu\text{M-O-M}$ ($\text{M} = \text{Ba}, \text{Pb}, \text{Zr}, \text{Ti}$)³⁹. La dernière bande entre 530-540 cm^{-1} destinée au mode $\nu\text{M-O}_6$ ($\text{M} = \text{Zr}, \text{Ti}$)⁵⁴. Ces bandes caractérisent la formation de la structure pérovskites de type ABO_3 .

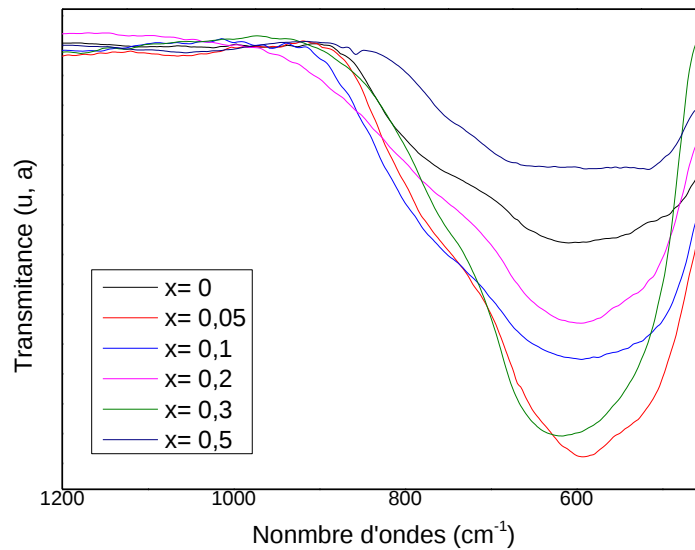


Figure III.3 : Spectre FTIR des PBZT calcinés à 1000 °C.

III.2.3 Analyse Raman

La figure (III.4) présente les spectres Raman pour les matériaux $(\text{Pb}_{1-x}\text{Ba}_x)(\text{Zr}_{0,52}\text{Ti}_{0,48})\text{O}_3$ avec $(x=0 ; 0,05 ; 0,1 ; 0,2 ; 0,3 ; 0,5)$ calcinés à 1000°C. Les matériaux présentent presque la même allure correspondant à la phase monoclinique⁵⁶, ce qui est déjà obtenu par l'analyse DRX. Les spectres présentent les bandes situées à 134, 200, 274, 331 cm^{-1} correspondants aux modes $A_1(1\text{TO})$, $E(2\text{TO})$, $E+B_1$ et $A_1(2\text{TO})$ ^{56,57} respectivement ; attribuées aux vibrations de déformations de l'octaèdre BO_6 ($B = \text{Zr}$ ou Ti)⁵⁷. D'autres bandes situées à 507, 552 et 597 cm^{-1} correspondants aux modes $E(3\text{TO})$, $E(4\text{TO})$ et $A_1(3\text{TO})$ respectivement^{56,58}, attribuées aux vibrations d'élongation O-B-O avec ($B = \text{Zr}$ ou Ti)⁵⁷. Des bandes situées à 717 et 775 cm^{-1} correspondants aux modes $E(4\text{LO})$ et $A_1(3\text{LO})$ respectivement ; attribuées aux vibrations de déformations de B-O⁵⁶.

Une diminution de l'intensité des bandes est observée en augmentant la concentration du Ba, et un petit déplacement de ces dernières vers les faibles nombres d'ondes pour $x=0,5$. Ce changement peut être expliqué par la substitution de Pb^{2+} , Zr^{4+} et Ti^{4+} par le Ba^{2+} d'après les travaux de Ahabboud et al⁵⁹.

Notons que d'après le logiciel PDXL2 du DRX, les coefficients du Zr et Ti n'ont pas changés.

Ceci nous laisse penser que le Ba^{2+} a substitué le Pb^{2+} .

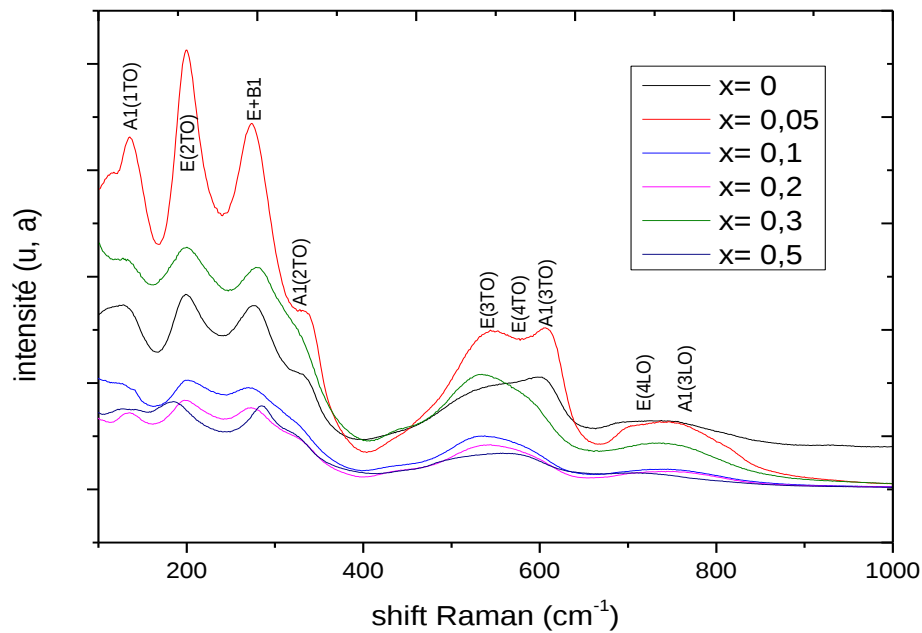


Figure III.4 : spectre Raman des matériaux PBZT

III.3 Conclusion

La réflexion de cette étude est de synthétiser PBZT $((\text{Pb}_{1-x}\text{Ba}_x)(\text{Zr}_{0,52}\text{Ti}_{0,48})\text{O}_3)$ en variant le rapport molaire entre le plomb et le baryum ($x=0 ; 0,05 ; 0,1 ; 0,2 ; 0,3 ; 0,5$), dans le but de diminuer le taux de Pb dans cette famille des matériaux.

Les résultats des analyses DRX, IR et RAMAN ont prouvé que la structure pérovskites est obtenue pour les différents matériaux $(\text{Pb}_{1-x}\text{Ba}_x)(\text{Zr}_{0,52}\text{Ti}_{0,48})\text{O}_3$ à 1000 °C, sauf pour $x=0,5$ à cause du taux de baryum élevé de ce dernier qui nécessite des hautes températures de calcination.

Conclusion générale et perspectives

Ce travail a été fait dans le but d'élaborer des matériaux de structure pérovskite complexe en substituant le plomb par le baryum par voie sol-gel, puis les caractériser par différentes techniques d'analyse telles que : la diffraction des rayons X, la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier et la spectroscopie Raman afin de confirmer l'obtention de la structure désirée.

En premier lieu, après avoir établi les différentes étapes d'élaboration des matériaux pérovskites : $(\text{Pb}_{1-x}\text{Ba}_x)(\text{Zr}_{0,52}\text{Ti}_{0,48})\text{O}_3$; $(x=0; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,5)$, un traitement thermique à différentes températures a été appliqué sur ces échantillons pour optimiser leurs structures.

L'analyse de diffractions des rayons X a permis l'identification des différentes phases cristallines qui existent dans les matériaux analysés, Les résultats ont révélé que la meilleure structure pérovskites est obtenue à 1000°C, sauf pour $x=0,5$ car le baryum nécessite des hautes températures de calcination au-delà de 1300°C, et aussi la présence de phase monoclinique pour toutes les concentrations mise à part pour $x=0,3$ phase cubique.

L'analyse infrarouge et Raman sont venues confirmer l'obtention de la structure pérovskites et cela par la présence de bandes caractéristiques de cette dernière.

En conclusion, l'ensemble des résultats révèlent que nous avons pu accomplir notre objectif qui portait sur l'élaboration des matériaux pérovskites et l'obtention de cette structure malgré le pourcentage élevé de baryum tout en sachant que la majorité des études ont été faite avec un pourcentage maximal de baryum de 20%. Pour la suite de ce travail nous envisagerons en perspectives :

- Pouvoir faire une substitution de plomb par un autre matériau qui nécessite de faible température de calcination.
- Tester ces matériaux élaborés comme catalyseurs pour la dégradation des produits pharmaceutiques, à savoir l'ibuprofène.

Références bibliographique

Références bibliographiques

- (1) Zhu, M.; Li, S.; Zhang, H.; Gao, J.; Kwok, K. W.; Jia, Y.; Kong, L.-B.; Zhou, W.; Peng, B.: Diffused phase transition boosted dye degradation with Ba (ZrxTi1-x)O3 solid solutions through piezoelectric effect. *Nano Energy***2021**, 89, 106474.
- (2) ATTAR, A. E.: Modélisation et optimisation de la photodégradation des polluants organiques en présence de Ce/ZnO. université de Tlemcen-mémoire de master, 2019.
- (3) Abou Dargham, S.: Films piézoélectriques sans plomb par une approche sol gel et applications potentielles dans les MEMS. Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambresis; Université libanaise, 2016.
- (4) Guesmia Kaouthar, S. A.: Elaboration et Caractérisation Des Oxydes de Type Pérovskite XFeO3 Dopés Thèse de doctorat-Université de Biskra 2021.
- (5) Khellaf, N.: Synthèse par voie sol-gel et caractérisation d'un photocatalyseur composite La0.5Sr0.5MnO3/ TiO2 vis-à-vis de la production d'hydrogène et d'oxygène. Thèse de doctorat-université de Setif, 2018.
- (6) Sayad, N.: Caractérisation et réactivité de Ca1-xMgx (Ti1-xLix) O3-3xF3x et Ba1-xSrx (Ti1-xLix) O3-3xF3x dans l'hydrogénation du benzaldéhyde. 2009.
- (7) DARGHAM, S. A.: Films piézoélectriques sans plomb par une approche sol gel et applications potentielles dans les MEMS. Université de VALENCIENNES ET DU HAINAUTCAMBRESIS-Thèse de doctorat, 2016.
- (8) BOUREGHDA Hicham, B. N.: Synthèse et caractérisation des compositions fluoropérovskites de type PZT:(1-x) PZT-x SrF2 Mémoire de master-université de Biskra, 2020.
- (9) Martin, S.: caractérisation électrique multi-échelle d'oxydes minces ferroélectriques. unuversité de Lyon-Thèse de doctorat, 2016.
- (10) Gabilondo, M.; Fraile, I.; Burgos, N.; Azcona, M.; Castro, F.: Microstructural comparison between precursor-based and particle-based PZT ceramic coatings. *Ceramics International***2019**, 45, 23149-23156.
- (11) Liu, W.; Ren, X.: Large piezoelectric effect in Pb-free ceramics. *Physical review letters***2009**, 103, 257602-257605.
- (12) Baillenx, F. d.: Equipements électriques et électroniques Directive ROHS: les échéances du 22 juillet 2019. *Fédération des industries mécaniques***2019**, 1-7.
- (13) Praveen, J. P.; Kumar, K.; James, A.; Karthik, T.; Asthana, S.; Das, D.: Large piezoelectric strain observed in sol-gel derived BZT-BCT ceramics. *Current Applied Physics***2014**, 14, 396-402.
- (14) Nguyen, M. D.: Ultrahigh energy-storage performance in lead-free BZT thin-films by tuning relaxor behavior. *Materials Research Bulletin***2021**, 133, 111072-111080.
- (15) Djellabia Amira, G. A.: Caractérisation physicochimique d'un matériau de type pérovskite. mémoire de master-université Mohamed Khider de Biskra, 2021.
- (16) Haertling, G. H.: Ferroelectric ceramics: history and technology. *Journal of the American Ceramic Society***1999**, 82, 797-818.
- (17) Haertling, G. H.: Ferroelectric Ceramics: History and Technology. *Department of Ceramic and Materials Engineering, Clemson University, Clemson, South Carolina***1999**, 1-22.
- (18) Bouternikh, S.; Yakoub, S.; Boufligha, S. E.: Elaboration et étude de l'effet de la température de recuit sur les propriétés structurales et microstructurales du composé La0.75Ba0.2Na0.05MnO3. Université de Jijel, 2020.

- (19) Mya, O. B, Synthèse et Caractérisation de la pérovskite $\text{La}(1-x)\text{Sr}(x)\text{Fe}_{0.7}\text{Ni}_{0.3}\text{O}_3$, Université de Biskra-Thèse de doctorat, 2015.
- (20) Blas, H.: La chimie sol-gel au service du textile. *Ennoblement et fonctionnalisation***2012**, 1-2.
- (21) Lelièvre, J.: Nouveaux matériaux sans plomb à base de bismuth : vers des composés de type $(\text{A},\text{A}')(\text{B})\text{O}_3$ et $(\text{A},\text{A}')(\text{BB}')\text{O}_3$. Université de Limoges-Thèse de doctorat, 2017.
- (22) Kumar, A.; Kumar, S.; Krishnan, V.: Perovskite-based materials for photocatalytic environmental remediation. *Nanophotocatalysis and Environmental Applications***2019**, 139-165.
- (23) Kanhere, P.; Chen, Z.: A review on visible light active perovskite-based photocatalysts. *Molecules***2014**, 19, 19995-20022.
- (24) Rosset, A.: Synthèse et caractérisation de nanoparticules catalytiques pour une application en photocatalyse solaire. thèse de doctorat- université de Perpignan, 2017.
- (25) Bösl, F.; Tudela, I.: Piezocatalysis: Can catalysts really dance? *Current Opinion in Green and Sustainable Chemistry***2021**, 32, 100531-100537.
- (26) Sharma, M.; Vaish, R.; Ibrahim, S. M.: Effect of poling condition on piezocatalysis activity of BaTiO_3 -cement composites. *Materials Letters***2020**, 280, 128583.
- (27) Djellabi, R.; Ordonez, M. F.; Conte, F.; Falletta, E.; Bianchi, C. L.; Rossetti, I.: A review of advances in multifunctional XTiO_3 perovskite-type oxides as piezo-photocatalysts for environmental remediation and energy production. *Journal of Hazardous Materials***2022**, 421, 126792.
- (28) Feng, Y.; Ling, L.; Wang, Y.; Xu, Z.; Cao, F.; Li, H.; Bian, Z.: Engineering spherical lead zirconate titanate to explore the essence of piezo-catalysis. *Nano Energy***2017**, 40, 481-486.
- (29) Arazas, A. P. R.; Wu, C.-C.; Chang, K.-S.: Hydrothermal fabrication and analysis of piezotronic-related properties of BiFeO_3 nanorods. *Ceramics International***2018**, 44, 14158-14162.
- (30) Zhou, X.; Shen, B.; Lyubartsev, A.; Zhai, J.; Hedin, N.: Semiconducting Piezoelectric Heterostructures for Piezo-and Piezophotocatalysis. *Nano Energy***2022**, 107141.
- (31) Bochenek, D.; Skulski, R.; Wawrzala, P.; Brzezińska, D.: Dielectric and ferroelectric properties and electric conductivity of sol-gel derived PBZT ceramics. *Journal of Alloys and Compounds***2011**, 509, 5356-5363.
- (32) Wang, Z.; Cai, Z.; Wang, H.; Cheng, Z.; Chen, J.; Guo, X.; Kimura, H.: Lead-free 0.5 Ba ($\text{Ti}_{0.8}\text{Zr}_{0.2}$) $\text{O}_{3-0.5}$ ($\text{Ba}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}$) TiO_3 thin films with enhanced electric properties fabricated from optimized sol-gel systems. *Materials Chemistry and Physics***2017**, 186, 528-533.
- (33) Bradha, M.; Vijayaraghavan, T.; Suriyaraj, S. P.; Selvakumar, R.; Ashok, A. M.: Synthesis of photocatalytic $\text{La}(1-x)\text{AxTiO}_{3.5-\delta}$ ($\text{A}=\text{Ba}, \text{Sr}, \text{Ca}$) nano perovskites and their application for photocatalytic oxidation of congo red dye in aqueous solution. *Journal of Rare Earths***2015**, 33, 160-167.
- (34) Praveen, J. P.; Kumar, K.; James, A. R.; Karthik, T.; Asthana, S.; Das, D.: Large piezoelectric strain observed in sol-gel derived BZT-BCT ceramics. *Current Applied Physics***2014**, 14, 396-402.
- (35) Syal, R.; Goel, R.; De, A.; Singh, A. K.; Sharma, G.; Thakur, O.; Kumar, S.: Flattening of free energy profile and enhancement of energy storage efficiency near morphotropic phase boundary in lead-free BZT-xBCT. *Journal of Alloys and Compounds***2021**, 873, 159824.

- (36) Sharma, M.; Halder, A.; Vaish, R.: Effect of Ce on piezo/photocatalytic effects of Ba_{0.9}Ca_{0.1}Ce_xTi_{1-x}O₃ ceramics for dye/pharmaceutical waste water treatment. *Materials Research Bulletin***2020**, 122, 110647-110654.
- (37) Sharma, M.; Singh, G.; Vaish, R.: Dye degradation and bacterial disinfection using multicatalytic BaZr ceramics. *Journal of the American Ceramic Society***2020**, 103, 4774-4784.
- (38) Badapanda, T.; Sarangi, S.; Behera, B.; Sahoo, P. K.; Anwar, S.; Sinha, T. P.; Luz, G. E.; Longo, E.; Cavalcante, L. S.: Structural refinement, optical and ferroelectric properties of microcrystalline Ba(Zr_{0.05}Ti_{0.95})O₃ perovskite. *Current Applied Physics***2014**, 14, 708-715.
- (39) Omran, K. H.; Mostafa, M.; Abd El-sadek, M. S.; Hemeda, O. M.; Ubig, R.: Effects of Ca doping on structural and optical properties of PZT nanopowders. *Results in Physics***2020**, 19, 103580-103591.
- (40) Zeng, X.; Liu, Y.; Wang, X.; Yin, W.; Wang, L.; Guo, H.: Preparation of nanocrystalline PbTiO₃ by accelerated sol-gel process. *Materials Chemistry and Physics***2003**, 77, 209-214.
- (41) Serna, F.; Lagneau, J.; Carpentier, J.-M.: La diffraction des rayons X: une technique puissante pour résoudre certains problèmes industriels et technologiques. *Chim. Nouv***2014**, 1-12.
- (42) Sassane, N.; Alimi, L.; Temam, T. G.; HASSANI, M.; Boukhezar, S.: Analyse par spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier et diffraction des rayons X d'un matériau composite. *6 èmes Journées Scientifiques Franco-Maghrébines***2019**, 1-6.
- (43) Farcas, F.; Touzé, P.: La spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF). *Une méthode intéressante pour la caractérisation des ciments (in French)* *Bull. Lab. Ponts Chaussées***2001**, 230, 77-88.
- (44) Felidj, N.: Introduction à la spectroscopie Raman classique et à la diffusion Raman exaltée de surface. *Photoniques***2019**, 39-42.
- (45) Lepot, L.: Application de la spectroscopie Raman à l'analyse de colorants sur fibres de coton dans le contexte de la criminalistique. **2011**.
- (46) Drissi, S.; Anajar, I, Spectroscopie Raman, Université de Ouarzazate- Mémoire de master, 2017.
- (47) Bachelier, G.: Propriétés optiques de nano-structures métalliques et semi-conductrices. Université Paul Sabatier-Toulouse III-Thèse de doctorat, 2004.
- (48) Daher, C.: Analyse par spectroscopies Raman et infrarouge de matériaux naturels organiques issus d'objets du patrimoine: méthodologies et applications. Université Pierre et Marie Curie-Paris VI-Thèse de doctorat, 2012.
- (49) CHOUKCHOU BRAHAM, Z.: Élaboration des matériaux pérovskites. université de Tlemcen-Mémoire de master, 2021.
- (50) Verma, S.; Sharma, M.; Halder, A.; Vaish, R.: Effect of Poling on Piezocatalytic and Electrochemical Properties of Pb(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃ Ceramics. *Surfaces and Interfaces***2022**, 101827.
- (51) Bursill, L. A.; Reaney, I. M.; Vijay, D. P.; Desu, S. B.: Comparison of lead zirconate titanate thin films on ruthenium oxide and platinum electrodes. *Journal of applied physics***1994**, 75, 1521-1525.
- (52) Weng, L.; Bao, X.; Sagoe-Crentsil, K.: Effect of acetylacetone on the preparation of PZT materials in sol-gel processing. *Materials Science and Engineering: B***2002**, 96, 307-312.

- (53) Sateesh, P.; Omprakash, J.; Kumar, G.; Prasad, G.: Studies of phase transition and impedance behavior of Ba (Zr, Ti) O₃ ceramics. *Journal of Advanced Dielectrics***2015**, 5, 1550002-15500015.
- (54) Khorrami, G. H.; Khorsand Zak, A.; Kompany, A.; yousefi, R.: Optical and structural properties of X-doped (X=Mn, Mg, and Zn) PZT nanoparticles by Kramers–Kronig and size strain plot methods. *Ceramics International***2012**, 38, 5683-5690.
- (55) Bhatt, S. S.; Chaudhry, S. C.; Sharma, N.; Gupta, S.: Synthesis of nano crystalline spatulae of lead zirconate titanate (PbZr_{0.52}Ti_{0.48}O₃). *Natural Science***2010**, 02, 12-17.
- (56) Souza Filho, A.; Lima, K.; Ayala, A.; Guedes, I.; Freire, P.; Melo, F.; Mendes Filho, J.; Araujo, E.; Eiras, J.: Raman scattering study of the PbZr 1– x Ti x O₃ system: Rhombohedral-monoclinic-tetragonal phase transitions. *Physical Review B***2002**, 66, 132107-132111.
- (57) Ahabboud, M.; Amarass, M.; Ahjyaje, F.; Abdi, F.; Lamcharfi, T.: Structural and dielectric properties of Pb (Zr 0.52 Ti 0.48) 1-3x/4Fe x O₃ ceramics at 0 ≤ x ≤ 0.20 prepared by sol-gel method. In *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*; IOP Publishing, 2021; Vol. 1160; pp 012001.
- (58) Marco D, H. F., Nobuhiko T, Claudio C, Noriyuki H, Kenji K, Carmen G and Hiroshi H: Raman spectroscopic study of phase transitions in undoped morphotropic PbZr_{1-x}Ti_xO₃. *Journal of Raman Spectrosc* **2011**, 42, 488–495.
- (59) Ahabboud, M.; Lamcharfi, T.; Abdi, F.; Hadi, N.; Ajyaje, F. Z.; Haddad, M.: Effect of Cu Doping on Structural and Dielectric Properties of Pb_{1-x}Cu_x(Zr_{0.52}Ti_{0.48})O₃(PCxZT) (0 ≤ x ≤ 0.2) Ceramics Prepared by Sol-Gel Method. *Asian Journal of Chemistry***2021**, 33, 665-670.

Résumé :

Dans le cadre de ce mémoire, nous nous sommes intéressées sur l'élaboration des matériaux de structure pérovskite complexe en substituant le plomb par le baryum par voie sol-gel tels que : $(\text{Pb}_{1-x}\text{Ba}_x)(\text{Zr}_{0,52}\text{Ti}_{0,48})\text{O}_3$ pour ($x= 0; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,5$) , puis les caractériser par différentes techniques d'analyses telles que : l'analyse de diffraction de rayons X (DRX), la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) et la spectroscopie Raman qui en identifiant la composition et la structure cristalline des composés analysés, ont pu confirmer la formation de la phase pérovskite.

Mots clés : pérovskites, sol-gel, DRX, IRTF, Raman.

Summary :

Within the framework of this memory, we were interested in the elaboration of complex perovskite structure materials by substituting lead by barium by sol-gel way such as: $(\text{Pb}_{1-x}\text{Ba}_x)(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48})\text{O}_3$ for $(x = 0; 0.05; 0.1; 0.2; 0.3; 0.5)$, then characterize them by different analysis techniques such as: X-ray diffraction analysis (XRD), Fourier transform infrared spectroscopy (IRTF) and Raman spectroscopy which, by identifying the composition and the crystalline structure of the compounds analyzed, were able to confirm the formation of the perovskite phase.

Keywords: perovskites, sol-gel, DRX, IRTF, Raman.

ملخص :

في إطار هذه الذاكرة ، كنا مهتمين بتطوير مواد بنية معقدة من البيروفسكايت عن طريق استبدال الرصاص بالباريوم ؛ 0.05 ؛ 0.1 ؛ 0.2 ؛ 0.3 ؛ 0.5) ثم قم بتمييزها $x = 0$ لـ $(\text{Zr}_{0.52}\text{Ti}_{0.48}\text{O}_3)_{1-x}\text{Pb}_{1-x}\text{Ba}_x$ مثل: (sol-gel بطريقة مطياف فورييه بالأشعة تحت الحمراء ، (XRD من خلال تقنيات التحليل المختلفة مثل: تحليل حيود الأشعة السينية (والتحليل الطيفي لرامان والذي ، من خلال تحديد التركيب والهيكل البلوري من المركبات التي تم تحليلها ، كانت (IRTF) قادرة على تأكيد تكوين طور البيروفسكايت.

الكلمات المفتاحية: بيروفسكايت ، سول-جيل ، دي آر إكس ، إي آر تي إف ، رامان.