

TPN°4 : Test de Photocatalyse par UV-Visible

I. Photocatalyse

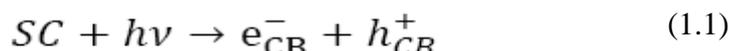
Depuis la découverte du pouvoir photocatalytique du TiO₂ par Honda et Fujishima en 1967 à Tokyo, un énorme intérêt est porté à la photocatalyse. La pollution atmosphérique et les sources d'énergies propres sont deux des problèmes auxquels on a consacré le plus de temps et d'efforts en recherche. Les scientifiques se doivent de trouver des méthodes peu coûteuses, environnementalement bénignes et efficaces pour pallier à ces défis. La photocatalyse se veut une avenue intéressante pour ces deux problèmes.

La photocatalyse est un cas particulier de catalyse hétérogène ce processus catalytique qui repose sur l'excitation d'un semi-conducteur par un rayonnement lumineux conduisant à l'accélération de la photoréaction en faisant intervenir des réactions entre les paires électron/trou et les produits organiques et inorganiques adsorbés sur la surface du semi-conducteur. Cette configuration entraîne une réaction physico-chimique qui détruit la plupart des polluants non biodégradables en les transformant en CO₂ et H₂O.

I.1 Principe de la photocatalyse

La photocatalyse hétérogène est basée sur le principe de génération d'une paire électron-trou lors de l'absorption d'un photon par un semi-conducteur. Lors de l'absorption d'un photon d'énergie suffisamment élevée, un électron est excité et passe de la bande de valence vers la bande de conduction du semi-conducteur. La distance entre les bandes de valence et de conduction est appelée bande interdite. La valeur de la bande interdite détermine l'énergie minimale que le photon doit avoir pour exciter un électron vers la bande de conduction. Lors du processus d'absorption d'un photon, il y a déplacement d'un électron sur la bande de conduction (e_{CB}^-) et formation d'une lacune, qu'on nomme «trou» sur la bande de valence (h_{VB}^+).

On considère l'électron et le trou comme des porteurs de charges.



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



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



Comme toute réaction de catalyse hétérogène, les réactions photocatalytiques peuvent être décomposées en cinq étapes :

1. Absorption de la lumière
2. Séparation de la paire électron-trou (migration vers la surface du matériau).
3. Réaction redox à la surface.
4. Désorption des produits intermédiaires et/ou finals de la surface catalytique.
5. Transfert des produits quittant le catalyseur.

Globalement une réaction photocatalytique peut être décrite comme une réaction d'oxydoréduction catalysée par un matériau semi-conducteur excité, à la surface duquel sont adsorbés les réactifs.

Les étapes de la dégradation photocatalytique d'un polluant organique peuvent donc être représentées de manière globale par **la figure I.1**

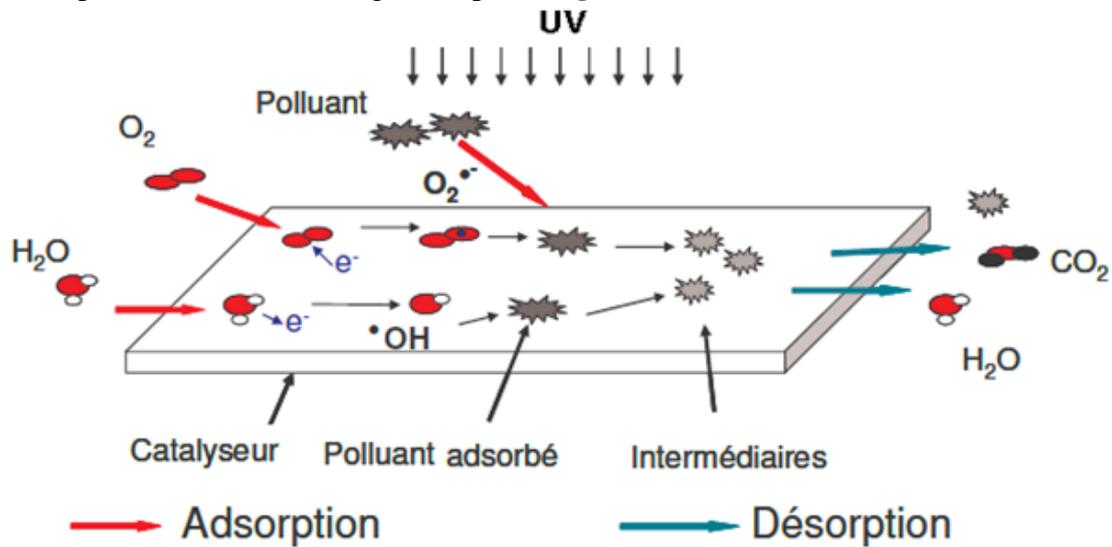


Figure I.1. Schéma global représentant les étapes de la dégradation photocatalytique.

II. Objectifs du TP

Le but du TP consiste à :

- Vérifier la loi de Beer-Lambert
- Suivre la cinétique de la dégradation photocatalytique d'une solution aqueuse du colorant (bleu méthylène) exposé à la lumière artificielle (lampe LED) par la variation de la concentration en solution du polluant organique en effectuant des prélèvements à des intervalles de temps réguliers (10 min).
- Utilisation d'un spectrophotomètre UV-visible de type Lambda25 Perkin Elmer, qui permet de mesurer directement les densités optiques correspondantes à la longueur d'onde d'absorption maximale de chaque échantillon.

III. Matériel et Produits

III.1. Produits :

Poudre de catalyseur TiO_2 , solution de bleu méthylène de concentration 10 mg/l, eau distillée.

III.2. Matériel :

Balance électronique, plaque à agitation magnétique, barreau magnétique, spatule, coupelle ou un verre de montre, éprouvette graduée de 10 et 50 ml, tubes à essai bécher de 100ml, seringue, centrifugeuse.

IV. Protocole expérimental

IV.1. Courbe d'étalonnage :

Réaliser des dilutions (solutions filles) à partir d'une solution mère S_0 bleu de méthylène de concentrations **10 mg/l** (voir le tableau).

solutions filles	S_1	S_2	S_3	S_4	S_5
Volume V_0 (ml) de la solution mère S_0	1.0	3.0	5.0	7.0	9.0
Volume V_{eau} (ml) d'eau distillée	9.0	7.0	5.0	3.0	1.0
Concentration C (mg/l)					

- Sélectionner la longueur d'onde du bleu de méthylène (BM) sur le spectrophotomètre
- Faire le blanc à l'aide d'une cuve remplie d'eau distillée
- Mesurer l'absorbance de chaque solution fille.
- Regroupez toutes les mesures d'absorbance dans un tableau.
- Tracer la courbe $A=f(C)$

NB : la longueur d'onde du **BM** $\lambda_{\text{max}} = 655 \text{ nm}$

IV.2. Test de Photocatalyse :

- Dans un bécher on verse un volume de 50 ml d'une solution aqueuse du polluant (Bleu méthylène) d'une concentration 10 mg/l à température ambiante.
- Une quantité de 50 mg de catalyseur (TiO_2) est ajoutée à cette solution, ce qui correspond à une concentration en TiO_2 de **1g/L** ; quantité nécessaire pour absorber tous les photons.
- Pour atteindre l'équilibre d'adsorption à la surface du catalyseur, la solution est agitée à l'obscurité, en contact avec les particules de semi-conducteur, durant 30 min à l'aide d'un agitateur magnétique. Cette agitation permet une répartition homogène du catalyseur ainsi qu'une bonne dissolution d'oxygène nécessaire à l'oxydation.
- Après 30 min d'adsorption et avant de se mettre la solution à la lumière artificielle, avec une seringue un prélèvement de 4 ml est effectué, l'échantillon est filtré par centrifugeuse afin d'éliminer TiO_2 ensuite le filtrat recueillie et analysé par spectrophotométrie UV-visible correspondant à t=0 minute.
- Pour suivre la cinétique de la dégradation, la solution est soumise à la lumière artificielle et maintenue sous agitation, la dégradation photocatalytique commence, la variation de la concentration en solution du polluant organique est suivie en effectuant des prises de 4 ml, dans des intervalles de **10 min**.
- les échantillons prélevés sont filtrés, le filtrat est analysé par spectrophotométrie UV-visible.
- Tracer la courbe **A=f(t)**

NB : On arrête la prise d'échantillon lorsqu'on observe la décoloration de la solution.