

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE
جامعة عمّار ثليجي بالأغواط
UNIVERSITE AMAR TELIDJI LAGHOuat
كلية العلوم
FACULTE DES SCIENCES
قسم علوم المادة
DEPARTEMENT SCIENCES DE LA MATIERE



Mémoire de Master

Domaine : Sciences de la Matière

Filière : Chimie

Option : Chimie Inorganique

Par :

SERIOU Naoual

THEME

Synthèse des nano-poudres de mono phosphatâtes à base métalliques

Soutenu publiquement devant le jury composé de :

M ^{me} . HEBBOUL Zoulikha	Professeur	<i>Président</i>
M ^{me} . Bouzaine Amel	Maitre de conférences « B »	<i>Examinatrice</i>
M ^{elle} . MOUATTAH Dalila	Maitre de conférences « B »	<i>Promotrice</i>
M ^r . BOUCHENAFI Mohamed	Maitre de conférences « A »	<i>Co-encadreur</i>

Année Universitaire : 2022/2023

Remerciements

Je remercié avant tout ALLAH le tout puissant pour m'avoir donné le courage, la patience et la force pour réaliser ce travail.

Les travaux de recherche qui font l'objet de ce mémoire ont été réalisés au sein de deux laboratoires, le laboratoire physico-chimie des matériaux (LPCM) dirigé par Monsieur **TAOUTI Mohamed Ben Abdallah** Professeur à l'Université de Laghouat et le laboratoire pédagogie de département de science de la matière dirigé par Madame **BEN HAMID BEN MOULAI Sara**.

Je voudrais adresser mes plus sincères remerciements au Melle. **MOUATTAH DALILA** Maitre de conférences au Département de science de la matière de l'Université Amar Thelidji, Laghouat, ma directrice de mémoire, pour son enthousiasme, ses conseils indispensables, et sa passion de la recherche qu'elle a su me le transmettre. Je tiens à la remercier pour son comportement humain et naturel avec tout le monde, et plus particulièrement à mon égard.

Merci pour la confiance qu'elle m'a accordée tout au long de ce travail.

Ma très sincère gratitude va à mon Co-encadrant de ce mémoire de master Monsieur. **BOUCHENAFI Mohamed** Maitre de conférences « A » à l'université Amar Telidji de Laghouat, son aide, et son soutien.

J'adresse également mes remerciements sincères à Madame, **HEBBOUL Zoulikha** professeur à l'université de Laghouat, pour avoir accepté de présider le jury de ce mémoire et pour sa disponibilité.

Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance à Madame, **BOUZIANE Amel**, Maître de conférence « B » à l'université de Laghouat, pour avoir accepté d'examiner ce travail.

Je remerciement **HAMDI Ahmed** le chef de département de science de la matière à l'Université Amar Telidji de Laghouat et tous nos enseignants durant ces 5 ans d'études en licence et Master.

Je remercie tout le personnel du laboratoire pédagogique de département de sciences de la matière, de l'université AMAR TELIDJI pour l'aide matérielle qu'ils ont mis à ma disposition, pour mener à bien ce travail de recherche.

Enfin, Je n'oublie pas tous ceux qui ont contribué à la réalisation de ce travail.

Dédicaces

Je dédie ce travail :

A ma très chère mère : Tu es l'exemple de dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager et de prier pour moi. Et Puisse Dieu, le tout puissant, te préserver t'accorder santé, longue vie et bonheur.

A mon très cher père : Rien au monde ne vaut les efforts fournis jour et nuit pour mon éducation et mon bien être. Ce travail est fruit de tes sacrifices que tu as consentis pour mon éducation et ma formation.

A mes chers frères Mohamed Marwan, Mohamed Soufiane.

A mes chères sœurs Karima, Fatima, Dalal, Wissam, Inass, Amel. Et petite ma chère Zineb je te souhaite toute la réussite.

Je dédie ce travail A tous les enseignants du département de science de la matière.

Surtout : **YOUSFI Mohamed, DJERIDANE Amar, LEFKAIER Iben khaldoun, MOUATTAH Dalila, BOUCHNAFA Mohamed, HEBBOUL Zoulikha, FARHAT Mahmoud, HAMDI Ahmed, TAOUTI Mohamed Ben Abdallah, et BEN GHIA Ali**

Pour les aider et les encourager incessamment.

Je voudrais adresser mes plus sincères remerciements aux doctorants : M^{elle} KECIBA Amina, M^{elle} DJERIBIA Nehla et M^r CHEGMA Taha.

A mes collègues d'étude, en particulier : Ben Guesmia Hadjer, Ben Yaagoub Meriame, Hazel Samah Kouthar, Darem Rihab, Chettouh Sihame, Dimah Kaoutar , Aroudji Hanane,

Bekkair Sana, Ben Aumeur Hadjer, Abdelmalek Djihad, Ben Brika Fatima Zohra, Messaoudi Sarah, Djoual Fatima et Ghaoui Samia.

Et à toute la promotion de Master 2022-2023, à qui je souhaite bonne chance dans leurs vies.



SERIOU Naoual



Liste des abréviations

APO₄	Mono phosphatâtes a base métallique
DRX	Diffraction des Rayons X
d_{hkl}	Distances inter réticulaires
FTIR	Infrarouge à Transformée de Fourier (Fourier Transforme Infrared)
ICSD	Base de données des structures inorganique cristallin (Inorganic Crystal Structure Data base)
UV/VIS	Ultraviolette-visible

Liste des figures

La figure	Le titre de figure	La page
I.1	Groupement tétraédrique de phosphatâtes PO_4^{3-} .	2
I.2	Différents types de solutions solides, (A) solution solide de substitution et (B) solution solide d'insertion.	4
I.3	les deux approches d'élaboration des nanomatériaux.	5
II.1	Synthèse par Co-précipitation.	10
II.2	procédés sol-gel.	11
II.3	Principe de diffraction « la loi de Wulff-Bragg ».	12
II.4	Photographie de l'appareillage de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier FTIR (Université de Laghouat Amar Telidji).	13
II.5	Les étapes de préparation des solutions en colloïdale pour l'analyse UV/VIS .	14
III.1	Protocole de synthèse du AlPO_4 et SrPO_4 par précipitation.	17
III.2	Protocole de synthèse du AlPO_4 et SrPO_4 par voie sol-gel.	18
III.3	Protocole de synthèse par voie sol-gel pour la solution solide $\text{Al}_{(1-x)}\text{Sr}_{(x)}\text{PO}_4$.	20
III.4	Protocole de synthèse par voie sol-gel pour la solution solide $\text{Al}_{(1-x)}\text{Bi}_{(x)}\text{PO}_4$.	22
III.5	Diagramme de traitement thermique.	23
III.6	Photographies des différentes poudres du SrPO_4 , AlPO_4 avant et après la calcination.	23
III.7	Photographies des différentes poudres de la solution solide $\text{Al}_{(1-x)}\text{Sr}_{(x)}\text{PO}_4$ avant et après la calcination.	24
III.8	Photographies des différentes poudres du système $\text{Al}_{(1-x)}\text{Bi}_{(x)}\text{PO}_4$ avant et après la calcination.	25
IV.1	Diffractogrammes DRX des poudres des échantillons $x=0.05$ et $x=0.1$ de système $\text{Al}_{(1-x)}\text{Bi}_{(x)}\text{PO}_4$.	28

IV.2	Diffractogrammes DRX des poudres des échantillons x=0.01 et x=0.15 de système Al_(1-x)Bi_(x)PO₄ .	29
IV.3	Spectre infra-rouge (FTIR) des échantillons x=0.05 et x=0.1 pour le système Al_(1-x)Sr_(x)PO₄ .	30
IV.4	Spectre infra-rouge (FTIR) des échantillons x=0.2 et x=0.15 pour le système Al_(1-x)Sr_(x)PO₄ et le SrPO₄ .	31
IV.5	Spectres UV. Visible des poudres du système Al_(1-x)Bi_(x)PO₄ , pour les valeurs de x= 0.01, 0.05, 0.10, 0.15, 0.20 et 0.25 .	33

Liste des tableaux

Le tableau	Titre de tableau	La page
II.1	Les matériels utilisés pour la synthèse.	8
II.2	Les produits utilisés pour la synthèse.	9
III.1	Différentes quantités prises pour la synthèse des solutions solides $\text{Al}_{(1-x)}\text{Sr}_{(x)}\text{PO}_4$.	19
III.2	Différentes quantités prises pour la synthèse de solutions solides $\text{Al}_{(1-x)}\text{Bi}_{(x)}\text{PO}_4$.	21
IV.1	Les différentes analyses effectuées.	27

Remerciement	ii
Dédicas	iii
Liste des abréviations	iv
Liste des figures	v
Liste des tableaux	vi
Sommaire	vii

SOMMAIRE

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

MATÉRIELS ET MÉTHODES

II. Matériels et méthodes	7
II.1. Matériels et produits utilisés	8
II.2. Méthodes de synthèse (voie chimique)	9
II.2.1. Synthèse par Co-précipitation	9
II.2.2. Synthèse par voie sol-gel	10
II.3. Méthodes de caractérisation	11
II.3.1. Diffraction de rayon X sur poudre	11
II.3.2. La spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)	13
II.3.3. Spectroscopie UV-Visible	14

PROTOCOLE EXPÉRIMENTAL

III. Protocole expérimental	15
-----------------------------------	----

III.1. Synthèse des mono-phosphatâtes APO_4	16
III.1.1. Synthèse par précipitation	16
III.1.2. Synthèse par voie Sol-gel	17
III.2. Synthèse de solutions solides à base phosphatâtes	19
III.2.1. Système (a) : $Al_{(1-x)} Sr_{(x)} PO_4$	19
III.2.2. Système (b) : $Al_{(1-x)} Bi_{(x)} PO_4$	21
III.3. Conditions de traitement thermique	23

RÉSULTATS ET DISCUSSION

IV. Résultats et discussion	26
IV.1. Caractérisation par DRX	27
IV.2. Analyse FTIR	30
IV.3. Analyse UV-Visible	32

CONCLUSION GÉNÉRALE

V. Conclusion générale	34
-------------------------------------	-----------

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

VI. Références bibliographiques	36
--	-----------

Introduction Générale

I. Introduction générale

Les phosphates ont reçu une attention considérable en raison de ses applications dans les industries de l'électronique, de l'optoélectronique et des télécommunications [1-4]. En effet de nombreux cristaux de phosphates et d'oxyphosphates chimiquement stables, comme les cristaux de YPO_4 dopés Nd^{3+} , ont été abondamment étudiés en optique non linéaire, magnéto-optique et physique des lasers [5]. D'autre part, la découverte en 1970 de la luminescence coopérative de paires d'ions Yb^{3+} a été faite dans des cristaux de YbPO_4 [6] ; et la spectroscopie optique des cristaux massifs penta-phosphates (solutions solides) $\text{Nd}_x\text{T}_{1-x}\text{P}_5\text{O}_{14}$ ($\text{T}=\text{Y}, \text{La}$; $0.1 \leq x < 1$) a aussi été étudiée de façon systématique [7].

Le travail présenté dans ce mémoire porte essentiellement sur les phosphatâtes monométalliques et bimétalliques « solutions solides » comporte le ligand PO_4^{3-} comme ion principale (**Figure I.1**). L'ion phosphate (ou ortho-phosphate) avec ses trois charges négatives est un anion poly-atomique de formule chimique brute PO_4^{3-} , il présente une forme tétraédrique où quatre atomes d'oxygène entoure un atome centrale de phosphore. La grande charge négative du groupement tétraédrique PO_4^{3-} de haute symétrie favorise la formation d'une charpente anionique avec un degré de stabilité mécanique, chimique et thermique important [8]. En fait, c'est le raison pour que ces matériaux de 'phosphatâtes métalliques' connaissent depuis des décennies un vif engouement dans tous les domaines.

Les propriétés des phosphates sont directement corrélées à la nature et au degré d'oxydation des cations M introduits dans la charpente, quel que soit son degré d'ouverture, elles peuvent être magnétiques dans les phosphates d'éléments de transition [6], comme indiquer dans l'industrie pétrochimique. À titre d'exemple, certains phosphatâtes d'éléments de transition sont utilisés principalement comme catalyseurs d'oxydoréduction [9, 10].

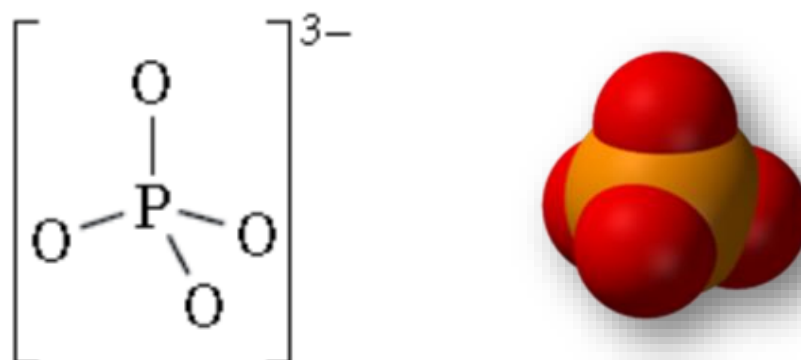


Figure I.1 : Groupement tétraédrique de phosphatâtes PO_4^{3-} .

Par ailleurs, la diversité structurale des phosphatates, qui permet d'explorer les effets de basse dimensionnalité du réseau sur les propriétés magnétiques, du désordre chimique et des valences différentes, de nombreux phosphates de métaux de transition ont été étudiés aussi comme des cristaux antiferromagnétiques (exemple : $\text{BaNi}_2(\text{PO}_4)_2$) [8] ; pourtant il faut noter que les monocristaux combinant à la fois un magnétisme localisés et des propriétés spectroscopiques d'ions de terre rare restent assez rares.

Par conséquence, notre intérêt dans ce travail s'explique par les intéressantes applications des phosphatates eux-mêmes. Si leur usage traditionnel a été orienté vers les produits d'alimentation, les détergents et les engrais 'et à cause de leurs importantes propriétés : électriques, magnétiques, catalytiques, et agro-industries', des nombreux nouveaux domaines de recherche ont été considérablement améliorés (verre, céramiques...).

Comme indiqué précédemment, notre travail porte sur :

✓ **Premièrement : les phosphatates monométalliques ou simples :**

Sont appelés aussi 'les orthophosphates', la grande variété structurale représentée par ces composés résulte du grand nombre de cations qui peuvent former des structures orthophosphate très stables, en plus de la possibilité d'incorporer davantage de groupements moléculaires, comme l'eau, ou même des groupements anioniques. Pratiquement chaque élément métallique forme un orthophosphate, et parfois pour chaque valence de cet élément. On peut noter à titre d'exemples, $\text{LiFe}^{\text{II}}\text{PO}_4$ et $\text{Fe}^{\text{III}}\text{PO}_4$ pour l'orthophosphate de fer et $\text{NaV}^{\text{II}}\text{V}^{\text{III}}_2(\text{PO}_4)_3$, $\text{V}^{\text{III}}\text{PO}_4$, $\text{V}^{\text{IV}}\text{O}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ et $\text{V}^{\text{V}}\text{OPO}_4$ pour l'orthophosphate de vanadium [11-13].

Un grand nombre d'orthophosphates a été caractérisé depuis plusieurs années, initié par la découverte de la grande diversité dans les structures des phosphates d'aluminium, de béryllium et de zinc [14]. Le groupement orthophosphate adopte généralement une géométrie tétraédrique presque régulière. L'analyse des données géométriques de 80 structures cristallines orthophosphate déterminées sur monocristal donne une longueur de liaison moyenne P-O égale à 1,536 Å pour des distances situées entre 1,50 et 1,58 Å et pour des angles tétraédriques compris entre 97° et 115° [13].

✓ **Deuxièmement : Solutions solides à base de phosphatates:**

La notion de solution solide est une notion thermodynamique, c'est un mélange de corps purs, simple ou complexe formant un solide homogène, on peut ajouter un matériau « métal » à un autre ou le remplacer par un autre sans modifier la structure, c'est-à-dire que les deux métaux vont entrer en *solution solide* totale formant une phase [17].

La solution solide cristallin se fait par deux mécanismes (**Figure (I.2)**) : par *la substitution* forme *une solution solide désordonnée* où la substitution d'un atome par un autre se fait au hasard dans les sites quelconques de la structure, par *L'insertion* forme *une solution solide ordonnée* et les sites atomiques ne sont plus équivalents [18].

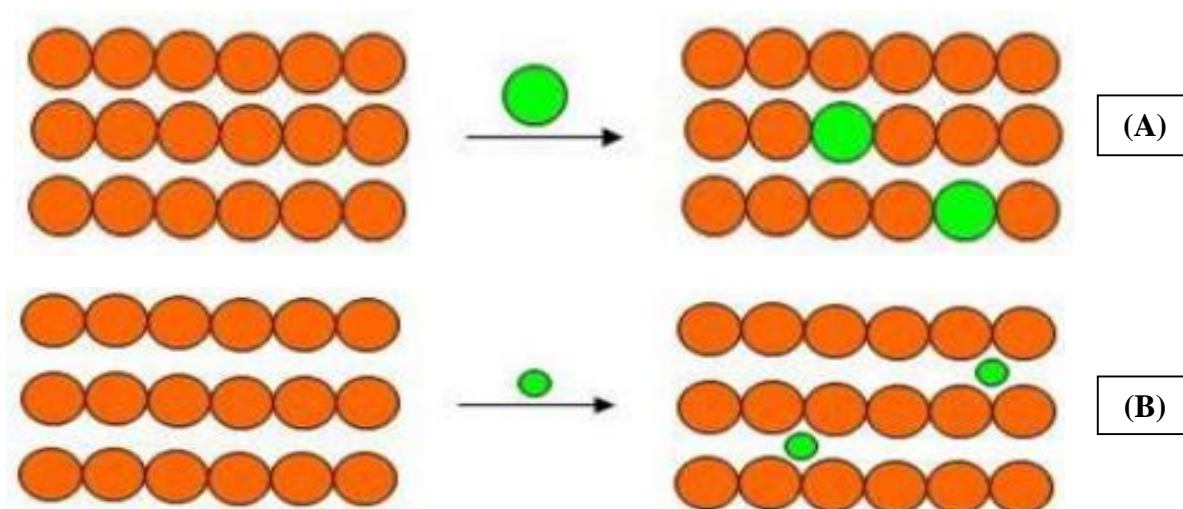


Figure I.2: Différents types de solutions solides, (A) solution solide de substitution et (B) solution solide d'insertion.

Dans ce contexte, les phosphates des éléments de transition ont été les plus étudiés en raison de leurs structures microporeuses au vu de leurs propriétés physiques et chimiques : catalyse, échange d'ions, conduction ionique et magnétisme. En effet l'activation des solides est fréquemment induite en substituant certains cations par des éléments de transitions pour préparer des solutions solides : on leur confère de cette manière des propriétés physiques telle que la luminescence ou chimiques telle que l'activité catalytique [19].

✍ **C'est ainsi que l'introduction d'ions comme Ni^{2+} , Mn^{2+} ou Co^{2+} , Bi^{3+} dans un réseau de phosphate métallique est utilisée pour l'élaboration des solutions solides de phosphates catalyseurs (voir résultats et discussion).**

D'autre part, l'élaboration des nanomatériaux de haute qualité nécessite des d Plusieurs techniques de synthèse ont permis l'obtention de matériaux nanocristallins reproductibles avec contrôle des paramètres nano-structuraux. On peut classer les techniques en deux catégories [20] : On différencie la méthode dite « ascendante » (en anglais bottom-up) de la méthode dite « descendante » (top-down).

L'approche « ascendante » consiste à construire les nano-objets et les nanomatériaux atome par atome, molécule par molécule ou agrégat par agrégat. L'assemblage ou le positionnement des atomes, des molécules ou des agrégats s'effectue de façon précise, contrôlée et exponentielle, permettant ainsi l'élaboration des matériaux fonctionnels dont la structure est complètement maîtrisée.

L'approche « descendante » consiste à réduire et plus précisément à miniaturiser les systèmes actuels en optimisant les technologies industrielles existantes. Les dispositifs où les structures sont ainsi graduellement sous dimensionnés ou fractionnés jusqu'à atteindre des dimensions nanométriques [20].

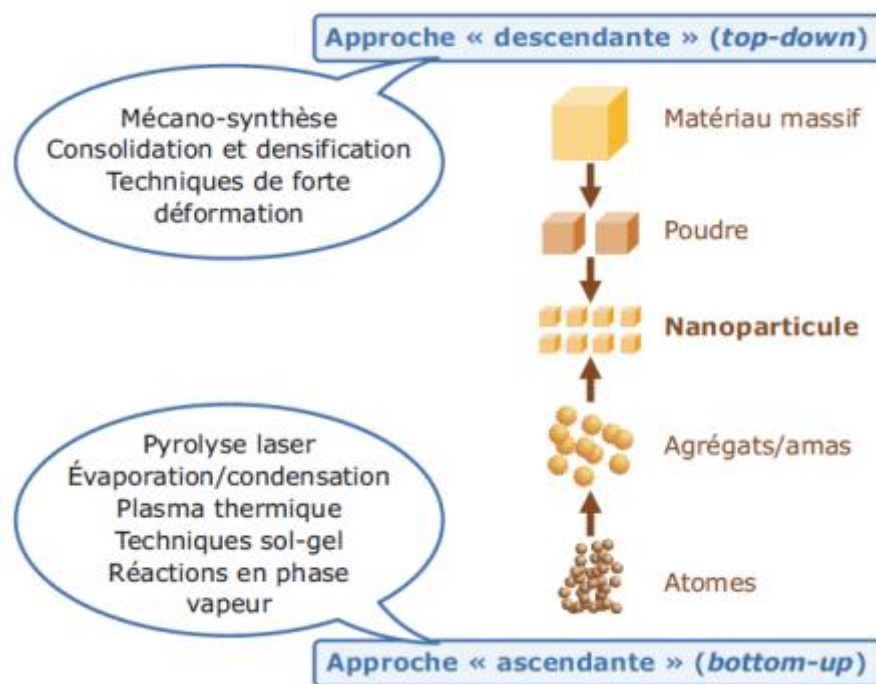


Figure I.3 : les deux approches d'élaboration des nanomatériaux [20].

Ces deux méthodes de synthèse « ascendante » et « descendante » peuvent être réalisées par des procédés physiques, mécaniques ou chimiques.

Cette diversité, encourageante, nous a poussés à préciser le cadre de notre travail dans ce mémoire de Master. En effet, ce travail est consacré à l'élaboration des phosphatates à base Métallique : monométallique MPO_4 avec $M : Al \text{ et } Sr$ et aussi deux systèmes de solutions solides: $Al_{(1-x)}Sr_{(x)}PO_4$, avec $0.05 \leq x \leq 0.3$ et $Al_{(1-x)}Bi_{(x)}PO_4$, avec $0.01 \leq x \leq 0.3$, par voie sol-gel et Co-précipitation. Particulièrement, nous avons focalisé notre attention pour identifier les phases cristallines par diffraction des rayons X puis nous avons étudié les propriétés d'absorption

optiques par spectroscopie **UV-VIS** et **FTIR** à fin de vérifier la cristallinité et la pureté de composés synthétisés.

L'objectif de notre travail est élaboré des nanoparticules de mono- phosphatâtes et des solutions solides, on a besoin d'améliorer nos connaissances sur les méthodes de synthèse ainsi que les conditions favorables pour les préparer.

Suivant la méthode "**IMRAD**" (Introduction, Matériels et méthodes, résultats et discussion), le manuscrit s'articule sous la forme d'un article autour de Cinq parties :

- Introduction générale, traite l'objectif de notre travail.
- Matériels et méthodes, mettre en évidence sur les matériels utilisés et les méthodes de synthèse et de caractérisations utilisées dans ce travail.
- Protocole expérimentale, faire la mise au point sur le mode opératoire ainsi que les conditions expérimentales de synthèse.
- Résultats et discussion, présente les résultats en les discutant de manière comparative.
- Conclusion générale et perspectives.

Matériels et Méthodes

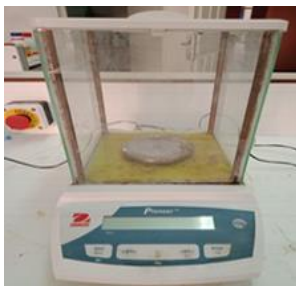





II. Matériels et méthodes

Cette partie portera sur les matériels, les produits et les méthodes utilisées pour l'élaboration des mono phosphatés à base métallique désirés dans ce travail, ainsi que leurs méthodes de caractérisation qui seront misent en avant.

II.1. Matériels et produits utilisés :



Les tableaux (II.1) et (II.2) présentent, respectivement, les matériels et les produits utilisés pour la synthèse des composés volues dans ce travail :

Tableau II.1 : Les matériels utilisés pour la synthèse.

		
Balance électrique 'Pioneere TM '	Agitateur magnétique 'Heidolph MR 3002'	Étuve de la marque 'Memmert'
		
Centrifugeuse 'SINAL TD 4A'	Four tubulaire 'Nabertherm 30-3000°C'	Bain sonore 'ULTRASONS'

- ✓ **Remarque** : tous les produits chimiques usés comme précurseurs dans ces expériences sont utilisés sans aucune purification.

Tableau II.2 : Les produits utilisés pour la synthèse.

Les produits chimiques		
Précurseurs métalliques	<ol style="list-style-type: none"> 1) Hydrogéno-phosphatate de potassium K₂HPO₄ (174,18 g/mol), P (98%). 2) Nitrate d'aluminium nona-hydraté Al (NO₃)₃.9H₂O (375,13 g/mol), P(98%). 3) Nitrate de Strontium Sr (NO₃)₂ (211,63 g/mol), P (98%). 4) Nitrate de Bismuth penta-hydraté Bi (NO₃)₃.5H₂O (485, 07 g/mol), P (98%). 5) Acide citrique C₆H₈O₇.H₂O (210, 14 g/mol), P (99.5%). 	
Solvants	<ul style="list-style-type: none"> • Acide nitrique HNO₃ (1M), P (69%). • L'eau distillée. 	

II.2. Méthodes de synthèse :

Plusieurs méthodes d'élaboration des matériaux inorganiques, en particulier les nanomatériaux, sont présentées dans la littérature, elles conduisent à différentes structures obtenues en fonction des paramètres de synthèse (quantité des réactifs, température, temps, solvant, ...). Ainsi que les propriétés de ces derniers dépendent du mode, des conditions expérimentales et spécialement la température de synthèse. Nous nous sommes intéressés, dans ce travail, à la synthèse des mono phosphatates utilisant deux méthodes chimiques : la Co-précipitation et la méthode Sol-gel.

II.2.1. Synthèse par Co-précipitation:

Parmi les nombreuses méthodes de chimie douce possibles : (décomposition des précurseurs, micro émulsion, sol-gel.....), la Co-précipitation peut conduire à l'obtention de plus grandes quantités de poudre et à des tailles de grains nanométriques [21]. Afin d'obtenir par chimie douce des poudres de tailles de grains contrôlées, de stoechiométrie déterminée et

exemptes d'impuretés, deux étapes sont nécessaires. La première consiste à réaliser la précipitation de la poudre : c'est la partie chimie douce proprement dite. Elle permet d'obtention directe de composé désiré sous la forme d'une précipitée en basant sur la réaction aléatoire des deux précurseurs « pour éviter l'hétérogénéité locale, les réactifs sont toujours à faible concentration et ajoutés goutte à goutte en s'assurant que le milieu soit sous agitation » [22].

La deuxième étape est, quant à elle, constituée d'un ou plusieurs traitements thermiques. Elle est nécessaire afin d'éliminer les résidus de synthèse adsorbés à la surface des grains et afin d'obtenir le composé voulu.



Figure II.1 : Synthèse par Co-précipitation.

Cette technique présente plusieurs avantages comme [22]:

- ✓ L'obtention des tailles de grains plus petites que par voie solide.
- ✓ Une bonne homogénéité des mélanges de réactifs.
- ✓ Une meilleure réactivité des mélanges précurseurs lors des traitements thermiques.

II.2.2. Synthèse par voie sol-gel:

Le procédé sol-gel présentant dans la figure suivante (II.2) est une voie chimique utilisée pour synthétiser des matériaux vitreux ou céramiques à des températures relativement basses, sur la base d'une Chimie humide qui implique la préparation d'un sol, la gélification du sol et l'élimination du liquide présent dans les fines particules [23].

Les avantages de cette technique sont [23]:

- ✓ Meilleur contrôle de la morphologie, notamment de la porosité et de la taille des particules.
- ✓ Des gammes de composition étendues.
- ✓ Pas besoin d'équipement spécial ou coûteux.

Pour les inconvénients :

- Le coût des précurseurs.
- L'obtention de grandes pièces (des agglomérats).

- Difficile d'éviter la porosité résiduelle et les groupes OH [23].

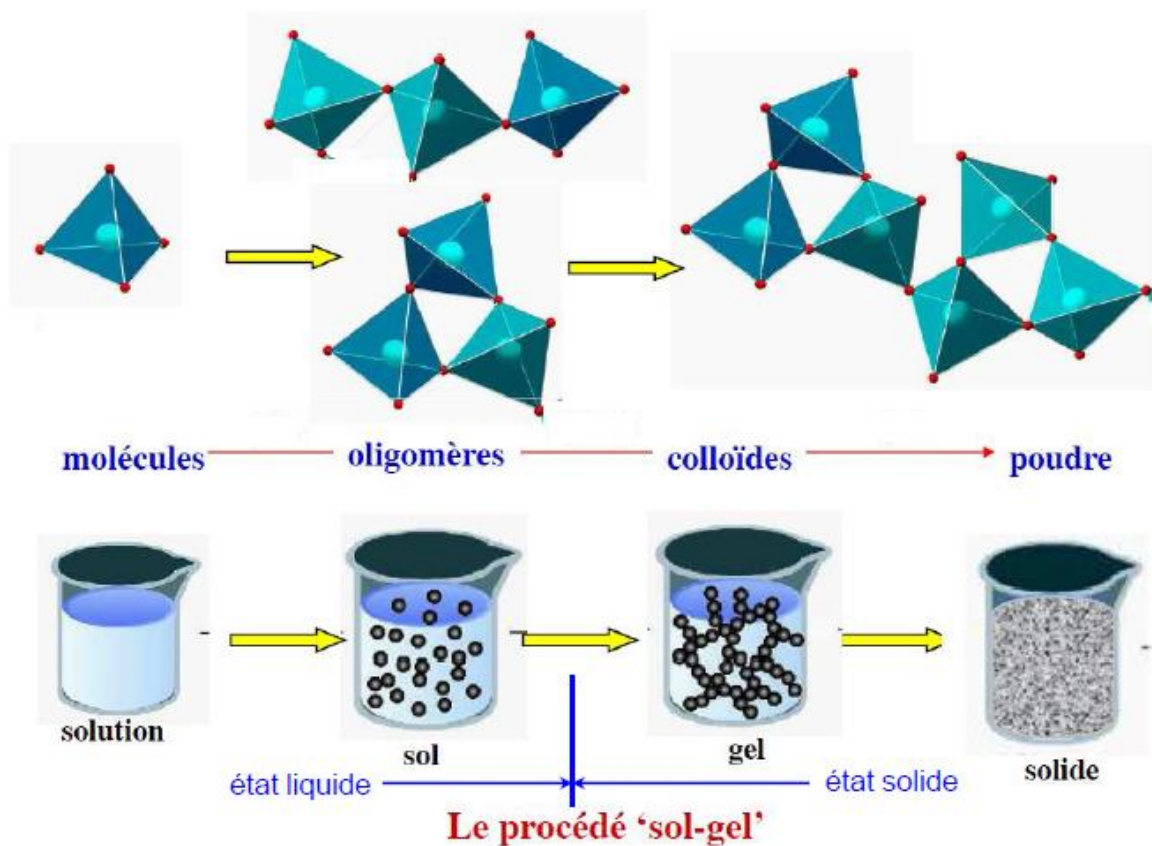


Figure II.2 : procédés sol-gel [24].

II.3. Méthodes de caractérisation:

II.3.1. Diffraction de rayon X sur poudre:

La méthode de diffraction de rayons X sur poudre **DRX** a été inventée en **1916** par **Debye et Scherrer** en Allemagne, et par **Hull** aux États-Unis en **1917**. Cette technique permet de déterminer la nature de chaque phase cristalline au sein de l'échantillon et aussi de revenir à la structure du système analysé (paramètres de réseau, coordonnées atomiques et taille des cristaux), et de déterminer la pureté de l'échantillon. Il permet également l'identification de phases inconnues (organiques ou inorganiques) et de matériaux fins, ainsi que les poly cristallins. [25].

Le principe général de cette méthode consiste à exposer un composé poudreux à un faisceau de rayons X monochromatiques et à résumer le spectre de diffraction qu'il émet. Les rayons X diffusés se chevauchent, donc l'intensité a un maximum dans certaines directions, et ici présente le phénomène de "diffraction". L'intensité détectée est enregistrée à la fin en fonction de

l'angle de déviation 2θ (**figure II.3**). Les angles de déviation correspondant aux interférences constructives, sont donnés par la loi de Bragg [25]:

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

Où

λ : la longueur d'onde du faisceau de rayon X incident.

θ : angle de diffraction.

n : Ordre de réflexion.

d_{hkl} : distance interoculaire caractérisant une famille de plans repérés par les indices de Miller h, k, l.

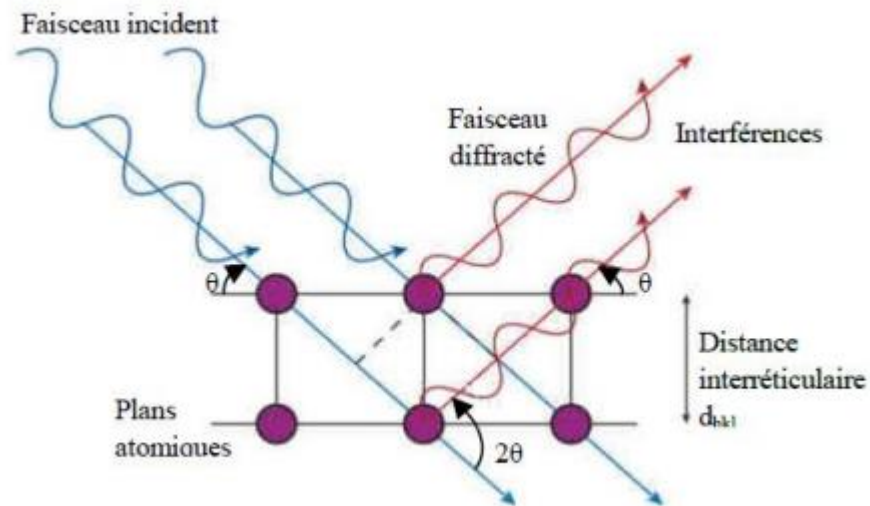


Figure II.3 : Principe de diffraction « la loi de Wulff-Bragg » [26].

☞ L'analyse radio cristallographique des échantillons à température ambiante a été réalisée avec le diffractomètre **X'Pert PHILIPS** (CRAPC LAGHOUAT) de géométrie de Bragg de caractéristiques suivantes :

- Le générateur de rayons X (40 KV, 40mA).
- L'anticathode en cuivre.
- L'angle d'émergence du faisceau à la sortie du tube est de 10° .
- La radiation $K\alpha_1$ du cuivre mono-chronométrique ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$).

✓ Identification des phases :

La méthode de diffraction sur poudre permet l'identification de chaque phase cristalline des spectres de diffraction caractéristiques de la structure par les distances inter-réticulaires d_{hkl} et intensités réfléchies I_{hkl} .

La méthode de poudre permet également l'identification de substances dépend à un diffractomètre actuel sont souvent associé à un micro-ordinateur et il contient une banque de données **ICDD** (International Centre for Diffraction Data), chacune des plus de 120000 fiches actuellement enregistrées contient au moins l'ensemble des couples (d, I) pour chaque pic connu. Des modèles standards des substances cristallines sont donnés dans le dossier de la diffraction de poudre, le dossier de **JCPDS** (Joint committee for powder diffraction standards) [25]. Dans notre travail on a utilisé la base des données **ICSD** pour bien identifier les phases formées.

Un diagramme de référence quelconque du fichier peut ainsi être superposé sur le diagramme expérimental. La procédure d'identification des phases est réalisée en comparant le diffractogramme enregistré avec ceux de substances connues enregistrés dans un fichier de références *Powder Diffraction File 2* ou (*PDF2* matériaux inorganiques).

II.3.2. La spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF) :

La spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier est une méthode d'analyse qui utilise un rayonnement dans la gamme infrarouge des radiations électromagnétiques. On distingue des élongations symétriques et des élongations antisymétriques et des vibrations de déformation. Dans notre travail, les analyses **FTIR** de nos échantillons ont été effectuées au sein de *laboratoire pédagogique (département de sciences de la matière)*. L'appareillage utilisé « de spectroscopie infrarouge a transformé de Fourier FTIR » montre dans la figure suivante :



Figure II.4 : Photographie de l'appareillage de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier FTIR (université de Laghouat Amar Telidji).

II.3.3. Spectroscopie UV-Visible :

La spectroscopie UV-visible permet d'accéder qualitativement à des renseignements quant à la nature des liaisons présentes au sein de l'échantillon, mais également de déterminer quantitativement la concentration d'espèces absorbant dans ce domaine spectral. Principalement, la technique de spectroscopie UV-visible est une analyse qu'étudie les propriétés de la matière, et plus particulièrement de certaines molécules, d'absorber certaines longueurs d'ondes du spectre UV-visible. Cette méthode est basée sur l'utilisation d'une spectroscopie qui détermine l'absorption d'une solution pour une longueur d'onde donnée ou pour une plage de longueurs d'ondes judicieusement choisie [27].

✓ Préparation des échantillons pour l'analyse :

Les analyses ont été effectuées au laboratoire pédagogique (département de sciences de la matière) sur un spectromètre UV. Visible 'SP3000 nano optima'. Toutes les solutions ont été préparées en colloïdale avec une concentration de $C=0.2\text{g/l}$, utilisant l'eau distillée comme solvant, et en suivant les étapes présentées dans la figure suivante.

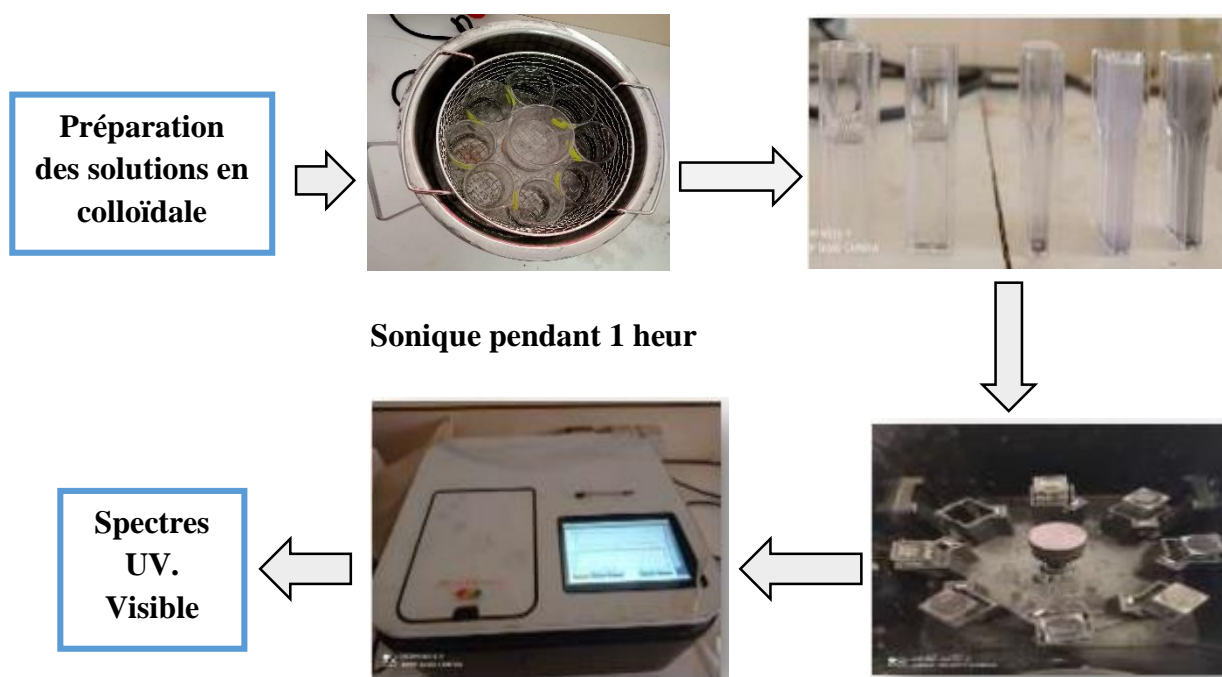


Figure II.5 : Les étapes de préparation des solutions en colloïdale pour l'analyse UV/VIS.

Protocole Expérimental

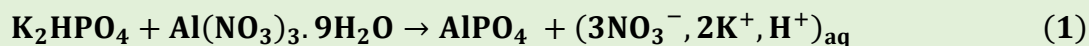
III. Protocole expérimental

Cette partie présente deux protocoles de synthèses utilisées pour la préparation de quelque mono phosphatâtes à base métallique et certain solutions solides. Ces deux protocoles par voies chimiques basés sur la précipitation et la méthode Sol-gel suivi par une calcination à différentes températures afin d'obtenir des phosphates métalliques.

III.1. Synthèse des mono-phosphatâtes APO_4 :

Les composées mono phosphatâtes sont des composés ternaires APO_4 , où **A** représenté un alcalino-terreux ou un élément métallique. Dans ce travail, on s'intéresse à la synthèse de deux mono phosphatâtes APO_4 (**A : Sr et Al**) par la méthode Co-précipitation et le procédé sol-gel.

✂ La synthèse de toutes les phases a été effectuée selon les schémas réactionnels suivants :



III.1.1. Synthèse par précipitation :

Les conditions optimales de synthèse sont les suivantes :

- a) On prend : 10^{-2} moles de hydrogénophosphate de potassium K_2HPO_4 et 10^{-2} moles d'un précurseur métallique (nitrate d'aluminium nona-hydrate ou nitrate de Strontium) sont mises séparément chacune en solution dans 10 ml de l'eau distillé.
- b) Après le mélange de ces deux solutions, un précipité de couleur blanche a été formé instantanément (à température ambiante).
- c) À la suite, le précipité a été récupéré par centrifugeuse (3000 tr/min, durée 10min), lavé trois fois par l'eau distillée et séchés dans l'étuve à 80°C pendant 24h.

✂ L'organigramme suivant montre le protocole général de la synthèse de ces deux composés mono- phosphatâtes APO_4 (**A : Al et Sr**) :

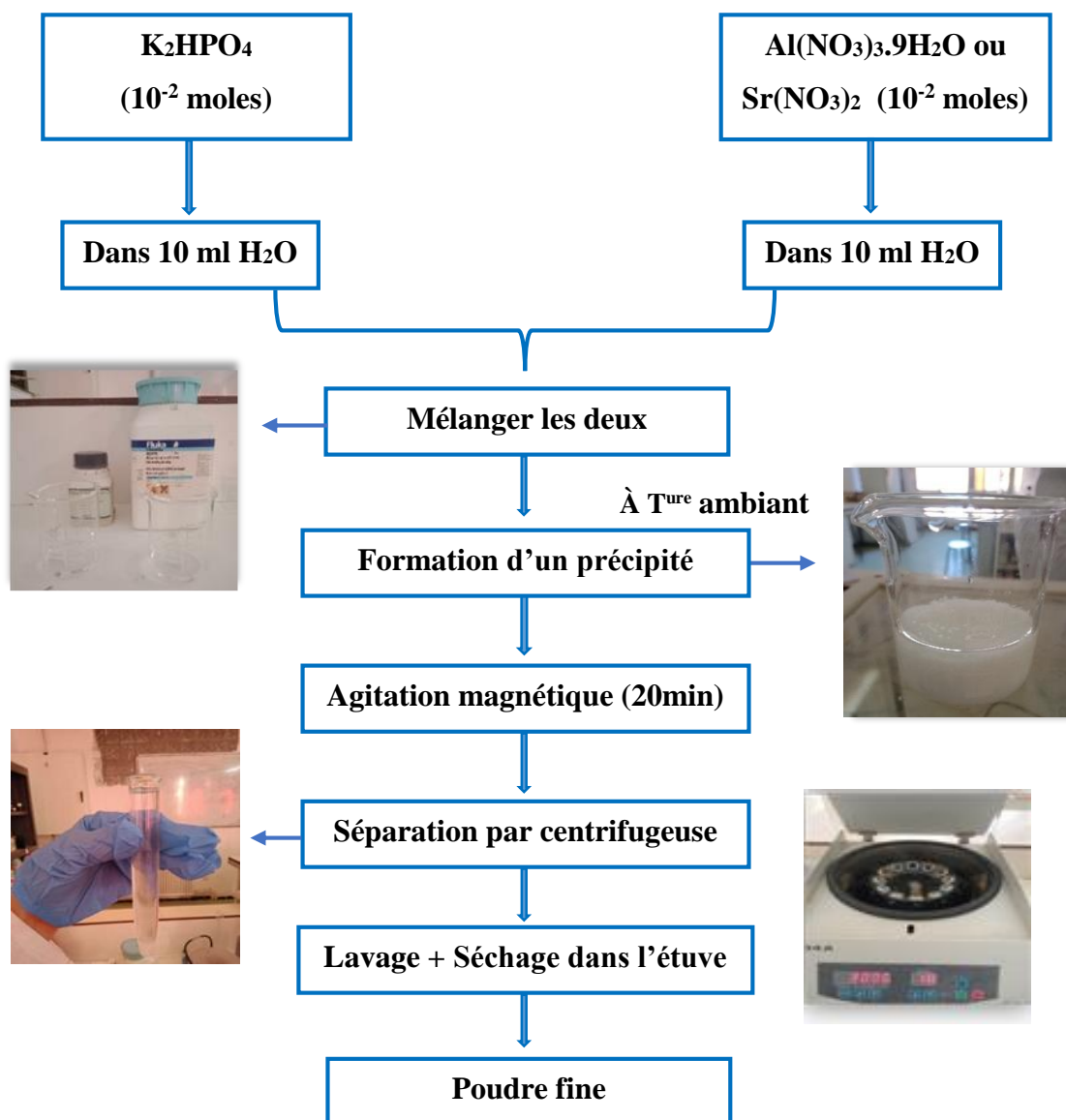


Figure III. 1 : Protocole de synthèse du AlPO_4 et SrPO_4 par précipitation.

III.1.2. Synthèse par voie Sol-gel :

Le mode opératoire a été fait selon les étapes suivantes : (on utilise les mêmes précurseurs)

- On ajoute l'acide citrique ($m = 4.2028\text{g}$) comme agent complexant.
- Un mélange transparent et homogène de deux solutions des précurseurs avec l'acide citrique soumis à une agitation magnétique et thermique à 85°C .
- Après 45min d'agitation thermique, un gel de couleur jaune pâle a été formé.
- Après le séchage dans l'étuve à 90°C pendant 4 jours, la poudre finale a été broyée et calcinée à température 900°C dans un four tubulaire.

Remarque :

Lors de la formation du gel, on a remarqué un dégagement d'un gaz incolore à forte odeur inconnue.

La figure suivante (**Figure III.2**) est un organigramme qui présente toutes les étapes de cette synthèse :

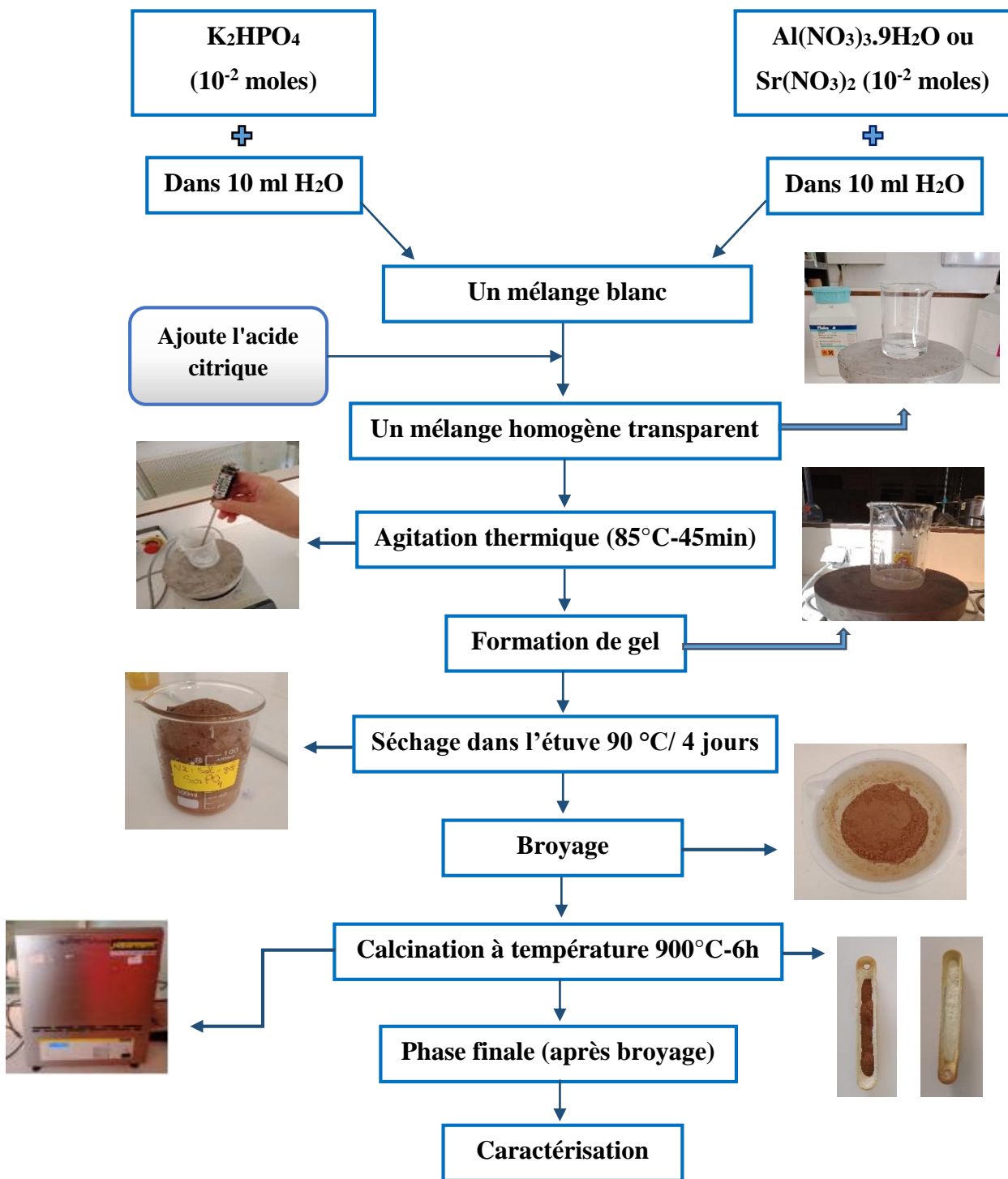


Figure III.2 : Protocole de synthèse du AlPO₄ et SrPO₄ par voie sol-gel.

III.2. Synthèse de solutions solides à base de phosphatates :

Dans cette partie, on s'intéresse à la synthèse de deux solutions solides à base de phosphatates par voie sol-gel ($\text{Al}_{1-x}\text{B}_x\text{PO}_4$), où **B** soit **Sr** ou **Bi**.

III.2.1. Système (a) : $\text{Al}_{(1-x)}\text{Sr}_{(x)}\text{PO}_4$

Pour ce système et à fin de vérifier la possibilité d'élaboration d'une solution solide on dopant les ions de Strontium, on a choisi des valeurs faibles de **x** où : **x**= **0.05, 0.1, 0.15, 0.2, 0.25** et **0.3**. Le tableau suivant représente les différents rapports molaires utilisés pour la synthèse de cette solution solide avec les phases théoriques finales préférées.

Tableau II.1 : Différentes quantités prises pour la synthèse des solutions solides



$\text{Al}_{(1-x)}\text{Sr}_{(x)}\text{PO}_4$							
	Sr(NO ₃) ₂			Al(NO ₃) ₂ ·9H ₂ O			
Expérience	X	n (mol)	m(g)	(1-X)	n (mol)	m(g)	Résultat théorique
1	0.05	0.0005	0.1058	0.95	0.0095	3.5637	Al_(0.95) Sr_(0.05) PO₄
2	0.1	0.0010	0.2116	0.90	0.0090	3.3762	Al_(0.90) Sr_(0.1) PO₄
3	0.15	0.0015	0.3174	0.85	0.0085	3.1886	Al_(0.85) Sr_(0.15) PO₄
4	0.20	0.0020	0.4233	0.80	0.0080	3.0010	Al_(0.80) Sr_(0.20) PO₄
5	0.25	0.0025	0.5291	0.75	0.0075	2.8135	Al_(0.75) Sr_(0.25) PO₄
6	0.30	0.0030	0.6349	0.70	0.0070	2.6259	Al_(0.70) Sr_(0.30) PO₄

➤ **Mode opératoire :**

Le protocole comporte à suivre les mêmes étapes de procédé sol-gel utilisé précédent pour la synthèse des mono-phosphatates, la figure suivante (**Figure III.3**) est un organigramme présente toutes les étapes de cette synthèse:

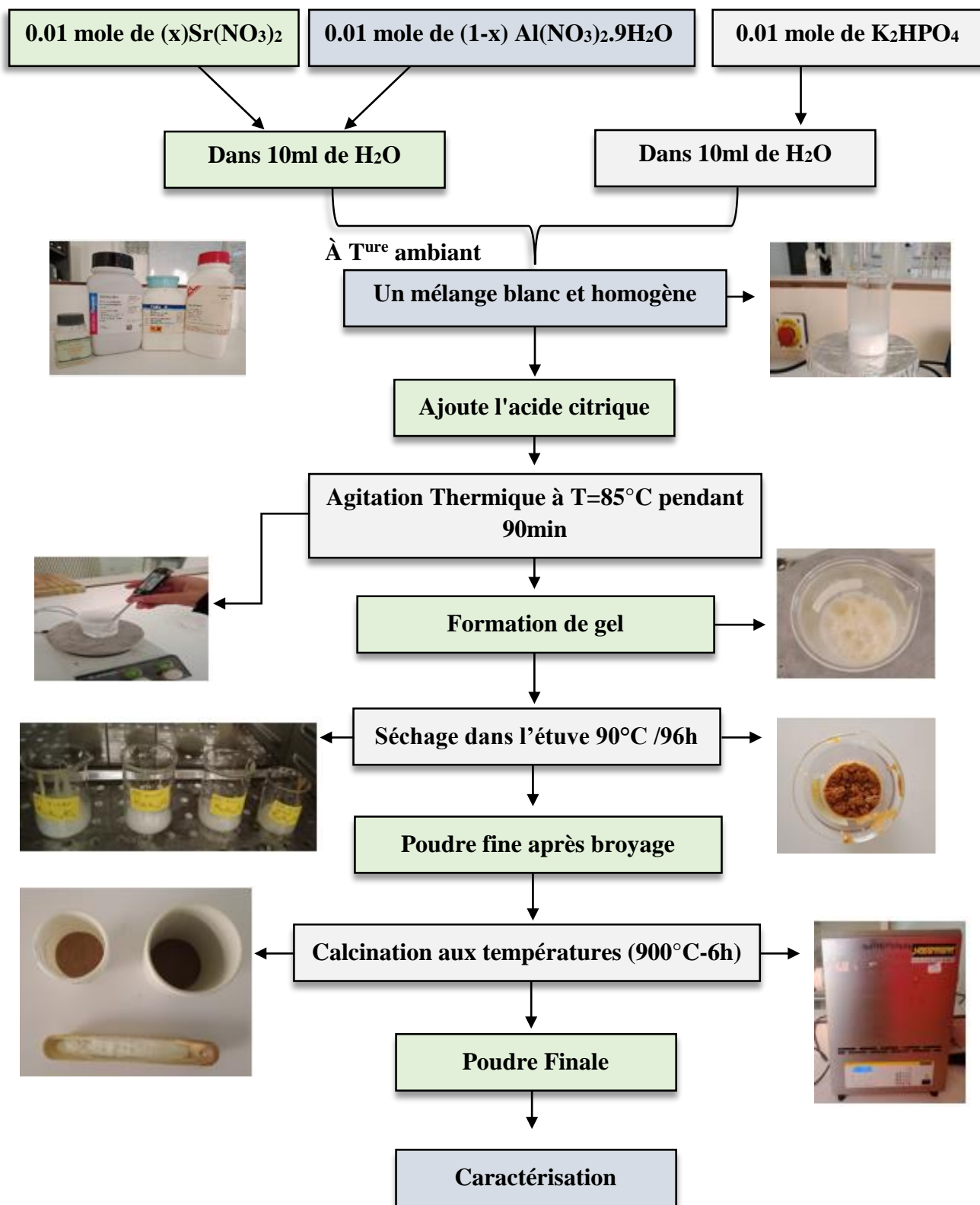


Figure III.3 : Protocole de synthèse par voie sol-gel pour la solution solide $\text{Al}_{(1-x)}\text{Sr}_{(x)}\text{PO}_4$.

III.2.2. Système (b) : $\text{Al}_{(1-x)}\text{Bi}_{(x)}\text{PO}_4$

À fin de vérifier la possibilité de la synthèse d'une solution solide à base de phosphatates d'aluminium on dopant les ions de Bismuth, on a choisi des valeurs faibles de x où : $x=0.01, 0.05, 0.1, 0.15, 0.2, 0.25$ et 0.3 . Le tableau suivant représente les différents rapports molaires utilisés pour la synthèse de cette solution solide avec les phases théoriques finales préférées.

Tableau II.2: Différentes quantités prises pour la synthèse de solutions solides



$\text{Al}_{(1-x)}\text{Bi}_{(x)}\text{PO}_4$							
	$\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$			$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$			
Expérience	X	n (mol)	m(g)	(1-X)	n (mol)	m(g)	Résultat théorique
1	0.01	0.0001	0.0485	0.99	0.0099	3.7138	$\text{Al}_{(0.99)}\text{Bi}_{(0.01)}\text{PO}_4$
2	0.05	0.0005	0.2425	0.95	0.0095	3.5637	$\text{Al}_{(0.95)}\text{Bi}_{(0.05)}\text{PO}_4$
3	0.10	0.0010	0.4851	0.90	0.0090	3.3762	$\text{Al}_{(0.90)}\text{Bi}_{(0.10)}\text{PO}_4$
4	0.15	0.0015	0.7276	0.85	0.0085	3.1886	$\text{Al}_{(0.85)}\text{Bi}_{(0.15)}\text{PO}_4$
5	0.20	0.0020	0.9701	0.80	0.0080	3.0010	$\text{Al}_{(0.80)}\text{Bi}_{(0.20)}\text{PO}_4$
6	0.25	0.0025	1.2127	0.75	0.0075	2.8135	$\text{Al}_{(0.75)}\text{Bi}_{(0.25)}\text{PO}_4$
7	0.30	0.0030	1.4552	0.70	0.0070	2.6259	$\text{Al}_{(0.70)}\text{Bi}_{(0.30)}\text{PO}_4$

➤ **Mode opératoire :**

Le même protocole a été suivi pour la synthèse de cette solution solide, la seule différence est la dissolution de nitrate de Bismuth dans l'acide nitrique (1M).

- ✓ La figure suivante (**Figure III.3**) présente le mode opératoire utilisé dans cette synthèse:

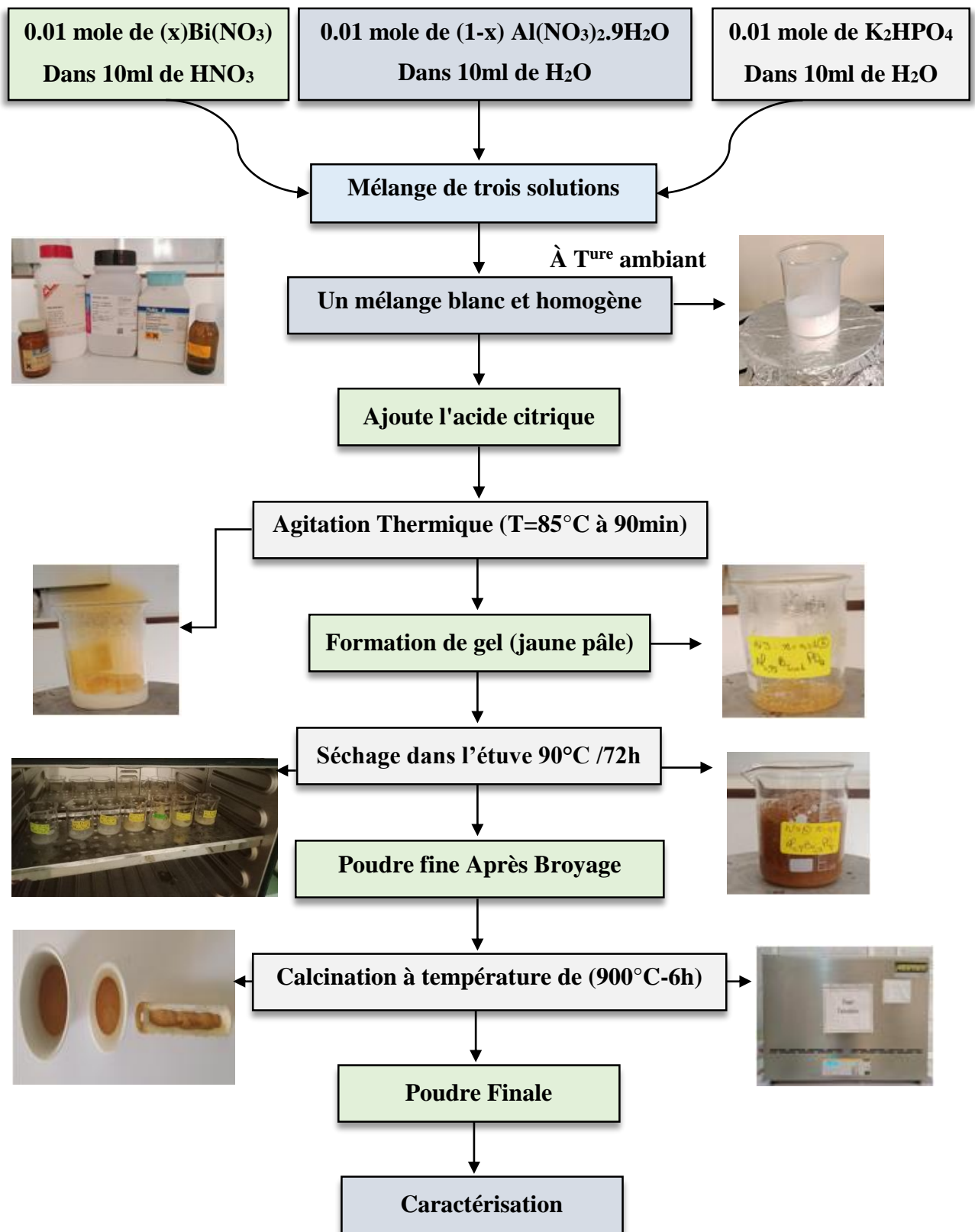


Figure III.4 : Protocole de synthèse par voie sol-gel pour la solution solide



III.3. Conditions de traitement thermique :

Les différentes poudres ainsi formées dans nos expériences, subissent à une calcination dans un four tubulaire à fin d'avoir de phases bien cristallisées, suivant des conditions optimales comme le montre la figure suivante :

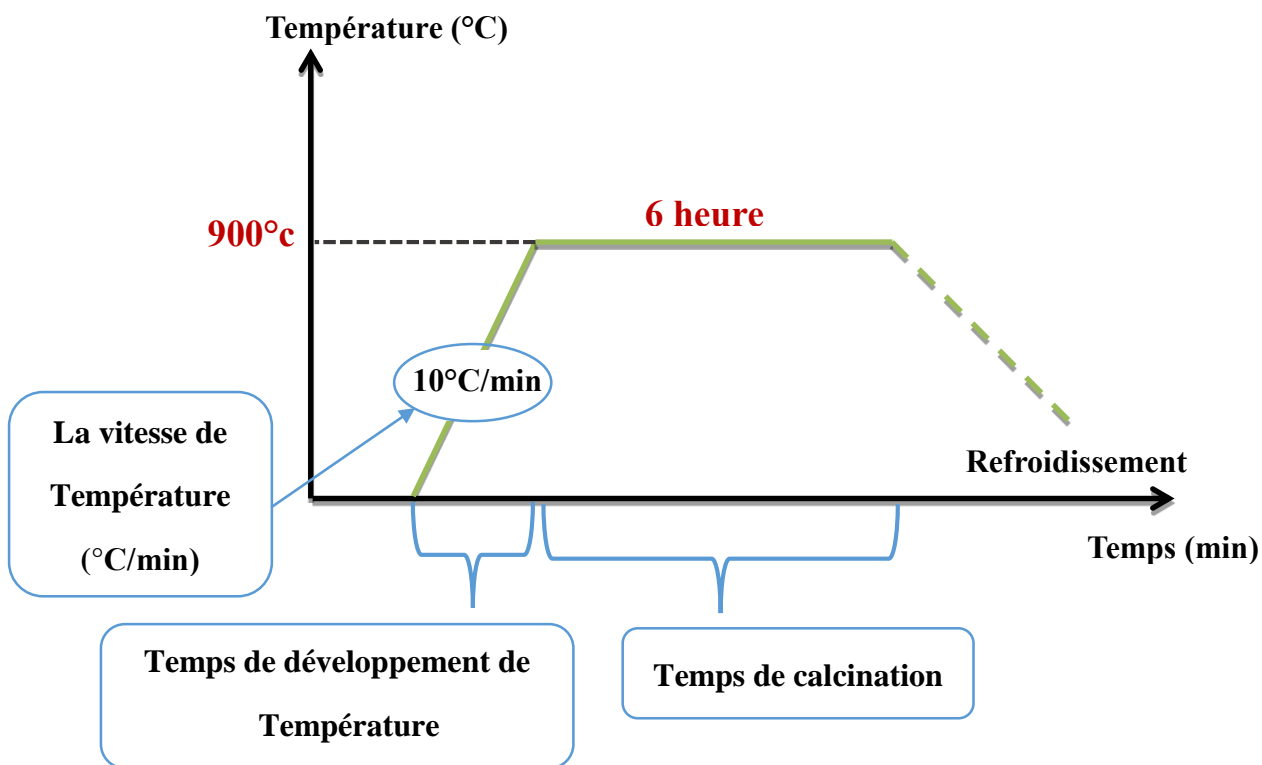


Figure III.5: Diagramme de traitement thermique.

- Certain photos de nos échantillons sont présentés dans les figures suivantes :
- ✚ Pour les mono-phosphatâtes SrPO_4 , AlPO_4 (par voie sol-gel) :

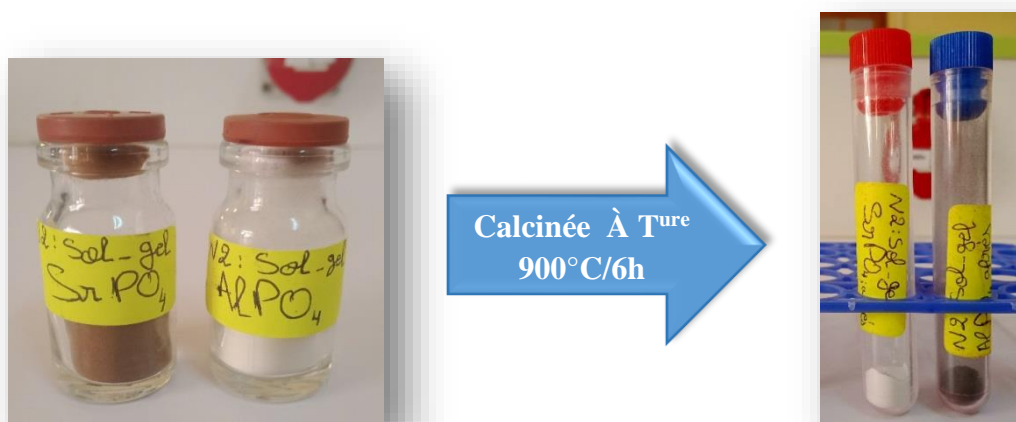


Figure III.6: Photographies des différentes poudres du SrPO_4 , AlPO_4 avant et après la calcination.

✚ Pour les solutions solides :

Le système (a) : $\text{Al}_{(1-x)}\text{Sr}_x\text{PO}_4$



Sans calcination



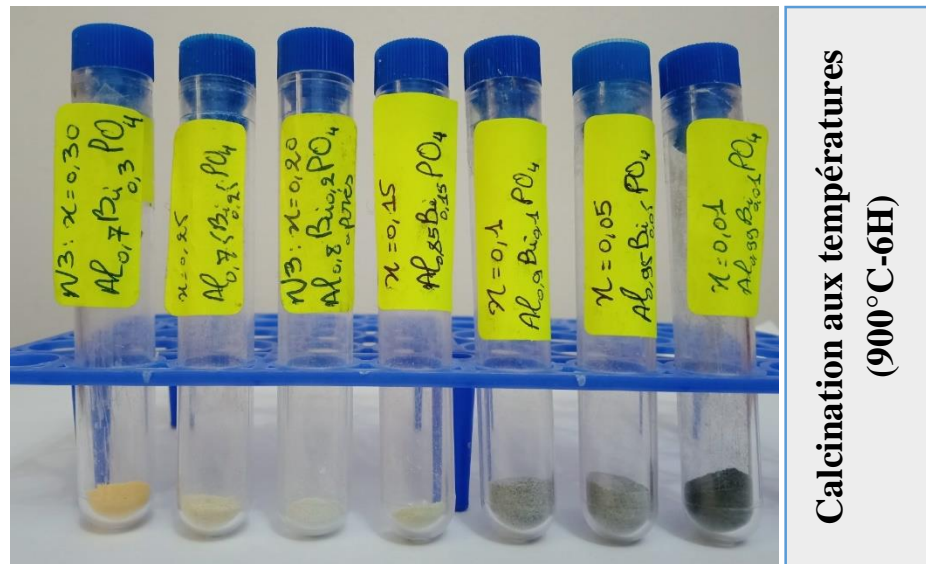
Calcination aux températures
(900°C-6H)

Figure III.7: Photographies des différentes poudres de solution solide $\text{Al}_{(1-x)}\text{Sr}_x\text{PO}_4$ avant et après la calcination.

Le système (b) : $\text{Al}_{(1-x)}\text{Bi}_x\text{PO}_4$



Sans calcination



Calcination aux températures
(900°C-6H)

Figure III.8: Photographies des différentes poudres du système $\text{Al}_{(1-x)}\text{Bi}_{(x)}\text{PO}_4$ avant et après la calcination.

Résultats et Discussion

IV. Résultats et discussion

Afin de vérifier la cristallinité et la pureté de nos échantillons nous préférons de faire l'analyse qualitativement par la diffraction de rayons X, FTIR et UV.V. Le tableau suivant rassemble les différentes analyses effectuées de nos échantillons.

Tableau IV.1 : Les différentes analyses effectuées.

échantillons	La phase	DRX	FTIR	UV.V
1	Al _(0.95) Sr _(0.05) PO ₄	/	✓	/
2	Al _(0.90) Sr _(0.10) PO ₄	/	✓	/
3	Al _(0.85) Sr _(0.15) PO ₄	/	✓	/
4	Al _(0.80) Sr _(0.20) PO ₄	/	✓	/
5	Al _(0.75) Sr _(0.25) PO ₄	/	/	/
6	Al _(0.70) Sr _(0.30) PO ₄	/	/	/
7	Al _(0.99) Bi _(0.01) PO ₄	✓	/	✓
8	Al _(0.95) Bi _(0.05) PO ₄	✓	/	✓
9	Al _(0.90) Bi _(0.10) PO ₄	✓	/	✓
10	Al _(0.85) Bi _(0.15) PO ₄	✓	/	✓
11	Al _(0.70) Bi _(0.20) PO ₄	/	/	✓
12	Al _(0.75) Bi _(0.25) PO ₄	/	/	✓
13	Al _(0.70) Bi _(0.30) PO ₄	/	/	✓
14	AlPO ₄	/	/	✓
15	SrPO ₄	/	✓	/

IV.1. Caractérisation par DRX:

La caractérisation par diffraction de rayon X a été faite pour les échantillons de Al_{1-x}Bi_xPO₄ (x= 0.01, 0.05, 0.10 et 0.15) calcinés à 900°C. Les différents diffractogrammes sont présentés dans les figures (IV.1) et (IV.2).

La comparaison de diffractogrammes des échantillons x=0.01, x=0.1 et x=0.05 avec les Fiches de la base des données ICSD pour tous les phases désirées (AlPO₄, BiPO₄, les oxydes de bismuth, les oxydes d'aluminium, les oxydes de phosphate) a été bien confirmé la cristallisation

d'une phase **inconnue (peut être une nouvelle phase de cette solution solide)**. La confirmation de la cristallisation de cette nouvelle phase besoin d'autres techniques d'analyse comme le MEB-EDAX et l'analyse élémentaire à but de vérifier les compositions précises de nos échantillons.

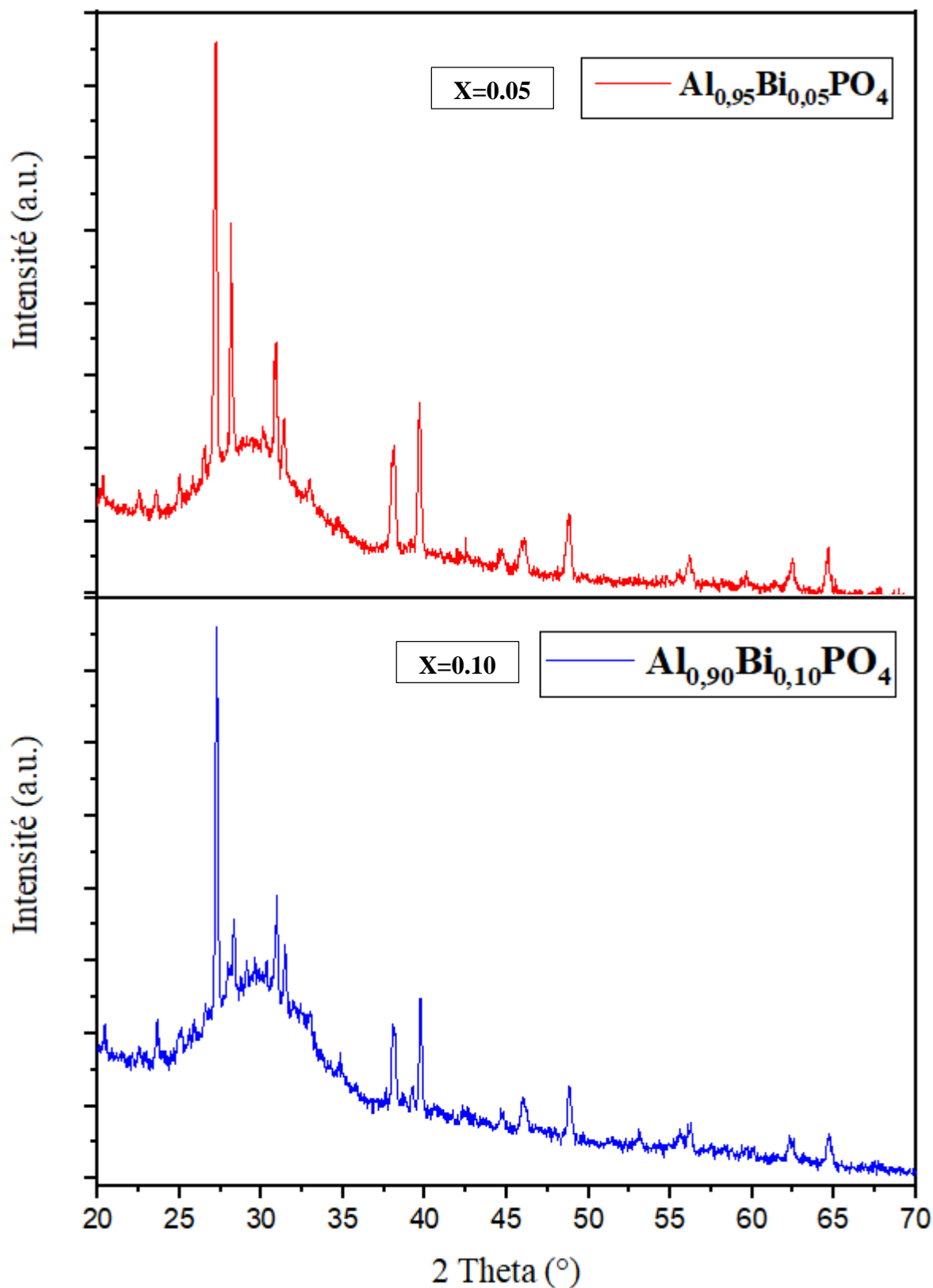


Figure IV.1 : Diffractogrammes DRX des poudres des échantillons $x=0.05$ et $x=0.1$ de système $\text{Al}_{(1-x)}\text{Bi}_{(x)}\text{PO}_4$.

D'autre part, pour l'échantillon $x=0.15$ leur diffractogramme comme présenté dans la **figure IV.2** confirme l'existence d'une phase amorphe malgré que la calcination a été fait dans les mêmes conditions cités pour les autres échantillons (**voire Annex**).

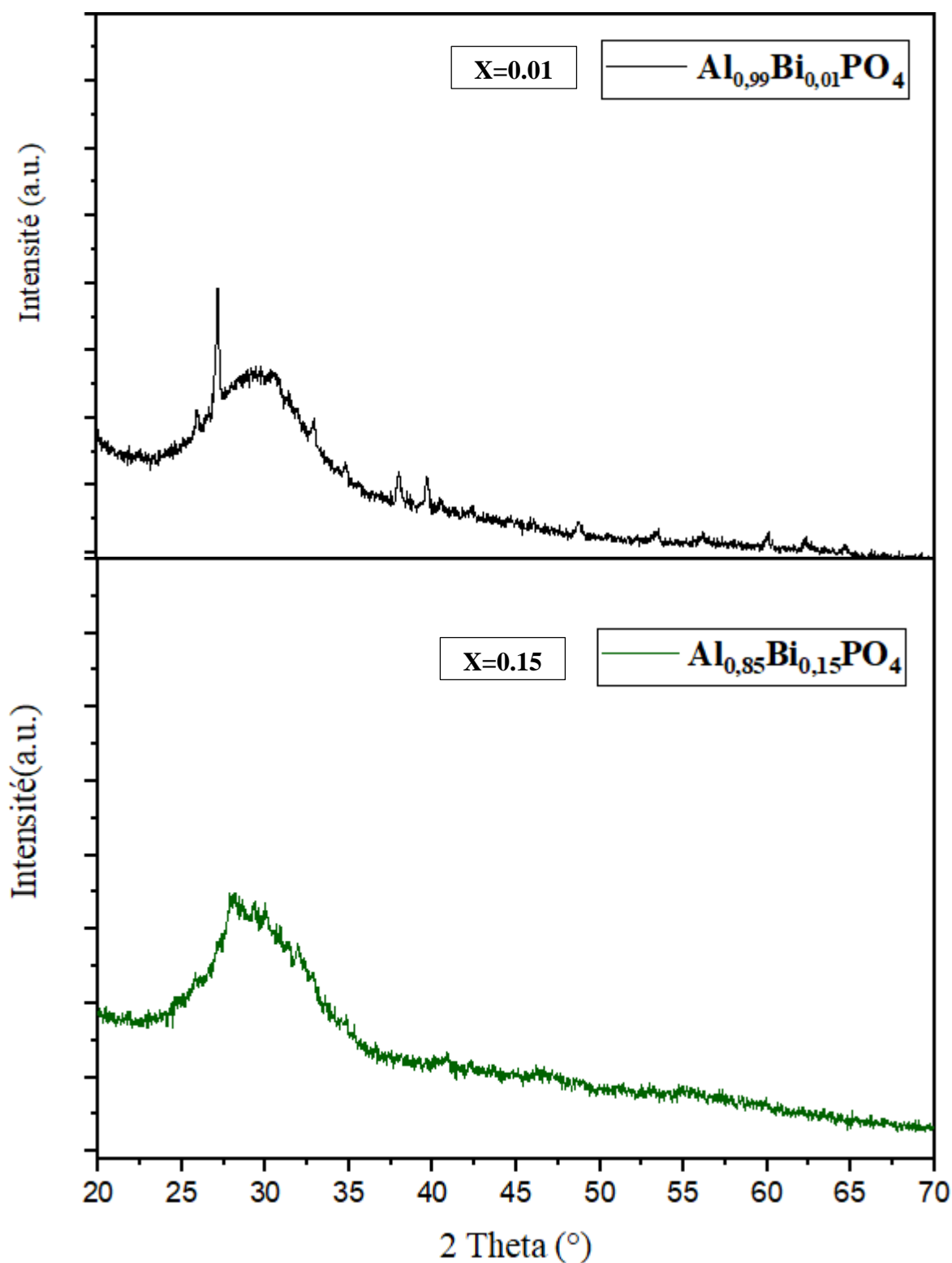


Figure IV.2 : Diffractogrammes DRX des poudres des échantillons $x=0.01$ et $x=0.15$ de système $Al_{(1-x)}Bi_{(x)}PO_4$.

✍ **IL faut noter que: d'après les résultats de DRX ne nous pouvons pas vérifier la loi de Vegard (loi de solutions solides) car les phases obtenues n'ont été pas bien identifiées.** Le principe de cette loi dit que Lorsqu'un atome étranger pénètre dans un réseau d'un composé pur, il provoque en général une variation des paramètres cristallins selon le réseau étudié, qui se traduit par une expansion ou une contraction du réseau cristallin, fonction de la taille des atomes. On dit que la variation obéit à la loi de *Vegard* si elle est linéaire avec le taux de la substitution x. Cependant cette loi n'est pas toujours respectée et on assiste à des variations positives ou négatives par rapport à la droite de *Vegard* [28].

IV.2. Analyse FTIR:

L'analyse infrarouge des poudres de la solution solide $\text{Al}_{(1-x)}\text{Sr}_x\text{PO}_4$ pour les échantillons : (x= 0.05, 0.1, 0.15, 0.2) et l'échantillon de SrPO_4 a été effectuée sur un spectromètre Infra Rouge A Transformée de fourrier de Marque 'AGILENT' dans un domaine spectral compris entre 4000 et 400 cm^{-1} , en utilisant la technique de FTIR.

Les spectres ainsi obtenus de ces échantillons sont présentés dans les figures (IV.3) et (IV.4) La figure montre l'existence de quelques bonds dans l'intervalle de 2000 cm^{-1} à 650 cm^{-1} pour tous les échantillons.

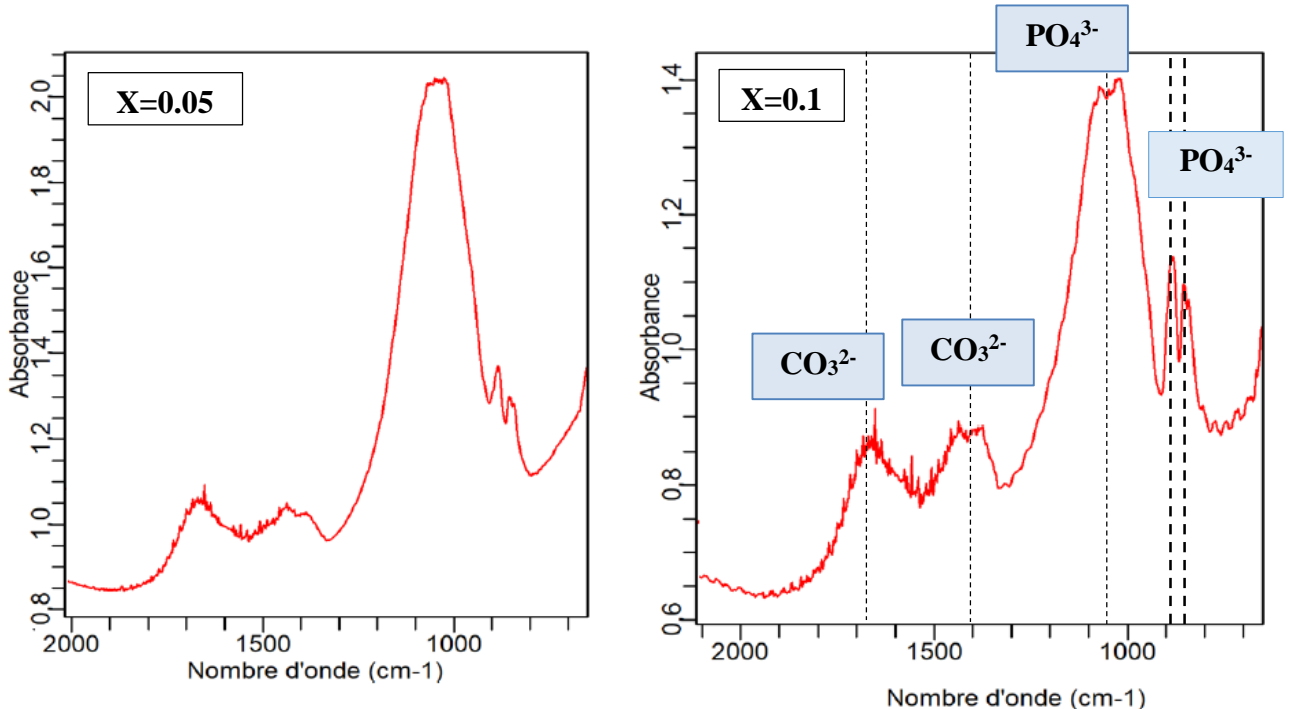


Figure IV.3: Spectre infra-rouge (FTIR) des échantillons x=0.05 et x=0.1 pour le système $\text{Al}_{(1-x)}\text{Sr}_x\text{PO}_4$.

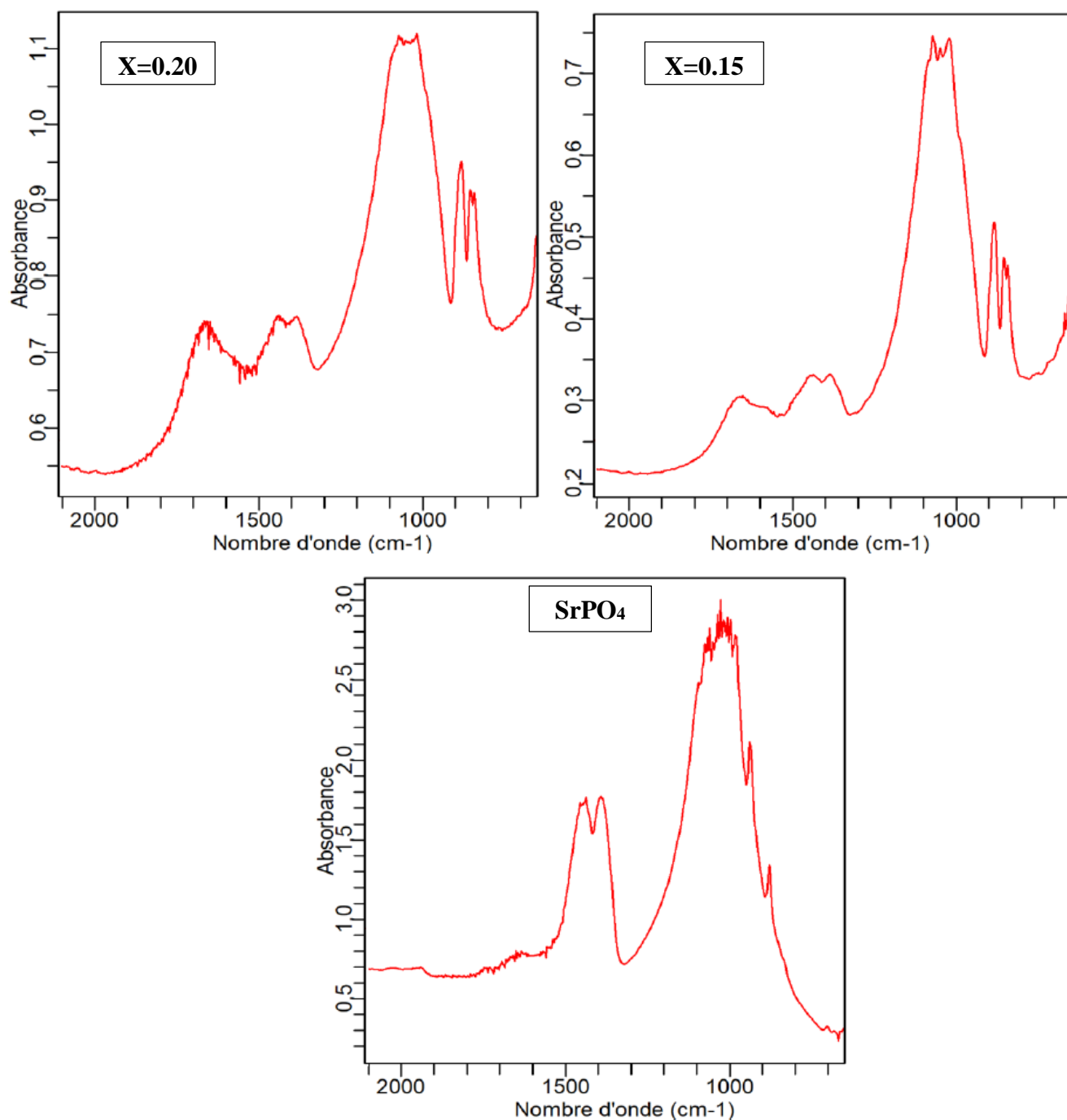


Figure IV.4: Spectre infra-rouge (FTIR) des échantillons $x=0.2$ et $x=0.15$ pour le système $\text{Al}_{(1-x)}\text{Sr}_{(x)}\text{PO}_4$ et le SrPO_4 .

On observe donc, dans les 5 échantillons la présence de trois bonds l'un large et intense vers 1100 cm^{-1} (voire Figure IV.3 et IV.4) liée à l'élongation antisymétrique du groupement PO_4^{3-} ; deux autre bonds moins intense autour $800\text{-}900 \text{ cm}^{-1}$ (voire Figures IV.3 et IV.4) attribuée à la déformation antisymétrique du PO_4^{3-} comme rapporté dans [29], caractéristiques des ortho-phosphatâtes. Autre bandes apparaissant vers $1400\text{-}1600 \text{ cm}^{-1}$ correspondent aux modes de vibration de carbonate CO_3^{2-} [30].

IV.3. Analyse UV. visible:

Dans cette partie, nous nous sommes intéressés à l'absorption optique de solutions solides préparées précédemment de système $\text{Al}_{(1-x)}\text{Bi}_{(x)}\text{PO}_4$, leurs spectres d'absorption ont été analysés comme le montre la figure suivante.

Comme le présente **la figure IV.5**, tous les spectres d'absorption de ce système présentent des bandes autour de 370-380 nm liés au transfert des charges de différents ions existant dans les différentes structures.

- ✓ Par comparaison, dans le domaine visible (400-800 nm), l'absorbance pour tous les échantillons diminue en fonction de la longueur d'onde, ce qui confirme l'aptitude d'être utilisés comme des *photo catalyseurs* (avec une énergie de bande faible).

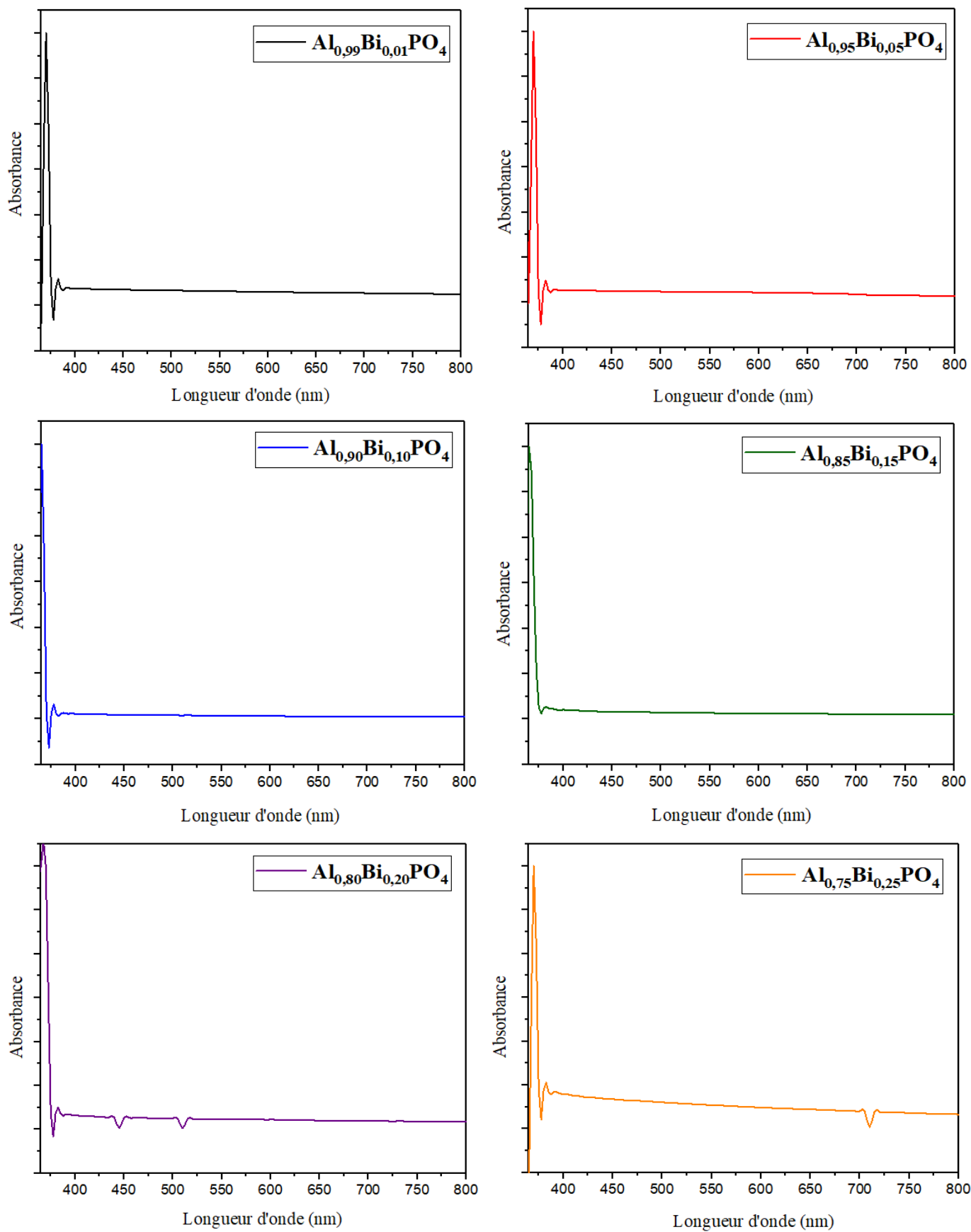


Figure IV.5 : Spectres UV. Visible des poudres du système $\text{Al}_{(1-x)}\text{Bi}_x\text{PO}_4$, pour les valeurs de $x = 0.01, 0.05, 0.10, 0.15, 0.20$ et 0.25 .

Conclusion Générale

V. Conclusion générale

Dans notre travail, l'élaboration des nano-poudres à base de phosphatâtes par deux méthodes de synthèses Co-précipitation et sol-gel suivie par calcination, leurs caractérisation par DRX et FTIR et l'étude des propriétés optiques par UV.V, nous ont permis d'arriver aux conclusions suivantes:

- La synthèse de quelques composés monométalliques à base de phosphatâtes MPO_4 avec $M : Al, Sr$ a été faite selon deux méthodes de synthèse par voie chimique. D'autre part deux systèmes de solutions solides: $Al_{(1-x)}Sr_{(x)}PO_4$, avec $0.05 \leq x \leq 0.3$ et $Al_{(1-x)}Bi_{(x)}PO_4$, avec $0.01 \leq x \leq 0.3$ ont été aussi élaborés par la méthode sol-gel.
- La caractérisation par diffractions des rayons X sur poudre a été faite seulement pour 4 échantillons de deuxième système, afin de vérifier la cristallinité et la pureté de ces échantillons. Cette caractérisation, nous a permis d'identifier des phases similaires et inconnues (probablement des nouvelles phases de solution solide $Al_{(1-x)}Bi_{(x)}PO_4$ ($x=0.01, 0.05, 0.1, 0.15$)).
- L'analyse FTIR a été faite pour 4 échantillons de premier système et a confirmé la présence des ligands PO_4^{3-} selon le mode de vibration caractéristiques des ortho-phosphatâtes pour les solutions solides $Al_{(1-x)}Sr_{(x)}PO_4$ ($x=0.05, 0.1, 0.15, 0.20$).
- Dans le domaine visible (400-800 nm), l'absorbance pour tous les échantillons diminue en fonction de la longueur d'onde, ce qui confirme l'aptitude d'être utilisés comme des photo-catalyseurs.

Comme recommandations, on suggère de poursuivre le travail en effectuant :

- ✓ Compléter les analyses **DRX** et **FTIR** de tous les échantillons.
- ✓ Ajouter une analyse **MEB-EDX** pour vérifier la composition des deux solutions solides ainsi que l'étude de la morphologie et la taille des cristallites.
- ✓ Faire la calcination dans des autres températures inférieures et supérieures à la température désiré dans ce travail, à fin de vérifier la stabilité thermique (aussi l'analyse **ATG-ATD**).

Enfin et vue les connaissances acquises, ce travail a été d'une autre part très avantageux. Il nous a donné l'occasion de comprendre certains phénomènes et méthodes à savoir :

- ✎ Les méthodes chimiques de synthèse Co-précipitation et sol-gel.
- ✎ La diffraction des rayons X, FTIR et UV.V et leurs applications.

Références Bibliographiques

VI. Références bibliographiques

- [1] L. Haidong, K. Heejeong, Xu. Feng, H. Jingling,... and J. Yoon, "Activity-based NIR fluorescent probes based on the versatile hemicyanine scaffold: design strategy, biomedical applications, and outlook". *Journal of Chemical Society Reviews* ; (2022).
- [2] S. M. Shaban, S. Byeok, B. Hafez, H. Jeong and K. Dong, "A comprehensive overview on alkaline phosphatase targeting and reporting assays". *Coordination Chemistry Reviews* 465 ; (2022) : 214-567.
- [3] K. Wang, X. Zhang, A. Q. Jiang, S. Yang, Z. Liang, "Fluorescent probes for the detection of alkaline phosphatase in biological systems: Recent advances and future prospects". *TrAC Trends in Analytical Chemistry* 136 ; (2021) : 116-189.
- [4] B. Thanih, M. Eric, "Overview of optical and electrochemical alkaline phosphatase (ALP) biosensors: Recent approaches in cells culture techniques". *Journal, Biosensors* 9.3 ; (2019) : 102.
- [5] Y. H. Lee, J. K. Clegg, L. F. Lindoy, Y. C. Park, and Y. Kim, " $\text{Co}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ". *Acta Crystallographica Section E: Structure Reports Online* 64.10 ; (2008) : i67-i68.
- [6] M. Boudraa, and I. Boudraa, "Synthèse et étude structurale par diffraction des rayons X des phosphates mixtes des métaux à valences II, III et V". *Journal, option cristalochimie* 65.3 (2010).
- [7] T. J. Meurig, "Turning points in catalysis". *Angewandte Chemie International Edition in English* 33.9 ; (1994) : 913-937.
- [8] D. E. C. Cobridge, "The structural Chemistry of Phosphorus", Amsterdam. Elsevier. *Journal* ; (1974).
- [9] K. Amezawa, H. Maekawa, Y. Tomii, N. Yamamoto, "Protonic conduction and defect structures in Sr-doped LaPO_4 ". *Solid State Ionics* 145 (1-4), 233-240 ; (2001) : 233-240
- [10] W. Massa, "Crystal Structure Determination". 2nd Edition, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg. *Journal* ; (2004).
- [11] T. Finch, and J. H. Sharp, "Chemical reactions between magnesia and aluminium orthophosphate to form magnesia-phosphate cements". *Journal of materials science* 24 ; (1989) : 4379-4386.

- [12] M. T. Averbuch-Pouchot, A. Durif, "topics in phosphate chemistry ".Ed. World Scientific Publishin Co. (1996) : 21.
- [13] F. Robert, J. Zubieta, "Solid state coordination chemistry of oxovanadium phosphates: hydrothermal syntheses and structures of the network and chain phosphate phases $[\{\text{Cu}(\text{bpy})\}_2(\text{VO})_3(\text{PO}_4)_2(\text{HPO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ and $[\{\text{Cu}(\text{terpy})\}_2(\text{VO}_2)_3(\text{PO}_4)(\text{HPO}_4)_2]$ ". *Journal of Chemical Communications* 14; (2000) : 1321-1322.
- [14] S. T. Wilson, B. M. Lok, C. A. Messina, T. R. Cannan and E. M. Flanigen, " Aluminophosphate molecular sieves: à new class of microporous crystalline inorganic solids ". *Journal of the American Chemical Society*, 104. (4) ; (1982) :1146-1147.
- [15] G. Harvey, W. M. Meier, " Stud. Surf. Sci. Catal". A, 49 ; (1989) : 411-414.
- [16] T. E. Gier, G. D. Stucky, "Low-temperature synthesis of hydrated zinco (beryllo)-phosphate and arsenate molecular sieves". *Nature* 349.6309 ; (1991) : 508-510.
- [17] P. G.de Gennes, P. Lafore, and J. P. Millot, "Amas accidentels dans les solutions solides désordonnées". *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 11.1-2 ; (1959) : 105-110.
- [18] C. Benazzouz, A. Bouabellou, "Etude des réactions à l'état solide aux interfaces des couches minces Cu/Au/Si et Pd/Au/Si". *Journal* ; (2017).
- [19] M. BOUDRAA, "Synthèse et propriétés physicochimiques de phosphates mixtes de métaux transition". *Thèse de doctorat*, Université Mentouri de Constantine ; (2007) : 18.
- [20] A. Boumezoued, "Etude et préparation par Sol-Gel de nanomatériaux à base d'oxydes semiconducteurs et leurs applications". *Thèse de doctorat*, Université Larbi Ben M'hidi - Oum El Bouaghi ; (2020) : 37.
- [21] Y. Zhang, S. Andersson and M.Mamoun, "Nanophase catalytic oxides: I. Synthesis of doped cerium oxides as oxygen storage promoters". *Applied Catalysis B: Environmental* 6.4 ; (1995) : 325-337.
- [22] A. M .Priya, R. K .Selvan, B. Senthilkumar, M. K. Satheeshkumar and C. Sanjeeviraja, " Synthesis and characterization of CdWO_4 nanocrystals ". *Journal of Ceramics Internationals* 137 ; (2011) : 2485-2488.
- [23] S. Haouamdi, N. Lemkadem and C. Khenguia, " Etude bibliographique sur l'élaboration et caractérisation physico-chimique d'un Oxyde Mixte LaCrO_3 ". *Mémoire de Master*. Université Echahid Hamma Lakdhar-EL-Oeud ; (2021) : 5 -15.

- [24] C. Sanchez, R. François and B. Lebeau, "Molecular design of hybrid organic-inorganic nanocomposites synthesized via sol-gel chemistry". *Journal of Materials Chemistry* 9.1 ; (1999) : 35-44.
- [25] Jean-Jacque. Rousseau, and Alain Gibaud, "*Cristallographie Géométrique et Radiocristallographie*". 3^{ème} édition, Dunod ; Paris ; (2007).
- [26] S. Dutta, R. N. P. Choudhary and P. K. Sinha, "Electrical properties of antimony doped PLZT ceramics prepared by mixed-oxide route". *Journal of alloys and compounds* 426.1-2 ; (2006) : 345-351.
- [27] Z. CHAIB, H. HAMDI, "Etude des oxydes de chromite de lanthane $\text{LaCr}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_3$ et $\text{La}_{1-x}\text{Co}_x\text{CrO}_3$ (synthèse et caractérisation) ". *Mémoire de Master*. Université Amar Telidji-Laghouat ; (2021) : 33.
- [28] G. Fournet, "Étude de la loi de Vegard". *Journal. Physique. Radium* 14.6 ; (1953) : 374-380.
- [29] H. Elmsellem, M. Elgadi and M. Kolli, "Synthèse du phosphate tricalcique apatitique et sa céramisation en [Beta]-TCP". *Nature journal & Technology* 8 ; (2013) : 2.
- [30] Y. Roumila, "*Synthèse de matériaux mésoporeux de types métal-phosphate et silicique fonctionnalisés. Application à l'adsorption de colorants d'effluents textiles. Etude comparative*". *Thèse de doctorat, Université l'USTHB* ; (2017) : 109.

Annexe

➤ La comparaison des diffractogrammes des phases obtenues de la solution solide $Al_{(1-x)}Bi_{(x)}PO_4$ a été faite avec les données des fiches ICSD :

N° dans la base ICSD #	Groupe Spatiale	N° Groupe Spatiale	Année	Système
Aluminium Phosphate (V) : $AlPO_4$				
418006	P 3 ₁ 2 1	152	2007	Rhombohédrique (trigonal)
417475	P 1 1 2 ₁	4	2007	Rhombohédrique (trigonal)
280308	P 1 c 1	7	2000	Monoclinique
280307	F 1	1	2000	Triclinique
280772	P1 1 2 ₁	4	2002	Monoclinique
279583	P 6 ₃ m c	186	2001	Hexagonal
246303	P 6/m m c	192	1987	Hexagonal
240660	C 1 2/c 1	15	2007	Monoclinique
201773	P 3 ₁ 2 1	152	1986	Rhombohedral (trigonal)
171747	I 2/m 1 1	12	2006	Monoclinique
166898	P -1	2	2010	Triclinique
166897	I b a 2	45	2010	/
159273	P 1 2/m 1	10	2007	Monoclinique
159272	C m c m	63	2007	Orthorhombique
158620	P 3 ₁ 2 1	152	1998	Rhombohédrique (trigonal)
153162	F m -3 m	225	2005	Cubique
153161	C m c m	63	2005	Orthorhombique

150689	$P 3_1 2 1$	152	2003	Rhomboédrique (trigonal)
108832	$A c m m$	67	1990	Orthorhombique
98384	$C 2 2 2_1$	20	2003	Orthorhombique
98365	$P b c a$	61	2003	Orthorhombique
97551	$F -4 3 m$	216	2003	Cubique
95431	$A -3 a$	148	2002	Rhomboédrique (trigonal)
93954	$P c c 2$	27	2001	Orthorhombique
93953	$P 6 c c$	184	2001	Hexagonal
93122	$P -1$	2	2001	Triclinique
91682	$P b c a$	61	2000	Orthorhombique
91681	$C 1 2 1$	5	2000	Monoclinique
91679	$P b c a$	61	2000	Orthorhombique
91674	$P 6 c c$	184	2000	Hexagonal
91661	$C 1 m 1$	8	2000	Monoclinique
88566	$P n n 2$	34	1999	Orthorhombique
82863	$P c c 2$	27	1996	Orthorhombique
75906	$P 1 1 2_1$	4	1994	Monoclinique
74462	$C m c 2_1$	36	1993	Orthorhombique
72374	$R -3 H$	148	1992	Rhomboédrique (trigonal)
72371	$C m c m$	63	1992	Orthorhombique
71435	$C 1 2/c 1$	15	1991	Monoclinique

70109	P 3 ₁ 2 1	152	1979	Rhombohédrique (trigonal)
69358	P c a 2 ₁	29	1990	Orthorhombique
69357	P b c a	61	1990	Orthorhombique
67593	P 6 ₃ c m	185	1992	Hexagonal
67498	C -1	2	1992	Triclinique
66999	P 6 ₄ 2 2	181	1997	Hexagonal
63665	I c m m	74	1988	Orthorhombique
63664	I m a 2	46	1988	Orthorhombique
62772	P 6/m c c	192	1987	Hexagonal
54001	P 6 ₄ 2 2	181	1997	Hexagonal
50108	P 3 ₂ 2 1	154	1997	Rhombohédrique (trigonal)
40272	P 6 ₃ /m c m	193	1989	Hexagonal
35602	P 3 ₁ 2 1	152	1983	Rhombohedrique (trigonal)
26759	I -4 3 d	220	1937	Cubique
24511	I 4-	82	1934	Tétragonal
Aluminium Catena-phosphate : Al (PO₃)₃				
409497	P -3 c 1	165	2000	Rhombohédrique (trigonal)
416135	P -3 c 1	165	2006	Rhombohédrique (trigonal)
88905	P -3 1 c	163	1999	Rhombohédrique (trigonal)
170	I 1 c 1	9	1976	Monoclinique

Bismuth Phosphate : Bi (PO₄)				
67987	P 1 2 ₁ /n 1	14	1994	Monoclinique
60522	P 1 2 ₁ /m 1	11	1985	Monoclinique
54164	B 1 1 2/b	15	1998	Monoclinique
54163	P 1 2 ₁ /n 1	14	1998	Monoclinique
27469	P 1 2 ₁ 1	4	1962	Monoclinique
Bismuth Catena-phosphate : Bi (PO₃)₃				
1966	P 1 2 ₁ /a 1	14	1975	Monoclinique
Bismuth Phosphate Oxide :				
415115	C 1 2/c 1	15	2005	Monoclinique
415114	C 1 2/m 1	12	2005	Monoclinique
172381	P -1	2	2006	Triclinique
172380	C 1 2/c 1	15	2006	Monoclinique
96766	P -1	2	2002	Triclinique
71777	I 2 3	197	1991	Cubique
68432	I 2 3	197	1989	Cubique
51119	P -1	2	1998	Triclinique
50419	P -1	2	1998	Triclinique

Les oxydes d'aluminium :

CCode	Year	Space Group	Z	Sum Formula	Unit Cell
92630	2001	R3-CH	6	Al2 O3	4.7602 4.7602 12.993 90 90 120 254...
92631	2001	R3-CH	6	Al2 O3	4.7602 4.7602 12.993 90 90 120 254...
93096	2001	R3-CH	6	Al2 O3	4.7599 4.7599 12.994 90 90 120 254...
94485	2001	PNA21	8	Al2 O3	4.834 8.3096 8.9353 90 90 90 358.92
95302	2002	FD3-MZ	8	Al2.666 O3.999	7.887 7.887 7.887 90 90 90 490.61
99783	2004	R3-CH	6	Al2 O3	4.7949 4.7949 13.0995 90 90 120 26...
99836	2003	I41/AMDZ	4	Al2.666 O3.999	5.652 5.652 7.871 90 90 90 251.44
151589	2004	R3-CH	6	Al2 O3	4.374 4.374 11.829 90 90 120 195.99
151590	2004	PBCN	4	Al2 O3	6.393 4.362 4.543 90 90 126.69
160604	2008	R3-CH	6	Al2 O3	4.7617 4.7617 12.999 90 90 120 255...
160605	2008	R3-CH	6	Al2 O3	4.7698 4.7698 13.0243 90 90 120 25...
160606	2008	R3-CH	6	Al2 O3	4.7805 4.7805 13.0561 90 90 120 25...
160607	2008	R3-CH	6	Al2 O3	4.7936 4.7936 13.0955 90 90 120 26...
160901	2008	R3-CH	6	Al2 O3	4.7598 4.7598 12.9943 90 90 120 25...
160902	2008	R3-CH	6	Al2 O3	4.761 4.761 12.997 90 90 120 255.13
160903	2008	R3-CH	6	Al2 O3	4.761 4.761 12.997 90 90 120 255.13
160904	2008	R3-CH	6	Al2 O3	4.761 4.761 12.999 90 90 120 255.17

CCode	Year	Space Group	Z	Sum Formula	Unit Cell
39104	1976	FD3-MS	8	Al2.66 O4	7.906 7.906 7.906 90 90 90 494.16
40200	1990	P4-M2	12	Al2.67 O4	5.599 5.599 23.657 90 90 90 741.62
43732	1960	R3-CH	6	Al2 O3	4.76 4.76 12.99 90 90 120 254.89
51687	2001	R3-CH	6	Al2 O3	4.7597 4.7597 12.9935 90 90 120 25...
52024	1998	R3-CH	6	Al2 O3	4.757 4.757 12.9877 90 90 120 254.52
52025	1998	R3-CH	6	Al2 O3	4.7577 4.7577 12.9829 90 90 120 25...
52044	1998	R3-CH	6	Al2 O3	4.757 4.757 12.9877 90 90 120 254.52
52647	1982	R3-CH	6	Al2 O3	4.758 4.758 12.99 90 90 120 254.68
52648	1982	R3-CH	6	Al2 O3	4.7602 4.7602 12.9933 90 90 120 25...
56085	1922	R3-CR	2	Al2 O3	5.12 5.12 5.12 55.28 55.28 55.28 84.5
60419	1985	R3-CH	6	Al2 O3	4.7606 4.7606 12.994 90 90 120 255...
63647	1987	R3-CH	6	Al2 O3	4.7586 4.7586 12.9897 90 90 120 25...
63648	1987	R3-CH	6	Al2 O3	4.7586 4.7586 12.9897 90 90 120 25...
64713	1978	R3-CH	6	Al2 O3	4.718 4.718 12.818 90 90 120 247.1
66558	1991	FD3-MZ	10	Al2.144 O3.2	7.914 7.914 7.914 90 90 90 495.66
66559	1991	FD3-MZ	10	Al2.144 O3.2	7.911 7.911 7.911 90 90 90 495.1
66560	1991	C12/M1	3	Al2.427 O3.64	11.854 2.904 5.622 90 103.83 90 18...

CCode	Year	Space Group	Z	Sum Formula	Unit Cell
161060	2008	R3-CH	6	Al2 O3	4.807 4.807 13.116 90 90 120 262.47
161061	2008	PBCN	4	Al2 O3	7.089 4.846 4.984 90 90 90 171.22
161062	2008	CMCM	4	Al2 O3	2.676 8.942 7.04 90 90 90 168.46
161790	2008	PNA21	8	Al2 O3	4.8435 8.2224 9.0011 90 90 90 358.47
164617	1997	R3-CH	6	Al2 O3	4.76 4.76 12.9943 90 90 120 254.97
165594	2006	R3-CH	6	Al2 O3	4.7591 4.7591 12.9973 90 90 120 25...
173014	2007	P1	2	Al2 O3	3.4009 2.7895 7.0762 90 90 90 67.13
173712	2008	FD3-MS	8	Al3 O3.52	7.9437 7.9437 7.9437 90 90 90 501.27
173713	2008	P63/MMC	1	Al2 O3	3.112 3.112 4.988 90 90 120 41.83
247304	2010	PNA21	8	Al2 O3	4.8437 8.33 8.9547 90 90 90 361.3
249140	2006	FD3-MZ	8	Al2.67 O4	7.9382 7.9382 7.9382 90 90 90 500.23
608993	1982	R3-CH	6	Al2 O3	4.803 4.803 13.13 90 90 120 262.31
608994	1982	R3-CH	6	Al2 O3	4.813 4.813 13.15 90 90 120 263.81
608995	1982	R3-CH	6	Al2 O3	4.822 4.822 13.17 90 90 120 265.2
608996	1982	R3-CH	6	Al2 O3	4.832 4.832 13.18 90 90 120 266.5
608997	1982	R3-CH	6	Al2 O3	4.844 4.844 13.24 90 90 120 269.05
608998	1982	R3-CH	6	Al2 O3	4.847 4.847 13.25 90 90 120 269.58

CCode	Year	Space Group	Z	Sum Formula	Unit Cell
68591	1990	R3-CH	6	Al2 O3	4.7605 4.7605 12.9956 90 90 120 25...
68770	1990	FD3-MS	1	Al21.333 O32	7.9056 7.9056 7.9056 90 90 90 494.09
68771	1990	I41/AMDS	1	Al10.666 O16	5.6 5.6 7.854 90 90 90 246.3
69213	1990	FD3-MS	8	Al2.667 O4	7.948 7.948 7.948 90 90 90 502.08
73076	1993	R3-CH	6	Al2 O3	4.76 4.76 12.993 90 90 120 254.95
73724	1993	R3-CH	6	Al2 O3	4.754 4.754 12.982 90 90 120 254.09
73725	1993	R3-CH	6	Al2 O3	4.754 4.754 12.982 90 90 120 254.09
75479	1994	R3-CH	6	Al2 O3	4.7554 4.7554 12.991 90 90 120 254...
75559	1994	R3-CH	6	Al2 O3	4.7589 4.7589 12.9919 90 90 120 25...
75560	1994	R3-CH	6	Al2 O3	4.7589 4.7589 12.9919 90 90 120 25...
77810	1997	R3-CH	6	Al2 O3	4.7598 4.7598 12.9924 90 90 120 25...
82504	1996	C12/M1	4	Al2 O3	11.795 2.91 5.621 90 103.79 90 187...
84375	1997	PNA21	8	Al2 O3	4.8437 8.33 8.9547 90 90 90 361.3
85137	1997	R3-CH	6	Al2 O3	4.7607 4.7607 12.997 90 90 120 255.1
88027	1999	R3-CH	6	Al2 O3	4.7589 4.7589 12.991 90 90 120 254...
88028	1999	R3-CH	6	Al2 O3	4.7585 4.7585 12.99 90 90 120 254.73
88029	1999	R3-CH	6	Al2 O3	4.7597 4.7597 12.993 90 90 120 254...

CCode	Year	Space Group	Z	Sum Formula	Unit Cell
28260	1976	FD3-MS	1	Al10.6666 O15.9...	7.906 7.906 7.906 90 90 90 494.16
28919	1954	FM3-M	4	Al2 O1	4.98 4.98 4.98 90 90 90 123.51
28920	1954	FM3-M	4	Al1 O1	5.67 5.67 5.67 90 90 90 182.28
30024	1978	R3-CH	6	Al2 O3	4.7657 4.7657 13.01 90 90 120 255.89
30025	1978	R3-CH	6	Al2 O3	4.7517 4.7517 12.965 90 90 120 253...
30026	1978	R3-CH	6	Al2 O3	4.7418 4.7418 12.921 90 90 120 251.6
30027	1978	R3-CH	6	Al2 O3	4.7351 4.7351 12.901 90 90 120 250.5
30028	1978	R3-CH	6	Al2 O3	4.7242 4.7242 12.881 90 90 120 248...
30029	1978	R3-CH	6	Al2 O3	4.7212 4.7212 12.872 90 90 120 248...
30030	1978	R3-CH	6	Al2 O3	4.7145 4.7145 12.851 90 90 120 247...
30267	1935	FM3-M	1	Al2.666 O3.999	3.95 3.95 3.95 90 90 90 61.63
31545	1980	R3-CH	6	Al2 O3	4.764 4.764 13.0091 90 90 120 255.69
31546	1980	R3-CH	6	Al2 O3	4.7586 4.7586 12.9906 90 90 120 25...
31547	1980	R3-CH	6	Al2 O3	4.7586 4.7586 12.9906 90 90 120 25...
31548	1980	R3-CH	6	Al2 O3	4.764 4.764 13.0091 90 90 120 255.69
33639	1928	R3-CR	2	Al2 O3	5.13 5.13 5.13 55.27 55.27 55.27 84....
39014	1976	FD3-MS	8	Al2.666 O3.999	7.906 7.906 7.906 90 90 90 494.16

CCode	Year	Space Group	Z	Sum Formula	Unit Cell
9770	1978	R3-CH	6	Al2 O3	4.7607 4.7607 12.9947 90 90 120 25...
9771	1978	R3-CH	6	Al2 O3	4.7538 4.7538 12.9725 90 90 120 25...
9772	1978	R3-CH	6	Al2 O3	4.7474 4.7474 12.9542 90 90 120 25...
9773	1978	R3-CH	6	Al2 O3	4.7437 4.7437 12.943 90 90 120 252...
9774	1978	R3-CH	6	Al2 O3	4.7406 4.7406 12.9326 90 90 120 25...
9775	1978	R3-CH	6	Al2 O3	4.7352 4.7352 12.9176 90 90 120 25...
10425	1980	R3-CH	6	Al2 O3	4.754 4.754 12.99 90 90 120 254.25
10426	1980	R3-CH	6	Al2 O3	4.844 4.844 13.27 90 90 120 269.66
23660	1971	P63MC	1	Al10.666 O15.999	5.544 5.544 9.024 90 90 120 240.2
24005	1925	R3-CR	2	Al2 O3	5.12 5.12 5.12 55.28 55.28 55.28 84.5
24851	1982	R3-CH	6	Al2 O3	4.763 4.763 13.90 90 120 255.41
25778	1962	R3-CH	6	Al2 O3	4.7589 4.7589 12.991 90 90 120 254...
26790	1964	R3-CR	2	Al2 O3	5.128 5.128 5.128 55.27 55.27 55.27...
28260	1976	FD3-MS	1	Al10.6666 O15.9...	7.906 7.906 7.906 90 90 90 494.16
28919	1954	FM3-M	4	Al2 O1	4.98 4.98 4.98 90 90 90 123.51
28920	1954	FM3-M	4	Al1 O1	5.67 5.67 5.67 90 90 90 182.28
30024	1978	R3-CH	6	Al2 O3	4.7657 4.7657 13.01 90 90 120 255.89

Les oxydes de phosphore (les poly-phosphatés) :

CCode	Year	Space Group	Z	Sum Formula	Unit Cell	CCode	Year	Space Group	Z	Sum Formula	Unit Cell		
<input checked="" type="checkbox"/>	14333	1966	C12/C1	4	O7.9 P4	9.66 10.1 6.93 90 96.8 90 671.38	<input type="checkbox"/>	27434	1967	R3-CR	4	O9 P4	10.05 10.05 10.05 57 57 57 668.12
<input checked="" type="checkbox"/>	16321	1981	P121/N1	4	O7 P4	9.808 9.966 6.852 90 96.81 90 665.03	<input type="checkbox"/>	29045	1949	PNAM	4	O5 P2	9.23 7.18 4.94 90 90 327.38
<input checked="" type="checkbox"/>	16452	1981	P121/N1	4	O7 P4	9.817 9.954 6.858 90 96.8 90 665.44	<input type="checkbox"/>	38207	1941	R3CR	4	O5 P2	7.445 7.445 7.445 87 87 87 411.02
<input checked="" type="checkbox"/>	16610	1964	R3CR	2	O10 P4	7.43 7.43 7.43 87 87 87 408.54	<input type="checkbox"/>	40865	1986	R3CH	12	O5 P2	10.3035 10.3035 13.5102 90 90 120 ...
<input checked="" type="checkbox"/>	16611	1964	PNAM	4	O5 P2	9.23 7.18 4.94 90 90 327.38	<input type="checkbox"/>	42777	1969	C12/C1	4	O8 P4	9.66 10.1 6.93 90 96.8 90 671.38
<input checked="" type="checkbox"/>	24407	1981	P121/M1	2	O6 P4	6.43 7.887 6.812 90 106.01 90 332.06	<input type="checkbox"/>	43302	1964	R3-CR	4	O9 P4	10.05 10.05 10.05 57 57 57 668.12
<input checked="" type="checkbox"/>	27434	1967	R3-CR	4	O9 P4	10.05 10.05 10.05 57 57 57 668.12	<input type="checkbox"/>	49545	1984	P121/N1	4	O7 P4	9.807 9.973 6.84 90 96.83 90 664.24
<input checked="" type="checkbox"/>	29045	1949	PNAM	4	O5 P2	9.23 7.18 4.94 90 90 327.38	<input type="checkbox"/>	62026	1984	P121/M1	2	O6 P4	6.422 7.877 6.786 90 106.1 90 329.81
<input checked="" type="checkbox"/>	38207	1941	R3CR	4	O5 P2	7.445 7.445 7.445 87 87 87 411.02	<input type="checkbox"/>	77377	1941	FDD2	8	O5 P2	16.3 8.14 5.26 90 90 697.91
<input checked="" type="checkbox"/>	40865	1986	R3CH	12	O5 P2	10.3035 10.3035 13.5102 90 90 120 ...	<input type="checkbox"/>	79698	1995	PNMA	4	O5 P2	9.193 4.89 7.162 90 90 321.96
<input checked="" type="checkbox"/>	42777	1969	C12/C1	4	O8 P4	9.66 10.1 6.93 90 96.8 90 671.38	<input checked="" type="checkbox"/>	82688	1996	FDD2	8	O5 P2	16.314 8.115 5.265 90 90 90 697.02
<input checked="" type="checkbox"/>	43302	1964	R3-CR	4	O9 P4	10.05 10.05 10.05 57 57 57 668.12	<input checked="" type="checkbox"/>	300205	1991	R3-CR	4	O9 P4	10.0057 10.0057 10.0057 57.947 57....
<input checked="" type="checkbox"/>	49545	1984	P121/N1	4	O7 P4	9.807 9.973 6.84 90 96.83 90 664.24	<input checked="" type="checkbox"/>	406625	1997	C12/C1	4	O8 P4	9.7 10.179 6.923 90 96.95 90 678.53
<input checked="" type="checkbox"/>	62026	1984	P121/M1	2	O6 P4	6.422 7.877 6.786 90 106.1 90 329.81	<input checked="" type="checkbox"/>	412901	2003	P212121	4	O18 P4	9.0947 14.2355 8.3666 90 90 90 108...
<input checked="" type="checkbox"/>	77377	1941	FDD2	8	O5 P2	16.3 8.14 5.26 90 90 697.91	<input checked="" type="checkbox"/>	654026	1964	PNMA	4	O5 P2	9.23 4.94 7.18 90 90 327.38
<input checked="" type="checkbox"/>	79698	1995	PNMA	4	O5 P2	9.193 4.89 7.162 90 90 321.96	<input checked="" type="checkbox"/>	655005	1964	R3CH	12	O5 P2	10.2 10.2 13.5 90 90 120 1216.37
<input checked="" type="checkbox"/>	82688	1996	FDD2	8	O5 P2	16.314 8.115 5.265 90 90 90 697.02	<input checked="" type="checkbox"/>	655240	1984	P121/C1	4	O7 P4	6.84 9.973 11.27 90 120.2 90 664.44

ملخص:

يهدف هذا العمل إلى تحضير مساحيق نانوية من نوع الفوسفات ذات الأساس المعدني، هذه المواد لها خصائص كهروضغطية، كهروضوئية وتحفيزية جد مهمة. تم تحضير هذه المساحيق النانوية من أحادي الفوسفات MPO_4 والمحاليل الصلبة $Al_{(1-x)} Bi_{(x)} PO_4$ ، $Al_{(1-x)} Sr_{(x)} PO_4$ بواسطة طريقة الهلام متبوعة بمعالجة حرارية عند درجة حرارة تبلغ 900 درجة مئوية، تم أيضًا استخدام طريقة الترسيب المشترك. تم تحليل المراحل البلورية باستخدام تقنية حيود الأشعة السينية X ، وتقنية مطيافية الأشعة تحت الحمراء لتحويل فورييه (FTIR) وتقنية التحليل الطيفي للأشعة فوق البنفسجية لدراسة خصائصها البصرية. تؤكد النتائج التي تم الحصول عليها تبلور مرحلة جديدة من المحلول الصلب فوسفات $Al_{(1-x)} Bi_{(x)} PO_4$ مع إمكانية استخدام هذه المركبات كمحفزات ضوئية.

الكلمات المفتاحية: الفوسفات أحادية، سول جل، طريقة الترسيب المشترك، حيود الأشعة X ، FTIR.

Résumé :

Ce travail vise à préparer des nano-poudres de phosphates à base métalliques, ces matériaux ont des propriétés piézoélectriques, photocatalytiques très importantes. Ces nano-poudres de monophosphate MPO_4 et de solutions solides $Al_{(1-x)} Bi_{(x)} PO_4$, $Al_{(1-x)} Sr_{(x)} PO_4$ ont été préparées par la méthode sol-gel suivie par un traitement thermique à une température de 900 °C, la méthode de Co-précipitation a été aussi utilisée . Les phases cristallines ont été analysées à l'aide de la technique de diffraction des rayons X , et la technique de la spectroscopie d'infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) et de la technique de spectroscopie UV pour étudier leurs propriétés optiques. Les résultats obtenus confirment la cristallisation d'une nouvelle phase de phosphates solution solide $Al_{(1-x)} Bi_{(x)} PO_4$ avec la possibilité d'utiliser ces composés comme photocatalyseurs.

Les mots clés : Mono-phosphatâtes, Sol-Gel, Co-précipitation, DRX, FTIR.

Abstract :

The aim of this work is to prepare metal-based phosphate nano-powders, which have very important piezoelectric and photocatalytic properties. These MPO_4 monophosphate nano-powders and solid solutions of $Al_{(1-x)} Bi_{(x)} PO_4$, $Al_{(1-x)} Sr_{(x)} PO_4$ were prepared by the sol-gel method followed by heat treatment at a temperature of 900°C. The co-precipitation method was also used. The crystalline phases were analysed using the X-ray diffraction technique, the Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy technique and the UV spectroscopy technique to study their optical properties. The results obtained confirm the crystallisation of a new solid solution phosphate phase $Al_{(1-x)} Bi_{(x)} PO_4$ with the possibility of using these compounds as photocatalysts.

Key words: Mono-phosphataes, Sol-gel, Co-precipitation, XRD, FTIR.