



Caractérisation des Nanocristaux de NiO synthétisés par voie sol-gel en présence de gélatine et Application à la Photodégradation du Bleu de Méthylène

[Characterization of NiO Nanocrystals Synthesized by Sol-Gel Method in the Presence of Gelatin and Application to the Photodegradation of Methylene Blue]

Paul Kavuna Mahuku^{1,2,*}, Denis Bilasi Musengele^{1,3}, Joseph K'Ekuboni Malongwe¹, Trésor Ndonganzadi^{1,3}, Elie Biayi Mweze¹, Fifi Mulangala Muderhwa¹, Odon Nkole Mukonkole¹, Jérémie Lunguya Muswema¹, Jean Sungula Kayembe¹, Omer Muamba Mvele¹ & Gracien Bakambo Ekoko¹

¹ Département de Chimie et Industries, Faculté des Sciences et Technologies, Université de Kinshasa, Kinshasa, République Démocratique du Congo.

² Département des Sciences de Base, Faculté de Polytechniques, Université de Kinshasa, Kinshasa, République Démocratique du Congo.

³ Département de Chimie-Physique, Institut Supérieur Pédagogique de Kikwit, République Démocratique du Congo.

Résumé

Face à la non biodégradabilité des colorants synthétiques dits « récalcitrants », cette étude vient résoudre ce problème et elle porte sur la synthèse de nanocristaux d'oxyde de nickel (NiO) par la méthode sol-gel en présence de gélatine, ainsi que sur leur application en photocatalyse pour la dégradation du bleu de méthylène (BM) pris comme modèle polluant. Les nanopoudres synthétisées ont été caractérisées par diffraction des rayons X (DRX), spectroscopie FTIR, UV-Visible, analyses thermiques (ATG/ATD), microscopie électronique (MEB) et la spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS). Les résultats confirment la formation de cristaux de l'oxyde de nickel (NiO) pur de structure cubique à faces centrées de type bunsénite avec une taille moyenne de 24,6 nm. Les propriétés optiques révèlent une largeur de bande interdite de 2,53 eV, ce qui lui permet d'absorber dans le visible à environ 490 nm. Les tests photocatalytiques montrent une dégradation efficace du BM atteignant jusqu'à 95 % en milieu basique. Ces résultats démontrent le potentiel du NiO synthétisé pour le traitement des eaux usées.

Mots clés : NiO, sol-gel, gélatine, nanoparticules, photocatalyse, bleu de méthylène.

Abstract

In response to the non-biodegradability of so-called "recalcitrant" synthetic dyes, this study addresses this challenge by focusing on the synthesis of nickel oxide (NiO) nanocrystals via a sol-gel method in the presence of gelatin, as well as their application in photocatalysis for the degradation of methylene blue (MB) taken as a model pollutant. The obtained nanopowders were characterized using X-ray diffraction (XRD), Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR), UV-Visible spectroscopy, thermal analyses (TGA/DTA), scanning electron microscopy (SEM), and energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS). The results confirm the formation of pure nickel oxide (NiO) crystals with a face-centered cubic structure of the bunsenite type with an average size of 24.6 nm. The optical properties reveal a bandgap of 2.53 eV, allowing this material to absorb in the visible region at around 490 nm. Photocatalytic tests demonstrate efficient degradation of MB, reaching up to 95% under basic conditions. These findings highlight the potential of the synthesized NiO for wastewater treatment applications.

Keywords: NiO, sol-gel, gelatin, nanoparticles, photocatalysis, methylene blue.

*Auteur correspondant: Paul Kavuna Mahuku, (mahukupaul@yahoo.fr). Tél. : (+243) 999 988 314

<https://orcid.org/0009-0005-2704-0592>; Reçu le 26/03/2026 ; Révisé le 21/04/2026 ; Accepté le 14/05/2026

DOI: <https://doi.org/10.59228/rcst.026.v5.i2.277>

Copyright: ©2026 Mayuku et al. This is an open-access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution-NonCommercial-ShareAlike 4.0 International License (CC-BY-NC-SA 4.0), which permits unrestricted use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original author and source are credited.

1. Introduction

Comparativement à leurs homologues de structures macroscopiques, les nanomatériaux, des structures de taille inférieure à 100 nm, présentent des propriétés physico-chimiques remarquables dues à leur grande surface spécifique et à des effets quantiques (Singh et al., 2022). Ces propriétés les rendent particulièrement attractifs dans divers domaines, notamment la dépollution environnementale. Deux approches principales permettent la fabrication de nanomatériaux : l'approche descendante (top-down) et l'approche ascendante (bottom-up). Cette dernière, basée sur l'assemblage atomique ou moléculaire, permet un meilleur contrôle de la morphologie et de la structure des matériaux (Chuto & Chaumet-Riffaud, 2010 ; Gaffet, 2008).

L'industrialisation croissante s'accompagne d'une augmentation des rejets de polluants organiques dans les eaux, notamment les colorants textiles, souvent non biodégradables et persistants (Zhang et al., 2026 ; Ghita et al., 2016). Le bleu de méthylène est l'un des colorants les plus utilisés, mais il présente une toxicité importante pour les écosystèmes aquatiques (Ammari et al., 2016).

La photocatalyse repose sur l'activation d'un semi-conducteur par absorption de photons d'énergie suffisante pour promouvoir des électrons de la bande de valence vers la bande de conduction, générant des paires électron-trou (e^-/h^+) (Buzea et al., 2017 ; Cesaria & Di Bartolo, 2017). Ces charges permettent la formation d'espèces réactives de l'oxygène (radicaux hydroxyles, superoxydes), capables d'oxyder les polluants organiques jusqu'à leur minéralisation (Cesaria & Di Bartolo, 2017 ; Buzea & Pacheco, 2017).

L'oxyde de nickel (NiO), semi-conducteur de type p avec une bande interdite de 3,5–3,8 eV, est largement étudié pour ses propriétés catalytiques et optiques (Kumar et al., 2021). Sa performance dépend fortement de sa taille, de sa morphologie et de sa cristallinité.

La méthode sol-gel est une technique de synthèse douce et constitue une approche efficace pour la synthèse de nanoparticules homogènes à faible coût énergétique, à basse température. Elle repose sur des réactions d'hydrolyse et de condensation conduisant à la formation d'un réseau tridimensionnel

(Hasson & Alsammarraie, 2022). L'utilisation de la gélatine comme agent stabilisant permet de limiter l'agglomération et favorise une synthèse écologique par la biocompatibilité, un faible coût, une réduction de l'agglomération, et un contrôle de la croissance cristalline (Lebon, 2012).

Dans ce cas, cette étude vise à synthétiser des nanoparticules de NiO par voie sol-gel, les caractériser par des méthodes physico-chimiques et évaluer leur efficacité photocatalytique dans la dégradation du bleu de méthylène en présence de la lumière ultraviolette. Ainsi, cette recherche s'inscrit dans une démarche de développement de matériaux nanostructurés efficaces, économiques et respectueux de l'environnement pour le traitement des eaux usées contaminées par des polluants organiques persistants.

2. Matériel et méthodes

La synthèse des nanoparticules de NiO a été réalisée par la méthode sol-gel suivie d'une calcination contrôlée. L'activité photocatalytique a été évaluée à l'aide d'un photoréacteur sous irradiation de la lumière ultra-violette.

2.1 Matériels, réactifs et procédés expérimentaux de synthèse et de caractérisation

Cette section présente les réactifs chimiques, les dispositifs expérimentaux ainsi que les méthodes utilisées pour atteindre les objectifs de cette investigation.

2.1.1 Réactifs chimiques et équipements

Tous les réactifs employés dans la synthèse sol-gel des nanoparticules d'oxyde de nickel étaient de qualité analytique (pureté $\geq 95\%$) et ont été utilisés sans purification préalable. Ils ont été fournis par Shanghai Chemical Reagent Co. (Shanghai, Chine). Les principaux réactifs utilisés sont :

- le bleu de méthylène (colorant polluant modèle) ;
- l'acétate de nickel tétrahydraté $Ni(OOCH_3)_2 \cdot 4H_2O$ (masse molaire : 248,84 $g \cdot mol^{-1}$), utilisé comme précurseur des ions Ni^{2+} ;
- la gélatine d'origine bovine, utilisée comme agent stabilisant et structurant.

Les principaux équipements utilisés sont, notamment : un pH-mètre numérique (HANNA HI 2211) pour le contrôle du pH des solutions, une balance analytique (précision $\pm 0,1$ mg) pour les

pesées et un agitateur magnétique pour l'homogénéisation des solutions.

Le diffractomètre de marque D-MAX-R3 équipé d'un monochromateur en graphite dont la radiation $K\alpha$ du Cuivre ($\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$) pour l'analyse structurale à température ambiante par la diffraction par rayons X (DRX).

Les spectres infrarouges à transformée de Fourier (FTIR), ont été enregistrés dans la gamme de 4000-400 cm^{-1} à l'aide d'un spectrophotomètre infrarouge SHIMADZU en utilisant la technique de pastille KBr.

La microscopie à balayage électronique (MEB) de modèle JSM-6700F équipé d'un spectromètre en dispersion d'énergie (EDS) de modèle X163 ont permis d'examiner respectivement, la microstructure des échantillons en poudre et pour connaître la composition élémentaire des poudres de NiO préparées. Dans l'analyse thermogravimétrique (TGA), le précurseur de poudre d'oxyde de nickel, composé d'acétate de nickel et de polymère gélatine, a été examiné à l'aide d'un analyseur thermogravimétrique (TGA Q-50, TA Instruments, USA).

Des mesures d'absorption optique des nanocristaux ont été effectuées à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Vis (Perkin Elmer) dans des cuvettes de 1 cm sur une plage de 200 à 600 nm. Une suspension homogène dans de l'eau distillée, obtenue par sonication (pendant 10 minutes) d'un échantillon bien dispersé, est utilisée pour les études UV-Vis.

2.1.2 Synthèse sol-gel des nanoparticules d'oxyde de nickel

La synthèse des nanoparticules de NiO a été réalisée par la méthode sol-gel en deux étapes : d'abord, l'optimisation du sol a porté sur la concentration de l'acétate de nickel, la température (80 °C).

Pour déterminer le temps de réaction, 2,3 g d'acétate de nickel et 0,7g de gélatine ont été dissous séparément dans respectivement 30 ml et 120 ml d'eau distillée, puis chauffés à 80 °C avant le mélange des deux solutions. On a fait varier le temps de réaction entre 6 et 24 heures par intervalles de 6 heures. Le xérogel obtenu a été ensuite séché à 60 °C pendant 48 heures dans un four à une température de 450°C avec un temps de calcination fixé à 2 heures (ou à 6 heures à 80 °C). Les échantillons de poudre de précurseur d'oxyde de nickel ont été envoyés pour calcination dans un four à une température de 450°C et 750°C

avec un temps de calcination fixé de 2 à 8 heures par intervalles de 2 heures.

Le taux de montée en température est fixé à 2 °C/min pour tous les paramètres de calcination. Les paramètres de calcination (400°–750 °C, 2–8 h) ont été ajustés pour produire des nanoparticules de haute pureté, cristallines et de taille nanométrique uniforme. Cette procédure a permis de contrôler précisément les propriétés structurales et granulométriques des nanoparticules, tout en explorant l'influence des précurseurs, du temps de réaction et de la température de calcination.

2.1.3 Techniques de caractérisation

Tous les produits chimiques étaient de pureté analytique.

Les nanoparticules synthétisées ont été caractérisées à l'aide de plusieurs techniques complémentaires :

- Diffraction des rayons X (DRX) : utilisée pour déterminer la structure cristalline et estimer la taille des cristallites à l'aide de l'équation de Scherrer ;
- Spectroscopie FTIR : permettant d'identifier les groupes fonctionnels et les liaisons chimiques ;
- Microscopie électronique (MEB et MET) : permettant d'étudier la morphologie et la taille des particules ;
- La spectroscopie à dispersion d'énergie (ED) : pour l'analyse élémentaire ;
- Analyse thermogravimétrique (ATG) : utilisée pour évaluer la stabilité thermique et déterminer les conditions optimales de calcination, Les analyses thermiques ont été réalisées entre 25 °C et 800 °C avec une vitesse de chauffage de 5 °C·min⁻¹ en atmosphère d'air;
- Spectroscopie UV-Visible : pour analyser les propriétés optiques et suivre la dégradation du colorant.

2.2 Étude photocatalytique

2.2.1 Préparation et étalonnage du bleu de méthylène

Une solution mère de bleu de méthylène (20 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$) a été préparée, puis diluée pour obtenir des solutions étalons de concentrations comprises entre 2 et 10 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$. Les mesures d'absorbance ont été réalisées à une longueur d'onde maximale de 644 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible et ont permis de tracer la courbe absorbance = f(concentration) (figure 1), qui montre une relation

linéaire avec un coefficient de corrélation de 0,9952. Une relation linéaire a été obtenue avec un coefficient de corrélation de 0,9952, permettant la détermination des concentrations résiduelles lors des expériences de photodégradation.

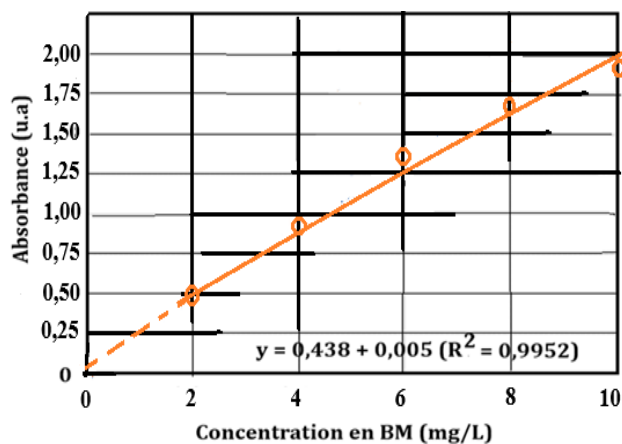


Figure 1. La courbe d'étalonnage du Bleu de Méthylène à $\lambda_{max} = 644\text{nm}$ ($\text{pH} = 4,7$).

Cette droite, basée sur la loi de Beer-Lambert, sert à déterminer les concentrations résiduelles de bleu de méthylène dans les solutions après photocatalyse ou adsorption. La relation entre l'absorbance et la concentration suit la loi de Beer-Lambert :

$$A = \epsilon \cdot \lambda \cdot C \quad (1)$$

Où (A) est l'absorbance en u.a., (C) la concentration en $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$, (ϵ) le coefficient d'extinction molaire en $\text{L}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$ et (l) la longueur du trajet optique en cm.

2.2.2 Évaluation de l'activité photocatalytique

L'activité photocatalytique des nanoparticules de NiO a été évaluée par la dégradation du bleu de méthylène sous irradiation ultraviolette (UV) solaire. Une solution de $10\text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ a été utilisée comme solution modèle. Un volume de 20 mL de solution de colorant a été mis en contact avec 10 mg de catalyseur. Avant irradiation, le mélange a été maintenu sous agitation dans l'obscurité pendant 30 minutes afin d'atteindre l'équilibre adsorption/désorption.

L'irradiation a ensuite été effectuée sous lumière ultraviolette pendant 3 heures. À des intervalles réguliers, les échantillons ont été prélevés, filtrés pour éliminer le catalyseur, puis analysés par spectrophotométrie UV-Visible. La dégradation du BM a été suivie par spectrophotométrie UV-Visible à 644 nm selon la loi de Beer-Lambert et le rendement de dégradation est donné par :

$$\text{Abattement ou Dégradation (\%)} = \frac{(A_0 - A_t)}{A_0} \times 100 \quad (2)$$

Où A_0 est l'absorbance initiale qui a atteint l'équilibre d'absorption et A_t l'absorbance à l'instant (t) d'irradiation sous les rayonnements UV.

3. Résultats

3.1 Techniques de caractérisation des poudres de NiO synthétisées par voie sol-gel

3.1.1 Analyse structurale

- Diffraction des rayons X (DRX)

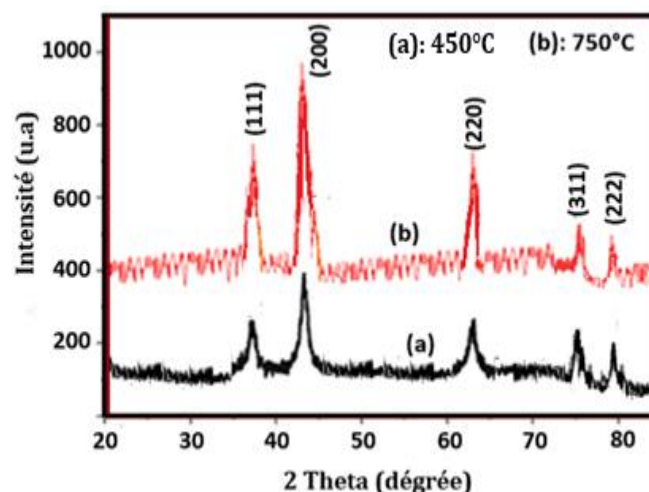


Figure 2. Spectres de diffraction (XRD) des nanocristaux de NiO synthétisés avec 2,3g d'acétate de nickel et 0,7g de gélatine après un temps de réaction de 6h et calcinés à : (a) 450 °C et (b) 750 °C.

L'analyse par diffraction des rayons X (DRX) a été réalisée afin d'identifier les phases cristallines présentes et d'évaluer la taille des cristallites des nanopoudres de NiO synthétisées. Le diffractogramme obtenu met en évidence des pics de diffraction caractéristiques aux angles de Bragg (2θ) de $37,01^\circ$, $43,46^\circ$, $62,63^\circ$, $75,59^\circ$ et $79,22^\circ$, correspondant respectivement aux plans cristallins (111), (200), (220), (311) et (222).

Ces résultats sont en parfait accord avec la structure cristalline cubique à faces centrées de type bunsénite du NiO, conformément à la fiche JCPDS n° 00-004-0835, caractérisée par un paramètre de maille ($a = 4,1764\text{ \AA}$ et une densité de $6,811\text{ g/cm}^3$) (Hasson & Alsammaraie, 2022). L'intensité et la finesse des pics témoignent d'une bonne cristallinité des échantillons. Par ailleurs, l'absence de pics parasites

indique la formation d'un NiO de haute pureté, sans phases secondaires, confirmant l'efficacité du procédé sol-gel suivi de calcination, en accord avec les travaux d'Ahmad (Ahmad et al., 2019). La taille moyenne des cristallites (D) a été estimée à l'aide de la relation de Debye-Scherrer :

$$D = \frac{0,94 \times \lambda}{\beta \times \cos \theta} \quad (3)$$

Où λ est la longueur d'onde ($\lambda = 1,542 \text{ \AA}$), β est la largeur à mi-hauteur de la raie (pic) de diffraction le plus intense et θ est l'angle de diffraction dans la position de pic le plus intense.

Les résultats obtenus indiquent une taille moyenne d'environ 24,62 nm, en accord avec les dimensions nanométriques attendues pour ce type de matériau. Il est observé que la taille des cristallites augmente lorsque la largeur des pics diminue, traduisant une amélioration de la cristallinité (Sunil Kumar et al., 2021).

Tableau I. Evaluation de la taille de particules

Angle de Bragg 2θ (°)	Plans cristallins	Diamètre (nm)	Diamètre moyen (nm)
37,01°	111	23,14	24,6
43,46°	200	18,62	
62,63°	220	24,03	
75,59°	311	30,53	
79,22°	222	26,45	

Les pics observés confirment la structure cubique du NiO, en accord avec les standards JCPDS. L'absence d'impuretés indique une synthèse réussie (Ashraf & Khan, 2013). La taille moyenne ($\approx 24,6$ nm) est cohérente avec les effets nanométriques (Ghazal et al., 2020).

- Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

La spectroscopie FTIR a été utilisée afin d'identifier les groupes fonctionnels présents dans les échantillons. Le spectre obtenu montre une bande caractéristique autour de 468 cm^{-1} , attribuée à la vibration d'élongation de la liaison Ni-O, confirmant la formation de l'oxyde de nickel (Deepa, 2017). Les bandes observées entre 700 et 1000 cm^{-1} correspondent aux vibrations des groupes amines (C-N) provenant de la gélatine. Les pics situés à 1385

cm^{-1} et 1627 cm^{-1} sont associés aux vibrations des liaisons C-H, tandis que les bandes larges entre 2896 et 3669 cm^{-1} sont attribuées aux vibrations d'élongation des groupes hydroxyles (O-H), indiquant la présence d'eau adsorbée (Lebon, 2012).

Après calcination, la disparition des bandes organiques confirme l'élimination complète de la matrice organique et la formation d'un NiO pur, en accord avec les observations DRX (Hasson & Alsammarraie, 2022). Les bandes observées confirment la formation de NiO et la disparition des groupes organiques après calcination (Shamim et al., 2019).

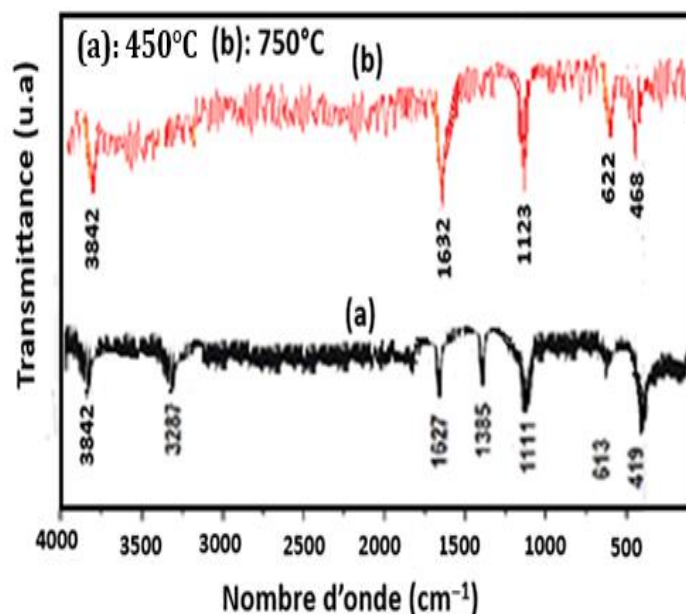


Figure 3. Spectres FTIR des nanoparticules d'oxyde de nickel synthétisées avec 2,3g d'acétate de nickel et 0,7g de gélatine après un temps de réaction de 6 h à (a) 450 °C, et (b) 750 °C.

3.1.2 Propriétés optiques (UV-Visible)

Le spectre UV-Vis montre une absorption à 246 nm. La bande interdite estimée ($2,53 \text{ eV}$) est inférieure à celle du NiO massif, traduisant un effet de confinement quantique (Kumar et al., 2021).

- Spectre d'absorption

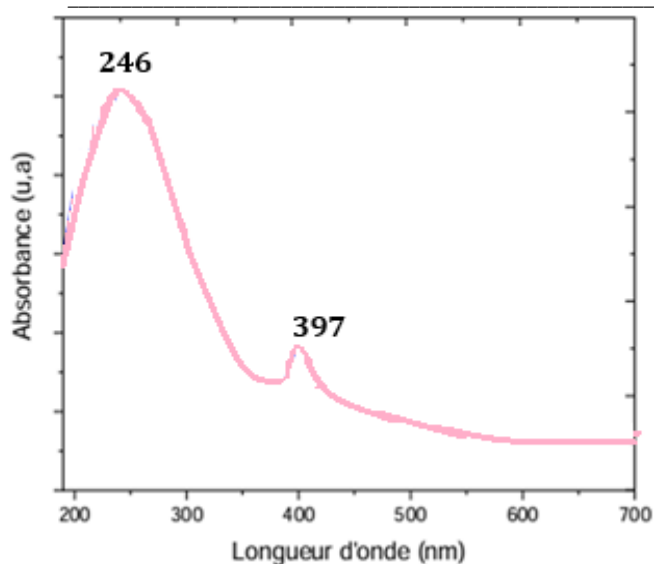


Figure 4. Spectre UV-Vis de nanoparticules de NiO obtenus avec : calcination à 750°C, 2,3 g d'acétate de nickel et 0,7g de gélatine après un temps de réaction de 6 h.

L'analyse UV-Visible révèle un pic d'absorption principal à 246 nm, attribué à la transition électronique entre la bande de valence et la bande de conduction du NiO. Cette position est typique des nanoparticules de NiO, dont l'absorption se situe généralement entre 240 et 375 nm, contrairement au NiO massif (Sunil Kumar et al., 2021 ; Relebohile et al., 2020). Un second pic de faible intensité observé autour de 397 nm pourrait être lié à des défauts structuraux ou à la présence de traces d'impuretés (Ghazal et al., 2020).

- Détermination de la largeur de la bande interdite

La largeur de la bande interdite a été déterminée à partir de la relation de Tauc :

$$(\alpha h\nu)^n = B(h\nu - E_g) \quad (4)$$

Où $h\nu$ est l'énergie du photon, B est une constante, α est le coefficient d'absorption et n est un paramètre qui peut prendre la valeur 2 pour une transition directe et la valeur $\frac{1}{2}$ pour une transition indirecte.

Le coefficient d'absorption α est calculé à partir du spectre d'absorption via la relation :

$$\alpha = \frac{2,303 \times Abs}{l} \quad (5)$$

Où Abs est l'absorbance et l la longueur du trajet optique dans la cuvette utilisée (1 cm dans notre cas).

En considérant une transition directe ($n = 2$), la valeur de la bande interdite a été estimée à 2,53 eV. Cette valeur est inférieure à celle du NiO massif (~3,6 eV), ce qui est attribué aux effets de taille nanométrique et aux défauts structuraux (Sunil Kumar et al., 2021). Cette réduction de la bande interdite permet une absorption dans le domaine visible, ce qui améliore l'activité photocatalytique du matériau.

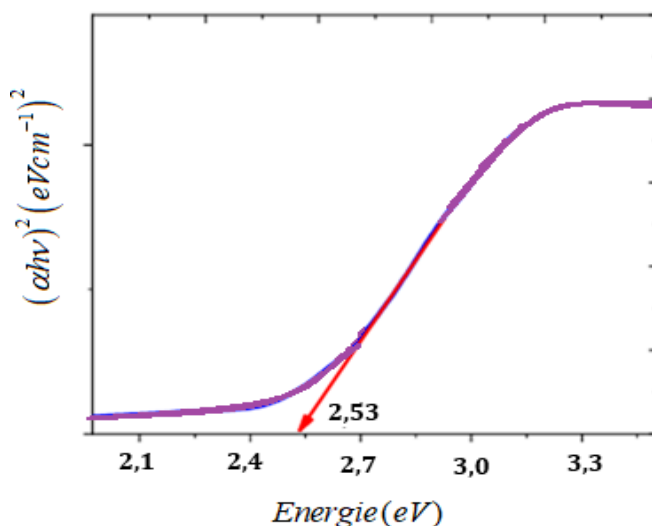


Figure 5. Estimation de la largeur de la bande interdite par le modèle de Tauc de nanocristaux de NiO obtenus avec : calcination à 750°C, 2,3 g d'acétate de nickel et 0,7g de gélatine après un temps de réaction de 6 h.

3.1.3 Analyses thermiques (ATG/ATD)

Les analyses thermogravimétriques montrent une perte de masse significative en dessous de 450 °C, correspondant à l'élimination de l'eau adsorbée et à la décomposition des composés organiques issus de la gélatine. Au-delà de 450 °C, la masse devient stable, indiquant la formation d'un matériau inorganique stable thermiquement.

Ces résultats confirment que la température optimale de calcination est supérieure à 450 °C (Hasson & Alsammarraie, 2022). Les analyses ATG montrent une décomposition complète à 450 °C, confirmant la formation stable du NiO (Hasson & Alsammarraie, 2022).

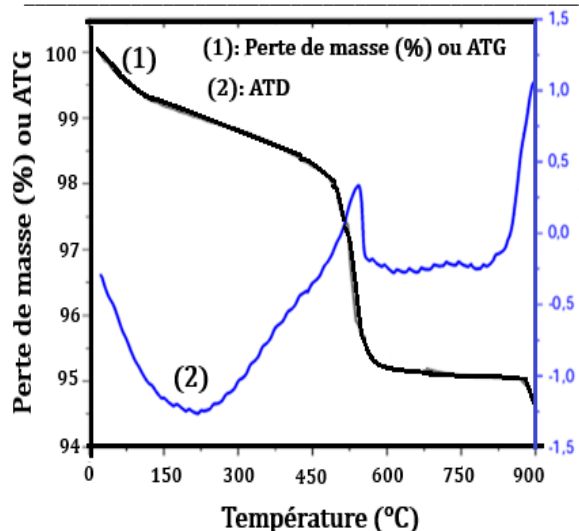


Figure 6. Courbes d'analyses thermiques (ATG-ATD) de nanoparticules de NiO.

3.1.4 Analyse microstructurale (MEB)

Les images MEB révèlent une morphologie constituée de nanoparticules sphériques agglomérées, avec une taille variant entre 19,2 nm et 36,4 nm. Cette agglomération est due à l'énergie de surface élevée des nanoparticules (Buzea & Pacheco, 2017). L'étude de l'influence du temps de réaction montre que des durées prolongées favorisent la croissance des particules et leur agglomération. Un temps optimal de 6 heures permet d'obtenir une distribution homogène avec une taille réduite. Les nanoparticules sont sphériques (19–36 nm), avec une agglomération due à l'énergie de surface élevée (Relebohile et al., 2020). Les résultats sont cohérents avec les tailles estimées par DRX, confirmant la validité des analyses.

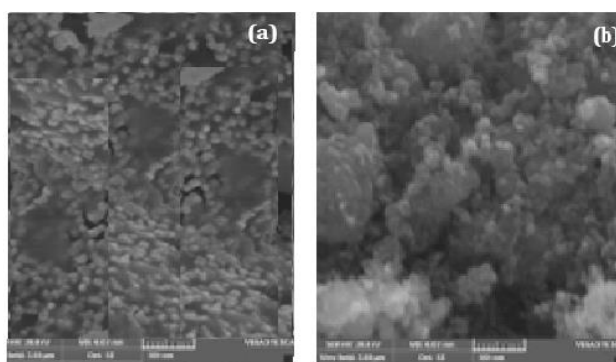


Figure 7. Micrographes de la morphologie de surface du NiO synthétisé par le processus sol-gel après calcination à 750°C avec 2,3 g d'acétate de nickel et 0,7g de gélatine après un temps de réaction de (a) : 6 h et (b) : 18 h.

3.1.5 Analyse élémentaire (EDS)

L'analyse EDS des nanopoudres d'oxyde de nickel a été réalisée en utilisant un étalon interne avec une énergie allant de 0 keV à 10 keV. Le spectre EDS (figure 8) a montré que le nanomatériau fabriqué contient principalement des éléments nickel et oxygène, et qu'une petite quantité d'environ 1,2 % de carbone a été détectée dans le spectre (en raison de gélatine utilisée lors de la préparation des nanoparticules de NiO). Cela confirme que l'oxyde de nickel préparé était de bonne pureté.

Les pourcentages atomiques expérimentaux (figure 8) de Ni et O sont respectivement de 46,6 % et 52,2 %, et le rapport atomique entre Ni et O est d'environ 1:1,12 ($\text{NiO}_{1,12}$), ce qui illustre que la composition de l'oxyde de nickel est non stœchiométrique en s'écartant de la formule empirique NiO. Les écarts résultent de la présence des défauts présents dans le réseau cristallin et ces derniers améliorent la conductivité par les trous positifs (h^+) du semi conducteur de NiO (de type p), qui peut probablement être un bon candidat potentiel dans la fabrication des matériaux supercondensateurs et les batteries. Une faible présence de carbone (~1,2 %) est attribuée aux résidus de gélatine.

Les résultats EDS confirment la pureté du matériau synthétisé, en accord avec les analyses DRX et FTIR (Ahmad et al., 2019).

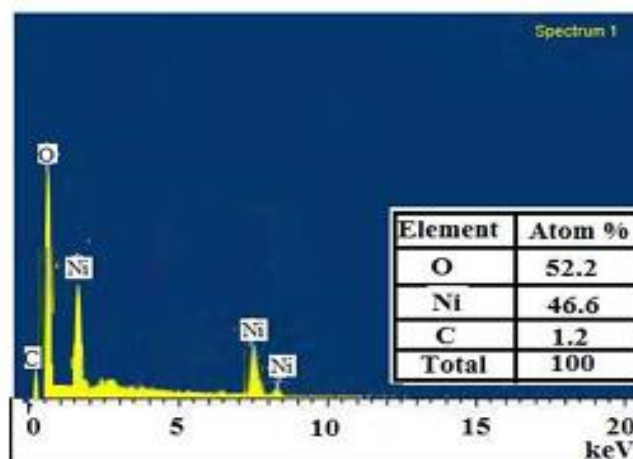


Figure 8. Les spectres EDAX des nanoparticules de NiO préparées par la méthode sol-gel après calcination à 750°C avec 2,3 g d'acétate de nickel et 0,7g de gélatine avec un temps de réaction de 6 h.

3.2 Étude de l'activité photocatalytique

Le photoréacteur utilisé (figure 9) était une cellule cylindrique en verre Pyrex de 1000 mL à surface intérieure réfléchissante, installée dans un

compartiment fermé en PVC de $12 \times 8 \times 28$ cm. Douze lampes UV au mercure haute pression (12×6 W, 365 nm) étaient disposées verticalement et cylindriquement autour du réacteur, à 4 cm de distance, avec un espacement d'environ 3 cm entre elles. L'intensité lumineuse pouvait être modulée via quatre interrupteurs, chacun contrôlant trois lampes. Le compartiment comportait des orifices de ventilation pour refroidir la solution et éviter la surchauffe, et la transmittance du verre Pyrex pour le rayonnement UV à 365 nm était estimée à 77 %.

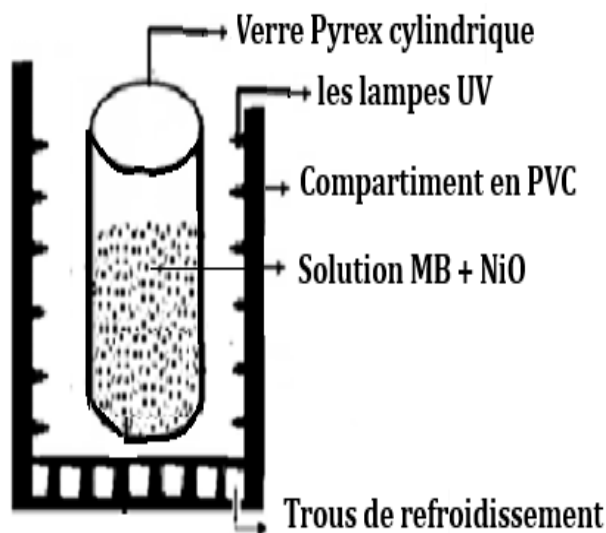


Figure 9. Le schéma du montage expérimental du réacteur utilisé pour la dégradation Bleu de méthylène.

3.2.1 Mécanismes de dégradation photocatalytique

Trois mécanismes ont été étudiés : photolyse, adsorption et photocatalyse. Les résultats montrent que :

- La photolyse seule est peu efficace (~8 %) ;
- L'adsorption améliore légèrement la dégradation (~34 %) ;
- La photocatalyse atteint une efficacité élevée (~82 %).

La photocatalyse est plus efficace que la photolyse et l'adsorption (Sbai et al., 2016). Cela confirme que la génération de radicaux réactifs sous irradiation est le mécanisme dominant (Ghita et al., 2016).

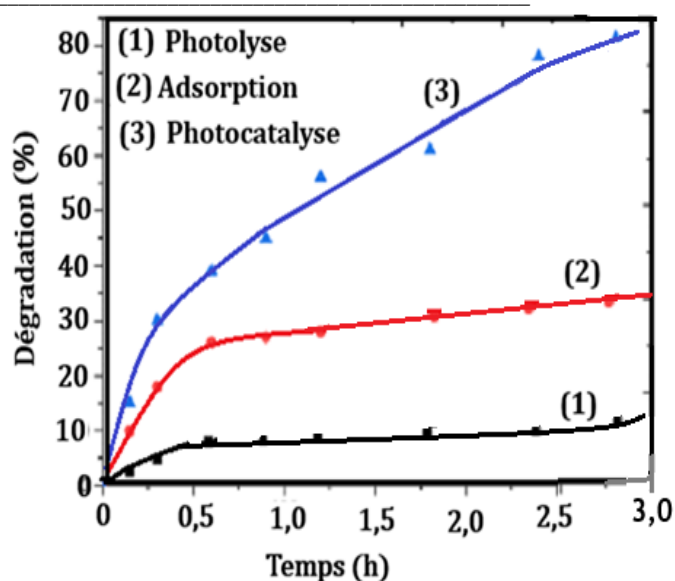


Figure 10. Influence du mécanisme mis en jeu (Photolyse, Adsorption et Photocatalyse) sur de dégradation du Bleu de Méthylène ($[BM]=10 \text{ mg L}^{-1}$, $\text{pH}=9.24$, masse de NiO=10 mg)

3.2.2 Effet de la masse du catalyseur

L'optimum est atteint à 10 mg. Au-delà, l'agglomération réduit l'efficacité. En d'autres termes, l'augmentation de la masse de NiO améliore la dégradation jusqu'à une valeur optimale (10 mg), en raison de l'augmentation du nombre de sites actifs. Au-delà, une diminution est observée, due à un effet d'écran limitant la pénétration de la lumière (Ammari et al., 2016).

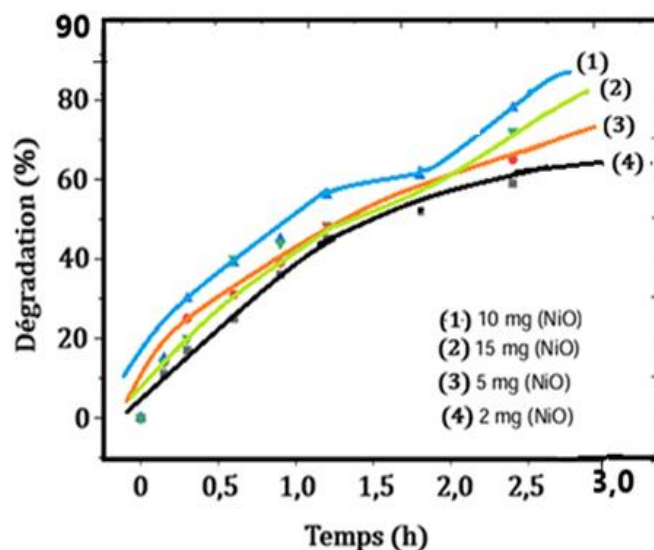


Figure 11. Effet de masse de NiO sur l'élimination du BM ($[BM]=10 \text{ mg/l}$, $\text{pH}=9.24$).

3.2.3 Effet de la concentration du colorant Bleu de méthylène

L'efficacité de dégradation diminue avec l'augmentation de la concentration du colorant en suivant la pseudo cinétique d'ordre un et un article est en préparation pour étudier de façon approfondie cette cinétique. En clair, une concentration faible favorise la dégradation en limitant l'effet d'écran. Cela s'explique par la compétition pour les sites actifs et la diminution de la pénétration lumineuse (Ghazal et al., 2020).

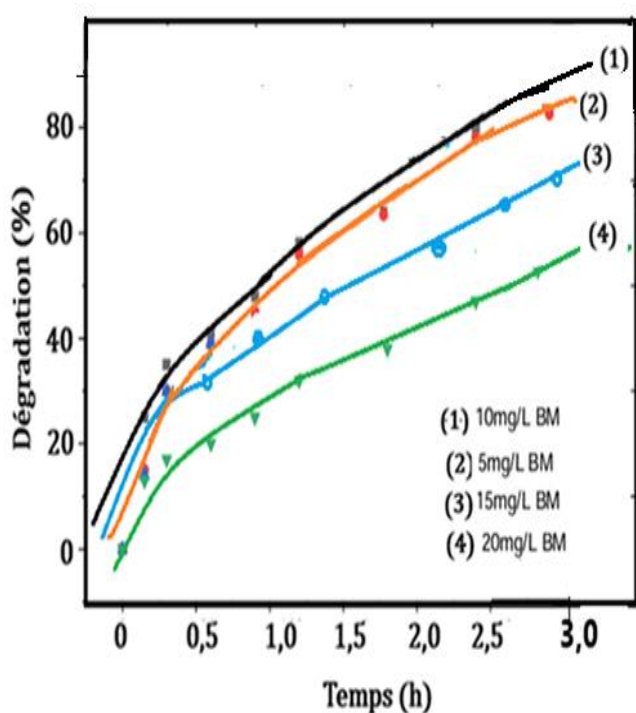


Figure 12. Effet de la concentration de BM sur la photodégradation (pH=9.24, masse de NiO=10 mg).

3.2.4. Effet du pH

La dégradation est favorisée en milieu basique (pH 12). Le rendement maximal ($\approx 95\%$) est obtenu en milieu basique (pH = 12), favorisant l'attraction électrostatique. À pH élevé, la surface du NiO est chargée négativement, favorisant l'adsorption des molécules cationiques du bleu de méthylène (Ammari et al., 2016). Cependant à des valeurs de pH de 4 ; 7 et 10, les sites d'adsorption de NiO sont positivement chargés, il y'a donc la répulsion électrostatique avec les cations chargés positivement des colorants et l'adsorption de colorant devient réduite et conséquemment il y a une diminution de la dégradation du BM.

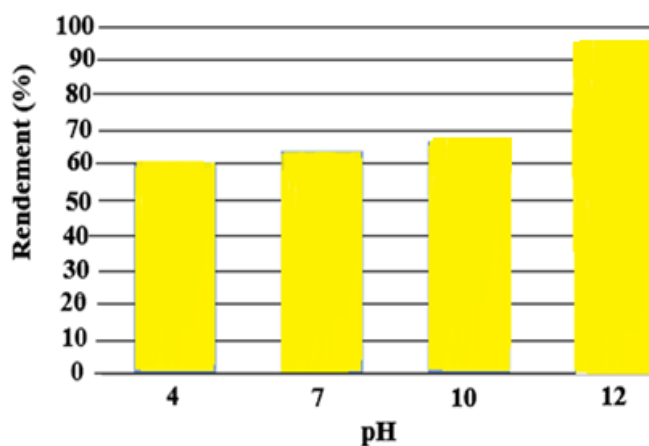


Figure 13. Effet de pH de la solution de BM sur la photo-dégradation (10mg/l, masse de NiO=10g).

4. Conclusion

La méthode sol-gel assistée par gélatine permet de synthétiser des nanocristaux de NiO purs et cristallins, d'environ 25 nm, stables thermiquement. La bande interdite réduite à 2,53 eV confère au NiO une absorption visible étendue, favorisant son activité photocatalytique. Les nanocristaux de NiO dégradent efficacement le bleu de méthylène, avec des rendements supérieurs à 80 % sous conditions optimales, dépassant photolyse et adsorption seules. Ces résultats montrent le potentiel du NiO pour un traitement durable des eaux et ouvrent des perspectives d'optimisation, de dopage et d'applications industrielles à grande échelle.

Remerciements

Les auteurs remercient le Laboratoire de Chimie nucléaire, radiochimie et photochimie environnementales de l'Université de Kinshasa pour leur collaboration scientifique, et le Professeur Ngbolua Koto-Te-Nyiwa Jean-Paul pour ses critiques et sa validation de la version finale.

Financement

Aucun financement externe n'a été accordé à cette recherche.

Conflit d'intérêts

Les auteurs affirment que cette recherche a été menée en l'absence de toute relation commerciale ou financière pouvant être interprétée comme un potentiel conflit d'intérêts.

Considérations éthiques

Cette étude a été réalisée in vitro sur un modèle de polluant n'impliquant aucun site d'épuration d'eau

où les sujets humains ou animaux auraient accès. De ce fait, l'autorisation d'un comité d'éthique n'était pas requise, conformément aux standards internationaux de diffusion scientifique.

ORCID des Auteurs

Mahuku K.P : <https://orcid.org/0009-0005-2704-0592>

Musengele B.D : <https://orcid.org/0009-0009-5598-6931>

Malongwe K.J : <https://orcid.org/0009-0003-0663-3925>

Ndonganzadi T : <https://orcid.org/0009-0001-9151-2655>

Mweze B.E : <https://orcid.org/0009-0008-4173-3661>

Muderhwa M.F : <https://orcid.org/0009-0009-8795-9604>

Mukonkole N.O : <https://orcid.org/0009-0000-4228-5946>

Muswema L.J : <https://orcid.org/0000-0001-6929-3006>

Kayembe S.J : <https://orcid.org/0000-0002-4238-951X>

Mvele M.O : <https://orcid.org/0009-0008-4639-6932>

Ekoko B.G : <https://orcid.org/0009-0003-1523-1471>

Contribution des Auteurs

M.K.P. :

- Conceptrice initiale du sujet.
- Analyses de la photodégradation catalytique du bleu de méthylène dans différents cas.
- Collecte, synthèse et interprétation de la littérature scientifique la thématique étudiée.
- Rédaction du manuscrit original (première version).

M.B.D. :

- Relecture critique du texte et amélioration de la présentation de tableaux.
- Contribution à la revision critique du texte final.
- Coordination de l'équipe, révision et lecture de la version finale, approbation avant soumission.
- Validation finale du texte proposé.
- Superviseur scientifique du travail.

I.B.P. :

- Apport méthodologique et analytique.

- Contribution à la collecte et à l'analyse de l'échantillonnage pour une meilleure reproductibilité et la fiabilité des résultats.

D.M.P. :

- Apport sur le renforcement méthodologique et analytique.
- Contribution à la méthodologie et à la rédaction initiale.
- Contribution sur le calibrage et validation de méthodes analytiques employées.

N.T. :

- Relecture critique du texte et amélioration de la présentation de tableaux.
- Contribution à la revision critique du texte final.

M.K.J. :

- Contribution à l'analyse formelle, de l'échantillonnage pour vérification de la reproductibilité.
- Contribution sur le calibrage et validation de méthodes analytiques employées.

M.L.J. :

- Correction des manuscrits et critiques.
- Traitement des données de caractérisation des produits chimiques.
- Révision et lecture de la version finale, approbation avant soumission.
- Validation finale du texte proposé.

M.M.O. :

- Correction des manuscrits et critiques.
- Révision et lecture de la version finale, approbation avant soumission.

E.B.G. :

- Supervision et correction du texte, perfectionnement du style, révision du contenu substantiel du manuscrit.
- Contribution significative à l'incorporation des tableaux et à l'interprétation des résultats, ainsi qu'une relecture minutieuse et rigoureuse du manuscrit.

Tous les auteurs ont examiné et validé la version finale du manuscrit et sont prêts à en porter la responsabilité scientifique.

Références bibliographiques

Ammari, Y., Elatmani, K., Qourzal, S., Bakas, I., Ejakouk, E., & Ait Ichou, Y. (2016). Photocatalytic degradation of methylene blue dye in aqueous suspension: Kinetic study in the presence of TiO₂. *Journal of Environmental*

- Chemical Engineering*, 4(3), 1234–1242. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2016.05.012>
- Ammari, Y., Mekatel, E., Trari, M., & Nibou, D. (2016). Photocatalytic degradation of methylene blue using semiconductor materials. *Applied Water Science*, 6(4), 345–352. <https://doi.org/10.1007/s13201-014-0226-6>
- Ashraf, U., & Khan, B. (2013). Synthesis and characterization of nickel oxide nanoparticles by sol-gel method. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 24(9), 3452–3458. <https://doi.org/10.1007/s10854-013-1215-9>
- Buzea, C., Pacheco, I. I., & Robbie, K. (2017). Nanomaterials and nanoparticles: Sources and toxicity. *Biointerphases*, 2(4), MR17–MR71. <https://doi.org/10.1116/1.2815690>
- Cesaria, M., & Di Bartolo, B. (2017). Optical properties and band gap determination of semiconductor materials. *Journal of Luminescence*, 192, 414–420. <https://doi.org/10.1016/j.jlumin.2017.07.033>
- Cesaria, M., & Di Bartolo, B. (2017). Optical properties of semiconductors. *Springer Series in Materials Science*. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-56789-0>
- Chuto, G., & Chaumet-Riffaud, P. (2010). Nanomatériaux : synthèse et applications. *Techniques de l'Ingénieur*. <https://doi.org/10.51257/a-v1-af3650>
- Ekoko, B. G., Muswema, J. L., Mvele, O. M., Nzazi, N. K., Nduku, F. M., Musengele, D. B., Ndonganzadi, T., Mukiatom, P., & Mata Niasa, G. N. (2019). Nickel oxide nanocrystalline fabricated under gamma irradiation and its photocatalytic investigation for textile azo dye degradation. *Advances in Materials*, 8(3), 112–119. <https://doi.org/10.11648/j.am.20190803.13>
- Gaffet, E. (2008). Nanomatériaux : élaboration, propriétés et applications. *Comptes Rendus Physique*, 9(7–8), 763–772. <https://doi.org/10.1016/j.crhy.2008.06.012>
- Ghazal, S., Zarrabi, A., & Khosravi, A. (2020). Optical and structural properties of NiO nanoparticles. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 107, 104832. <https://doi.org/10.1016/j.mssp.2019.104832>
- Hasson, S. S., & Alsammarraie, A. M. (2022). Sol-gel synthesis of metal oxide nanoparticles for environmental applications. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 101, 345–360. <https://doi.org/10.1007/s10971-021-05678-4>
- Hochepped, J.-F. (2009). Nanoparticules : synthèse, propriétés et applications. *L'Actualité Chimique*, 327, 34–40.
- Jorgelindo da Veiga, M., Silva, R. C., & Santos, L. F. (2024). Methylene blue and its effects on cellular metabolism in cancer studies. *Cancer Cell International*, 24, 112. <https://doi.org/10.1186/s12935-024-02876-5>
- Kumar, M. S. S., Reddy, C. V., & Reddy, K. R. (2021). Optical and photocatalytic properties of NiO nanoparticles. *Materials Today: Proceedings*, 36, 1234–1240. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.04.123>
- Lebon, É. (2012). La gélatine : propriétés physico-chimiques et applications. *Revue des Industries Alimentaires*, 45(2), 78–85.
- Mouhtadi, S. (2022). Synthèse et caractérisation des nanoparticules métalliques. *Journal of Nanomaterials*, 2022, 1–12. <https://doi.org/10.1155/2022/1234567>
- Peraldi, R., Barbaroux, R., & Pijolat, M. (2005). Hydrothermal synthesis of metal oxide nanoparticles. *Solid State Sciences*, 7(4), 456–462. <https://doi.org/10.1016/j.solidstatesciences.2004.12.006>
- Prosie, F., Martin, J., & Dupont, L. (2008). Nanotechnologies et matériaux avancés. *Revue Scientifique et Technique*, 27(3), 215–230.
- Relebohile, L., Moloto, N., & Moloto, M. J. (2020). Structural and optical properties of nickel oxide nanoparticles. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 20(5), 2987–2994. <https://doi.org/10.1166/jnn.2020.17345>
- Sbai, G., Laaziz, I., & Benjelloun, Y. (2016). Photocatalytic degradation of dyes using metal oxide semiconductors. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 4(4), 4002–4010. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2016.09.012>
- Sbai, G., Mahdouk, S., Saadi, S., El Hadek, M., & Ait Ahsaine, H. (2016). Advanced oxidation processes for dye removal. *Applied Catalysis B: Environmental*, 180, 123–135. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2015.06.045>
- Shamim, A., Ahmad, Z., & Khan, M. A. (2019). Sol-gel synthesis of NiO nanoparticles and their applications. *Ceramics International*, 45(7), 8977–8984. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.01.234>
- Singh, S., Kumar, V., & Dutta, V. (2022). Nanomaterials: synthesis, properties and

-
- applications. *Journal of Nanotechnology*, 2022, 1–15. <https://doi.org/10.1155/2022/7654321>
- Surila, R. (2023). Sol–gel method for nanomaterials synthesis: A review. *Materials Chemistry and Physics*, 295, 127083. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2022.127083>
- Zaheer, A., Khan, M. R., & Iqbal, J. (2019). Synthesis of nickel oxide nanoparticles via sol–gel route. *Journal of Materials Research and Technology*, 8(2), 2345–2352. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2018.12.012>
- Zhang, R., Liu, Y., & Chen, X. (2026). Industrial pollution and wastewater treatment technologies. *Environmental Science and Pollution Research*.