



République Algérienne Démocratique Et Populaire  
Ministère De L'enseignement Supérieur Et De La Recherche Scientifique  
Université Echahid Hamma Lakhdar-Eloued  
Faculté De La Technologie  
Département Génie Des Procèdes Et Pétrochimie



## Mémoire De Fin D'étude

En Vue De L'obtention Du Diplôme de :

## MASTER ACADEMIQUE

Domaine : Sciences et Technologies

Filière : Industrie pétrochimique

Spécialité : Génie du raffinage

Présenté par :

TEDJANI Mohammed

TEDJANI Mohammed Laid

TOUATI Brahim Omar

### Thème

**Synthèse de nanoparticules de ZnO par l'extrait  
des feuilles de Phoenix Dactylifera.L**

Soutenu le 05/06/2018

#### Devant le Jury :

Mr	BARANI Djamel	Président	Université d'El Oued.
Mme	AHMOUDA Kaouthar	Examinatrice	Université d'El Oued.
Mr	GUERRAM Abdelmadjid	Rapporteur	Université d'El Oued.

2017/2018

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

# Dédicace

À la lumière de nos jours, les sources de nos efforts,  
les flammes de nos cœurs, nos vies et nos bonheurs ; nos  
mamans que nous adorons

À nos exemples éternels, nos soutiens moraux et  
sources de joie et de bonheur, ceux qui se sont toujours  
sacrifiés pour nous voir réussir, que dieu vous garde dans  
son vaste paradis, à vous nos pères.

À nos chers sœurs et frères.

À nos oncles et tantes.

À tous nos amis et collègues.

À tous ceux qui ont contribué de près ou de loin  
pour que ce projet soit possible, nous vous disons merci.

# Remerciement

En guise de reconnaissance, nous tenons à témoigner nos sincères remerciements à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin au bon déroulement de nos expériences de fin d'étude et à l'élaboration de ce modeste travail.

Nos sincères gratitudes à Mr GUERRAM Abdelmadjid pour la qualité de son enseignement, ses conseils et son intérêt incontestable qu'il porte à tous les étudiants.

Nous tenons à remercier l'ensemble du personnel du laboratoire 2 (Mme DIA Wahida et Mlle BERRA Djamila, Mlle HARICHA Wafa et tous les membres du laboratoire) pour leur patience, leurs conseils pleins de sens et pour le suivi et l'intérêt qu'ils ont portés à nos travaux.

Nous voulons remercier Dr. ELAOUINI Salah eddine pour ses aides.

Nous tenons à remercier sincèrement Mme AHMOUDA Kaouthar pour ses collaborations sur ce sujet et ses encouragements.

Dans l'impossibilité de citer tous les noms, nos sincères remerciements vont à tous ceux et celles, qui de près ou de loin, ont permis par leurs conseils et leurs compétences la réalisation de ce mémoire.

Enfin, nous n'oserions oublier de remercier tout le corps professoral de la faculté des sciences et technologies à l'Université Echahid Hamma Lakhadar Eloued, pour le travail énorme qu'il effectue pour nous créer les conditions les plus favorables pour le déroulement de nos études.

Merci à tous et à toutes.

## **Sommaire**

Dédicace .....	i
Remerciement.....	ii
Sommaire.....	iii
Liste de figures .....	vii
Liste de Tableaux.....	x
Nomenclature.....	xi
Introduction générale .....	1
I.1. Introduction .....	3
I.2. L'histoire de la nanotechnologie .....	3
I.3. Définition d'une nanoparticule .....	4
I.4. Tailles des différents types de nanoparticules .....	4
I.5. Terminologie et définitions .....	4
I.5.1. Les nanotechnologies .....	4
I.5.2. Le nanomonde .....	4
I.5.3. Les nanotechnologies et les nanosciences .....	5
I.5.4. Les nanomatériaux .....	5
I.6. Classification des nanoparticules.....	5
I.6.1. Classification de nanomatériaux selon leurs formes d'utilisation.....	5
I.6.2. Classification des nanomatériaux selon leur localisation au sein du composant / objet /produit considéré.....	6
I.6.3. Classification des nanoparticules en fonction de leur composition chimique.....	6
I.6.4.1. Origine naturelle.....	7
I.6.4.2. Origine humaine.....	7
I.7. Propriétés des nanomatériaux.....	7
I.7.1. Propriétés mécaniques .....	7
I.7.2. Propriétés électriques .....	8
I.7.3. Propriétés optiques .....	8
I.7.4. Propriétés de transfert thermique .....	8
I.7.5. Propriétés de barrière .....	8
I.7.6. Inflammabilité.....	8
I.7.7. Propriétés magnétiques.....	8

I.7.8. Propriétés catalytiques.....	8
I.8. Les Générations des nanoparticules.....	9
I.9. Procédés de fabrication de nano-objets et de nanomatériaux .....	9
I.10. Domaines d'applications .....	10
I.10.1. Aéronautique et espace.....	10
I.10.2. Electronique et communications .....	11
I.10.3. Chimie et matériaux .....	11
I.10.4. Pharmacie, biomédical et biotechnologie .....	11
I.10.5. Cosmétique .....	11
I. 10.6. Santé.....	11
I.10.7. Energie.....	11
I.10.8. Environnement et écologie .....	12
I.10.9. Défense.....	12
I.10.10. Secteur manufacturier.....	12
I.11 Exemples des nanoparticules et ses applications, propriétés et fonctionnalités .....	12
I.12. Propriétés de nanoparticule de ZnO.....	15
I.12.1. Propriétés structurales .....	15
I.12.2. Propriété optique : .....	19
I.12.3-Propriétés électriques et électroniques : .....	19
I.12.4. Propriétés de surface de l'oxyde de zinc .....	20
I.13. Applications de nanoparticules de ZnO: .....	20
I.14. L'évaluation de l'activité antioxydante.....	21
I.14.1. Mesures de l'activité antioxydante .....	23
I.15. L'évaluation de l'activité catalytique .....	23
I.14. Conclusion.....	28
II.1. Phœnix Dactylifera. L.....	29
II.1.1. Définition .....	29
II.1.2. Description .....	30
II.1.3. Pourquoi les feuille de Phoenix ? .....	30
III.1. Introduction.....	31
III.2. Techniques de caractérisation de nanopoudres de ZnO .....	32
III.2.1. Caractérisation des propriétés structurales diffraction des rayons X.....	32
III.2.1.1. Principe de la diffraction des rayons X .....	32
III.2.1.2. Détermination des distances inter-réticulaires et des paramètres de maille .....	33

III.2.1.3. Détermination de la taille des grains .....	33
III.2.1.4. Principe de fonctionnement du diffractomètre .....	34
III.2.2. La spectroscopie UV-Visible .....	36
III.2.2.1. Caractérisation de la qualité et de la quantité des produits en utilisant l'UV .....	36
III.2.2.2. Principe d'un spectromètre à ultraviolet .....	37
III.2.3. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR).....	39
III.2.3.1. Caractérisation des groupements chimiques fonctionnels en utilisant l'IR.....	39
III.2.3.2. Principe de la spectroscopie infrarouge .....	39
II.7. Conclusion .....	41
IV.1. Introduction .....	43
IV.2. La synthèse verte des NPs de ZnO .....	43
IV.2.1. Procédure de synthèse des NPs de ZnO par chimie verte.....	43
IV.2.2. Synthèse des NPs par extrait de Phœnix Dactyliféra L.....	45
IV.3. Caractérisation des NPs synthésées par chimie verte .....	47
IV.3.1. Caractérisation par diffraction des rayons X.....	47
IV.3.1.1. Remarque 1 .....	48
IV.3.1.2. Dédution 1 .....	48
IV.3.1.3. La formule de Scherrer pour calculer la taille de la particule .....	48
IV.3.1.4. Exemple de calcul de la taille d'une particule.....	49
IV.3.1.5. Calcule de la taille moyenne .....	56
IV.3.1.6. Comparaison des figures IV.7, IV.8, IV.9, IV.10 et IV.11 .....	56
IV.3.2. Caractérisation par spectroscopie infra-rouge.....	58
IV.3.4. Caractérisation par spectroscopie ultra-violet .....	61
IV.5. Conclusion .....	62
Conclusion générale.....	63
Références bibliographiques .....	64
Annexe A : Applications de nanoparticules dans les différents secteurs.....	I
A.1 Construction, bâtiment et travaux publiques.....	I
A.2. Cosmétique, produit et équipement de soin et d'hygiène .....	II
A.3. Energie et environnement .....	III
A.6. Plasturgie et caoutchouc .....	VII
Annexe B :Propriétés de ZnO.....	IX
B.1. Propriétés chimiques de ZnO .....	IX
B.2. Propriétés physiques de ZnO.....	X
B.3. Propriétés thermiques de ZnO .....	X

B.4. Une propriété structurelle.....	X
Annexe C : Consommation mondiale d'oxyde de zinc .....	XI
<b>RESUME</b> .....	

## **Liste de figures**

Figure I.1: Coupe de licurgue .....	3
Figure I. 2 : Bleu de Maya.....	3
Figure I.3 : Gamme de tailles des nanoparticules comparées à celles des principales structures chimiques et biologiques. ....	4
Figure 4 : Tailles des différents types de nanoparticules .....	4
Figure I.5 : Types des nanoparticules selon leurs dimensions .....	5
Figure I.6: Classification des nanomatériaux selon leur localisation au sein du composant / objet /produit considéré.....	6
Figure 7 : Développement des nanotechnologies - Les 4 générations de (nanostructures / nanosystèmes ).....	9
Figure I.8 : Schéma illustrant les différentes techniques de synthèse des nanoparticules ...	10
Figure I.9 : Différents types des nanostructures .....	16
Figure I.10: Les différentes formes des nanostructures de ZnO obtenus par évaporation thermique de poudres .....	17
Figure I.11 : Différentes formes et structures des nanoparticules de ZnO.....	18
Figure I.12 : Modèle de structure wurtzite de ZnO (cas de 1D). Représentée la coordination tétraédrique de ZnO .....	19
Figure I.13 : Variation de l'émission en fonction de la longueur d'onde d'excitation.....	19
Tableau I.3 : Applications de nanoparticules de ZnO.....	20
Figure II.12: Schéma regroupe les propriétés du catalyseur NP de ZnO dans les domaines du raffinage et de la pétrochimie .....	24
Schéma II.14 : le mécanisme proposé pour la synthèse du 14-aryl-14H-dibenzo[a,j]xanthenes catalysée par les NPs de ZnO .....	25
Schéma II.15 : Synthèse de benzo[b]furans catalysée par les nanoparticules de ZnO .....	25
Figure II.16 : schéma de préparation de benzo[b]furans.....	25
Figure II. 17 : Schéma de réaction proposée pour le catalyseur de NPs.....	26

Figure II.18 : Schéma représente la réaction de Suzuki. → Réaction de 1-(4-Bromophenyl) éthénone et acide phénolique en utilisant Pd/ZnO Nps comme un catalyseur .....	26
Figure II.19 : Structure 2D de Cycloocta-1,5-diène .....	27
Figure II.20 : Structure 2D d' Acénaphthylène .....	27
Figure II.21 : Structure 2D de Phénol.....	27
Figure II. 22 : Dégradation photocatalytique du phénol sous irradiation par la lumière visible en présence de nanotiges de ZnO .....	28
Figure II.1 : Phoenix Dactylifera L.....	30
Figure III.1 : Schéma représentant le principe de la diffraction des rayons X par les plans réticulaires d'indices h, k et l.....	33
Figure III.2 : Image d'un diffractomètre de type (PROTO).....	35
Figure III.3 : Schéma de principe du montage d'un diffractomètre RX.....	35
Figure III.6: Image d'un spectrophotomètre ultraviolet (SP-UV 500DB).....	37
Figure III.7: Schéma de principe d'un spectromètre à ultraviolet.....	37
Figure III.8: Schéma représente l'intensité du rayonnement transmis et l'intensité du rayonnement absorbé [57].....	38
Figure III.4 : Image d'un spectrophotomètre infrarouge (IVILBER).....	40
Figure III.5: Schéma de principe d'un spectromètre à transformée de Fourier .....	40
Figure IV.1 : les étapes de la synthèse verte en utilisant les feuilles de Dacltyléfera. L. ....	44
Figure IV.2 : Mécanisme de formation du NP de ZnO par la synthèse verte .....	46
Figure IV.3 : Spectres DRX de la poudre synthétisée par la synthèse verte respectivement : 0.2g d'acétate de zinc dans 100 mL d'extrait (même chose pour 0.4g, 0.6g, 0.8g puis 1g) à 85°C pendant 1 h. ....	47
Figure IV.4 : diffraction d'oxyde de zinc en poudre (JCPDS 36-1451).....	48
Figure IV.5 : illustration montrant les informations du pic le plus grand (pour la concentration 0.6g/100mL à 85°C pendant 1 h).....	49

Figure IV.6 : illustration montrant la largeur à mi-hauteur et la position du pic le plus grand (pour la concentration 0.6g/100mL .....	50
Figure IV.7 : illustration montrant la largeur à mi-hauteur et la position du pic le plus grand (pour la concentration 0.8g/100mL à 85°C pendant 1 h).....	51
Figure IV.8 : illustration montrant la largeur à mi-hauteur et la position du pic le plus grand (pour la concentration 1g/100mL .....	52
Figure IV.9 : illustration montrant la largeur à mi-hauteur et la position du pic le plus grand (pour la concentration 0.4g/100mL à 85°C pendant 1 h).....	53
Figure IV.10 : illustration montrant la largeur à mi-hauteur et la position du pic le plus grand (pour la concentration 0.4g/100mL à 85°C pendant 1 h).....	54
Figure IV.11 : illustration montrant la largeur à mi-hauteur et la position du pic le plus grand (pour la concentration 0.2g/100mL à 85°C pendant 1 h).....	55
Figure IV.12 : Spectre DRX des poudres synthétisées par l'extrait de Phoenix à 85 °C traitées thermiquement à 500 °C.....	56
Figure IV.13 : Graph représente la variation de la taille en fonction de la concentration ...	58
Figure IV.14 : Spectre FTIR des NPs synthétisée à 85 °C traité à 500 °C pendant 3h pour 0.2g d'acétate de zinc dans 100mL de l'extrait .....	58
Figure IV.15 : Spectre FTIR des NPs synthétisée à 85 °C traité à 500 °C pendant 3h pour 0.4g d'acétate de zinc dans 100mL de l'extrait.....	59
Figure IV.16 : Spectre FTIR des NPs synthétisée à 85 °C traité à 500 °C pendant 3h pour 0.6g d'acétate de zinc dans 100mL de l'extrait.....	59
Figure IV.17 : Spectre FTIR des NPs synthétisée à 85 °C traité à 500 °C pendant 3h pour 0.8g d'acétate de zinc dans 100mL de l'extrait .....	60
Figure IV.18 : Spectre FTIR des NPs synthétisée à 85 °C traité à 500 °C pendant 3h pour 1g d'acétate de zinc dans 100mL de l'extrait.....	60
Figure IV.19 : Spectre FTIR de l'extrait synthétisée à 85 °C traité à 500 °C pendant 3h. ...	61
Figure IV.20 : Spectre UV-visible de l'absorbance des NPs de ZnO synthétisées par l'extrait de Phoenix Dactylifera. L. synthétisée à 85 °C pendant 1h pour différentes concentrations.....	61

## **Liste de Tableaux**

Tableau I.1. Classification des nanoparticules en fonction de leur composition chimique ...	6
Tableau I.2 : Exemples des nanoparticules et ses applications, propriétés et fonctionnalités .....	12
Tableau I.3 : Applications de nanoparticules de ZnO.....	20
Tableau II. 3 : Optimisation pour la synthèse de benzo[b]furan 4a par différents catalyseurs .....	26
Tableau II.1 : Classification de l'espèce Phoenix Dactylifera.L.....	29
Tableau IV.1 : Buts des étapes de mode opératoire.....	43

## Nomenclature

ZnO	Oxyde de Zinc
RMNT	Réseau de recherche en micro- et nanotechnologies
NNI	National Nanotechnology Initiative
NSF	National Science Foundation
ISN	Institute for soldiers nanotechnologies
MIT	Massachusetts Institute of Technology
m	Mètre
$\mu\text{m}$	Macromètre ( $1 \mu\text{m} = 10^{-6} \text{ m}$ )
nm	Nanomètre ( $1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$ )
$\text{Å}^\circ$	Ångström ( $1 \text{ Å}^\circ = 10^{-10} \text{ m}$ )
D	Dimension
$\lambda$	Longueur d'onde
RX	Rayon X
UV	Ultra-violet
IR	Infra-rouge
TGA	Analyse thermogravimétrique
OH	Hydroxyde
DRX	Diffraction Des Rayons X
NPs	Nanoparticules
RBC	Red Blood Cells (en anglais) → les globules rouges
CuO	Oxyde de cuivre
DPPH	2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl
Ar	L'élément d'Argon
N	L'élément de Nitrogène
H	Element d'Hydrogène
C	L'élément de Carbone
MgO	L'oxyde de Magnésium
$\text{Fe}_3\text{O}_4$	Le Tétraoxyde de trifer
NiO	Monoxyde de nickel
$\text{R}_1$ et $\text{R}_2$	Radicaux alkyles

Cu(OTf)<sub>2</sub> Cu(OSO<sub>2</sub>CF<sub>3</sub>)<sub>2</sub> : Copper(II) triflate

HAP Hydrocarbure Aromatique Polycyclique

TiO Oxyde de Titane

u.a Unité arbitraire

## **Introduction générale**

Actuellement, la demande pour l'élaboration de nanoparticules de ZnO est croissante dans de nombreux secteurs d'activités comme le raffinage [1], la pétrochimie [2], la santé [65], la micro-électronique [4], la cosmétique [5] ou encore l'énergie [6]. La recherche s'oriente vers l'amélioration des propriétés des matériaux et sur le développement de nouvelles propriétés. Un intérêt tout particulier est porté à l'utilisation des nanomatériaux puisqu'il est possible de moduler leurs propriétés (physico-chimiques ou mécaniques) en interagissant sur leurs tailles. Concevoir des procédés permettant de contrôler la morphologie, la taille et la distribution de tailles des nanoparticules lors de leur élaboration est ainsi nécessaire. Ces procédés doivent également être respectueux de l'environnement tout en permettant la production à grande échelle d'une large gamme de nanomatériaux pour répondre à la demande des différents secteurs d'activités.

**Problématique :** l'obtention des nanoparticules d'oxyde de zinc impose l'utilisation des matières moins coûteuses, non toxiques, abondantes et non dangereuses.

Le présent thème de recherche nous permet de connaître la synthèse de nanoparticules d'oxyde de zinc par l'extrait des feuilles de Phoenix Dactylifera.L. Il nous engage vivement à donner beaucoup plus d'importance dans les domaines de raffinage et de la pétrochimie dans le secteur des hydrocarbures. Ce sujet demeure aussi l'écho des actualités sur les différents plans scientifiques et pratiques et constitue ainsi le domaine d'intérêt d'entreprise algérienne.

Pour répondre à la problématique de cette recherche nous avons choisi la méthodologie adoptée à ce genre de thème qui est expérimentale et analytique basée sur l'analyse des échantillons de nanoparticules d'oxyde de zinc.

Nous avons fait appel au recueil et exploitation des ouvrages, articles, thèses de mémoire, revues et sites internet...etc.

Nous avons jugé utile de joindre des annexes, des figures explicatives et tableaux...

Pour confirmer tout cela, nous avons établi un plan de recherche qui est divisé en trois chapitres qui sont divisés à leur tour par des sections.

- Le chapitre I présente des généralités sur les nanoparticules et les nanoparticules de ZnO, leurs propriétés physico-chimiques, leurs différentes méthodes des synthèses, leurs générations, leurs domaines d'applications, exemples des nanoparticules ainsi que leurs

classifications (selon leurs utilisations, leurs formes d'utilisation, leurs localisations au sein du composant / objet /produit considéré, leurs compositions chimiques et leurs origines) sont décrites. Ce chapitre se termine par une description des diverses utilisations et applications des nanoparticules de ZnO.

- Le chapitre II comporte l'élaboration et la caractérisation des nanopoudres de ZnO par la synthèse verte. Dans cet chapitre nous avons défini Phoenix Dactylifera.L, la synthèse verte de nanoparticules de ZnO. Nous avons cité des méthodes de caractérisation de ces particules qui ont l'activité antioxydante et l'activité catalytique

-Le chapitre III présente les résultats et discussions de la caractérisation des particules synthétisées pour vérifier la certitude de l'obtention des nanoparticules de ZnO. Nous avons essayé de calculer leurs taille moyenne. Finalement, nous avons clôturé la fin par une simple conclusion et des recommandations.



**CHAPITRE I.**  
**GENERALITES SUR LES**  
**NANOPARTICULES,**  
**DEFINITION ET**  
**CARACTERISATION DE NPs**  
**DE ZnO**

## I.1. Introduction

Depuis la découverte des particules fines comme les nanoparticules, l'homme a utilisé ces produits dans plusieurs secteurs industriels et crée une nouvelle technologie.

Dans ce chapitre nous allons définir la nanoparticule, les nanotechnologies et le nanomonde...etc. Ensuite nous citerons les générations des nanotechnologies, des exemples utilitaires d'utilisation les nanoparticules et ses secteurs industriels. De plus nous classerons les nanoparticules. Enfin nous définirons les propriétés de nanoparticules ZnO et citerons leurs applications.

## I.2. L'histoire de la nanotechnologie

Avant J.C, l'homme a connu les nanomatériaux et les a utilisé comme les chinois et les égyptiens (couleurs).



*Figure I.1: Coupe de licurgue*

*(4<sup>ème</sup> siècle après J.C) [7]*



*Figure I. 2 : Bleu de Maya*

*(300 à 900 après J.C) [8]*

Les images représentent la découverte accidentelle de nanoparticules

Voici l'histoire des nanotechnologies qui permet d'observer l'évolution :

- a. 1959 : Richard P.Feynman a déclaré qu'il y a plein de place en bas donc il nous invite à découvrir le nanomonde.
- b. 1974 : Eric Drexler a ajouté le terme de « nanotechnologie », après que le mot ait
- c. été utilisée par Norio Taniguchi, de l'université des sciences de Tokyo.
- d. 1981 : Gerd Bining, Rohrer et Heinrich ont développé le microscope à effet tunnel (STM) du laboratoire IBM de Zurich, pour voir la forme des atomes (prix Nobel de physique en 1986).
- e. 1989 : Richard Smalley, Robert Curl et Harold Kroto ont découvert des minuscules molécules de carbone pur composés de 60 atomes qui s'appellent les fullerènes.

- f. 1990 : Donald Eigler a déplacé 35 atomes d'xénon pour dessiner le mot IBM en utilisant le pointe de microscope à effet tunnel.
- g. 1991 : Sumio Ijima a découvert des nanotubes de carbone ( Labo. NEC à Tusukuba).
- h. 1993 : Donald Eigler a regroupé 48 atomes de fer en un tambour électronique.
- i. 1996 : Création de 1<sup>er</sup> transistor qu'il utilise un nanotube carboné
- j. 1997 : Création de 1<sup>er</sup> haut parleur électromécanique unimoléculaire.
- k. 1999 : La France lance RMNT parcequ' elle a voulu attacher l' industrie avec laboratoires publics.
- l. 2000 : Bill Joy s'alarme que les nanotechnologies sont dangereux a la santé (effet viral).
- m. 2001 : le marché mondial est évalué à environ 40 milliards de dollars.
- n. 2001 : la NNI est lancée.
- o. 2002 : la NSF lance le programme « Converging Technologies » qu'il veut converger les biotechnologies, les techniques de l'information et les sciences cognitives.
- p. Mars 2002 :la ISN est fondé par l'US army et le MIT .
- q. 9 mai 2005: Motorola a utilisé les nanotubes carbonés pour fabriquer un écran.
- r. 2005 : EPA a défini les risques et établi des règles de sécurité.
- s. 1<sup>er</sup> Juin 2006 : inauguration du Minatec.
- t. 2010 : En Grande-Bretagne, l'utilisation de nano-technologies dans les produits alimentaire a été contrôlé [9].

### **I.3. Définition d'une nanoparticule**

Une nanoparticule est un agglomérat des millions d'atomes qui forment une molécule dont la dimension est comprise entre 5 et 200 nm (Faraji et Wipf 2009) ou plus globalement inférieure à 1 $\mu$ m. Les tailles des nanoparticules sont donc du même que les protéines et les virus (Figure 3) [10].

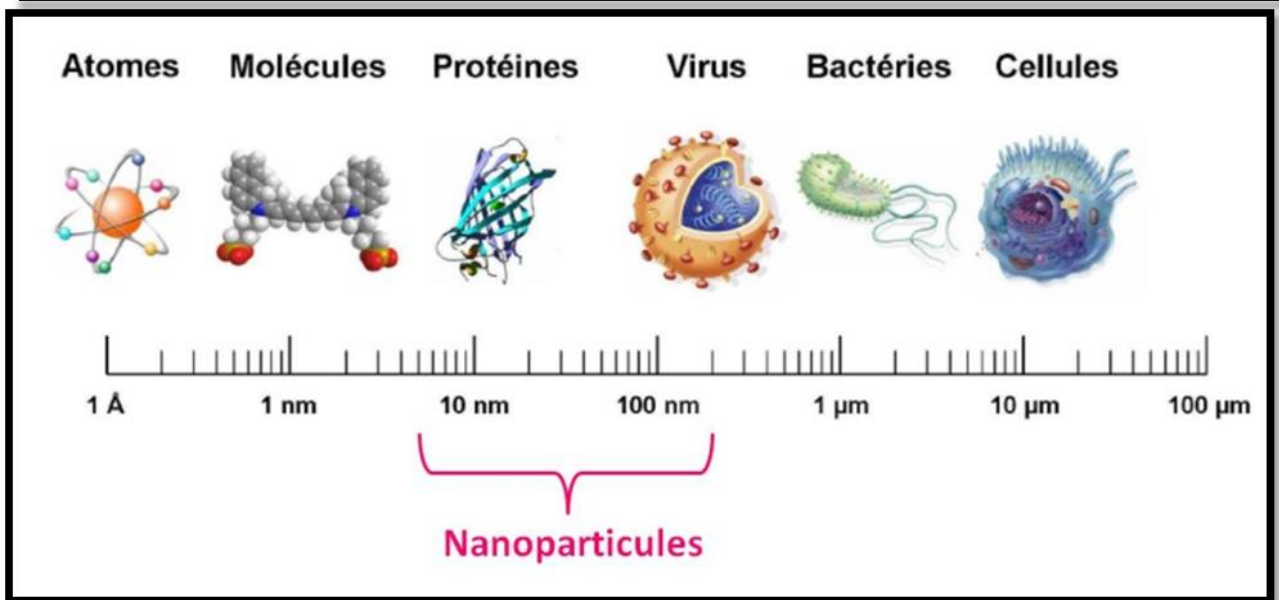


Figure 1.3 : Gamme de tailles des nanoparticules comparées à celles des principales structures chimiques et biologiques [10].

#### I.4. Tailles des différents types de nanoparticules

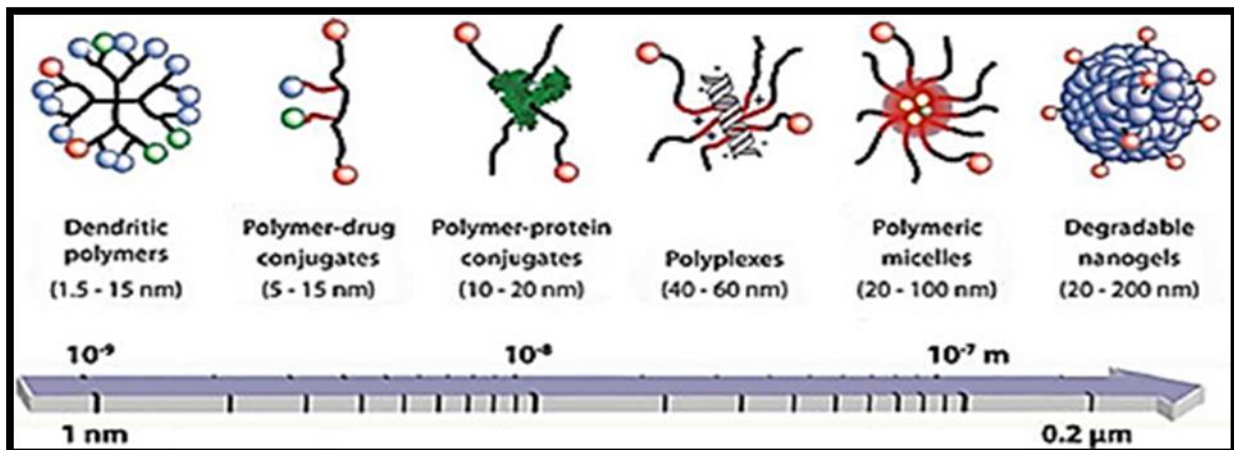


Figure 4 : Tailles des différents types de nanoparticules [10].

#### I.5. Terminologie et définitions

##### I.5.1. Les nanotechnologies

Ces sont les techniques qui elles s'intéressent à la fabrication, la manipulation et la caractérisation des molécules nanométriques [11].

##### I.5.2. Le nanomonde

L'origine du préfixe nano est « nanos » qui est un préfixe grec. Un nanomètre équivalent à  $\frac{1}{10^9}$  de l'unité. Exemple : on écrit :  $1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m} = 0,000000001 \text{ m}$  [11].

### I.5.3. Les nanotechnologies et les nanosciences

La nanotechnologie c'est le domaine appliqué de la nanoscience qu'il s'intéresse à la partie théorique pour faire des études sur les molécules et les atomes [11].

### I.5.4. Les nanomatériaux

Le nanomatériau a la taille suivante :  $1\text{nm} \leq \text{taille} \leq 100\text{nm}$  [11].

## I.6. Classification des nanoparticules

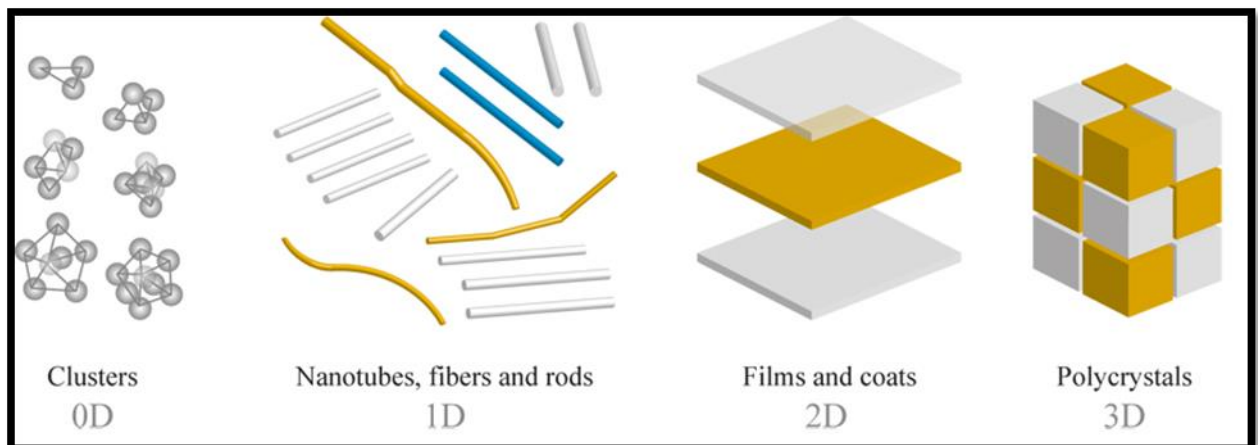
### I.6.1. Classification de nanomatériaux selon leurs formes d'utilisation

**I.6.1.1. Matériaux de dimension 0 :** matériaux sous forme dispersée, aléatoire ou organisée,

comme dans les cristaux colloïdaux pour l'optique ou les fluides magnétiques.

**I.6.1.2. Matériaux de dimension 1 :** matériaux sous forme de nanofils ou de nanotubes.

**I.6.1.3. Matériaux de dimension 2 :** matériaux sous forme de couche mince, comme dans les dépôts d'agrégats ou de revêtements épais obtenus par projection plasma ou voie électrochimique.



**I.6.1.4. Matériaux de dimension 3 :** matériaux sous forme compacte comme dans les céramiques et les métaux nanostructures [12].

*Figure I.5 : Types des nanoparticules selon leurs dimensions [13].*

### I.6.2. Classification des nanomatériaux selon leur localisation au sein du composant / objet /produit considéré

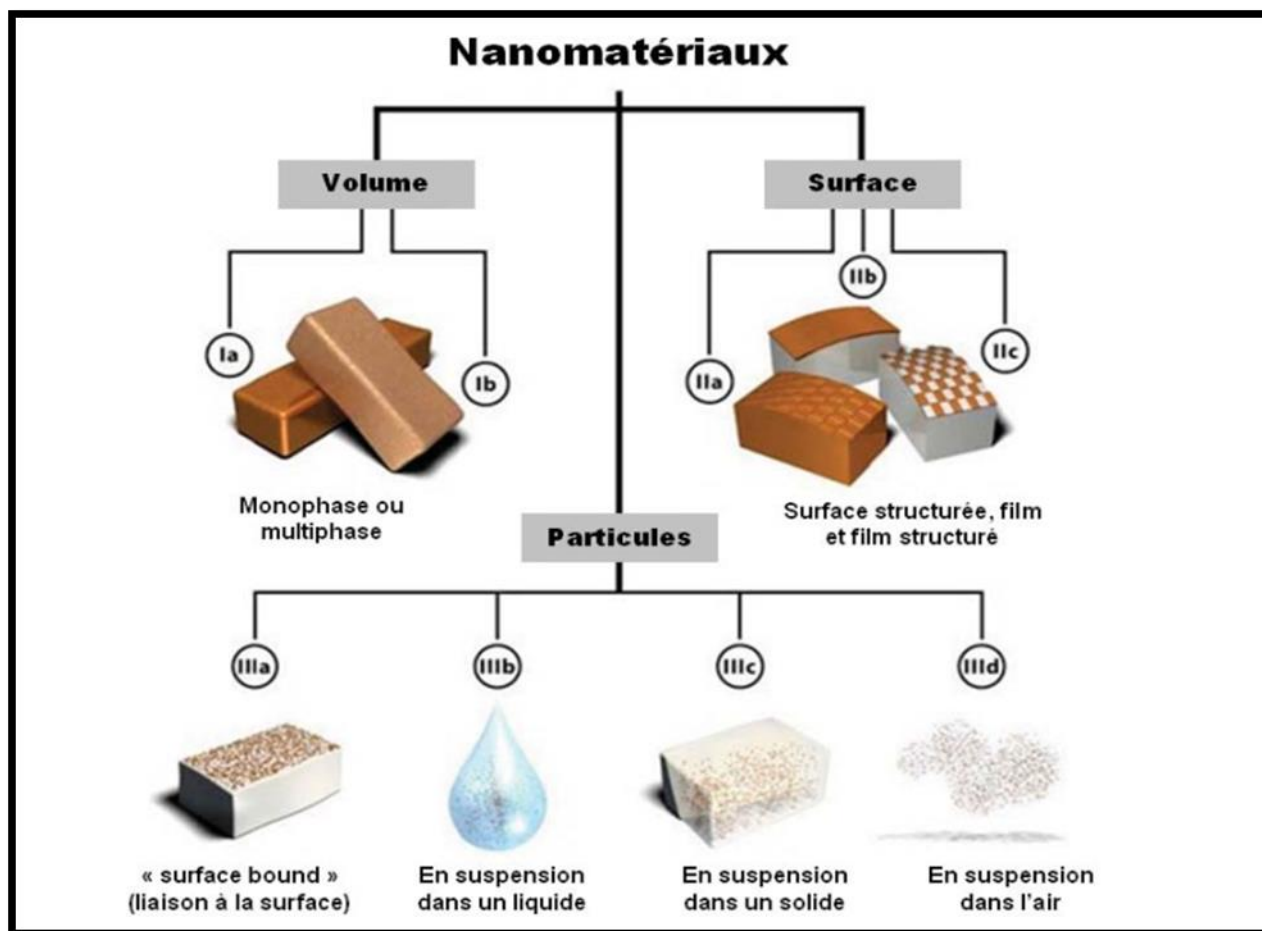


Figure I.6: Classification des nanomatériaux selon leur localisation au sein du composant / objet /produit considéré [14].

### I.6.3. Classification des nanoparticules en fonction de leur composition chimique

Tableau I.1. Classification des nanoparticules en fonction de leur composition chimique [15].

	Matériaux à base de carbone	Matériaux à base de métaux	Dendrimères	Matériaux composites
Définition	Matériaux à base de carbone qui ont soit une forme sphérique ou tubulaire.	Matériaux ayant un élément chimique métallique.	Polymères assemblés de façon ramifiée et aux cavités intérieures vides.	Matériaux résultant d'une combinaison entre des NP et un autre matériau à la nano-échelle.

<p>Exemples parmi les plus connus</p>	<p>-Fullerenes -Nanotubes de carbone à simple paroi -Nanotubes de carbone à parois multiples</p>	<p>-Points quantiques -NP d'or / d'argent -NP de type "oxyde-métal" (dioxyde de zinc ou cérium ou titane)</p>	<p>-On trouvera des dendrimères dont le nombre de générations varie en fonction des couches d'unités répétées. -Chaque dendrimère peut-être couplé à des molécules de surface lui donnant ainsi de nouvelles propriétés.</p>	<p>-NP de silice mésoporeuses jumelées à du Gadolinium ou Manganèse (pour application liée à imagerie à résonance magnétique). -NP de PLGA ( (poly (dl-lactide-co-glycolide)) couplées à des agents thérapeutiques pour être utilisées dans le traitement contre le VIH.</p>
---------------------------------------	--	---	--	--

#### I.6.4. Classification de nanoparticules en fonction de leurs sources

##### I.6.4.1. Origine naturelle

**I.6.4.1.1. Biologique** (dont l'ADN - diamètre de l'ordre de 2,5 nm, plusieurs bactéries - 30 nm à 10 mm, plusieurs virus 10 à 60 nm).

**I.6.4.1.2. Minérale ou environnementale** (la fraction fine du sable de désert, les fumées originaires d'activité volcanique ou de feux de forêt et certaines poussières atmosphériques).

##### I.6.4.2. Origine humaine

Les « engineered nanoparticles », ou nanoparticules manufacturées, qui sont les nanomatériaux fabriqués dans un but d'application technologique., comme les particules ultrafines d'oxyde de titane et des métaux ultrafins, les pigments de peinture, etc.

Les « bulk nanoparticles » : le noir de carbone, la fumée de silice, la fumée d'huile, le « smog » et les particules diesel...etc [16].

#### I.7. Propriétés des nanomatériaux

Les nanomatériaux, comme cela est décrit dans le rapport « les nanomatériaux : effets sur la santé de l'homme et sur l'environnement » (AFSSET, 2006), présentent de nombreuses propriétés particulières dont les principales sont les suivantes :

##### I.7.1. Propriétés mécaniques

La structure nanométrique améliore la résistivité mécanique [12].

### **I.7.2. Propriétés électriques**

La conductivité électrique de matière est modifiée par l'utilisation des NPs ou les nanotubes [12].

### **I.7.3. Propriétés optiques**

Les NPs peuvent améliorer la transparence de la matière grâce à ces dimensions :

Dimension du nanoparticule < longueurs d'onde de la lumière visible [12] .

### **I.7.4. Propriétés de transfert thermique**

La présence des NPs peut améliorer la conductivité thermique de matière [12].

### **I.7.5. Propriétés de barrière**

L'ajout d'argile à Les nanocomposites à matrice polymère peut augmenter l'épaisseur de barrière contre l'eau et le gaz [12] .

### **I.7.6. Inflammabilité**

L'introduction de lamelles d'argile de taille nanométrique dans une matrice polymère retarde sa dégradation et permet la formation d'une couche superficielle carbonisée qui ne se fracture pas mais forme une nanostructure multicouche de silicate améliorant les propriétés de barrière et de résistance, jouant le rôle d'un isolant et réduisant les émissions de produits volatils issus de la combustion [12] .

### **I.7.7. Propriétés magnétiques**

Les cristallins (nanomatériaux de dimension 0) peuvent effectuer d'une manière importante le comportement magnétique des matières [12].

### **I.7.8. Propriétés catalytiques**

Il existe des nanomatériaux qui peuvent jouer le rôle d'un catalyseur pour une réaction spécifiée par exemple :les nanoparticules d'or avec la réaction d'oxydation du monoxyde de carbone (CO).(a été montrée par Haruta M., 1987) [12] .

### I.8. Les Générations des nanoparticules

Nanostructures Actives	Nanostructures Passives	Système de nanosystème	Nanosystèmes Moléculaires
<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Nanoparticules</li> <li>➤ Nanotubes</li> <li>➤ Nanocomposites</li> <li>➤ Nanorevêtements</li> <li>➤ Matériaux nanostructurés</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Électronique</li> <li>➤ Capteurs</li> <li>➤ Médicaments vectorisés</li> <li>➤ Structures adaptative</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Assemblage moléculaire</li> <li>➤ Structuration en 3D</li> <li>➤ Robotique</li> <li>➤ Supra-molécules</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Molécules à façon</li> <li>➤ Fonctions hiérarchisées</li> <li>➤ Système évolutifs</li> </ul>
<i>1<sup>er</sup> Génération</i>	<i>2<sup>ème</sup> Génération</i>	<i>3<sup>ème</sup> Génération</i>	<i>4<sup>ème</sup> Génération</i>

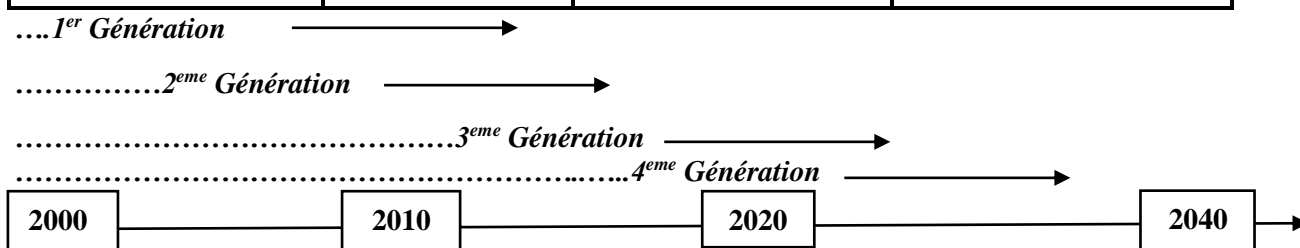


Figure 7 : Développement des nanotechnologies - Les 4 générations de (nanostructures / nanosystèmes ) [17].

### I.9. Procédés de fabrication de nano-objets et de nanomatériaux

Les nanoparticules peuvent être synthétisées selon deux approches différentes. La première méthode dite « ascendante » (en anglais bottom-up) et la deuxième dite « descendante » (top-down). L’approche ascendante issue de l’ingénierie chimique se résume à ordonner la matière atome par atome, ou molécule par molécule pour construire des nano-objets avec des propriétés contrôlées, ce processus est similaire à celui observé dans la nature, le monde du vivant c’est formé par l’autoassemblage de composés élémentaires .

Tout à fait complémentaire, l’approche descendante (top-down) issue de l’industrie de la microélectronique, est utilisée dans la fabrication des objets de petite taille pour intégrer un maximum de composants dans une surface donnée. Parmi les méthodes couramment utilisées, citons les micro-nano-lithographies (optiques, RX, électroniques), ou les micro-nano-gravures par faisceaux d’ions .

La différence entre les deux processus repose sur les caractéristiques suivantes : l'approche « bottom-up » permet de synthétiser une large gamme de matériaux avec une taille et une morphologie bien contrôlée, mais en parallèle nécessite l'utilisation de procédés physiques et chimiques. L'approche « top-down », quant à elle, se limite à des procédés mécaniques, elle permet d'obtenir une quantité importante de matière avec un control amoindri [18].

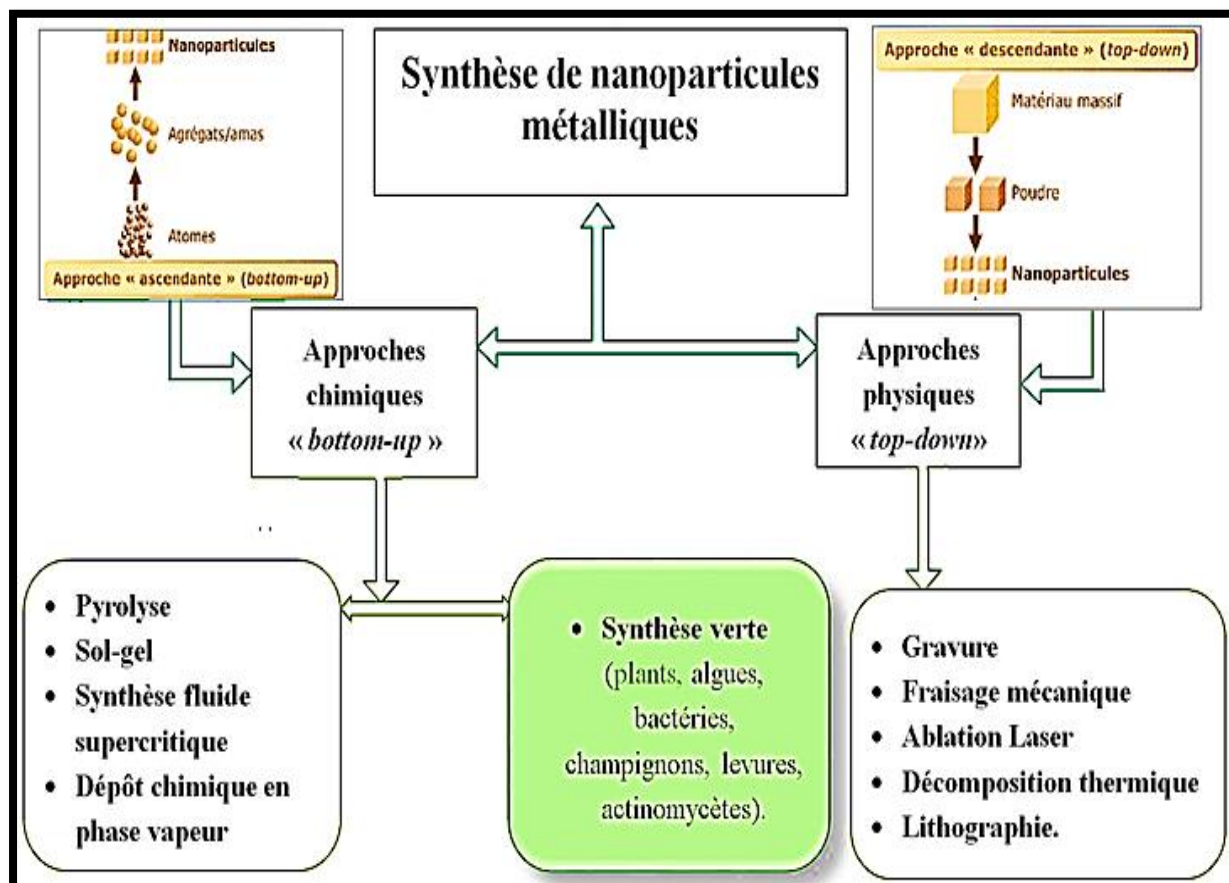


Figure I.8 : Schéma illustrant les différentes techniques de synthèse des nanoparticules [11].

## I.10. Domaines d'applications

Ouvrant indubitablement des perspectives très prometteuses, les nanotechnologies se sont déjà immiscées dans notre environnement quotidien.

Les secteurs d'activité utilisant les nanomatériaux pour des applications commerciales sont :

### I.10.1. Aéronautique et espace

Matériaux renforcés et plus légers, peintures extérieures avec effets de couleur, plus brillantes, anti-rayures, anticorrosion et antisalissures, capteurs optimisant les performances des moteurs, détecteurs de glace sur les ailes d'avion, additifs pour diesel permettant une meilleure combustion, pneumatiques plus durables et recyclables [19].

### **I.10.2. Electronique et communications**

Mémoires à haute densité et processeurs miniaturisés, cellules solaires, bibliothèques électroniques de poche, ordinateurs et jeux électroniques ultra-rapides, technologies sans fil, écrans plats [19].

### **I.10.3. Chimie et matériaux**

Pigments, poudres céramiques, inhibiteurs de corrosion, catalyseurs multifonctionnels, vitres antisalissures et autonettoyantes, textiles et revêtements antibactériens et ultra résistants, membranes pour la séparation des matériaux (traitement de l'eau), couches ou multicouches fonctionnelles : isolation thermique [19].

### **I.10.4. Pharmacie, biomédical et biotechnologie**

Médicaments et agents actifs, surfaces adhésives médicales anti-allergènes, médicaments sur mesure délivrés uniquement à des organes précis, surfaces biocompatibles pour implants, vaccins oraux, régénération des os et des tissus, kits d'autodiagnostic [19].

### **I.10.5. Cosmétique**

Crèmes solaires transparentes, pâtes à dentifrice plus abrasives, maquillage et notamment rouge à lèvres avec une meilleure tenue [19].

### **I. 10.6. Santé**

Appareils et moyens de diagnostic miniaturisés et nano détection, tissus et implants munis de revêtements améliorant la biocompatibilité et la bioactivité, capteurs multifonctionnels, analyses d'ADN, membranes pour dialyse, destruction de tumeurs par chauffage, thérapie génique : nano-vecteurs pour transfert de gènes, microchirurgie et médecine réparatrice : nano-implants et prothèses [19].

### **I.10.7. Energie**

Cellules photovoltaïques nouvelle génération, nouveaux types de batteries, fenêtres intelligentes, matériaux isolants plus efficaces, photosynthèse artificielle (énergie « verte »), entreposage d'hydrogène combustible [19].

### I.10.8. Environnement et écologie

Diminution des émissions de dioxyde de carbone, production d'eau ultra pure à partir d'eau de mer, pesticides et fertilisants plus efficaces et moins dommageables, couches non toxiques fonctionnelles de capteurs pour la dépollution environnementale, récupération et recyclage des ressources existantes, analyseurs chimiques spécifiques [19].

### I.10.9. Défense

Détecteurs et correcteurs d'agents chimiques et biologiques, systèmes de surveillance miniaturisés, systèmes de guidage plus précis, textiles légers et qui se réparent d'eux-mêmes [19].

### I.10.10. Secteur manufacturier

Ingénierie de précision pour la production de nouvelles générations de microscopes et d'instruments de mesure et de nouveaux outils pour manipuler la matière au niveau atomique [19].

## I.11 Exemples des nanoparticules et ses applications, propriétés et fonctionnalités

Tableau I.2 : Exemples des nanoparticules et ses applications, propriétés et fonctionnalités [20].

Nanomatériaux	Applications	Propriétés, fonctionnalités
Argent	Déodorants, dentifrices Agents de dépollution des eaux et des sols Encre Habillement	Antibactérien Dégradation/adsorption de contaminants Conductivité microélectronique Antibactérien, pigment, teignabilité
Dioxyde de titane	Béton, ciment Crème de soin, crème solaire Agents de dépollution des eaux et des sols Peintures	Autonettoyant, dépollution Absorbeur UV Dégradation/adsorption de contaminants

	Habillement	Autonettoyant, dépollution, résistance aux UV et aux rayures Résistance aux UV, autonettoyant, retardateur de flamme
Noir de carbone	Maquillage Batterie Peinture Habillement	Pigment Conductivité Pigment, pouvoir couvrant Conductivité thermique et électrique
Nanotube de carbone (NTC)	Cellule photovoltaïque Batterie Peinture Habillement	Rendement Conductivité Résistance mécanique, conductivité électrique, résistance à l'abrasion Retardateur de flamme, résistance mécanique, conductivités thermique et électrique
Fullerènes	Crème de soin Vectorisation de médicaments, de protéines, de gènes Pneumatique	Antioxydant Encapsulation et transport dans l'organisme Résistance mécanique
Oxyde de zinc	Conditionnement et emballage plastique Crème de soin Cellule photovoltaïque Peinture	Antibactérien Cicatrisant, adsorbeur UV Rendement Matité, autonettoyant, dépollution, résistance aux UV

Silice amorphe	Béton Dentifrice Peinture Habillement	Fluidifiant, résistance mécanique, protection thermique Abrusif, épaississant Matité, résistance aux rayures et à l'abrasion Retardateur de flamme, hydrophobie, anti-tache, antiadhésif
Argile	Conditionnement et emballage plastique Béton Crème de soin, maquillage Habillement	Résistance mécanique, conservation Résistance au feu Matité Teignabilité, résistance mécanique, retardateur de flamme
Oxyde ferrique	Maquillage Agents de dépollution des eaux et des sols Peinture Détection, marquage et imagerie biologique	Pigment Dégradation/adsorption de contaminants Pigment Magnétisme
Dioxyde de Cérium	Pot catalytique Verre Peinture	Catalyseur d'oxydation du monoxyde de carbone Résistance aux UV Résistance aux UV, anti-graffitis
Oxyde d'aluminium	Conditionnement et emballage plastique Maquillage Eclairage	Conservation Pigment Rendu de l'éclairage Résistance mécanique

	Pneumatique Habillement	
Terres rares	Radiothérapie et thérapie Détection, marquage et imagerie biologique Batterie	Traçabilité, anti-contrefaçon Transports d'agents thérapeutiques Luminescence Substitution des métaux lourds

## **I.12. Propriétés de nanoparticule de ZnO**

### **I.12.1. Propriétés structurales**

Le changement de la taille ou des dimensions de la nanoparticule change la propriété physique de la matière. La structure de nanoparticule de ZnO est la plus riche de tous autres matériaux. Il existe un fort moment dipolaire qui minimise leur énergie. La croissance anisotrope selon l'axe C donne des structures comme l'hélice ou les piliers [20].

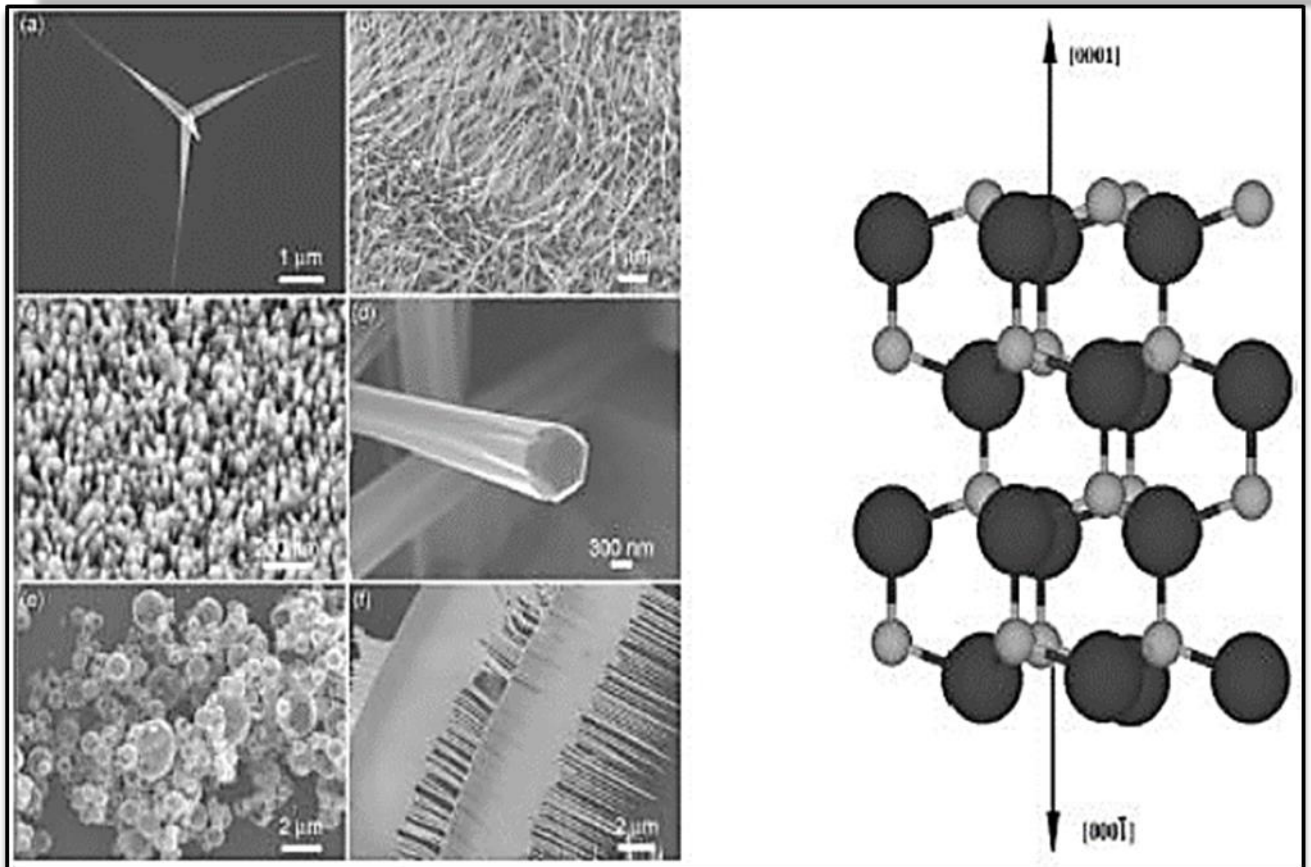
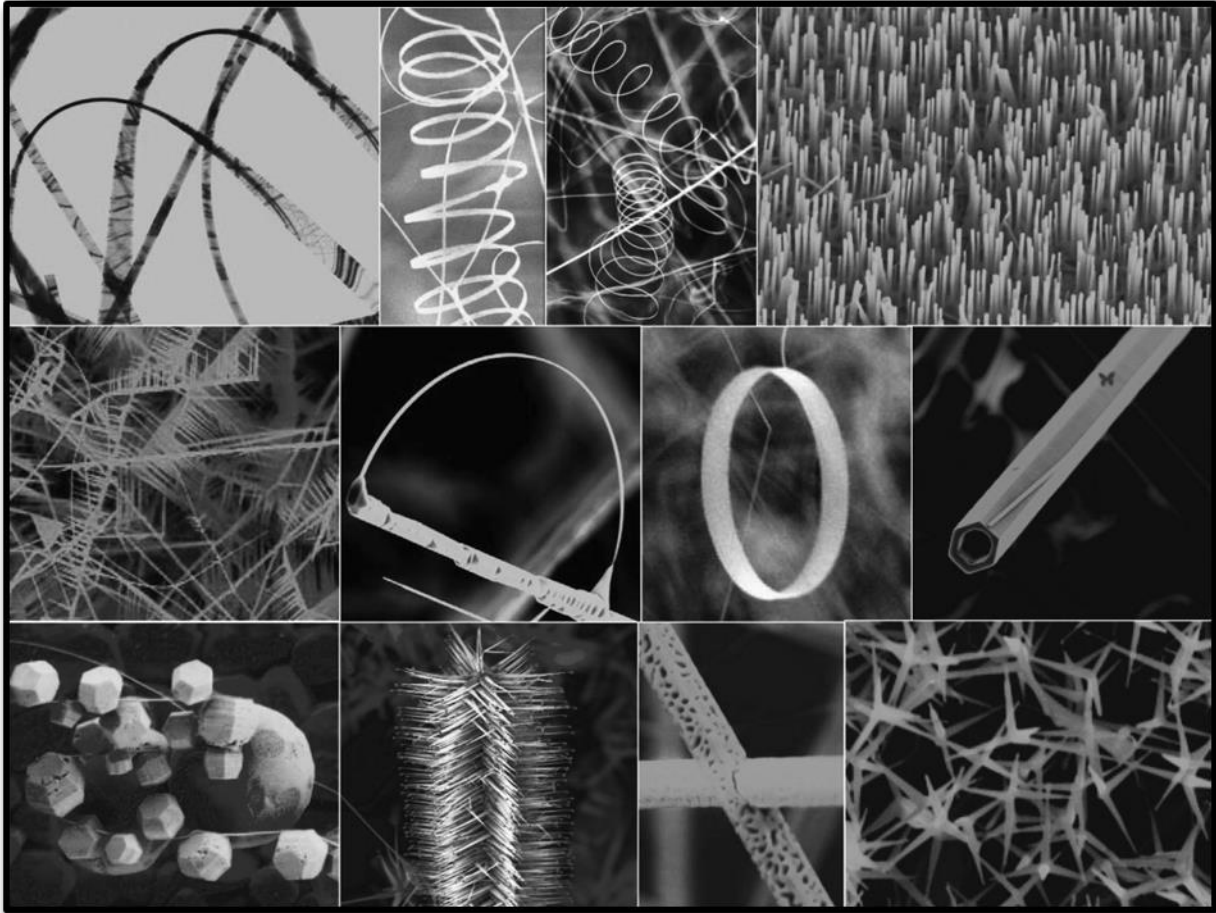


Figure 1.9 : Différents types des nanostructures .

(de gauche) → a) Tétrapodes, b) nano-aiguilles, c) nano piliers, d) coques, e) nanopiliers facettés, f) rubans/peigne [20].



*Figure I.10: Les différentes formes des nanostructures de ZnO obtenus par évaporation thermique de poudres [21] .*

L'oxyde de zinc peut être produit en des particules (1D), (2D) ou (3D). Les structures unidimensionnelles sont le plus grand groupe, comprenant les nanotubes et tubes, les aiguilles, les hélices, ressorts et anneaux, les rubans, les ceintures, les fils et les formes peigne. L'oxyde de zinc peut être obtenu en 2D, comme par exemple les nano-comprimés, les nano-feuilles, et les nano-plateaux. Pour les structures 3D d'oxyde de zinc, on peut citer les formes en fleur, en pissenlit, des flocons de neige...etc [22] .

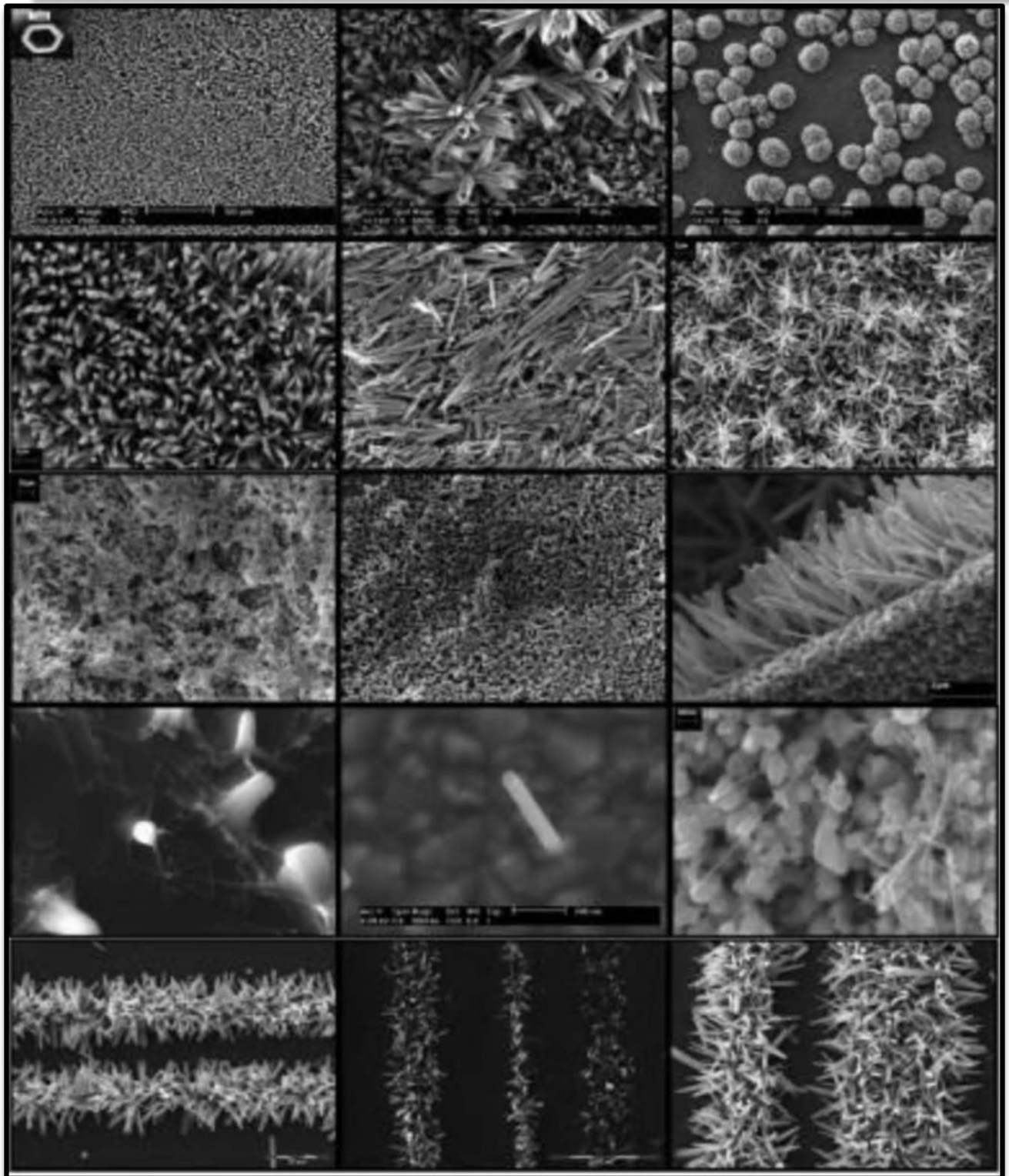


Figure I.11 : Différentes formes et structures des nanoparticules de ZnO [23] .

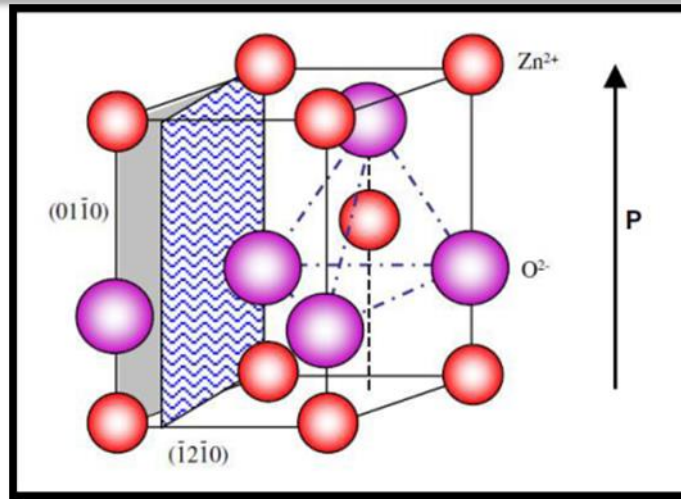
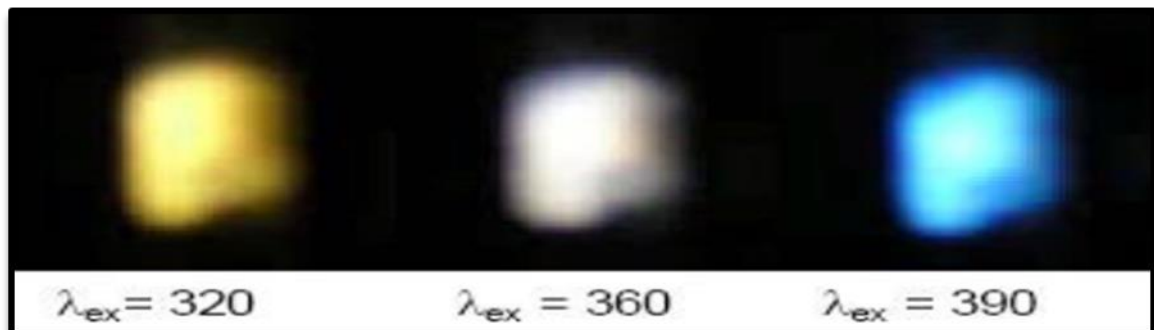


Figure I.12 : Modèle de structure wurtzite de ZnO (cas de 1D). Représentée la coordination tétraédrique de ZnO [24].

### I.12.2. Propriété optique :

La propriété d'émission de nanoparticule de ZnO dépend de la méthode de synthèse employée.

Lors de la préparation de nanoparticule de ZnO cristalline par la méthode de synthèse organométallique à température ambiante il-y-a émission de la couleur jaune, bleu ou



blanche.

Figure I.13 : Variation de l'émission en fonction de la longueur d'onde d'excitation [25].

Le changement de la structure au niveau de taille (< 10 nm) peut modifier la luminescence [20].

### I.12.3-Propriétés électriques et électroniques :

Ses Propriétés électriques et électroniques dépendent de la taille et de la forme de l'état de surface des nanomatériaux.

Les nanoparticules de ZnO sont semi-conducteurs (3,37 eV à température ambiante) grâce à la très faible taille des nanocristaux.

Présentent une résistance supérieure à 20 GΩ (nanoparticules de ZnO élaborées par synthèse organométallique) [20].

#### I.12.4. Propriétés de surface de l'oxyde de zinc

A température ambiante, la présence de groupes hydroxyles à la surface d'un oxyde métallique joue un rôle important dans les processus d'adsorption se produisant à sa surface. On peut distinguer trois types de groupes hydroxyles adsorbés à la surface. Premièrement, l'eau libre, qui peut être éliminée autour de 100°C. Ensuite, l'eau physisorbée à la surface par des liaisons hydrogènes, qui peut être éliminée entre 100 °C à 200 °C. Enfin, l'eau chimisorbée, qui est liée à la surface par des liaisons fortes, et qui peut être éliminée autour de 200°C. La quantité des groupes hydroxyles présents à la surface d'oxydes est généralement déterminée par spectrométrie infrarouge par des méthodes chimiques et par analyse thermogravimétrique (TGA). La plupart des particules d'oxyde métalliques commercialement disponibles sont habituellement traitées à des températures supérieures à 500 °C pour éliminer tout composé volatil et additif provenant du procédé de synthèse. La concentration d'eau adsorbée à la surface est très variable et dépend fortement de la méthode de synthèse et du traitement thermique. De faibles concentrations en groupes hydroxyles d'environ 7,5 OH-/nm<sup>2</sup> ont été trouvées sur les particules d'oxyde de zinc commercial [26].

#### I.13. Applications de nanoparticules de ZnO:

Tableau I.3 : Applications de nanoparticules de ZnO [27].

Industries	Applications	Propriétés / fonctionnalités
Construction, bâtiment et travaux publics	Revêtement pour l'acier, le béton, la pierre, le verre, etc.	Autonettoyant, résistance aux UV et IR
Cosmétique, produit et équipement de soin et d'hygiène	Crème de soin (et autres produits de soin : démaquillant, nettoyant, exfoliant, etc.)	Antioxydant Cicatrisant, absorbeur UV
Energie et environnement	Cellule photovoltaïque	Rendement

Peinture, vernis et encre	Peinture ( intérieure et extérieure)	Pigment, pouvoir couvrant
Pharmacie et santé	Dispositifs médicaux : fil de suture, seringue, cathéter, bande de contention, etc.	Antibactérien
Plasturgie et caoutchouc	Caoutchouc : pneumatique, semelle de chaussure, câble, joint...etc.	Résistance à l'abrasion, dureté, résistance aux UV, dépolluant
Textile, habillement, papier et carton	Habillement	Résistance aux UV, autonettoyant

#### **I.14. L'évaluation de l'activité antioxydante**

L'évaluation de l'activité antioxydante des nanomatériaux est devenue une des études significatives de base en science pharmaceutique ainsi que dans la nanotechnologie et la technologie. Les antioxydants jouent un rôle important dans le fonctionnement de tous les biosystèmes. Dans les systèmes biologiques, les radicaux libres sont générés due à l'interaction des biomolécules avec l'oxygène moléculaire [28,29].

Ces radicaux libres sont responsables de la dégradation des biomolécules. L'oxydation est également responsable de la détérioration de la qualité nutritionnelle et de la décoloration des aliments [30,31] . La consommation d'aliments oxydés génère des peroxydes lipidiques et des composés de faible poids moléculaire qui provoquent des maladies graves comme l'hépatomégalie ou la nécrose des tissus épithéliaux. Dans les systèmes biologiques, l'antioxydant joue un rôle important dans le piégeage de ces radicaux libres toxiques [32,33] . De nombreux types d'antioxydants naturels et synthétiques ont été étudiés pour inhiber ces réactions d'oxydation à ce jour.

Saikia et al. [34,35] ont rapporté que les nanoparticules de Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> et NiO ont une bonne activité antioxydante. Banerjee et al. [36] ont rapporté que les matériaux nanostructurés sont censés agir comme de meilleurs capteurs de radicaux libres que leurs homologues en vrac partout où il y a une interaction entre le matériau et le milieu environnant. Cette caractéristique est due au rapport élevé de surface sur volume des nanostructures.

Le test de piégeage DPPH est considéré comme une des techniques les plus répandues pour étudier la propriété antioxydante des matériaux. Dans cette méthode, l'efficacité antioxydante est mesurée à une température ambiante pour éliminer le risque de la

dégradation thermique des molécules testées. Différents chercheurs ont examiné l'activité antioxydante de nombreux types de composés naturels ainsi que synthétiques [37].

Dans un système de mammifères, l'hémolyse est un fait observable de la destruction des globules rouges (RBC) entraînant la libération d'hémoglobine dans le liquide environnant. Cette libération d'hémoglobine peut être distinguée par une analyse spectroscopique. Si l'hémolyse se produit dans une large mesure, elle peut conduire à des conditions pathologiques dangereuses. Par conséquent, tous les produits biomédicaux destinés à être administrés par voie intraveineuse doivent être évalués quant aux propriétés hémolytiques [38].

Mohanan et ses collègues [39] ont synthétisé et étudié l'effet des nanoparticules de ZnO sur le stress oxydatif cellulaire et les mécanismes de défense d'antioxydants dans le foie de la souris. Ils ont découvert que lorsque des nanoparticules de ZnO étaient exposées à un homogénat de tissu hépatique de souris, il y avait une diminution (qui dépend de la concentration) de la viabilité cellulaire et une augmentation des niveaux d'enzymes antioxydantes.

Wang et ses collaborateurs [40] ont étudié l'effet cytotoxique synergique de nanoparticules de ZnO de différentes tailles avec le médicament anticancéreux de daunorubicine sur des lignées cellulaires de leucémie et trouvé efficace pour exercer la suppression de la cytotoxicité synergique sur les deux lignées cellulaires de leucémie sous irradiation UV.

Das et al. [41] ont évalué l'activité antioxydante et antibactérienne des nanoparticules de CuO. Pour la détermination de l'activité antioxydante, ils ont utilisé le DPPH comme source de radicaux et CuO comme épurateur de radicaux. Il ont atteint jusqu'à 85% d'activité de piégeage des radicaux libres et d'excellente réponse antibactérienne pour cette nanoparticule. En raison de l'effet cytotoxique des nanoparticules de CuO; il n'est pas possible de les utiliser à des fins biologiques. Ceci conduit à rechercher une nouvelle classe de nanoparticules non toxiques et utilisables à des fins biologiques.

Par la suite, Das et al. [42] ont tenté de synthétiser les nanoparticules de ZnO très pures par une technique de décomposition thermique et d'examiner leur activité antioxydante ainsi que leur activité cytotoxique. L'activité antioxydante des nanoparticules de ZnO a été évaluée par un essai de piégeage des radicaux libres avec une concentration variable de nanoparticules et un intervalle de temps individuellement. Un test d'hémolyse in vitro a également été réalisé pour évaluer la biocompatibilité de ces nanoparticules de ZnO afin de garantir leur application potentielle en biomédical.

### **I.14.1. Mesures de l'activité antioxydante**

L'activité antioxydante des nanoparticules de ZnO a été mesurée par la méthode DPPH, comme rapporté par Serpen et al. [2] . Dans un procédé typique, 3,20 mL (100 µM) de DPPH ont été prélevés dans une petite bouteille en verre, et un échantillon de 150 mg de nanoparticules de ZnO ont été dispersés dans celui-ci.

DDPH agit comme une source de radicaux libres et nanoparticules de ZnO récupère les radicaux libres. Le radical DPPH a une couleur violet foncé en solution et devient progressivement incolore ou jaune pâle en présence de nanoparticules de ZnO. Cette propriété permet un suivi visuel de la réaction et la concentration des radicaux est contrôlée à partir de la variation du pourcentage d'absorption à 517 nm. La vitesse de la réaction a été augmentée en soniquant le mélange réactionnel à température ambiante.

Le surnageant contenant du DPPH a été recueilli à différents intervalles de temps. L'essai de piégeage DPPH dépendant du temps a été étudié à un intervalle de 15, 30, 45, 60 et 90 min. Une autre expérience a également été réalisée où l'activité de piégeage de DPPH a été calculée en faisant varier la concentration de nanoparticules de ZnO (50, 100, 150, 200, 250 mg) pendant 2 heures. L'activité de piégeage DPPH est calculée en utilisant l'équation suivante:

**L'Activité de piégeage de DPPH (%) =  $[1 - A_s / A_c] \times 100$** , où **A<sub>c</sub>** et **A<sub>s</sub>** sont l'intensité du pic à 517 nm pour le solvant témoin (DPPH) et le solvant surnageant du DPPH respectivement [2] .

### **I.15. L'évaluation de l'activité catalytique**

Les protocoles de chimie verte avec la réutilisabilité de la nanoparticule comme catalyseur dans la synthèse des coumarines sont décrits. Les nanoparticules d'oxyde de zinc (ZnO) jouent le rôle de catalyseur très efficace pour les réactions de divers o-hydroxy-benzaldéhydes avec des composés 1,3-dicarbonyle dans des conditions micro-ondes et thermiques pour produire les coumarines correspondantes avec des rendements modérés à bons. Le catalyseur est peu coûteux, stable, peut être facilement recyclé et réutilisé pendant plusieurs cycles avec une activité constante. [43] .

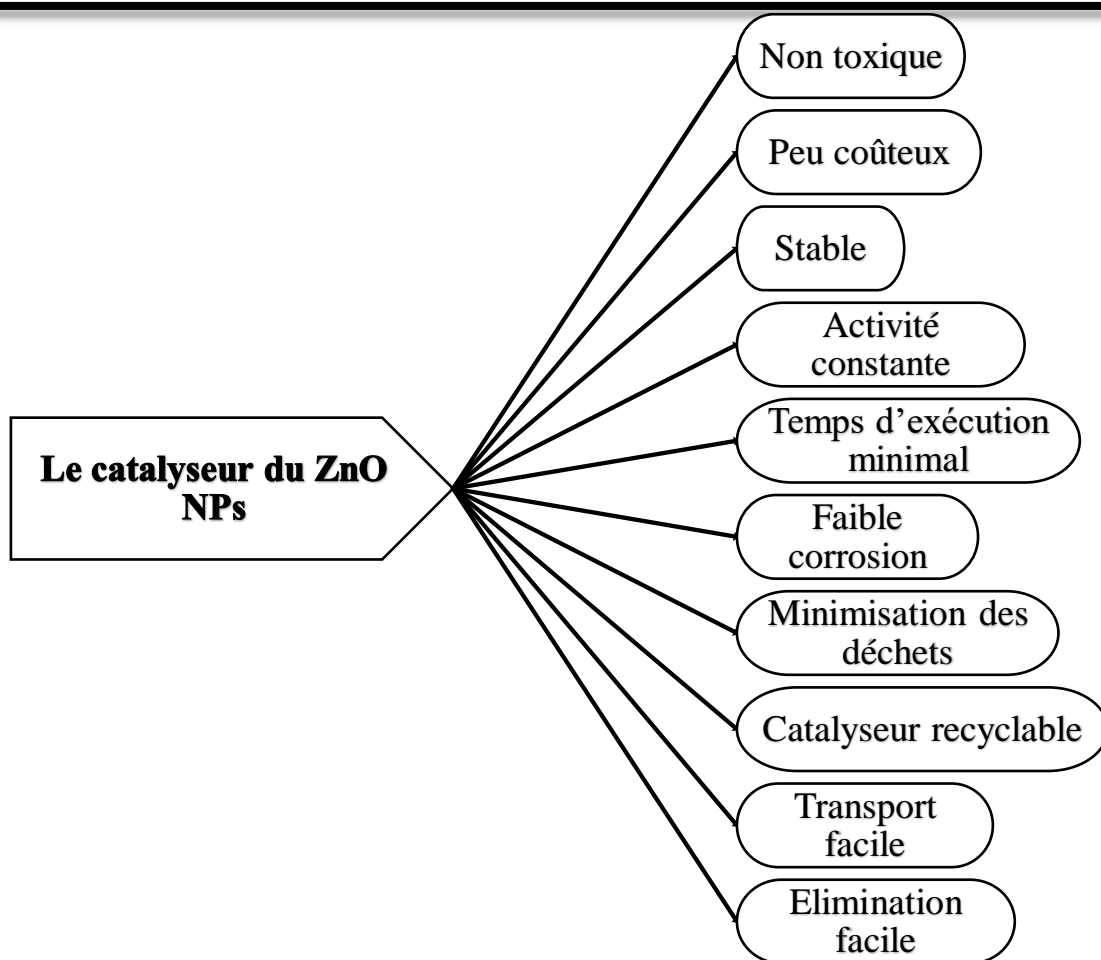


Figure II.12: Schéma regroupe les propriétés du catalyseur NP de ZnO dans les domaines du raffinage et de la pétrochimie [43] .

➤ Le catalyseur NPs de ZnO active les réactions suivantes :

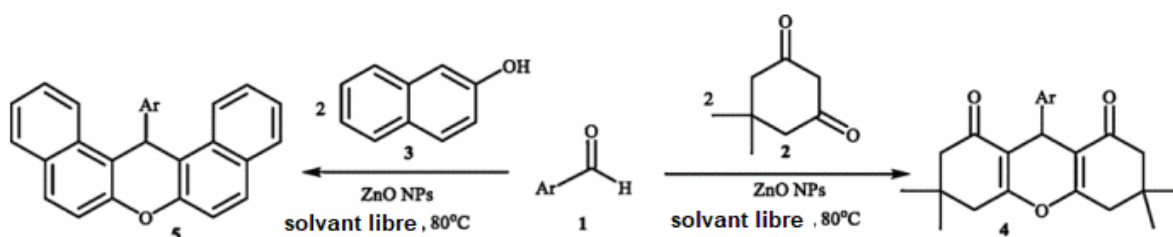


Schéma II.13 : Les nanoparticules de ZnO catalysent la synthèse en un seul pot d'un dérivé de xanthène [44] .

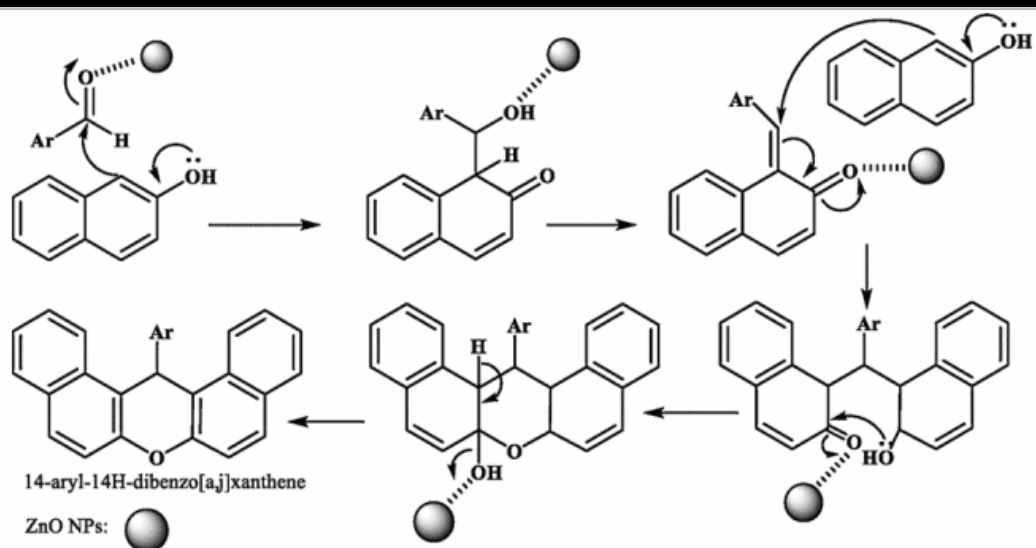


Schéma II.14 : le mécanisme proposé pour la synthèse du 14-aryl-14H-dibenzo[a,j]xanthenes catalysée par les NPs de ZnO [44] .

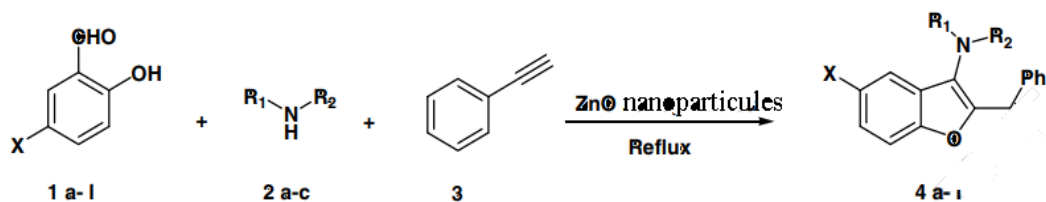


Schéma II.15 : Synthèse de benzo[b]furans catalysée par les nanoparticules de ZnO [45] .

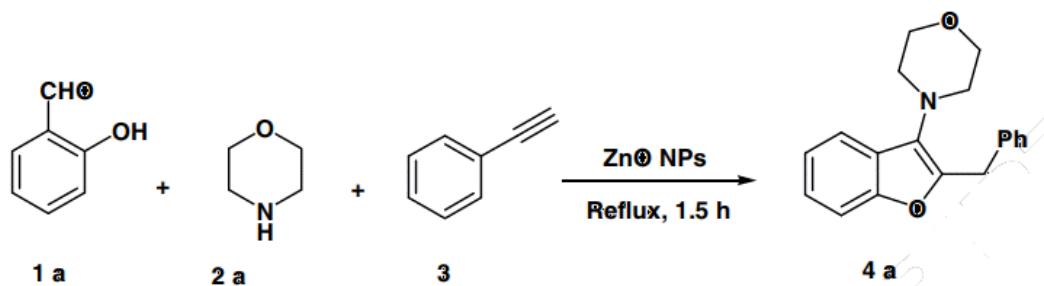


Figure II.16 : schéma de préparation de benzo[b]furans [45] .

Tableau II. 3 : Optimisation pour la synthèse de benzo[b]furan 4a par différents catalyseurs [45]

Entrée	Catalyseur	Temps (h)	Rendement %
1	Aucun	8	Aucun
2	MgO	5	25
3	CuO	4.5	40
4	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	3	60
5	ZnO	2.5	70
6	NPs de ZnO	1.5	92

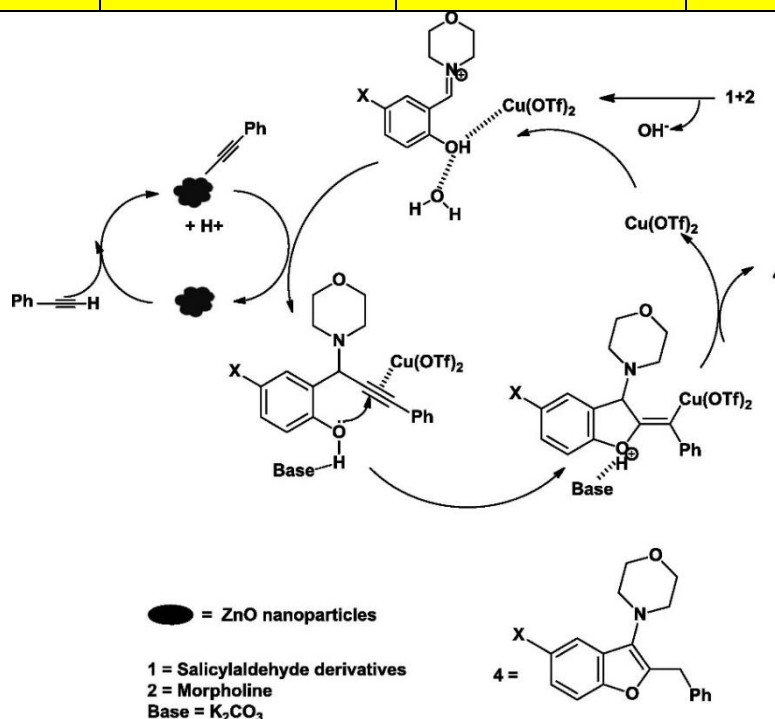


Figure II. 17 : Schéma de réaction proposée pour le catalyseur de NPs de ZnO [45] .

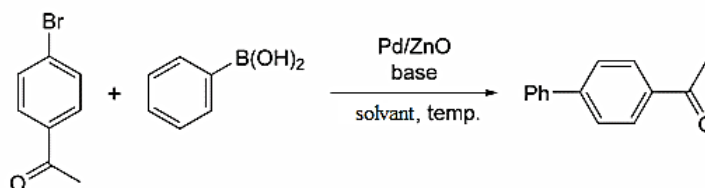


Figure II.18 : Schéma représente la réaction de Suzuki. → Réaction de 1-(4-Bromophenyl) éthénone et acide phénolique en utilisant Pd/ZnO Nps comme un catalyseur [46] .

❖ Le nanocatalyseur ZnO/SiO<sub>2</sub> :

On utilise le nanocatalyseur ZnO/SiO<sub>2</sub> pour :

- La dégradation de COD de la formule générale : C<sub>8</sub>H<sub>12</sub>

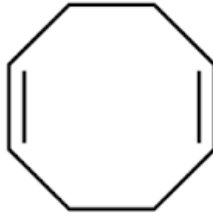


Figure II.19 : Structure 2D de Cycloocta-1,5-diène [47]

- La dégradation de HAP de la formule générale : C<sub>12</sub>H<sub>8</sub>

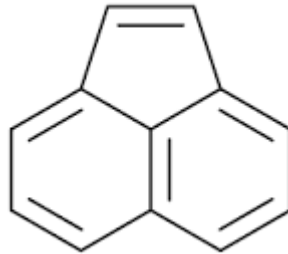


Figure II.20 : Structure 2D d'Acénaphylène [48].

- La dégradation de phénol de la formule générale : C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>-OH

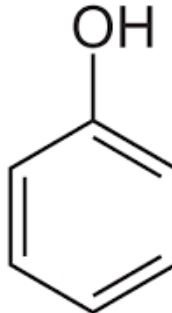


Figure II.21 : Structure 2D de Phénol [49].

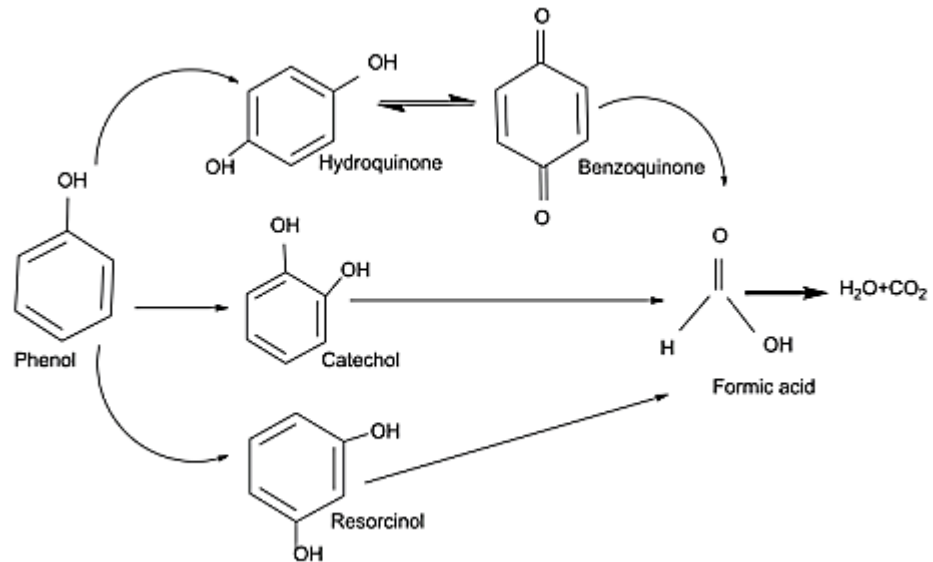


Figure II. 22 : Dégradation photocatalytique du phénol sous irradiation par la lumière visible en présence de nanotiges de ZnO [1] .

❖ Le nanocatalyseur ZnO/ TiO<sub>2</sub> :

- Les systèmes synthétisés ZnO / TiO<sub>2</sub> ont été testés pour l'activité catalytique dans la réaction de trans-estérification de l'huile de soja en biodiesel [50].

### **I.14. Conclusion**

Après le chapitre précédent, on peut dire que les nanoparticules sont des particules infiniment petites de  $10^{-7}$ m à  $10^{-9}$ m qui sont classées selon leurs dimensions (0D,1D,2D ou 3D), leurs phases (monophasé ou multi-phasé), leurs suspensions (dans un solide, dans un liquide ou dans l'air) et leurs origines (naturelle ou humaine). Les nanoparticules sont utilisées dans différents secteurs industriels (construction, cosmétique, énergie, santé, plasturgie et textile...etc) comme par exemples les nanomatériaux suivantes : ZnO, argent, dioxyde de titane, noir de carbone, NTC et oxyde ferrique...etc. De plus, on peut dire que la nanoparticule de ZnO a une structure la plus riche, il peut émettre les couleurs (bleu, jaune ou blanche). Ces nanoparticules sont des semi-conducteurs. Ces propriétés permettent d'utiliser ces particules dans plusieurs secteurs industriels.



**CHAPITRE II.**  
**PHŒNIX**  
**DACTYLIFERA. L**

## **II.1. Phœnix Dactylifera. L**

### **II.1.1. Définition**

Le Palmier dattier ou Dattier (*Phoenix Dactylifera L.*) est une plante monocotylédone de la famille des Arécacées (Palmiers) et de la sous-famille des Coryphoideae, largement cultivé d'abord pour ses fruits : les dattes. Dans l'agriculture d'oasis saharienne, c'est la plante (qui n'est pas un arbre à proprement parler) qui domine la strate arborée des arbres fruitiers qui poussent à son ombre et qui, eux-mêmes, couvrent cultures maraîchères, fourragères, voire céréalières. A priori, on ne connaît pas cette espèce à l'état spontané (sauvage), mais su spontané (échappée de culture).

Cette plante monocotylédone n'est pas un arbre, au sens botanique, car elle ne produit pas de vrai bois. C'est donc abusivement que le terme d'arbre est utilisé pour parler d'un dattier. Toutefois ce palmier constitue souvent une des strates arborées dans son milieu [51].

*Tableau II.1 : Classification de l'espèce Phoenix Dactylifera.L [51].*

<b>Embranchement</b>	Phanérogames
<b>Sous- Embranchement</b>	Angiospermes
<b>Classe</b>	Monocotylédones
<b>Groupe</b>	Phoenocoides
<b>Ordre</b>	Palmales
<b>Famille</b>	Palmacées
<b>Sous-Famille</b>	Coryphoideae
<b>Genre</b>	Phoenix
<b>Espèce</b>	Phoenix Dactylifera

### II.1.2. Description



*Figure II.1 : Phoenix Dactylifera L [52].*

C'est un grand palmier de 15 à 30 m de haut, au tronc cylindrique, le stipe, portant une couronne de feuilles (les palmes).

Les feuilles sont pennées, finement divisées et longues de 4 à 7 mètres.

L'espèce est dioïque et porte des inflorescences mâles ou femelles, appelées spadices, enveloppées d'une très grande bractée membraneuse, la spathe. Les fleurs femelles ont trois carpelles indépendants, dont un seul se développe pour former la datte.

Les fruits, les dattes, groupées en régimes, sont des baies, à chair sucrée entourant un « noyau » osseux qui est en fait la graine [52].

### II.1.3. Pourquoi les feuille de Phoenix ?

Parallèlement à l'huile, les feuilles de Phoenix contiennent les mêmes antioxydants qui appartiennent à différentes familles chimiques :

- Les polyphénols, avec l'hydroxytyrosol, le tyrosol et l'oleuropéine.
- Les stérols, avec en particulier le bêta-sitostérol.
- Les tocophérols, avec une place de choix pour l'alphatocophérol, plus connu sous le nom de vitamine E [52].
- C'est une plante abondante et disponible au niveau locale .



**CHAPITRE III.**  
**METHODES**  
**PHYSIQUES**  
**D'ANALYSES**

### **III.1. Introduction**

La synthèse des poudres représente un domaine important dans l'industrie et suscite beaucoup de curiosité scientifique. Les secteurs d'activité industrielle concernés occupent un large domaine et nous citerons, entre autres, le bâtiment (ciment, plâtre, peinture...), la chimie fine (réactifs, supports de catalyseurs, catalyseurs...) et médical (produits cosmétiques, pansement dentaire, prothèses, ...) [26].

Dans ce chapitre, nous allons décrire quelques techniques expérimentales utilisées dans l'élaboration de nano-poudres. De notre part nous développerons dans ce qui suit le procédé que nous avons adopté pour notre étude, le procédé de la synthèse verte utilisé pour la préparation des poudres de ZnO pures. Il existe plusieurs méthodes d'élaboration du ZnO parmi lesquelles on citera l'approche chimique « Bottom-up » et l'approche physique « Top-down ». Ces méthodes permettent de faire des dépôts de bonne qualité mais elles nécessitent généralement un investissement financier important pour la mise en place et pour l'entretien des infrastructures. Cependant d'autres méthodes d'élaboration moins coûteuses et faciles à mettre en œuvre se sont développées récemment : la méthode de la synthèse verte, la méthode électrochimique, le procédé de Sol-gel et enfin le procédé de spray pyrolyses [26].

Afin de répondre à la demande du milieu de la recherche scientifique et du développement industriel, des nanostructures de ZnO de différentes formes ont été synthétisées. Ces nano objets sont très intéressants car leur taille nanométrique permet non seulement la miniaturisation des dispositifs mais aussi l'obtention de propriétés physiques différentes de celles du matériau massif [26].

Il y a plusieurs méthodes d'élaboration des nano-poudres de ZnO pures, nous avons choisi pour notre étude le procédé de la synthèse verte [26].

La synthèse de nanoparticules par les méthodes chimiques nécessite souvent l'utilisation de produits chimiques toxiques, tel que l'hydrazine et le borohydrure de sodium comme agent réducteur ou bien le toluène, le méthanol et le chloroforme comme solvant volatils. L'utilisation de ces substances toxiques nous permet de produire de nanoparticules de grande pureté. Par conséquent, le développement et la recherche de nouvelles alternatives pour limiter l'utilisation de ces produits est devenue d'une importance primordiale. La synthèse verte des nanoparticules devance les autres méthodes car elle est simple, rentable, et relativement reproductible et se traduit souvent par des matériaux plus stables, les techniques d'obtention de nanoparticules d'origine naturelle en utilisant des réactifs tels que

les micro-organismes et les plantes (les feuilles, les racines, le latex, les semences, et les tiges) pourraient être envisagées pour la synthèse des nanoparticules de métal. Les matériaux à base de plantes semblent être les meilleurs candidats, ils sont adaptés à grande échelle. L'agent actif clé dans certaines de ces synthèses est les polyphénols, par exemple, dans le thé, le vin et les déchets de cave, rouge marc de raisin [26].

## **III.2. Techniques de caractérisation de nanopoudres de ZnO**

### **III.2.1. Caractérisation des propriétés structurales diffraction des rayons X**

La diffraction des rayons X est une méthode très utilisée pour caractériser la structure, la taille et la forme d'une NP. Elle s'applique à des milieux cristallins possédant un arrangement périodique ordonné. Elle permet d'identifier facilement les phases cristallisées. Aussi elle permet de déterminer plusieurs paramètres structuraux tels que les paramètres de maille, les positions cristallographiques des atomes, la taille et l'orientation des cristallites constituant le matériau [53].

#### **III.2.1.1. Principe de la diffraction des rayons X**

Les rayons X sont des rayonnements électromagnétiques de longueur d'onde comprise entre 0.01 et 10 Å. Mais le domaine utilisé pour la caractérisation des matériaux est 0.1-10Å. La diffraction des rayons X est un phénomène de diffusion cohérente qui se produit lorsqu'ils interagissent avec la matière organisée. L'onde diffractée résulte de l'interférence des ondes diffusées par chaque atome. Elle dépend donc de la structure cristallographique. Lorsqu'un faisceau incident de rayons X monochromatiques est focalisé sur l'échantillon à caractériser, il interagit avec le nuage électronique des atomes. Si l'échantillon présente une structure cristalline, il peut y avoir un phénomène de diffraction selon la condition de Bragg :

$$2 dhkl \sin\theta = n\lambda \quad (1) \quad [53] .$$

Où dhkl représente la distance inter-réticulaire du réseau cristallin.

- $\lambda$  est la longueur d'onde du faisceau incident.
- n est un entier qui représente l'ordre de la diffraction.
- $\theta$  représente l'angle d'incidence des RX par rapport à la surface de l'échantillon.

Cette condition dépend de la distance entre les plans réticulaires du réseau cristallin, ainsi chaque famille de plans de distance inter-réticulaire .dhkl est à l'origine d'un faisceau diffracte sous un angle d'incidence  $\theta$  [53].

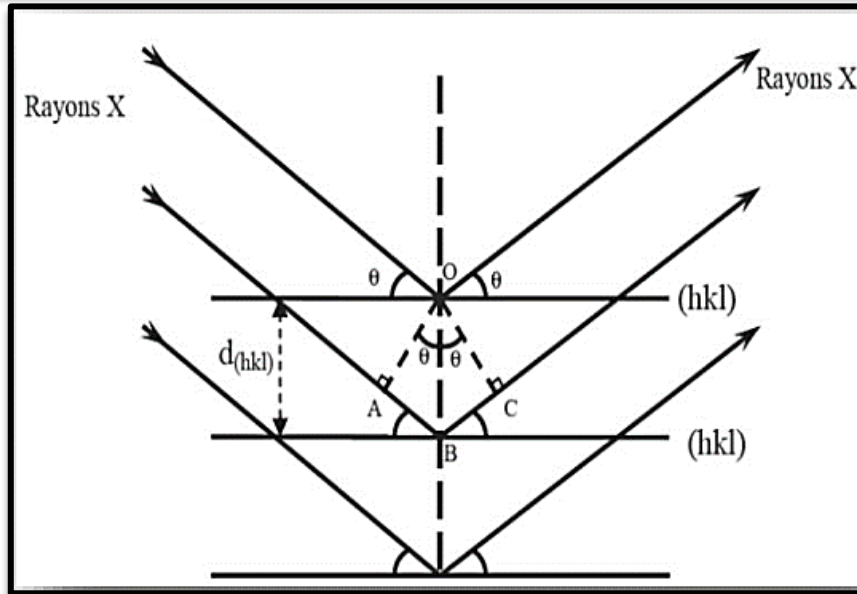


Figure III.1 : Schéma représentant le principe de la diffraction des rayons X par les plans réticulaires d'indices  $h, k$  et  $l$  [12].

### III.2.1.2. Détermination des distances inter-réticulaires et des paramètres de maille

Les distances inter-réticulaires des différentes familles de plans  $d_{hkl}$  sont calculées au moyen de la loi de Bragg (équation 1). La relation reliant les distances inter-réticulaires des plans  $(hkl)$  aux paramètres cristallographiques est la suivante :

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{\frac{4}{3}(h^2 + k^2 + hk) + l^2 \frac{a^2}{c^2}}} \quad (1)$$

Cette équation nous permet de calculer les paramètres de maille  $a, b$  et  $c$  expérimentales et de faire une comparaison avec les valeurs théoriques répertoriées dans la base de données ASTM [12].

### III.2.1.3. Détermination de la taille des grains

La largeur à mi-hauteur des pics dans un spectre permet de calculer la taille des grains  $\Phi$  en utilisant la formule de Scherrer :

$$\Phi(nm) = \frac{k \lambda(nm)}{\delta(rd) \cos \theta} \quad (2)$$

Où

- $\phi$  : la taille des grains. (nm)
- $\lambda$  : la longueur d'onde des rayons X utilisés. ( $\lambda=0.154178$  nm)
- K : constante sans dimension, voisine de l'unité, qui dépend de la forme des cristallites et porte le nom de constante Scherrer.
- $\delta$  : la largeur à mi-hauteur mesurée pour chaque pic de diffraction.(rad)
- $\theta$  : l'angle de diffraction de bragg de chaque pic de diffraction.(rad) [12]

Dans ce travail, nous n'avons pas pris en compte, la correction due à l'élargissement instrumental car elle est difficile à obtenir. Seule l'évolution qualitative de la taille des domaines cohérents a été examinée en fonction des conditions d'élaboration.

#### III.2.1.4. Principe de fonctionnement du diffractomètre

Comme tous les appareils utilisant les rayonnements corpusculaires ou photoniques le diffractomètre est constitué de trois éléments fondamentaux : La source du rayonnement (tube à rayons X), le porte échantillon (goniomètre) et le système de détection.

La Figure II.5 représente un diffractomètre PROTO.

Dans ce type de diffractomètre, la source des rayons X est fixée alors que le détecteur est déplacé d'un mouvement de rotation de vitesse :

$$2\omega=2d\theta/dt.....(3)$$

Le détecteur donc tourne d'un angle  $2\theta$  tandis que le goniomètre qui porte l'échantillon tourne d'un angle  $\theta$ . Un balayage des angles est alors effectué. Lorsqu'un angle  $\theta$  correspondant à une famille de plans (hkl) où la relation de Bragg est satisfaite, le détecteur enregistre une augmentation de l'intensité diffractée. Après la détection des photons, le compteur les transforme en charge électrique, ensuite ils sont amplifiés par un système électronique. Le signal électrique est envoyé vers un ordinateur qui donne l'allure du spectre avec les différents pics de diffraction.

La procédure d'identification du réseau cristallin est basée sur la méthode des poudres dans laquelle on suppose que la probabilité de trouver une famille de plans (hkl) en position de Bragg est identique a toute autre famille (hkl) ce qui est le cas dans un assemblage de cristaux fins ou dans un échantillon poly-cristallin [54].



Figure III.2 : Image d'un diffractomètre de type (PROTO)

Le principe est schématisé sur la figure III.3:

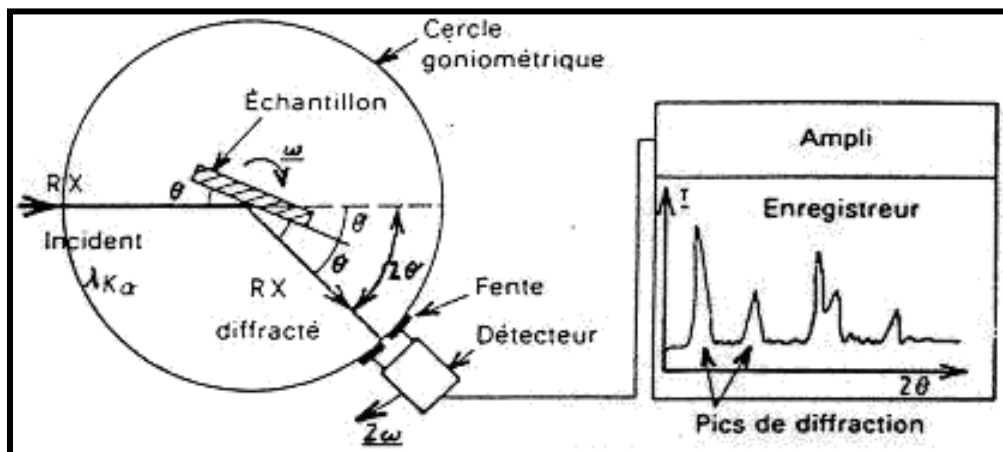


Figure III.3 : Schéma de principe du montage d'un diffractomètre RX [55].

## III.2.2. La spectroscopie UV-Visible

### III.2.2.1. Caractérisation de la qualité et de la quantité des produits en utilisant l'UV

La spectrophotométrie UV-Visible constitue une technique de choix pour l'analyse qualitative et surtout quantitative d'un grand nombre d'espèces organiques et inorganiques. Cette technique nous renseigne sur les propriétés optiques de l'échantillon à analyser comme la transmission et l'absorption de la lumière. Les domaines de longueurs d'onde considérés sont, pour la radiation ultraviolette (UV), compris entre 200 et 400 nm et entre 400 et 800 nm pour la radiation du visible (Vis) [53].

L'interaction de la radiation visible et ultraviolette avec la matière, en particulier avec une cellule contenant une substance sous forme moléculaire, fournit une information qualitative et quantitative sur cette substance. Celles-ci sont déduites de l'observation du spectre obtenu en portant l'absorbance et la transmission en fonction de la longueur d'onde. La transmittance notée  $T$  est donnée par la relation suivante :

$$T = \frac{I}{I_0} \quad \dots\dots\dots(4)$$

Cette grandeur optique est définie comme étant le rapport entre l'intensité de la lumière transmise ( $I$ ) à travers un matériau par rapport à l'intensité de la lumière incidente à sa surface ( $I_0$ ). L'absorbance est définie par :

$$A = \varepsilon lc = \log \left( \frac{I_0}{I} \right) = -\log T \quad \dots\dots\dots(5)$$

Avec :

$A$  : Absorbance de la solution (sans unité).

$l$  : Longueur du chemin lumineux à travers l'échantillon (cm).

$c$  : Concentration de la solution (mol. L<sup>-1</sup>).

$\varepsilon$  : Coefficient d'extinction molaire (L.mol<sup>-1</sup>.cm<sup>-1</sup>).

Les propriétés optiques des nanoparticules de ZnO ont été mesurées par un spectrophotomètre UV-Visible de type Varian Cary dans un domaine de longueur d'ondes compris entre 200 nm et 900 nm. Ce spectrophotomètre est équipé d'un double faisceau qui permet de soustraire l'influence du substrat et d'acquérir le spectre de transmission de la couche étudiée.

Les propriétés optiques des poudres ont été mesurées par un spectrophotomètre Perkin Elmer Lambda UV-Vis 950, dans une gamme de longueur d'onde allant de 400 à 800 nm [53].



Figure III.6: Image d'un spectrophotomètre ultraviolet (SP-UV 500DB)

### III.2.2.2. Principe d'un spectromètre à ultraviolet

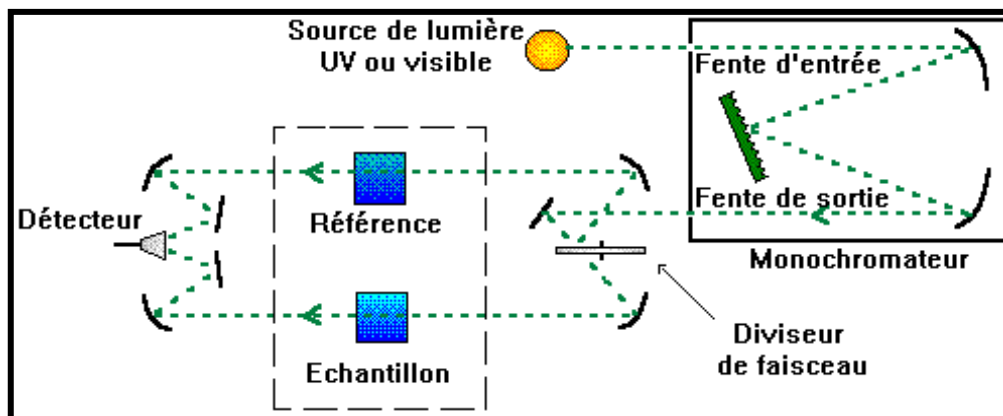


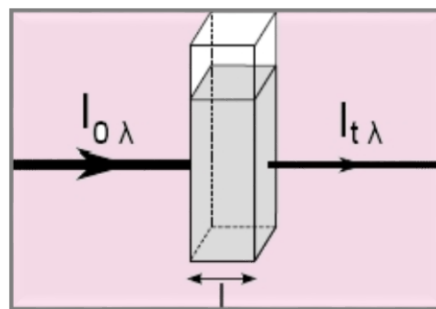
Figure III.7: Schéma de principe d'un spectromètre à ultraviolet [56].

Une source polychromatique (émettant dans l'UV ou le visible) est placée devant un prisme. Ce système dispersif va décomposer le rayonnement polychromatique émis par la source. En orientant correctement le système diaphragme-échantillon-photodétecteur, la solution contenue dans la cuve sera irradiée avec un rayonnement quasi monochromatique. Le diaphragme, une simple fente fine, permet d'éclairer l'échantillon avec un faisceau de faible largeur, donc de bonne qualité monochromatique, le photodétecteur mesurant quant à lui l'intensité du rayonnement transmis après traversée de la solution échantillon, notée  $I_{\lambda}$ .

D'un point de vue pratique, l'échantillon est constitué de l'édifice à étudié, dissous dans un solvant et contenu dans une cuve. Il faut donc que solvant et cuve n'interfèrent pas

dans les données mesurées. Ainsi on les choisira transparents dans le domaine choisi. Dans le commerce, il existe différentes cuves adaptées aux différents domaines spectraux rencontrés (plastique pour le visible, quartz de plus ou moins bonne qualité pour l'UV). Pour ce qui est du solvant, son influence est neutralisée en réalisant un blanc, c'est-à-dire en mesurant l'intensité du rayonnement transmis après traversée de la cuve ne contenant que du solvant. Les échantillons doivent être transparents afin d'éviter tout phénomène de diffusion : ne pourront être analysées que les solutions limpides dans des cuves propres.

Expérimentalement, l'appareil extrait comme donnée brute l'intensité  $I_{t,\lambda}$ , obtenue après traversée de la solution. Celle-ci étant dépendante de la source, on préfère calculer deux grandeurs dérivées : l'absorbance  $A$  et la transmittance  $T$ .



*Figure III.8: Schéma représente l'intensité du rayonnement transmis et l'intensité du rayonnement absorbé [57].*

- La transmittance  $T$  est définie par :  $T = I_{t,\lambda} / I_{0,\lambda}$ . On l'exprime en pourcentage.
- L'absorbance  $A$  se calcule par :  $A = \log(I_{0,\lambda} / I_{t,\lambda}) = -\log T$ . C'est une grandeur positive [57].

### **III.2.3. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)**

#### **III.2.3.1. Caractérisation des groupements chimiques fonctionnels en utilisant l'IR**

Le spectre IR, est une véritable carte d'identité de la molécule. Les longueurs d'onde auxquelles l'échantillon absorbe, sont caractéristiques des groupements chimiques présents dans le matériau analysé. Des tables permettent d'attribuer les bandes d'absorption aux différentes liaisons rencontrées dans les composés.

Le dépouillement du spectre se fait en s'appuyant sur des tables fournies. La consultation des tables et le croisement des résultats permettent à ce stade une attribution probable des bandes et une identification des groupements chimiques correspondants [58].

#### **III.2.3.2. Principe de la spectroscopie infrarouge**

Une molécule peut être représentée par un ensemble d'atomes liés entre eux par des liaisons chimiques. Sous l'action de l'agitation thermique, les molécules vont être animées de mouvements de translation, de rotation et de vibrations en ce qui concerne leurs liaisons chimiques. Ces vibrations se font à différentes fréquences qui dépendent de la nature des liaisons ainsi que de leur environnement.

Il est à noter que la plupart des fréquences des vibrations moléculaires correspondent au domaine infrarouge du rayonnement électromagnétique. Ainsi si on irradie une molécule par une onde électromagnétique dans ce domaine, il y aura absorption de l'onde incidente à chaque fois que la fréquence de l'onde incidente sera égale à une des fréquences des vibrations de la molécule. Cet état excité ne dure qu'une fraction de seconde et le retour à l'état fondamental libère l'énergie absorbée sous forme de chaleur.

Les mesures par transformée de Fourier des absorbances permettent d'effectuer le dosage à des teneurs et quantités de matière très faibles. Cette technique permet, via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques entre deux atomes, d'effectuer l'analyse de la composition chimique et d'accéder directement à la structure moléculaire des matériaux analysés [53].

#### **III.2.3.3. Principe du spectrophotomètre infrarouge**

Le spectrophotomètre IR dispose d'une source de rayonnement infrarouge, d'un réseau optique et d'un système permettant de diviser le faisceau en deux (l'un servant de référence et l'autre est utilisé pour analyser la substance étudiée) et d'un photomètre transformant l'énergie reçue en énergie électrique. Le photomètre est couplé à un enregistreur (Figure III.5) [53].

Les positions des bandes d'adsorption d'un spectre IR sont repérées soit en longueur d'onde (nm) soit en nombre d'onde  $\nu$  ( $\text{cm}^{-1}$ ).

Le système de détection mesure la différence d'énergie entre les deux faisceaux et émet un signal proportionnel à cette différence. L'intensité absorbée est d'autant plus grande que la variation est importante.

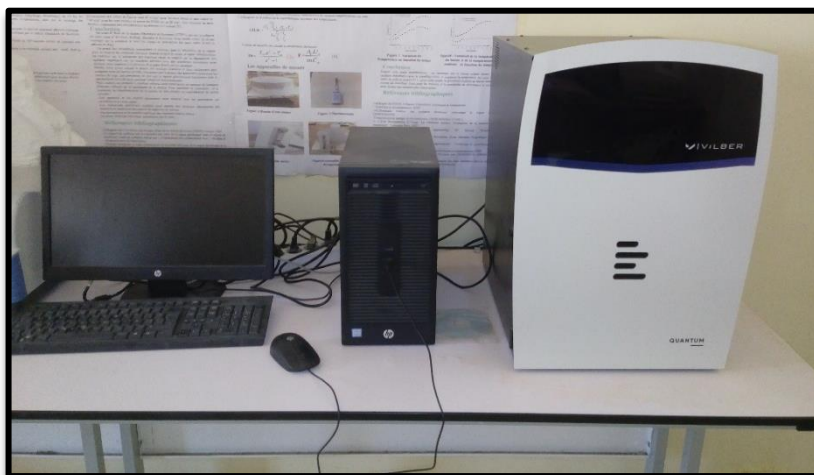


Figure III.4 : Image d'un spectrophotomètre infrarouge (IVILBER).

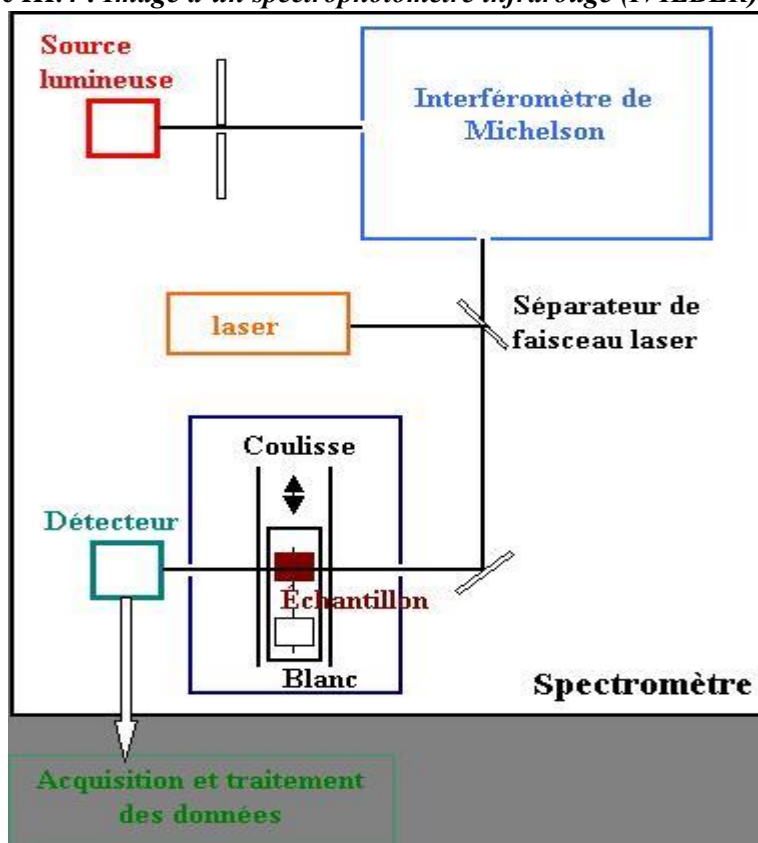


Figure III.5: Schéma de principe d'un spectromètre à transformée de Fourier [58].

## **II.7. Conclusion**

On caractérise les échantillons par les rayons UV, DRX et IR respectivement :

- L'UV-vis caractérise la nature d'absorbance de molécules obtenues.
- Le DRX caractérise la propriété structurale des molécules obtenues.
- L'IR caractérise les groupements chimiques fonctionnels de molécules obtenues.

Donc nous avons déduit que les propriétés des NPs de ZnO permettent d'utiliser ces particules dans des différents domaines telle que le raffinage comme un catalyseur et dans la pétrochimie comme un catalyseur ou un produit antioxydant.



**CHAPITRE IV.**  
**PARTIE PRATIQUE**

## **IV.1. Introduction**

La synthèse verte des nanoparticules métalliques a attiré une attention considérable ces dernières années car ces protocoles sont peu coûteux et plus respectueux de l'environnement que les méthodes de synthèse standard. Dans ce chapitre, nous rapportons une méthode simple et respectueuse de l'environnement pour la synthèse des NPs d'oxyde de Zinc en utilisant une solution aqueuse d'extrait de plante Phoenix Dactylifera. L. en tant que bioréducteur.

Les NPs en Oxyde de Zinc préparés ont été caractérisées en utilisant une spectroscopie ultraviolette visible, une diffraction des rayons X sur poudre et une spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier. De plus, nous avons essayé d'utiliser les NPs des ZnO dans les domaines du raffinage et de la pétrochimie.

## **IV.2. La synthèse verte des NPs de ZnO**

### **IV.2.1. Procédure de synthèse des NPs de ZnO par chimie verte**

Dans ce travail, nous avons synthétisé les NPs d'oxyde de zinc à l'aide de l'extrait des feuilles de Phoenix dactylifera.L. Il est un extrait par solvant organique. Nous présenterons par la suite les protocoles d'extraction et les protocoles de synthèse des NPs :

*Tableau IV.1 : Buts des étapes de mode opératoire*

<b>À faire</b>	<b>But</b>
* Broyage à l'aide du moulin électronique jusqu'à l'obtention d'une poudre fine	Pour faciliter l'extraction de polyphénol.
* Macération : 100g de cette poudre + 1L d'eau distillée (1/10). * Mélanger sous agitation magnétique pendant un jour.	Pour extraire les polyphénols
* Filtration	Pour éliminer les déchets
* Séchage 100°C	Pour éliminer l'eau
* Centrifugation	Pour séparer les impuretés (lavage)
*Un traitement thermique a été effectué à 500° C (3h)	Pour purifier la poudre de NPs de ZnO synthétisée (éliminer les autres matières organiques)



Figure IV.1 : les étapes de la synthèse verte en utilisant les feuilles de Dactylifera. L.

#### IV.2.2. Synthèse des NPs par extrait de Phoenix Dactylifera L

On lave les feuilles de Phoenix Dactylifera L à l'eau de robinet puis à l'eau distillée. Ensuite on les broye (100g) puis les trempe dans l'eau distillée (1L). De plus on fait une agitation de 350 tr/min pendant un jour. Filtrage le liquide avec coton en utilisant une pompe TC 501 v (SPARK MAX). Préparation des échantillons de concentrations massiques respectivement 0.2g d'acétates de Zinc/100 mL d'extrait, 0.4g d'acétates de Zinc/100 mL d'extrait, 0.6g d'acétates de Zinc/100 mL d'extrait ,0.8g d'acétates de Zinc/100 mL d'extrait et 1 g d'acétates de Zinc /100 mL d'extrait. Chauffage à (85 °C) avec une agitation (350 tr/min) pendant 1 heure et séchage à (100°C) pendant un jour. On ajoute à l'échantillon l'eau distillée et les laisse dans machine de centrifugation EZ Swing 3K (2800 tr/5 mn) pendant 5mn trois fois remplacement le liquide par l'eau distillée. Séchage pendant 1 jour. On les laisse à 500°C pendant 03 heures dans requit Wisd.

Enfin, on détermine leurs propriétés à l'aide des spectroscopies UV, RX et IR.

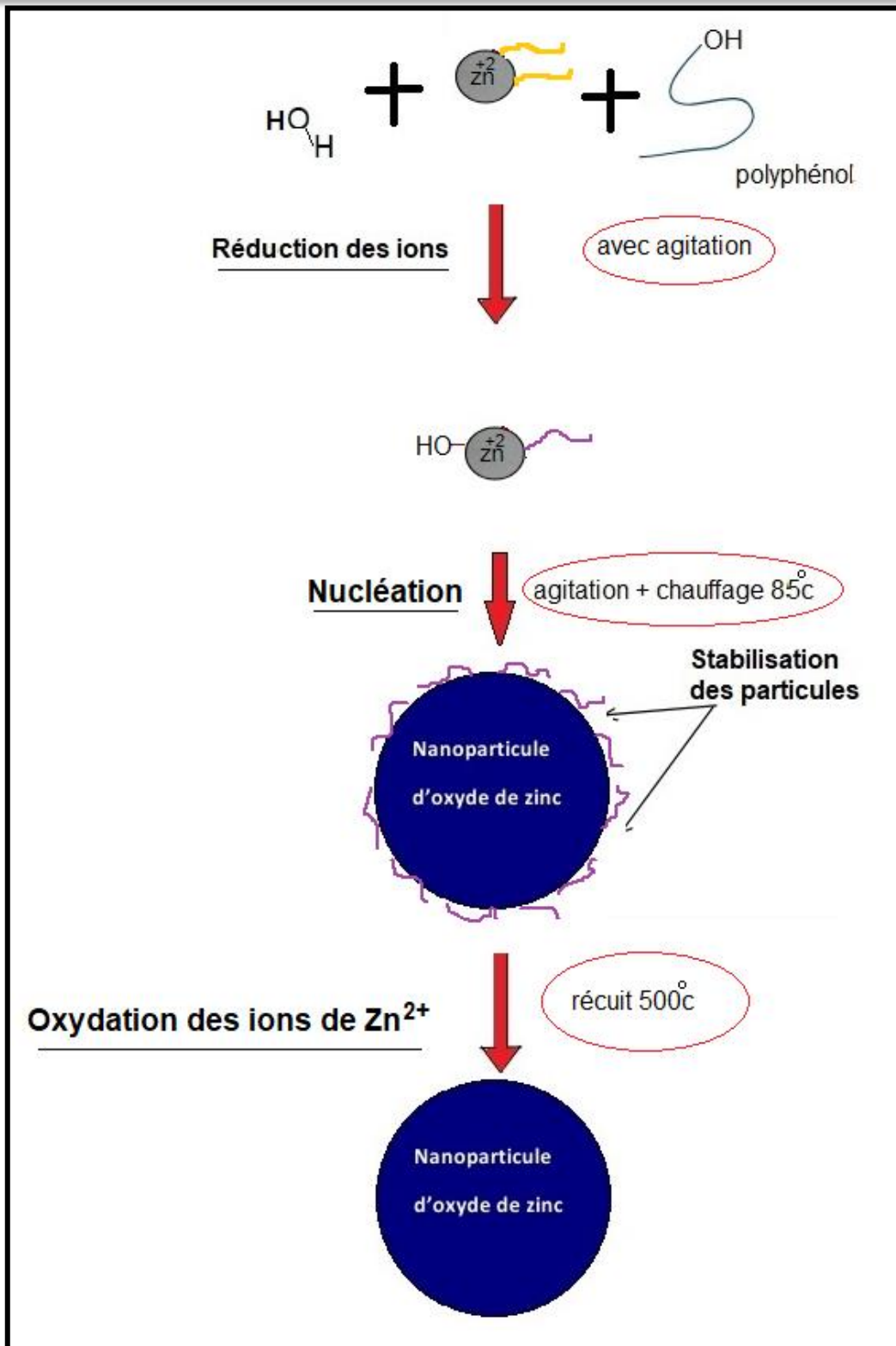
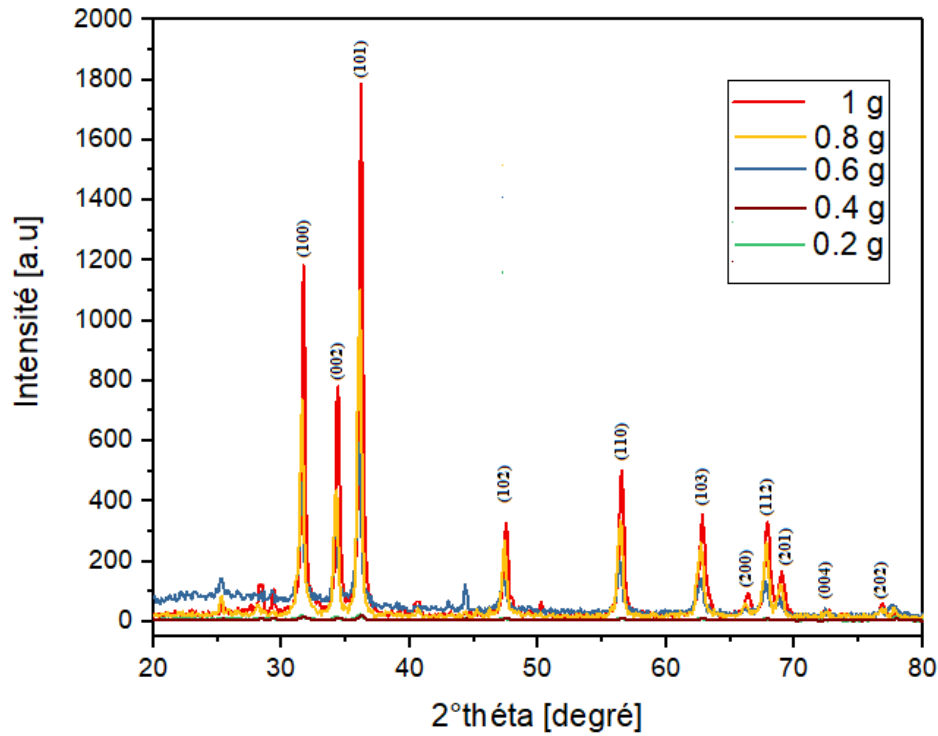


Figure IV.2 : Mécanisme de formation du NP de ZnO par la synthèse verte

### IV.3. Caractérisation des NPs synthésées par chimie verte

#### IV.3.1. Caractérisation par diffraction des rayons X

L'objectif c'est la vérification que la poudre résultante est formée par les nanoparticules d'oxyde de zinc. La caractérisation DRX a été faite en utilisant un diffractomètre de type PROTO où un rayonnement X provenant de l'émission  $K\alpha$  du cuivre, de longueur d'onde  $\lambda=1.5406 \text{ \AA}$ .



*Figure IV.3 : Spectres DRX de la poudre synthésée par la synthèse verte respectivement : 0.2g d'acétate de zinc dans 100 mL d'extrait (même chose pour 0.4g, 0.6g, 0.8g puis 1g) à  $85^\circ\text{C}$  pendant 1 h.*

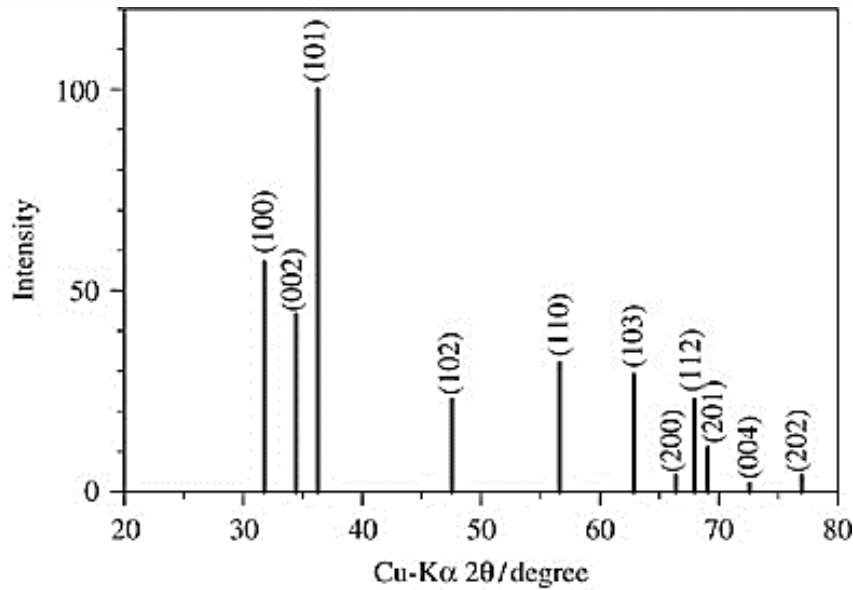


Figure IV.4 : diffraction d'oxyde de zinc en poudre (JCPDS 36-1451) [59].

#### IV.3.1.1. Remarque 1

On remarque que les pics de la figure III.1 sont placés approximativement à les même coordonnées horizontales (ou  $2\theta$ ) de la figure III.2 (figure de référence).

#### IV.3.1.2. Dédution 1

On déduit que la poudre synthétisée est la poudre d'oxyde de zinc.

#### IV.3.1.3. La formule de Scherrer pour calculer la taille de la particule

On calcule la taille de la nanoparticule en utilisant la formule de Scherrer [60] :

$$D_p = K \lambda / (B \cos \theta)$$

- $D_p$  : la taille de la particule (nm).
- $\lambda$  : Longueur d'onde des rayons X. Pour Mini XRD, moyenne de Cu  $K\alpha = 1,54178 \text{ \AA}$ .
- $K$  : coefficient de correction égale à 0,9.
- $\theta$  : position de pic XRD, la moitié de  $2\theta$ .
- $B$  : FWHM (pleine largeur à mi-hauteur) du pic XRD. Le pic de XRD observé pourrait provenir de la taille des cristallites (formule de Scherrer), de l'instrument et de l'effet de la déformation (méthode de Williamson-Hall).  $B_{obs} = B_{size} + B_{inst} + B_{strain}$ .

#### IV.3.1.4. Exemple de calcul de la taille d'une particule

On prend le plus grand pic comme un exemple pour calculer la taille des particules. La largeur à mi-hauteur et la position du pic sont estimées en utilisant le logiciel 'Origin 2017' comme il est mentionné dans la Figure III.3 :

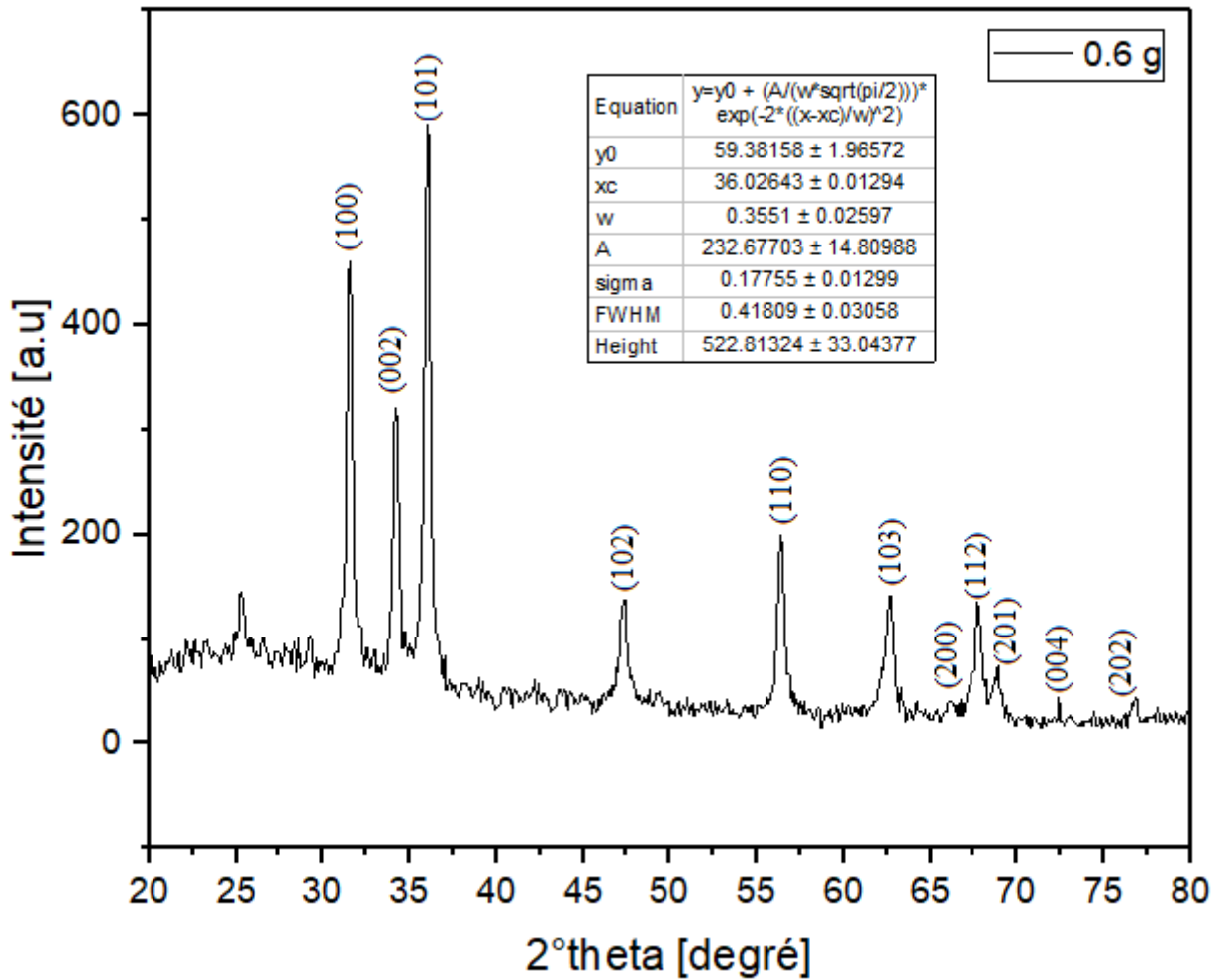


Figure IV.5 : illustration montrant les informations du pic le plus grand (pour la concentration 0.6g/100mL à 85°C pendant 1 h).

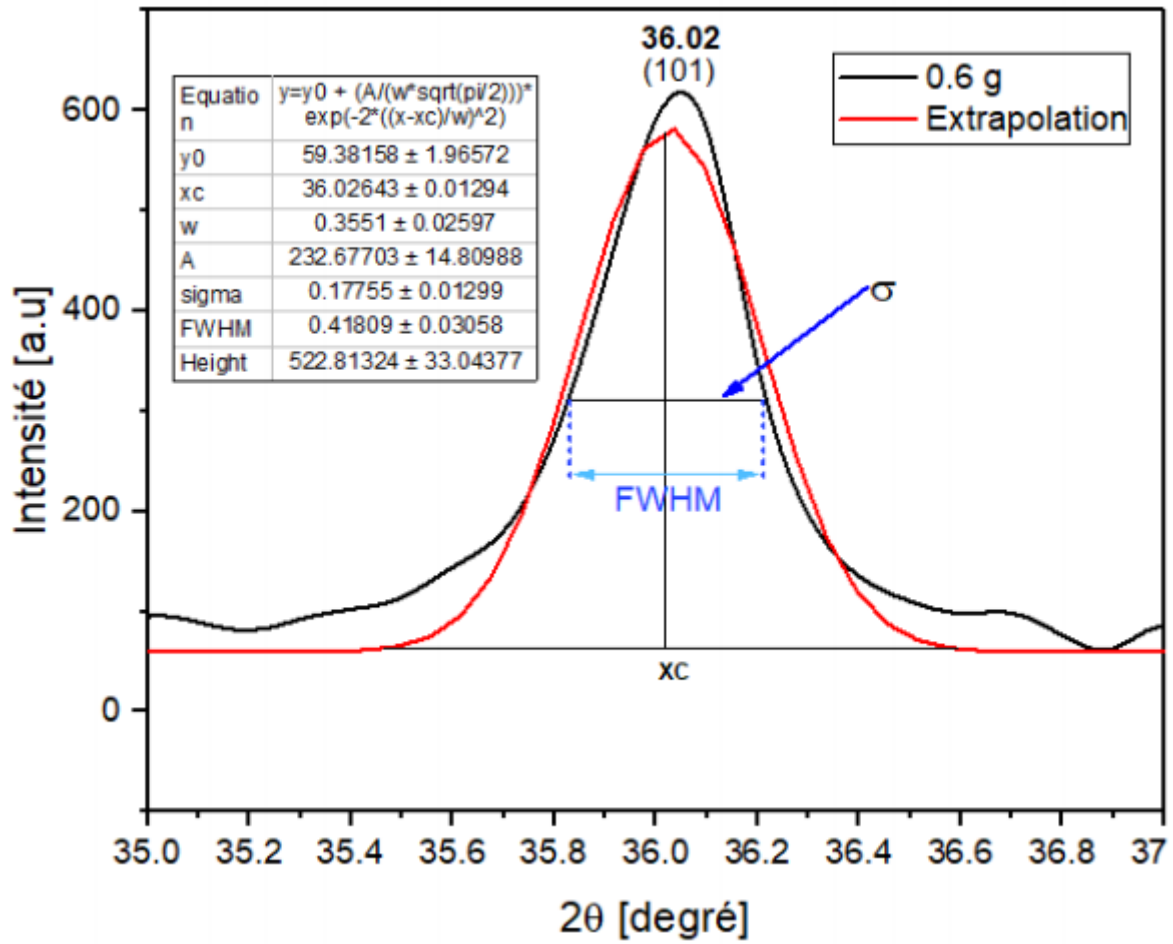


Figure IV.6 : illustration montrant la largeur à mi-hauteur et la position du pic le plus grand (pour la concentration 0.6g/100mL à 85°C pendant 1 h).

D'après la figure (IV.6) on a :

- $2\theta = Xc = 36.02643^\circ \rightarrow \theta = Xc/2 = 36.02643^\circ/2 = 18.013215^\circ$
- $\delta(^\circ) = FWHM = 0.41809^\circ$

$$1(^\circ) = 0,0174533 \text{ rad.}$$

$$\text{Alors : } \delta(^\circ) = FWHM = 0.41809^\circ = 0.0072970 \text{ (rad)}$$

$$\theta = 18.013215^\circ = 0.3143900453595 \text{ (rad)}$$

$$\text{Avec } \lambda := 1,54178 \text{ \AA} = 0.154178 \text{ nm} \quad \text{et} \quad k = 0.9$$

Donc :

$$D_{p=} = \frac{0.9 * 0.154178}{0.0072970 * \cos(0.31439)}$$

Alors la taille de particule en utilisant l'équation de Scherrer est égale à **20** (nm).

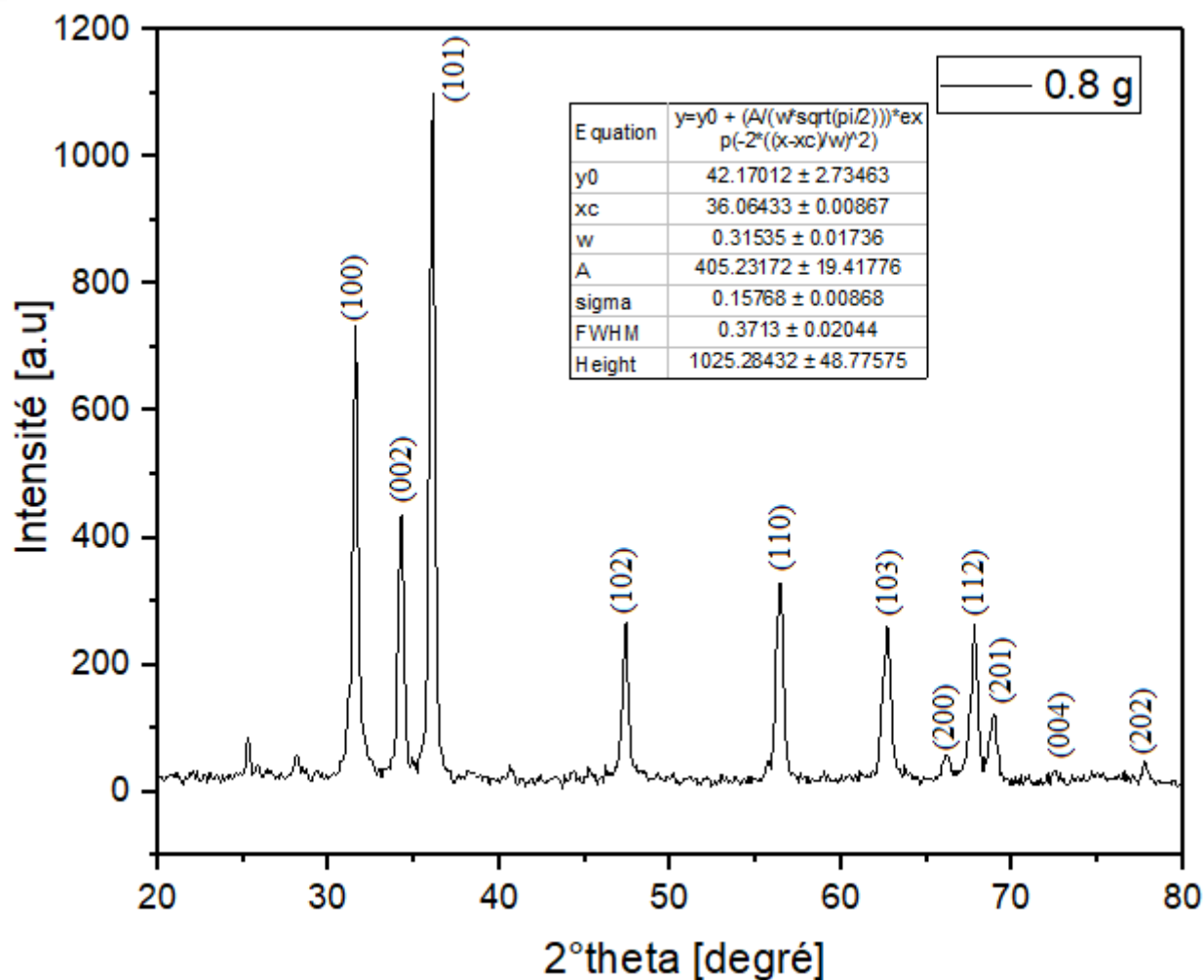


Figure IV.7 : illustration montrant la largeur à mi-hauteur et la position du pic le plus grand (pour la concentration 0.8g/100mL à 85°C pendant 1 h).

- $\theta = \frac{x_c}{2} = \frac{36.06433^\circ}{2} = 18.032165^\circ$
- $\delta(^\circ) = FWHM = 0.3713^\circ$

}  $D_p = 22.52 \text{ (nm)}$

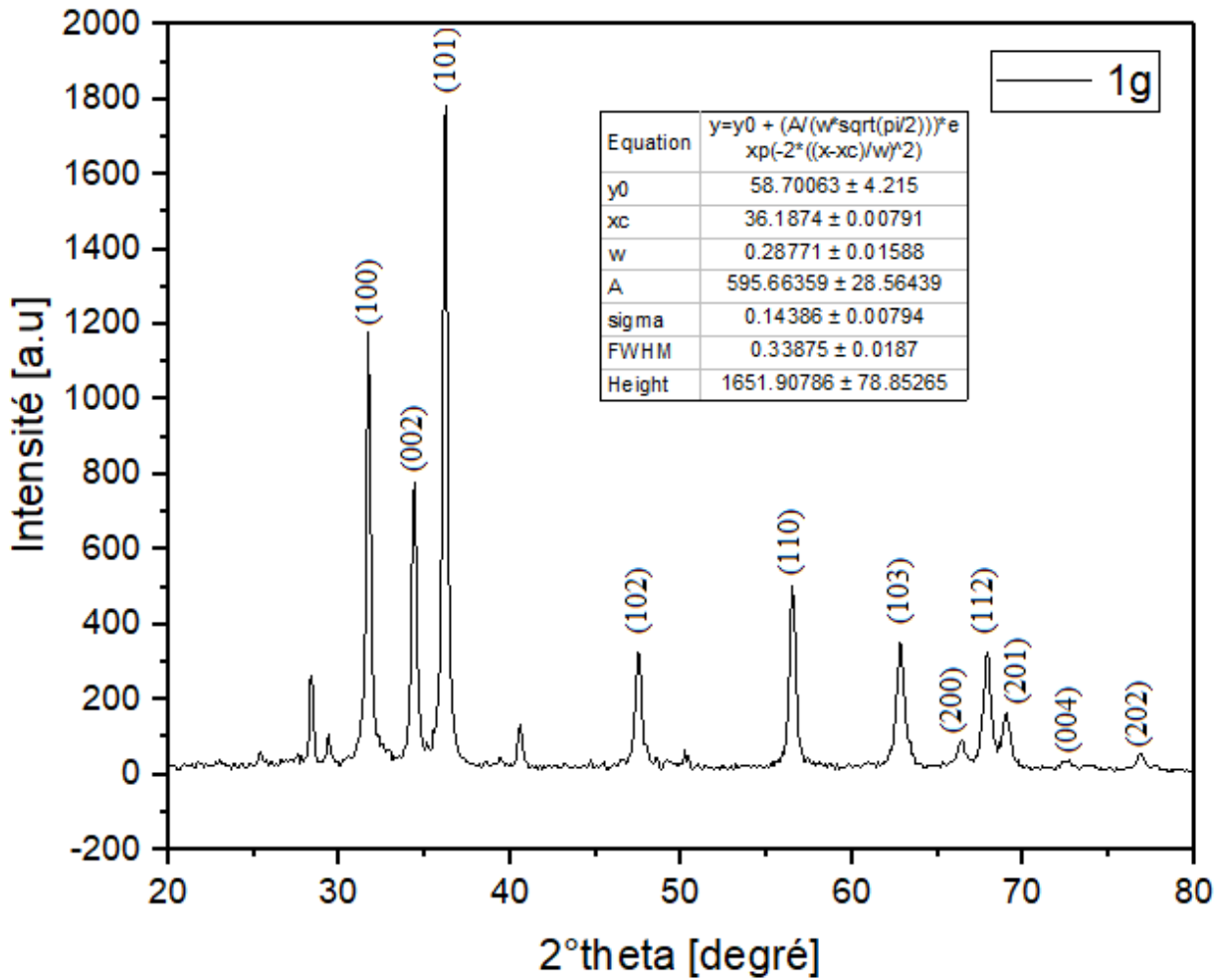


Figure IV.8 : illustration montrant la largeur à mi-hauteur et la position du pic le plus grand (pour la concentration 1g/100mL à 85°C pendant 1 h).

- $\theta = \frac{x_c}{2} = \frac{36.1874^\circ}{2} = 18.0937^\circ$
- $\delta(^\circ) = FWHM = 0.33875^\circ$

}  $D_p = 24.69 \text{ (nm)}$

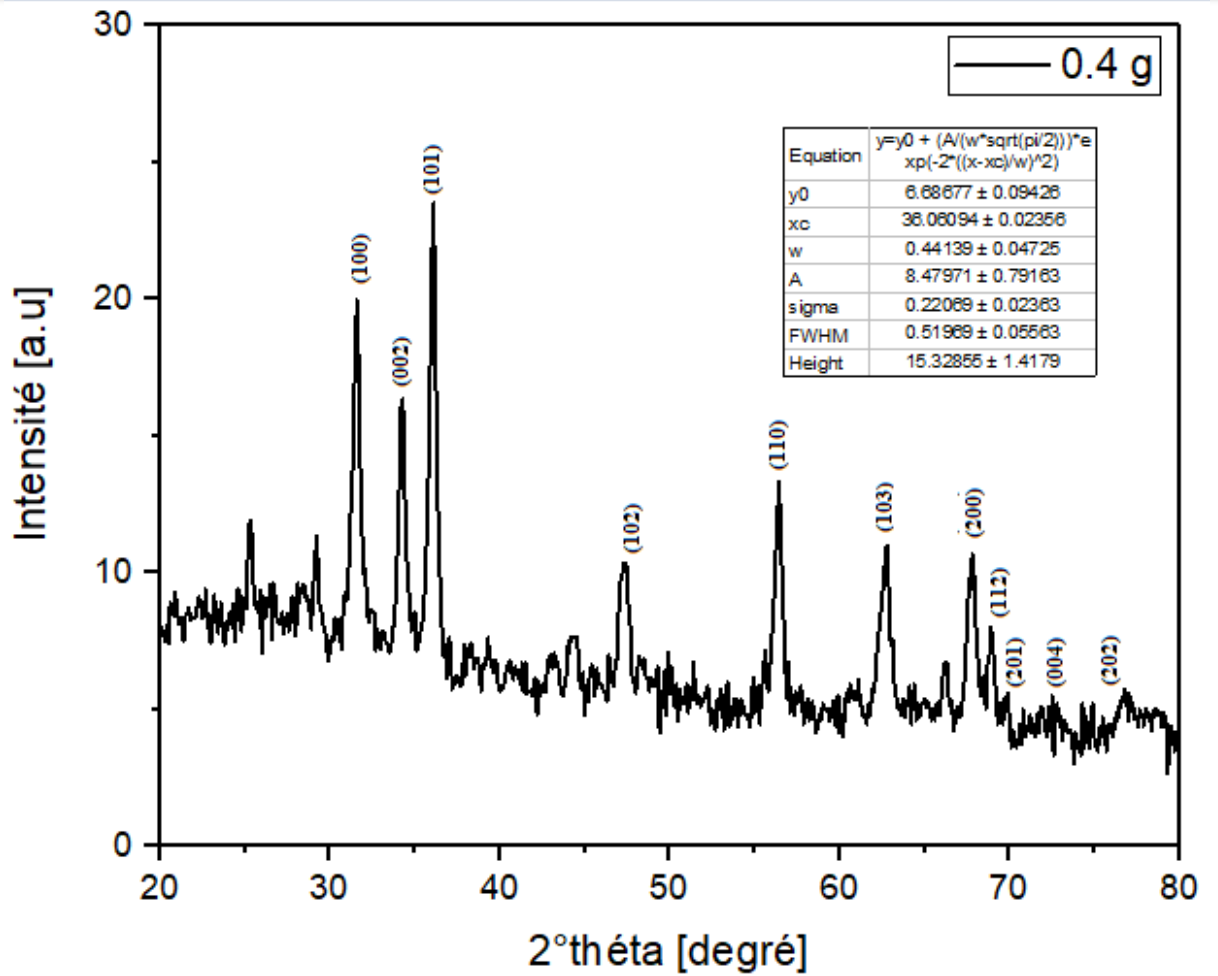


Figure IV.9 : illustration montrant la largeur à mi-hauteur et la position du pic le plus grand (pour la concentration 0.4g/100mL à 85°C pendant 1 h).

- $\theta = \frac{x_c}{2} = \frac{36.06094^\circ}{2} = 18.03047^\circ$
  - $\delta(^\circ) = FWHM = 0.51969^\circ$
- }  $D_p = 18.25(nm)$

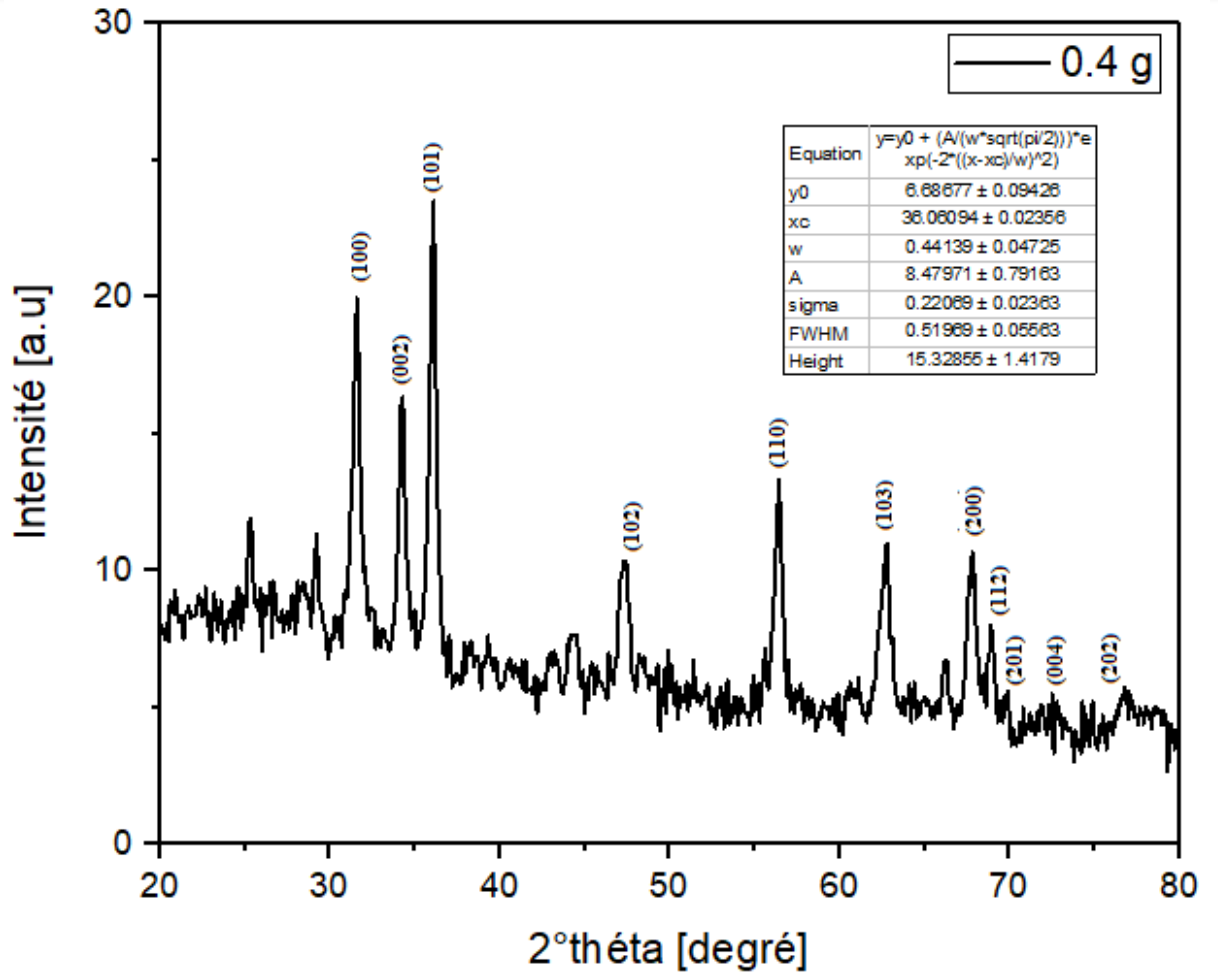


Figure IV.10 : illustration montrant la largeur à mi-hauteur et la position du pic le plus grand (pour la concentration 0. 4g/100mL à 85°C pendant 1 h).

- $\theta = \frac{x_c}{2} = \frac{36.06094^\circ}{2} = 18.03047^\circ$
  - $\delta(^\circ) = FWHM = 0.51969^\circ$
- }  $D_p = 18.25(nm)$

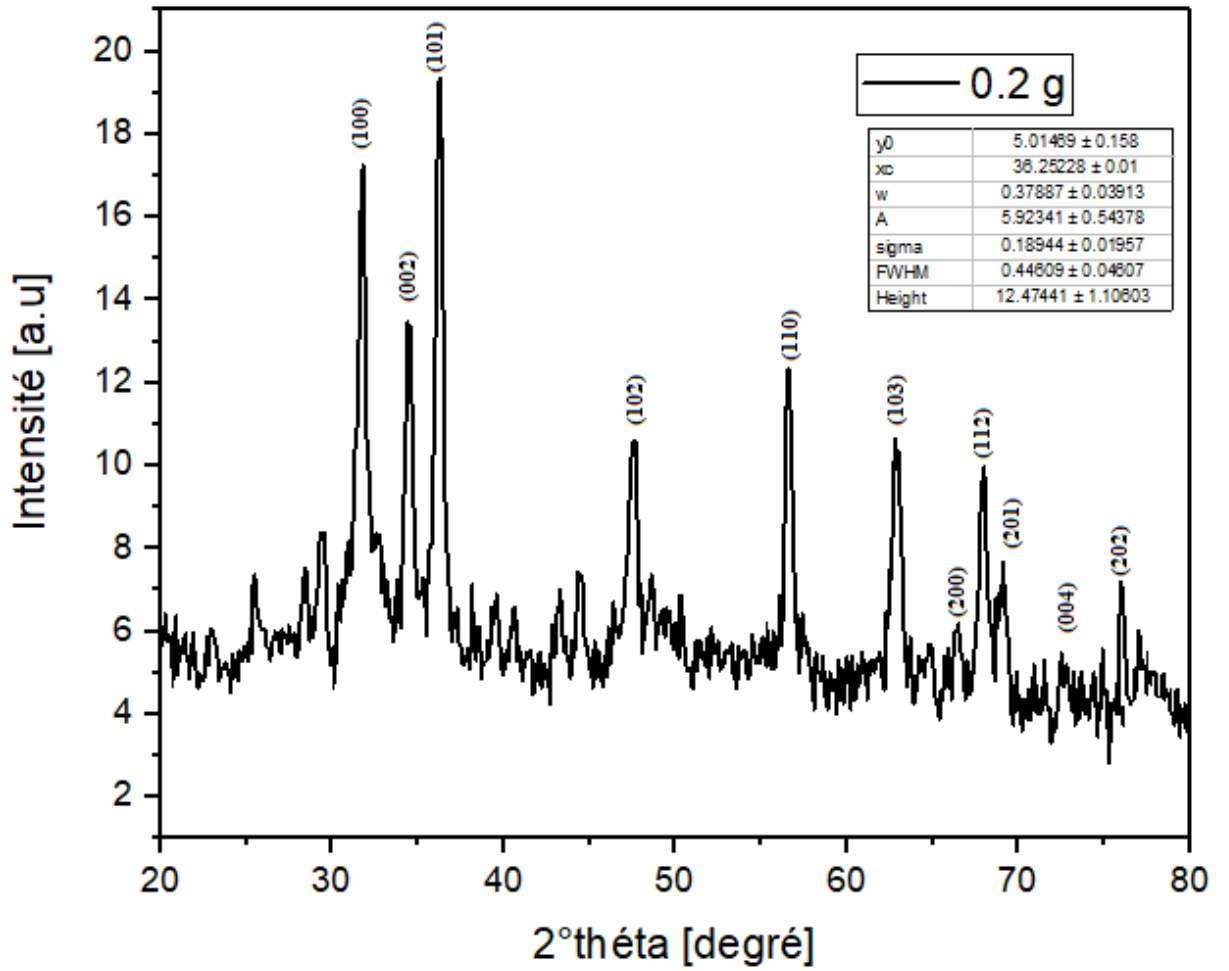


Figure IV.11 : illustration montrant la largeur à mi-hauteur et la position du pic le plus grand (pour la concentration 0. 2g/100mL à 85°C pendant 1 h).

- $\theta = \frac{x_c}{2} = \frac{36.25228^\circ}{2} = 18.12614^\circ$
  - $\delta(^\circ) = FWHM = 0.44609^\circ$
- }  $D_p = 16.09(nm)$

### IV.3.1.5. Calcule de la taille moyenne

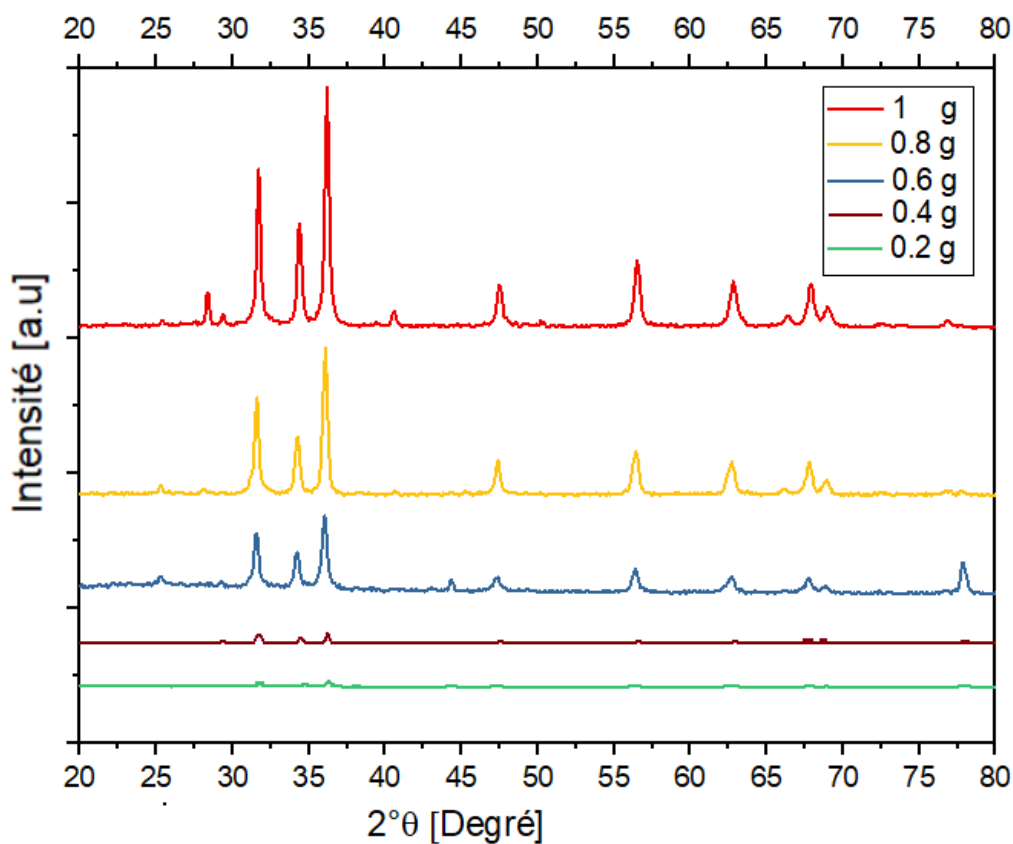
$$D_p \text{ moy} = (20 + 22.52 + 24.69 + 18.25 + 16.09)(\text{nm})/5 = 20.31(\text{nm})$$

#### IV.3.1.5.1. Remarque 2

$$10^{-8}(\text{m}) \leq 20.31(\text{nm}) \leq 10^{-7}(\text{m})$$

#### IV.3.1.5.2. Dédution 2

On déduit que les particules synthétisées sont des nanoparticules.



*Figure IV.12 : Spectre DRX des poudres synthétisées par l'extrait de Phoenix à 85 °C traitées thermiquement à 500 °C.*

### IV.3.1.6. Comparaison des figures IV.7, IV.8, IV.9, IV.10 et IV.11

Le figure IV.12 compare les figures IV.7, IV.8, IV.9, IV.10 et IV.11.

#### IV.3.1.6.1. Remarque 3

Si on augmente la concentration d'acétate de zinc, les intensités des pics s'augmentent.

#### IV.3.1.6.2. Dédution 3

La concentration d'acétate de zinc se change linéairement avec la taille de la particule car la taille de noyaux crée pendant la phase de nucléation se commencent à augmenter à cause de la richesse de la solution des atomes de ZnO (richesse en  $Zn^{2+}$ ) ; la concentration massique la plus élevée provoque une NP d'oxyde de zinc avec une taille plus élevée.

#### IV.3.1.6.3. Démonstration

- Si on augmente la concentration d'acétate de zinc, les intensités des pics s'augmentent.  $\rightarrow \theta$  s'augmente et *FWHM se diminue*
- Si  $(20^\circ \leq 2\theta \leq 80^\circ) \rightarrow (10^\circ \leq \theta \leq 40^\circ \rightarrow \cos 10^\circ \geq \cos \theta \geq \cos 40^\circ)$

Exemple précédent (effet de l'augmentation de la concentration) :

- $\cos 18.013215^\circ > \cos 18.032165^\circ > \cos 18.0937^\circ > \cos 18.12614^\circ$
- $0.44609^\circ > 0.41809^\circ > 0.3713^\circ > 0.33875^\circ >$  pour les FWHM

Alors on remplace dans  $Dp = K \lambda / (B \cos \theta)$ , on trouve que

$$Dp(0.2) < Dp(0.4) < Dp(0.6g) < Dp(0.8g) < Dp(1g)$$

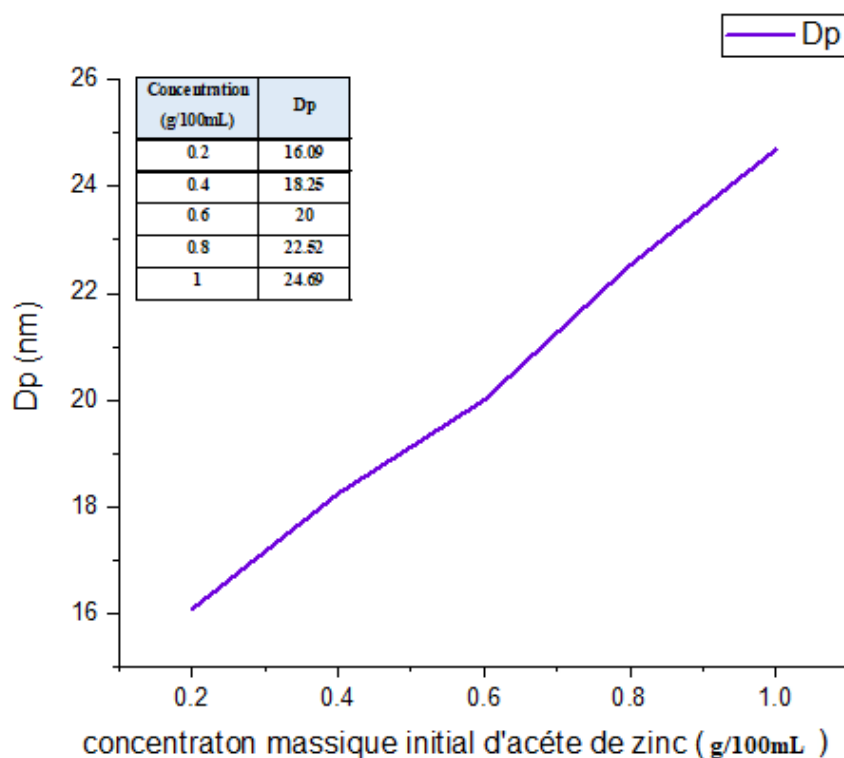


Figure IV.13 : Graph représente la variation de la taille en fonction de la concentration.

### IV.3.2. Caractérisation par spectroscopie infra-rouge

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR) permet d'obtenir des informations sur le groupement fonctionnel des nanoparticules à partir des modes de vibration des liaisons en présence dans l'oxyde de zinc et dans la couche d'organique de surface.

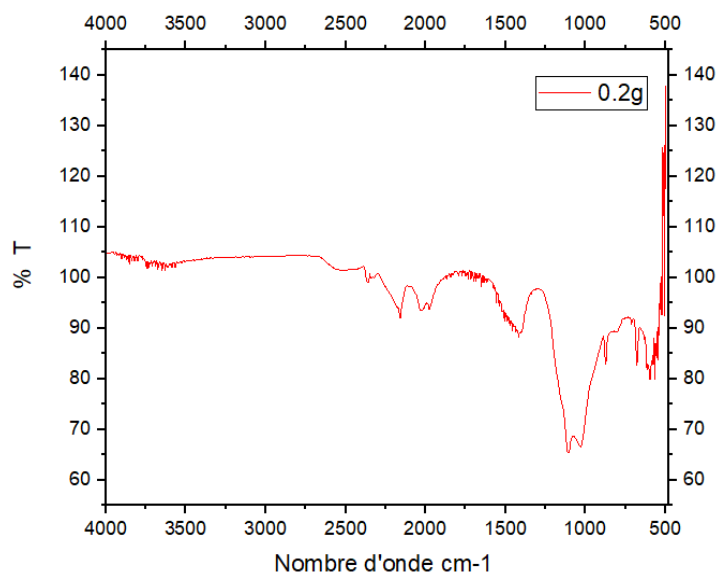


Figure IV.14 : Spectre FTIR des NPs synthétisée à 85 °C traité à 500 °C pendant 3h pour 0.2g d'acétate de zinc dans 100mL de l'extrait.

Les nanoparticules NPs (0.02 g/100 ml), NPs (0.04 g/100 ml), NPs (0.06 g/100 ml), NPs (0.08 g/100 ml) et NPs (1 g/100 ml) ont été caractérisées par FT-IR, et comparées avec l'extrait de Phoenix Dactylifera. L. On peut distinguer globalement trois zones distinctes dont les bandes d'absorbance peuvent être attribuées aux chaînes alcynes ( $C \equiv C$ ) au mode de vibration stretching au ( $2260-2100\text{ cm}^{-1}$ ) [61], aux groupements (C – O) des alcools ( $1250-970\text{ cm}^{-1}$ ) [62] et aux liaisons (Zn – O) ( $800-400\text{ cm}^{-1}$ ) dans l'oxyde de zinc [63].

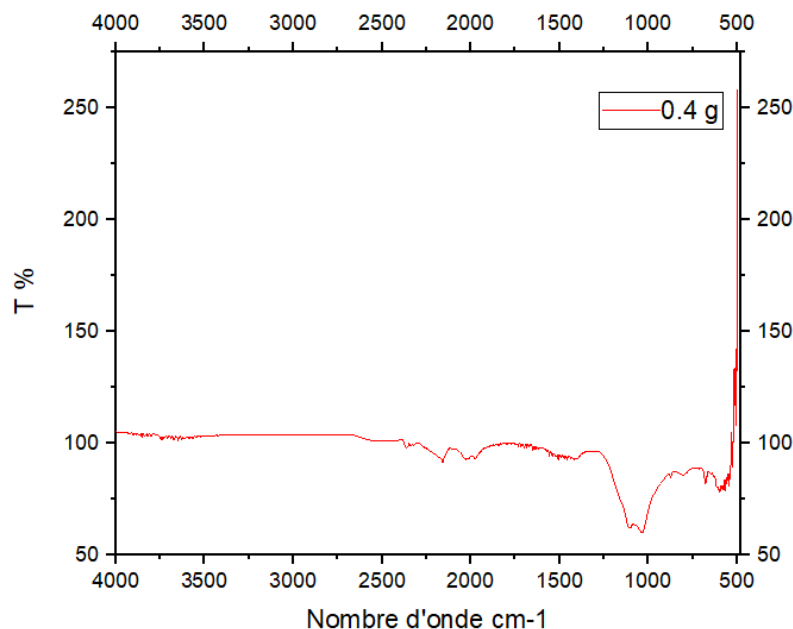


Figure IV.15 : Spectre FTIR des NPs synthétisée à 85 °C traité à 500 °C pendant 3h pour 0.4g d'acétate de zinc dans 100mL de l'extrait.

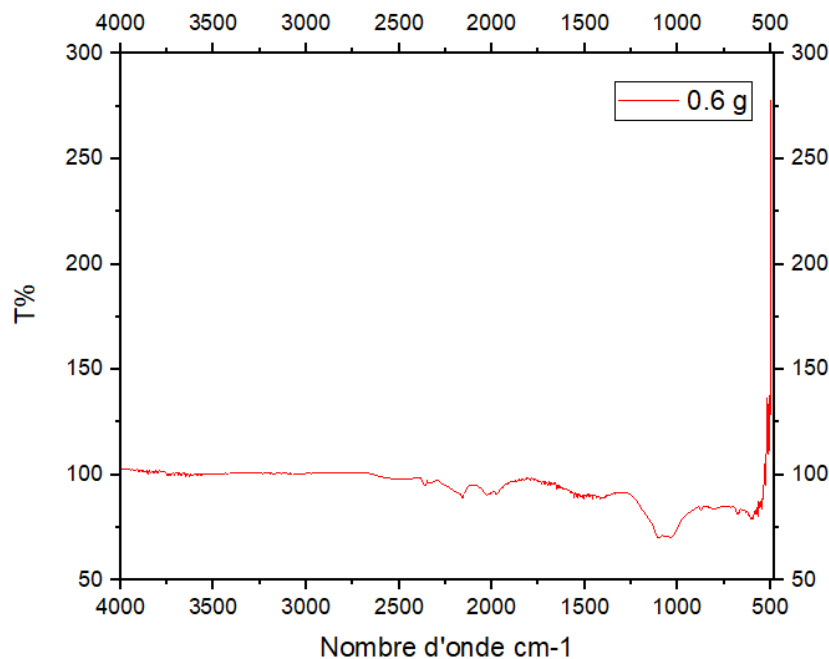
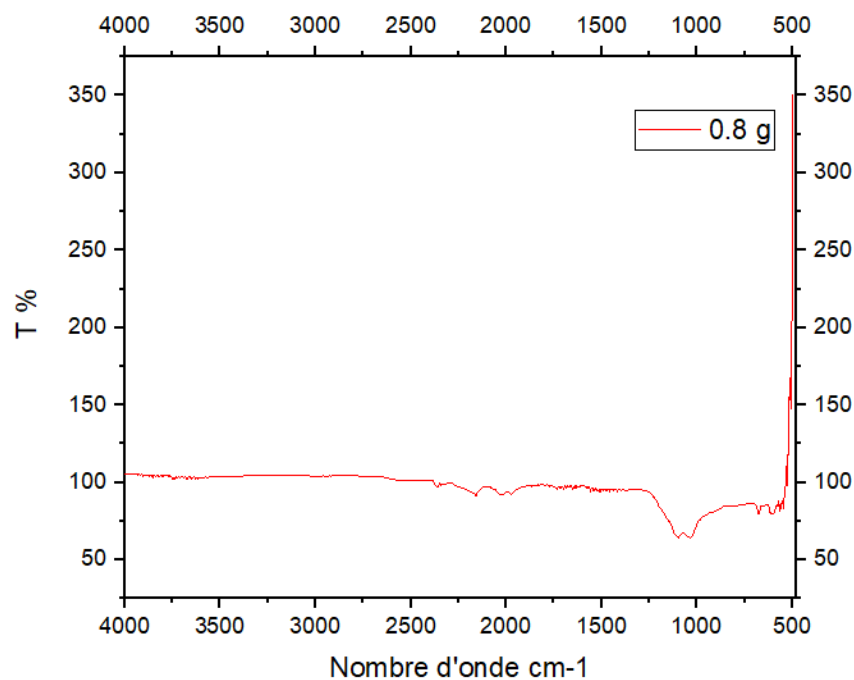
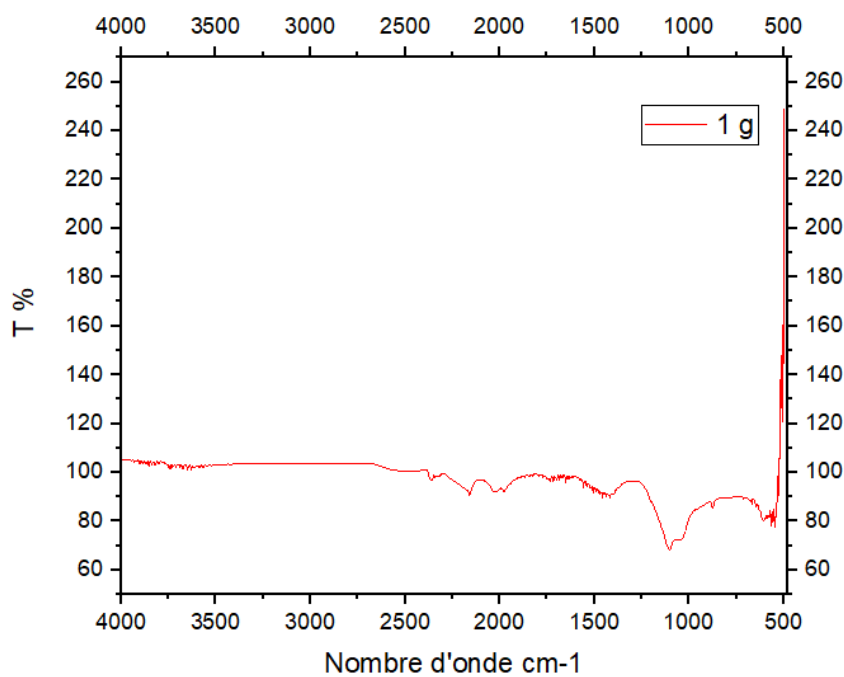


Figure IV.16 : Spectre FTIR des NPs synthétisée à 85 °C traité à 500 °C pendant 3h pour 0.6g d'acétate de zinc dans 100mL de l'extrait.



*Figure IV.17 : Spectre FTIR des NPs synthétisée à 85 °C traité à 500 °C pendant 3h pour 0.8g d'acétate de zinc dans 100mL de l'extrait.*



*Figure IV.18 : Spectre FTIR des NPs synthétisée à 85 °C traité à 500 °C pendant 3h pour 1g d'acétate de zinc dans 100mL de l'extrait.*

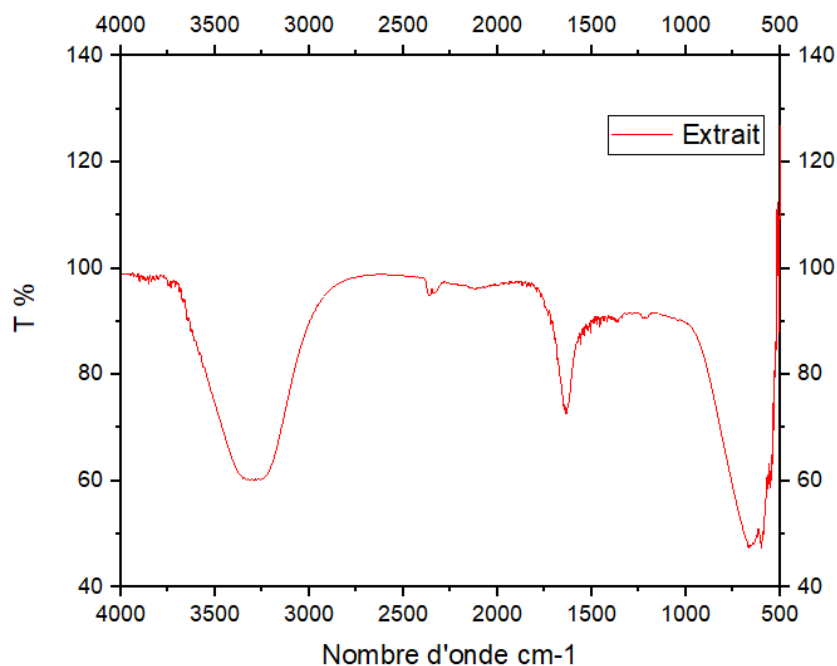


Figure IV.19 : Spectre FTIR de l'extrait synthétisée à 85 °C traité à 500 °C pendant 3h.

#### IV.3.4. Caractérisation par spectroscopie ultra-violet

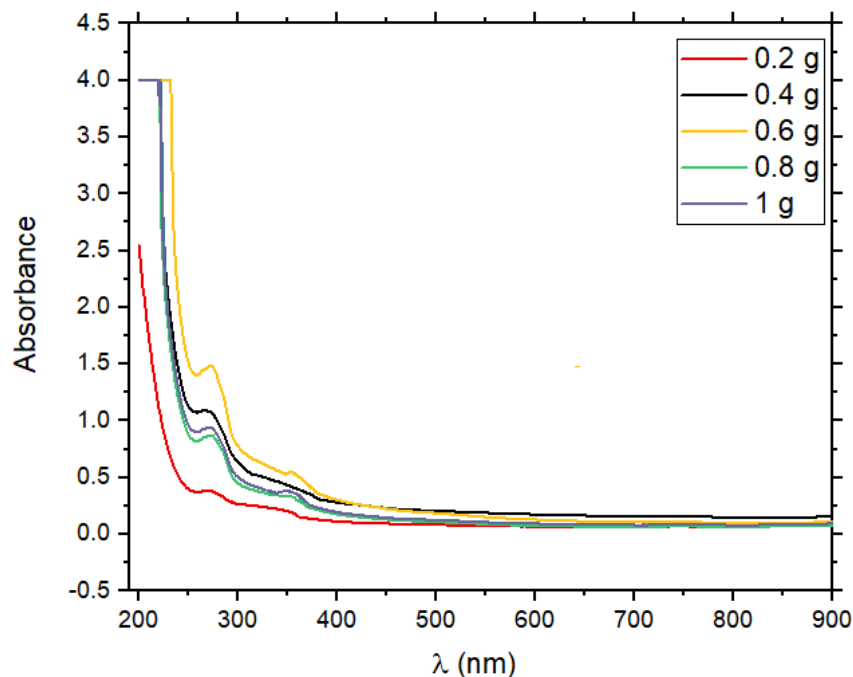


Figure IV.20 : Spectre UV-visible de l'absorbance des NPs de ZnO synthétisées par l'extrait de Phoenix Dactylifera. L. synthétisée à 85 °C pendant 1h pour différentes concentrations.

Les propriétés optiques des nanoparticules synthétisées par l'extrait de phoenix Dactylifera. L synthétisées à 85°C sont représentées dans le figureIII.14. Le figure représente que la réflectance diffuse des nanoparticules dans l'UV-Visible, on remarque une large bande d'absorption dans toute la gamme spectrale spécialement entre 330 et 400nm.

Cependant, les NPs des ZnO synthétisées révèlent une absorption continue dans la gamme visible de 300 à 800 nm sans aucun pic d'absorption fort [64].

#### **IV.5. Conclusion**

L'objectif de ce travail est l'élaboration et l'étude des propriétés structurales des nano-poudres de ZnO pur, partant du fait que la diminution de la taille des particules, jusqu'à l'échelle nanométrique, présente des propriétés physiques nouvelles et ouvre des perspectives prometteuses en termes d'applications.

Les échantillons ont été élaborés par la synthèse verte, une méthode simple, non couteuse et facile à mettre en œuvre, en faisant varier la concentration massique d'acétate de zinc.

La caractérisation structurale a été effectuée par les techniques :

Diffraction des Rayons X, qui a montré que les poudres synthétisées de ZnO à partir de la synthèse verte, cristallisent dans une structure hexagonale würtzite, le calcul de la taille des particules et a montré ces derniers sont d'un ordre nanométrique.

La caractérisation spectroscopique par IR a permis de révéler toutes les liaisons chimiques existant dans les nanopoudres de ZnO, on notera en particulier les liaisons de Zn-O, on a observé également les liaisons alcynes ( $\text{C} \equiv \text{C}$ ) et groupement (C – O) des alcools, ces deux dernières sont dues aux conditions de préparation. Il faudra retenir à partir de ces résultats la confirmation de ce qu'on a trouvé par DRX c'est-à-dire que nos poudres sont des solutions solides où n'apparaît aucune nouvelle phase.

## Conclusion générale

Récemment les synthèses chimiques et physiques des nanoparticules ne peuvent pas être développées facilement à une production à grande échelle en raison de plusieurs inconvénients tels que la présence de solvants organiques toxiques, la production de sous-produits dangereux et des composés intermédiaires et une forte consommation d'énergie.

Cela pourrait conduire à une augmentation de la réactivité et de la toxicité des particules, ce qui pourrait nuire à la santé humaine et à l'environnement en raison de la composition de l'ambiguïté et du manque de prévisibilité. Par conséquent, cela conduit à des méthodes biologiques qui pourraient être plus respectueuses de l'environnement et ne causent aucun dommage à la santé.

Nous avons démontré une approche verte pour la synthèse des NPs de ZnO en utilisant Phoenix dactylifera.L comme un bioréducteur. En appliquant cette méthode, on a préparé des NPs de ZnO sans utiliser d'agents de réduction ou de coiffage nocifs.

Les résultats ont montré que ces particules pourraient être synthétisées aux conditions optimales qui conduisent à former des nanoparticules de ZnO ayant **20.31 (nm)** comme une taille moyenne. Elles sont utilisées dans le domaine du raffinage comme catalyseur et dans le domaine de la pétrochimie comme antioxydant grâce à ces propriétés qui sont caractérisées à l'aide de spectroscopies UV, IR et RX.

Le protocole présenté ici pour la synthèse des NPs de ZnO peut être étendu à d'autres NPs métalliques en raison du fait que l'extrait végétal de Phoenix dactylifera.L est fortement oxydé dans la nature et est très susceptible de réduire les métaux dans des conditions physiologiques. De plus, son abondance et son faible coût rendent également l'extrait végétal de Phoenix dactylifera.L potentiellement attrayant pour la mise à l'échelle de nanomatériaux métalliques pour explorer diverses applications catalytiques dans le domaine de raffinage et pétrochimie.

Les NPs de ZnO jouent le rôle de catalyseurs dans le domaine de raffinage. Elles sont des catalyseurs et un produit antioxydant dans la pétrochimie.

La synthèse verte à l'aide des feuilles de Dactylifera.L est une méthode non toxique, peu coûteuse, simple et non dangereuse à la nature c'est pourquoi nous recommandons les entreprises algériennes à compter sur cette méthode pour synthétiser les NPs des oxydes métalliques.

## **Références bibliographiques**

- [1] J. Al-Sabahi, T. Bora, M. Al-Abri, J. Dutta, Controlled defects of zinc oxide nanorods for efficient visible light photocatalytic degradation of phenol, *Materials*, 9 (2016) 238.
- [2] D. Das, B.C. Nath, P. Phukon, S.K. Dolui, Synthesis of ZnO nanoparticles and evaluation of antioxidant and cytotoxic activity, *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 111 (2013) 556-560.
- [4] S. Lee, Y. Jeong, S. Jeong, J. Lee, M. Jeon, J. Moon, Solution-processed ZnO nanoparticle-based semiconductor oxide thin-film transistors, *Superlattices and Microstructures*, 44 (2008) 761-769.
- [5] R. Augustine, E.A. Dominic, I. Reju, B. Kaimal, N. Kalarikkal, S. Thomas, Electrospun polycaprolactone membranes incorporated with ZnO nanoparticles as skin substitutes with enhanced fibroblast proliferation and wound healing, *RSC Advances*, 4 (2014) 24777-24785.
- [6] W.J. Beek, M.M. Wienk, R.A. Janssen, Efficient hybrid solar cells from zinc oxide nanoparticles and a conjugated polymer, *Advanced Materials*, 16 (2004) 1009-1013.
- [7] Chuchotezvous. (2014). Technologies Of Ancient Civilizations: The Lycurgus Cup. [Image en ligne] <<http://www.chuchotezvous.ru/gallery/tehnologii-drevnih-civilizacij-gallery/ancient-civilizations-technologies12-3200.html>>. (Consultée le 21 mai 2018).
- [8] Jeff,H. (2008). The Mayans used their fabled Maya blue colour in offerings, murals and pottery [Image en ligne].
- [9] Chronologie. (2013)"Nanotechnologie : les découvreurs, COURRIER INTERNATIONAL PARIS." *Courrierinternational*. [en ligne] Disponible:<<https://www.courrierinternational.com/article/2013/07/04/nanotechnologie-les-decouvreurs>>.(Consultée le 28 mai 2018).
- [10] D.E. Belfennache, Elaboration et étude de nanoparticules Au/TiO<sub>2</sub> et Ag/TiO<sub>2</sub>, Thèse de Doctorat, Département De Physique, Université MENTOURI, Constantine, 2012, pp.5-6.
- [11] M. Ricaud, O. Witschger, Les nanomatériaux : définitions, risques toxicologiques, caractérisation de l'exposition professionnelle et mesures de prévention, ED 6050, INRS(2012), p.07.
- [12] A. de l'Afset, R.d.E. Collective, Évaluation des risques liés aux nanomatériaux pour la population générale et pour l'environnement, *La Doc. Fr*, 3 (2010) 36-37.

- [13] E.-A. Moustafa, A. Noah, K. Beshay, L. Sultan, M. Essam, O. Nouh, Investigating the Effect of Various Nanomaterials on the Wettability of Sandstone Reservoir, *World Journal of Engineering and Technology*, Vol.03No.03 (2015) 11, p.117.
- [14] S. Foss Hansen, B.H. Larsen, S.I. Olsen, A. Baun, Categorization framework to aid hazard identification of nanomaterials, *Nanotoxicology*, 1 (2007) 243-250.
- [15] EPA-Nanotechnology-White-Paper, *Nanotechnology White Paper*. Édit (Epa) USEPA Washington). (2007), p.120.
- [16] F. Prosie, F.-X. Lesage, F. Deschamps, Nanoparticules : structures, utilisations et effets sur la santé, *La Presse Medicale*, 37 (2008), p.1432.
- [17] E. Gaffet, Nanomatériaux : différentes voies de synthèse, propriétés, applications et marchés, *Actualité et dossier en santé publique*, 64 (2008), p.22
- [18] A.A. Ayachi, Synthèse des nanoparticules d'oxydes métalliques pour des applications photocatalytiques solaires, Thèse de doctorat, Département De Physique, Université MENTOURI, CONSTANTINE, 2015, pp. 9-10.
- [19] S. Lanone, J. Boczkowski, Applications utilisant les nanotechnologies, par secteur d'activité *Questions de santé publique*, France, (2010), pp. 1-4.
- [20] A. Elkaiem, Contribution au Développement des Matériaux Nano-Composites à Base de ZnO et Polymère Etude Structural et Optique, Thèse de doctorat, département de physique, Université MENTOURI, CONSTANTINE, 2015, pp. 12-13.
- [21] Z.L. Wang, Nanostructures of zinc oxide, *Materials today*, 7 (2004) 26-33.
- [22] H. Moussa, Influence de l'association de quantum dots ZnO avec des ions Cu<sup>2+</sup> sur leur (photo) toxicité. Nouveaux matériaux ZnO/rGO pour la photocatalyse solaire, Département De Génie des procédés et des produits, Université de Lorraine, Nancy, (2016), pp.33-35.
- [23] J. Wang, X. Sun, Y. Yang, H. Huang, Y. Lee, O. Tan, L. Vayssieres, Hydrothermally grown oriented ZnO nanorod arrays for gas sensing applications, *Nanotechnology*, 17 (2006), p.4995.
- [24] Z.L. Wang, Zinc oxide nanostructures: growth, properties and applications, *Journal of physics: condensed matter*, 16 (2004), p.R831.
- [25] Z. Khaled, Elaboration et Caractérisation des nanopoudres de ZnO par Voie Chimique Sol-gel, Département des Sciences de la Matière, Université Med Khider, Biskra, 2014, p.11.

- [26] Z. Khaled, Elaboration et Caractérisation des nanopoudres de ZnO par Voie Chimique Sol-gel, Département des Sciences de la Matière, Université Med Khider, Biskra, 2014, p. 15.
- [27] R. Myriam, Aide au repérage des nanomatériaux en entreprise ED 6174, INRS(2014), pp.17-35
- [28] Antoine Eloi. (2012) "Introduction à La Spectroscopie UV-Visible." Culturesciences. Ed. Nicolas Lévy. [en ligne]  
Disponible:<<http://culturesciences.chimie.ens.fr/content/introduction-%C3%A0-la-spectroscopie-uv-visible>>.. (Consultée le 23 mai 2018)
- [29] K.J. Davies, Protein damage and degradation by oxygen radicals. I. general aspects, *Journal of Biological Chemistry*, 262 (1987) 9895-9901.
- [30] J.M. Gutteridge, D.A. Rowley, B. Halliwell, Superoxide-dependent formation of hydroxyl radicals in the presence of iron salts. Detection of 'free' iron in biological systems by using bleomycin-dependent degradation of DNA, *Biochemical Journal*, 199 (1981) 263-265.
- [31] P. Rea, J. Crowe, Y. Wickramasinghe, P. Rolfe, Non-invasive optical methods for the study of cerebral metabolism in the human newborn: a technique for the future?, *Journal of medical engineering & technology*, 9 (1985) 160-166.
- [32] R. Baldwin, Estimation of theoretical calorific relationships as a teaching technique. A review, *Journal of Dairy Science*, 51 (1968) 104-111.
- [33] G.W. Winston, F. Regoli, A.J. Dugas Jr, J.H. Fong, K.A. Blanchard, A rapid gas chromatographic assay for determining oxyradical scavenging capacity of antioxidants and biological fluids, *Free Radical Biology and Medicine*, 24 (1998) 480-493.
- [34] F. Regoli, M. Nigro, S. Bompadre, G.W. Winston, Total oxidant scavenging capacity (TOSC) of microsomal and cytosolic fractions from Antarctic, Arctic and Mediterranean scallops: differentiation between three potent oxidants, *Aquatic Toxicology*, 49 (2000) 13-25.
- [35] J.P. Saikia, S. Paul, B.K. Konwar, S.K. Samdarshi, Nickel oxide nanoparticles: a novel antioxidant, *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 78 (2010) 146-148.
- [36] S. Paul, J. Saikia, S. Samdarshi, B. Konwar, Investigation of antioxidant property of iron oxide particles by 1'-1' diphenylpicryl-hydrazyle (DPPH) method, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 321 (2009) 3621-3623.

- [37] S. Banerjee, J.P. Saikia, A. Kumar, B. Konwar, Antioxidant activity and haemolysis prevention efficiency of polyaniline nanofibers, *Nanotechnology*, 21 (2009) 045101.
- [38] W. Brand-Williams, M.-E. Cuvelier, C. Berset, Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity, *LWT-Food science and Technology*, 28 (1995) 25-30.
- [39] M.A. Dobrovolskaia, J.D. Clogston, B.W. Neun, J.B. Hall, A.K. Patri, S.E. McNeil, Method for analysis of nanoparticle hemolytic properties in vitro, *Nano letters*, 8 (2008) 2180-2187.
- [40] S. Syama, S. Reshma, P. Sreekanth, H. Varma, P. Mohanan, Effect of zinc oxide nanoparticles on cellular oxidative stress and antioxidant defense mechanisms in mouse liver, *Toxicological & Environmental Chemistry*, 95 (2013) 495-503.
- [41] D. Guo, C. Wu, H. Jiang, Q. Li, X. Wang, B. Chen, Synergistic cytotoxic effect of different sized ZnO nanoparticles and daunorubicin against leukemia cancer cells under UV irradiation, *Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology*, 93 (2008) 119-126.
- [42] D. Das, B.C. Nath, P. Phukon, S.K. Dolui, Synthesis and evaluation of antioxidant and antibacterial behavior of CuO nanoparticles, *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 101 (2013) 430-433.
- [43] A. Serpen, E. Capuano, V. Fogliano, V. Gökmen, A new procedure to measure the antioxidant activity of insoluble food components, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 55 (2007) 7676-7681.
- [44] B.V. Kumar, H.S.B. Naik, D. Girija, B.V. Kumar, ZnO nanoparticle as catalyst for efficient green one-pot synthesis of coumarins through Knoevenagel condensation, *Journal of Chemical Sciences*, 123 (2011) 615-621.
- [45] J. Safaei-Ghomi, M.A. Ghasemzadeh, Zinc oxide nanoparticles: a highly efficient and readily recyclable catalyst for the synthesis of xanthenes, *Chinese Chemical Letters*, 23 (2012) 1225-1229.
- [46] J. Safaei-Ghomi, M.A. Ghasemzadeh, Zinc oxide nanoparticle promoted highly efficient one pot three-component synthesis of 2,3-disubstituted benzofurans, *Arabian Journal of Chemistry*, 10 (2013) S1774-S1780.
- [47] M. Hosseini-Sarvari, Z. Razmi, Palladium Supported on Zinc Oxide Nanoparticles as Efficient Heterogeneous Catalyst for Suzuki Miyaura and Hiyama Reactions under Normal Laboratory Conditions, *Helvetica Chimica Acta*, 98 (2015) 805-818.

- [48] R. Bharati, S. Suresh, Biosynthesis of ZnO/SiO<sub>2</sub> nanocatalyst with palash leaves' powder for treatment of petroleum refinery effluent, *Resource-Efficient Technologies*, 3 (2017) 528-541.
- [49] R. Bharati, S. Suresh, Synthesis of ZnO Based Nanocatalyst with Palash Flower Powder for Degradation of Phenol, *Recent Advances in Chemical Engineering*, Springer(2016) 177-184.
- [50] M. Mukenga, Biodiesel production over supported zinc oxide nano-particles, *Departement De Génie Chimie, University of Johannesburg, Johannesburg, 2012*, p. 55.
- [51] A. Mansouri, G. Embarek, E. Kokkalou, P. Kefalas, Phenolic profile and antioxidant activity of the Algerian ripe date palm fruit (*Phoenix dactylifera*), *Food chemistry*, 89 (2005) 411-420.
- [52] S. ALI HAIMOUD, Etude phytochimique et rôles biologiques des variétés de *Phoenix dactylifera* (datte) de l'Algérie, Thèse de Doctorat, Département de Nutrition et Sciences des Aliments, Hassiba Benbouali, Chlef, 2017, p. 4.
- [53] E.-H. Benyahia, Caractérisation structurale et optique de couches minces formées par des agrégats des nanocristaux de ZnO, Thèse de Doctorat, Département de physique, MENTOURI, Constantine, 2012, p. 97.
- [54] C.S. Barrett, T.B. Massalski, *Structure of metals: crystallographic methods, principles and data*, 3rd rev. ed, Oxford: Pergamon (1980).
- [55] Apelh. Méthode de diffraction de poudre. [Image en ligne] <<http://apelh.free.fr/Cristaux/Diffractionpoudre.html>>. (Consultée le 18 mai 2018).
- [56] H. Bozetine, Synthèse des nanostructures de ZnO par la méthode hydrothermale et leurs applications, Thèse de Doctorat, Département de Chimie, Université Mouloud Mammeri, Tizi Ouzou, 2017, p. 52.
- [57] D. Vincent, Méthode de diffraction de poudre.[Image en ligne] <<http://dalmeyda.chez.com/cours/spectro/UV-spectro.htm>>. (Consultée le 18 mai 2018).
- [58] Culturesciences. Introduction à la spectroscopie Infrarouge (I.R.). [Image en ligne] <<http://culturesciences.chimie.ens.fr/content/introduction-a-la-spectroscopie-infrarouge-ir-754>>. (Consultée le 18 mai 2018).
- [59] N. Bel Hadj Tahar, R. Bel Hadj Tahar, A. Ben Salah, A. Savall, Effects of Individual Layer Thickness on the Microstructure and Optoelectronic Properties of Sol–Gel-Derived Zinc Oxide Thin Films, *Journal of the American Ceramic Society*, 91 (2008) 846-851.

- [60] S.A. Speakman, Estimating crystallite size using XRD, MIT Center for Materials Science and Engineering, (2014) 03-08.
- [61] A. Rush Jr, M.B. First, D.E. Blacker, Handbook of psychiatric measures, American Psychiatric Publishing, Inc (2008). p.86.
- [62] R.M. Silverstein, F.X. Webster, D.J. Kiemle, D.L. Bryce, Spectrometric identification of organic compounds, John wiley & sons. (2014). P.86
- [63] R. Myriam, Aide au repérage des nanomatériaux en entreprise ED 6174 ed., INRS (2014),pp.17-35.
- [64] M.S. Geetha, H. Nagabhushana, H.N. Shivananjaiiah, Green mediated synthesis and characterization of ZnO nanoparticles using Euphorbia Jatropa latex as reducing agent, Journal of Science: Advanced Materials and Devices, 1 (2016) 301-310.
- [65] AzoNano, (2013) "Zinc Oxide (ZnO) Nanoparticles – Properties, Applications."
- [66] S. Talam, S.R. Karumuri, N. Gunnam, Synthesis, characterization, and spectroscopic properties of ZnO nanoparticles, ISRN Nanotechnology, 2012 (2012).
- [67] A. Kołodziejczak-Radzimska, T. Jesionowski, Zinc oxide—from synthesis to application: a review, Materials, 7 (2014) 2833-2881. p.2859.
- [68] J. Wang, J.S. Lee, D. Kim, L. Zhu, Exploration of Zinc Oxide Nanoparticles as a Multitarget and Multifunctional Anticancer Nanomedicine, ACS applied materials & interfaces, 9 (2017) 39971-39984.



# ANNEXES

## **Annexe A : Applications de nanoparticules dans les différents secteurs**

Cette annexe regroupe des applications de nanoparticules dans les différents secteurs [62].

### **A.1 Construction, bâtiment et travaux publics**

<b>Application</b>	<b>Nanomatériaux</b>	<b>Propriétés / fonctionnalités</b>
Béton	Dioxyde de titane	Autonettoyant, dépollution
	Argile	Résistance au feu
	Nanotube de carbone	Légèreté, résistance mécanique, durabilité et conductivité électrique
	Silice amorphe	Fluidifiant, résistance mécanique, protection thermique
Carrelage	Dioxyde de titane	Autonettoyant, dépollution
Ciment	Dioxyde de titane	Autonettoyant, dépollution
	Noir de carbone	Pigment
	Silice amorphe	Fluidifiant et résistance mécanique
Matériaux d'isolation	Silice amorphe	Protection thermique
Membrane bitumineuse	Dioxyde de titane	Autonettoyant, dépollution
Revêtement routier	Dioxyde de titane	Autonettoyant, dépollution
Revêtement pour l'acier, le béton, la pierre, le verre, etc.	Argent	Antibactérien
	Dioxyde de titane	Autonettoyant, résistance aux UV et IR
	Oxyde d'aluminium	Résistance aux rayures
	Oxyde de zinc	Autonettoyant, résistance aux UV et IR
	Silice amorphe	Résistance aux rayures, résistance à l'eau, antiadhésif
Revêtement pour le bois	Argile	Anti-décolorant
	Dioxyde de cérium Oxyde de zinc	Résistance aux UV
	Oxyde d'aluminium	Résistance aux rayures
	Polymère carbone fluoré	Résistance à l'eau
	Silice amorphe	Résistance aux rayures

	Argile	Anti-décolorant
Revêtement pour outils	Carbure de tungstène	Résistance à l'usure et à la température
Verre	Dioxyde de cérium	Résistance aux UV
	Dioxyde de titane	Autonettoyant, dépollution et déperlant
	Oxyde de tungstène	Résistance aux IR
	Oxyde de zinc	Autonettoyant
	Polymère carboné fluoré	Résistance à l'eau et aux solvants

## A.2. Cosmétique, produit et équipement de soin et d'hygiène

Application	Nanomatériaux	Propriétés / fonctionnalités
Coloration et décoloration capillaires	Dioxyde de titane	Pigment Abrusif, opacité, épaississant
	Oxyde de fer	
	Oxyde de chrome	
	Silice amorphe	Antibactérien
Crème de soin (et autres produits de soin : démaquillant, nettoyant, exfoliant, etc.)	Argent	Matité
	Argile	Absorbeur UV, matité
	Dioxyde de titane	
	Fullerène	Antioxydant
	Or	Cicatrisant, absorbeur UV
	Oxyde de zinc	
	Dendrimère (polymère)	Encapsulation
	Nanocapsule (polymère)	Épaississant
	Silice amorphe	
Crème solaire	Oxyde de cérium	Absorbeur UV
	Dioxyde de titane	
	Oxyde de zinc	
Dentifrice	Argent	Antibactérien
	Carbonate de calcium	Abrusif, épaississant
	Silice amorphe	
	Dioxyde de titane	Pigment

	Hydroxyde d'aluminium	Abrasif
	Phosphate de calcium	Antibactérien
	Peroxyde de calcium	Blancheur
Déodorant	Argent	Antibactérien
	Dioxyde de titane	
Équipements de soin : brosse à cheveux, rasoir électrique, brosse à dents, sèche-cheveux, fer à friser, etc.	Argent	Antibactérien
	Dioxyde de titane	
Maquillage : mascara, vernis à ongles, fard à paupières, fond de teint, rouge à lèvres, etc.	Argile	Matité
	Silice amorphe	
	Carbonate de calcium	Opacité
	Dioxyde de titane	Pigment, matité, opacité
	Noir de carbone Oxyde d'aluminium Oxyde de chrome Oxyde de fer	Pigment
	Oxyde de zinc	
Shampooing, savon	Argent	Antibactérien
	Cuivre	

### A.3. Energie et environnement

	Application	Nanomatériaux	Propriétés / fonctionnalités
Energie	Éclairage	Quantum dot (séléniure de cadmium, sulfure de cadmium, etc.)	Rendement et rendu de l'éclairage
		Oxyde d'aluminium	Rendu de l'éclairage

	Cellule photovoltaïque	Silicium, indium, gallium, sélénium, etc. Dioxyde de titane Oxyde de zinc Nanotube de carbone	Rendement
	Batterie	Terre rare (lanthane, cérium, néodyme, etc.)	Substitution des métaux lourds
		Nanotube de carbone Noir de carbone	Conductivité
		Titanate de lithium	Performance, durée de vie
	Pale d'éolienne	Nanotube de carbone	Résistance mécanique
Pile à combustible	Nanotube de carbone	Rendement	
Environnement	Agent de dépollution des eaux et sols	Argent Dioxyde de titane Oxyde de fer Palladium Polyuréthane amphiphile	Dégradation/adsorption de contaminants (arsenic, pesticides, hydrocarbures aromatiques polynucléaires, etc.)
		Or	Détection du mercure
	Membrane organique (filtration des liquides et des gaz)	Argent	Antibactérien
		Dioxyde de titane	Dépollution
		Nanofilament de polymères (polyamide, polyacrylonitrile, etc.)	Efficacité
	Membrane organique (filtration des liquides et des gaz)	Oxyde d'aluminium Dioxyde de zirconium Oxyde de fer Dioxyde de titane	Limitation de l'utilisation de produits toxiques lors de la fabrication
	Additif pour diesel	Dioxyde de cérium Oxyde de fer	Catalyseur de combustion de matières particulaires (dépollution automobile)
	Pot catalytique	Dioxyde de cérium Or	Catalyseur d'oxydation du monoxyde de carbone (dépollution automobile)

## A.4. Peinture, vernis et encre

Application	Nanomatériaux	Propriétés / fonctionnalités
Peinture (intérieure et extérieure)	Argent	Antibactérien
	Argile	Charge
	Carbonate de calcium	Effets irisés, opacité, charge
	Dioxyde de cérium	Résistance aux UV, anti-graffitis
	Dioxyde de titane	Autonettoyant, dépollution, résistance
	Hydroxyde d'aluminium	aux UV, résistance aux rayures
	Nanotube de carbone	Saturation
	Nickel	Résistance mécanique, résistance
	Noir de carbone	à l'abrasion, conductivité électrique,
	Oxyde d'aluminium	résistance aux UV
	Oxyde de fer	Résistance à l'abrasion
	Oxyde de zinc	Pigment, pouvoir couvrant
	Polymère carboné fluoré	Résistance aux rayures et à l'abrasion,
	Silice amorphe	résistance aux UV
Sulfate de baryum	Pigment	
Vernis	Dioxyde de titane Oxyde de zinc	Autonettoyant, dépollution, résistance aux UV
	Hydroxyde d'aluminium	Saturation
	Noir de carbone	Pigment, pouvoir couvrant
	Silice amorphe	Matité, durabilité, résistance mécanique, viscoélasticité
Encre	Argent	Conductivité microélectronique
	Argile	Charge
	Dioxyde de titane	Pigment, stabilité du jet

	Noir de carbone Oxyde d'aluminium Oxyde de fer	Pigment
	Or	Conductivité microélectronique
	Silice amorphe	Charge, viscoélasticité, anti-agglomérant
Adhésif et mastic	Carbonate de calcium	Charge
	Noir de carbone	Pigment
	Silice amorphe	Résistance aux rayures et à l'abrasion, charge, viscoélasticité
Lasure	Argent	Antibactérien
	Dioxyde de cérium	Résistance aux UV
	Dioxyde de titane	Autonettoyant, dépollution, résistance aux UV, résistance aux rayures
Laque	Noir de carbone	Pigment

#### A.5. Pharmacie et santé

Application	Nanomatériaux	Propriétés / fonctionnalités
Détection, marquage et imagerie biologique	Or	Optique, biocompatibilité, biodisponibilité
	Oxyde de fer	Magnétisme
	Nanotube de carbone Oxyde de terre rare (oxyde d'yttrium, oxyde de gadolinium, etc.) Quantum dot (séléniure de cadmium, sulfure de cadmium, etc.)	Luminescence
Dispositifs médicaux : fil de suture, seringue, cathéter, bande de contention, etc.	Argent Oxyde de zinc	Antibactérien
	Diamant	Dureté
Excipient	Dioxyde de titane	Pigment

	Silice amorphe	
Implant médical et prothèse	Cellulose	Résistance mécanique
	Hydroxyapatite	Adhésion
	Nanotube de carbone Oxyde de zirconium	Résistance mécanique
Pansement, gel et crème	Argent Oxyde de zinc	Antibactérien
Radiothérapie et thermothérapie	Or Oxyde de fer Oxyde de terre rare (oxyde de gadolinium, oxyde d'hafnium, etc.)	Transport d'agents thérapeutiques
Vectorisation de médicaments, de protéines, de gènes, d'agents de contraste, etc.	Dendrimère (polymère) Fullerène Nanocapsule (polymère) Nanosphère (polymère) Nanotube de carbone	Encapsulation et transport dans l'organisme (délivrance vers un organe, un tissu ou une cellule)

#### A.6. Plasturgie et caoutchouc

Application	Nanomatériaux	Propriétés / fonctionnalités
Caoutchouc : pneumatique, semelle de chaussure, câble, joint, etc	Carbonate de calcium Silice amorphe	Charge
	Hydroxyde d'aluminium	Retardateur de flamme, épaississant, anti-adhérent, résistance aux rayures
	Nanotube de carbone	Résistance à l'abrasion et à la déchirure, conductivité électrique, résistance aux UV
	Noir de carbone	Pigment, résistance à l'usure, résistance aux UV, conductivité électrique
	Fullerène Nanofibre de carbone	Résistance mécanique

	Oxyde d'aluminium	
	Oxyde de zinc	Résistance à l'abrasion, dureté, résistance aux UV, dépolluant
Plastique biodégradable	Cellulose	Résistance mécanique, transparence, imperméabilité aux gaz
Plastique pour l'emballage, l'automobile, la tuyauterie, les équipements électroménagers, les articles de sport, les jouets, l'hygiène, etc	Argent	Antibactérien
	Argile	Résistance au feu, charge
	Carbonate de calcium	Charge
	Fullerène	
	Oxyde d'aluminium	Résistance mécanique
	Hydroxyde d'aluminium	Retardateur de flamme, épaississant, anti-adhérent, résistance aux rayures
	Nanofibre de carbone	Résistance mécanique, légèreté
	Nanotube de carbone	Résistance à l'abrasion et à la déchirure, conductivité électrique (antistatique), résistance aux UV, légèreté
	Nitride de titane	Protection thermique
	Noir de carbone	Pigment, résistance à l'usure, résistance aux UV, conductivité électrique
	Silice amorphe	Charge, viscosité

### A.7. Textile, habillement, papier et carton

	Nanomatériaux	Nanomatériaux	Propriétés / fonctionnalités
Textile	Nanofilament de polymères (polyamide, polyester, polyacrylonitrile, etc.)	Nanofilament de polymères (polyamide, polyester, polyacrylonitrile, etc.)	Efficacité
	Argent	Argent	Antibactérien, pigment, teignabilité
		Cuivre	Antibactérien
		Cyclodextrine, ethercouronne	Anti-odeur
		Argile	Teignabilité, résistance mécanique, retardateur

Textile			de flamme
		Oxyde de zirconium	Réflexion des IR
		Dioxyde de titane	Résistance aux UV, autonettoyant, antibactérien, retardateur de flamme
		Nanofilament de polymères (polyamide, polyester, etc.)	Imper-respirant
	Habillement	Nanotube de carbone	Retardateur de flamme, résistance mécanique, conductivités thermique et électrique
		Noir de carbone	Conductivités thermique et électrique
		Or	Teignabilité
Oxyde d'aluminium		Résistance aux UV, réflexion des IR, autonettoyant, résistance à l'abrasion	
Oxyde de terre rare (oxyde d'yttrium, oxyde de gadolinium, etc.) Quantum dot (séléniure de cadmium, sulfure de cadmium, etc.)		Traçabilité, anti-contrefaçon	
Oxyde de zinc		Résistance aux UV, autonettoyant	
Silice amorphe	Retardateur de flamme, hydrophobie, anti-tache, antiadhésif		

## Annexe B : Propriétés de ZnO

### B.1. Propriétés chimiques de ZnO

Les propriétés chimiques de ZnO nanoparticule sont citées au tableau suivant [65] :

Informations chimiques	
Symbole chimique	ZnO

CAS No	1314-13-2
Groupe	Zinc 12 Oxygène 16
Configuration électronique	Zinc [Ar] 3d <sup>10</sup> 4s <sup>2</sup> Oxygène [He] 2s <sup>2</sup> 2p <sup>4</sup>
<b>Compositions chimiques</b>	
<b>Élément</b>	<b>Contenu (%)</b>
Zinc	80.34
Oxygène	19.6

### B.2. Propriétés physiques de ZnO

Le tableau suivant représente des propriétés physiques de ZnO nanopoudre [65]

Propriétés	Métrique	Imperial
Densité	5600 kg/m <sup>3</sup>	0.202 lb/in <sup>3</sup>
Masse molaire	81.40 g/mol	-

### B.3. Propriétés thermiques de ZnO

Le tableau suivant représente des propriétés physiques de ZnO nanoparticules [65] .

Propriétés	Métrique	Imperial
Point de fusion	1975°C	3587°F
Point d'ébullition	2360°C	4280°F

### B.4. Une propriété structurale

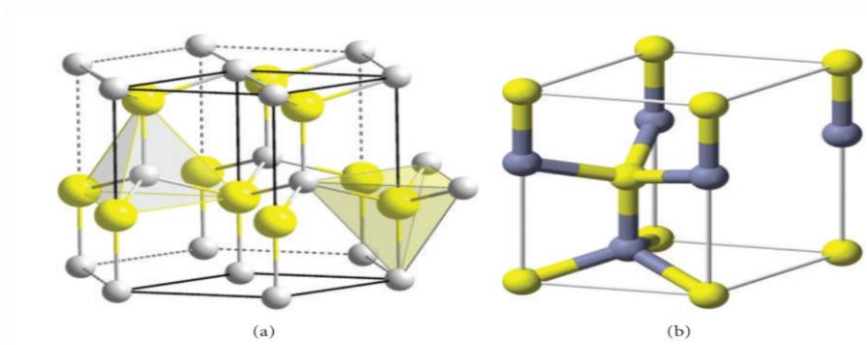
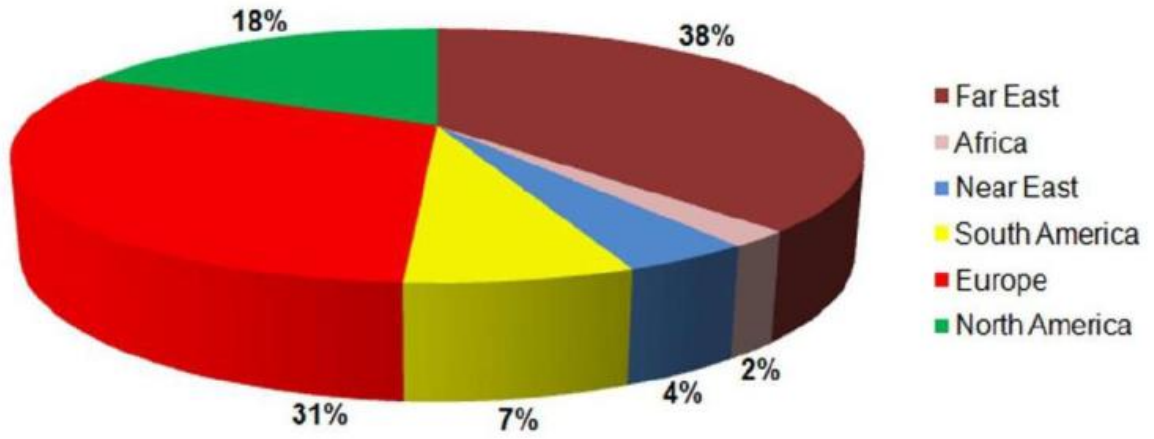


Figure 1: Structure de ZnO: (a) le modèle de structure wurtzite; (b) la cellule unité wurtzite.[68]

**Annexe C : Consommation mondiale d'oxyde de zinc**



*Figure 2 : Consommation mondiale d'oxyde de zinc [68].*

## RESUME

Les nanoparticules de ZnO ont des propriétés uniques donc elles sont présentes dans plusieurs domaines industriels comme un autonettoyant, un absorbeur d'UV, un antibactérien, un dépolluant, un antioxydant ou un catalyseur...etc.

Les nanoparticules de ZnO ont été synthétisées par la synthèse verte en utilisant l'acétate de zinc, l'eau distillé et les feuilles de Phoenix Dactylifera.L et caractérisées à l'aide de spectroscopies UV-vis, RX et IR. Nous avons trouvé que la taille moyenne d'une nanoparticule d'oxyde de zinc est égale à **20.31** (nm) et montré que la croissance de sa taille varie linéairement avec la concentration massique d'acétate de zinc initiale.

**Mots clés :** ZnO, nanoparticule, synthèse verte, feuilles de Phoenix Dactylifera.L

## ملخص

تتميز الجسيمات النانوية لأكسيد الزنك بخصائص فريدة من نوعها ولذلك نجد هذه الجسيمات لأكسيد الزنك متواجدة في العديد من المجالات الصناعية عبارة عن منظف ذاتي، ماص للأشعة ما فوق البنفسجية، مضاد للجراثيم، مطهر، مضاد للتأكسد أو محفز...الخ.

الجسيمات النانوية لأكسيد الزنك أنتجت بالتوليف الأخضر بإستعمال أسيتات الزنك، الماء المقطر و أوراق النخيل وقد تمت دراسة خصائص هذه الجسيمات بواسطة الأشعة ما فوق البنفسجية، أشعة X و الأشعة تحت الحمراء. لقد وجدنا أن متوسط حجم الجسيم يساوي **20.31** نانومتر وبرهنا أن الزيادة في حجمه تتناسب خطيا مع الزيادة في التركيز الكتلي الأولي لأسيتات الزنك.

**كلمات مفتاحية :** أكسيد الزنك، الجسيمات النانوية، التوليف الأخضر، ورق النخيل.