



République Algérienne Démocratique et Populaire



Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

Université de HammaLakhder El Oued

Faculté de la Technologie

Département de génie des procédés et la pétrochimie

Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de

Master

Filière : Génie des Procédés

Option : Génie Chimique

*Etude bibliographiques sur la
synthèse verte de nanoparticules de
ZnO*

Soutenu le

Présenté par :Bensghiar Rabia

Berinouba Fatma Zohra

DEVANT LE JURY

Président

Nom et prénom

Université d'El Oued

Examineur

Nom et prénom

Université d'El Oued

Directeur de mémoire

Barani Djamel

M.A.B

Université d'El Oued

Promotion: 2020

Dédicace

Je dédie ce modeste travail à :

Mes chers parents Ahmed et Khadîdja qui irriguent mon grand amour et mon respect ; surtout à ma mère qui m'a apporté soutien et affection.

Ma seul sœur et mes frères : Feyrouz, Mohammed, Abd El Basset, Ismail, Riadh, et mes sœurs de ma deuxième maman : Habiba, djazia, Dalal surtout Djohainapour leurs encouragements permanents, et leur soutien moral.

À mes nièces et neveux : Aredj, Siradj, Tesnim, Mariya, Ihsen, Chifae, Jouri, Mohammed.

Mon fiancé et ma future famille.

Tous mes chers amis: Imen, Fatma, Nachoua, Wissam, Samah, Asma, Wissal, Ibtihal ,Ines, Lina, Aroua, Khawla, Wahiba, Faten, Bouthaina.

A toute Ma famille, et tous ceux qui me sont chers.

Benseghiar Rabia



Dédicace

Je dédie ce modeste travail :

A mes chers parents Faouzi et Saadia pour tous leurs sacrifices, amour, tendresse, soutient le long de mes études, surtout ma mère qui a tout sacrifié pour moi. Merci parce que tu es là, tu resteras toujours dans mon cœur.

A mes frères et mes sœurs :Houda, Sofian, Meriam Aya, et surtout ma petite frère Asoumi.

A mes chères amies : Rabia, Imen et Yousef

A toute Ma famille, et à chaque personne avec qui le bien et l'amour m'ont amené.

Fatma Zohra Berinouba



Remerciement

Nous remercions tout d'abord Allah le tout Puissant pour la volonté, la santé et la patience qu'il nous a données pour terminer ce modeste travail.

Ce sujet a été proposé par Monsieur **Djamel Barani**, enseignant au département de génie des procédés et la pétrochimie, Université HammaLakhder –El Oued- nous lui exprimons plus vifs remerciements ainsi que notre profonde gratitude pour avoir orienté, dirigé ce travail et également pour tous ses conseils dans l'élaboration et la conception de ce mémoire.

Nous ajouterons que ses qualités humaines, et en d'autant que sa patience et ses encouragements nous ont permis de travailler dans les meilleures conditions.

Nous remercions le président du jury, membres du jury, qui nous ont honorés en jugeant notre travail.

Nous tenons particulièrement à remercier nos amies Sabrina Ben guessoum et Hadjer Mammrine pour leurs aides précieuses à faire le travail.

Enfin, vifs remerciements à tous ceux qui nous ont aidés de près ou de loin.



Sommaire

Sommaire	I
Liste des Figures	IV
Liste des tableaux	VI
Liste des Abréviations	VII
Introduction générale	01
CHAPITRE I : Palmier dattier et Composé phénolique	
I. Palmier Dattier	04
I.1 Introduction	04
I.2. Définition du palmier dattier	04
I.3. Classification des palmiers dattier	05
I.4. Description botanique du palmier dattier	05
I.4.1. System racinaire	05
I.4.2. Système végétatif	05
I.5. Cycle de vie du palmier	06
I.6. Distribution géographique	07
I.6.1 Distribution dans le monde	07
I.6.2. Distribution en Algérie	08
II. Composés Phénoliques	08
II.1. Généralité	08
II.2. Les principales classes de composés phénoliques	08
II.3. Intérêts et propriétés des polyphénols	09
Conclusion	10
CHAPITRE II : Oxyde de zinc et techniques de caractérisation	
I. Oxyde de zinc	13
I.1. Introduction	13
I.2. Généralité sur le composé ZnO	13
I.3. Mécanisme de formation de ZnO	14
I.4. Propriétés de ZnO	14
I.4.1. Propriétés structurales de ZnO	14
I.4.2. Propriétés électriques de ZnO	16
I.4.3. Propriétés optique de ZnO	16

I.5. Méthodes de synthèses	16
I.6. Applications de l'oxyde de zinc	17
I.6.1. Application de ZnO sous forme de poudre	17
I.6.2. Application de ZnO sous forme des couches minces	18
II. Techniques de caractérisations	18
II.1. Microscopie électronique à balayage (MEB)	18
II.2. Diffraction des rayons X (DRX)	19
II.3. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)	21
II.4. La spectroscopie UV visible	23
Conclusion	24

Chapitre III : Etude bibliographiques sur la synthèse verte de nanoparticules de ZnO

1. Introduction	29
2. Biosynthèse verte et caractérisation des nanoparticules d'oxyde de zinc à l'aide d'extrait aqueux de macro algue marine brune <i>Sargassum muticum</i>	29
2.1. Synthèse et caractérisation des nanoparticules de ZnO	29
2.2. Résultats et discussions	29
2.2.1. Analyse par la spectroscopie Infrarouge (FTIR)	29
2.2.2. Analyse par MEB	30
2.2.3. Analyse par DRX	31
2.2.4. Analyse par UV-vis	31
3. Biosynthèse et caractérisation de nanoparticules d'oxyde de zinc à l'aide de la plante <i>Eichhornia crassipes</i> : Une approche de chimie verte	32
3.1. Synthèse des nanoparticules d'oxyde de zinc à l'aide de l'extrait des feuilles	32
E. <i>Crassipes</i>	
3.2. Résultats et discussion	32
3.2.1. Analyse par UV – vis	32
3.2.2. Analyse par XRD	33
3.2.3. Analyse par MEB/EDX	33
4. Synthèse verte facile de nanoparticules d'oxyde de zinc à l'aide de l'extrait d' <i>Eucalyptus globulus</i>	34
4.1. Synthèse de nanoparticules d'oxyde de zinc	34
4.2. Résultats et discussion	34

4.2.1. Analyse par spectroscopie UV-visible	34
4.2.2. Analyse par diffraction des rayons X (XRD)	35
4.2.3. Analyse par MEB	36
4.2.4. Étude de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)	36
5. Synthèse verte de nanoparticules de ZnO à l'aide d'extrait de feuille de phoenix dactylifera.L	37
5.1 Synthèse et caractérisation des nanoparticules de ZnO	37
5.2. Résultats et discussion	38
5.2.1. Analyse par spectroscopie UV-visible	38
5.2.2. Analyse par la spectroscopie Infrarouge (FTIR)	39
5.2.3. Analyse par DRX	40
5.2.4. Analyse par MEB	41
Conclusion	43
Conclusion Générale	46
Résumé	

Liste des Figures

	Titre	Page
	Chapitre I : Palmier dattier et Composé phénolique	
I.1	schéma du Palmier dattier	04
I.2	Schéma d'un palmier	06
	Chapitre II : Oxyde de zinc et techniques de caractérisation	
II.1	Structures cristallines de ZnO	15
II.2	Structure cristalline du ZnO (Wurtzite)	15
II.3	Schéma de principe d'un MEB	19
II.4	Photographie de l'appareil MEB	19
II.5	Principe de la loi de Bragg	20
II.6	Photographie de l'appareil utilisé pour réaliser DRX	21
II.7	Schéma de fonctionnement de l'appareil FTIR	22
II.8	Photographie de l'appareil FTIR	23
II.9	Schéma du principe de la spectroscopie UV-Vis	24
	Chapitre III : Etude bibliographiques sur la synthèse verte de nanoparticules de ZnO	
III.1	Spectres FTIR de (a) S.muticum,(b) S.muticum formaient des NP de ZnO et (c) des NP de ZnO pur	30
III. 2	L'image MEB des NP ZnO	30
III.3	III.3 : Modèle XRD de NPsZnO	31
III.4	(A) Spectroscopie UV et (B) graphiques de $(\alpha h\nu)^2$ sur $h\nu$ de NPsZnO purs	31
III.5	(A) spectres UV-vis et (B) spectres XRD de nanoparticules d'oxyde de zinc synthétisées à partir d'Eichhornia crassipes	33
III.6	(A) Analyse MEB, (B) Analyse EDX de nanoparticules d'oxyde de zinc synthétisées à partir d'E.crassipes	34
III.7	(a) Spectres d'absorption UV-visible des NPs de ZnO synthétisés en utilisant l'extrait de plante d'Eucalyptus globulus (b) L'énergie de gap des NPs de ZnO	35
III.8	Modèle XRD de NPsZnO synthétisé	35
III.9	Images MEB de NPsZnO à différents grossissements (a) grossissement de 1 μ m, (b) grossissement de 100 nm	36
III.10	Spectres FTIR de (a) NPs de ZnO synthétisés et (b) l'extrait de	37

plante d'Eucalyptus globulus

III.11	Absorbance UV-vis de la solution de nanoparticules d'oxyde de zinc synthétisée avec différentes concentrations d'acétate de zinc	38
III.12	Spectres de transmittance UV-vis de la solution de nanoparticules d'oxyde de zinc préparée avec différentes concentrations.	39
III.13	Spectre FTIR de Phoenix dactylifera.L extrait et les nanoparticules de ZnO préparées comme fonction de concentration	40
III.14	Diagrammes de diffraction des rayons X des nanoparticules de ZnO en fonction de la concentration.	41
III.15	Images MEB de nanoparticules de ZnO synthétisées vertes: a) 0,01 M, b) 0,05 M, c) 0,1 M, c') Image focalisée 0,1 M, d) 0,2 M, e) 0,4 M, e') Image focalisée 0,4 M, f) 0,6 M	42

Liste des tableaux

Tableau N°	Titre	Page
	Chapitre I: Palmier dattier et composé phénolique	
Tableau I.1	Classification du palmier dattier	05
Tableau I.2	Le cycle de vie du palmier	07
Tableau I.3	Les principales classes de composés phénoliques	09
	Chapitre II: Oxyde de zinc et techniques de caractérisation	
Tableau II.1	Caractéristique cristallographique de ZnO	16

Liste des Abréviations

Symbole	Désignation
%	Pourcentage
°	Degré
Å	Angström
Ac	l'acétate
Ag	Argent
Au	Aurum
C	Carbone
°C	Degré Celsius
Cl	Chlore
Cl ₂	Dichlore
Cm	Centimètre
CO ₂	Le dioxyde de carbone
CO ₃	Carbontrioxide
COOH	acide carboxylique
Cu	Cuivre
D	Diamètre
d	Distance
DEX	la dispersion d'énergie des rayons X.
dhkl	Distance inter-réticulaire de famille {hkl} d'un cristallin (en nm)
DRX	Diffraction des rayons X
eV	Electron-volt
Fe	le Fer
FTIR	Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier
g	gramme.
h	Heure
H ₂ O	La molécule d'eau
H ₂ S	Le sulfure d'hydrogène
HCl	Chlorure d'hydrogène
HCPZ	hexa hydroxycarbonate de pentazine
HO	Hydroxyde.
IR	la spectroscopie Infrarouge

JCPDS	Joint Committee for Powder Diffraction Standards
KeV	kiloElectron-volt
MEB	Microscopie Electronique à Balayage
min	minute.
ml	Millilitres
mm	Millimetre
N	Newton
Na	Sodium
NaOH	Hydroxyde de Sodium.
Ni	Nickel
nm	nanomètre.
NO ₃	Nitrate
NP	la nanoparticule.
O ₂	Oxygène
OTC	Oxyde transparent et conducteur
Pd	Palladium
Pt	Platinum.
Sol-gel	Solution-gélification
Tr	Tours
UV-vis	la spectroscopie Ultra-Violet-visible.
Zn	le Zinc
ZnONP	la nanoparticule d'oxyde de Zinc.
α	coefficient d'absorption
H	Constant de Planck
λ	La longueur d'onde du faisceau de rayons X en DRX
Hkl	Indices de Miller
θhkl	Angle auquel apparaît le pic dans un spectre de diffraction X (en °)
n	L'ordre de diffraction
U	La fréquence
μm	Micromètre



Introduction générale

Introduction générale

L'objectif de la nanotechnologie consiste à produire des objets ou matériaux ayant une taille des grains inférieurs à 100 nanomètres. Ces nanomatériaux sont composés de nanoparticules qui, contrairement aux particules très fines d'origine naturelle ou provenant d'une combustion, sont produites intentionnellement. Les nanomatériaux peuvent être des métaux, céramiques, carbones, polymères ou encore des silicates qui présentent l'intérêt d'avoir des caractéristiques spécifiques et unique par rapport aux mêmes matériaux à l'échelle macroscopique. L'acquisition de ces nouvelles propriétés physico-chimiques ouvre ainsi un immense champ de recherches fondamentales et appliquées regroupées sous l'appellation de «nanosciences».

Généralement, diverses techniques sont utilisées pour les synthèses de nanoparticules (NP) à savoir. Ablation laser, chimique réduction, etc. Ces techniques conventionnelles, par ex. réduction chimique méthode, dans lesquels divers produits chimiques dangereux sont utilisés pour la synthèse des NP deviennent plus tard responsables d'innombrables risques sanitaires en raison de leur toxicité et mettant en danger de graves préoccupations pour l'environnement, alors que d'autres approches sont coûteuses, nécessitent une énergie élevée pour la synthèse de NPs.

Cependant, la méthode de biosynthèse (verte) pour la production de NP est respectueuse de l'environnement et sans polluants chimiques. Ils utilisent des extraits de produits naturels, des enzymes ou des protéines utilisées pour réduire et stabiliser la formation de NP.

Parmi les oxydes des semi-conducteurs on trouve l'oxyde de zinc (ZnO) qui est parmi les oxydes métalliques retrouvés grandement dans l'environnement, présente des propriétés très intéressantes, et utilisé dans des domaines aussi divers et variés tels que les industries pharmaceutiques, électroniques, cosmétiques et médicales.

L'objet de cette étude consiste à une recherche bibliographique sur la production des nanoparticules de ZnO par la synthèse verte a laide d'extrait des plantes suivi par des caractérisations par diffraction des rayons X et spectroscopie infrarouge a transformé de fourrier et la microscopie électronique à balayage, pour cela, le mémoire est organisé en trois chapitres :

Chapitre I : présente des généralités sur les Palmier Dattier et les composés phénoliques.

Chapitre II : présente des généralités sur l'oxyde de zinc et techniques de caractérisation.

Chapitre III : présente une étude bibliographique sur la synthèse verte de nanoparticules de ZnO.

Enfin une conclusion générale.



Partie
Bibliographique



CHAPITRE I :
Palmier dattier et
Composés phénolique

I. Palmier Dattier

I.1 Introduction

Le palmier dattier connu depuis l'Antiquité, était considéré par les égyptiens comme un symbole de fertilité, représenté par les carthaginois sur les pièces de monnaies et les monuments. Et utilisé par les grecs et les latins comme ornement lors des célébrations triomphales. Dans les traditions chrétiennes, les feuilles représentent un symbole de paix et rappellent l'entrée de Jésus dans Jérusalem. Le terme générique est un nom antique déjà, utilisé par les grecs pour dénommer les plantes de ce genre.

Dans la première partie de ce chapitre, nous présenterons une étude bibliographique sur le palmier dattier. Nous révélerons un ensemble complet d'informations sur le palmier dattier, en particulier les parties du palmier. Les zones de distribution seront affichées.

La deuxième partie de ce chapitre étudiera les composés phénoliques, ses principales classes découvriront également ses propriétés, et sa biosynthèse.

I.2. Définition du palmier dattier : Le dattier est une espèce xérophile, il ne peut fleurir et fructifier normalement que dans les déserts chauds. Le palmier dattier fait l'objet d'une plantation intensive en Afrique méditerranéenne et au Moyen-Orient[1]

Les palmiers (*Phoenix Dactylifera*, L) occupent une place importante dans les oasis et les déserts, et grâce à sa morphologie distinguée, il a réussi à s'adapter dans ces zones au climat difficile[2]

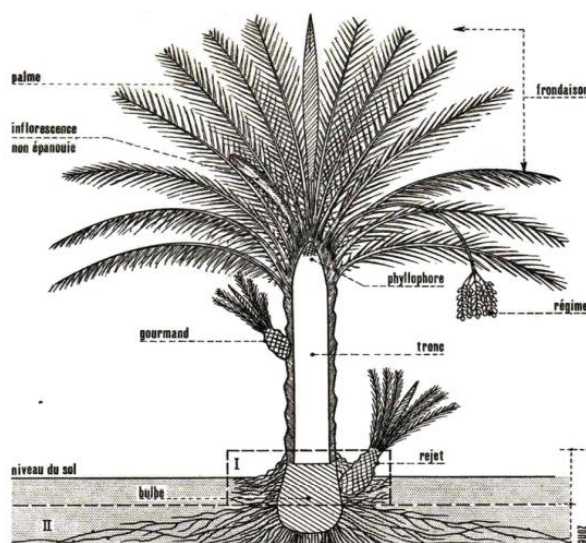


Figure I.1:schéma du Palmier dattier[3]

I.3. Classification des palmiers dattier: Le nom scientifique du palmier dattier est Phoenix Dactylifera et est divisé en deux parties la première est destinée aux Grecs préhistoriques de l'arbre phénicien, et la deuxième section Dactylifera est dérivée du mot dactylos qui signifie doigts allusion faite à la forme du fruit [1] .La famille des palmiers Areaceae comprend environ 240 genres et environ 4000 espèces, se propageant dans les régions tropicales et subtropicales C'est un arbre à feuilles persistantes, monocotylédone et dioecious·c'est-à-dire que les fleurs mâles portent sur l'arbre et loures femelle sur un autre arbre, ce qui nécessite d'interférer avec la pollinisation pour assurer une bonne production de fruits. Le tableau I.1 montre la classification du Palmier dattier[2]

Tableau I.1: Classification du palmier dattier[1]

Group	Spadiciflores
Ordre	Palmles
Famille	Palmacées
Sous-famille	Coryphoïdées
Tribu	Phoenicées
Genre	Phoenix
Espèce	Phoenix dactylifera.L

I.4. Description botanique du palmier dattier :

La morphologie est importante pour étudier les composants du palmier et définir les caractéristiques de cet arbre qui pousse dans une région spéciale [2]

I.4.1. System racinaire

Le palmier dattier dépend du système racinaire pour l'absorbeur d'eau et la nourriture du sol, ce sont des racines transversales fibreuses qui ont généralement de la zone périphérique à la base de la tige et en grand nombre racines mineures, de profondeur égale à trois mètres, et quelques-unes jusqu'à sept mètres, selon l'âge, la vitalité de l'arbre et la texture du sol. Les racines ne contiennent pas de poils racinaires[2]

I.4.2. Système végétatif

Ils se composent de deux parties :

- **Tronc ou la tige:** cylindrique et recouverte de brun avec de la gaine pétiolaire[4].

- **Bourgeon:** Au sommet du palmier il y a un seul Bourgeon périphérique qui provoque sa croissance, et autour de se bourgeon les feuilles tournent entouré de tissu fibreux [2]Une palme, est une feuille composée, pennée leurs folioles sont régulièrement dispersées en position oblique le long du rachis, isolées ou groupées, pliées longitudinalement en gouttière, les segments inférieures sont transformés en épines, les premières folioles situées au- dessus des épines sont plus longues que celles situées à l'extrémité supérieures de la palme.[4]

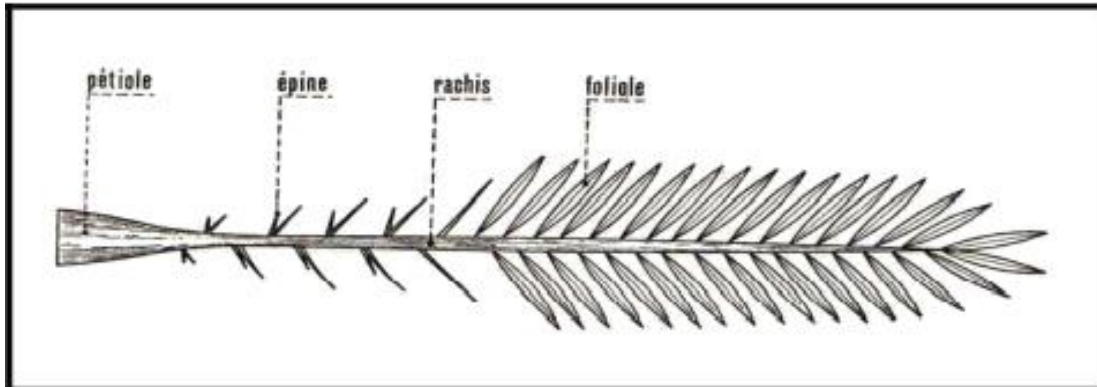


Figure I.2 : Schéma d'une palme[3]

I.5. Cycle de vie du palmier

- ❖ **Etape 1 :** c'est l'étape de développement et de croissance végétative (5-6 ans).
- ❖ **Etape 2 :** qui est l'étape d'entrée en production et en fructification (30 ans).
- ❖ **Etape 3 :** c'est l'étape de déclin de la fruitière (60 ans).
- ❖ **Etape 4 :** une baisse significative de la production 80 ans et plus[5]

Le cycle de vie du palmier est considéré comme étant dans l'aspect végétatif et fructifère que le palmier passe sur une période de douze mois, le tableau I.2 montre le cycle de vie du palmier dattier[5]

Tableau I.2 : Le cycle de vie du palmier

edoirépteedatS	J	V	M	A	M	J	J	A	S	O	N	D
sehtapssednoitirappA	■											
sehtapssedecnassiorC		■										
Ouverture des spathes			■	■								
nosiarruoN					■							
stiurfsedtnemessissorG						■	■					
(resB)noitarutamér)								■				
ramT) noitarutaM)									■			
etlocéR										■	■	
fitatégevsopeR											■	■

I.6. Distribution géographique

I.6.1 Distribution dans le monde

Les palmiers dattiers sont cultivés dans les régions sèches et semi sèche du monde depuis l'Antiquité et transféré en Afrique de l'Est par les arabes le quinzième siècle puis à Madagascar au dix-septième, suivie de l'Australie le dix-neuvième il s'est ensuite déplacé vers les Amériques il a également occupé la zone de plantation de palmiers dans les limites 783.030 hectares 44.67% en Afrique, 55.25% en Asie, 0.06% en Amérique ,0.02% en Europe (Espagne). [2]

Les pays arabes islamiques représentent 97.95% soit 766.980 hectares, tandis que le reste du monde représente 2.05% [2]

I.6.2. Distribution en Algérie

L'Algérie est classée sixième au monde et première au Maghreb en termes de plantation de palmier dattier, qui s'étend autour de 160000 hectares et plus de 02 millions palmeraie et sa production moyenne de dattes est d'environ 500000 tonne, les palmeraies sont réparties dans les oasis du sud qui ont une atmosphère chaude et sèche, cet implant s'étend de la frontière marocaine à l'Ouest aux frontière tunisienne et libyenne à l'est, et de l'Atlas désertique au nord a Ragan est au sud-est et au centre se trouve Tamanrasset et Gantt[2]

II. Composés Phénoliques

II.1. Généralité

Une des originalités majeures des végétaux réside dans leur capacité à produire des substances naturelles très diversifiées [6]

En effet, à coté des métabolites primaires classiques (glucides, protides et lipides), les végétaux accumulent fréquemment des métabolites dits « secondaires » dont la fonction physiologique n'est pas toujours évidente mais qui représente une source importante de molécules utilisables par l'homme dans des domaines aussi différents que la pharmacologie ou l'agroalimentaire [7] Les métabolites secondaires appartiennent à des groupes chimiques très variés tels les alcaloïdes, les terpènes, les composés phénoliques [8][6]

Les composés phénoliques constituent un groupe de substances variées et ubiquistes. En font partie les flavonoïdes, les tanins les dérivés phénylpropanoïdes tels que les lignanes, les esters et amides hydroxybenzoïques, les stilbènes, les coumarines, les acides hydroxy benzoïques, les xanthones et de nouveaux composés sont identifiés continuellement[9][8]

Bien qu'étant très diversifiés, ils ont tous en commun la présence d'un ou de plusieurs cycles benzéniques portant une ou plusieurs fonctions hydroxyles. Alors les composés phénoliques sont une classe qui constitue 8000 composés[10]

II.2. Les principales classes de composés phénoliques

Les formes phénoliques les plus simples présentent des structures chimiques allant de simple phénol en C6 aux flavonoïdes en C15 et à des molécules proches. Le tableau I.3 montre les principales classes de composés phénoliques[11]

Tableau I.3 : Les principales classes de composés phénoliques[11]

Squelette carboné	Classe	Exemple	origine
C_6	Phénols simples	Catéchol	
$C_6 - C_1$	Acides hydroxybenzoïques	<i>p</i> -Hydroxybenzoïque	Epices, fraise
$C_6 - C_3$	Acides hydroxycinnamiques Coumarines	Acides caféique, férulique Scopolétine, esculétine	Citrus Citrus
$C_6 - C_4$	Naphtoquinones	Juglone	Noix
$C_6 - C_2 - C_6$	Stilbènes	Resvératrol	Vigne
$C_6 - C_3 - C_6$	Flavonoïdes <ul style="list-style-type: none"> • Flavonols • Anthocyanes • Flavanols • Flavanones Isoflavonoïdes	Kaempférol, quercétine Cyanidine, pélargonidine Catéchine, épicatechine Naringénine Dèidzéine	Fruits, légumes, fleurs Fleure, fruits rouges Pomme, raisin Citrus Soja, pois
$(C_6 - C_3)_2$	Lingnanes	Pinorésinol	Pin
$(C_6 - C_3)_n$	Lignines		Bois, noyau des fruits
$(C_{15})_n$	Tannins		Raisin rouge, Kaki

II.3. Intérêts et propriétés des polyphénols

Les phénols seraient associés à de nombreux processus physiologiques : croissance cellulaire, différenciation, organogenèse, dormance des bourgeons, floraison et tubérisation.

Les cellules végétales répondent au stimulus environnemental en synthétisant les métabolites secondaires qui peuvent les protéger contre les agents de l'agression. Lorsque la plante est soumise à des blessures mécaniques. Ces réactions aboutissent à la formation au niveau de la blessure d'un tissu cicatriciel résistant aux infections [12]

Les techniques modernes d'isolement de molécules et d'exploration médicales montrent que beaucoup de propriétés thérapeutiques reposent sur les produits du métabolisme secondaires, et qu'il existe une relation directe entre les propriétés physicochimiques de ces composés et leur activité biologique et/ou pharmacologique[12]

De nos jours, les propriétés antioxydants ou anti-inflammatoires des polyphénols participent à la prévention de diverses pathologies impliquant le stress oxydant et le vieillissement cellulaire, les maladies cardiovasculaires ou dégénératives et l'ostéoporose[12]

Conclusion

Le palmier dattier est une plante d'une grande importance sociale et économique, car il est à la base de l'agriculture dans les zones désertiques et fournit des ressources alimentaires et financières.

Dans le cadre de la découverte des aides à la biosynthèse de source naturelle, nous nous sommes intéressés à ce chapitre en étudiant également les composés phénoliques en mentionnant leurs classes principales en plus de certaines de leurs propriétés.

Références Bibliographiques

- [1] Djoudi Imene, Contribution à l'identification et à la caractérisation de quelques accessions du palmier dattier (*Phoenix Dactylifera*.L) dans la région de Biskra, Mémoire de Magister ,Département des Sciences agronomiques, Université Mohamed Kheider Biskra,2013,3-6p.
- [2] Issa Djrouney, une étude comparative de l'effet du pollen de palmier dattier male sur les caractères des fruits quelques variétés femelles, Mémoire de Doctorat, Département de Biologie et d'Ecologie Végétale, Université Frères Mentouri Constantine, 2016, 2-11p. (Ara)
- [3] Munier P , Le palmier dattier, Ed G-P Maisonneuve, la rose, Paris, 1973.
- [4] RETIMA Linda, Caractérisation morphologique et biochimique de quelques Cultivars du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) dans la région de Foughala (Wilaya du Biskra), Mémoire de Magister, Département d'agronomie, Université EL Hadj Lakhdar Batna, 2015, 5-6p.
- [5] Belguedj. M , Les ressources génétiques du palmier dattier : caractéristiques des cultivars de dattier dans les palmeraies du Sud-est algérien, Revue annuelle de l'INRAA N°1 , 2002, 28-289p .
- [6] Macheix, J.J., Fleriet, A et Christian, A , Les composés phénoliques des végétaux : un exemple de métabolites secondaire d'importance économique. PPTUR Lausanne, 2005.
- [7] Herbert. R.B, The Biosynthesis of secondary metabolites, 2^{ème} édition Chapman and Halle, 1989, p 2, 11-115.
- [8] Maarouf A .2000. Dictionnaire botanique Pp 129..
- [9] Hopkins, W.G, Physiologie végétale, Edition Debock et Lancier, 2003, Pp 276..
- [10] SFA. Société Française des Antioxydants , Compte rendu de la conférence polyphénols (23/24 NOV 2005), Institut des corps gras, 2005, ITERG.
- [11] Harborne, J.B, Secondary Plant Products, Encyclopedia of Plant Physiology, Vol 8, Bell EA, Charlwood BV, eds, Springer-Verlag, Berlin, 1980, pp.329-402. In: Les composés phénoliques des végétaux : un exemple de métabolites secondaire d'importance économique. Macheix, J.J., Fleriet, A., Christian, A. 2005. PPTUR Lausanne.
- [12] BELLEBCIR Leila, Etude des composés phénoliques en tant que marqueurs de biodiversité chez les céréales, Mémoire de Magister, Département de biologie et écologie, Université Mentouri de Constantine, 2008, 25-26p.



CHAPITRE II :
Oxyde de zinc et
techniques de
caractérisation

I. Oxyde de zinc

I.1. Introduction

Comme l'oxyde de zinc à l'état nanométrique suscite un fort intérêt depuis nombreuses années. Le nombre de publications et de brevets à son sujet connaît d'ailleurs une croissance exponentielle.

Dans la première partie de ce chapitre, nous exposons une idée générale sur l'oxyde de zinc et les propriétés particulières de ZnO, ainsi que leurs différentes méthodes de synthèse, notamment la synthèse verte de ZnO à l'échelle nanométrique, et leurs domaines d'applications. Dans la deuxième partie de ce chapitre, nous étudions les principales techniques de caractérisation tels que l'UV-Visible, FTIR, DRX, MEB, pour mieux comprendre l'intérêt et les informations qu'elles peuvent fournir pour la caractérisation de nos échantillons.

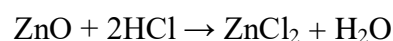
I.2. Généralité sur le composé ZnO

ZnO est présent dans la couche terrestre sous la forme de Zincite minérale, contenant, en général, une certaine quantité de Manganèse et d'autres éléments. Toutefois, dans la plupart des cas, ZnO utilisé en commerce, est produit synthétiquement. ZnO se décompose en vapeur de Zinc et d'oxygène autour de 1975°C, ce qui reflète sa considérable stabilité. ZnO est un semi-conducteur de la classe II-VI, de type n, car le Zinc et l'Oxygène appartiennent, respectivement, à la deuxième colonne du tableau périodique des éléments.

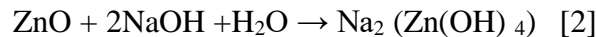
Ce semi-conducteur possède plusieurs propriétés intéressantes: une bonne transparence, une mobilité des électrons importante, une large bande interdite et une forte luminescence à température ambiante. Par ailleurs, l'oxyde de Zinc cristallin est thermo-chromique, changeant du blanc au jaune lorsqu'il est chauffé de l'air et revenant au blanc, lors du processus de refroidissement; ceci est dû à la variation de sa stœchiométrie, en fonction de la température

Par ailleurs, l'oxyde de Zinc cristallin est thermo-chromique, changeant du blanc au jaune lorsqu'il est chauffé de l'air et revenant au blanc, lors du processus de refroidissement; ceci est dû à la variation de sa stœchiométrie, en fonction de la température[1]

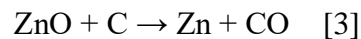
L'oxyde de Zinc doit réagir à la fois comme acide et comme base en fonction de l'autre réaction chimique qui est illustrée dans les équations suivantes



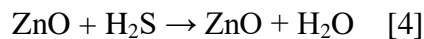
Ici ZnO réagit comme une base mais dans la réaction pour donner des Zincates solubles:



La réaction entre ZnO et CO à une température plus basse:



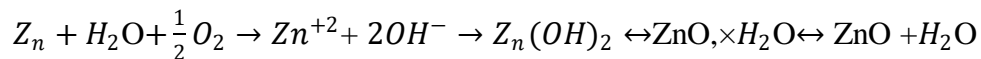
Par ailleurs, il réagit aussi avec le Sulfure d'Hydrogène pour donner du Sulfure de Zinc:



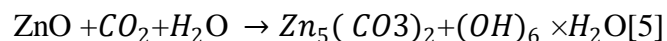
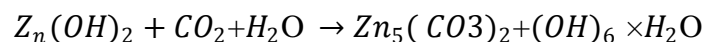
I.3. Mécanisme de formation de ZnO

Le Mécanisme de formation de la patine naturel du ZnO peut être résumé par le schéma réactionnel suivant :

- Etape 1 : en présence d'eau (H_2O) le Zinc réagit avec l'oxygène pour former d'hydroxyde de Zinc $\text{Zn}(\text{OH})_2$ qui en se déshydratant peut se transformer en oxyde de Zinc :



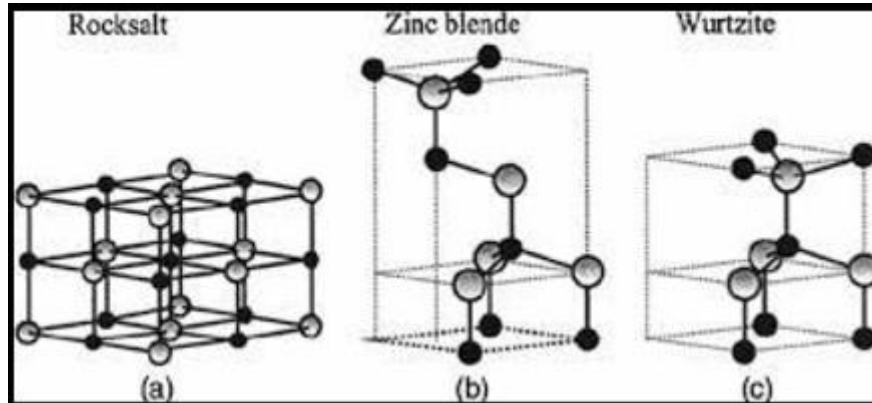
- Etape 2 : l'oxyde et hydroxyde de Zinc réagissent avec le dioxyde de carbone de l'air pour former un hydroxycarbonate de Zinc, constituant principal de la patine (hexa hydroxycarbonate de pentazine HCPZ) :



I.4. Propriétés de ZnO

I.4.1. Propriétés structurales de ZnO

L'oxyde de Zinc, connu sous le nom de Zincite à l'état naturel, est un semi-conducteur du groupe II-VI. Sa structure peut être Rock Salt (symétrie cubique), Zinc blende ou Würtzite (symétrie hexagonale), comme le montre la figure II.1.

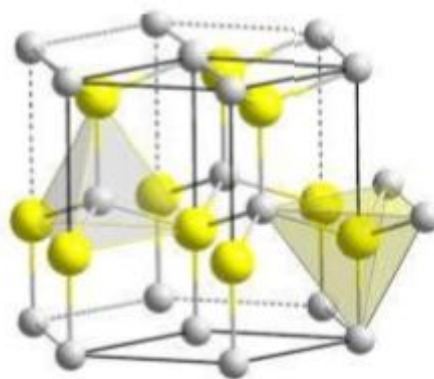


FigureII.1 : Structures cristallines de ZnO[6]

Toutefois, les cristaux de ZnO se cristallisent dans la structure Würtzite avec le groupe d'espace $P6_3mc$ [7]. Cette structure est constituée d'une interprétation de mailles hexagonales séparées le long de l'axe c par la coordonnée u définie par :

$$u = \frac{1}{4} + \frac{c^2}{3a^2} \dots \dots \dots (I.1)$$

Chaque atome de Zn est entouré de quatre atomes de O et vice versa, ce qui donne une coordinence de 4:4. La figure II.2 montre la répartition des atomes de Zn et de O pour former la structure cristallographie Würtzite de ZnO.



FigureII.2 : Structure cristalline du ZnO (Würtzite)[8]

En remarque que les ions d'oxygènes O^{2-} sont disposés suivant un réseau hexagonal compact, et les ions de Zinc, Zn^{2+} occupent la moitié des positions interstitielles tétraédriques ayant le même arrangement que les ions d'oxygène (voire figureII.2).

Les principales caractéristiques cristallographiques de ZnO sont représentées dans le tableau II.1.

Tableau II.1 : Caractéristique cristallographique de ZnO[9]

Caractéristique	Forme würtzite
Paramètre de maille	a=3.2499 Å c=5.2060 Å c/a=1.6019
Distance entre Zn^{2+} et O^{2-}	Suivant l'axe c d=1.96 Å Pour les autre voisine d=1.98 Å
Rayon ionique pour une coordination tétraédrique	$Zn^{2+} = 0.60 \text{ Å}$ $O^{2-} = 1.38 \text{ Å}$

I.4.2. Propriétés électriques de ZnO

Il est aujourd'hui admis que le composé ZnO est un semi-conducteur à large bande interdite, égale à 3,36 eV à température ambiante. Cette valeur est élevée, si bien qu'un cristal parfait de ZnO posséderait un caractère isolant, de plus, cette dernière varie suivant le mode de préparation et le taux de dopage (qui consiste à remplacer un certain nombre d'atomes de Zn par un autre élément du tableau périodique, souvent les métaux de transition comme le Fe, Ni, Co, Cu etc.), entre 3,30 et 3,39Ev.[10]

I.4.3. Propriétés optique de ZnO

Comme tous les (OTC)s, ZnO possède un large gap optique pouvant varier de 3,1 à 3,4 eV[11]. Ce grand gap caractérise la transparence du ZnO qui n'absorbe pas les photons d'énergie au-delà de cette valeur, soit à des longueurs d'onde supérieures à 370-700 nm (transparent dans le visible et les infrarouges). Ce semi-conducteur transparent a son indice de réfraction égal à environ 2 sous sa forme massive. Il peut cependant varier pour des couches minces, entre 1,9 et 2,2 [12].

I.5. Méthodes de synthèses

Pour une application spécifique. Il existe plusieurs méthodes pour fabriquer des nanoparticules qui sont classées comme technique physique et chimique. Quelques exemples de méthodes physiques sont la pulvérisation cathodique, l'évaporation et le dépôt laser pulsé. Le sol-gel, la Co

précipitation, l'imprégnation, la synthèse chimique en phase vapeur et la synthèse hydrothermale sont des exemples de méthodes chimiques. La technique physique nécessite généralement des températures élevées, des aspirateurs élevés et un équipement relativement coûteux. Cependant, les techniques chimiques sont généralement coûteuses et ne nécessitent pas un niveau de vide élevé. La structure et la microstructure des nanoparticules synthétisées chimiquement peuvent être contrôlées avec précision en modifiant les matériaux de départ, les additifs et leurs concentrations.

Un inconvénient majeur des techniques de synthèse chimique entravant leurs applications pratiques et technologiques est les polluants et les matériaux toxiques qui sont créés comme produit secondaire des réactions chimiques. Même parfois, les matières premières sont toxiques et dangereuses. Il est nécessaire de développer des techniques chimiques respectueuses de l'environnement et qui ne nécessitent ni ne produisent de matériaux toxiques. Le traitement à basse température est également une grande préférence et en conséquence, la synthèse de nanoparticules avec une microstructure contrôlée via des techniques de chimie verte, où des produits chimiques biologiquement compatibles et respectueux de l'environnement sont utilisés, doit être prise en compte avec diligence. La technique qui utilise des produits chimiques solubles dans l'eau tels que les acides aminés et divers extraits de plantes sont hautement préférés. À ce jour, diverses nanoparticules métalliques et d'oxyde telles que Au, Pt, Ag, Pd, le dioxyde de titane et les oxydes de fer ont été synthétisées grâce à la technique de la chimie verte[13].

La méthode de synthèse verte utilisant des extraits de plantes biologiques est l'une des méthodes les plus largement reconnues en raison de ses nombreux avantages, tels qu'elle ne nécessite aucun produit chimique supplémentaire, une méthode simple, respectueuse de l'environnement, peu coûteuse et fiable[14].

I.6. Applications de l'oxyde de zinc

I.6.1. Application de ZnO sous forme de poudre

L'industrie du caoutchouc est la plus grosse consommatrice d'oxyde de zinc, avec 57% du marché. Une faible quantité ajoutée, 3 à 5%, permet d'activer le processus de vulcanisation. Une plus grande quantité, 20 à 30%, améliore la conductibilité thermique, la résistance à l'usure, et ralentit le vieillissement du caoutchouc. L'industrie de la peinture l'utilise également beaucoup car il permet d'obtenir un grand pouvoir couvrant, une meilleure rétention de la couleur, une durabilité plus grande et une protection contre les rayons ultraviolets, du fait de sa capacité à

absorber ces rayonnements. Il entre également dans l'industrie des céramiques, en participant à la fabrication du verre, de la porcelaine et des frittés, car il permet de diminuer le coefficient de dilatation et d'améliorer la stabilité en tension. Il peut servir aussi pour la fabrication de varistances car, en présence de petite quantité d'oxydes métalliques (bismuth, praséodyme), l'oxyde de zinc présente d'excellentes propriétés de non linéarité électrique. Ceci permet de l'utiliser largement dans la protection de dispositifs électroniques et notamment dans les stations électriques à haute tension. Enfin, ce composé a d'autres atouts tels que sa non toxicité et un faible coût d'utilisation[15].

I.6.2. Application de ZnO sous forme des couches minces :

L'application de ZnO sous forme de couche mince est diverse, il peut être utilisé comme détecteurs mécaniques, ou dans des dispositifs électroniques tels que les redresseurs, les filtres, les résonateurs pour les communications radio et dans les traitements d'image. Des couches minces d'oxyde de zinc peuvent servir également de capteurs chimiques très sensibles dans des détecteurs de gaz, oxydés ou réduits. Les propriétés optiques de l'oxyde de zinc sont exploitées dans des capteurs intégrés de guides d'ondes optiques. Il peut servir aussi d'électrode transparente dans des dispositifs optoélectroniques (diodes émettant de la lumière), dans des cellules solaires et des photopiles. Ainsi, les propriétés électrochromes des couches minces de ZnO sont utiles pour la fabrication des fenêtres intelligentes qui modulent la transmission de la lumière en fonction du rayonnement incident. Des revêtements d'oxyde de zinc peuvent être déposés sur des polymères et permettent ainsi d'augmenter leur durabilité[16]

II. Techniques de caractérisations

Dans le cadre de cette étude, différentes techniques de caractérisation ont été mises en œuvre pour caractériser nos échantillons pour mieux comprendre l'intérêt et les informations qu'elles peuvent fournir.

II.1. Microscopie électronique à balayage (MEB)

La Microscopie Electronique à Balayage MEB est une technique d'observation de la topographie des surfaces. Elle apporte des informations sur la structure et la texture d'un échantillon mais aussi sur la taille et la forme des grains élémentaires ou agglomérats selon le grossissement choisi.

Elle est fondée sur la détection des électrons secondaires émergents de la surface sous l'impact d'un faisceau très fin d'électrons primaires monocinétique qui balaye la surface d'un échantillon

où se produisent des interactions électrons-matière dans une zone appelée poire d'interaction détectées par un capteur qui contrôle la brillance d'un oscilloscope cathodique dont le balayage est synchronisé avec celui du faisceau d'électrons. La Figure II.3 illustre le schéma de principe d'un MEB[17].

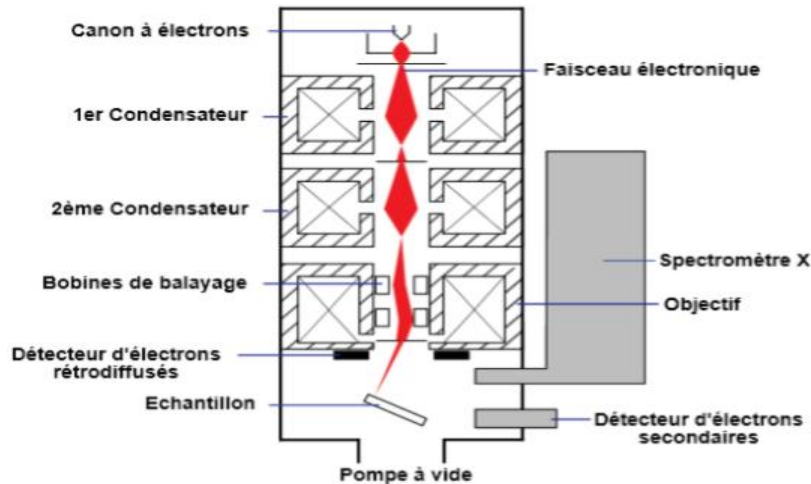


Figure II.3 :Schéma de principe d'un MEB[17]



Figure II.4 : Photographie de l'appareil MEB[17]

II.2. Diffraction des rayons X (DRX)

La technique des rayons X est une technique d'analyse de l'organisation de la matière à grand distance. Cette méthode non destructive permet d'identifier les composés cristallins par comparaison avec des spectres de composés référencés dans une base de données. La diffraction d'un rayonnement monochromatique, sur les différentes familles de plans. Les rayons X sont des ondes électromagnétiques de longueur d'onde comprise entre $0,1\text{\AA}$ et 10\AA . Ceux utilisés en radiocristallographie ont des longueurs d'ondes voisines de 1\AA , ordre de grandeur des distances interatomiques dans les cristaux métalliques. Lorsqu'un faisceau de rayons X monochromatiques (de longueur d'onde λ) interagit avec un matériau métallique, une partie du faisceau est diffusée

par les atomes du cristal, c'est-à-dire réémise sous forme d'un rayonnement X de même longueur d'onde. Pour que l'intensité du rayonnement X réémis soit observable, il faut que les rayonnements diffusés par les différents atomes du cristal soient en phase et forment ainsi un faisceau diffracté[18]. L'intensité diffractée sera non nulle seulement si les contributions des plans successifs sont en phase (interférences constructives), c'est-à-dire si la loi de Bragg est respectée

$$2d_{hkl} \cdot \sin \theta = n\lambda \dots \dots \dots (I.2)$$

Avec

λ : La longueur d'onde du faisceau de rayons X

d_{hkl} : La distance inter-réticulaire

θ : L'angle d'incidence des rayons X

n : L'ordre de diffraction.

La figure II.5 illustre le principe de la Loi de Bragg.

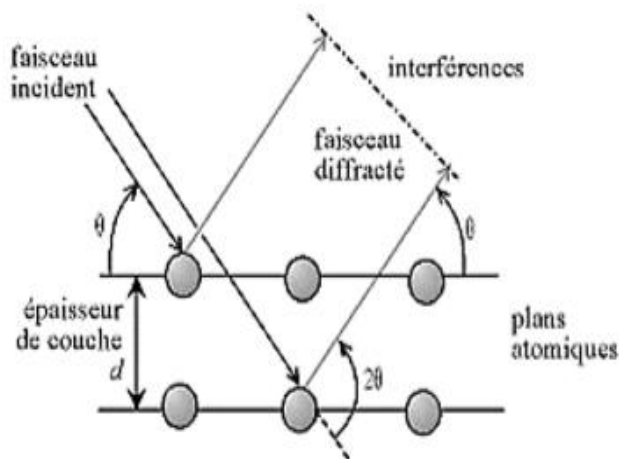


Figure II.5 : Principe de la loi de Bragg[17]

Le Diffractomètre de rayons X est obtenu à partir des données collectées par un détecteur. Pour chaque échantillon cristallin, les interférences constructives sont observées sous forme de « pics de diffraction ». Une phase cristalline donnée génère des pics de diffraction toujours dans les mêmes directions, constituant une véritable signature qui permet son identification. Les pics de diffraction peuvent ensuite être identifiés en comparant avec les fiches des composés

référencés dans la base de données JCPDS. La figure II.6 montre une vue d'ensemble de l'appareil



Figure II.6: Photographie de l'appareil utilisé pour réaliser DRX [17]

II.3. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)

La spectroscopie infrarouge est une classe de spectroscopie qui traite de la région infrarouge de la spectroscopie qui traite de la région infrarouge du spectre électromagnétique. Elle recouvre une large gamme pour toutes les techniques, la plus commune étant un type de spectroscopie d'absorption. Comme pour toutes les techniques de spectroscopie, elle peut être employée pour l'identification de composés ou pour déterminer la composition d'un échantillon. La spectroscopie infrarouge exploite le fait que les molécules possèdent des fréquences spécifiques pour lesquelles elles tournent ou vibrent en correspondance avec des niveaux d'énergie discrets (modes vibratoires). Ces fréquences de résonance sont déterminées par la forme des surfaces d'énergie potentielle, les masses atomiques et par couplage vibronique associé. Afin qu'un mode vibrationnel dans une molécule soit actif dans l'infrarouge, il doit être associé à des modifications du dipôle permanent. Les molécules diatomiques n'ont qu'une seule liaison, qui peut être étirée. Les molécules les plus complexes ont beaucoup de liaisons, et les vibrations peuvent être conjuguées, ce qui conduit à des absorptions infrarouge à des fréquences caractéristique qui peuvent être liées a des groupes chimiques. Le spectre infrarouge d'un échantillon est établi en faisant passer un faisceau de lumière infrarouge au travers de cet échantillon. L'examen de la lumière transmise indique la quantité d'énergie absorbé à chaque longueur d'onde dans le temps, ou en utilisant un instrument à transformée de Fourier afin de mesurer toutes les mesures d'onde simultanément. On peut alors produire les spectres en

absorbance ou en transmittance, et indiquer les longueurs d'onde d'absorption. L'analyse de ces caractéristiques indique des détails de la structure moléculaire de l'échantillon. Cette technique fonctionne quasiment exclusivement sur les échantillons présentant des liaisons covalentes. Des spectres simples sont obtenus à partir d'échantillons avec peu de liaisons actives dans l'infrarouge et avec de hauts degrés de pureté. Les structures moléculaires plus complexes conduisent à plus de bandes d'absorption et donc à des spectres plus complexes. Cette technique a cependant été utilisée pour la caractérisation de mélanges très complexes [19]

La figure II.7 présente un schéma de fonctionnement de l'appareil FTIR. Une source IR émettant un rayonnement polychromatique couvrant une gamme de 7800 cm^{-1} à 350 cm^{-1} , ce dernier frappe le séparateur de rayons qui envoie la moitié du rayon à un miroir fixe et l'autre moitié à un miroir mobile. De ces miroirs, les rayons IR se reflètent et se recombinaient avant d'atteindre le détecteur. Toutes les fréquences IR voyagent en même temps dans l'interféromètre et des déplacements rapides de courte distance du miroir permettent la formation simultanée de la totalité du spectre IR.

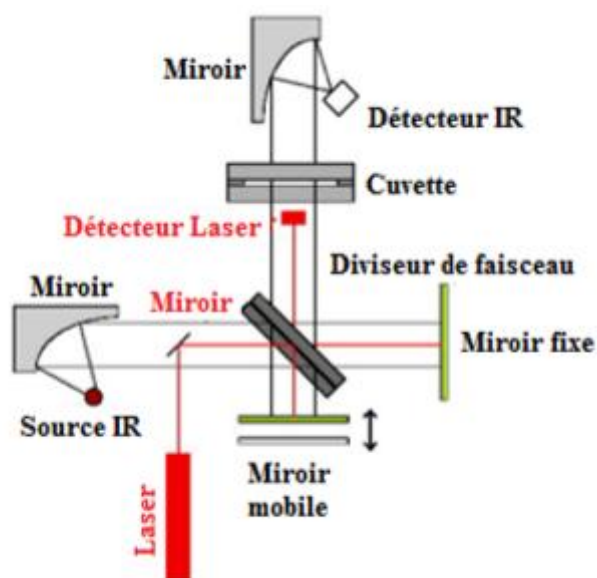


Figure II.7 : Schéma de fonctionnement de l'appareil FTIR [17]

Le signal collecté par le spectrophotomètre est ensuite transformé à l'aide d'un logiciel adapté en spectre d'absorption par un traitement mathématique (transformée de Fourier). Il est possible de soumettre l'échantillon à plusieurs balayages pour minimiser le bruit de l'appareil. La figure II.8 montre une vue d'ensemble de l'appareil.

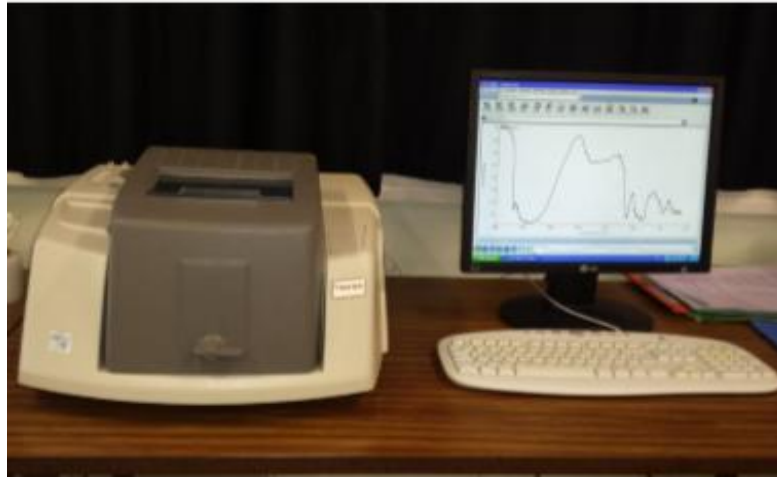


Figure II.8 : Photographie de l'appareil FTIR [17]

II.4. La spectroscopie UV visible

La spectroscopie ou spectrophotométrie consiste à mesurer les rayonnements magnétiques émis, absorbés ou diffusés par la matière. Elle repose sur l'interaction du rayonnement électromagnétique et de la matière dans le domaine du proche UV au très proche IR soit entre 190 et 1100nm. Les spectres enregistrés donnent la transmittance ou l'absorbance en fonction de la longueur d'onde du rayonnement ou parfois du nombre d'onde. Elle peut aussi nous renseigner sur, l'estimation du gap optique et des tailles des cristallites et aussi sur l'épaisseur de l'échantillon et même de remonter à ses constantes optiques.

Un milieu homogène traversé par la lumière absorbe une partie de celle-ci ; les différentes radiations constituant le faisceau incident sont différemment absorbées suivant leurs énergies, l'énergie absorbée provoque des perturbations dans la structure électronique des atomes, ions ou molécules. Un ou plusieurs électrons absorbent cette énergie pour sauter d'un niveau de basse énergie à un niveau de plus haute énergie. Les radiations transmises sont alors caractéristiques du milieu. En analyse spectrophotométrie, on utilise une lumière sensiblement monochromatique à l'aide d'un monochromateur. Ces méthodes d'analyses sont non destructrices vis -à-vis de l'échantillon.

Le spectrophotomètre est constitué de trois parties principales : La source du rayonnement, le porte échantillon et référence. Cette spectroscopie électronique consiste à mesurer l'atténuation d'un rayon lumineux incident d'intensité I_0 en fonction de la longueur d'onde lorsque celui-ci traverse un milieu homogène d'épaisseur d contenant une espèce absorbante.

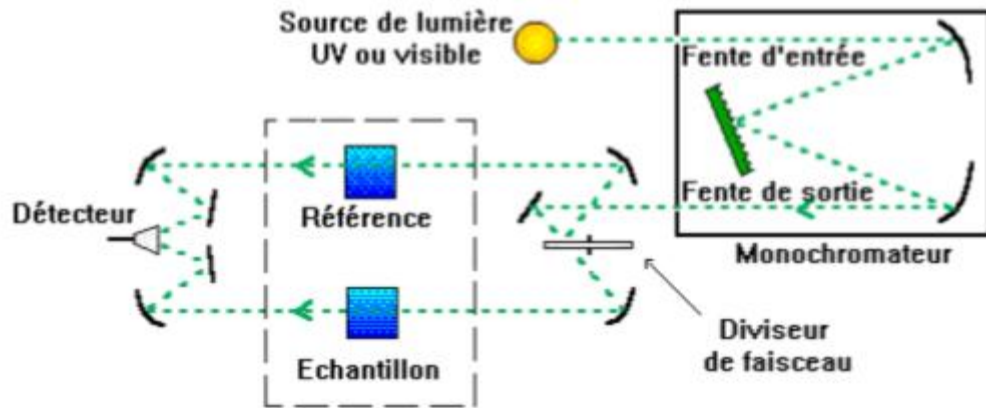


Figure II.9 : Schéma du principe de la spectroscopie UV-Vis [20]

Conclusion

La biosynthèse de nanoparticules est un domaine important en nanotechnologie qui présente des avantages économiques et écologiques par rapport aux méthodes de synthèse chimiques et physiques. Différentes propriétés du zinc ont contribué à la création de nanoparticules de ZnO via le processus vert en utilisant une partie de la plante.

Dans le cadre de cette étude, différentes techniques de caractérisation ont été utilisées pour caractériser les nanoparticules d'oxyde de zinc obtenues. Plusieurs méthodes ont été utilisées pour distinguer les nanoparticules résultantes d'oxyde de zinc, où des techniques de description des propriétés physico-chimiques sont incluses, Les descriptions ont été mises en œuvre au moyen de la technologie de diffraction des rayons X, ultraviolets et infrarouges, qui a montré que les différentes caractéristiques des nanoparticules, l'oxyde de zinc, pouvaient contribuer à différentes applications, sous forme de poudre ou de couche mince.

References Bibliographies

- [1] E. Harvey Brown, Zinc oxide Rediscovered, The New Jersey Zinc Company, New York, NY, 1957.
- [2] James E. House, inorganic chemistry, 2^{ED}, Academic Press, USA, 2013, 285p.
- [3] Guozhong Cao, Glen E Fryxell, Environmental Applications of Nanomaterials, Synthese, Sorbents and Sensors, Imperial college Press, USA, 2007, 331p.
- [4] T. Michael Duncan, Thomas Michael Duncan, Jeffrey A. Reimer, Chemical Engineering Design and Analysis: An Introduction, Camerdigr University Press, USA, 1998, 36p.
- [5] Sylvain Audisio, Gérard Béranger, Anticorrosion et durabilité dans le bâtiment, le génie civil et les ouvrages industriel, press polytechnique et universitaire Romandes, vol12, 2010, 550p.
- [6]] J. E. Jaffe and A. C. Hess, Phys. Rev. B 48, 7903 (1993).
- [7] A. Rivaton, B. Mailhot, J. Soulestin, H. Varghese, J.-L. Gardette, Euro. Polym. J., 38 1349(2002) .
- [8] Z. Sofiani, thèse de doctorat, Université d'Angers , Université d'Ibn Tofail ,2007.
- [9] J. Jousot-Dubien, Nouveau Traité de Chimie Minérale, vol. V, Masson & Cie. Paris (1962).
- [10] Ed. R. C. Weast, Handbook of Chemistry and Physics, 56th Edition, CRS Pressys, 1975.
- [11] V. Srikant, D.R. Clarke, On the optical band gap of zinc oxide, Journal of Applied Physics, 83 (1998) 5447-5451.
- [12] J. Song, I.J. Park, K.H. Yoon, W.Y. Cho, k.s. Lim, Electrical and optical properties of ZnO thin films prepared by the pyrosol method, 1996.
- [13] M. Gharagozlou, Z. Baradaran, and R. Bayati, "A green chemical method for synthesis of ZnO nanoparticles from solid-state decomposition of Schiff-bases derived from amino acid alanine complexes," Ceram. Int., vol. 41, no. 7, pp. 8382–8387, 2015, doi:

10.1016/j.ceramint.2015.03.029.

- [14] N. Matinise, X. G. Fuku, K. Kaviyarasu, N. Mayedwa, and M. Maaza, “ZnO nanoparticles via Moringa oleifera green synthesis: Physical properties & mechanism of formation,” *Appl. Surf. Sci.*, vol. 406, pp. 339–347, 2017, doi: 10.1016/j.apsusc.2017.01.219.
- [15] L. Selegard, V. Khranovskyy, F.S.oderlind, C.Vahlberg, M.Ahren, P.-Ok” all, R.Yakimova, K.Uvdal, *ACS Appl. Mater. Interfaces*, 2, 2010, 2128.
- [16] Khaled Zhou, *Elaboration et Caractérisation des nanopoudres de ZnO par Voie Chimique Sol-gel*, Mémoire de Master, Université Med Khider Biskra, 2013-2014..
- [17] Salhi .Mounir, *Synthèse, élaboration et caractérisation des nanocomposites à base de magnésium pour le stockage solide d'hydrogène*, Mémoire de Doctorat, Dép de Phisique, Uni de Freres Mentouri Constantine, 2015.
- [18] S.Fisher, S.Wong, Xiaohui Peng, Shelagh Palma, Nicholas. Stanislaus, *Effect of morphology of ZnO nanostructures on their toxicity to marine alage*, *Aquatic toxicology*, 102, 2011, 186-196.
- [19] R.Ondo-Ndong, F.Pascal-Delannoy, A.Boyer, A.Giani, A.foucaran; *Materials Science and Engineering B97* (2003) 68-73.
- [20] <http://dalmeyda.chez.com/cours/spectro/UV-spectro.htm>, Création : 26 janvier 1998, dernière mise à jour : 2000.



Partie pratique

Chapitre III :
Etude bibliographiques
sur la synthèse verte de
nanoparticules de ZnO

1. Introduction

Dans ce chapitre, nous présenterons un ensemble de différentes études qui suivent l'approche de la chimie verte pour la synthèse de nanoparticules d'oxyde de zinc à l'aide de matériaux naturels comme les plantes et en étudiant les différentes caractéristiques des nanoparticules d'oxyde de zinc, qui sont caractérisées par MEB, FTIR, UV-Vis et DRX.

2. Biosynthèse verte et caractérisation des nanoparticules d'oxyde de zinc à l'aide d'extrait aqueux de macro algue marine brune *Sargassum muticum* [1]

Susan Azizi et son équipe en 2013, ils décrivent une synthèse et caractérisation de nanoparticules de ZnO préparées par technique biologique (verte) utilisant *S. muticum*. Les macro algues marines sont généralement utilisées dans les industries alimentaire, pharmaceutique et manufacturière avec des applications médicales potentielles. Le profil biochimique de ce composant des algues. Sucres, protéines, graisses, polyphénols, fibres, vitamines et minéraux.

2.1. Synthèse et caractérisation des nanoparticules de ZnO

- de la poudre d'algues séchées (2 g) a été mélangée avec 100 ml d'eau distillée et chauffée à 100 ° C puis filtrée sur du papier filtre Whatman 41.
- On a fait réagir une solution d'acétate de zinc déshydraté ($Zn(Ac)_2 \cdot 2H_2O$) (2mm) avec 50 ml de l'extrait aqueux pendant 3 à 4 heures dans un système de bain aqueux sous agitation continue à 70 ° C.
- Le produit solide blanc pâle a été recueilli par centrifugation à 4000 tr / min pendant 10 min et lavage soigneux avec de l'eau distillée, puis séché à 100 ° C pendant une nuit.
- Les NPs purs de ZnO ont été obtenus en chauffant le ZnO à 450 ° C pendant 4 h.

2.2. Résultats et discussions

2.2.1. Analyse par la spectroscopie Infrarouge (FTIR)

Le spectre FTIR (Figure III.1a) a confirmé la structure de *S. muticum* avec des bandes à 3340, 1610, 1420, 1235 et 1037 cm^{-1} (Figure III.1b) affiche le spectre FTIR des NP de ZnO formés par *S. muticum*, dans lequel le signal à 1235 cm^{-1} de vibration d'étirement asymétrique d'un groupe sulfate a disparu et l'intensité des bandes autour de 1037 à 3340 cm^{-1} correspondait à la vibration symétrique C - O associée à un C - O - SO₃ et les groupes hydroxyle, respectivement diminués après que la synthèse des NP de ZnO a indiqué l'implication des groupes sulfate et hydroxyle dans la formation des nanoparticules. Les liaisons ci-dessus se produisent couramment dans les polysaccharides, indiquant la participation de polysaccharides sulfatés lors de la synthèse des

ZnONPs. Une autre bande observée à 1610 cm^{-1} est attribuée à la vibration d'étirement de (NH) C=O groupe caractéristique des protéines légèrement décalé de 1630 cm^{-1} et élargi, indiquant un membre de (NH) C=O. Groupe au sein de la cage de peptides cycliques est impliqué dans la stabilisation des nanoparticules. Le signal à 441 cm^{-1} correspondait à la bande extensible de zinc et d'oxygène. Le spectre FTIR pour les NPsZnO nus (Figure III.1c) ne montre qu'une bande intense à 430 cm^{-1} indiquant que les surfaces des NP ZnO sont exemptes des groupes fonctionnels associés aux composés bio organiques de *S.muticum* après calcination.

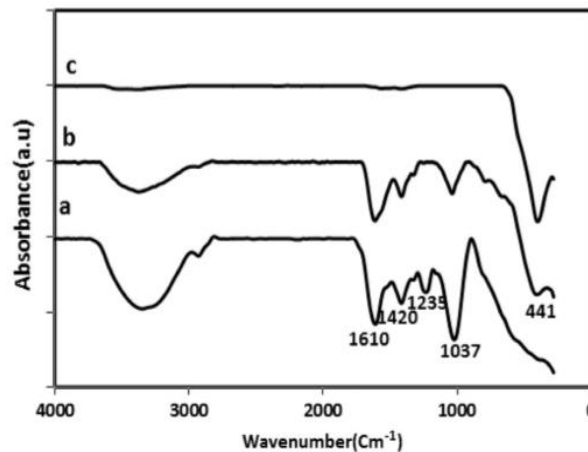


Figure III.1 : Spectres FTIR de (a) *S.muticum*, (b) *S.muticum* formant des NP de ZnO et (c) des NP de ZnO pur

2.2.2. Analyse par MEB

L'image MEB (Figure III.2), montre que les NPs de ZnO purs formés ont été agglomérés avec des structures hexagonales et une taille de particules allant de 30 nm à 57 nm avec quelques écarts. Cette agglomération est due à la polarité et à l'attraction électrostatique des nanoparticules de ZnO.

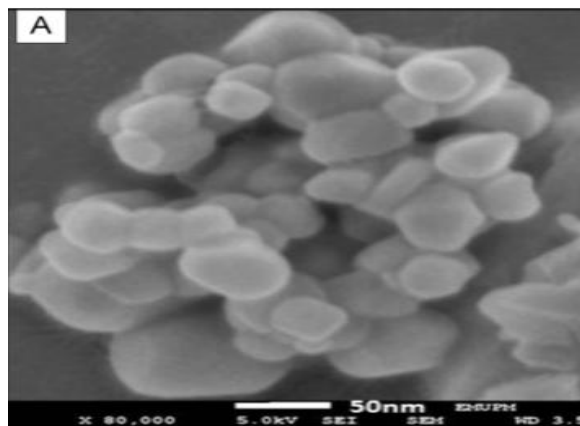


Figure III. 2:L'image MEB des NP ZnO

2.2.3. Analyse par DRX

La figure III. 3 montre le modèle XRD des NPsZnO bio synthétisés. Les positions et intensités de tous les pics relatifs des NP de ZnO correspondaient à la carte du Comité mixte de la norme de diffraction des poudres.

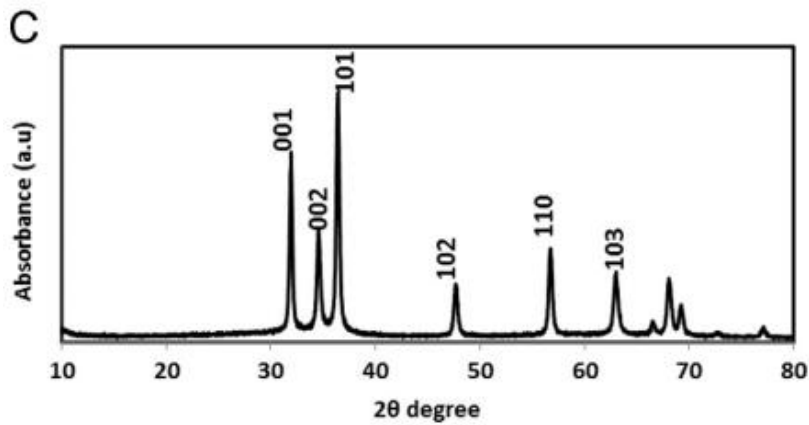


Figure III.3 : Modèle XRD de NPsZnO

2.2.4. Analyse par UV-vis

Le spectre d'absorption UV-vis des nanoparticules de ZnO pur est illustré à la Figure III.4 (A). Une forte absorption dans la longueur d'onde de 334 nm a clarifié l'absorption de bande interdite de base des cristaux de ZnO parce que l'électron passe de la bande de valence à la bande de conduction (O2p-Zn3d). De plus, l'énergie de gap de nanoparticules de ZnO estimées à partir de l'interpolation de $(\alpha h\nu)^2$ sur l'énergie photo ($h\nu$) montré sur la figure III.4 (B), était de 3,30 eV.

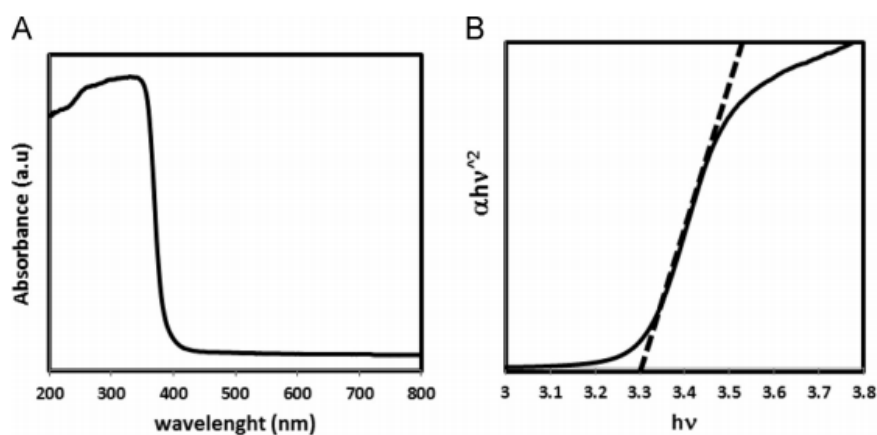


Figure III.4 : (A) Spectroscopie UV et (B) graphiques de $(\alpha h\nu)^2$ sur $h\nu$ de NPsZnO purs

3. Biosynthèse et caractérisation de nanoparticules d'oxyde de zinc à l'aide de la plante *Eichhornia crassipes* : Une approche de chimie verte[2]

P. Vanathi et son équipe en 2014 ont décrit la synthèse et la caractérisation de nanoparticules d'oxyde de zinc à partir de l'extrait des feuilles *Eichhornia crassipes* en utilisant une technologie moins coûteuse par rapport aux autres technologies disponibles et méthode écologique.

3.1. Synthèse des nanoparticules d'oxyde de zinc à l'aide de l'extrait des feuilles *E. Crassipes*

- Cinq grammes de feuilles d'*E. Crassipes* ont été pesés Laver à l'eau du robinet, puis à l'eau distillée.
- Les échantillons étaient Bien broyer avec du mortier et un pilon en utilisant de l'eau déminéralisée.
- L'extrait de feuilles a été chauffé à 65 ° C pendant 15 minutes.
- Après refroidissement, l'extrait de feuilles a été filtré en utilisant du papier filtre et conservé au réfrigérateur pour une enquête plus approfondie.

Des nanoparticules d'oxyde de zinc synthétisées vertes ont été synthétisées par réduction du nitrate de zinc par l'extrait de feuille. 50% d'extrait de feuille a été agité à 60 ° C pendant 1 h.

- La solution de précurseur (250 ml) (nitrate de zinc) a été ajouté goutte à goutte sous agitation continue.
- Le mélange de la solution a été agité à 100 ° C pendant 6 h.
- Fin de cette étape, un précipité de couleur jaune a été obtenu. Le précipité était lavé à l'éthanol deux fois, suivi d'un recuit à 400 ° C pendant 1 h.
- Enfin, une poudre blanche a été obtenue, stockée correctement Conteneurs étiquetés et utilisés pour une analyse plus approfondie.

3.2. Résultats et discussion

3.2.1. Analyse par UV – vis

Les spectres d'absorption UV – vis des nanoparticules d'oxyde de zinc sont présentés sur la Figure III.5a, Les spectres d'absorption UV-vis révèlent que l'oxyde de zinc les nanoparticules sont mono dispersées. Spectacle de nanoparticules d'oxyde de zinc un large pic d'absorption à 378 nm. L'énergie de gap de nanoparticules de ZnO ont été calculées s'est avérée être de 3,32 eV.

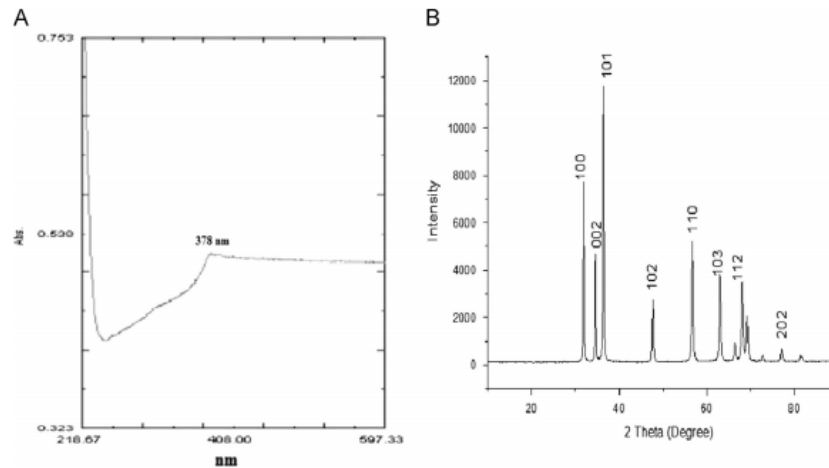


Figure III.5 : (A) spectres UV-vis et (B) spectres XRD de nanoparticules d'oxyde de zinc synthétisées à partir d'*Eichhornia crassipes*

3.2.2. Analyse par XRD

Une diffraction des rayons X a été effectuée pour confirmer la phase d'oxyde de zinc nanoparticules. Les pics aux valeurs 2θ de 31.80° , 34.44° , 36.27° , 47.57° , 56.6° , 62.88° , 67.90° et 69.11° correspondait au cristal avions de (1 0 0), (0 0 2), (1 0 1), (1 0 2), (1 1 0), (1 0 3), (1 1 2) et (2 0 2) de nanoparticules d'oxyde de zinc . Le pic fort et étroit indique que le produit a bien la nature cristalline des particules (Figure III.5b). La taille moyenne des particules a été calculée par la formule de Scherrer et trouvé dans la gamme de 32 nm.

3.2.3. Analyse par MEB/EDX

Les images MEB de nanoparticules d'oxyde de zinc sont présentées dans Figure III.6a. D'après les images, il est évident que la morphologie du zinc Les nanoparticules d'oxyde était de forme sphérique et bien réparties sans agrégation, ce qui est très similaire aux études précédentes. L'analyse par spectromètre à rayons X à dispersion d'énergie (EDX) confirmé la présence de nanoparticules d'oxyde de zinc (Figure III.6b). L'axe vertical affiche le nombre de comptages de rayons X tandis que l'axe horizontal affiche l'énergie en keV. L'identification pour les principales énergies d'émission pour le zinc est 81,81% et l'oxygène 18,19% ceux-ci correspondent au pic du spectre, donnant ainsi que le zinc a été correctement identifié.

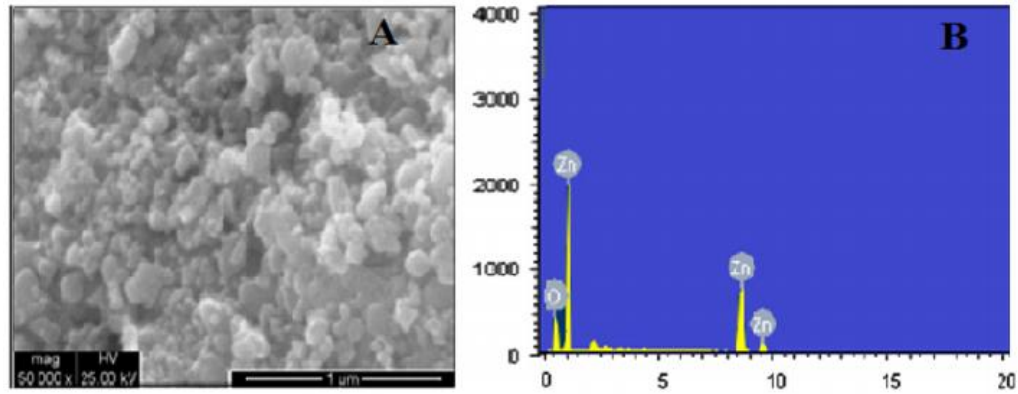


Figure III.6 :(A) Analyse MEB, (B) Analyse EDX de nanoparticules d'oxyde de zinc synthétisées à partir d'*E.crassipes*

4. Synthèse verte facile de nanoparticules d'oxyde de zinc à l'aide de l'extrait d'*Eucalyptus globulus*[3]

Siripi Balaji Reddy et son équipe en 2017 ont indiqué la synthèse verte et la caractérisation de nanoparticules de ZnO à l'aide d'*E. Globulus*.

4.1. Synthèse de nanoparticules d'oxyde de zinc

1. La quantité requise de précurseur $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ a été dissoute dans l'eau désionisée pour préparer 20 ml des solutions 0,1 N après agitation pendant un jour.
2. Ensuite, 20 ml d'extrait de feuilles de plante *E. globulus* ont été mélangés avec 20 ml de solution de précurseur goutte à goutte sous agitation à 6000 tr / min pendant 3 h jusqu'à la formation d'un précipité de couleur brune et laisser se contenter de 24 h.
3. La solution a été centrifugée à 6000 tr / min pendant 15 minutes.
4. et finalement lavé 2-3 fois avec de l'éthanol pour éliminer.
5. Les impuretés sont suivies d'un séchage à 80 ° C dans une étuve à air chaud pendant 24 heures.
6. La poudre de ZnONPs séchée a été soumise à un durcissement dans un four à 400 °C pendant 2 h.

4.2. Résultats et discussion

4.2.1. Analyse par spectroscopie UV-visible

L'énergie de gap des NPs de ZnO a été obtenue par extrapolation d'une régression linéaire de $(\alpha h\nu)^2$ sur l'axe x $(h\nu)$. C'est 3,17 eV, ce qui est similaire aux rapports précédents.

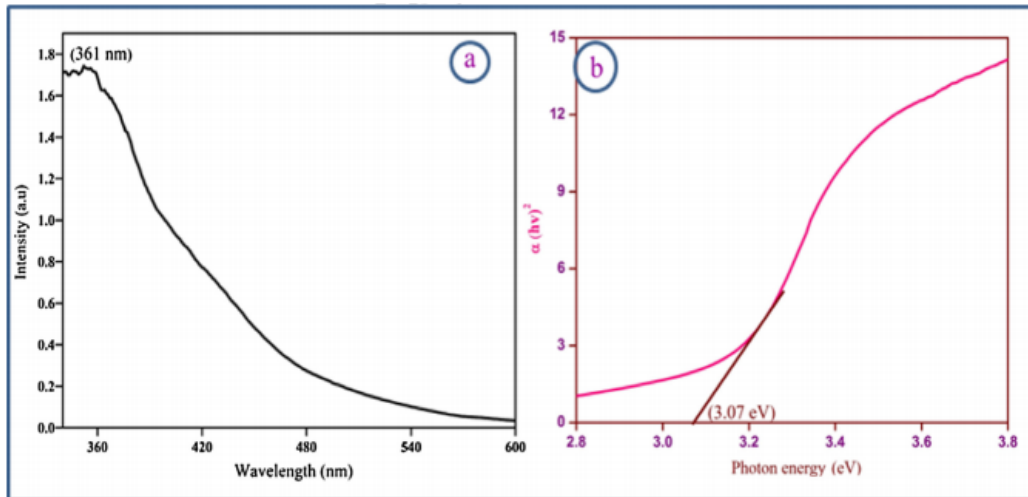


Figure III.7 : (a) Spectres d'absorption UV-visible des NPs de ZnO synthétisés en utilisant l'extrait de plante d'Eucalyptus globulus (b) L'énergie de gap des NPs de ZnO

4.2.2. Analyse par diffraction des rayons X (XRD)

La figure III.8 montre le modèle XRD des NP ZnO synthétisés. Il montre des pics de diffraction distinctifs avec des constantes de réseau de $a = 3,249 \text{ \AA}$, $c = 5,176 \text{ \AA}$, $c / a = 1,592 \text{ \AA}$ qui correspond à la Würtzite hexagonale structure des NPs ZnO. Les valeurs obtenues des indices 2 θ et Miller (hkl) sont 31.67° (100), 34.33° (002), 36.15° (101), 47.36° (102), 56.42° (110), 62.66° (103) et 67.75° (112). Les constantes de réseau et les valeurs d'espacement d sont confirmées en comparant avec la norme Carte de données JCPDS. Les pics de diffraction nets et étroits indiquent sa nature cristalline. Le diamètre moyen des cristallites (D) est calculé en utilisant l'équation Debye-Scherrer. La taille de la cristallite de ZnO est de 11,6 nm.

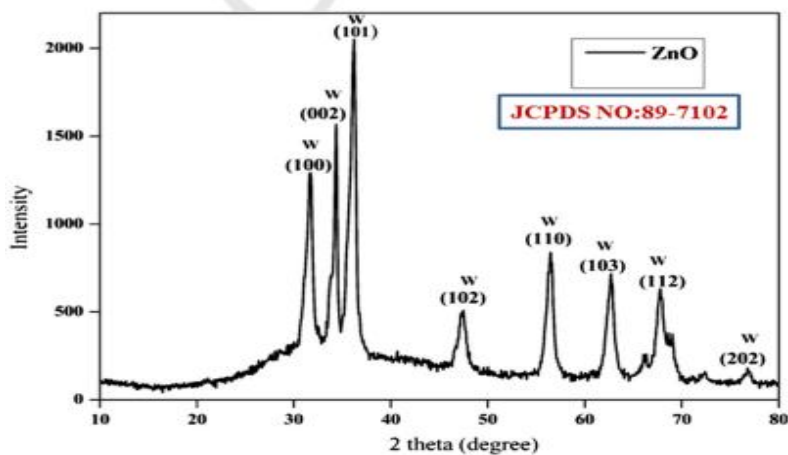


Figure III.8 : Modèle XRD de NPs ZnO synthétisé

4.2.3. Analyse par MEB

La morphologie de surface des NPsZnO synthétisés est étudiée par utilisant un microscope électronique à balayage à émission de champ (MEB). Les figures III.9 a et b montrent clairement que les particules sont presque sphériques et forme hexagonale avec séparation claire. Il est similaire aux résultats des NPsZnO bio synthétisé rapportés ailleurs.

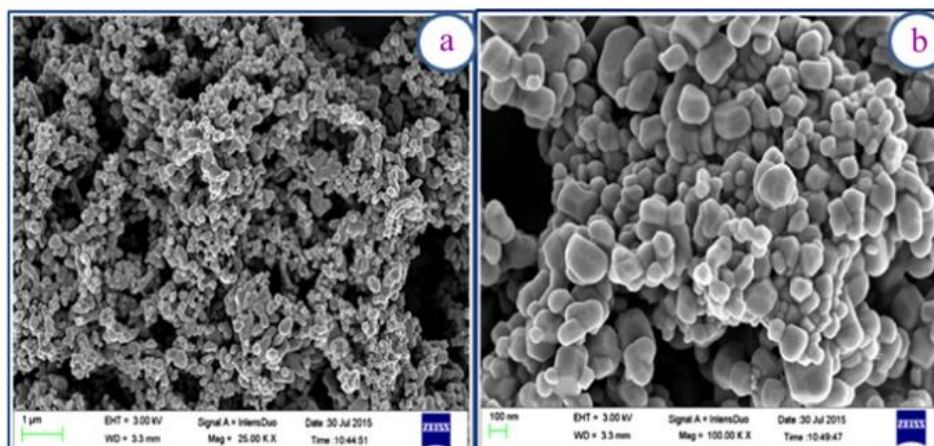


Figure III.9 : Images MEB de NPsZnO à différents grossissements (a) grossissement de 1µm, (b) grossissement de 100 nm

4.2.4. Étude de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

L'analyse spectroscopique FTIR a été utilisée pour connaître les composés phytochimiques présents dans les extraits végétaux responsables de la réduction du Zn^{2+} ions et stabilisation des NPsZnO.

La figure III.10 montre les pics majeurs présents chez *E. globulus*. Les extraits montrent une large bande à $3250,05\text{ cm}^{-1}$ due à l'étirement O-H des polyphénols. La bande suivante à 1619 cm^{-1} correspond à groupe hydroxyle de surface de la molécule H_2O , la bande mince à $1411,89\text{ cm}^{-1}$ en raison de la présence d'alcool tertiaire (COOH) groupe. La petite bande d'absorption étroite à $1014,56\text{ cm}^{-1}$ représente les vibrations d'étirement CO des acides carboxyliques (COOH). La bande la plus faible à $804,32\text{ cm}^{-1}$ est due à l'étirement C-Cl de l'alkyle halogénure.

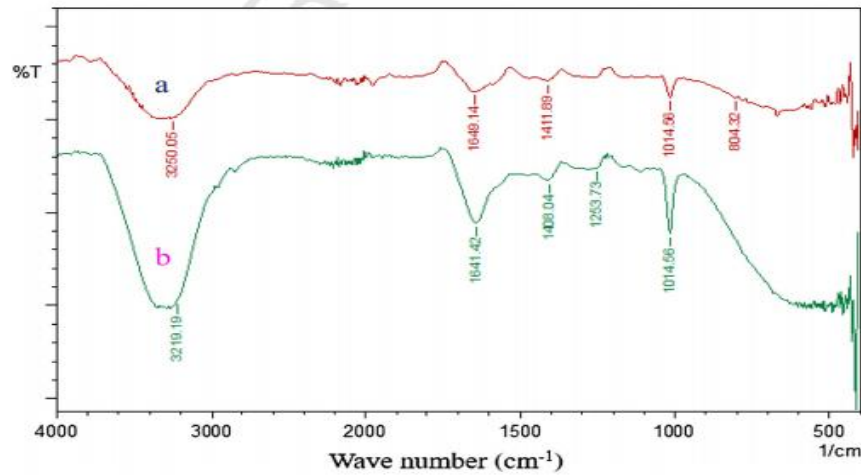


Figure III.10 : Spectres FTIR de (a) NPs de ZnO synthétisés et (b) l'extrait de plante d'*Eucalyptus globulus*

5. Synthèse verte de nanoparticules de ZnO à l'aide d'extrait de feuille de phoenix dactylifera. L[4]

Djamel Barani et son équipe en 2019 Ils ont mené cette étude pour la première fois pour examiner l'efficacité de l'extrait de feuille Phoenix Dactylifera. L avec l'acétate de zinc pour la synthèse de nanoparticules de ZnO. L'effet de la concentration de sel dans l'extrait sur les NP ZnO Les propriétés ont été étudiées.

5.1 Synthèse et caractérisation des nanoparticules de ZnO

- Mélange 10 g de poudre de feuilles de Phoenix Dactylifera. L, après l'avoir bien lavée et séchée, avec 100 ml d'eau distillée dans un bécher en verre de 500 ml.
- Le mélange a été agité pendant 24 heures à température ambiante.
- L'extrait était filtré au moyen d'un papier filtre (Whatman No: 42) et conservé dans une bouteille hermétique à 6 ° C pendant utilisation consécutive.
- l'extrait aqueux de Phoenix Dactylifera. L a été mis à réagir avec six concentrations différentes de la solution déshydratante d'acétate de zinc ($Zn(Ac)_2 \cdot 2H_2O$) dans un système de bain aqueux avec agitation continue à 80 ° C pendant 30 minutes.
- Le rapport volumique entre l'extrait de feuille et le zinc L'acétate avec une concentration différente (0,01-0,6 M) a été pris comme 100 ml / 200 ml.
- Quelques quantités d'oxyde de zinc synthétisé solution de nanoparticules a été préservée pour les mesures UV-visible.

- Les produits obtenus étaient recueilli par centrifugation à 4000 tr/min pendant 15 minutes.
- puis lavé à l'eau distillée et séché à 100 ° C avant son recuit à 450 ° C pendant 3 heures.
- Les poudres résultantes ont été stockées dans conteneurs pour différentes caractérisations.

5.2. Résultats et discussion

5.2.1. Analyse par spectroscopie UV-visible

Spectres UV-Vis de la solution de NP d'oxyde de zinc synthétisée, utilisant l'extrait de feuilles Phoenix Dactylifera. L, sont montré sur la Fig. III.11. Comme le montre cette figure, l'absorption de pic de plaque est exposée à environ 350 nm, ce qui est attribué à la formation d'oxyde de zinc. Une augmentation de l'intensité du pic de plaque avec la concentration d'acétate de zinc est observée. Cela peut être dû au nombre croissant de nanoparticules formées en raison des transformations des ions zinc, qui peuvent être causés par leur enlèvement complet (ions zinc) par l'extrait.

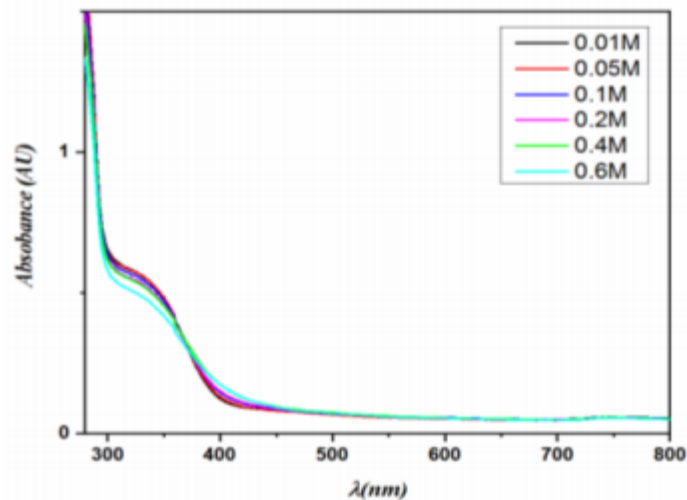
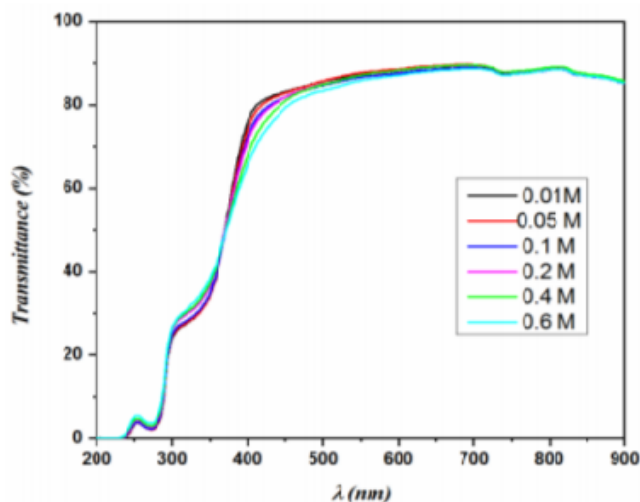


Figure III.11: Absorbance UV-vis de la solution de nanoparticules d'oxyde de zinc synthétisée avec différentes concentrations d'acétate de zinc

Ce que montre la Figure III.12 sont les spectres de transmittance UV-Vis des mêmes échantillons, qui pour tous ceux-ci étaient plus de 88% dans la région (400-900 nm). Une diminution brutale de cette transmittance dans la région inférieure à 400 nm a été observée, ce qui représente les bandes d'absorption fondamentales (bande de valence à bande de conduction des nanoparticules de ZnO).



+

Figure III.12: Spectres de transmittance UV-vis de la solution de nanoparticules d'oxyde de zinc préparée avec différentes concentrations

5.2.2. Analyse par la spectroscopie Infrarouge (FTIR)

L'étude FT-IR a été utilisée pour trouver les biomolécules possibles chez Phoenix Dactylifera. L'impliqués dans la formation et la stabilisation des NP de ZnO. Les groupes fonctionnels possibles de l'extrait avant son utilisation sont illustrés à la Figure III.13.

Également sur cette figure, les spectres d'absorption de la préparation ZnONPs et l'extrait après utilisation dans la préparation de ZnONPs (cas de 0,4M de $(Zn(Ac)_2 \cdot 2H_2O)$ échantillon) ont été exposés. Pour les échantillons de NP de ZnO synthétisés et recuits à $450^\circ C$, adsorption pics à 593 et 674 cm^{-1} sont attribués aux NP de ZnO synthétisés verts.

De plus, le FTIR le spectre de l'extrait avant son utilisation montre des pics et des bandes forts à 3422 , 2934 , 1631 , 1402 , 1208 et 1070 cm^{-1} . La bande de vibration à étirement large la plus remarquable correspond à 3422 cm^{-1} est lié à l'O—H libre dans les liaisons moléculaires et du groupe O—H. Les bandes à 2934 , 1631 , 1402 et gamme de 1208 à 1070 cm^{-1} représentent les hydrocarbures saturés C—H (C_{sp^3} -H), groupe carbonyle (C=O), étirant le cycle aromatique C=C et les liaisons C—OH, respectivement. Alors que le groupe autour 2354 cm^{-1} correspond au mode de vibration du CO_2 , qui peut pénétrer dans l'extrait, depuis son milieu environnant. Le spectre FT-IR de l'extrait après son utilisation montre une diminution remarquable de Bande de vibration étirée de 3422 cm^{-1} de large qui est liée à la disparition des liaisons O—H de l'extrait utilisé. Une diminution similaire dans les bandes à 2934 , 1631 , 1402 et 1208 à 1070 cm^{-1} représentant les obligations citées ci-dessus a été remarquée. Comme il est bien connu des composés phénoliques contiennent des liaisons telles que C=C, C—H et C—OH avec bien sûr des radicaux et basé sur

une étude précédente dans lequel il a été démontré que la disparition des bandes citées entre 3422 et 1070 cm^{-1} , sont crédités aux composés phénoliques, qui étaient impliqués dans la formation d'oxydes de cuivre NPs. De telles conceptions nous amènent à proclamer que les agents responsables de la formation des NP ZnO et mono cristal sont les composés phénoliques.. Il est à noter qu'une apparition de pics à 593 et 674 cm^{-1} dans le spectre de l'extrait après son utilisation peuvent être attribuée aux NP de ZnO résiduels dans l'extrait.

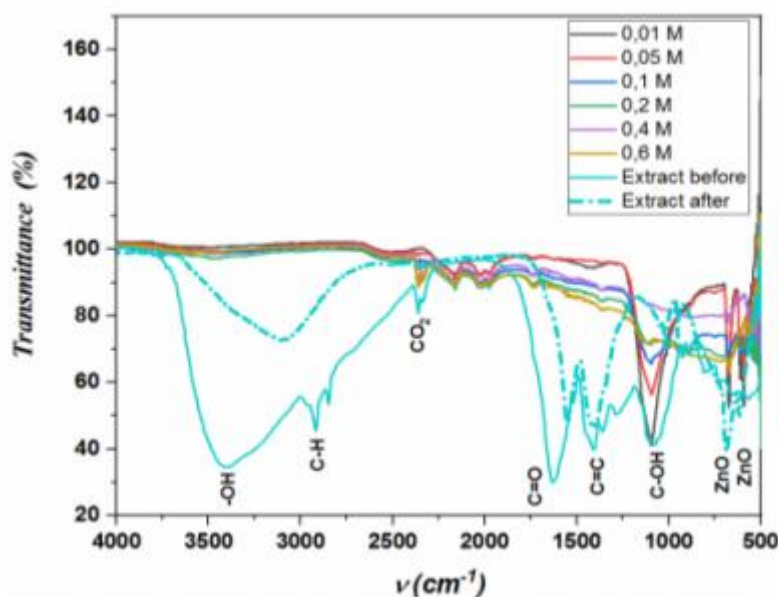


Figure III.13 : Spectre FTIR de Phoenix Dactylifera. L et les nanoparticules de ZnO préparées comme fonction de concentration

5.2.3. Analyse par DRX

La Figure III.14 présente des motifs XRD des nanoparticules de ZnO synthétisées et recuites à 450 ° C avec différentes concentrations d'acétate de zinc. On voit clairement que des pics de diffraction sont présents dans tout le spectre de l'échantillon. Différents plans cristallins tels que (100), (002), (101), (102), (110), (103), (200), (112), (201), (202) (104) et (203) correspondent bien à la structure würtzite hexagonale de ZnO ayant la carte JCPDS No. 01.089-0510. (100), (002) et (101) les intensités des pics augmentent légèrement avec l'augmentation de la concentration d'acétate de zinc dans la solution jusqu'à 0,4 M puis diminuer pour la dernière concentration. La présence de pics (100), (002) et (101) dans le spectre XRD indique la formation de la haute pureté de cristallinité des nanoparticules de ZnO. De plus, aucun pic n'était observé en raison d'autres impuretés.

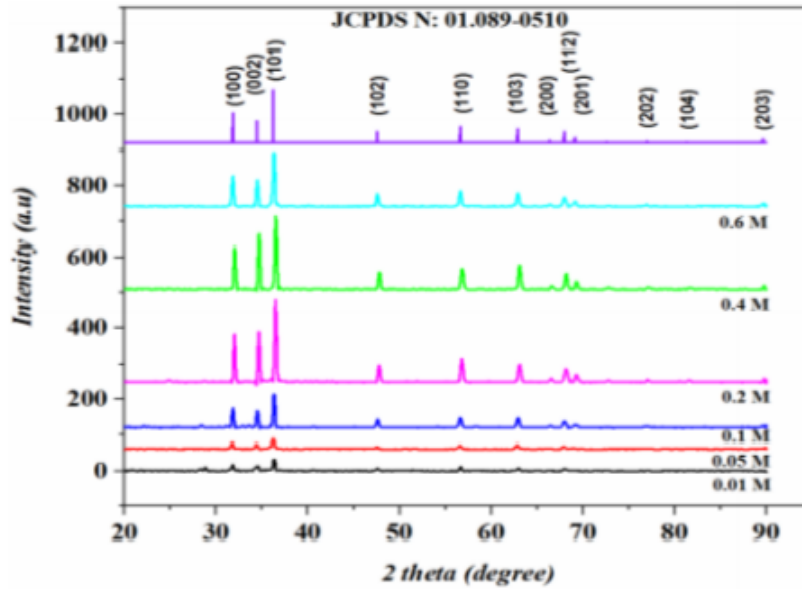


Figure III.14 : Diagrammes de diffraction des rayons X des nanoparticules de ZnO en fonction de la concentration

5.2.4. Analyse par MEB

La figure III.15 (a-f) présente des images MEB des NP ZnO synthétisées. Il est clairement montré que, dans en général, les nanoparticules dépendent davantage de la concentration en acétate de zinc. Différent des formes irrégulières sont observées; un mélange de coton séché et de feuilles (Figure III.15 a et b) dans les étuis des concentrations (0,01 et 0,05 M). Alors que pour 0,2 et 0,6 M, les nanoparticules deviennent plus grands et ont des formes de laine polaire comme on le voit dans (Figure III.15 d et f). Mais, pour le 0,1 et 0,4 M concentration de zinc, comme le fait d'observer leurs images MEB (Figure III.15 c, c', e et e' (agrandie)), il a été observé qu'il existe plus d'une forme (un long bâton forme des nanoparticules et n'ayant que forme longitudinale) et même ils deviennent plus grands en dimension et dimension et, parfois, simples microcristaux (Figure III.15 c'et e').

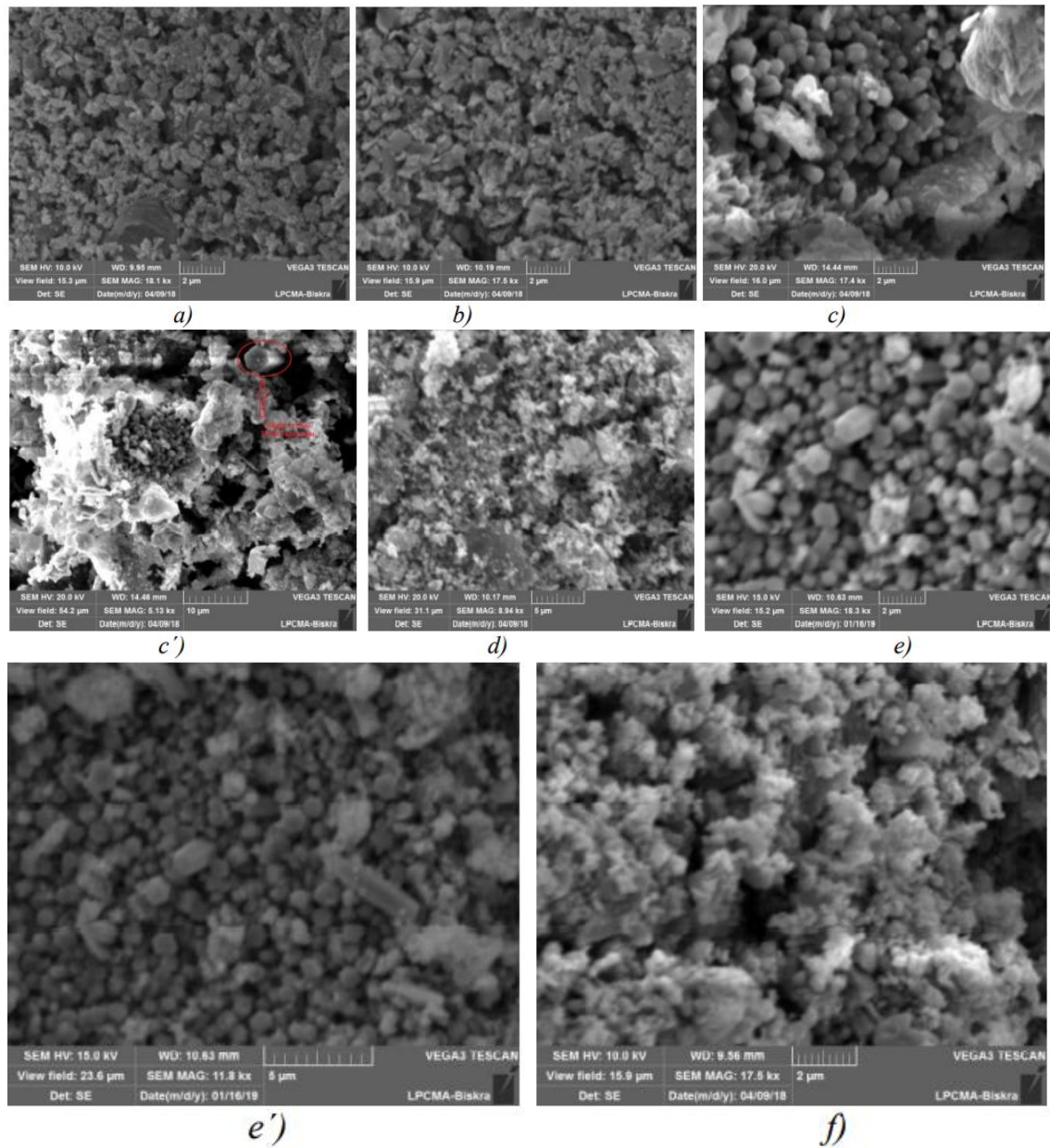


Figure III.15 : Images MEB de nanoparticules de ZnO synthétisées vertes: a) 0,01 M, b) 0,05 M, c) 0,1 M, c') Image focalisée 0,1 M, d) 0,2 M, e) 0,4 M, e') Image focalisée 0,4 M, f) 0,6 M

Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté diverses études sur la synthèse verte et expliqué la production de nanoparticules d'oxyde de zinc à l'aide de l'extrait des feuilles de diverse plantes.

La caractérisation de DRX a montré la présence de pics de diffraction forts et intenses, indiquant la formation de nanoparticules cristallines avec la phase hexagonale la plus stable, la taille de l'échantillon obtenu est à l'échelle nanométrique, ce qui a été confirmé par les images MEB à différents agrandissements de particules d'oxyde de zinc.

Les spectres d'absorption ont été suivis par UV-Vis. Les pics d'absorption caractéristiques montrent une longueur d'onde d'environ 370 nm, indiquant une bande interdite de 3,24 eV, ce qui prouve la bonne absorption des nanoparticules d'oxyde de zinc dans la région UV. La composition chimique des particules d'oxyde de zinc a été examinée par spectroscopie FTIR.

Références Bibliographiques

- [1] S. Azizi, M. B. Ahmad, F. Namvar, and R. Mohamad, "Green biosynthesis and characterization of zinc oxide nanoparticles using brown marine macroalga *Sargassum muticum* aqueous extract," *Mater. Lett.*, vol. 116, pp. 275–277, 2014, doi: 10.1016/j.matlet.2013.11.038.
- [2] P. Vanathi, P. Rajiv, S. Narendhran, S. Rajeshwari, P. K. S. M. Rahman, and R. Venckatesh, "Biosynthesis and characterization of phyto mediated zinc oxide nanoparticles: A green chemistry approach," *Mater. Lett.*, vol. 134, pp. 13–15, 2014, doi: 10.1016/j.matlet.2014.07.029.
- [3] B. Siripireddy and B. K. Mandal, "Facile green synthesis of zinc oxide nanoparticles by *Eucalyptus globulus* and their photocatalytic and antioxidant activity," *Adv. Powder Technol.*, vol. 28, no. 3, pp. 785–797, 2017, doi: 10.1016/j.appt.2016.11.026.
- [4] D. Barani et al., "Green synthesis of zno nanoparticles using phoenix dactylifera. L leaf extract: Effect of zinc acetate concentration on the type of product," *Dig. J. Nanomater. Biostructures*, vol. 14, no. 3, pp. 581–591, 2019.

Conclusion générale

Conclusion Générale

Le palmier Phoenix Dactylifera. L est l'une des cultures les plus importantes des régions arides et est considéré comme la ressource la plus importante, à la fois écologiquement, économiquement et socialement.

Ce travail est une étude bibliographique sur la synthèse verte des nanoparticules de ZnO, utilisant des extraits de plantes.

Les études précédentes démontrent que la synthèse verte par les extraits de feuilles est une méthode simple, écologique et bioéconomique, ont été utilisés l'extrait de feuilles comme agent réducteur dans la synthèse de nanoparticules d'oxyde de zinc.

La caractérisation structurale a été effectuée par la technique Diffraction des Rayons X, qui montré que les poudres synthétisées de ZnO, cristallisent dans une structure hexagonale würtzite, la taille de l'échantillon obtenu est à l'échelle nanométrique, ce qui a été confirmé par les images MEB à différents agrandissements de particules d'oxyde de zinc.

La caractérisation spectroscopique par IR a permis de révéler toutes les liaisons chimiques existant dans les nano poudres de ZnO pure, on notera en particulier les liaisons de Zn-O et les liaisons hydroxyde, les spectres d'absorption ont été suivis par UV-Vis. Les pics d'absorption caractéristiques montrent une longueur d'onde d'environ 370 nm. Par conséquent, la synthèse verte est une méthode de synthèse facile et respectueuse de l'environnement, les NP de ZnO qui peuvent être la meilleure alternative pour les méthodes physiques et chimiques. Il devrait avoir des applications remarquables dans les industries pharmaceutique, biomédicale et cosmétique.

RESUME

Dans ce travail nous avons rapporté la biosynthèse de nanoparticules d'oxyde de zinc dans diverses études utilisant des extraits de macro algue marine brune *Sargassum muticum*, plante *Eichhornia crassipes* d'*Eucalyptus globulus* phoenix *dactylifera*. L. L'étude par XRD a montré les pics de diffraction forts, intenses et de faible largeur indiquant, la formation de nanoparticules cristallines avec la phase hexagonale la plus stable, Les spectres UV-visibles des nanoparticules synthétisées ont révélé pic caractéristique à 361 nm indiquant la formation de nanoparticules de ZnO. Spectres FTIR a révélé l'implication de fragments sulfate et hydroxyle du polysaccharide dans la formation de NPs ZnO. L'analyse MEB montre que les NPs de ZnO purs synthétisés ont des structures de würtzite hexagonales et que la taille moyenne varie de 30 à 57 nm est en accord étroit avec le modèle XRD. La synthèse verte de nanoparticules d'oxyde de zinc à l'aide d'extraits de plantes a été suggérée comme une alternative écologique possible aux méthodes chimiques et physiques.

MOTS-CLE : Phoenix *Dactylifera*. L, nanoparticules de ZnO, synthèse verte, spectres, acétate de zinc.

ABSTRACT

In this work we reported the biosynthesis of zinc oxide nanoparticles in various studies using extracts of the brown marine macro-algae *Sargassum muticum*, plant *Eichhornia crassipes*, from *Eucalyptus globules*, Phoenix *dactylifera*. L. the XRD study showed strong, intense and narrow diffraction peaks indicating the formation of crystalline nanoparticles with the most stable hexagonal phase. The UV-visible spectra of the synthesized nanoparticles revealed a characteristic peak at 361 nm indicating the formation of ZnO nanoparticles. FTIR spectra revealed the involvement of sulfate and hydroxyl fragments of the polysaccharide in the formation of ZnO NPs. SEM analysis shows that the pure ZnO NPs synthesized have hexagonal würtzite structures and that the average size ranging from 30 to 57 nm is in close agreement with the XRD model. Green synthesis of zinc oxide nanoparticles using plant extracts has been suggested as a possible ecological alternative to chemical and physical methods.

KEY-WORD: phoenix *Dactylifera*. L, ZnO nanoparticles, green synthesis, spectra, Zinc acetate.