

République algérienne démocratique et populaire
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique
Centre universitaire BELHADJ BOUCHAIB d'AIN TEMOUCHENT
Institut des sciences
Département des sciences de la matière



Projet de fin d'études
Pour l'obtention du diplôme de master en :
Domaine : SCIENCE DE LA MATIERE
Filière : CHIMIE

Thème :
Synthèse et applications de nanocomposites Sépiolite/ZnO

Présenté par :
GHERRAS Ikram

Devant le jury composé de :

Président du jury :	S.KACIMI	Pr	CUBBAT
Examineurs :	L.BELARBI	Pr	CUBBAT
Examineur :	C.BACHIR	MCA	CUBBAT
Encadrant :	S.BOUSSELEM	Pr	CUBBAT

Années universitaires 2018/2019

Remercîment

Je tiens tout d'abord a remercier Dieu le tout puissant et miséricordieux qui m'a donner la force et la patience d'accomplir ce modeste travail.

En suite je tiens a exprimer ma profonde reconnaissance a mon encadreur Pr. BOUSSALEM Smain pour l'orientation, la confiance, la patience qui a constituer un apport considérable sans le quel ce travail n'aurait pas pu être mené.

Qu'il trouve dans ce travail un hommage vivant à sa haute personne.

Ma sincère gratitude a Monsieur le Pr. BELARBI Lahcen, qui m'a énormément appris et soutenu.

Je tiens a exprimer mes sincères remerciements a l'ensemble des enseignants et personnels du centre universitaire BELHADJ BOUCHAIB qui m'ont inspiré et inculque par leurs compétences et m'ont soutenu dans la poursuite de mes études : madame BACHIR, Monsieur CHIKHI, Monsieur KACIMI, Monsieur MEJAHDI, Madame RAMDANI

Enfin, je remercie tous ceux qui, de près ou de loin on contribué a la réalisation de ce travail.

Dédicace

Je dédie ce travail a mes parents, BAROUDI et KHADIDJA, qui on toujours été la pour moi « vous avez tout sacrifiée pour vos enfants n'épargnant ni sante ni efforts, vous m'avez donné un magnifique modèle de labeur et de persévérance. Je suis redevable d'une éducation dont je suis fier ».

Je remercie mes sœurs HOUDA et MAROUA et tout spécialement ma moitié, celle avec qui je suis venue au monde et qui m'inspire ma sœur jumelle ASMAA et leur exprime toute ma reconnaissance.

je remercie tout mes ami(e)s et mes proche que pour leur sincère amitié et confiance : BEKRATOU Fatima, ABID Youcef, SEBAHI khalid,BERRAHO Meriem...

je remercie aussi les étudiants du centre universitaire avec qui j'ai passe 5 longue années, riche en souvenir inoubliable : Fatiha, Ahlem, Khadidja, Sara, Ameer, Asma, Houda, et Youcef...

A tous ces intervenants, je présente mes remerciements, mon respect et ma gratitude.

Liste des tableaux

Tableau 1: classification des principaux groupes de minéraux argileux	12
Tableau 2 : caractéristique des bactéries.....	22
Tableau 3: étapes et description du protocole de Gram	23
Tableau 4: résultats du test de réduction du DPPH	38

Liste des figures :

Figure 1 : Représentation des échelles caractéristiques des argiles lamellaires [vaia et al (1995)]	6
Figure 2 : Principaux modèles des motifs cristallographiques des argiles lamellaires (Grim 1953)	7
Figure 3 : Classification des principaleaux categories d'argiles [Manas-Zloczower (1994)]	8
Figure 4 : Représentation de la structure de la kaolinite [Grim (1962)]	8
Figure 5 : Représentation de la structure des smectites.....	9
Figure 6 : Représentation de la structure de la vermiculite de magnésium projeter sur le plan XZ [mathieson (1958)]......	9
Figure 7 : Représentation de la structure de la chlorite [Grim (1962)]	10
Figure 8 : Représentation de la structure de la palygorskite [Bailey (1980)]	11
Figure 9 : Représentation de la structure de la sépiolite [Bailey (1980)].....	11
Figure 10 : Représentation schématique d'un élément d'un feuillet de phyllosilicates de magnésium 2:1.....	13
Figure 11: Représentation du schéma structural de la sépiolite [w.kuang(2003)]	14
Figure 12: image au microscope électronique de la sépiolite [m.rautureau(1974)]	14
Figure 13:représentation schématique de la structure de la sépiolite [m.rautureau(2004)]......	14
Figure 14 : principaux utilisation des sépiolites dans l'industrie [R.Robertson(1957)] actualise par [M.Rautureau(1972)]......	15
Figure 15: structure Wutzite du ZnO.....	16
Figure 16: activité biologique des produits naturels.....	19
Figure 17: forme variable de bactéries	21
Figure 18: schema d'une cellule bacterienne.....	22
Figure 19 : bacterie a paroi unimembranaire - bacterie a paroi bимembranaire	23
Figure 20: vuissualisation etape du protocole de Gram	24
Figure 21: coloration en violet de la bactérie a Gram positif Bacillus creus	24
Figure 22: coloration en rose de l bactérie a Gram négatif E. Coli.....	25
Figure 23: synthèse du nanocomposite	28
Figure 24: filtration et lavage du composite	28
Figure 25: séchage du nanocomposite a l'étuve	28
Figure 26:protocole de synthèse.....	29
Figure 27: représentation de la modification de la surface de la sépiolite.....	29
Figure 28: microanalyseur EDX couplé au microscope a balayage électronique MEB.	30
Figure 29: principe du test de réduction du DPPH.....	32
Figure 30: image par MEB du nanocomposite Sépiolites/ZnO.	34
Figure 31: image par spectromètre a dispersion d'énergie EDX du nanocomposite sépiolites/ZnO. ..	34
Figure 32: image par spectromètre a dispersion d'énergie EDX de la sépiolite	35
Figure 33 : test de l'activité antibactérienne du nanocomposite Sépiolite/ZnO : méthode des puits.	36
Figure 34: changement de la couleur du violet au jaune du DPPH.....	37
Figure 35:spectre UV-vis de la réduction du DPPH	38

Table des matières

Remercîment	
Dédicace	
Introduction général.....	
Chapitre I : études bibliographiques	1
I.1 Les nanocomposite.....	3
I.2 Les argiles	5
I.3 La sépiolite.....	13
I.4 ZnO	16
I.5 Activités biologiques	19
I.6 Les bactéries.....	21
Chapitre II : méthodologie expérimentale	
II.1 Introduction.....	26
II.2 Matériels utilisés	26
II.3 Produits utilisé.....	26
II.4 Synthèse du composite sépiolite/ZnO :	27
II.5 Activités du nanocomposite SEP/ZnO :	30
Chapitre III : résultats et discussion	26
III.1 Introduction.....	34
III.2 Activité antibactérienne :	36
III.3 Activité antioxydante :	37
Conclusion général :	34
Référence :	34

Introduction général

Les nanocomposites suscitent depuis plusieurs années un intérêt grandissant aussi bien pour la recherche que pour l'industrie.

En effet ces nouveaux matériaux présentent un énorme potentiel pour les différents domaines et activités : technologie de pointe, la conquête spatiale, l'énergie et l'environnement

Généralement ces nouveaux matériaux sont plus robustes, stables et performants que les matériaux traditionnels.

D'autre part la tendance à privilégier les produits naturels tels que les plantes, les sols, les algues marines a ouvert de nouvelles voies pour ces derniers.

Les composites constitués de produits naturels ont généralement présenté des activités remarquables.

Dans ce travail on a orienté notre travail vers la synthèse d'un nanocomposite à base d'argile «la sépiolite » et l'étude de ses applications.

Ce travail est constitué de trois chapitres:

Le premier chapitre consiste à une recherche bibliographique couvrant notre sujet.

Le deuxième chapitre nous présentons le matériel et les méthodes utilisées dans notre travail expérimental.

Le troisième chapitre est consacré à la discussion des résultats obtenus. Enfin, une conclusion générale résume les principaux résultats de ce travail.

Chapitre I : études bibliographiques

I.1 Les nanocomposite

Depuis les années 1940 les matériaux nanocomposites ont suscité un grand intérêt aussi bien pour les industriels que pour les chercheurs en vue du grand potentiel qu'ils représentent [1].

Ces matériaux sont généralement de très bons alternatives par rapport aux matériaux traditionnels en raison de leur coût moins important et d'une plus grande stabilité (thermique, mécanique ...)

I.1.1 Nanocomposites généralité :

Un nanocomposite est un matériau solide d'au moins 2 composants dont l'un a au moins une dimension < 100 nanomètres. [2].

Les composites offrent la possibilité de combiner des propriétés propres à chacun des constituants pour aboutir à un produit relativement plus performant et plus intéressant que les composants de départ.

Les nanocomposites présentent des propriétés encore plus remarquables que les composites en raison d'un rapport surface/volume plus important et d'une réactivité généralement plus importante.

Le terme nanocomposite est relativement récent, néanmoins ce n'est pas quelque chose de nouveau en raison de l'existence de larges variétés de nanocomposites et de nanostructures dans la nature tel que les nanobiocomposites naturels (os, toile d'araignée, coquillage).

I.1.2 Classification des nanocomposites :

Les nanocomposites peuvent être classifiés suivant deux critères, suivant :

- 1 la matrice.
- 2 suivant les charges incorporées.

I.1.2.1 Classification suivant la matrice

Classiquement les nanocomposites sont classés selon la nature de la matrice selon l'ordre croissant de la température d'utilisation.

1 Les composites à matrice organique (polymères):

Utilisés dans des domaines de température ne dépassant pas 200 à 300 °C Ils sont sûrement les plus développés du fait de leur importance commerciale et de la maîtrise des processus de leur fabrication.

2 Les composites à matrice métallique :

Composites à matrice métallique ou bien MMCs pour metal matrix composites ont été développés à partir des années 1960-1965.

Utilisés dans des domaines de température allant jusqu'à 600 °C dans certains procédés de fabrication, ils s'inspirent de la métallurgie des poudres et sont développés grâce à la maîtrise des procédés de fabrications ainsi qu'à leur coût avantageux.

3 Les composites à matrice céramique :

Ils ont été développés pour des utilisations en conditions extrêmes : des températures allant jusqu'à 1000 °C, comme les oxydes et les nitrures leur utilisation est limitée par leur ténacité à la rupture. Leur résistance à la fatigue et aux chocs thermiques.

Dernièrement ces matériaux sont "défragilisés" afin d'éviter leur rupture catastrophique, ce qui a permis de les utiliser dans l'aéronautique et le spatial. Ils sont actuellement étudiés pour de futures utilisations dans l'industrie nucléaire. [3].

I.1.2.2 Classification suivant les différents types de renforts :

Les renforts peuvent être classés en fonction de leur géométrie.

1 Les nanoparticules :

Les nanoparticules ont été utilisées comme charge depuis plus de cent ans. Les améliorations et nouvelles méthodes ont abouti à un meilleur contrôle de la taille, de la morphologie et des propriétés de surface.

2 Les nanotubes et nanofibres :

Ont un diamètre inférieur à 100 nm et un rapport longueur/diamètre supérieur à 100. le plus souvent c'est des nanotubes de carbone utilisés pour leurs exceptionnelles propriétés mécaniques et électriques. Ils peuvent être utilisés avec une grande variété de matrices.

3 Plaques/lamelles/feuilletés :

Il s'agit le plus souvent d'argiles, naturelles et facilement extraites elles présentent un avantage certain.

Ce sont des matériaux constitués de couches, et donc la structure est déterminée et largement étudiée [4].

I.1.3 Applications des nanocomposites :

Les nanocomposites sont utilisées dans plusieurs domaines.

L'industrie (automobile, La conception de coque de bateaux, soumarins, avions...).

La sante (charbon actif modifier, nanocomposites a particules actives ...).

Les technologies.

La construction et bâtiment.

Les textiles (textiles révolutionnaire)

Le domaine environnemental.

I.2 Les argiles

Les argiles constituent une famille de matériaux très anciens. Elles sont naturellement présentes sur la couche terrestre et peuvent être facilement exploitées.

Très répandues et dotées de plusieurs vertus aussi bien médicinales que cosmétologiques, elles ont été utilisées par l'homme de tout temps.

D'ailleurs, le mot argile provient du latin *Argilla*. Ce même mot est dérivé du grec *argillos*, dont la racine, *argos*, signifie d'une blancheur éclatante.

Les argiles commerciales se présentent sous forme de poudre fine, dont les grains sont constitués d'agglomérats avec une taille caractéristique de l'ordre de $10\ \mu\text{m}$. Ces agglomérats se forment lors de l'assemblage en particules primaires de plusieurs empilements de feuillets nommés cristallites. Ces empilements contiennent environ une dizaine de feuillets séparés par un espace interfoliaire. Le feuillet individuel correspond à la plus petite particule des argiles lamellaires. Son épaisseur peut varier de $7\ \text{\AA}$ à $11\ \text{\AA}$.

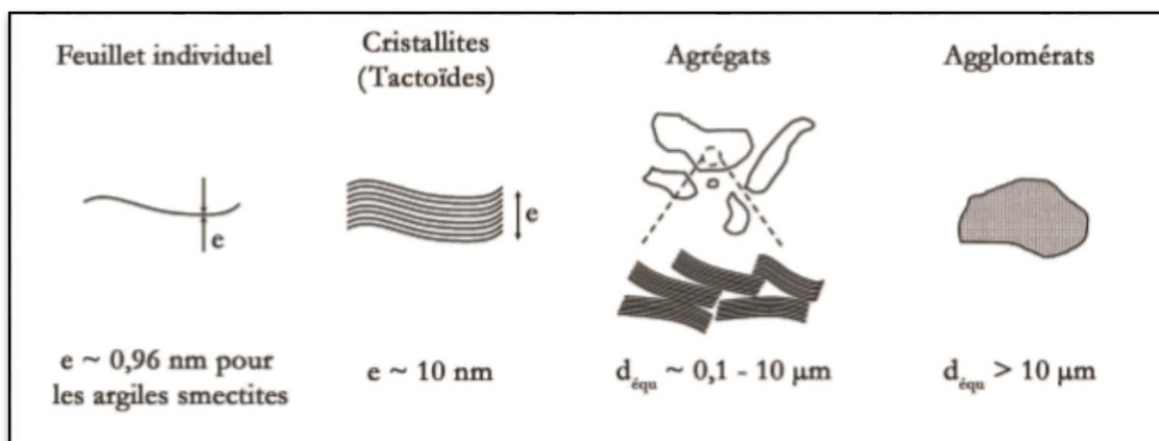


Figure 1 : Représentation des échelles caractéristiques des argiles lamellaires [vaia et al (1995)]

I.2.1 Définition :

L'argile désigne un matériau naturel composé principalement de minéraux à cristallites très fines. Sa formation est liée aux altérations physiques, chimiques et biologiques des roches.

Les argiles ont une composition chimique très semblable à la décomposition moyenne de la surface terrestre. Celle-ci est composée d'au moins 50% de silicates d'alumine plus ou moins hydratés, avec la présence de quelques minéraux associés comme des oxydes et hydroxydes de fer, carbonates, quartz....

Les argiles sont des aluminosilicates à structures microcristallines monodimensionnelles en fibres (sépiolite et palygorskite). Ou bidimensionnelles en feuillets (phyllosilicates) [5].

La plupart des minéraux argileux appartiennent à la famille des phyllosilicates plus ou moins hydratés. Ils sont constitués d'un empilement variable de feuillets élémentaires, de structure bien définie, celui-ci est associé à un espace interfoliaire, constitue l'unité structurale [6].

Les argiles possèdent divers propriétés physico-chimiques comme une grande surface spécifique, plasticité, une capacité d'adsorption d'eau et de gonflement, une faible perméabilité.

Les argiles peuvent être appliquées dans plusieurs domaines comme la fabrication de matériaux de construction, la cosmétique, la dépollution des eaux ou le stockage des déchets.

I.2.2 Classification des minéraux argileux :

Les argiles lamellaires ont pour particularité de présenter une structure de feuillets empilés, ces feuillets sont constituées d'une combinaison de couches planes : Des couches tétraédriques et octaédriques.

La couche tétraédrique (T) :

C'est une structure de tétraèdre de silice dont les atomes d'oxygène sont place aux sommets et l'atome de silicium au centre de formule est $Si_4O_6(OH)_4$, et d'épaisseur de 3 Å

La couche octaédrique (O) :

C'est un structure d'octaèdre d'aluminium ou de magnésium dont les ions hydroxyde sont place aux sommets et l'atome d'aluminium ou de magnésium au centre de formule est $Si_4O_6(OH)_4$, et d'épaisseur d'environ 4 Å [Grim (1953)].

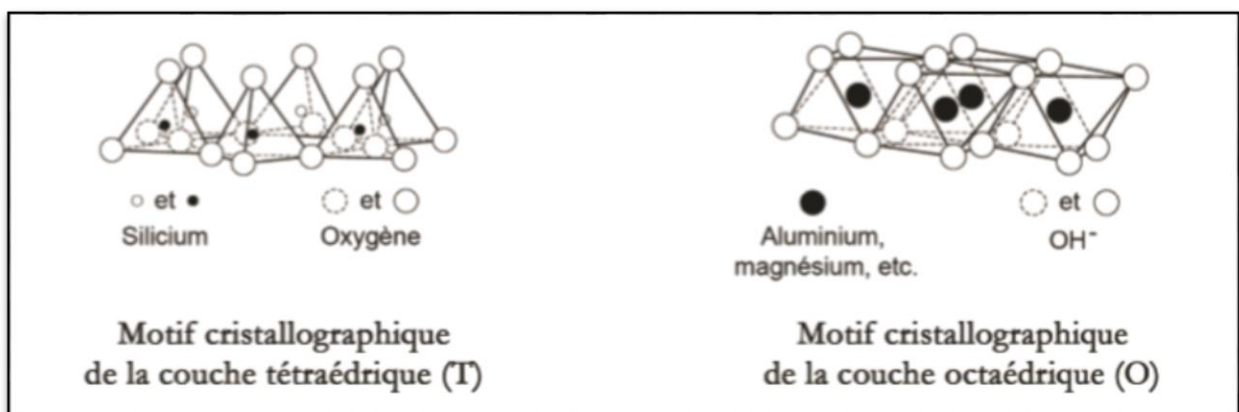


Figure 2 : Principaux modèles des motifs cristallographiques des argiles lamellaires (Grim 1953)

La classification des phyllosilicates repose sur un ensemble de critères regroupant le nombre de couches mises en commun dans le feuillet élémentaire, le mode d'empilement et la chimie des feuillets.

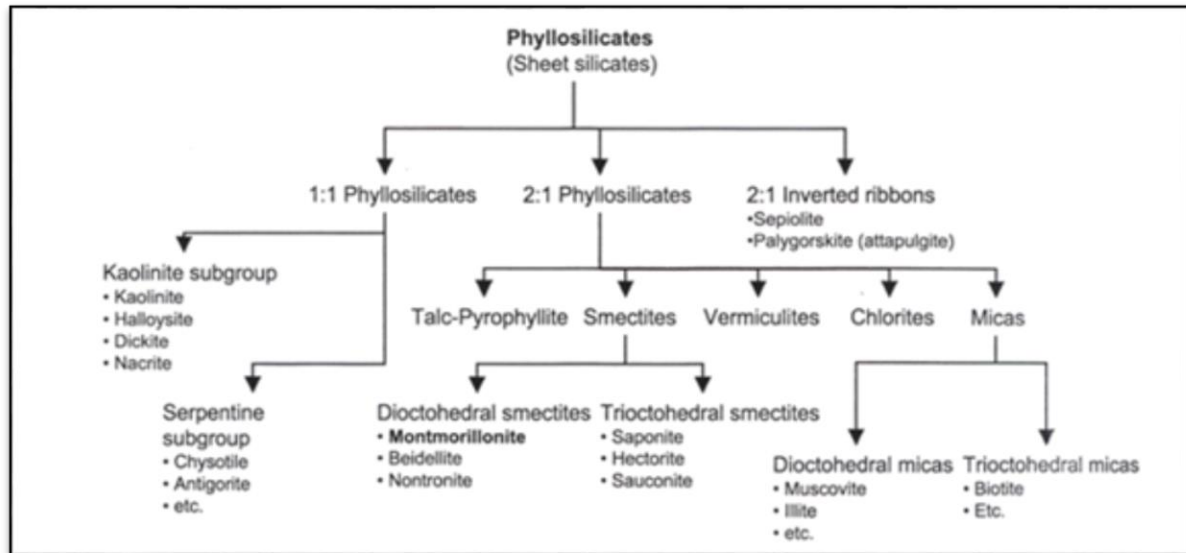


Figure 3 : Classification des principaux categories d'argiles [Manas-Zloczower (1994)]

On distingue parmi les minéraux argileux trois grands groupes (1/1 - 2/1 - 2/1/1).

Minéraux de type 1/1 (T-O) :

Ils sont constitués d'une couche tétraédrique et d'une couche octaédrique. La distance interfeuillets est de l'ordre de 7Å. Les principaux représentants de cette famille sont les kaolinites.

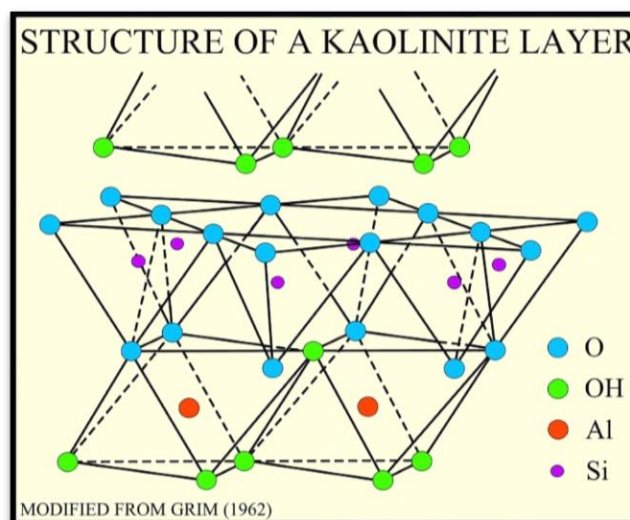


Figure 4 : Représentation de la structure de la kaolinite [Grim (1962)]

Minéraux de type 2/1 (T-O-T) :

Leurs feuillets sont constitués de deux couches tétraédriques de silice, et d'une couche octaédrique alumineuse mais cette couche octaédrique a une composition différentes suivant les argiles, de sorte qu'il convient d'en distinguer deux types. La distance interfeuillets est de l'ordre de 10Å.

Le premier type est dioctaédrique telles que les smectites.

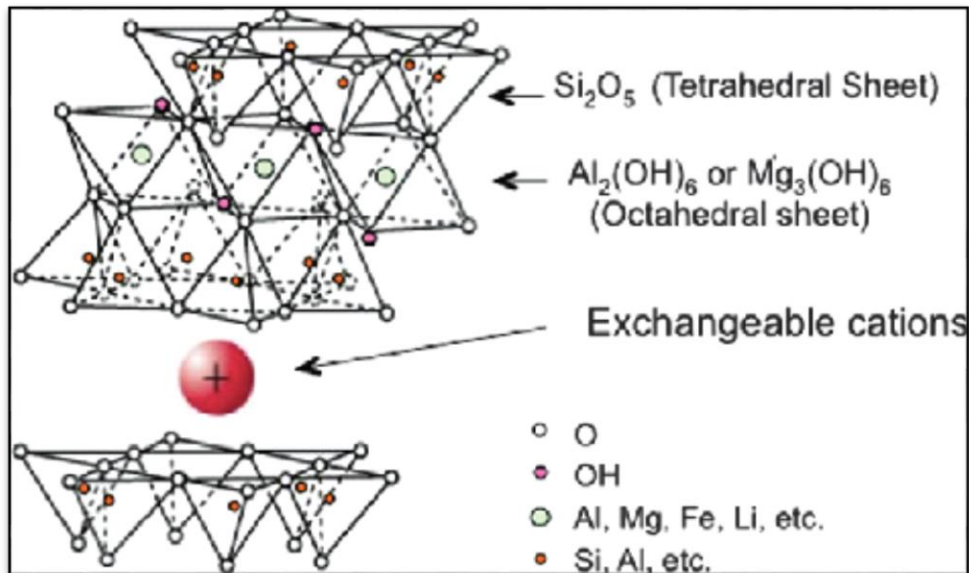


Figure 5 : Représentation de la structure des smectites

Le second groupe est de type trioctaédrique c'est le cas des Vermiculites. La figure 06 représente la structure des vermiculite.

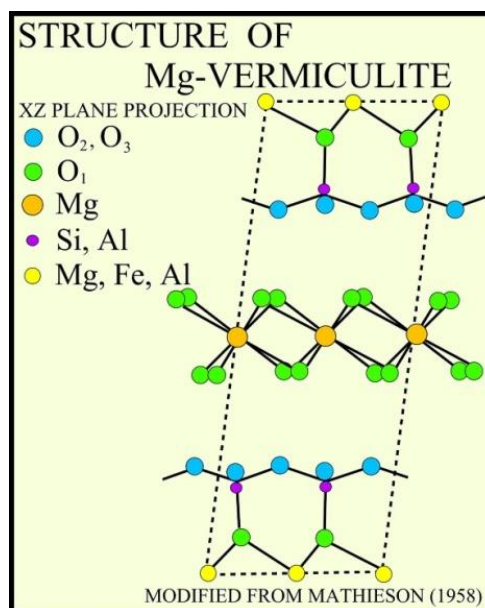


Figure 6 : Représentation de la structure de la vermiculite de magnésium projeté sur le plan XZ [mathieson (1958)].

Minéraux de type 2/1/1 (T-O-T-O) :

ce groupe est constitué par un feuillet de type (2/1) et d'une couche octaédrique interfoliaire. L'épaisseur du feuillet est d'environ 14 Å. C'est le cas de la Chlorite.

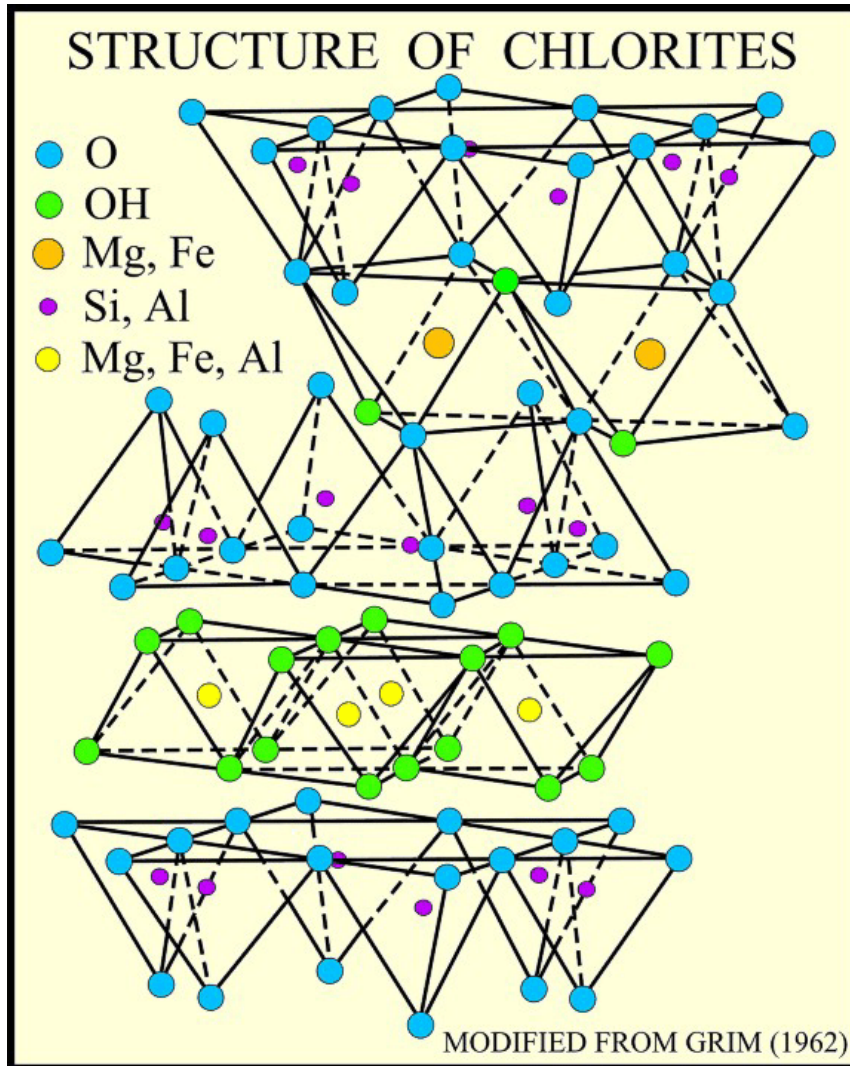


Figure 7 : Représentation de la structure de la chlorite [Grim (1962)]

Les argiles à pseudo-feuillets et à facies fibreux :

Ce sont des minéraux à pseudo-feuillets constitués de plans continus d'atomes d'oxygène séparés entre eux par deux plans contenant un assemblage compact d'atomes d'oxygène et de groupements hydroxyle.

La structure cristalline de ces minéraux est celle d'un feuillet 2 : 1 mais l'extension latérale des feuillets est limitée à quelques tétraèdres et octaèdres, ceci les transforme en rubans à section rectangulaire. Cette rupture donne naissance à des lacunes qui forment des canaux

structuraux entre les rubans, de sorte que la structure présente en coupe l'aspect d'une brique creuse.

Ces argiles fibreuses sont classées selon la largeur des bandes tétraédriques alternées. On distingue ainsi une famille avec rubans à quatre tétraèdres : la Palygorskite

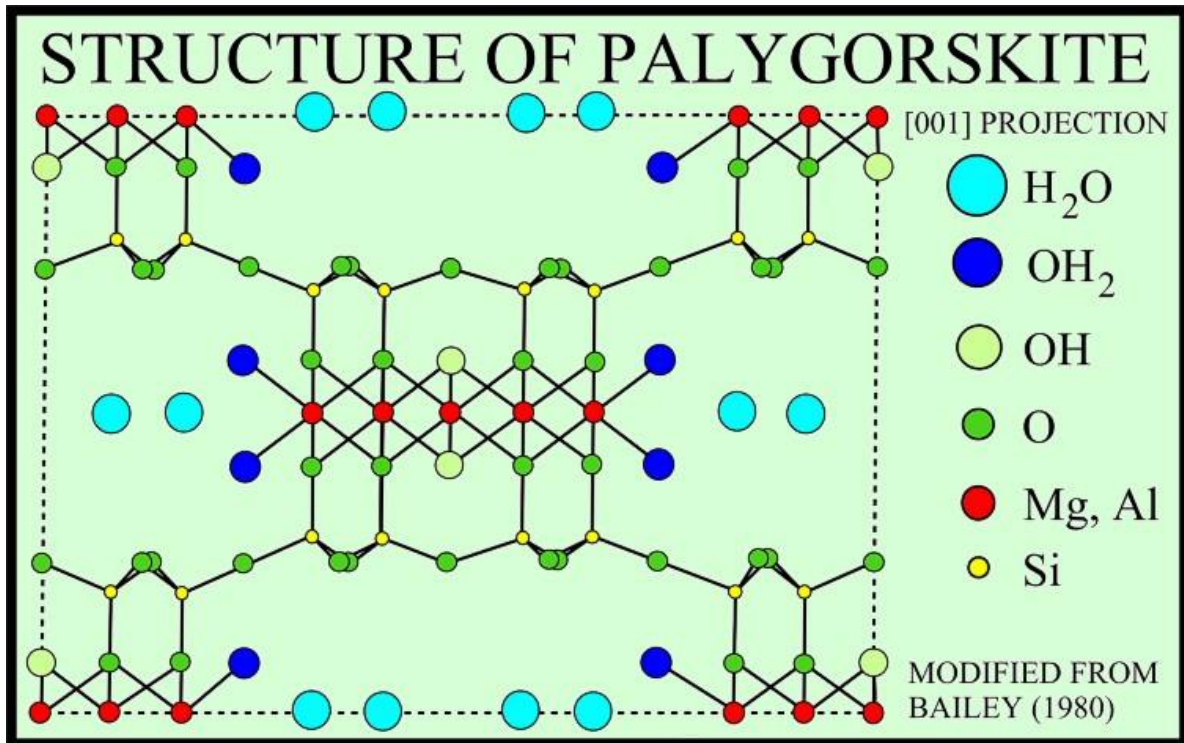


Figure 8 : Représentation de la structure de la palygorskite [Bailey (1980)]

Et une famille avec rubans à six tétraèdres : la Sépiolite.

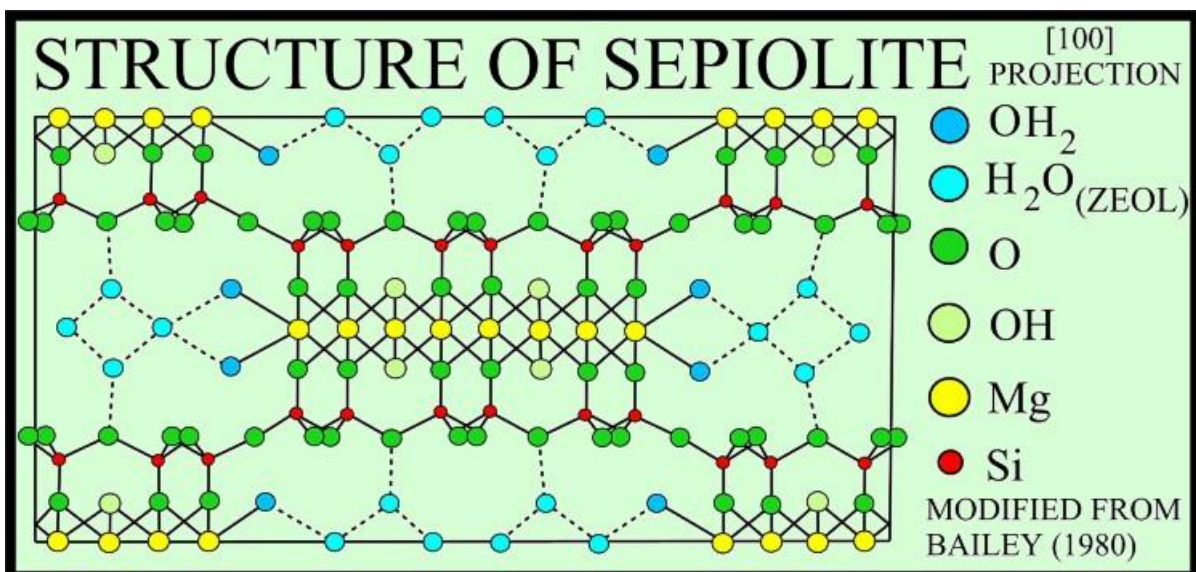


Figure 9 : Représentation de la structure de la sépiolite [Bailey (1980)]

Le tableau ci dessous regroupe une classification des argiles basée sur le nombre de feuillet selon [7].

Tableau 1: classification des principaux groupes de minéraux argileux

Groupe	Feuillet	Nature de la couche octaédrique	Charge du Feuillet	Exemples
Kaolin	1 :1	Dioctaédrique	0	Kaolinite, dicktite, nacrite.
Serpentine	1 :1	Trioctaédrique		Chrysotile, antigorite, lizardite.
Pyrophyllite	2 :1	Dioctaédrique	0	Pyrophyllite.
Talc	2 :1	Trioctaédrique		Talc, willemseite .
Mica	2 :1	Dioctaédrique	1	Muscovite, paragonite, céladonite,
Mica dur	2 :1	Trioctaédrique Dioctaédrique Trioctaédrique	2	phlogopite, biotite, lépidotite. Margarite. clintonite, anandite .
Chlorite	2:1 (TOTO)	Dioctaédrique Di- trioctaédrique trioctaédrique	variable	Donbassite. Cookeite, sudoite. Clinochlore, chamosite, nimite .
Smectite	2 :1	Dioctaédrique	0.2 à 0.6	Montmorillonite, beidellite,
vermiculite	2 :1	Trioctaédrique Dioctaédrique Trioctaédrique	0.65 à 0.8	Saponite, hectorite. vermiculite Dioctaédrique. vermiculite trioctaédrique.
Palygorskite	2 :1		variable	Palygorskite.
Sépiolite	2 :1			Sépiolite.

I.3 La sépiolite

La sépiolite est universellement connue, dans la pratique on trouve de nombreux nom d'usage le plus répandue est "écume de mer ou meerschaum", elle a beaucoup servi à la fabrication de pipe à tabac, son nom sépiolite lui a été donné par Ernst Friedrich Glocker en 1847, ce nom est dérivé d'un terme grec ancien "sépiôn" et qui désigne l'os de seiche.

La sépiolite est une argile minérale qui fait partie de la famille des phyllosilicates hydratés fibreux, elle se présente sous la forme d'une poudre beige inodore.

I.3.1 Structure cristalline de la sépiolite :

La structure de la sépiolite est typiquement tri-octaédrique.

La formule structural idéale de la sépiolite est : $\text{Si}_{12}\text{Mg}_8(\text{OH})_4\text{O}_{30}(\text{H}_2\text{O})_4, 8\text{H}_2\text{O}$ [8].

Elle appartient au système cristallin orthorhombique avec des paramètres de maille : $a=13.43\text{Å}$, $b=26.88\text{Å}$, $c=5.281\text{Å}$.

Le feuillet T-O-T de la sépiolite résulte de la superposition d'une couche octaédrique (O) entre deux couches tétraédriques (T).

La couche médiane est constituée d'octaèdres dont les sommets sont occupés par quatre atomes d'oxygènes et deux hydroxyles [9].

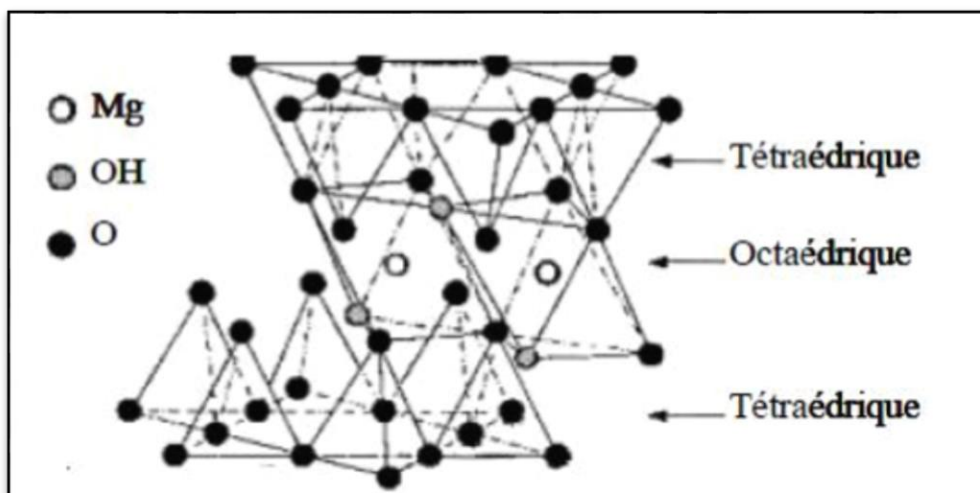


Figure 10 : Représentation schématique d'un élément d'un feuillet de phyllosilicates de magnésium 2:1

L'association des feuillets se fait de manière à assurer la continuité de la couche hexagonale de sorte que les tétraèdres de silice se trouvent inversés toutes les six unités tétraédriques

quand on passe d'un ruban à l'autre. Cette disposition alternée des rubans crée une discontinuité dans la couche octaédrique [10]

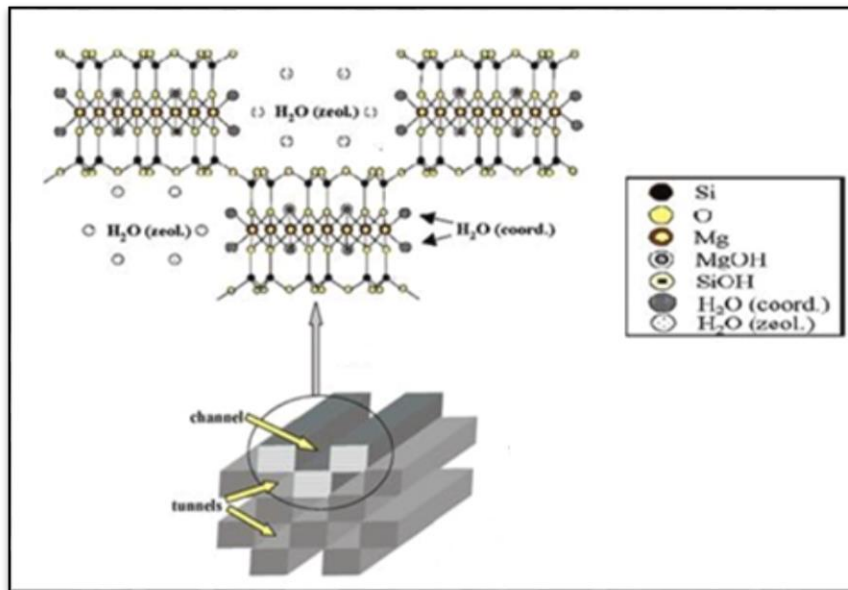


Figure 11: Représentation du schéma structural de la sépiolite [w.kuang(2003)]

La sépiolite a une disposition particulière dans l'espace. Elle a une forme aciculaire avec des canaux internes dont la dimension voisine de $3.7\text{Å} \times 10.6\text{Å}$. [M.Rautureau (1974)]

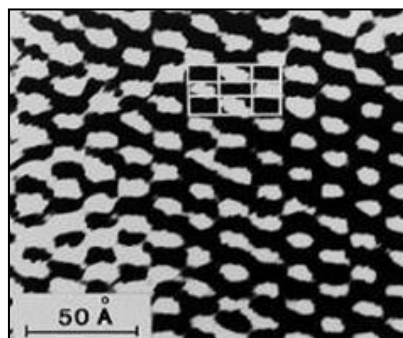


Figure 12: image au microscope électronique de la sépiolite [m.rautureau(1974)]

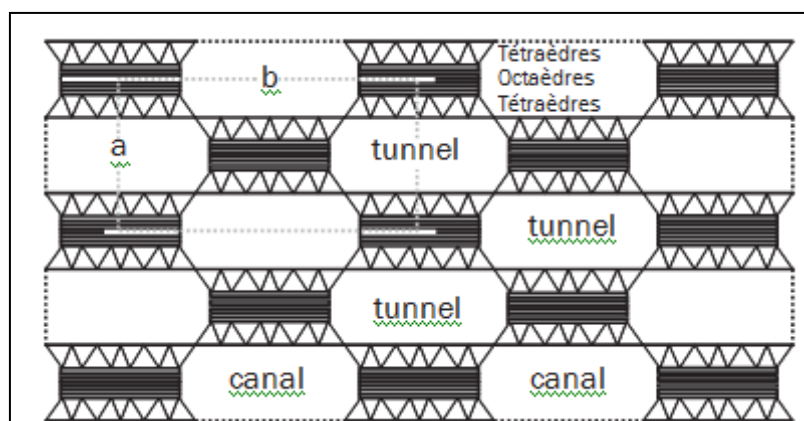


Figure 13:représentation schématique de la structure de la sépiolite [m.rautureau(2004)].

I.3.2 Les propriétés physico-chimiques de la sépiolite :

A l'état naturel, la sépiolite se présente sous forme de particules agglomérées, Sa couleur varie entre blanc, jaune et blanc légèrement verdâtre.[11]

La sépiolite possède une surface électrique non neutre, l'essentiel de la charge superficielle de la sépiolite en solution a pour origine la dissociation des sites amphotères (Si-OH).

La disposition de la sépiolite dans l'espace lui confère une surface spécifique très importante qui peut atteindre 394 m²/g.

En raison de sa surface spécifique exceptionnelle et de la présence de site actif a sa surface la sépiolite possède des propriétés de sorption impressionnante.

La sépiolite est un matériau minéral qui présente une très bonne stabilité thermique.

I.3.3 Application de la sépiolite :

La sépiolite a connue un grand essore dans le milieu de recherche en raison des ses nombreux propriétés.

Elle est utilisée pour la dépollution des eaux/ eaux usées.

Synthés et conception de composites/ nanocomposites.

La sépiolite présente un intérêt certain pour l'industrie.

La figure 14 regroupe les principaux applications de la sépiolite en industrie.

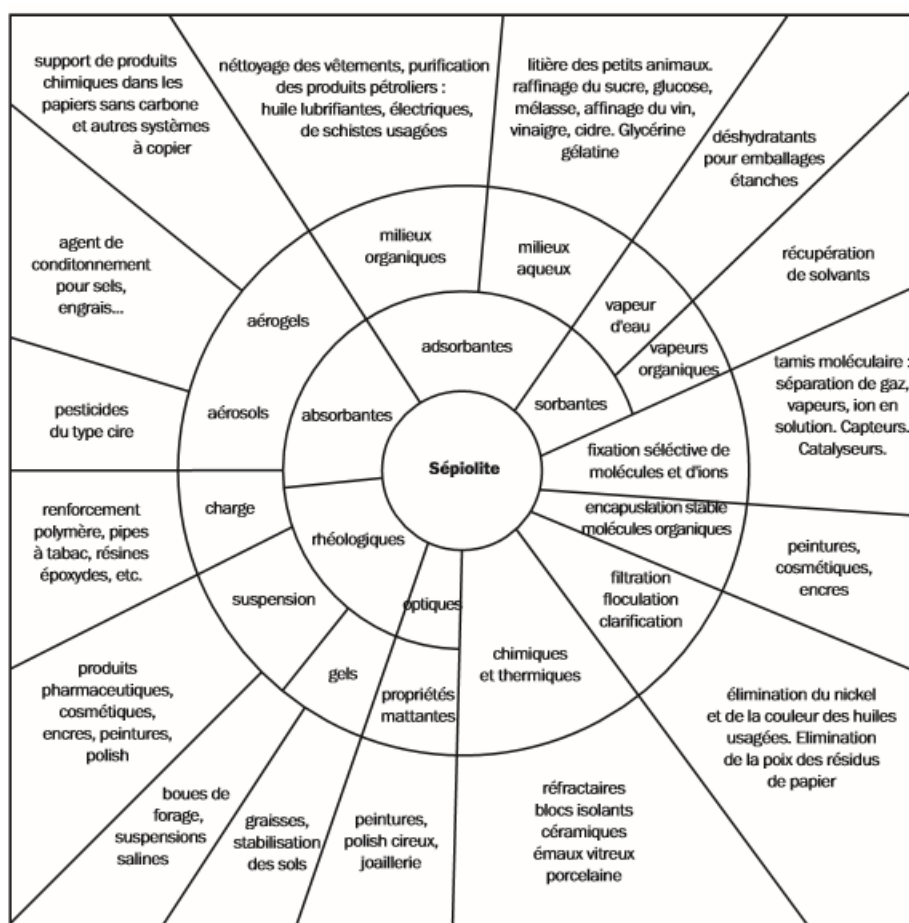


Figure 14 : principales utilisations des sépiolites dans l'industrie [R.Robertson(1957)] actualisée par [M.Rautureau(1972)].

I.4 ZnO

L'oxyde de zinc (ZnO) est un semi-conducteur II-VI à large bande interdite, qui possède des propriétés exceptionnelles. C'est un matériau très prometteur, qui gagne du terrain sur le plan du développement des nouveaux matériaux composite et qui présente de nombreux avantages environnementaux due au fait d'être ni combustible ni explosif .et de posséder des propriétés de dépollution due a son effet photocatalitique.

En plus d'être est un matériau relativement accessible , sa production mondial en 2015 est estimer a 1,6 million de t , il est utiliser en industrie dans un large éventails de domaine : agriculture , pneumatique et caoutchouc , peinture , céramique , verre [12].

I.4.1 Propriétés d'oxyde de Zinc ZnO :

I.4.1.1 Propriété structural du ZnO :

Le ZnO est un composé binaire inorganique qui peut se cristallisé sous deux formes :

- 1 la structure cubique (Blende) qui apparaît sous des pressions élevées et qui est instable.
- 2 la structure hexagonale (de type Wurtzite) qui est la plus stable thermodynamiquement.

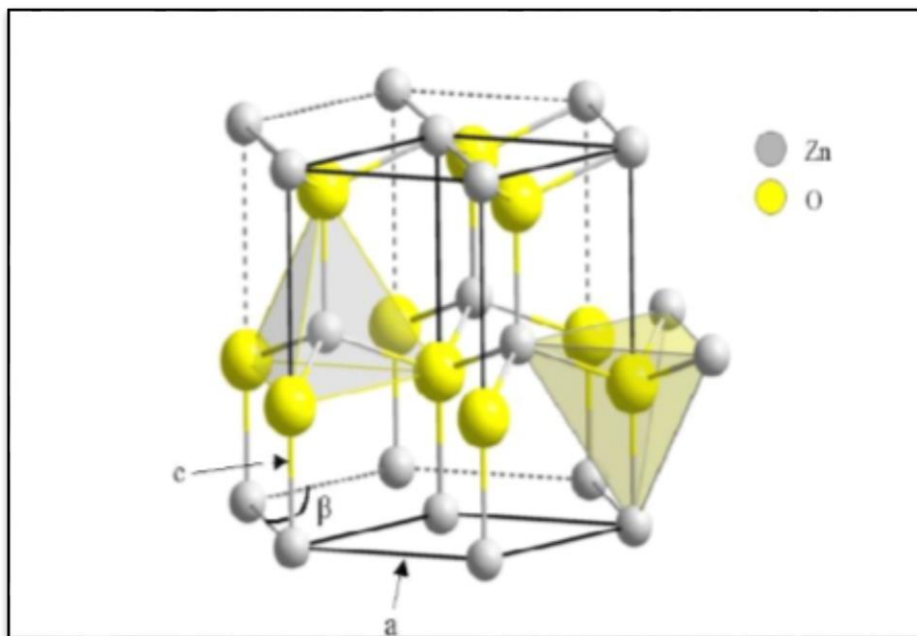


Figure 15: structure Wurtzite du ZnO

La structure Wurtzite du ZnO cristallise est de type hexagonale triple . sous forme d'empilement de doubles couches (Zn et O) compactes.

Les paramètres de la maille élémentaire sont $a = 0.32496$ nm, $c = 0.52042$ nm et $\beta = 120^\circ$, avec un rapport de $c/a=1.601$ qui est proche de celui d'une structure hexagonale compacte idéale ($c/a = 1.633$) [13].

La liaison Zn-O est une liaison covalente de type sp^3 . Cependant elle présente un caractère fortement ionique en raison de la forte électronégativité de l'atome d'oxygène (1.65 pour le Zinc et 3.44 pour l'oxygène).

I.4.1.2 Propriété électronique :

Le ZnO est composé d'atomes de Zinc (appartenant aux éléments du groupe II du tableau des éléments périodiques.) Et d'Oxygène (appartenant aux éléments du groupe VI du tableau des éléments périodiques.)

Les configuration électroniques de l'oxygène et du zinc sont :

O: $1s^2 2s^2 2p^4$

Zn: $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 3d^{10} 4s^2$

Les états 2p de l'oxygène forment la bande de valence.

Les états 4s du zinc constituent la zone de conduction du semi-conducteur du ZnO.

La largeur de la bande interdite du ZnO sous la forme massive est de l'ordre de 3.37 eV.

D'une manière générale, l'oxyde de zinc est considéré comme un semi-conducteur de type n. Il est possible de modifier la résistivité électrique de l'oxyde de zinc par dopage, en introduisant des atomes de zinc en excès, ou en créant des lacunes d'oxygène. Ces modifications conduisent à une diminution de la résistivité électrique du matériau. [14]

I.4.1.3 Propriétés optiques et luminescence :

L'oxyde de zinc est un matériau transparent bien que en poudre il semble être blanc, son l'indice de réfraction sous la forme massive est égal à 2 [15].

Sous d'autres formes, son indice de réfraction et son coefficient d'absorption varient en fonction des conditions d'élaboration.

I.4.1.4 Propriété photocatalytique :

L'oxyde de zinc possède également des propriétés photocatalytique très intéressantes. En effet sous l'effet d'une excitation lumineuse, le ZnO permet d'accélérer la réaction chimique en augmentant considérablement sa vitesse de minéralisation complète du polluant organique par les réactions d'oxydation rapide [16].

Parmi les produits qu'il traite on trouve les colorant, les pesticides, les solvants chlorés, les composés pharmaceutiques, les antibiotiques

I.4.2 Les méthodes de synthèse des nanoparticules de ZnO :

Plusieurs méthodes de synthés des nanoparticules de ZnO existent les plus importants sont :

1 Dépôt physique en phase vapeur (PVD) :

Cette méthode est largement utilisée pour la synthèse de nanostructures de ZnO. Cette technique très rependue en industrie a pour principe de former sur le substrat un agrégat des nanoparticules de ZnO par des voix physique : Évaporation sous vide, Pulvérisation cathodique, Épitaxie par jet moléculaire (MBE), Electron beam physical vapor deposition (EBPVD), Ablation laser pulsé (PLD)

2 Dépôt chimique en phase vapeur (CVD) :

Cette technique a pour avantage de produire des matériaux solides d'une grande pureté et très performants, elle regroupe les méthodes suivantes : Dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma (PECVD), Épitaxie en phase vapeur aux organométalliques (MOCVD), Atomic Layer Deposition (ALD).

I.5 Activités biologiques

Les produits naturels sont des matériaux dont les effets biologiques ont de tout temps servi à l'homme pour se soigner.

Les argiles et les minéraux sont très réputés pour prévenir et guérir certain mots : désagrément digestif (smectites et argile, extrait de plantes...), fatigue et carence en minéraux , attaque bactérienne ...

I.5.1 Définition de l'activité biologique :

En pharmacologie, l'activité biologie décrit les effets bénéfiques ou indésirables d'une substance sur les métabolismes vivants.

En chimie et en biologique l'activité biologique est crucial car si une substance présente une activité biologique ceci suggère qu'elle peut être utilisée dans des applications médicales et ainsi etre une alternative plus respectueuse de l'environnement que les traitements traditionnels.

L'illustration ci-dessous regroupe quelques activités biologiques des produits naturels.

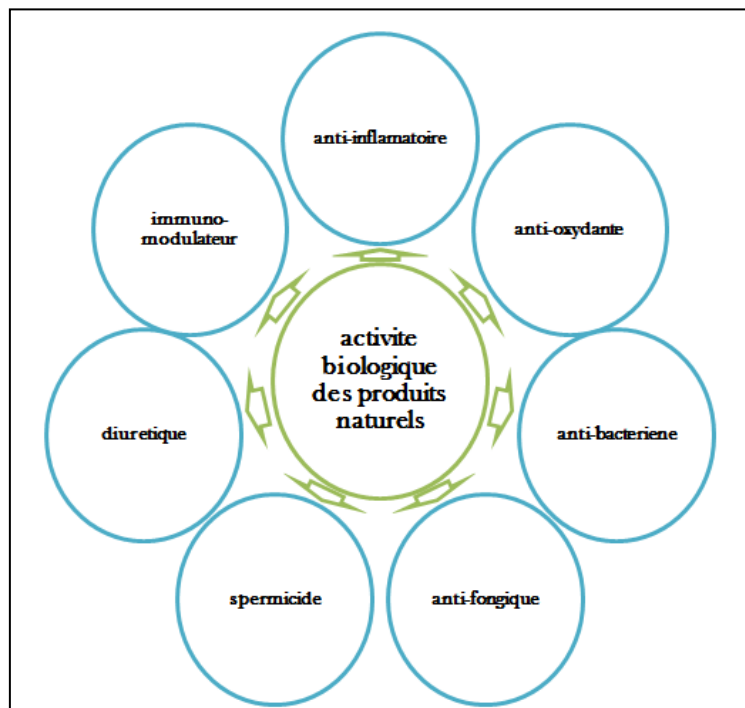


Figure 16: activité biologique des produits naturels

I.5.1.1 Activité antibactérienne :

L'activité antibactérienne est la capacité de la matière à lutter et à tuer les bactéries, ces composés peuvent être naturels (huiles essentielles, polyphénols ...) ou bien synthétiques (antibiotique, médicaments...).

La recherche s'est beaucoup intéressée aux produits naturels qui présentent cette activité pendant les dernières années, en effet ces derniers semblent présenter une meilleure compatibilité et moins d'effets indésirables que les substances synthétiques.

Aussi dans une optique de valorisation des matières naturelles, ces dernières semblent être plus respectueuses de l'environnement.

I.5.1.2 Activité antioxydante :

L'activité antioxydante est la capacité d'une matière à empêcher ou ralentir l'oxydation en neutralisant des radicaux libres.

L'intérêt porté aux antioxydants naturels a augmenté considérablement ces dernières années, en effet les restrictions et limites mises en place à l'encontre des antioxydants synthétiques suite au risque qu'ils présentent (ils sont soupçonnés d'être tératogènes, mutagènes et cancérigènes) ont poussé les consommateurs et l'industrie à trouver des alternatives plus adaptées et à souligner la nécessité de se tourner vers les antioxydants naturels.

I.6 Les bactéries

Les bactéries sont des êtres vivants microscopiques constituées d'une unique cellule entourée d'une paroi, elles sont les premières formes de vie apparues sur Terre il y a plus de trois milliards d'années et elles colonisent encore la totalité des milieux terrestres. Les bactéries sont le plus souvent en forme de billes ou de bâtonnets.

Beaucoup d'entre elles ne sont pas nocives, certaines s'avèrent même bénéfiques pour l'homme (flore intestinale), mais d'autres peuvent s'avérer dangereuses pour le métabolisme humain et provoquer des maladies graves.

Pour ce chapitre nous sommes basés sur deux ouvrages

Le livre Structure et physiologie de la bactérie : Anatomie – Structure Collégiale des enseignants de bactériologie-virologie-hygiène université médicale virtuelle francophone virtuelle, 2014

Et : les cours du Dr Frédérique Gouriet Fédération de bactériologie virologie et hygiène hospitalière MCU-PH.

I.6.1 Définition :

Une bactérie est un être unicellulaire (procaryote) de petite taille, de morphologie variable qui présente des caractéristiques propres.

La taille d'une bactérie varie entre 1 à 10 μm . Le poids d'une bactérie est d'environ 10^{-12} g. Elle contient 70% d'eau. Rapporté au poids sec, une bactérie est constituée de protéines (55%), de lipides (10%), de lipopolysaccharides (3%), de peptidoglycane (3%), de ribosomes (40%), d'ARN (20%) et d'ADN (3%).

Les bactéries se présentent sous différentes formes comme le montre la figure suivante.

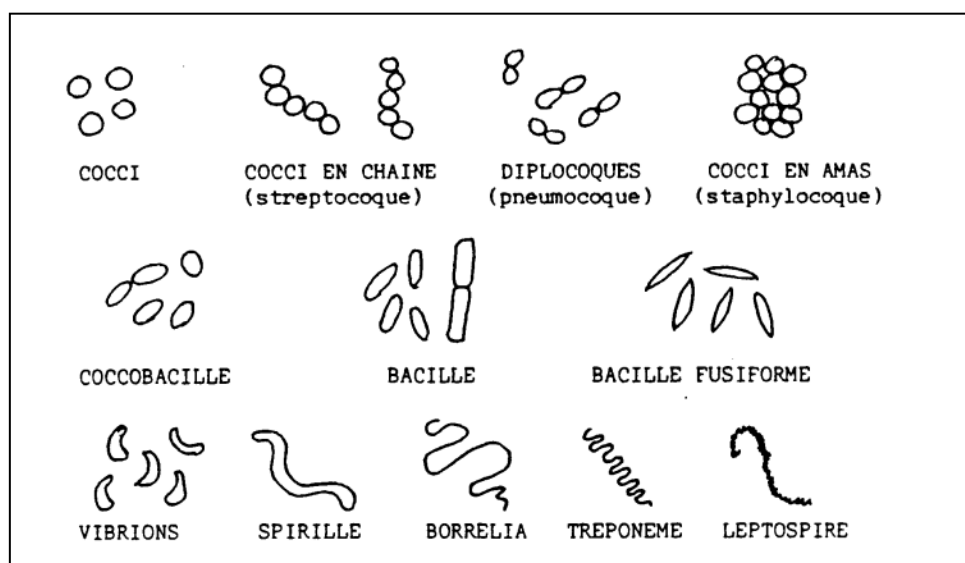


Figure 17: forme variable de bactéries

Les caractéristiques des bactéries sont regroupées dans le tableau ci-dessous :

Tableau 2 : caractéristique des bacteries

Caractéristique des procaryotes	
Taille habituelle	0.3-2.5 μm
Noyau avec membrane	Non
Nombre de chromosome	1
Reproduction par mitose	Non
Position de l'ADN	Nucleoïde ou plasmide

Description d'une bactérie procaryote :

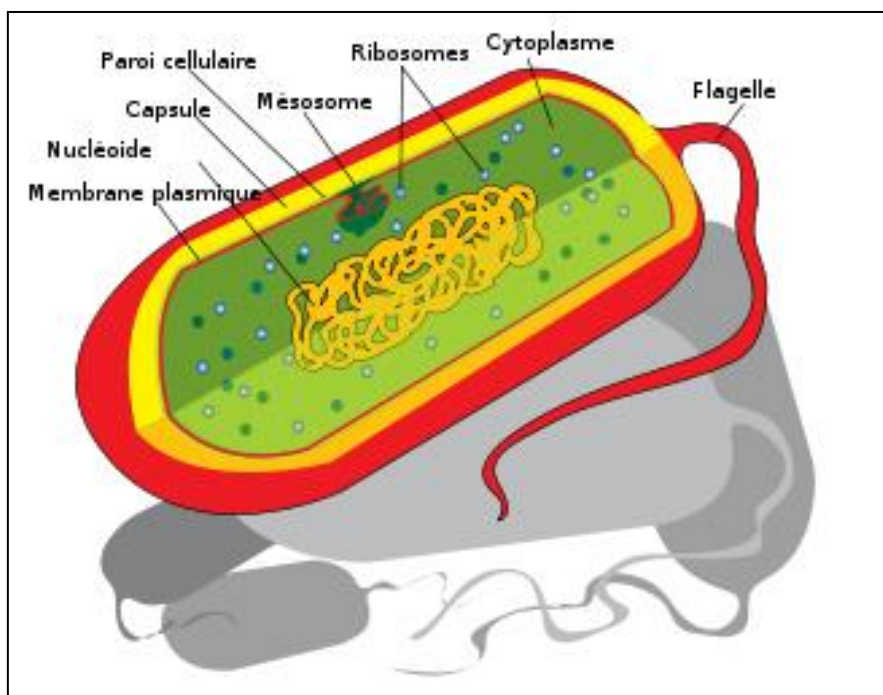


Figure 18: schéma d'une cellule bacterienne

Les bactéries procaryotes sont des cellules relativement simples, elles sont caractérisées par l'absence du noyau et d'organites, elles peuvent être structurellement divisées en deux groupes :

Les bactéries à paroi unimembranée (ne contenant qu'une seule membrane, la membrane plasmique).

les bactéries à paroi bimembranée (constituée de deux membranes superposées, la membrane interne et la membrane externe) [17] .

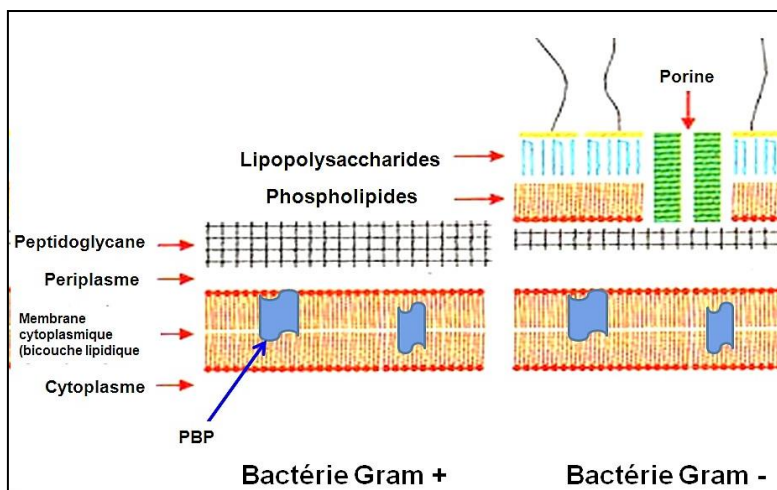


Figure 19 : bacterie a paroi unimembranaire - bacterie a paroi bimembranaire

I.6.2 Méthode d'étude :

En raison de leur taille microscopique les bactéries sont étudiées sous microscope optique ou bien par des tests impliquant des colorations.

Le test de gram est le plus couramment utilisé il consiste en l'action successive d'un colorant « le cristal violet », d'iode puis d'un mélange d'alcool et d'acétone.

Cette méthode est le résultat du travail du bactériologiste danois Hans Christian Gram (1853-1938) le protocole est mis en point en 1884.

Protocole :

Tableau 3: étapes et description du protocole de Gram

Etape	Description
1 Coloration par le violet de gentiane.	Coloration en violet du contenu de la bactérie et fixation par lugol des structures internes.
2 Mordage avec du lugol (solution d'iode iodo-iodurée).	
3 Décolorations par l'alcool.	Décoloration du cytoplasme des bactéries ayant une paroi pauvre en peptidoglycane ¹ qui laisse passer l'alcool pour éliminer le violet de gentiane (bactéries à gram négatifs).

¹ C'est un hétéropolymère formé d'une épine dorsale alternant des chaînons N-Acétyle Glucosamine - Acide N-Acétyle Muramique.

- des chaînes latérales peptidiques formées au minimum de quatre aminoacides (par exemple L-Alanine - D-Glycine - L-Lysine - D-Alanine) toujours fixées sur l'acide muramique. L'enchaînement des 4 aminoacides des séries D et L est une constante.
- Des ponts inter-peptidiques

4 Colorations par la safranine.	Contre coloration par la safranine teignant en rose les bactéries précédemment colorées.
---------------------------------	--

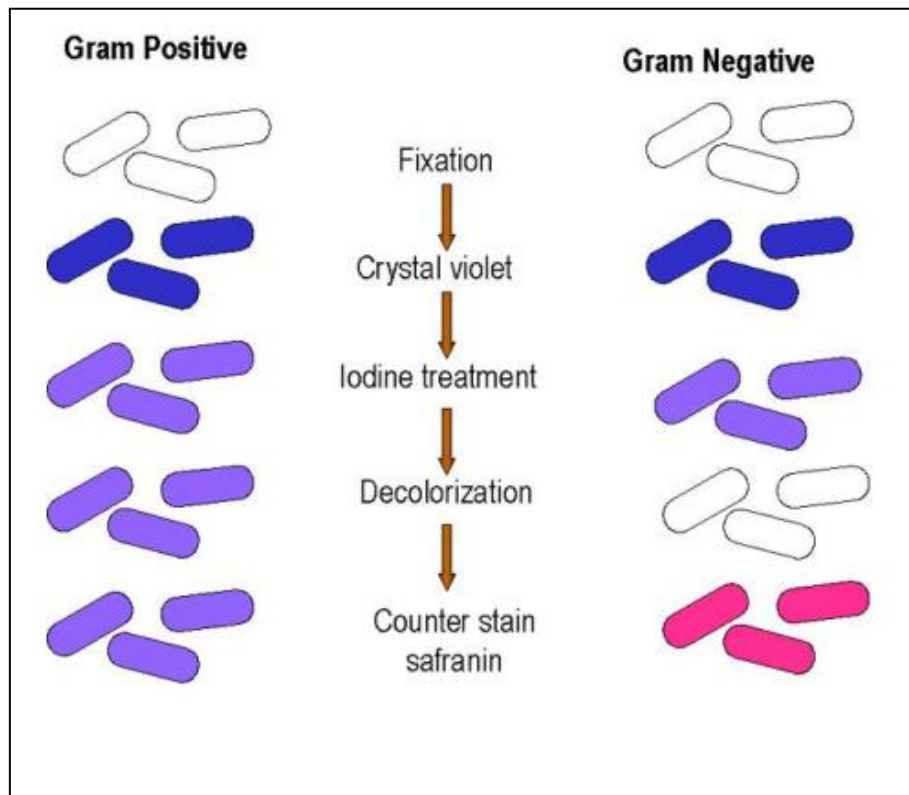


Figure 20: visualisation étape du protocole de Gram

Cette méthode permet de mettre en évidence les propriétés de la paroi bactérienne, on distingue deux types de bactéries

Les bactéries à Gram positif, dotées d'une simple paroi avec une grande quantité de peptidoglycane, qui prennent une couleur violacé (ex : *Bacillus cereus*).

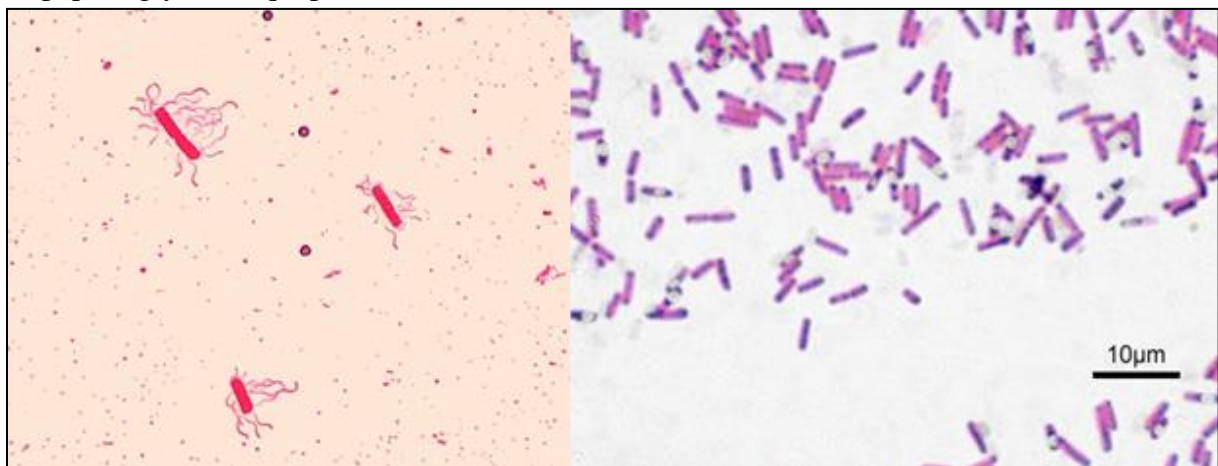


Figure 21: coloration en violet de la bactérie à Gram positif *Bacillus cereus*

Des bactéries à Gram négatif, Elles sont composées de moins de peptidoglycane mais pourvues d'une membrane externe supplémentaire, qui prennent une couleur rose (ex : *Escherichia coli*).

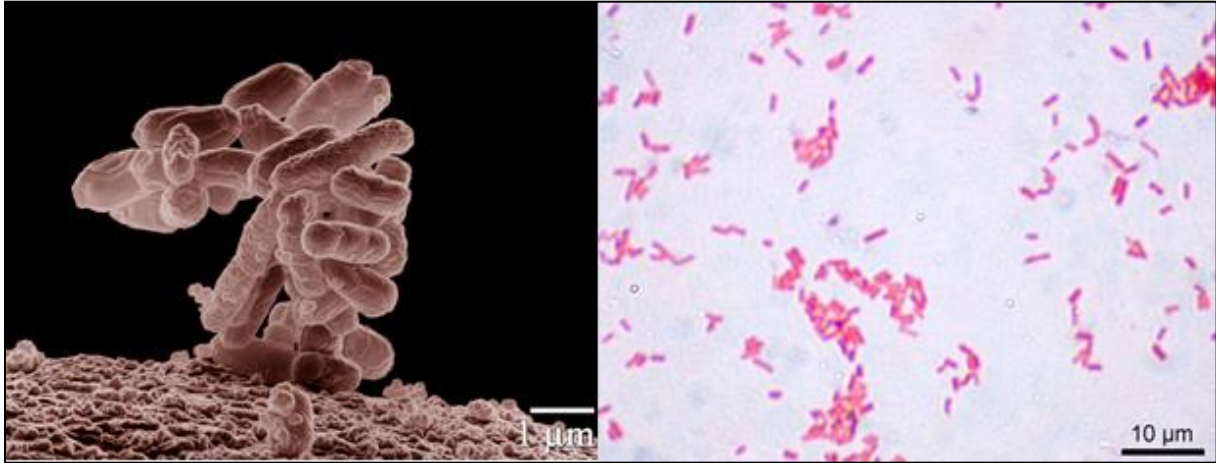


Figure 22: coloration en rose de la bactérie à Gram négatif E. Coli

Cette information est médicalement importante, car le pouvoir pathogène et la sensibilité aux antibiotiques sont radicalement différents.

Chapitre II : méthodologie expérimentale

II.1 Introduction

Ce chapitre regroupe tout les détails sur toutes les manipulations effectuées lors de notre travail, des informations sur les produits utilisés, le protocole de synthèse du nanocomposite ainsi que les protocoles des analyses effectuées.

La synthèse du nanocomposite et les tests ont été effectués au sein du laboratoire de recherche de chimie du centre universitaire BELHADJ BOUCHAIB de Ain Témouchent.

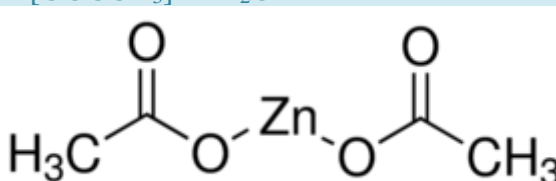
II.2 Matériels utilisés

- Balance de précision (DENVER d=0.001).
- Agitateur magnétique à vitesse réglable (biosan MMS-3000).
- Spectroscopie d'adsorption ultraviolet visible (6800 UV-Vis JENWAY).
- Etuve (MEMMERT) ;
- microscope a balayage électronique MEB x EDX (COXEM EM-30) x (Thermoscientific Noran system 7).

II.3 Produits utilisé

Sépiolite.

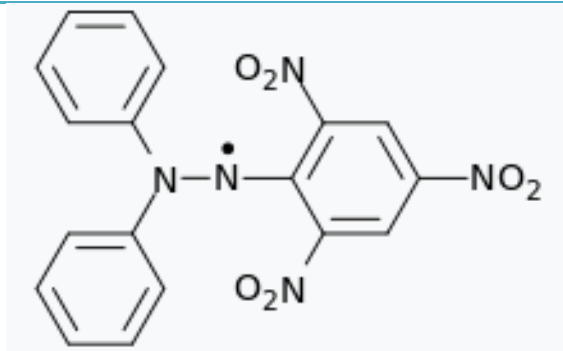
Acétate de zincdihydrate

Produit	Dicarbométhoxyzincdihydraté
Formule structure	$Zn[OOCCH_3]_2 \cdot 2H_2O$
	
Masse molaire	219.50 g/mol
Précaution	Toxique, Irritant, sensibilisant, toxique pour les milieux aquatiques
marque	Biochem chemopharma : Product code 326010500

PPDH

Produit	di(phenyl)-(2,4,6-trinitrophenyl)iminoazanium
Formule	$C_{18}H_{12}N_5O_6$

structure



Masse molaire

394.32 g/mol

Précaution

Rien n'asignalé

Ethanol

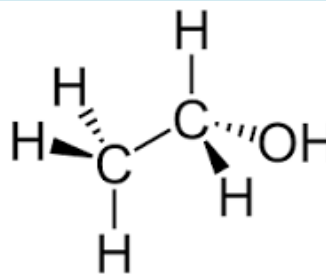
Produit (Nom)

Éthanol

Formule

CH₃-CH₂-OH

structure



Masse molaire

46,0g/mol

Pureté

96 %

densité

0.785

Précaution

Inflammable

marque

Biochem chemopharma : CAS No 64-175

II.4 Synthèse du composite sépiolite/ZnO :

La synthèse du nanocomposite est relativement simple et ne nécessite pas d'apport d'énergie : synthèse a température ambiante (sans chauffage), pas d'utilisation de catalyseur.

Le protocole de synthèse est le suivant :

- On dissout 2 g de sépiolite dans 40 ml d'eau distillé pendant 30 min, puis on ajoute 1 g d'acétate de zinc, On laisse le mélange sous agitation pendant 24 H.

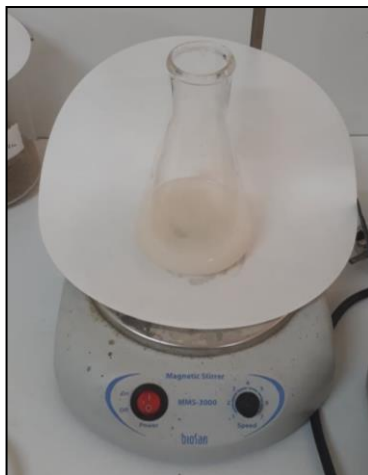


Figure 23: synthèse du nanocomposite

- on filtre la solution pour récupérer le nanocomposite puis on procède à plusieurs lavages du nanocomposite Sépiolite/ZnO à l'eau distillé.

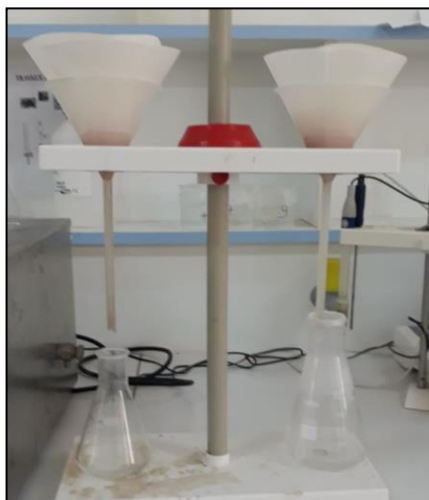


Figure 24: filtration et lavage du composite

On fait sécher le nanocomposite dans l'étuve à 150 c° pendant 24 H en suite on récupère le produit.

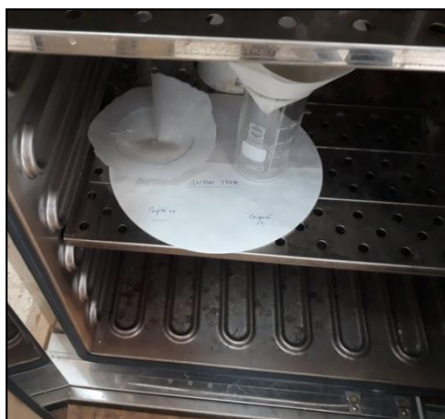


Figure 25: séchage du nanocomposite a l'étuve

La figure 26 représente les différentes étapes de la synthèse du nanocomposite Sépiolite/ZnO.

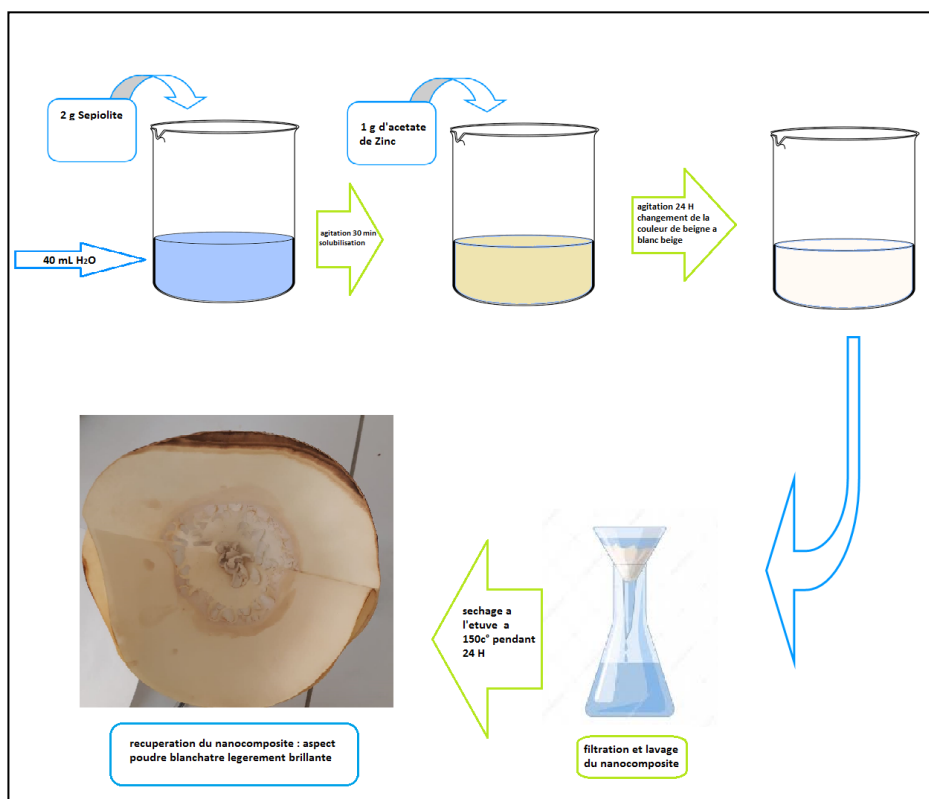


Figure 26: protocole de synthèse

Nous avons récupère 2.3 g de produits, on estime le rendement a $R = 76.66 \%$.

La synthèse du composite consiste en la modification de la surface de la sépiolite par la substitution des groupements OH par des groupements ZnO.

La sépiolite étant de dimension de l'ordre du nanomètre le composites est considéré comme un nanocomposite.

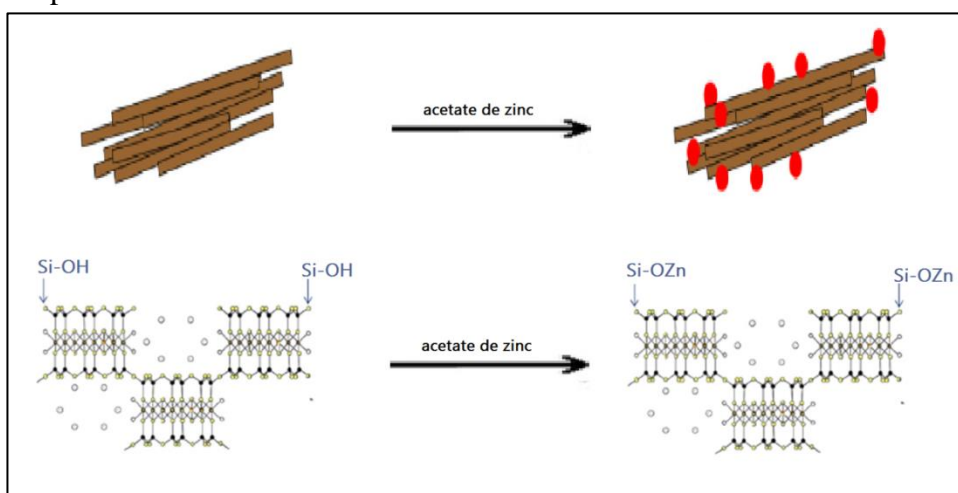


Figure 27: représentation de la modification de la surface de la sépiolite.

II.5 caractérisation du composite sépiolite/ZnO par MEB-EDX :

Le microscope à balayage électronique MEB est un appareil d'analyse très performant qui nous permet de déterminer la taille et la formes du nanocomposite sépiolite/ZnO synthétisé.

Le spectromètre à dispersion d'énergie (EDX) couplée au MEB permet de détermination de la composition chimique de la surface examinée. Il consiste à analyser les rayons X générés par un échantillon placé sous le faisceau d'électrons du microscope électronique à balayage (MEB). Le rayonnement émis lors de l'interaction entre les rayons x et les matières de l'échantillon est retranscrits sous forme de pics d'intensité variable, caractéristiques des éléments métalliques ou minéraux présence.



Figure 28: microanalyseur EDX couplé au microscope a balayage électronique MEB.

II.6 Activités du nanocomposite SEP/ZnO :

II.5.1 Activité antibactérienne :

L'activité antibactérienne peut être évaluée par plusieurs méthodes

Nous avons opté pour la méthode standard de diffusion de puits citée par [Ismail et al (2008)]

C'est une technique qualitative permettant de déterminer la sensibilité des microorganismes vis-à-vis d'une substance.

Nous avons testé l'activité du nanocomposite Sep/ZnO sur deux bactéries ;

La première a Gram négatif : Escherichia coli.

La deuxième est une bactérie a Gram positif : bacillus.

La méthode consiste à creuser des puits de 6 mm de diamètre à l'aide d'une pipette Pasteur stérile dans la gélose, Le fond des puits est obturé par une goutte de gélose pour limiter la diffusion des huiles sous la gélose. Ensuite diffuser a la surface de la gélose des souches bactériennes puis une goutte de la solution du nanocomposite (c = 0.01g/ml) est distribuée dans chaque puits. Après diffusion, les cultures sont incubées dans des étuves à la température de 37 °C pendant 24 H.

L'activité antimicrobienne est exprimée en zones d'inhibition comme suit :

- Diamètres inférieurs à 7 mm : aucune activité antimicrobienne (-),
- Diamètres de 7 à 9,9 mm : activité antimicrobienne faible (+),
- Diamètres de 10 à 11,9 mm : activité antimicrobienne modeste (+ +),
- Diamètres de 12 à 15 mm : activité antimicrobienne élevée (+ + +),
- Diamètres supérieurs à 15 mm : activité antimicrobienne forte (+ + + +)

II.5.2 Activité antioxydante :

Plusieurs méthodes existent pour évaluer l'activité antioxydante d'un produit, la plus couramment utilisée est le test de réduction du DPPH.

Cette méthode est relativement simple et rapide, Elle est basée sur la réduction d'un radical libre très stable : le 2,2'- Diphenyl-1- picrylhydrazyl (DPPH) en présence d'un antioxydant donneur. Ce dernier est réduit à la forme d'hydrazine (non radical) en acceptant un atome d'hydrogène.

La réduction du radical libre (DPPH) par un antioxydant peut être suivie par spectrophotométrie UV-visible, en mesurant la diminution de l'absorbance à 517 nm provoquée par la présence d'un donneur d'hydrogène (**Burit et Bucar, 2000**).

Le DPPH est initialement violet, il se décolore lorsque l'électron célibataire s'apparie par l'action de l'antioxydant.

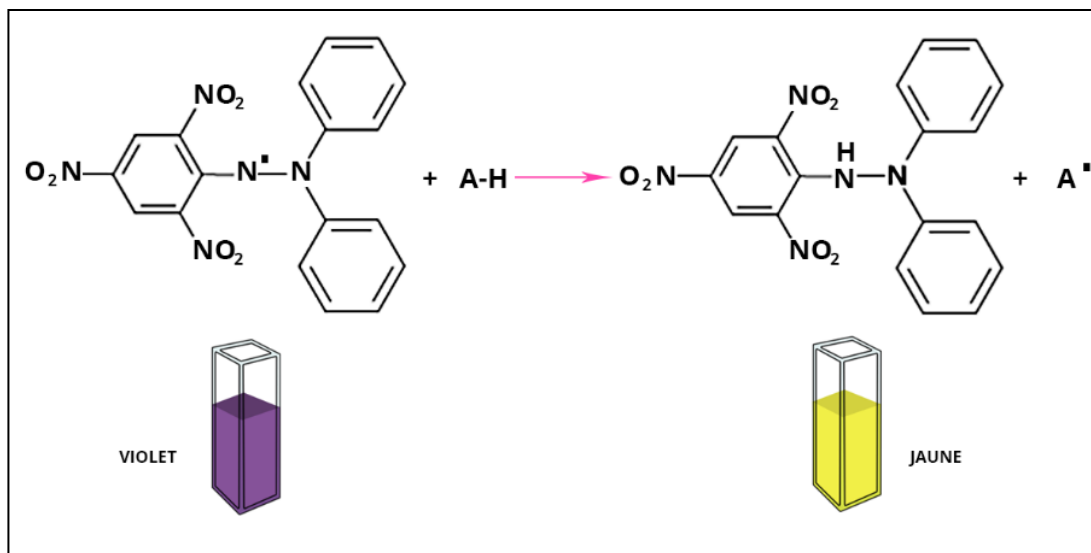


Figure 29: principe du test de réduction du DPPH

Mise en œuvre pratique :

On prépare une solution mère du nanocomposite sep/ZnO dans le méthanol à une concentration de 1.5g/l, En suite plusieurs dilutions sont réalisées (4 dilutions).

1 ml de la solution mère est ajouté à 1mL de DPPH (0.04g/ml).

1 ml de la solution diluée 1 est ajoutés à 1mL de DPPH (0.04g/ml).

1 ml de la solution diluée 2 est ajoutés à 1mL de DPPH (0.04g/ml).

1 ml de la solution diluée 3 est ajoutés à 1mL de DPPH (0.04g/ml).

1 ml de la solution diluée 4 est ajoutés à 1mL de DPPH (0.04g/ml).

La lecture de l'absorbance est faite à 517 nm après 30 mn d'incubation dans l'obscurité.

Un blanc constitué de 1 ml de méthanol et de 1 ml de la solution de DPPH.

La solution radicalaire de DPPH est préparée fraîchement et les essais sont repris deux fois. Le pourcentage de réduction de DPPH est exprimé par la relation suivante :

$$\% \text{ DPPH}_{\text{réduit}} = [(\text{DO}_{\text{contrôle}} - \text{DOE}) / \text{DO}_{\text{contrôle}}] \times 100$$

$\text{DO}_{\text{contrôle}}$: absorbance du DPPH à t0. (0.1334 pendant la manipulation).

DOE : absorbance après ajout de l'échantillon à tester.

Dans la majorité des études, la réactivité est estimée par la concentration effective CE_{50} ou IC_{50} .

Ce paramètre IC_{50} est défini comme étant la concentration d'extrait nécessaire qui réduit 50% de DPPH. L' IC_{50} est calculée graphiquement par la régression linéaire de graphe tracé ; pourcentage d'inhibition en fonction de différentes concentrations des fractions testées (Molyneux, 2004).

Chapitre III : résultats et discussion

III.1 Introduction

Dans cette partie de notre travail est dédiée a l'exposition et a l'étude des différents résultats des expérimentations menées :

III.2 caractérisations par MEB-EDX :

L'analyse par microscope a balayage électronique à démontrer que le composite est bien un nanocomposite qui se présente sous forme d'agglomérats ayants une forme qui se rapproche des sphères.

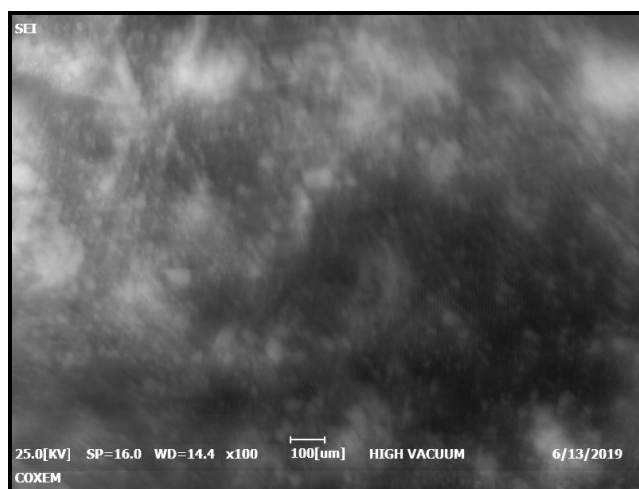


Figure 30: image par MEB du nanocomposite Sépiolites/ZnO.

L'analyse MEB-EDX complémentaire a permit de conforter l'hypothèse la synthèse du nanocomposite sépiolites/ZnO en déterminant la composition chimique de la surface du matériau.

Nous constatons sur le spectrogramme des pics indiquant la présence du zinc et de l'oxyde de zinc vers 1 et 8.7 KeV.

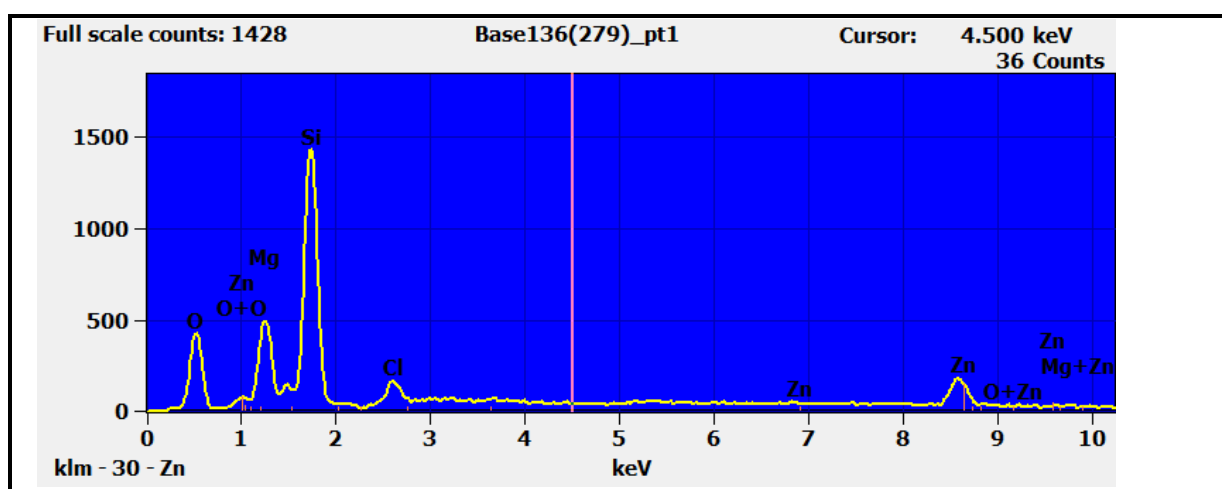


Figure 31: image par spectromètre a dispersion d'énergie EDX du nanocomposite sépiolites/ZnO.

Par ailleurs la comparaison entre le spectrogramme de l'imagerie par EDX du nanocomposite sépiolites/ZnO figure 31 et celle du spectrogramme à l'imagerie EDX de la sépiolite figure 32 montre irrévocablement l'établissement de nouvelles liaisons entre le zinc, oxyde de zinc et la sépiolite.

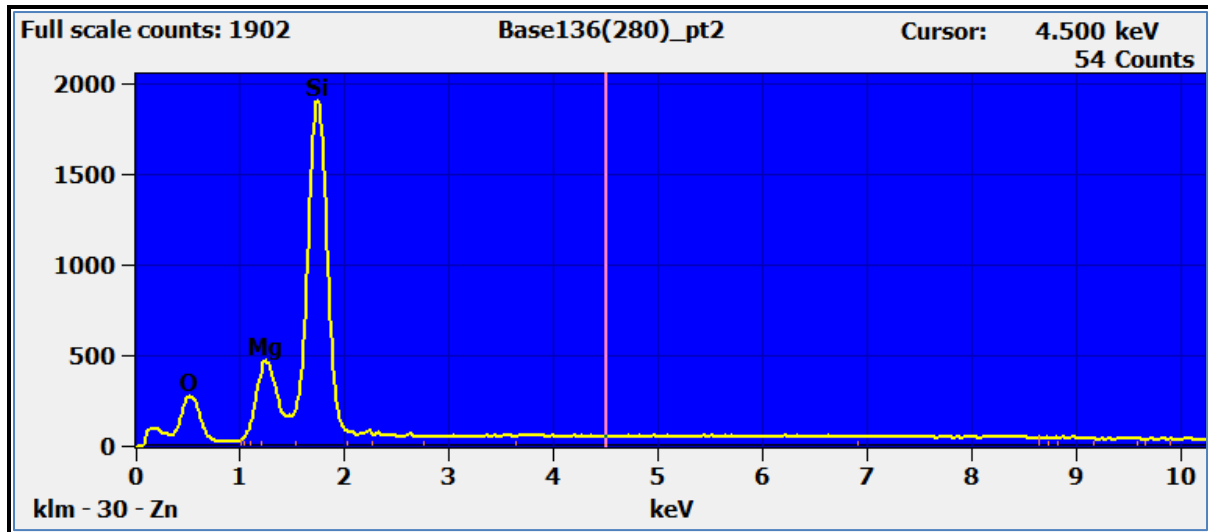


Figure 32: image par spectromètre à dispersion d'énergie EDX de la sépiolite.

III.3 Activité antibactérienne :

Le test de diffusion de puits a démontré que le nanocomposite Sep/ZnO présente une activité antibactérienne vis-à-vis des 2 souches étudiées :

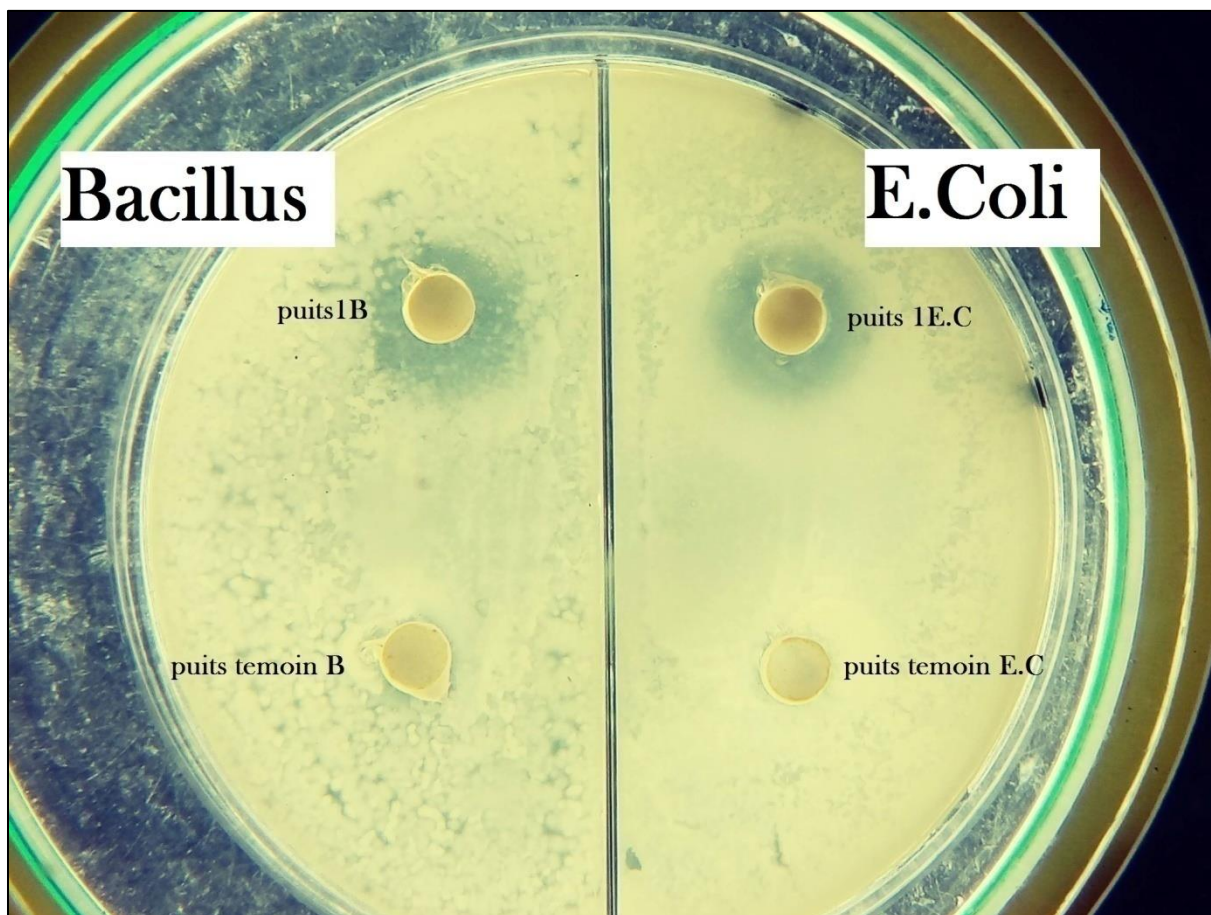


Figure 33 : test de l'activité antibactérienne du nanocomposite Sépiolite/ZnO : méthode des puits.

Les puits : puits1E.C et puits1B sont les puits où sont distribués la solution du nanocomposite sep/ZnO.

Nous constatons pour la bactérie E. Coli une zone d'inhibition plus large que pour la bactérie bacillus, cependant on constate une activité antibactérienne forte pour les deux bactéries car le nanocomposite exhibe les deux souches bactériennes étudiées en dépit de leur morphologie et de leur Gram.

En effet les diamètres d'inhibition sont estimés à :

16 mm pour le test sur la bactérie E. Coli .

15 mm pour le test sur la bactérie Bacillus.

Nous concluons par ces résultats que le nanocomposite Sep/ZnO présente une forte activité antibactérienne.

En revanche nous constatons qu'il n'y a aucune activité antibactérienne pour les témoins en raison d'une zone d'inhibition nulle.

III.3 Activité antioxydante :

L'activité antioxydante a été constatée par le changement de la couleur de la solution de DPPH



Figure 34: changement de la couleur du violet au jaune du DPPH

Dans notre étude, l'activité antioxydante du nanocomposite sep/ZnO a été déterminée par la méthode du test de la réduction du radical libre du DPPH.

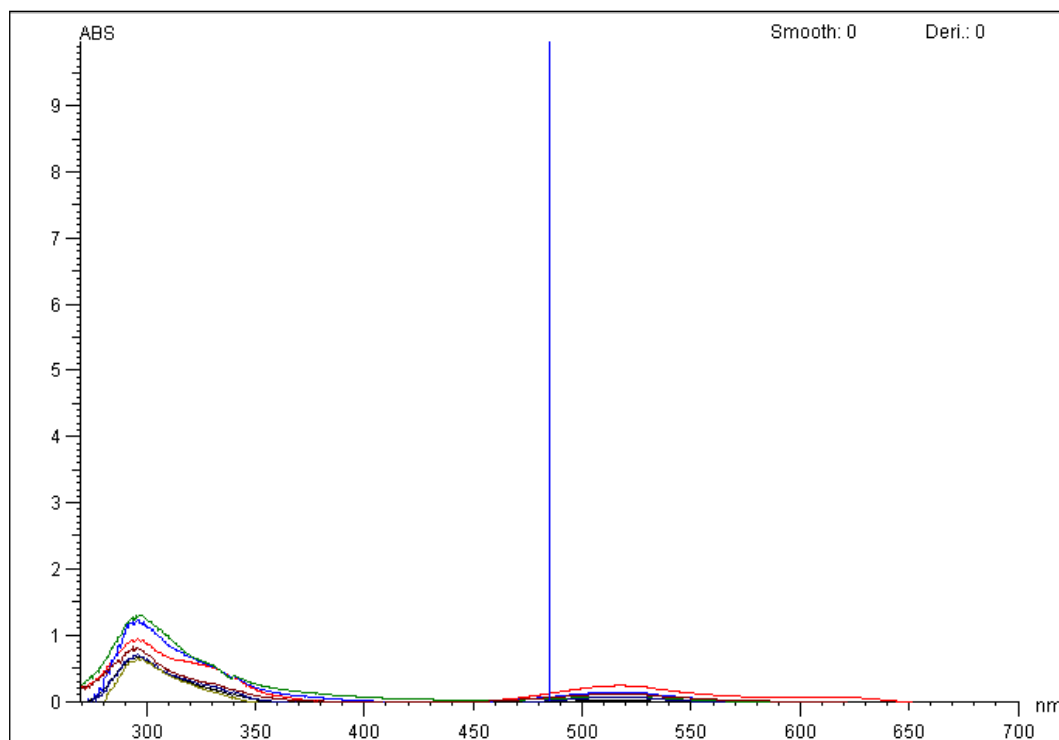


Figure 35: spectre UV-vis de la réduction du DPPH

Nous constatons suite au suivi de la réduction du DPPH par UV-visible que l'absorbance du DPPH réduit considérablement au fur et à mesure que la concentration du nanocomposite augmente.

Le tableau 4 regroupe les résultats du test :

Tableau 4: résultats du test de réduction du DPPH

essai	Concentration g/l	Absorbance a λ = 517 nm	%DPPH réduit	IC ₅₀ (g/L)
C1	1.5	0	100	
C2	1.25	0.0192	86	
C3	1	0.0594	56	0.85
C4	0.75	0.1044	22	
C5	0.5	0.1264	6	

En vue de la lecture des résultats mentionnés dans le Tableau 4, on en déduit que l'activité antioxydante du nanocomposite sep/ZnO est considérablement intéressante.

Conclusion général :

La sépiolite est un matériau très intéressant de par ces propriétés exceptionnelles, cependant il n'existe pas beaucoup de recherche qui porte sur ce matériaux dans les conceptions de nanocomposites.

A ce jour aucun travail n'a été mène sur la synthèse d'un composite Sépiolite/ZnO.

Le travail mené lors de cette étude consiste a la synthétise de ce nouveau nanocomposite dans un premier lieu puis a l'étude de ses applications de ce composite.

Notre étude a démontré que le nanocomposite Sep/ZnO est un matériau très actif, qui présente des activités antibactérienne et antioxydante très intéressantes.

En conclusion la synthèse du nanocomposite Sep/ZnO est relativement simple et ne n'nécessite pas d'apport d'énergie, ce nanocomposite représente une alternative plus respectueuse de l'environnement par rapport aux antioxydants traditionnels.

En perspectives, nous envisageons d'effectuer des analyses de caractérisation du nanocomposite et de mené plus d'études sur les activités du Sépiolite/ZnO.

Référence :

- [1] R.Daviaud, C.Filliatre, Introduction aux matériaux composites 1- Matrices organiques, Institut des matériaux composites, Ed. CNRS, (1987).
- [2] Sanat K. Kumar et Ramanan Krishnamoorti, *Nanocomposites: Structure, Phase Behavior, and Properties, Annual Review of Chemical and Biomolecular Engineering*, vol. 1 : 37-58, juillet 2010.
- [3] G.CAMUS-N4803 : Techniques de l'Ingénieur, (2014).
- [4] Grim, R. E.; Clay Mineralogy, Mc Graw Hill, (1968)
- [5] A. Decarreau, Matériaux argileux, structure, propriétés et application, Ed. Masson, (1990).
- [6] R.Morel, les sols cultivés, Edition Technique et documentation, Ed. Lavoisier, (1988), S.Caillère, S.Henin , M. Rautureau, Minéralogie des argiles : 1-structure et propriétés physico-chimique , Ed. Masson, (1982).
- [7] G.Besson, A.Decarreau , A.Manceau, J.Sanz, H.Suquet: Organisation interne du feuillet, I : Connaissance du feuillet, In : Matériaux argileux : structure, propriétés et application, Ouvrage collectif sous la direction de A. Decarreau, Société Française de Minéralogie et de Cristallographie, Paris, p 5- 25 (1990).
- [8] G. Sandı, R.E. Winans, S. Seifert, K.A. Carrado, *Chem. Mater.* 14, p .739–742 (2002).
- [9] O.S. Lomova, Nauka, Moscow, Russia, 21, p. 1-69 (1979).
- [10] K.Brauner, A.Preissinger, *Miner.Petr. Mitt.*, **6**, p 120-140 (1956). / W. Kuang, G.A. Facey, C. Detellier, B. Casal, J.M. Serratos, E. Ruiz-Hitzky, *Chem. Mater.* 15, p. 4956 (2003).
- [11] S.Caillère, S.Hénin, Minéralogie des Argiles, Paris, édition Masson, (1963).
- [12] <https://www.lelementarium.fr/element-fiche/zinc/> .
- [13] F. Ng-Cheng-Chin, M. Roslin, Z.H. Gu. T.Z. Fahidy, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 31 (1998).
- [14] Z. L. Wang, *Adv.Mater.* 15 (2003) 432.

[15] K. Vanheusden, C. H. Seager, W. L. Warren, D. R. Tallant, and J. A. Voigt, *App.Phys. Lett.*,68(1996) 403.

[16] M.A. Salem, S.Y. Shaban, S.M. Ismail, Photocatalytic Degradation of Acid Green 25 using ZnO and Natural Sunligh, *Int. J. Emerg. Technol. Adv. Eng*, 5 (2015) 429–442.

[17] David H. Bergey, John G. Holt, Noel R. Krieg et Peter H.A. Sneath, *Bergey's Manual of Determinative Bacteriology*, Lippincott Williams & Wilkins, (1994).

Résumé

Le travail présenté dans cette thèse porte sur la synthèse d'un nouveau nanocomposite à base d'un produit naturel « la sépiolite » et l'étude des activités de ce dernier.

Les analyses menées ont démontrées que le nanocomposite Sépiolite/ZnO est un matériau bioactif qui présente une activité antibactérienne ainsi qu'une activité antioxydante.

Mot clés : nanocomposite, sepiolite, oxyde de zinc, activité antibactérienne, activité antioxydante.

Abstract

The aim of this thesis is the synthesis of a new nanocomposite from a natural product « sepiolite clay » and the study of its activities.

The analyzes have demonstrated that the Sepiolite/ZnO nanocomposite is a bioactive material which has antibacterial activity as well as antioxidant activity.

Key words: nanocomposite, sepiolite, zinc oxide, antibacterial activity, antioxidant activity

ملخص

يهدف العمل المقدم في هذه الدراسة في تركيب مركب نانو جديد يستند إلى منتج طبيعي "sepiolite" ودراسة أنشطته.

أظهرت التحليلات التي أجريت أن مركب النانو Sepiolite \أكسيد الزنك هو مادة نشطة بيولوجيا ولها نشاط مضاد للبكتيريا وكذلك نشاط مضاد للأكسدة. الكلمات المفتاحية: مركب النانو ، سيبيوليت ، أكسيد الزنك ، نشاط مضاد للجراثيم ، نشاط مضاد للأكسدة