

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
République algérienne démocratique et populaire  
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique  
جامعة عين تموشنت بلحاج بوشعيب  
Université –Ain Temouchent- Belhadj Bouchaib  
Faculté des Sciences et de Technologie  
Département des Sciences de la Matière



Projet de Fin d'Etudes  
Pour l'obtention du diplôme de Master en : Chimie  
Domaine : Science de la Matière  
Filière : Chimie  
Spécialité : Chimie Macromoléculaire  
Thème

**Synthèse et application des nanocomposite a base d'oxyde de zinc**

**Présenté Par :**

- 1) Melle.BEKKOUCHE Zahira
- 2) Melle.BOUROUIS Souad

**Devant le jury composé de :**

Dr KIBOU Zahira	M C B	UAT.B.B (Ain Temouchent)	Président
Dr BELDJILALI Mohamed	M C A	UAT.B.B (Ain Temouchent )	Examineur
Dr BOUSSALEM Smain	Professeur	UAT.B.B (Ain Temouchent )	Encadrant

*Année Universitaire 2021/2022.*

**Dédicace**

*A mes très chers parents **Rouie** et **Rabia** , Aucune dédicace aussi parfaite et douce soit-elle, ne saurait exprimer toute ma Reconnaissance et tout l'amour que je vous porte.*

*Ce travail représente le fruit de votre soutien, vos sacrifices, et vos encouragements. Jamais il n'aurait vu le jour sans les conseils que vous avez consentis pour mon éducation. Que Dieu vous protège et vous donne une longue vie pleine de santé et de bonheur .*

*A mes sœur et mes frères : **Khadra** ,**Amel** , **Kouider**,**Abdelkader**,**Djaloul**, **Hichem**.*

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

**Dédicace**

*Je dédie ce modeste travail :*

*A mon très cher père **Abdelli***

*Je voudrais te remercier pour ton amour, ta générosité, ta compréhension... Ton soutien fut une lumière dans tout mon parcours. Aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour l'estime et le respect que j'ai toujours eu pour toi.*

*Ce modeste travail est le fruit de tous les sacrifices que tu as déployés pour mon éducation et ma formation. Je t'aime papa et j'implore le tout-puissant pour qu'il t'accorde une bonne santé et une vie longue et heureuse.*

*A ma très chère mère **Hadjria***

*Autant de phrases aussi expressives soient-elles ne sauraient montrer le degré d'amour et d'affection que j'éprouve pour toi. Tu m'as comblé avec ta tendresse et affection tout au long de mon parcours. Tu n'as cessé de me soutenir et de m'encourager durant toutes les années de mes études, tu as toujours été présente à mes cotés pour me consoler quand il fallait. En ce jour mémorable, pour moi ainsi que pour toi, reçoit ce travail en signe de ma vivre connaissance et ma profonde estime.*

*Puisse le tout puissant te donner santé, bonheur et longue vie afin que je puisse te combler à mon tour.*

*A mes chers frères : **Mohamed seif eddine** , **Yassine** pour leurs encouragements permanents, et leur soutien moral.*

*A ma chère sœur : **Imane** qui fait une partie de mon bonheur.*

*A ma nièce et mon neveu : **Malek maram** , **Anes** .Vous êtes apporté beaucoup de bonheur à notre famille. Je vous 'aime.*

*A tout ma famille et mes amies, Que Dieu le Tout Puissant vous garde et vous procure santé et bonheur.*

## **Remerciements**

*Nous tenons à présenter nos remerciements au plan, à notre Dieu qui nous accompagner et nous a donné la force afin d'effectuer ce modeste travail.*

*Nous souhaiterions tout d'abord remercier Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique ainsi que **l'Université Belhadj Bouchaïb** ont offert l'opportunité d'effectuer ce travail de thème dans les meilleures conditions.*

*Nous aimerions exprimer notre admiration sans limite pour Monsieur le professeur **Boussalem Smain**, directeur de ce thème. Grâce à sa bonté et sa gentillesse, Sans lui, ce thème n'aurait jamais été. Il nous a fait une grande confiance en nous proposant cette étude et en acceptant d'encadrer notre travail. Nous lui sommes extrêmement reconnaissants pour nous avoir consacré du temps en Raman, surtout dans la correction de ce manuscrit.*

*Ce travail doit beaucoup à l'aide précieuse de notre Co-Encadreur **Meriem Berrahou** suivies pendant ce travail de thème. Nous la remercions de nous avoir initiées à la recherche et de nous avoir encadrées en partageant joies et difficultés.*

*Nous voudrais saluer et remercier tous les membres du laboratoire chimique. Nous tenons maintenant à exprimer notre remerciements les plus sincères à la Direction des Services Universitaires et en particulier à Monsieur le Chef des activités scientifique .. Enfin, Nous ne pourrions oublier de remercier du fond du cœur nos parents pour nous avoir toujours permis de suivre le chemin des études. Merci pour leurs soutiens , leurs encouragements et surtout leur amour qui a toujours été une source motivante. A près les nuages il y a de la pluie et qu'après la pluie il y a toujours un beau temps...*

## SOMMAIRE

Dédicace

Remerciements

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

INTRODUCTION GENERALE.....1

### Chapitre I : Etude bibliographique

I. Introduction :	4
II. Les nanomatériaux.....	4
2.1 Définition :	4
2.2 Types de nanomatériaux :	4
III. Les Nanoparticules :	5
3.1 Définition :	5
3.2 Types de nanoparticules :	5
3.2.1 Nanoparticules organiques :	5
3.2.2 Nanoparticules inorganiques :	5
3.3. La synthèse verte des nanoparticules :	6
3.4 Domaine d'application des nanoparticules .....	7
3.5 Exemples des nanoparticules et ses applications, propriétés et leurs fonctionnalités.....	7
IV. IV. Les oxydes métalliques :	8
V. Oxyde de zinc :	8
5.1 Propriétés des nanoparticules de Zinc :	8
5.2.1 Propriétés structurales .....	8
5.2.2 Propriété optique :	9
5.2.3 Propriétés électriques et électroniques :	9

5.3 Applications de nanoparticules de ZnO: .....	9
5.4 Synthèse des ZnONPs : .....	10
5.4.1 L'approche descendante, ou top down : .....	10
5.4.2 L'approche ascendante, ou Bottom up (méthodes chimiques) : .....	10
5.5 Mécanisme de formation de ZnO : .....	11
VI. Synthèse verte des nanoparticules .....	11
VII. <i>Mentha spicata</i> : .....	12
1. Monographie de la plante .....	12
1.2 Origine et répartition géographique : .....	12
1.3 Description botanique : .....	12
2. Propriétés et emplois de la menthe : .....	12
3. Composition chimique: .....	12

## **Chapitre II : Matériels et Méthode**

I. Préparation et extraction de l'extrait aqueux de la <i>M.spicata</i> .....	15
1. Introduction : .....	15
1.1 Cueillette et conservation de la plante : .....	15
2. Protocole d'extraction : .....	16
II. Synthés des nanoparticules d'oxyde de zinc .....	16
1.Produits utilisés : .....	16
2.Protocole de la biosynthèse .....	17
III. Etude de la dégradation du colorant Bleu de méthylène : .....	18
1. Protocole.....	18
2.Caractérisation des nanoparticules .....	18
2.1 La spectroscopie UV-Visible : .....	18
2.1.1 Principe de l'UV-visible : .....	19
2.2 Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR) : .....	19
2.2.1 Principe de la spectroscopie infrarouge : .....	20
3. Diffraction des rayons X (DRX) : .....	21
3.1 Principe de la diffraction des rayons X : .....	21
4. Microscopie électronique à balayage (MEB) : .....	22
4.1 Principe de la microscopie électronique à balayage : .....	22

## **Chapitre III : Résultats et Discussion**

1. Introduction : .....	24
2. Applications des nanoparticules d'oxyde de zinc pour la dégradation du bleu méthylène.....	24

3. Techniques d'analyse : .....	25
3.1 Analyse par diffraction des rayons X (DRX) : .....	25
3.2 Analyse par Infrarouge à transformé de Fourier FTIR : .....	26
3.3 Distribution granulométrique et analyse par microscopie électronique à balayage : .....	27
Conclusion générale.....	29
Références bibliographique	

## Liste des abréviations

**NPs** : nanoparticules

**ZnO** : oxyde de ZINC

**BM** : bleu méthylène

**UV** : l'ultra violet

**UV-vis** : l'ultra violet et visible

**FTIR** : l'infrarouge a transformée de fourrier

**IR** : l'infrarouge

**DRX** : la diffraction des rayons X

**RX** : les rayons x

**MEB** : la microscopie électronique a balayage



## Liste des figures

Figure 1: Schéma explicatif des types des nanomatériaux .....	4
Figure 2 : Gamme de tailles des nanoparticules comparées à celles des principales structures chimiques et biologiques[6]. .....	5
Figure 3 Schéma explicatif des types des nanoparticules. ....	6
Figure 4: Différentes formes et structures des nanoparticules de ZnO [15] .....	9
Figure 5: Une représentation simplifiée de synthèse des nanoparticules [18]. .....	10
Figure 6: Mentha spicata (Menthe verte).....	12
Figure 7 Communes limitrophes de Ain Tolba(Source : <a href="https://fr.wikipedia.org/wiki/A%C3%AFn_Tolba">https://fr.wikipedia.org/wiki/A%C3%AFn_Tolba</a> ) .....	15
Figure 8 Représentation du protocole de la biosynthèse des nanoparticules d'oxyde de zinc à l'aide de l'extrait de la M.picata. ....	17
Figure 9 Image d'un spectrophotomètre ultraviolet [25]. .....	19
Figure 10: Schéma de principe d'un spectromètre à ultraviolet[26]. ....	19
Figure 11 : Image d'un spectrophotomètre infrarouge[28]. .....	20
Figure 12: Schéma de principe d'un spectromètre à transformée de Fourier [28] .....	20
Figure 13 :Image de la diffraction des rayons X[31] .....	21
Figure 14: Schéma représentant le principe de la diffraction des rayons X par les plans de réticulaires d'indices h, k et L [32]. .....	21
Figure 15: Image de la microscopie électronique à .....	22
Figure 16: principe de la microscopie électronique à balayage[28] .....	22
Figure 17 : le spectre d'absorbance UV-visible de la décomposition de BM en présence de nanoparticules ZnO biosynthétisées par M. spicata extrait de feuilles comme agents réducteurs. ....	25
Figure 18: Diagrammes de diffraction des rayons X (DRX) des nanoparticules d'oxyde de zinc biosynthétisées par M. spicata extrait de feuilles comme agents réducteurs. ....	26
Figure 19: Spectres infrarouges à transformée de Fourier (FTIR) de nanoparticules d'oxyde de zinc biosynthétisées parExtrait de feuille de M. spicata en tant qu'agents réducteurs. ....	27
Figure 20: Distribution granulométrique des NP de ZnO biosynthétisées à l'aide de la diffusion dynamique de la lumière (DLS). .....	28

## **Liste des tableaux**

Tableau 1: récapitulatif nanoparticules et ses applications, propriétés et leurs fonctionnalités[10] .....	8
Tableau 2: Applications de nanoparticules de ZnO [17].....	9
Tableau 3:Composition chimique de l'HE de Mentha Spicata[24].....	13
Tableau 4: données géographique, climatique et localisation de zone d'études.....	15

## **INTRODUCTION GENERALE**

Les nanotechnologies constituent un champ de recherche et de développement multidisciplinaire qui reposent sur la connaissance et la maîtrise de l'infiniment petit.

Elles regroupent, plus précisément, l'ensemble des techniques qui permettent de fabriquer, de manipuler et de caractériser la matière à l'échelle nanométrique. Les nanotechnologies sont la formalisation des concepts et des procédés issus des nanosciences c'est à dire des sciences qui visent à étudier et à comprendre les propriétés de la matière à l'échelle de l'atome et de la molécule..

Les nanomatériaux sont composés de nanoparticules Contrairement aux particules extrêmement fines provenant de sources naturelles ou de la combustion, est intentionnel. Ils peuvent être des métaux, des céramiques, des carbones, des 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'obtention de ces nouvelles propriétés physico-chimiques ouvre donc un large champ La recherche fondamentale et la recherche appliquée sont regroupées sous le nom de "Nanosciences".

Généralement, diverses techniques sont utilisées pour synthétiser les nanoparticules (NPs) À savoir. Ablation laser, réduction chimique, etc. Méthodes de réduction chimique, dans lesquelles divers produits chimiques dangereux sont utilisés utilisé pour synthétiser les NP qui sont devenus plus tard le coupable d'innombrables risques pour la santé En raison de leur toxicité et de graves problèmes environnementaux, alors que d'autres méthodes sont coûteuses et nécessitent beaucoup d'énergie pour synthétiser le NP.

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[1].

La biosynthèse des nanoparticules est une méthode prometteuse qui utilise des extraits végétaux pour synthétiser des nanoparticules d'oxyde métallique. En effet, la biosynthèse s'est révélée être une technique écologique efficace pour synthétiser les nanoparticules d'oxyde métallique. Par conséquent, le présent travail est une étude bibliographique sur la synthèse de l'oxyde de zinc à partir de l'extrait aqueux de différentes plantes[2].

Ce document est divisé en deux grandes parties

Le chapitre I présente des généralités sur les nanoparticules et les nanoparticules de ZnO et leurs propriétés physico-chimiques, différentes méthodes des synthèses, leurs domaines d'applications, exemples des nanoparticules et se termine par une description des diverses utilisations et applications des nanoparticules de ZnO. Ainsi une description botanique de la plante utilisée, ces propriétés, les constituant de l'extrait aqueux de la menthe avec les différentes méthodes d'extractions et les indications et bien sur l'usage de la menthe.

Dans la deuxième partie, une description des procédés expérimentaux utilisés pour atteindre notre but, à savoir la caractérisation chimique et une application chimique sur la dégradation du colorant bleu de méthylène.

## INTRODUCTION GENERALE

---

Le chapitre III s'intéresse à l'application de nanoparticules ZnO sur la dégradation de polluant le bleu méthylène. Les propriétés catalytiques des nano-composites seront également abordées dans cette partie.

**CHAPITRE 01 :**  
**PARTIE**  
**BIBLIOGRAPHIQUE**

## I. Introduction :

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

Dans ce chapitre nous allons définir les nanoparticules et décrire leurs propriétés, types et leurs utilisations. Ensuite nous exposons une idée générale sur l'oxyde de zinc et les propriétés particulières de ZnO, ainsi que leurs méthodes de synthèse, notamment la synthèse verte de ZnO à l'échelle nanométrique, et leurs domaines d'applications [3].

## II. Les nanomatériaux

### 2.1 Définition :

Le 18 octobre 2011, la Commission européenne publie ses recommandations relatives à la définition des nanomatériaux (recommandation 2011/696/UE) : « on entend par "nanomatériau" un matériau naturel, formé accidentellement ou manufacturé contenant des particules libres, sous forme d'agrégat ou sous forme d'agglomérat, dont au moins 50 % des particules, dans la répartition numérique par taille, présentent une ou plusieurs dimensions externes se situant entre 1 nm et 100 nm »[4].

### 2.2 Types de nanomatériaux :

Il existe deux grands types de nanomatériaux : nanoobjets et nanostructures.

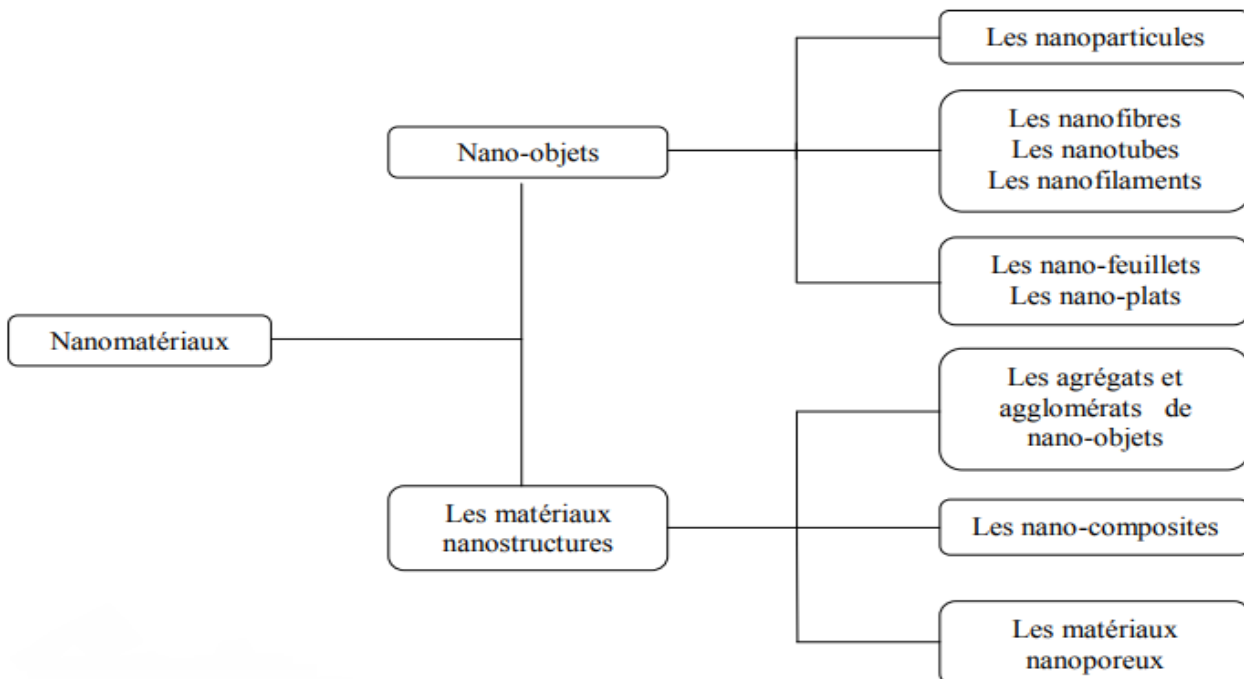
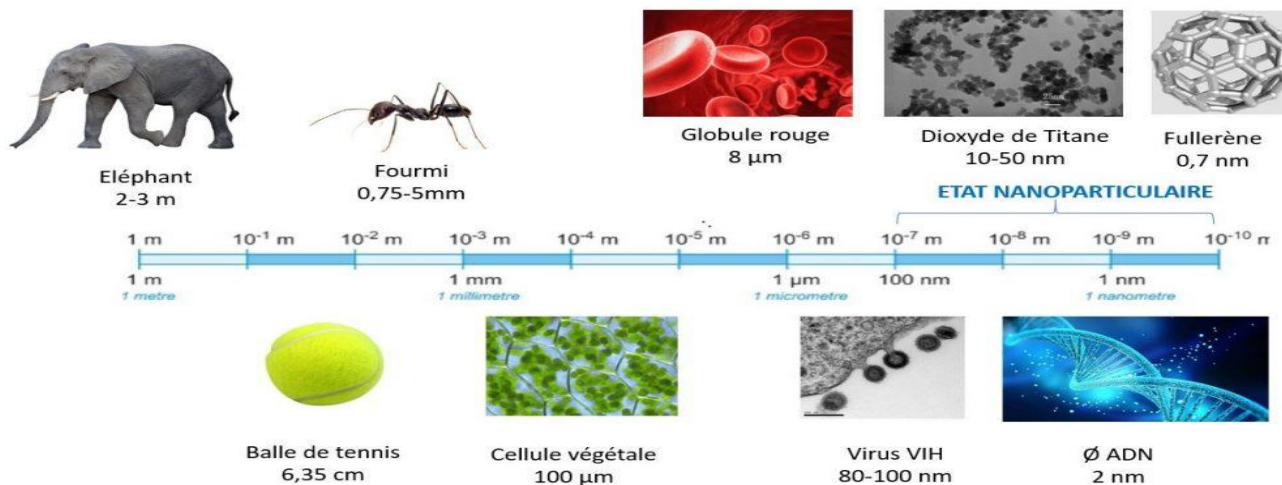


Figure 1: Schéma explicatif des types des nanomatériaux

### III. Les Nanoparticules :

#### 3.1 Définition :

Les nanoparticules sont des nano-objets dont les trois dimensions sont comprises entre un et cent nanomètres. La forme n'a aucune importance dans cette définition. Seul le paramètre de taille doit être respecté. Ainsi, on rencontre des nanoparticules de formes sphériques, oblongues ou encore anguleuses aussi bien sous forme amorphe que cristalline. Certains outils de synthèse (par exemple les torches à plasma) délivrent dans certains cas des nano-objets à l'état vitreux. On peut également citer les fullerènes, qui sont une forme cristalline particulière du carbone pur. Certains fullerènes, tels les « buckyballs » sont de formes sphériques et peuvent dès lors être qualifiés de nanoparticules. [5]



[www.quoidansmonassiette.fr](http://www.quoidansmonassiette.fr)

Figure 2 : Gamme de tailles des nanoparticules comparées à celles des principales structures chimiques et biologiques[6].

#### 3.2 Types de nanoparticules :

##### 3.2.1 Nanoparticules organiques :

Ces nanoparticules sont biodégradables, non toxiques, nanoparticules organiques sont les plus largement utilisées dans le domaine biomédical, par exemple le système d'administration de médicaments car ils sont efficaces et peuvent également être injectés sur des parties spécifiques du corps, également appelées livraison ciblée de médicaments [7].

##### 3.2.2 Nanoparticules inorganiques :

Les nanoparticules inorganiques sont des particules qui ne sont pas constituées de carbone. À base de métal et d'oxyde métallique.

Les nanoparticules sont généralement classées comme des nanoparticules inorganiques[8].



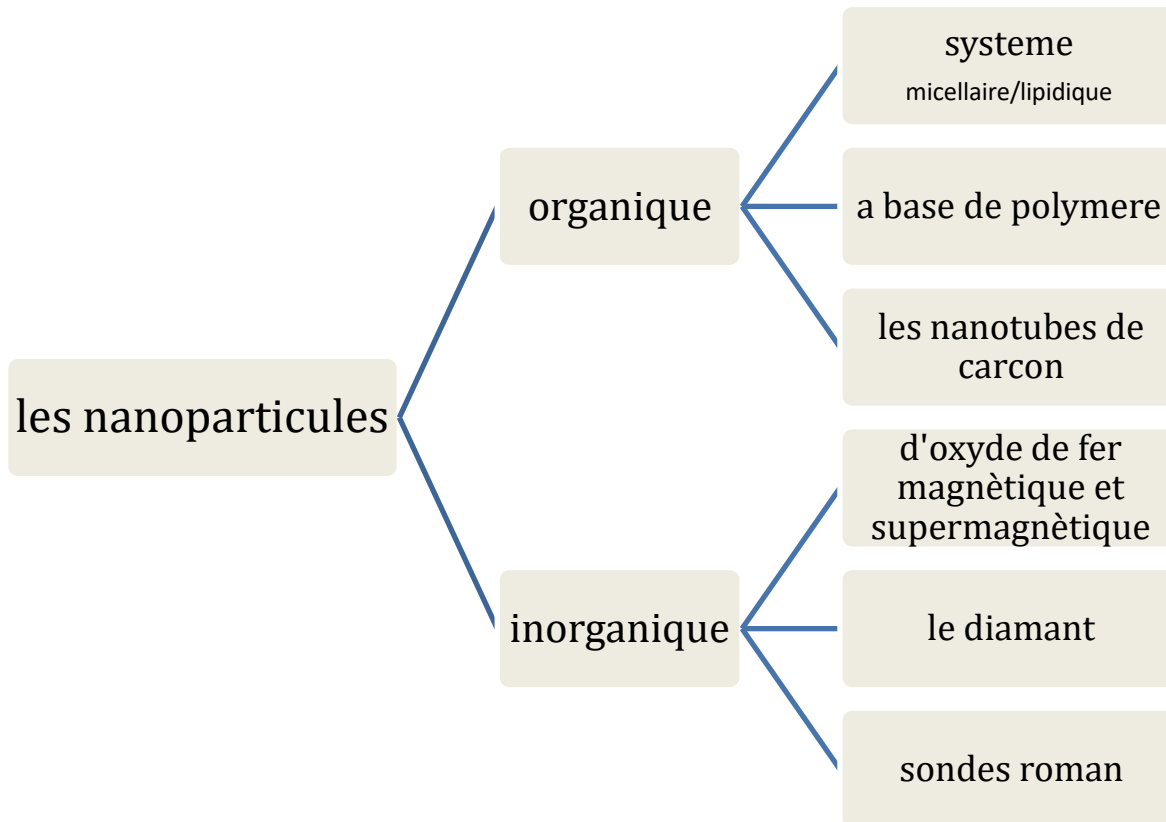


Figure 3 Schéma explicatif des types des nanoparticules.

### 3.3. La synthèse verte des nanoparticules :

Les méthodes physiques et chimiques de fabrication des NP sont accompagnées de certains inconvénients tels que le coût élevé, la complexité (impliquant plusieurs étapes), l'utilisation de produits chimiques organiques nocifs et la pollution de l'environnement. Il y a donc un grand besoin de développer des méthodes de fabrication alternatives respectueuses de l'environnement et à faible coût pour les NP.

La nature a mis au point de nombreux procédés de fabrication de matériaux inorganiques micro et nanométriques utilisant des biomolécules ou des micro-organismes naturels et des extraits de plantes comme réducteur.

La synthèse verte des NP est un type de technique ascendante où la principale réaction en cours est la réduction / oxydation. Il y a 3 exigences de base pour la biosynthèse des NP, y compris :

- 1- le choix du solvant approprié
- 2- choix d'un réducteur respectueux de l'environnement
- 3- choix d'un agent stabilisant non toxique pour les NP.

Ainsi, en choisissant la biosynthèse appropriée des solvants, tensioactifs et réducteurs, on obtient des NP avec une morphologie contrôlée sans produire de polluant environnemental toxique[9].

### 3.4 Domaine d'application des nanoparticules

Les nanoparticules peuvent être utilisés dans plusieurs domaines ; en chimie et matériaux comme pigments, poudres céramiques, inhibiteurs de corrosion, catalyseurs multifonctionnels et membranes pour la séparation des matériaux (traitement de l'eau) .En pharmacie, biomédical et biotechnologie comme médicaments et agents actifs, surfaces adhésives médicales anti-allergènes, vaccins oraux, régénération des os et des tissus, kits d'autodiagnostic.

Les nanoparticules sont aussi utilisés en cosmétique dans la fabrication des crèmes solaires transparentes, pâtes à dentifrice plus abrasives, maquillage et notamment rouge à lèvres avec une meilleure tenue. On trouve les nanoparticules dans le domaine de la santé dans les analyses d'ADN, membranes pour dialyse, destruction de tumeurs par chauffage même la thérapie génique comme les nano-vecteurs pour transfert de gènesmicrochirurgie.

Et elles sont présente dans le domaine d'énergie dans les cellules photovoltaïques nouvelle génération, nouveaux types de batteries, fenêtres intelligentes, matériaux isolants plus efficaces, photosynthèse artificielle (énergie « verte ») et l'entreposage d'hydrogène combustible.

### 3.5 Exemples des nanoparticules et ses applications, propriétés et leurs fonctionnalités

Nanomatériaux	Applications	Propriétés, fonctionnalités
Oxyde de zinc ZnO	-Conditionnement et emballage -plastique -Crème de soin -Cellule photovoltaïque -Peinture	Antibactérien Cicatrisant, adsorbeur UV Rendement Matité, autonettoyant, dépollution, résistance aux UV
Silice amorphe SiO <sub>2</sub>	-Béton -Dentifrice -Peinture -Habillement	Fluidifiant, résistance mécanique, protection thermique Abrasif, épaississant Matité, résistance aux rayures et à l'abrasion Retardateur de flamme, antitache.
Dioxyde de titane TiO <sub>2</sub>	-Béton, ciment -Crème de soin, crème solaire -Agents de dépollution des eaux	Autonettoyant, dépollution Absorbeur UV Dégradation/adsorption de contaminants

Noir de carbone	-Maquillage -Batterie -Peinture	Pigment Conductivité Pigment, pouvoir couvrant
-----------------	---------------------------------------	--

Tableau 1: récapitulatif nanoparticules et ses applications, propriétés et leurs fonctionnalités[10]

#### IV. Les oxydes métalliques :

Un métal est un corps simple, doué en général d'un éclat spécial dit métallique. Il est un bon conducteur de la chaleur et de l'électricité à la température ordinaire [11], il est malléable et ductiles. La plupart des métaux réagissent avec l'oxygène.

Et tout métal qui réagit au contact du dioxygène (a chaud ou a froid) subit une oxydation pour devenir un oxyde métallique.

Un oxyde métallique en générale est un corps constitue d'atomes métalliques et d'atomes d'oxygène ( $M_1xM_2yOz$ ), ou M est le symbole chimique de l'atome de Métal considère, O le symbole de l'atome d'oxygène, "x" et "y" et "z" des entiers naturels.

Exemples : Oxyde d'Aluminium :  $Al_2O_3$ , alumine, Oxyde de Zinc :  $ZnO$  et Oxydes de Fer :  $Fe_2O_3$ , oxyde de Fer III.

Nous pouvons classer les oxydes métalliques, soit selon la nature de la conduction par électrons, par trous, ou selon que les oxydes métalliques soient simples ou complexes [12].

#### V. Oxyde de zinc :

L'oxyde de Zinc est un composé chimique de formule « $ZnO$ », Il est présent dans la nature sous forme de zincite, minéral comportant souvent du manganèse et ayant une coloration jaune à rouge de ce fait. Le  $ZnO$  est un semi-conducteur du groupe II-VI de largeur de bande 3.30 eV, il se présente sous la forme d'une poudre inodore, de couleur blanche habituellement appelée « blanc de zinc » non soluble dans l'eau.

Les principales applications de l'oxyde de zinc étaient dirigées vers les domaines de l'industrie chimique et pharmaceutique[13].

#### 5.1 Propriétés des nanoparticules de Zinc :

##### 5.2.1 Propriétés structurales

Le changement de la taille ou des dimensions de la nanoparticule change les propriétés physiques de la matière. La structure de nanoparticule de  $ZnO$  est la plus riche de tous autres matériaux.

Il existe un fort moment dipolaire qui minimise leur énergie. La croissance anisotrope selon l'axe C donne des structures comme l'hélice ou les piliers [14].

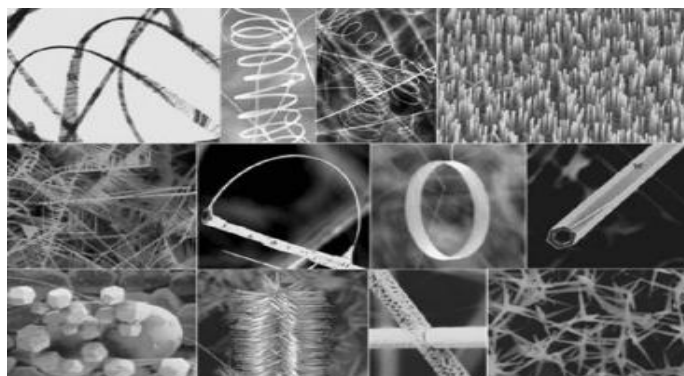


Figure 4: Différentes formes et structures des nanoparticules de ZnO [15] .

### 5.2.2 Propriété optique :

La propriété d'émission des nanoparticules de ZnO dépend de la méthode de synthèse employée. Lors de la préparation des nanoparticules de ZnO cristallines par la méthode de synthèse organométallique à température ambiante il-y-a émission de la couleur jaune, bleu ou blanche.

### 5.2.3 Propriétés électriques et électroniques :

Les propriétés électriques et électroniques des ZnNPs dépendent de la taille et de la forme de l'état de surface des nanomatériaux.

Les nanoparticules de ZnO sont semi-conductrices (3,37 eV à température ambiante) grâce à la très faible taille des nanocristaux. Présentent une résistance supérieure à 20 GΩ [16].

## 5.3 Applications de nanoparticules de ZnO:

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

Tableau 2: Applications de nanoparticules de ZnO [17]

### 5.4 Synthèse des ZnONPs :

Les nanoparticules sont synthétisées par diverses méthodes physique et chimique qui sont classées en deux méthodes : bottom-up ou top-down.

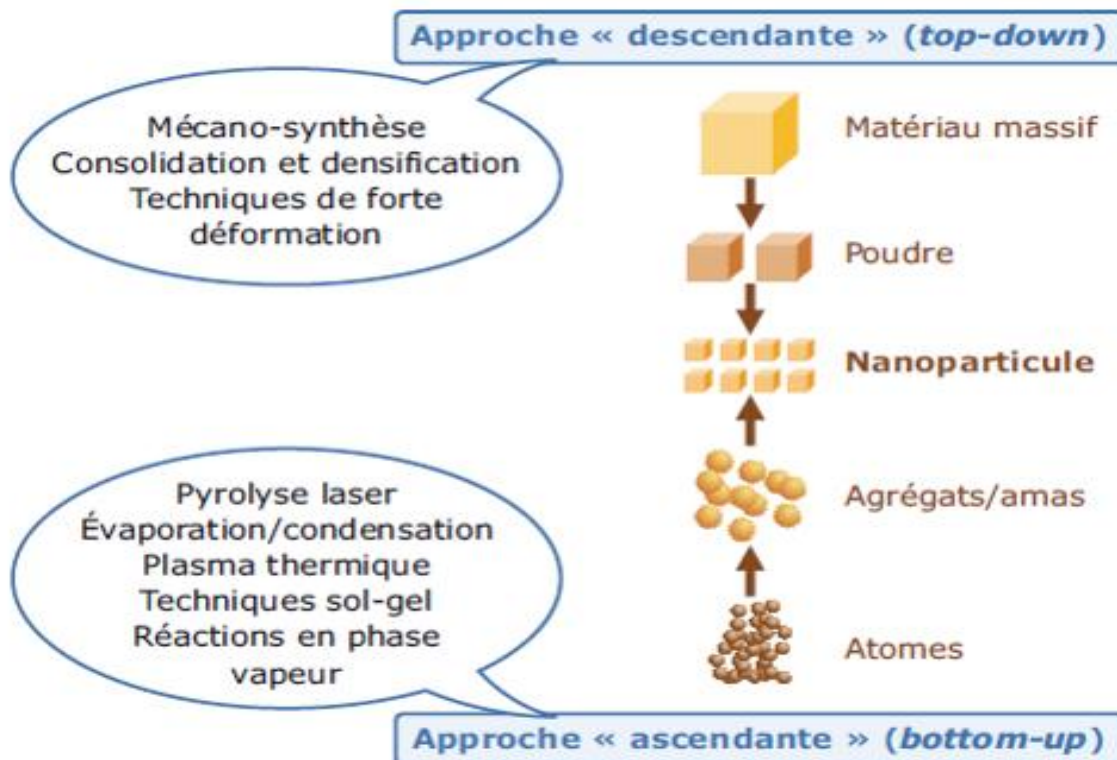


Figure 5: Une représentation simplifiée de synthèse des nanoparticules [18].

#### 5.4.1 L'approche descendante, ou top down :

Cette approche est basée sur la miniaturisation. Elle consiste à fractionner un matériau jusqu'à obtenir un objet de taille nanométrique en optimisant les technologies industrielles existantes.

L'approche induit principalement l'utilisation des méthodes mécaniques (mécano-synthèse, fortes déformations, ...) et Regroupant essentiellement physiques (Le broyage à haute énergie, évaporation-condensation, procédé d'ablation laser...).

#### 5.4.2 L'approche ascendante, ou Bottom up (méthodes chimiques) :

La voie ascendante, Bottom-up, consiste à assembler des composants élémentaires (atomes, molécules, agrégats) pour fabriquer des structures plus complexes, Cette voie nécessite l'utilisation de trois composants indispensables Un précurseur, un agent réducteur et un agent stabilisant.

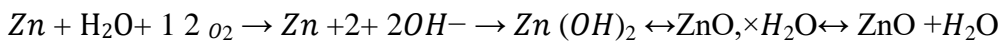
L'assemblage ou le positionnement des atomes, des molécules ou des agrégats s'effectue de façon précise, contrôlée et exponentielle, permettant ainsi l'élaboration de matériaux fonctionnels dont la structure est complètement maîtrisée [1]

### 5.5 Mécanisme de formation de ZnO :

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

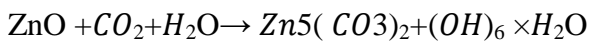
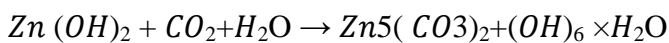
- Etape 1 :

en présence d'eau ( $H_2O$ ) le Zinc réagit avec l'oxygène pour former d'hydroxyde de Zinc  $Zn(OH)_2$  qui en se déshydratant peut se transformer en oxyde de Zinc [20] :



- 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) :



## VI. Synthèse verte des nanoparticules

La synthèse verte des nanoparticules métalliques a attiré une attention considérable ces dernières années car ces protocoles sont peu coûteux et plus respectueux de l'environnement que les méthodes de synthèse standard.

Parmi les méthodes vertes, la photosynthèse en utilisant des extraits de plante a trouvé sa place vu le grand choix et la biodiversité des matières végétales, la disponibilité, le coût et la rentabilité des extraits aqueux.

La menthe est une des plantes à grande disponibilité et coût moins chère et qui a été utilisée pour la biodégradation de plusieurs nanoparticules.

## VII. *Mentha spicata* :

### 1. Monographie de la plante

#### 1.2 Origine et répartition géographique :

L'origine de la menthe verte est inconnu mais il s'agit probablement d'un hybride issu de *M. longifolia* et de *M. suaveolens*, elle est cultivées exclusivement aux USA, en Angleterre, en Hollande ainsi qu'en Afrique du nord (Algérie, Maroc...), dans beaucoup de jardins et en culture industrielle. La menthe verte supporte les endroits ombragés, elle n'est pas très exigeante pour la qualité du sol[21].

#### 1.3 Description botanique :

Cette espèce est une plante herbacée vivace de 25 à 75 cm de long, à tige rameuses quadrangulaires droites, munies de feuilles lancéolées de 3 à 5 cm de long et de 1 à 2 cm de large presque sessiles, vert sombre. Partie I Revue bibliographique 9 Les fleurs en verticilles sont rosées ou lilas ; groupées en étroits ; allongés aigus. Ses stolons sont souterrains [22].



Figure 6: *Mentha spicata* (Menthe verte)

### 2. Propriétés et emplois de la menthe :

Les effets bénéfiques de la menthe verte sont très nombreux ; elle agit comme stomachique, tonique, stimulant digestif, analgésique, diurétique, carminative, antispasmodique ... Les feuilles fraîches s'utilisent en cuisine: sauce, salades, thé, infusion. L'huile essentielle est utilisée à grande échelle dans l'industrie alimentaire pour la préparation de sucreries, boissons: sirops. Elle sert également pour parfumer les produits d'hygiène buccale, les dentifrices [23].

### 3. Composition chimique:

D'après le tableau suivant, l'huile essentielle de *M.spicata* de .....est caractérisée par un pourcentage élevé en Carvone (39,1 à 69,9%) et Cis-dihydrocarvone (1,9 à 3,5%) de Myrcène avec (0,7 à 2,5%) et de Dihydrocarvéol (1,2 à 5,9%) et les Néodihydrocarvéol (1,6 à 3,9%). D'autres composants alcooliques, d'ester, des c »tones et des éthers avec des pourcentage plus au moins proches.

<b>Hydrocarbures terpéniques</b>	<b>Alcools</b>
Myrcène 0,7 à 2,5% Limonène 5 à 11,4% Germacrène D 0,1 à 4,1% $\beta$ -pinène 0,3 à 0,7% $\alpha$ -pinène 0,2 à 0,6% $\beta$ -caryophyllène 0,1 à 1,6%	Menthol 0,2% Linalol 0,1 à 0,8% $\alpha$ -terpinéol 0,2 à 2,7% 4-terpinéol 0,2 à 2,7% Dihydrocarvéol 1,2 à 5,9% Néodihydrocarvéol 1,6 à 3,9% Cis-carvéol 0,3 à 2,4%
<b>Cétones</b>	<b>Esters</b>
Cis-dihydrocarvone 1,9 à 3,5% Carvone 39,1 à 69,9%	Acétate de dihydrocarveyl 1,4 à 3,5% Acétate de trans-carveyle 0,7 à 5,9% Acétate de cis-carveyle 2%
<b>Ethers</b>	
1,8-cinéole 1 à 3,4% Composé soufré /	

Tableau 3:Composition chimique de l'HE de Mentha Spicata[24].



**CHAPITRE 02 :**  
**PARTIE**  
**EXPERIMENTALE**

I. Préparation et extraction de l'extrait aqueux de la *M.spicata*

1. Introduction :

Ce chapitre est consacré à la description des différents matériaux et produits chimiques expérimentales utilisés, en expliquant les méthodes et techniques expérimentales employés tout au long de ce travail.

La première partie est consacrée à la préparation de l'extrait des feuilles de *M.spicata* puis la formation de nano-composite d'oxyde de zinc.

La seconde partie représente l'application de la dépollution du colorant industrielle (bleu méthylène), suivre par UV-Visible.

1.1 Cueillette et conservation de la plante :

La plante a été récoltée de la région de l'ouest algérien exactement de la wilaya de Ain temouchent (Ain tolba). Les biomasses récoltées sont disposées sur des feuilles de papier journal dans un endroit sombre, sec et aéré afin de les sécher jusqu'à leur usage

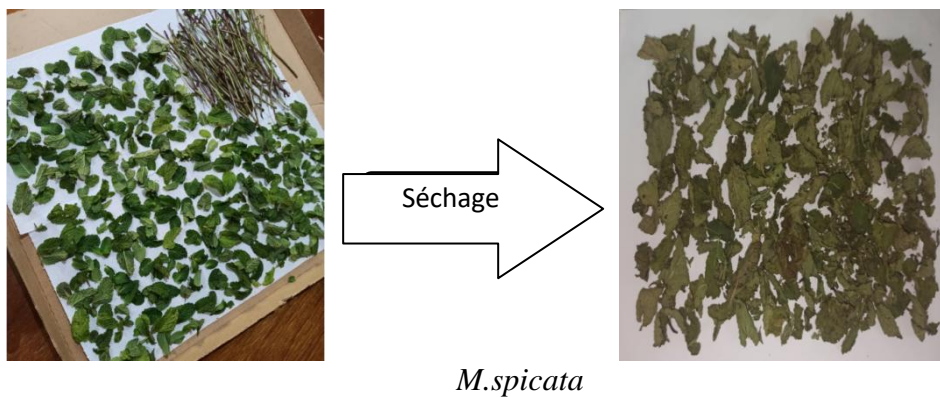


Tableau 4: données géographique, climatique et localisation de zone d'études

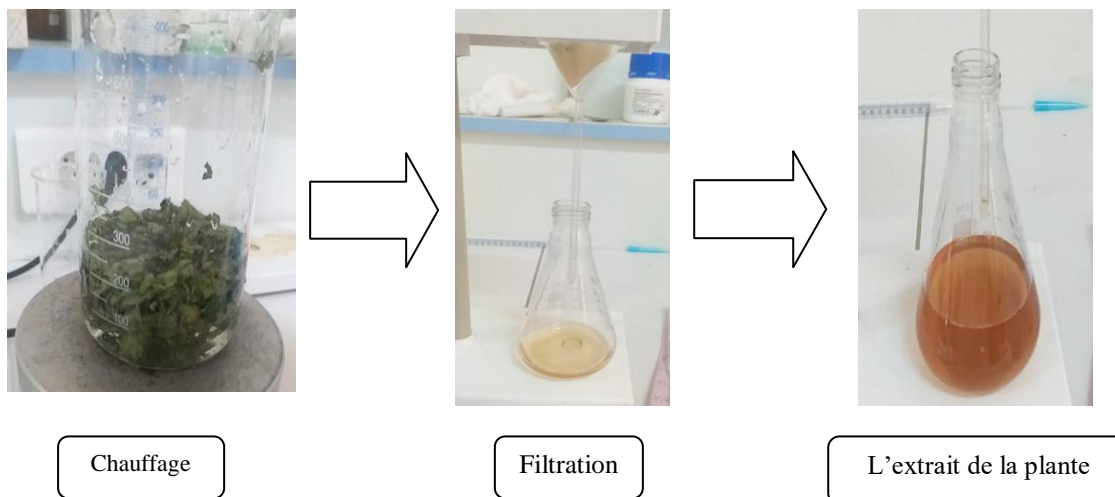
Région	Altitude (m)	Latitude	Longitude	Superficie (km <sup>2</sup> )	Climat	Ain Tolba
277	35° 14'54"N	1°14'56"O	64.29 km <sup>2</sup>	climat semi -aride	Sec et froide	a



Figure 7 Communes limitrophes de Ain Tolba(Source : [https://fr.wikipedia.org/wiki/A%C3%AFn\\_Tolba](https://fr.wikipedia.org/wiki/A%C3%AFn_Tolba))

## 2. Protocole d'extraction :

Nous avons pesé 4g de la matière végétale séché de la *Mentha spicata* et la mise en contact avec 100mL d'eau distillée. L'ensemble est laissé durant 30min sous agitation continue à température de 70 °C, et l'extrait est récupéré par filtration après refroidissement de 10 min à température ambiante. L'extrait aqueux a été conservé au congélateur.



## II. Synthés de ZnONPs :

### 1. Produits utilisés :

Les produits chimiques utilisés sont portés dans le tableau ci-dessous.

Produit	Symbole	Masse molaire(g/mol)
Hydroxyde de sodium	NaOH	39.997
Acétate de zinc	$\underline{\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4\text{Zn}}$	183.48
Le Bleu de méthylène	C <sub>16</sub> H <sub>18</sub> N <sub>3</sub> ClS	319,85

**Tableau II.2** : Liste des produits chimiques utilisés.

## 2. Protocole de la biosynthèse

Une masse de 0.5 g de l'acétate de zinc est introduite dans un bécher qui contient 100 ml d'eau distillée. On a fait réagir une solution de l'acétate de zinc avec 20ml de l'extrait aqueux (ajouté goutte à goutte) de plante pendant 3h sous l'agitation continue à 70°C. 8 ml d'une solution 1M de NaOH a été ajouté en fin de réaction. Le mélange a pris une texture crémeuse un peu blanche.

La solution a été centrifugé à l'aide d'une centrifugeuse de type Hettich ZENTRIFUGEN-UNIVERSAL 320 à 4000tr/min pendant 15 min. Le résidu a été séché dans l'étuve à 60°C pendant 6 heures. Les ZnONPs ainsi obtenue ont été mis dans un four pour une calcination à 400°C pendant 4h. une poudre marron a été obtenue.

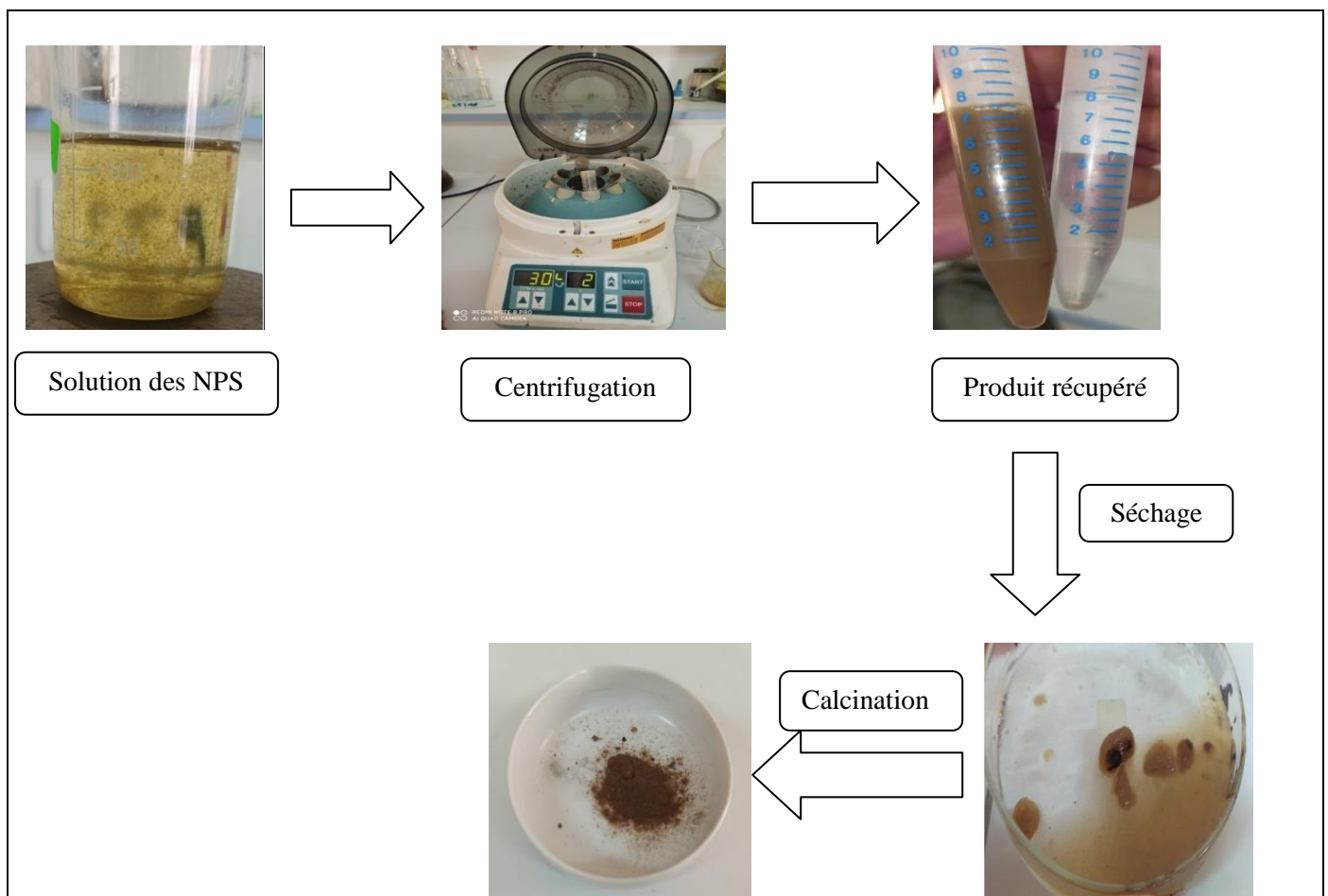


Figure 8 Représentation du protocole de la biosynthèse des nanoparticules d'oxyde de zinc à l'aide de l'extrait de la *M. picata*.

### III. Etude de la dégradation du colorant Bleu de méthylène :

#### 1. Protocole

Une solution du BM avec une concentration de 10PPM a été préparée en mélangeant une quantité 0.01g de BM avec 1L de l'eau distillée. La dégradation du bleu de méthylène (Fluka), a été étudiée en prenant 2 ml de la solution de BM avec 0.01g de la masse des ZnNPs préparés.



#### 2. Caractérisation des nanoparticules

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

##### 2.1 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.

2.1.1 Principe de l'UV-visible :

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 9 Image d'un spectrophotomètre ultraviolet [25].

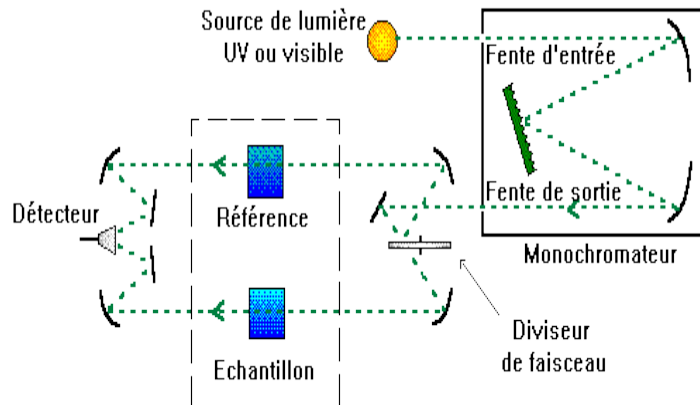


Figure 10: Schéma de principe d'un spectromètre à ultraviolet[26].

2.2 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'indentification 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[27].

### 2.2.1 Principe de la spectroscopie infrarouge :

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[27].

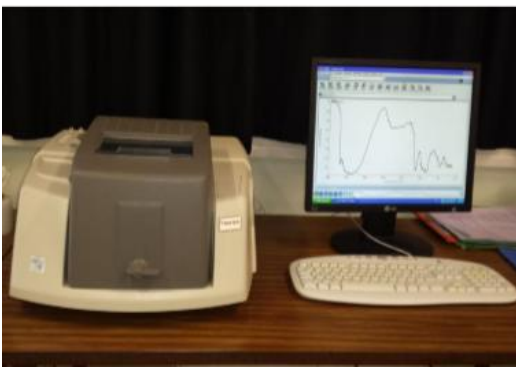


Figure 11 : Image d'un spectrophotomètre infrarouge[28]

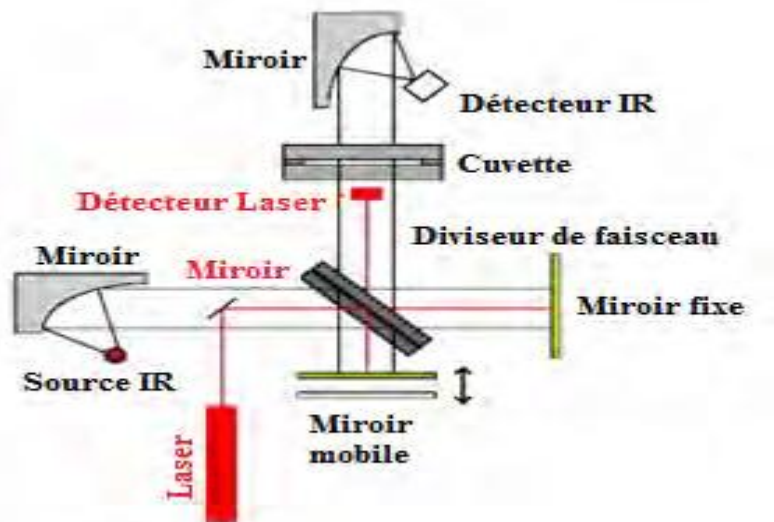


Figure 12: Schéma de principe d'un spectromètre à transformée de Fourier [28]

La figure 11 présente un schéma de fonctionnement de l'appareil FTIR. Une source IR émettant un rayonnement polychromatique couvrant une gamme de  $7800\text{ cm}^{-1}$  à  $350\text{ cm}^{-1}$ , 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 12: Schéma de fonctionnement de l'appareil FTIR [28]. 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 11 montre une vue d'ensemble de l'appareil.

3. 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.

3.1 Principe de la diffraction des rayons X :

Les rayons X sont des ondes électromagnétiques de longueur d'onde comprise entre 0,1Å et 10Å. Ceux utilisés en radiocristallographie ont des longueurs d'ondes voisines de 1Å, 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[29].

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

$$2dhkl \cdot \sin\theta = n\lambda \dots\dots\dots (I.2)$$

Avec

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

dhkl:La distance inter-réticulaire

θ:L'angle d'incidence des rayons X

n: L'ordre de diffraction[30].



Figure 13

Figure 13: Image de la diffraction des rayons X[31]

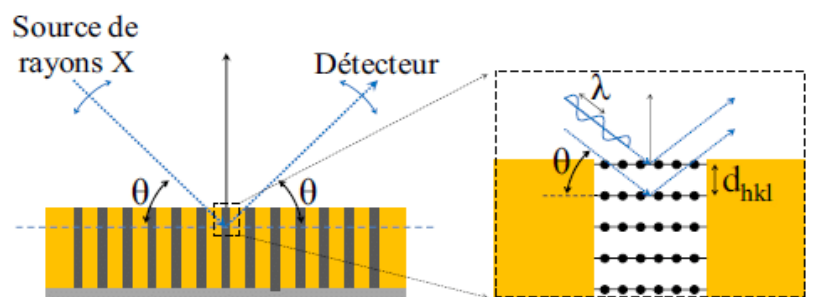


Figure 14

Figure 14 : Schéma représentant le principe de la diffraction des rayons X par les plans de réticulaires d'indices h, k et L [32]



#### 4. 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[17].

##### 4.1 Principe de la microscopie électronique à balayage :

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.



Figure 15: Image de la microscopie électronique à balayage[33].

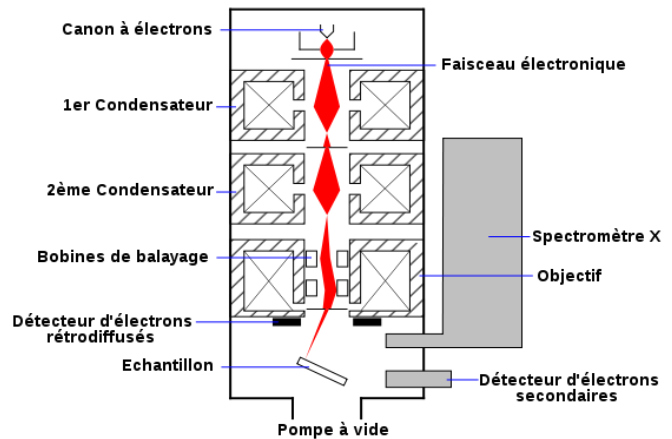


Figure 16: principe de la microscopie électronique à balayage[28]

**CHAPITRE 03 :**  
**RESULTATS**  
**ET DISCUSSION**

### 1. Introduction :

Dans notre travail, nous avons choisi l'extrait aqueux de la menthe *M.spicata* comme un agent réducteur et un stabilisateur car selon la littérature aucun travail n'a mentionné l'utilisation de cette plante dans la biosynthèse des nanoparticules d'oxyde de zinc en Algérie et aucune étude sur la biodégradation du bleu de méthylène par les ZnONPs synthétisés par l'extrait de la menthe n'as été publié jusqu'à nos jours.

Dans ce chapitre, nous présenterons les différents résultats obtenus ainsi l'ensemble de différentes études qui suivent l'approche de la chimie verte pour la biosynthèse de nanoparticules d'oxyde de zinc par extrait aqueux de la plante *M.spicata* en étudiant les différentes caractéristiques des nanoparticules d'oxyde de zinc, qui sont caractérisés par la Microscopie Electronique à Balayage, Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier, La spectroscopie UV-Visible et La technique de diffraction des rayons X.

### 2. Applications des nanoparticules d'oxyde de zinc pour la dégradation du bleu méthylène :



Le pouvoir de réduction catalytique est fortement lié à la concentration de BM. En premier temps, une variation de la concentration de BM a été réalisée pour la réduction du colorant BM tout en maintenant les autres paramètres constants.

Les nanoparticules d'oxyde de zinc ont montré une efficacité pour la dégradation de colorant bleu de méthylène. L'ajout de 100  $\mu\text{m}$  d'une solution de ZnONPs à 10 ml de solution de Blue de Méthylène de concentration  $10^{-4}$  mol/L provoque la dégradation de ce dernier après une heure de réaction. La **Figure 17** illustre la diminution complète de l'intensité de la bande caractéristique du bleu de méthylène de 1.1 à 0.4., cela est principalement due à la réactivité des nanoparticules d'oxyde de zinc à l'échelle nanométrique selon la littérature.

Avec B : courbe d'étalonnage de bleu de méthylène seul  
D: courbe de BM avec ZnNPs en t1  
C : courbe de BM avec ZnNPs en t2

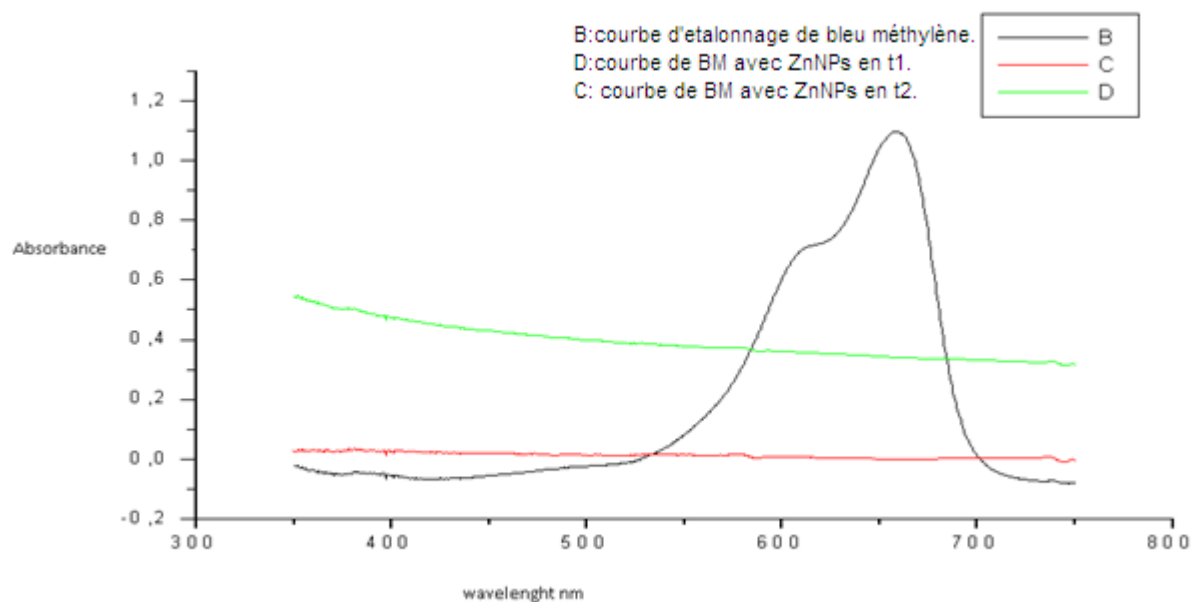


Figure 17 : le spectre d'absorbance UV-visible de la décomposition de BM en présence de nanoparticules ZnO biosynthétisées par *M. spicata* extrait de feuilles comme agents réducteurs.

### 3. Techniques d'analyse :

#### 3.1 Analyse par diffraction des rayons X (DRX) :

Le modèle XRD des NP ZnO biosynthétisés à l'aide d'extrait de feuilles de *M. spicata* a été montré dans **Figure 18** . Les valeurs  $2\theta$  de DRX à  $31,76^\circ$ ,  $34,44^\circ$ ,  $36,24^\circ$ ,  $47,56^\circ$ ,  $56,66^\circ$ ,  $62,90^\circ$ ,  $66,42^\circ$ ,  $67,96^\circ$ ,  $69,14^\circ$ ,  $72,64^\circ$ , et  $76,98^\circ$  ont été attribués à (100), (002), (101), (102), (110), (103), (200), (112), (201), (004), et (202) avions, respectivement. Tous les pics de diffraction ont été indexés dans la structure ZnO wurtzite (numéro de carte JCPDS 01-089-1397) et d'accord avec les pics XRD des NP ZnO biosynthétisés par *M. spicata* extrait de plante. Les pics pointus et étroits indiquaient que les NP ZnO biosynthétisées étaient fortement cristallisées. De plus, les NP ZnO étaient exemptes d'impuretés où aucun pic XRD caractéristique autre que des pics d'oxyde de zinc ont été observés.

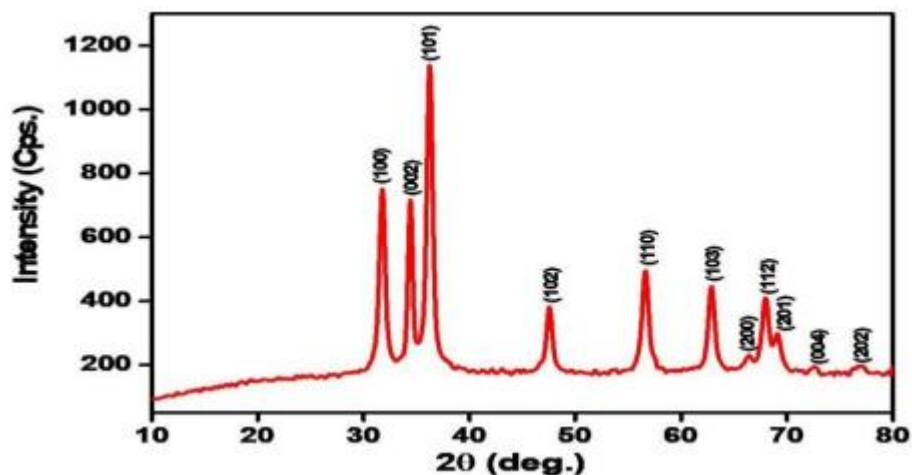


Figure 18: Diagrammes de diffraction des rayons X (DRX) des nanoparticules d'oxyde de zinc biosynthétisées par *M. spicata* extrait de feuilles comme agents réducteurs.

### 3.2 Analyse par Infrarouge à transformé de Fourier FTIR :

La spectroscopie FTIR a été utilisée pour identifier les groupes fonctionnels qui existent dans l'extrait de *M. spicata* qui peuvent agir comme agents réducteurs dans le processus de biosynthèse des NP ZnO. Dans la présente étude, il a été trouvé que les métabolites secondaires de *M. spicata* étaient responsables de la réduction du zinc acétate dihydraté en ZnO NPs. Le spectre FTIR des NP ZnO biosynthétisées a présenté plusieurs pics à 3942, 3898, 3858, 3744, 3245, 2362, 2158, 2107, 2048, 1636, 1559, 1514, 1395, 1087, 1033, 932, 840, 774, 714, 487 et 412  $\text{cm}^{-1}$  (Figure 19). Large pic à 3245  $\text{cm}^{-1}$  indiquant la présence de groupes à liaison hydrogène et pourrait correspondre à des groupes hydroxyle (O-H) s'étendant des composés phénoliques qui existaient dans l'extrait de plante ; de même, les pics à 3942–3744  $\text{cm}^{-1}$  représentant la vibration d'étirement du groupe O-H. La bande à 2362 correspondait à la liaison NH des amides primaires et secondaires. Les pics à 1636, 1559, 1514 et 1395  $\text{cm}^{-1}$  ont été attribués au tronçon C = C des alcènes ou au tronçon C = O des amides. Les groupes au 1087 et 1033 sont attribués à l'étirement des vibrations de la liaison C-O des biomolécules qui existaient dans l'extrait de feuille. De plus, les pics à 932, 840, 774 et 714 pourraient correspondre à un étirement C-N groupes amines. La bande d'absorption majeure à 487  $\text{cm}^{-1}$  a été attribuée et caractéristique au Zn-O lien.

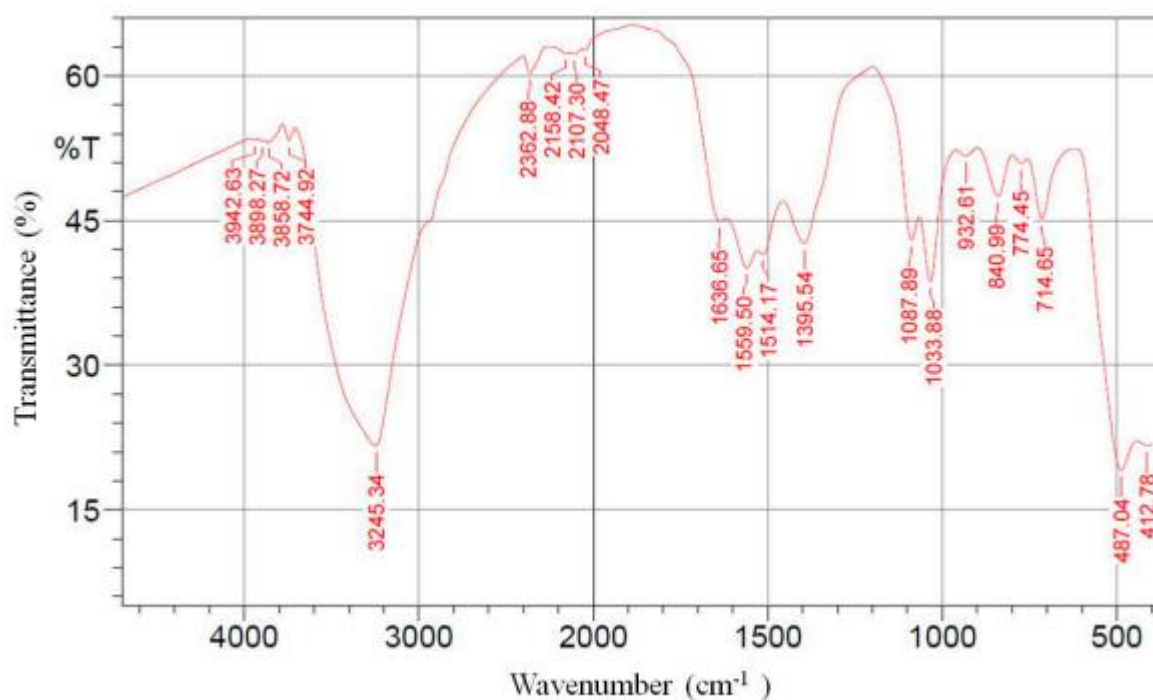


Figure 19: Spectres infrarouges à transformée de Fourier (FTIR) de nanoparticules d'oxyde de zinc biosynthétisées par Extrait de feuille de *M. spicata* en tant qu'agents réducteurs.

### 3.3 Distribution granulométrique et analyse par microscopie électronique à balayage :

La diffusion dynamique de la lumière (DLS) est une méthode largement utilisée pour déterminer la distribution granulométrique dans une solution colloïdale. Dans la présente étude, l'analyse DLS a révélé que la taille moyenne des particules de les NP de ZnO préparées dans le milieu aqueux étaient de 74,68 nm (Figure 20). La morphologie superficielle des NP de ZnO biosynthétisées a été examinée à l'aide d'une analyse par microscopie électronique à balayage (MEB). Les images SEM ont montré que la plupart des NP de ZnO étaient sphériques, avec une forme agglomérée et la plage de diamètre des particules était comprise entre 11 et 80 nm (figure 4). L'analyse SEM a confirmé la morphologie et la taille des NP ZnO préparés.

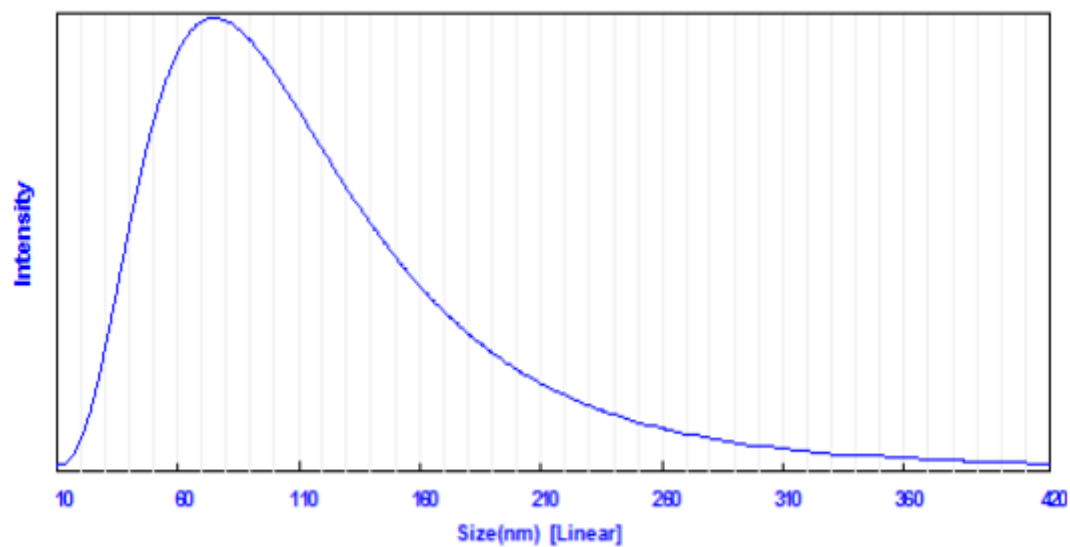


Figure 20: Distribution granulométrique des NP de ZnO biosynthétisées à l'aide de la diffusion dynamique de la lumière (DLS).

### Conclusion générale :

Dans notre présent travail, nous avons présenté une contribution à la synthèse des nanoparticules par voie verte en utilisant l'extrait aqueux de la plante mentha spicata. Cette dernière composée phénoliques pouvant ainsi provoquer la réduction de  $Zn(OAc)_2$  pour donner les nanoparticules d'oxyde de zinc. .

La capacité des nanoparticules d'oxyde de zinc biosynthétisées par extrait de feuille de *M. spicata* en tant qu'agents réducteurs à réduire le colorant bleu de méthylène a été

Prouvé et suivi par UV-VIS.



### Référence :

- [1] Bensghiar Rabia Berinouba Fatma Zohra, Etude bibliographique sur la synthèse verte de nanoparticules de ZnO, Département de génie des procédés et la pétrochimie, Université de Hamma Lakhder, El Oued, 2020.
- [2] Otmani Djemoui Mim Yahia Bouzenna Ala Eddine, Etat de l'art sur la synthèse verte des nanoparticules de ZnO à l'aide de l'extrait de différentes plantes, Département de Génie des procédés et la pétrochimie, Université Echahid Hamma Lakhdar, El Oued, 2021.
- [3] Mathieu Goutayer, Nano-émulsions pour la vectorisation d'agents thérapeutiques ou diagnostiques ; étude de la biodistribution par imagerie de fluorescence *in vivo*, thèse de doctorat, Département Chimie, Université Pierre et Marie Curie, Paris, 2008, p.3.
- [4] M. Ricaud et O. Witschger, «LES NANOMATERIAUX. DEFINITIONS, RISQUES TOXICOLOGIQUES,» Inst. Natl. Rech., pp. 1-52, 2012.
- [5] Stéphanie GEORGE, Nicolas LAMPROYE, «Caractérisation des nano-objets, ...» Tech L'ingénieur.
- [6] <https://quoidansmonassiette.fr/nanotechnologies-nanomedecine-nanoparticules-danger-sante-alimentation-emergent-espoirs-dioxyde-titane-traitements-progres/>.
- [7] Tiwari D K, Behari J and Sen P 2008 Application of Nanoparticles in Waste Water Treatment 3 417–33.
- [8] Salavati-niasari M, Davar F and Mir N 2008 Synthesis and characterization of metallic copper nanoparticles via thermal decomposition Polyhedron 27 3514–8.
- [9] L. Salmon and L. Catala, Comptes Rendus Chimie, 21 (2018) 1230.
- [10] A. Elkaiem, Contribution au Développement des Matériaux Nano-Composites à Base de ZnO et Polymère Etude Structural et Optique, Thèse de doctorat, département de physique, Université MENTOURI, CONSTANTINE, 2015, pp. 12-13.
- [10] L. Salmon and L. Catala, Comptes Rendus Chimie, 21 (2018) 1230.
- [11] T. Hamieh, M. Rageul-Lescouet, M. Nardin and J. Schultz, Journal de chimie physique, 93 (1996) 1332.
- [12] G. Poillerat, Le Journal de Physique IV, 4 (1994) C1.
- [13] Ü. Özgür, Y. I. Alivov, C. Liu, A. Teke, M. Reshchikov, S. Doğan, et al., "A comprehensive review of ZnO materials and devices," Journal of applied physics, vol. 98, p. 11, 2005.

## Référence

---

- [14] A. Elkaiem, Contribution au Développement des Matériaux Nano-Composites à Base de ZnO et Polymère Etude Structural et Optique, Thèse de doctorat, département de physique, Université MENTOURI, CONSTANTINE, 2015, pp. 12-13.
- [15] J. Wang, X. Sun, Y. Yang, H. Huang, Y. Lee, O. Tan, L. Vayssieres, Hydrothermally grown oriented ZnO nanorod arrays for gas sensing applications, *Nanotechnology*, 17 (2006), p.4995.
- [16] A. Elkaiem, Contribution au Développement des Matériaux Nano-Composites à Base de ZnO et Polymère Etude Structural et Optique, Thèse de doctorat, département de physique, Université MENTOURI, CONSTANTINE, 2015, pp. 12-13
- [17] R. Myriam, Aide au repérage des nanomatériaux en entreprise ED 6174, INRS(2014), pp.17-35.
- [18] Madhumitha, G., & Roopan, S. M. (2013). Devastated crops: multifunctional efficacy for the production of nanoparticles. *Journal of Nanomaterials*, 2013.
- [19] Galdeano, S. (2001). Influence des conditions de broyage sur la distribution de nanoparticules magnétiques (Fe, Co) dans une matrice de cuivre (Doctoral dissertation, Paris 7).
- [20] Sylvain Audisio ‘Gérard Béranger, Anticorrosion et durabilité dans le bâtiment, le génie civil et les ouvrages industriels, press polytechnique et universitaire Romandes, vol12,2010 ,550p.
- [21] Anton R et Annelise L (2005). plantes aromatiques: épices, aromates, condiments et huiles essentielles, lavoisier, édition Tec &Doc.
- [22] Contribution à l'étude de l'effet du substrat sur la composition quantitative et qualitative de l'huile essentielle de *Mentha viridis* L (menthe verte). Thèses d'ingénieur en Agronomie UMMTO.
- [23] Anton R et Annelise L (2005). plantes aromatiques: épices, aromates, condiments et huiles essentielles, lavoisier, édition Tec &Doc.
- [24] Guy G (2005). Les plantes aromatiques et huile essentielle a graisse, édition l'Harmattan.
- [25] 6800UV/Vis.spectrophotometer.JENWAY.
- [26] <http://dalmeyda.chez.com/cours/spectro/UV-spectro.htm>,Création : 26 janvier 1998, dernière mise à jour : 2000.
- [27] R.Ondo-Ndong, F.Pascal-Delannoy, A.Boyer, A.Giani, A.foucaran; *Materials Science and Engineering B97* (2003) 68-73.
- [28] 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.
- [29] E.-H. Benyahia, Caractérisation structurale et optique de couches minces formées par des agrégats des nanocristaux de ZnO, Thèse de Doctorat, Département de physique, MENTOURI, Constantine, 2012, p. 97.

## Référence

---

- [30] T. Ishida and T. Yoritsune, Nuclear Engineering and Design, 215 (2002) 51.
- [31] C.S. Bontu and E. Illidge, IEEE Communications Magazine, 47 (2009) 48.
- [32] M. Jafari and A. Najafizadeh, Materials Science and Engineering: A, 501 (2009) 16.
- [33] G. Montes-Hernandez, Etude expérimentale de la sorption d'eau et du gonflement des argiles par microscopie électronique à balayage environnementale (ESEM) et l'analyse digitale d'images, Strasbourg 1, 2002.
- [34] Ahmed Abdelkhalek, Plant Protection and Biomolecular Diagnosis Department, ALCRI, City of Scientific Research and Technological Applications, New Borg El Arab City, Alexandria 21934, Egypt .
- [35] Abdulaziz A. Al-Askar, Botany and Microbiology Department, Faculty of Science, King Saud University, Riyadh 11451, Saudi Arabia; aalaskara@ksu.edu.sa.

## الملخص:

تم تطوير العملية البيولوجية لتحضير الجسيمات النانوية (ZnO NPs) استخدام مستخلص أوراق النعناع البري المائي كعامل اختزالي ومتجدد وبيولوجي عامل ومثبت فعال بدون استخدام مواد كيميائية سامة. هذا النهج الأخضر يبدو أن التخليق الحيوي فعال من حيث التكلفة وبديل سهل للبدائل الفيزيائية التقليدية و الطرق الكيميائية لتوليف ZnO NPs قدمت ZnO NPs المعدة بشكل ممتاز النشاط التحفيزي لتحلل صبغة الميثيلين الزرقاء (MB) ، كانوا قادرين على التحلل صبغة MB مركزة مع إزالة اللون بنسبة تزيد عن 90٪ في 30 دقيقة فقط عند درجة حرارة الغرفة.

كلمات مفتاحية : أكسيد الزنك، الجسيمات النانوية، أوراق النعناع ، صبغة الميثيلين الزرقاء (MB)

### Résumé.

Un procédé biologique a été développé pour la préparation des nanoparticules de ZnO (ZnO NPs) employant l'extrait aqueux de feuilles de mentha spicata comme réducteur doux, renouvelable et biologique agent et stabilisant efficace sans utiliser de produits chimiques toxiques. Cette approche verte de la biosynthèse semble être une alternative rentable et facile à la physique conventionnelle et méthodes chimiques de synthèse des NP de ZnO. Les NP ZnO telles que préparées présentaient d'excellentes activité catalytique pour la dégradation du colorant bleu de méthylène (MB), ils ont pu dégrader colorant MB concentré avec plus de 90% de décoloration en seulement 30 min à température ambiante.

**Mots clés :** ZnO, nanoparticule, la biosynthèse, feuilles de mentha spicata. bleu de méthylène (MB).

### Abstract.

Biological process was developed for the preparation of the ZnO nanoparticles (ZnO NPs) employing mentha spicata aqueous leaf extract as a mild, renewable and biological reducing agent and efficient stabilizer without using toxic chemicals. This green approach of biosynthesis appears to be cost efficient and easy alternative to conventional physical and chemical methods of ZnO NPs synthesis. Theas prepared ZnO NPs presented excellent catalytic activity for the degradation of Methylene blue dye (MB), they were able to degrade concentrated MB dye with over 90% decolourisation in only 30 min at room temperature.

**Key words:** ZnO , nanoparticles, , biosynthesis, mentha spicata, Methylene blue dye (MB).