



République Algérienne Démocratique et Populaire
**MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE
LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**



Université de Constantine 3- Salah Bounider

Faculté de médecine

Département de pharmacie

**Mémoire de fin d'études En vue de l'obtention du diplôme Du
Docteur En Pharmacie**

THEME :

**Nanoparticules de l'oxyde de zinc : synthèse,
caractérisation et activité antioxydante**

Réalisé et présenté par :

- LAHMER malak
- MEDAKENE nada

Encadré par :

Dr. Hachouf Abdeldjalil

Membres du jury :

- Dr. Cherchar imane
- Dr. Hadid Nousseiba

Année Universitaire : 2023-2024

Table des matières

LISTE DES FIGURES :	iv
LISTE DES ANNEXES	vi
LISTE DES TABLEAUX	vii
LISTE DES ABREVIATIONS.....	viii
RESUME.....	xii
Introduction:	1
Chapitre I :Revue de littérature :	4
I.1 Nanoparticules d'oxyde de Zinc :	4
I.1.1 Structure du ZnO :	4
I.1.1.1 Structure Cristalline :	5
I.1.2 Propriétés:	6
I.1.2.1 Propriétés physiques :	6
I.1.2.1.1 Propriétés électriques et magnétiques :	6
I.1.2.1.2 Propriétés optiques :	6
I.1.2.1.3 Le pouvoir Zeta :	7
I.1.2.2 Propriétés chimiques:	8
I.1.2.2.1 L'amphotéricité du ZnO :	8
I.1.3 Application biomédicale des nanoparticules de ZnO :	9
I.1.3.1 Activité antibactérienne:	9
I.1.3.2 Activité antifongique :	10
I.1.3.3 Activité anticancéreuse :	10
I.1.3.4 Activité anti-inflammatoire :	11
I.1.3.5 Activité photocatalytique :	11
I.1.3.6 Système de livraison ciblée de médicaments :	12
I.1.3.7 Ingénierie tissulaire et médecine régénérative :	12
I.2 Méthodes de synthèse:	13
I.2.1 Procédé de formation des nanoparticules métalliques :	13
I.2.1.1 La réaction d'oxydo-réduction :	13
I.2.1.2 La nucléation :	13
I.2.1.3 La croissance :	14
I.2.1.4 L'agrégation :	14

I.2.2Méthode de BOTTOM-UP :	16
I.2.2.1La méthode hydro-thermale :	16
I.2.2.2Autres méthodes de synthèse bottom up :	18
I.2.3Méthode TOP-DOWN :	18
I.2.4Optimisation des paramètres de la méthode hydrothermale :	18
I.3 Caractérisation des zno NPS :	20
I.3.1Etude structurale et morphologique :	20
I.3.1.1Méthode de la diffraction des rayons X(XRD) :	20
I.3.1.2Scanning electronmicroscopy(SEM) :	21
I.3.1.3TransmissionElectronMicroscopy (TEM) :	21
I.3.2.Propriétés optiques et électroniques:	22
I.3.2.1Analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) :	22
I.3.2.2Ultraviolet/visible (UV/VIS) :	23
I.3.3Charge zéta:	24
I.4Méthodes d'évaluation de l'activité anti-oxydante :	25
I.4.1 Mécanisme d'action anti oxydante :	25
I.4.2Méthode DPPH(α,α -diphényl- β -picrylhydrazyle.) :	26
I.4.3FRAP (FerricReducingAntioxidant Power) :	28
ChapitreII :Matériel et méthode :	29
II.1Matériel :	29
II.1.1Verrerie :	29
II.1.2 Automates:	29
II.1.3 Réactifs :	29
II.2-Méthode :	30
II.2.1 Type d'étude :	30
II.2.2 Méthode de synthèse :	30
II.2.3Caractérisation des nps de ZnO :	31
II.2.3.1Spectroscopie Uv visible :	31
II.2.3.2 Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier « FTIR »:	32
II.2.4Activité anti-oxydante des NPS de ZnO :	32
II.2.4.1 Premier essai :	33
II.2.4.2 Deuxième essai :	33
ChapitreIII :Résultats et discussion :	34

III.1 Résultats :	34
III.1.1 Résultats de synthèse :.....	34
III.1.2Caractérisation des NPs d'oxyde de Zinc :	35
III.1.2.1Spectromètre d'absorption UV-visible :.....	35
III.1.2.2Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier :	38
III.1.3Activité antioxydante:	42
III.1.3.1Premier essai :	42
III.1.3.2Deuxième essai :.....	43
III.2Discussion:	46
III.3 Limites et perspectives :	50
Conclusion :	51

RESUME

TITRE : Nanoparticules d'oxyde de Zinc ,synthèse hydrothermale, caractérisation et évaluation de l'activité antioxydante

INTRODUCTION :

Les nanoparticules d'oxyde de zinc, grâce à leurs propriétés remarquables, sont devenues un sujet de recherche scientifique important dans divers domaines.

L'objectif de ce travail est la synthèse hydrothermale de nanoparticules d'oxyde de zinc, leur caractérisation par FTIR et UV-VIS puis évaluation de leur activité antioxydante par la méthode de DPPH.

MATERIELS ET METHODES :

Des nanoparticules d'oxyde de zinc ont été synthétisées par méthode hydrothermale en augmentant la température (100°C à 160°C). Le protocole repose sur la formation d'un complexe zinc-citrate à partir d'acétate de zinc, acide citrique titré par du NaOH (pH 10), suivi d'un traitement thermique en autoclave pendant 24 h. Les poudres obtenues ont été lavées par l'éthanol, séchées puis caractérisées par spectroscopie UV-Vis et FTIR. L'activité antioxydante a été évaluée par la méthode DPPH avec détermination de l'IC₅₀.

RESULTAT :

La synthèse hydrothermale a permis d'obtenir quatre poudres blanches homogènes à différentes températures (100, 120, 140 et 160°C). Les spectres UV-Vis ont révélé un pic à 265 nm pour l'échantillon à 100°C, et à 244 nm pour les autres, suggérant une variation de taille des nanoparticules selon la température.

L'analyse FTIR a montré des pics caractéristiques de la liaison Zn–O autour de 600 cm⁻¹, reflétant la présence de ZnO dans tous les échantillons. La région 800- 900 cm⁻¹, suggère la présence de liaisons oxyde métal .

Pour l'activité antioxydante des échantillons 1 ,2,3, et 4, on a eu pour la concentration 40 ug/ml des inhibitions de 5.66% ,28.81%, 24.58% et 39.83% respectivement, et pour la concentration de 20ug/ml c'était à 3.66% 2.03% 0.41% et 6.91% .La température la plus élevée a montré la meilleure activité antioxydante en raison de la petite taille de ses particules et la surface importante.

CONCLUSION :

La synthèse hydrothermale à différentes températures a abouti à la formation des nanoparticules de ZnO de petite taille et de surface spécifique. Leur pouvoir inhibiteur évalué par la méthode DPPH, a montré une activité antioxydante notable, surtout pour celles obtenues à température élevée. Cette efficacité ouvre des perspectives biomédicales prometteuses.

MOTS CLES : Nanoparticules d'oxyde de zinc, synthèse hydrothermale, caractérisation, , température de synthèse, activité antioxydante, méthode DPPH, complexe zinc-citrate, IC₅₀.

ABSTRACT :

TITLE: Zinc Oxide Nanoparticles: Hydrothermal Synthesis, Characterization, and Evaluation of Antioxidant Activity

INTRODUCTION:

Zinc oxide nanoparticles, due to their remarkable properties, have become a significant focus of scientific research in various fields.

The aim of this work is the hydrothermal synthesis of zinc oxide nanoparticles, their characterization using FTIR and UV-Vis spectroscopy, followed by the evaluation of their antioxidant activity using the DPPH method.

MATERIALS AND METHODS:

Zinc oxide nanoparticles were synthesized via the hydrothermal method at increasing temperatures (from 100°C to 160°C). The procedure is based on the formation of a zinc-citrate complex from zinc acetate and citric acid, titrated with NaOH to pH 10, followed by thermal treatment in an autoclave for 24 hours. The resulting powders were washed with ethanol, dried, and characterized by UV-Vis and FTIR spectroscopy. The antioxidant activity was evaluated by the DPPH method, with determination of the IC₅₀.

RESULTS:

The hydrothermal synthesis produced four homogeneous white powders at different temperatures (100, 120, 140, and 160°C). The UV-Vis spectra showed a peak at 265 nm for the sample synthesized at 100°C, and at 244 nm for the others, suggesting a variation in nanoparticle size depending on temperature.

FTIR analysis revealed characteristic peaks of the Zn–O bond around 600 cm⁻¹, confirming the presence of ZnO in all samples. The 800–900 cm⁻¹ region suggests the presence of metal-oxide bonds.

Regarding antioxidant activity at a concentration of 40 µg/mL, the inhibition percentages for samples 1, 2, 3, and 4 were 5.66%, 28.81%, 24.58%, and 39.83%, respectively. At 20 µg/mL, the values were 3.66%, 2.03%, 0.41%, and 6.91%. The highest temperature yielded the best antioxidant activity, attributed to smaller particle size and greater surface area.

CONCLUSION:

Hydrothermal synthesis at different temperatures resulted in the formation of small-sized ZnO nanoparticles with specific surface properties. Their inhibitory power, assessed using the DPPH method, demonstrated notable antioxidant activity, especially for those obtained at higher temperatures. This efficiency suggests promising biomedical applications.

KEYWORDS: Zinc oxide nanoparticles, hydrothermal synthesis, characterization, synthesis temperature, antioxidant activity, DPPH method, zinc-citrate complex, IC₅₀.

ملخص

العنوان: للأكسدة المضاد النشاط وتقييم التوصيف، المائي، الحراري التخليق: الزنك لأكسيد نانوية جسيمات

المقدمة:

المجالات من العديد في العلمي البحث في هامًا موضوعًا المميّزة، خصائصها بفضل النانوية، الزنك أكسيد جسيمات تُعد التحليل باستخدام وتوصيفها المائية، الحرارية الطريقة باستخدام النانوية الزنك أكسيد جسيمات تخليق إلى العمل هذا يهدف للأكسدة المضاد نشاطها تقييم ثم، (UV-Vis) المرئية-البنفسجية فوق والأشعة (FTIR) الحمراء تحت بالأشعة الطيفي DPPH طريقة باستخدام

والطرق المواد:

(160°C إلى 100°C) متزايدة حرارة درجات عند مائية حرارية بطريقة النانوية الزنك أكسيد جسيمات تخليق تم الصوديوم بهيدروكسيد ومعايرته الستريك، وحمض الزنك خلاص من السترات-الزنك معقد تكوين على البروتوكول ويعتمد المساحيق غسل تم ذلك، بعد 24 ساعة الأوتوكلاف داخل حرارية معالجة تليه، pH 10 إلى الوصول حتى (NaOH) باستخدام للأكسدة المضاد النشاط تقييم وتم. FTIR و UV-Vis تقنيات باستخدام وتوصيفها وتجفيفها، بالإيثانول، الناتجة IC₅₀ قيمة حساب مع DPPH طريقة

النتائج:

(100، مختلفة حرارة درجات عند متجانسة بيضاء مساحيق أربع على الحصول إلى المائي الحراري التخليق عملية أدت عند وذروة، 100°C عند للعينة نانومتر 265 عند ذروة وجود عن UV-Vis أطياف كشفت (120، 140، و 160°C). قفمًا FTIR تحاليل أظهرت. الحرارة درجة حسب الجسيمات حجم في اختلاف إلى يشير مما العينات، لباقي نانومتر 244 سم⁻¹ و 800 بين المنطقة وتشير. العينات جميع في ZnO وجود يعكس مما، سم⁻¹ 600 حول Zn-O لرابطة مميزة التثبيط نسب كانت فقد مل،/ميكرو غرام 40 تركيز عند للأكسدة المضاد للنشاط بالنسبة أما. معدني أكسيد روابط وجود إلى مل،/ميكرو غرام 20 تركيز وعند. 39.83%، 24.58%، 28.81%، 5.66%: التوالي على 4، 3، 2، 1 للعينات بسبب وذلك للأكسدة، مضاد نشاط أفضل حرارة درجة أعلى أظهرت. 6.91%، 0.41%، 2.03%، 3.66%: كانت. السطحية المساحة وزيادة الجسيمات حجم صغر

الخاتمة:

مساحة وذات الحجم صغيرة ZnO من نانوية جسيمات تكوين إلى مختلفة حرارة درجات عند المائي الحراري التخليق أدى مما المرتفعة، الحرارة درجات عند خاصة ملحوظة فعالية، DPPH بطريقة المُقيّم المثبط، نشاطها أظهر. نوعية سطحية. مستقبلاً حيوية طبية لتطبيقات واعدة آفاقًا يفتح

المفتاحية الكلمات:

طريقة للأكسدة، المضاد النشاط التخليق، حرارة درجة التوصيف، المائي، الحراري التخليق الزنك، لأكسيد نانوية جسيمات IC₅₀ السترات،-الزنك معقد، DPPH