

N° d'ordre :

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MOULOU D MAMMERI DE TIZI-OUZOU

FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DE CHIMIE



DOMAINE : SCIENCES DE LA MATIERE
FILIERE : CHIMIE

MEMOIRE DE MASTER

SPECIALITE : CHIMIE PHARMACEUTIQUE

THEME

**Synthèse et caractérisation physico-chimique de l'oxyde de zinc
à usage pharmaceutique**

Présenté par :

**DJAFRI
AMOKRANE**

**DIHIA
RACHIDA**

Soutenu publiquement, le 29 / 12 / 2020, devant le Jury composé de :

<i>M^r CHAOUCHI</i>	<i>AHCEN</i>	<i>Pr.</i>	<i>UMMTO</i>	<i>PRESIDENT</i>
<i>M^{me} AIT MEDJBER</i>	<i>FARIDA</i>	<i>M.C.B</i>	<i>UMMTO</i>	<i>ENCADREUR</i>
<i>M^{me} HOUARI</i>	<i>TAOUS</i>	<i>M.A.A</i>	<i>UMMTO</i>	<i>EXAMINATRICE</i>

Remerciements

Au nom de ce travail, nous tenons, tout d'abord à remercier **DIEU** le tout puissant de nous avoir donné le courage, la volonté et surtout la santé pour réaliser ce travail.

Nos vifs remerciements et notre profonde reconnaissance à notre promotrice Madame **Ait Medjber Farida**, maitre de conférences B, qui nous a soutenus, encadré et suivi tout au long de ce travail.

Nous la remercions encore pour ses nombreuses réflexions, conseils et orientation durant toute la période de réalisation de ce travail.

Un grand remerciement du fond de nos cœurs à Monsieur **Yefsah Said**, professeur à l'Université Mouloud Mammeri de Tizi Ouzou de nous avoir aidé beaucoup dans la réalisation de ce mémoire, pour ses conseils et sa disponibilité.

Nous adressons nous remerciements à Monsieur **Chaouchi AHCEN**, professeur à l'Université Mouloud Mammeri de Tizi Ouzou d'avoir accepté de présider le jury de notre soutenance.

A madame **Houari Taous**, maitre-assistant A à l'UMMTO, nous avons l'honneur de vous avoir parmi les membres de jury. Nous vous remercions infiniment.

Nous tenons à remercier Professeur **Mamou Merzouk**, de nous avoir accueillis dans son laboratoire.

Notre gratitude précieuse va également à Madame **Belkadi Sabah** et Madame **Iken Houria**, qui nous ont permis de travailler dans des bonnes conditions.

Nous remercions aussi toute l'équipe de laboratoire **LPCM** de l'UMMTO.

Nous n'oublions pas de présenter nos remerciements à tous les enseignants de la faculté des sciences, département de chimie et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de notre travail.



JE DÉDIE CE TRAVAIL À :

*Ma chère mère, elle m'a donnée la vie,
la tendresse et le courage pour réussir tout ce que je peux
lui offrir ne pourrait exprimer l'amour et la
reconnaissance que je porte pour elle.*

*Mon cher père, l'épaule solide, l'œil attentif
compréhensif aucune dédicace ne serait exprimer mes
sentiments, que Dieu te préserve et te garde pour nous.*

*Mon cher frère, Mohamed qui m'a encouragé
et aidé tout au long de mes études.*

Mes adorables sœurs, Lynda et Amina.

Mes grands-parents.

Ma très chère tante, Maghila.

Mes ami(e)s : Liena, Kamilia, Redouane.

Ma binôme Rachida.

Toute la promotion chimie pharmaceutique 2020.

DJHJA

Je dédie ce travail

À MES CHERS PARENTS

Aucune dédicace ne saurait exprimer mon respect, mon amour éternel et ma considération pour les sacrifices que vous avez consenti pour mon instruction et mon bien être.

Je vous remercie pour tout le soutien et l'amour que vous me portez depuis mon enfance et j'espère que votre bénédiction m'accompagne toujours.

Que ce modeste travail soit l'exaucement de vos vœux tant, le fruit de vos innombrables sacrifices, bien que je ne vous en acquitterai jamais assez.

Puisse Dieu, le Très Haut, vous accorder santé, bonheur et longue vie et faire en sorte que jamais je ne vous déçoive.

A MES CHERS FRERES

Salah et Sofiane

A Mes ADORABLE SOEUR S

Fatima et Nadia

À mon très cher mari Brahim

Avec tout mon amour je te remercie pour ton soutien inconditionnel, ta patience et ton encouragement tout au long de cette période.

À MES CHERS PETIT S NEVEUX ET NIECES

Kamil, Amine, Anaïs, Rayane, Fares, Imene et Ilyas.

A ma belle mère, mes belles sœurs, et mes beaux frères.

A Kissa et Kamilia.

A la mémoire de ma grand-mère.

J'aurai tant aimé que tu soies présente.

Que dieu ait ton âme dans sa sainte miséricorde.

A ma binôme Dihia

Avec qui j'ai partagé ce travail.

A ma copine Kenza

Avec qui j'ai passé des moments inoubliables depuis le primaire.

A mes copines de chambre wassila et Hadjila.

A Toute la promotion chimie pharmaceutique 2020.

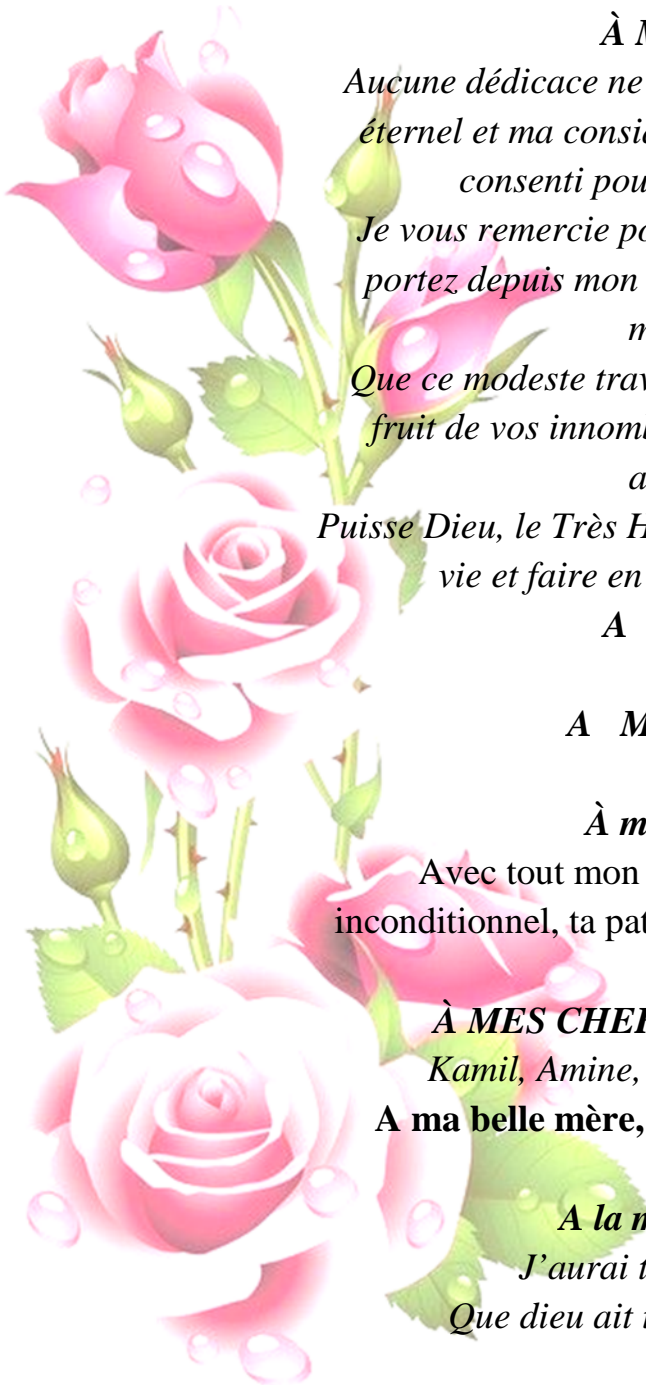


Table des matières

Symboles et abréviations	
Liste des Figures	
Liste des tableaux	
Introduction générale.....	1
Chapitre I : Synthèse bibliographique	
I-1 Oxydes métalliques	2
I-1-1 Définition	2
I-2 Notions préliminaires.....	2
I-2-1 Diagramme de Pourbaix	2
I-2-2 Porosité.....	3
➤ Porosité totale (absolue)	3
➤ Porosité effective.....	3
I-2-3 Colloïde.....	3
a- Coagulation.....	3
b- Flocculation	3
I-2-4 Granulométrie.....	4
I-3 Oxyde de zinc	4
I-3-1 Définition	4
I-3-2 Propriétés de ZnO	4
a- Propriétés physico-chimique.....	4
b- Structure cristalline.....	5
c- Propriétés optique	5
d- Propriétés de surface de l'oxyde de zinc.....	5
I-3-3 Application médicale de l'oxyde de zinc.....	6
I-3-4 Méthodes de synthèse.....	6
a- Synthèse par précipitation.....	6
b- Méthode sol-gel.....	7
c- Microémulsion.....	7
I-3-5 Méthodes de séchage.....	7

a-	Lyophilisation.....	7
b-	Séchage à l'étuve (séchage conventionnel).....	7
c-	Séchage sous vide	8
I-4	Exemple des médicaments	8

Chapitre II : Méthodes de synthèse et de caractérisation

II-1	Synthèse de ZnO par précipitation.....	9
II-1-1	Matériels et produits utilisés.....	9
a)	Produits chimiques utilisés.....	9
b)	Matériels utilisés.....	10
II-1-2	Protocole expérimental de la synthèse.....	10
a-	Préparation des solutions mères	10
+	Préparation de solution des chlorures de zinc.....	10
+	Préparation de la solution d'hydroxyde de Sodium.....	10
b-	Préparation des solutions filles.....	11
+	Préparation de la solution fille de ZnCl ₂	11
+	Préparation de la solution fille de NaOH.....	12
c-	Manipulations.....	12
II-1-3	Méthodes de séchage.....	13
a-	Séchage à l'étuve.....	13
+	Test de présence des chlorures.....	14
+	Test de solubilité	14
b-	Séchage Sous vide	14
II-2	Méthodes de caractérisations	16
a-	Mesures de densité.....	17
b-	Microscope optique.....	18
c-	Spectroscopie infrarouge.....	18
d-	Méthode BET (Braunuer- Emmett – Teller).....	19
e-	Diffraction de rayons X.....	20
II-3	Formulation d'une pommade à base d'oxyde de zinc à usage.....	21
II-3-1	Matières premières et matériels.....	21
II-3-2	Protocole expérimentale.....	21
II-3-3	Tests de contrôle.....	21

Chapitre II : Résultats et discussions

III-1	Mesure de densité.....	22
III-2	Analyse par microscope optique	22
III-3	Analyse par spectroscopie infrarouge	23
III-4	Analyse de BET.....	25
III-5	Analyse par DRX.....	27
III-6	Résultats des tests réalisés sur les pommades	28
	Conclusion générale.....	29
	Références bibliographiques	

Symboles et abréviations

BET : Braunuer- Emmett – Teller.

DRX : Diffraction des rayons X.

I.R : Spectroscopie infrarouge.

al : allongement.

déf : déformation.

V₁ : Volume de pycnomètre vide.

V_p : Volume de la poudre de ZnO.

m₁ : Masse de pycnomètre vide.

m₂ : Masse de pycnomètre et la poudre de ZnO.

m₃ : Masse de pycnomètre, de l'eau et la poudre de ZnO.

m_{éth} : Masse de l'éthanol.

ρ_{éth} : Masse volumique de l'éthanol.

v_{éth} : Volume de l'éthanol.

ρ_{éth} : Masse volumique de l'éthanol.

m_p : Masse de la poudre.

Δ_d : Différence de densité.

E : Erreur.

d_{exp} : Densité expérimental.

d_{théo} : Densité théorique.

Δ : Chauffage.

T : Température.

P : Pression.

Liste des figures

Figure I.1 : Diagramme de pourbaix pour le ZnO.....	2
Figure I.2 : Représentation des structures de ZnO (a)Rockslat, (b)blende, (c)hexagonale wurtzite...5	5
Figure I.3 : Courbe d'évaluation de température d'évaporation de l'eau en fonction de la pression...8	8
Figure I.4 : Médicaments à base d'oxyde de zinc.....8	8
Figure II. 1 : Hydroxyde de sodium.....9	9
Figure II. 2 : Chlorures de zinc.....9	9
Figure II. 3 : Protocole expérimental.....13	13
Figure II.4 : Etuve de séchage.....13	13
Figure II. 5 : Solution de $ZnCl_2 + (AgNO_3)$ et Solution de $ZnO + Ag(NO_3)$14	14
Figure II.6 : Pompe de séchage à vide.....15	15
Figure II.7 : Courbe de séchage de composé hydraté $Zn(OH)_2$ sous vide.....15	15
Figure II. 8 : Etapes de préparation de ZnO par précipitation.....16	16
Figure II.9 : Mesures de la densité.....17	17
Figure II.10 : Microscope optique de la faculté des Sciences à l'UMMTO.....18	18
Figure II.11 : Appareil de spectroscopie infrarouge.....19	19
Figure II.12 : Appareil de mesure de la surface spécifique de marque NOVA2000e.....20	20
Figure II.13 : Diffractomètre utilisé pour la diffraction des rayons X.....20	20
Figure III.1 : Observation microscopique des deux poudres22	22
Figure III.2 : Spectre infrarouge de l'oxyde de zincs obtenus par séchage à l'étuve.....23	23
Figure III.3 : Spectre infrarouge de l'oxyde de zincs obtenus par séchage sous vide.....24	24
Figure III.4 : Isotherme d'adsorption de l'azote sur l'oxyde de zinc séché à l'étuve.....25	25
Figure III.5 : Isotherme d'adsorption de l'azote sur l'oxyde de zinc séché sous vide.....26	26
Figure III.6 : Diffractogramme de RX de l'oxyde de zinc séché sous vide.....27	27
Figure III.7 : Pommade d'oxyde de zinc sous microscope optique.....28	28
Figure III.8 : Mesure de PH de la pommade d'oxyde de zinc.....28	28

Liste des tableaux

Tableau II.1 : Matériels utilisés.....	10
Tableau II.2 : Matériels nécessaires et composition en masse de pommade formulée.....	21
Tableau III.1 : Résultats de mesure de la densité.....	22
Tableau III.2 : Interprétation des principales bandes observées sur les spectres IR des deux échantillons d'oxyde de zinc.....	24
Tableau III.3 : Résultats de l'analyse par adsorption d'azote sur les poudres de l'oxyde de zinc...	26

Introduction générale

Au moment actuel beaucoup de domaines de l'industrie chimique sont basés sur les oxydes métalliques en raison de leur grande stabilité, excellente activité d'oxydation et de leur synthèse facile et rapide.

Les oxydes métalliques ont diverses applications en raison de leurs propriétés catalytiques, optique, électronique et magnétique parmi eux l'oxyde de zinc [3].

L'oxyde de zinc est l'un des principaux oxydes métalliques utilisés dans l'industrie pharmaceutique à cause de sa disponibilité à la surface terrestre, de sa non-toxicité et de ses propriétés physicochimiques et optiques très importantes [2].

Le ZnO se présente sous une structure hexagonale (Wurtzite), stable dans des conditions standards et comme un excellent émetteur de lumière dans l'ultra-violet grâce à sa grande valeur d'énergie [2].

Les poudres de l'oxyde de zinc ont attiré de nombreuses attentions dans les applications biomédicales avec de nombreux avantages.

L'objet de cette étude consiste, à synthétiser des poudres de l'oxyde de zinc par la méthode de précipitation à partir des solutions de chlorures de zinc et de l'hydroxyde de sodium, à des quantités équivalentes selon un mode opératoire bien déterminé et à caractériser les différents échantillons ainsi obtenus, ensuite les incorporés à la formulation d'une pommade à application dermique.

Ce mémoire est présenté de la manière suivante :

Après une introduction générale, une étude bibliographique fait l'objet du premier chapitre, les matériels et les produits utilisés ainsi que les méthodes de synthèse et de caractérisation sont résumés dans le deuxième chapitre, suivi du troisième chapitre qui rassemble les résultats obtenus et se termine par une conclusion générale.

Chapitre I

Synthèse bibliographique

Ce chapitre sera consacré à la description des propriétés de l'oxyde de zinc (ZnO), les différentes méthodes d'élaboration et les principaux domaines d'application seront également rapportés.

1- Oxydes métalliques :

Les oxydes métalliques sont des phases solides homogènes comportant plusieurs types de cations métalliques d'états d'oxydation différents. Les cations se combinent avec les ions oxydes O^{2-} pour donner des structures cristallographiques bien définies. Les méthodes de préparations, la nature chimique des cations ainsi que la composition chimique de ces oxydes sont d'une importance fondamentale.

1-1- Définition :

En générale l'oxyde métallique est un corps constitué de cation métalliques et d'anion d'oxygène ($M1_x M2_y O_z$), ou M est le symbole chimique de l'atome de métal considéré, O le symbole de l'atome d'oxygène, x, y et z des entiers naturelles [1].

Plus souvent, on peut obtenir les oxydes métalliques par action de l'oxygène ou de l'air, à température plus ou moins élevée sur le métal. Les oxydes métalliques sont des solides blancs, gris ou noirs, quelques fois colorés, ils sont en général stables, sauf ceux des métaux lourds ou des métaux précieux [2].

2- Notions préliminaires :

2-1- Diagramme de Pourbaix :

A partir des données thermodynamiques, Pourbaix a montré que le comportement d'un métal dans un système tel que l'eau à 25°C peut être prévu à l'aide du tracé des diagrammes potentiel-pH qui permettent de déterminer les domaines de stabilité des différentes espèces chimiques[3]. La figure 1 présente le diagramme de pourbaix pour l'oxyde de zinc :

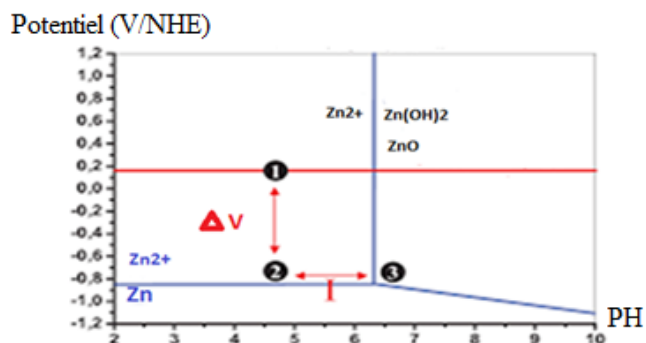


Figure I.1 : Diagramme de pourbaix pour le ZnO [4].

2-2- Porosité :

La porosité est la grandeur physique à partir de laquelle est évaluée la capacité d'un milieu poreux à contenir une certaine quantité de fluide. Elle se définit comme étant le rapport de volume des vides au volume apparent du milieu poreux (solide + fluide) [5]. On distingue deux types de porosité :

➤ Porosité totale (absolue) :

Quand le rapport du volume occupé par les pores au volume du milieu poreux prend en compte les pores fermés ; la porosité est définie comme étant totale ou absolue.

➤ Porosité effective :

Elle tient compte seulement des cavités interconnectées à travers lesquelles s'effectue l'écoulement des masses fluides [5].

2-3- Colloïde :

Le mot colloïde est issu du grec kola (colle, gomme) et eidos (apparence). Les colloïdes sont des particules qui décantent très lentement, ils sont à l'origine de la couleur et de la turbidité de l'eau. Ces particules sont caractérisées par deux points essentiels : d'une part, elles ont un diamètre très faible compris entre $1\mu\text{m}$ et 1nm , d'autre part, elles ont la particularité d'être chargées négativement engendrant des forces de répulsion inter colloïdales [6].

a- Coagulation :

La coagulation est le phénomène de déstabilisation des particules colloïdales, consistant la neutralisation de leurs charges électriques, par addition des réactifs chimiques appelés coagulants généralement des sels métalliques. Elle permet de supprimer les répulsions inter colloïdales ; les cations métalliques se lient aux colloïdes et les neutralisent, ce qui permet la rencontre de ces derniers [6].

b- Flocculation :

La flocculation est l'ensemble des phénomènes physico-chimiques menant à l'agrégation des particules stabilisées pour former des floccs. Ce phénomène est réversible ; en agitant fortement le liquide, on retrouve la solution de colloïdes initiale [7]. Les particules colloïdales s'agglomèrent lorsqu'elles entrent en contact après avoir été déstabilisées par le coagulant, c'est le phénomène de flocculation. L'agglomération des colloïdes est favorisée soit par flocculation péri cinétique définie

comme étant la différence de vitesse des particules appelée mouvement brownien soit par floculation ortho cinétique qui est une agitation mécanique de l'eau [6].

2-4- Granulométrie :

La granulométrie est une science qui a pour objet la mesure de la taille et de la forme des particules élémentaires qui constituent les ensembles de grains de différentes substances, telles que les farines, les poudres et les sables, d'après la définition d'AFNOR. Elle est définie par la répartition statistique des particules qui composent la poudre en fonction de leurs dimensions [8].

3- Oxyde de zinc :

Le ZnO est connu depuis l'antiquité et il a été utilisé sous forme de poudre par les alchimistes. Il est employé en médecine comme anti-inflammatoire. La première utilisation fut rapportée par Guyton de Morveau en 1782. Celui-ci insista sur la non-toxicité de l'oxyde de zinc et en préconisa sa substitution au blanc de plomb [9].

3-1- Définition :

L'oxyde de Zinc est un composé inorganique, de formule chimique ZnO. Il apparaît dans les conditions standards sous forme de poudre blanche, insoluble dans l'eau, largement utilisé comme additif dans de nombreux matériaux et produits biomédicaux [10].

3-2- Propriétés de ZnO :

a- Propriétés physico-chimique :

L'oxyde de zinc se présente sous forme d'une poudre blanche dont les caractéristiques physico chimiques sont les suivantes [11] :

- Masse molaire : $M=81,37g$.
- Température de fusion très élevée : $1975^{\circ}C$.
- Mode de réseau : hexagonal.
- Force de liaison chimique O-Zn : $66Kcal/mol$.
- Résistivité électrique : à $1073^{\circ}K$, $\rho=67\Omega.m$ et $1623^{\circ}K$ $\rho=1.2.10^{-2} \Omega.m$.
- Température de vaporisation : $1370^{\circ}C-1400^{\circ}C$.
- Pression de vapeur : à $1300^{\circ}C$, $200N/m^2$, à $1400^{\circ}C$, $400N/m^2$ et à $1500^{\circ}C$, $1387N/m^2$.
- Solubilité : ZnO n'est pas soluble dans l'eau.
- ZnO est obtenu après décomposition de $Zn(OH)_2$ à température de fusion de $125^{\circ}C$.
- Solubles dans l'acide chlorhydrique et forme $ZnCl_2$.

- Soluble dans l'acide acétique et forme l'acétate de zinc de formule $\text{Zn}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2$ [12].

b- Structure cristalline :

L'oxyde de zinc ZnO peut exister selon les conditions d'élaboration, sous trois types de structures différentes. La première est la structure Rock-Salt, qui apparaît sous des pressions très élevées, la seconde est la structure blende qui est instable et qui apparaît sous des pressions élevées, la troisième est la structure hexagonale stable dans les conditions normales.

L'oxyde de zinc cristallise selon la structure wurtzite la plus stable, dans laquelle les ions d'oxygène sont disposés suivant un réseau de type hexagonal compact, et où les atomes de zinc occupent la moitié des positions interstitielles tétraédriques ayant le même arrangement que les ions d'oxygène comme l'indique la figure I.2 [11].

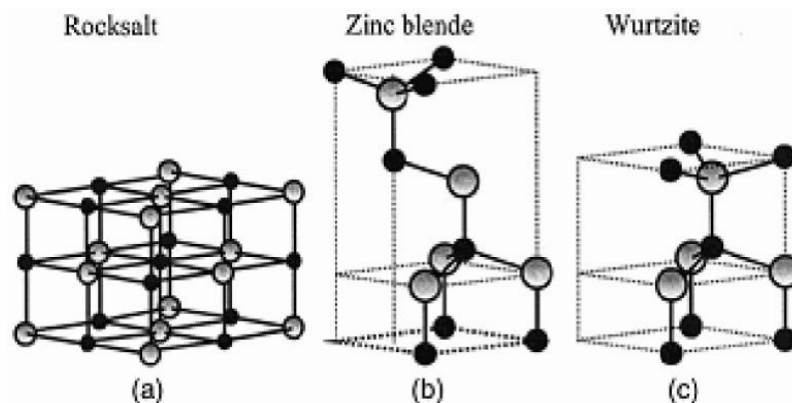


Figure I.2 : Représentation des structures de ZnO : (a) Rockslat, (b) blende, (c) hexagonale wurtzite [11].

c- Propriétés optique :

L'oxyde de Zinc est un matériau transparent dans le domaine du visible grâce à son large gap [13]. Les propriétés optiques de l'oxyde de zinc ont été étudiées par plusieurs techniques. Elles concernent l'étude de l'absorption optique, la transmission, la réflexion, la photoluminescence ou encore le gap optique. La transmission est maximale pour des longueurs d'onde entre 370 nm et 380 nm correspondantes à la gamme du visible [14]. Les traitements thermiques tels que les recuits thermiques ont un effet important sur les propriétés optiques de ZnO [13].

d- Propriétés de surface de l'oxyde de zinc :

A température ambiante, la présence de groupes hydroxyles à la surface d'un oxyde métallique joue un rôle important dans les processus d'adsorption se produisant à sa surface. On peut distinguer trois types de groupes hydroxyles adsorbés à la surface.

Premièrement, l'eau libre, qui peut être éliminée autour de 100°C. Ensuite, l'eau physisorbée à la surface par des liaisons hydrogènes, qui peut être éliminée entre 100 °C à 200 °C. Enfin, l'eau chimisorbée, qui est liée à la surface par des liaisons fortes, et qui peut être éliminée autour de 200°C [15].

3-3- Application médicale de l'oxyde de zinc :

L'oxyde de zinc a trouvé une utilisation dans un large domaine d'applications médicales et cosmétiques :

Il est idéal pour éviter le développement des bactéries sur les peaux sensibles, et un actif protecteur anti-UV très utile pour la réalisation de filtres et protections solaires, s'incorpore dans les crèmes de peau et plus particulièrement d'acné ou d'eczéma et utilisé comme ingrédient de base du maquillage [16].

Il est incorporé dans les produits diététiques des suppléments et des comprimés de vitamines, micronutriment essentiel pour le corps humain aussi utilisé, dans les rubans et les plâtres médicaux, certains dentifrices et dans les ciments dentaires [17].

3-4- Méthodes de synthèse :

a- Synthèse par précipitation :

Cette voie de synthèse a pour avantage d'être réalisée à température ambiante ou modérée (inférieure à 100°C) et elle est largement utilisée. Elle consiste à précipiter un sel métallique en milieu basique. Après dissolution du sel en milieu aqueux, l'incorporation de la base va précipiter les ions métallique M^{n+} pour former de l'hydroxyde de métal $M(OH)_n$ ou des précipités plus complexes en fonction du pH. Ce procédé permet d'obtenir des micro- ou des nanostructures possédant différentes morphologies telles que des sphères, des bâtonnets ou des structures plus complexes en fonction des conditions de synthèse [18].

Avantages par rapport aux autres techniques :

- Homogénéité du mélange des sels obtenu lors de la précipitation ;
- Haute pureté du produit ;
- Contrôle de la morphologie des produits ;
- Obtention d'une surface spécifique importante de produits ;
- Nécessitant pas de solvant organique ;
- Faible traitement thermique ;
- Faible coût.

b- Méthode sol-gel :

Le principe de ce procédé de synthèse est basé sur l'utilisation d'une succession de réactions d'hydrolyse-condensation, à température modérée autour de l'ambiante. Ces procédés sont très attractifs grâce à leurs nombreux avantages qui sont notamment leur facilité de mise en œuvre et leur capacité à produire aussi bien des poudres fines et pures que des couches minces dont la cristallinité et la porosité peuvent être contrôlées [19, 20].

c- Microémulsion :

La microémulsion inverse est l'une des voies prometteuses d'élaboration de matériaux nanocristallins. Des surfactants dissous dans des solvants organiques forment des agrégats sphéroïdaux appelés micelles inverses. En présence d'eau, les groupes polaires des molécules de surfactant s'organisent autour des gouttelettes d'eau dispersées dans une phase continue organique [21].

3-5- Méthodes de séchage :**a- Lyophilisation :**

La technique de lyophilisation fait appel à deux opérations qui jouent un rôle d'égale importance ; congélation et sublimation. La congélation a pour objet de préserver les propriétés et la fraîcheur du produit traité et d'éviter son altération chimique et bactériologique, entraînant la formation des cristaux de glace dont la sublimation communique au produit une structure poreuse qui facilite la réhydratation [22]. Cette technique permet d'obtenir des produits déshydratés avec des humidités résiduelles très basses [23].

b- Séchage à l'étuve (séchage conventionnel) :

C'est la technique la plus répandue, elle est basée sur l'apport d'air chaud qui assure la vaporisation du solvant [24], en précisant la consigne de température de l'étuve, le temps de séjour et la taille de l'échantillon testé. Le temps de séjour dans l'étuve doit être adapté au rapport surface / volume et la perte de poids est calculée par la différence de pesée avant et après séchage [25].

c- Séchage sous vide :

Le séchage sous vide fait partie des méthodes de séchage les plus efficaces et douces possibles pour les matériaux. Le but de ce processus est de sécher de manière délicate un produit de qualité saturé en eau ou solvant, sans endommager les matériaux à sécher [26].

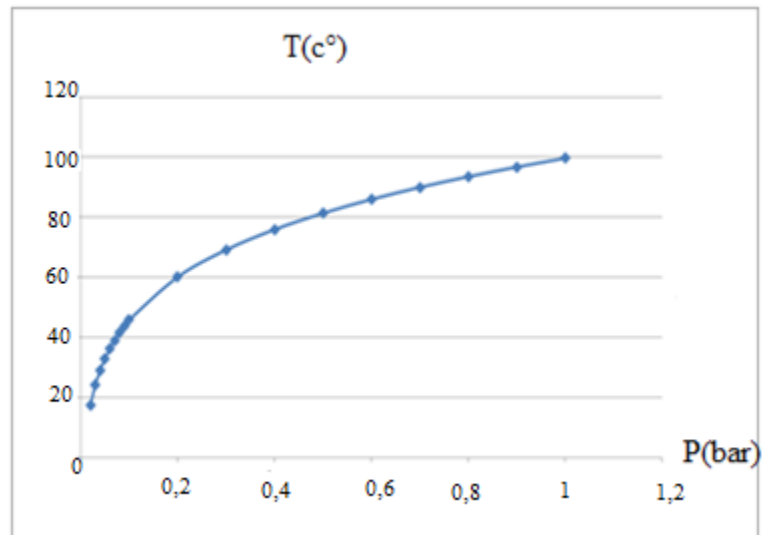


Figure I.3 : Courbe d'évaluation de température d'évaporation de l'eau en fonction de la pression.

4- Exemple des médicaments :

On donne quelques médicaments à base du principe actif oxyde de Zinc [27] :

Brulex : C'est une pommade qui permet le traitement des brûlures superficielles et peu étendues.

Oxyplastine : C'est une pommade indiquée pour toutes irritations de la peau.

Titanoreïne : C'est une Crème indiquée dans le traitement des douleurs, des brûlures et des prurits au cours des poussées hémorroïdaires.



Figure I.4 : Médicaments à base d'oxyde de zinc [27].

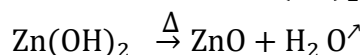
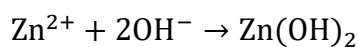
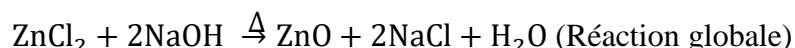
Chapitre II

Synthèse et caractérisation de ZnO

Dans ce chapitre, les différentes étapes suivies pour synthétiser et caractériser 20 grammes de poudre de l'oxyde de zinc seront présentées.

1- Synthèse de l'oxyde de zinc :

La poudre de l'oxyde de zinc (ZnO) a été synthétisée par voie chimique, par la méthode de précipitation, à partir de mélange des deux solutions des chlorures de zinc (ZnCl_2) et l'hydroxyde de sodium (NaOH) [18]. Qui repose sur les réactions suivantes :



1-1- Matériels et produits utilisés :

a) Produits chimiques utilisés :

- Hydroxyde de sodium (NaOH) ;
- Chlorures de zinc (ZnCl_2) ;
- Eau distillée ;
- Acide chlorhydrique(HCl) ;
- Ethanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) ;
- Nitrates d'argent ($\text{Ag}(\text{NO}_3)$).



Figure II. 1 : Hydroxyde de sodium.



Figure II.2 : Chlorures de zinc.

b) Matériels utilisés :

Pour la synthèse des poudres de ZnO nous avons utilisé la verrerie et les matériels illustrés sur le tableau II.1 :

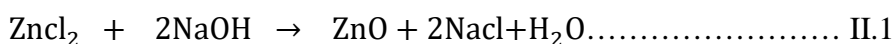
Tableau II.1 : matériels utilisés.

Verrerie	Appareille
Béchers	Etuve
Fioles jaugées (250ml)	Agitateurs magnétique
Verres de montre	PH mètre
Pipettes graduées (10ml, 25ml)	Buchner
Pissettes	Balance analytique
Tubes à essais	Balance électronique
Pycnomètre	Pompe à vide

1-2- Protocole expérimental de la synthèse :

a- Préparation des solutions mères :

✚ Préparation de solution des chlorures de zinc



$$136,4\text{g/mol} \qquad \qquad \qquad 81,4\text{g/mol}$$

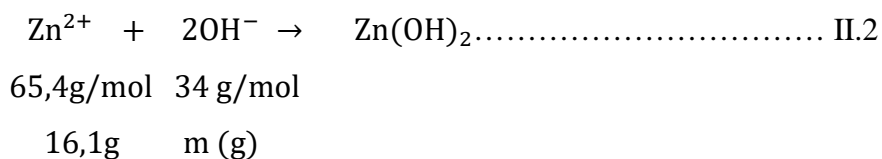
$$m \qquad \qquad \qquad m = 20\text{g}$$

$$\implies \boxed{m(\text{ZnCl}_2) = 33,5\text{g}}$$

- ❖ Peser une masse de 33,54g de ZnCl_2 (séché au préalable à 30 C° pendant une heure).
- ❖ Verser la poudre de ZnCl_2 dans un bécher.
- ❖ Ajouter un peu d'eau distillé pour le dissoudre (il y' a eu dégagement de chaleur alors la réaction est exothermique).
- ❖ Verser la solution dans une fiole de 250 ml.
- ❖ Ajouter de l'eau distillé jusqu'au trait de jauge.
- ❖ La solution obtenue est de concentration de 0,96M.

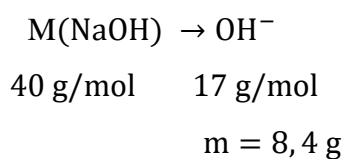
✚ Préparation de la solution d'hydroxyde de Sodium :

- La masse de OH^- : Un équivalent de Zn^{2+} va réagir avec deux équivalents de OH^- selon la réaction suivante :



$$m(\text{OH}^-) = 8,4\text{g}$$

- La masse de NaOH : Une mole de NaOH libère une mole de OH^- , selon :



$$m(\text{NaOH}) = 19,8\text{g}$$

- ❖ Peser 19,81g des cristaux de NaOH (séché au préalable à 30C° pendant une heure).
- ❖ Verser les cristaux dans un bécher.
- ❖ Ajouter l'eau distillée pour les dissoudre (réaction exothermique).
- ❖ Verser la solution dans une fiole jaugée de 250 ml.
- ❖ Ajouter de l'eau distillée jusqu'au trait jauge.
- ❖ La concentration de la solution obtenue est de 2M.

b- Préparation des solutions filles :

250 ml des solutions filles à 0,1M ont été préparés par dilution des solutions mères :

Préparation de la solution fille de ZnCl_2 :

Pour calculer le volume à prélever de la solution mère de ZnCl_2 nous avons utilisé la méthode de calcul suivante :

$$C_1 V_1 = C_2 V_2$$

$$V_1(\text{ZnCl}_2) = \frac{C_2 V_2}{C_1} = \frac{0,1 \cdot 250}{0,96}$$

$$V_1(\text{ZnCl}_2) = 26\text{ml.}$$

Avec :

V_1 : Volume prélevé de la solution mère.

V_2 : Volume de solution fille.

C_1 : Concentration de solution mère.

C_2 : Concentration de solution fille.

✚ Préparation de la solution fille de NaOH :

Pour calculer le volume à prélever de la solution mère de $ZnCl_2$ nous avons utilisé la méthode de calcul suivante :

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$$

$$V_1(\text{NaOH}) = \frac{C_2 V_2}{C_1} = \frac{0,1.250}{2}$$

$$V_1(\text{NaOH}) = 25\text{ml}$$

Avec :

V_1 : Volume prélevé de la solution mère de NaOH.

V_2 : Volume de solution la fille de NaOH.

C_1 : Concentration de la solution mère.

C_2 : Concentration de la solution fille.

c- Manipulations :

- ❖ Après mélange instantané des deux solutions de chlorure de zinc ($ZnCl_2$) et d'hydroxyde de sodium (NaOH), dans un bécher sous agitation magnétique pendant deux heures (2h) et sous le contrôle de PH [5 - 7], un nuage blanc est obtenu.
- ❖ Le mélange obtenu est placé dans un bain de glace afin de séparer le précipité de la solution, filtré et lavé plusieurs fois avec de l'eau distillée puis avec l'éthanol.
- ❖ Le précipité blanc de formule $Zn(OH)_2$ est ensuite séché suivant deux méthodes différentes pour obtenir finalement la poudre blanche de ZnO .

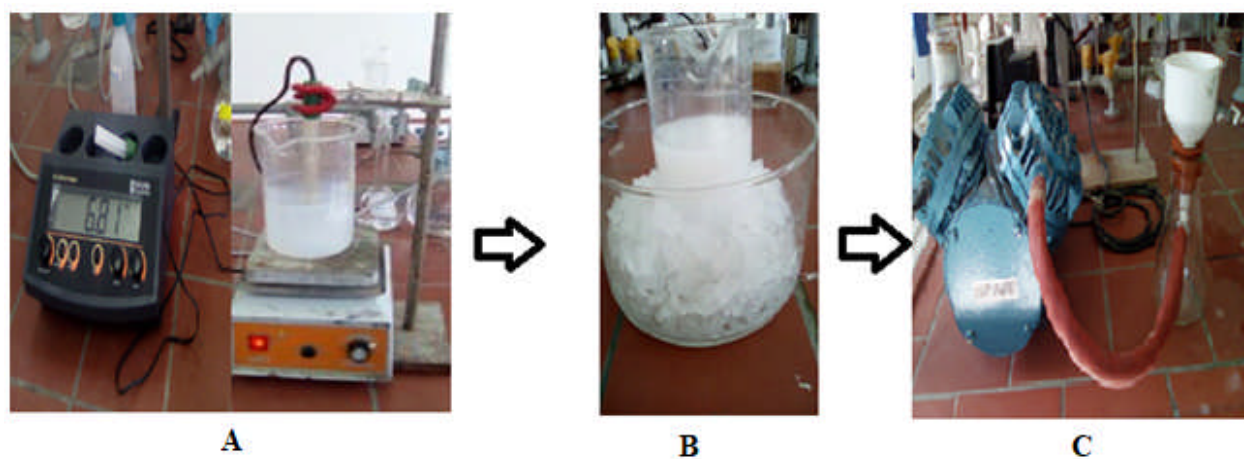


Figure II. 3 : Protocole expérimental

A : Agitation magnétique sous contrôle de PH.

B : Séparation de phase.

C : Filtration.

Les grands paramètres du protocole sont :

- La température ambiante (25°C).
- Le contrôle du pH.
- Le temps d'agitation.

1-3- Méthodes de séchage :

a- Séchage à l'étuve :

Le précipité obtenu a été séché dans l'étuve à 125°C pendant 2h, jusqu'à masse constante.



Figure II.4 : Etuve de séchage

✚ Test de présence des chlorures

- ❖ Mettre un peu de poudres ZnO et ZnCl₂ dans deux tubes à essai.
- ❖ Ajouter l'eau distillée.
- ❖ Ajouter quelques gouttes de la solution de Ag(NO₃) 0,1M.
- ❖ Agiter les deux solutions.

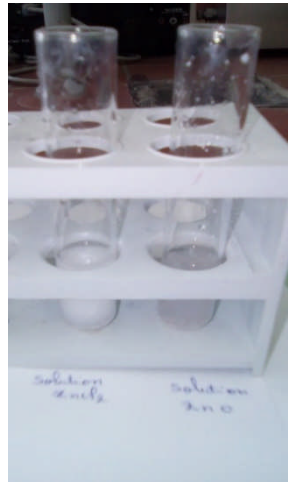


Figure II. 5 : Solution de ZnCl₂ + (AgNO₃) et Solution de ZnO + Ag(NO₃) .

- Pas de changement de couleurs pour ZnO.
- Apparition d'un précipité blanc qui devient gris à l'abri de la lumière pour ZnCl₂.

Ce qui indique l'absence des chlorures le tube de ZnO.

✚ Test de solubilité :

- ❖ Mettre un peu de poudre de ZnO dans un bécher et ajouter l'eau distillée.
 - ❖ Mettre un peu de poudre de ZnO dans un tube à essai et ajouter de l'éthanol.
- Les deux échantillons restent insolubles dans l'eau distillée et aussi dans l'éthanol comme la littérature l'indique [11].

b- Séchage Sous vide :

Le produit hydraté de $\text{Zn}(\text{OH})_2$ a été séché à l'aide d'une pompe à vide afin d'éliminer l'eau de composition et obtenir ainsi l'oxyde de zinc.



Figure II.6 : Pompe de séchage sous vide

➤ Courbe de séchage :

Pour mesurer la différence de masse des composés hydratés et composés séchés, on trace une courbe des masses pesées avant et après séchage d'environ 4h en fonction du temps. Comme est représentée sur la figure II.7 :

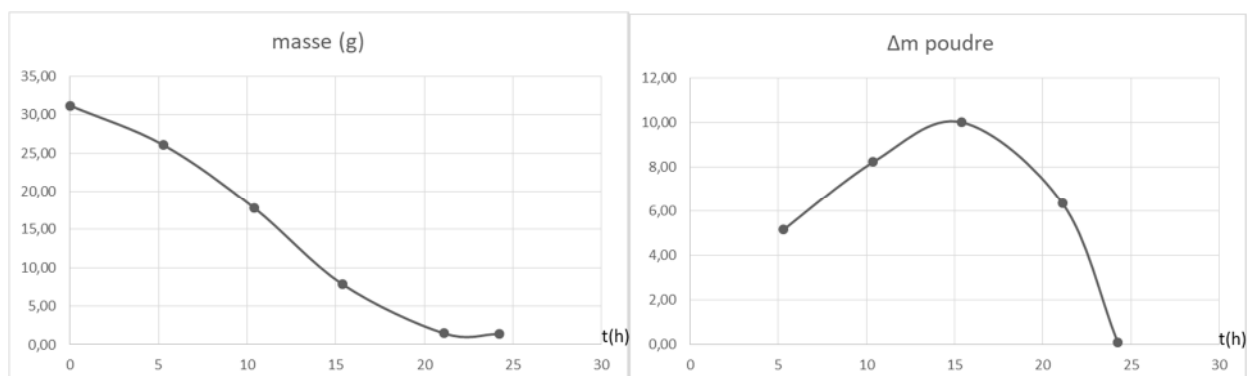


Figure II.7 : Courbe de séchage de composé hydraté $\text{Zn}(\text{OH})_2$ sous vide

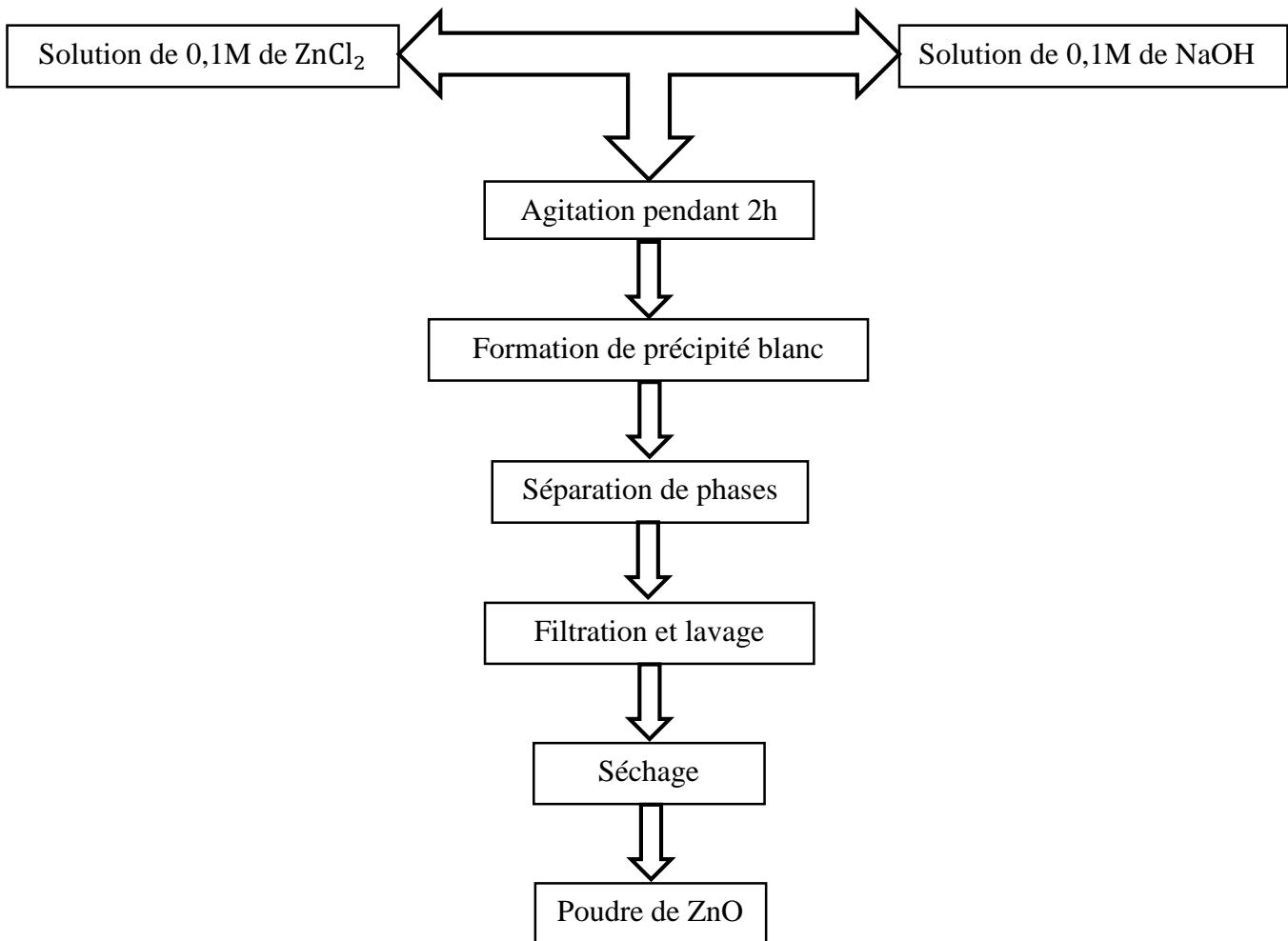


Figure II. 8 : Etapes de préparation de ZnO par précipitation.

2- Méthodes de caractérisations :

Après le procédé de synthèse, des caractérisations approfondies sont nécessaires.

Dans le cadre de notre étude, plusieurs techniques ont été utilisées pour l'analyse des poudres de ZnO, Ces différentes techniques expérimentales sont :

- Mesure de densité
- La microscopie optique.
- La spectroscopie infrarouge.
- L'analyse de BET.
- La diffraction des rayons X (DRX).

a- Mesures de densité :

La densité d'un corps est le rapport entre sa masse volumique et la masse volumique d'un corps pris comme référence (l'eau) dans des conditions de pression et de température préalablement définies. La densité théorique de l'oxyde de zinc est de 5,7 [18]. La figure II.9 représente les étapes de mesure de la densité :



Figure II.9 : Mesure de la densité

Calcul expérimental :

- Pour l'échantillon de l'oxyde de zinc obtenu après séchage :

$$d_{\text{corps}} = \frac{\rho_{\text{corps}}}{\rho_{\text{référence}}}$$

- La masse de la poudre : Soit m_1 la masse du pycnomètre vide et v_1 son volume ;

$$m_1 + m_p = m_2$$

$$m_p = m_2 - m_1$$

- La masse de l'éthanol :

La masse volumique de l'éthanol utilisé est $0,79 \text{ g/cm}^3$

$$m_2 + m_{\text{eth}} = m_3$$

$$m_{\text{eth}} = m_3 - m_2$$

- Le volume de l'éthanol :

On sait que : $\rho_{\text{eth}} = \frac{m_{\text{eth}}}{v_{\text{eth}}}$

Alors : $v_{\text{eth}} = \frac{m_{\text{eth}}}{\rho_{\text{eth}}}$

- Le volume de la poudre : $V_p = V_1 - V_{eth}$
- Calcule d'erreur pour les valeurs de densité :

$$E = \Delta d * 100$$

b- Microscope optique :

Le microscope le plus simple est le microscope optique ; il est constitué d'une lentille et un oculaire permettant d'accéder à l'information morphologique [9]. C'est un instrument optique qui donne une image agrandie d'un objet en général transparent. Il est constitué d'un banc optique dont une partie se trouve devant l'objet : l'éclairage et l'autre partie derrière l'objet pour l'observation [28].



Figure II.10 : Microscope optique de la faculté de médecine UMMTO.

c- Spectroscopie infrarouge :

La spectroscopie infrarouge est un moyen de diagnostic qui permet de déterminer la nature des liaisons chimiques présentes dans une molécule ainsi, la spectroscopie infrarouge est un moyen de caractérisation pour identifier des groupements moléculaires et obtenir de nombreuses informations microscopiques sur leur conformation et leurs éventuelles interactions [29].



Figure II.11 : Appareil de spectroscopie infrarouge de laboratoire de chimie appliquée et génie chimique de l'UMMTO.

d- Méthode BET (Braunuer- Emmett – Teller) :

La méthode BET apporte une correction aux isothermes de Langmuir en tenant compte de l'adsorption multicouche mais elle possède tout de même quelques limites. D'une part, le modèle suppose qu'il n'y a pas d'interactions entre molécules adsorbées pour une même couche et que la surface du solide est homogène. D'autre part, l'équation BET n'est valable que dans un certain domaine de pression (typiquement pour des pressions relatives P/P_0) avant la condensation capillaire) [30].

Cette méthode considère les molécules adsorbées sur la première couche comme des sites d'adsorption pour la couche suivante [31].

▪ Surface spécifique :

La surface spécifique est une donnée importante pour caractériser les solides finement divisés et elle a des répercussions directes sur la capacité d'adsorption des solides. Elle est évaluée dans le cadre de la BET et valable uniquement dans le domaine de pressions relatives : $0.05 \leq P/P_0 \leq 0.35$, où l'on obtient une tendance linéaire [32].

Plus la surface spécifique d'un corps est grande, plus sa capacité d'adsorption est importante [33].

La surface spécifique d'une poudre est le rapport de sa masse par unité de surface (g/m^2) .

la surface spécifique, la taille et le volume des pores constituent des paramètres importants pour l'étude et caractérisation des poudres, la connaissance de ces paramètres nous a permis d'évaluer les changement structuraux des échantillons d'oxyde de zinc obtenus après séchage à l'étuve et sous vide.

La surface spécifique de notre poudre est donnée par la méthode de BET. Cette technique consiste à déterminer l'isotherme d'adsorption de l'azote gazeux à une température voisine de son point d'ébullition (-195°C). Ces mesures d'adsorption nécessitent une surface bien dégazée pour que les surfaces soient accessibles aux molécules d'azote. Les échantillons sont soumis au préalable à une désorption sous flux d'azote, à une température égale à 180°C pendant 3 heures. Toutes les mesures obtenues sont déterminées à une température de l'azote liquide (-195°C).

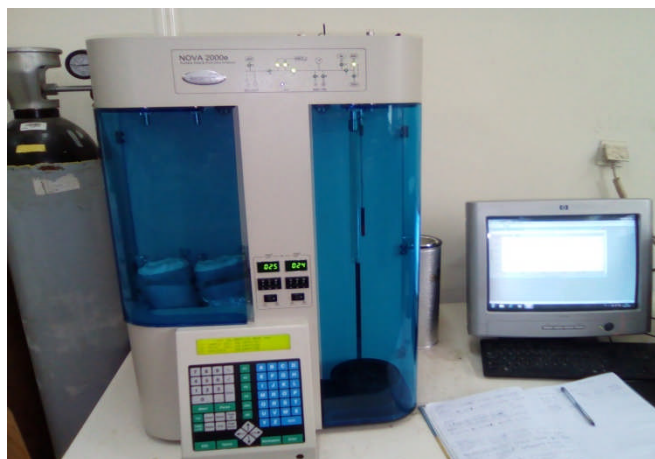


Figure II.12 : Appareil de mesure de la surface spécifique de marque NOVA 2000^ode LPCM de l'UMMTO.

e- Diffraction des rayons X :

La diffraction des rayons X permet d'avoir des informations sur les directions de croissance cristallographique des couches de ZnO [11]. Cette méthode est utilisée pour identifier la nature et la structure des matériaux cristallisés, elle permet également de confirmer l'état amorphe des matériaux non cristallins. Pour les matériaux présentant les caractéristiques de l'état cristallin ; un arrangement ordonné et périodique des atomes qui les constituent [12].



Figure II.13 : Diffractomètre utilisé pour la diffraction des rayons X de CRD(Sonatrach – Boumerdes).

3- Formulation d'une pommade à base de l'oxyde de zinc à usage dermatologique :

Les pommades sont des préparations semi-solides pour application cutanée. Elles se composent d'un excipient monophasé dans lequel peuvent être dispersés un ou plusieurs substances actives. Selon la nature de l'excipient, la préparation peut avoir des propriétés hydrophiles ou hydrophobes [34].

3-1- Matières premières et matériels :

Tableaux II.2 : Matériels nécessaires et composition en masse de pommade formulée.

Matériels	Matières premières	Masses (g)
Becher	Oxyde de zinc (principe actif)	5
Mortier et pilon	Huile de vaseline (excipient)	5
Balance électronique	Vaseline	40
Microscope optique		
PH-mètre		

3-2- Protocole expérimentale :

- ❖ Triturer soigneusement la poudre d'oxyde de zinc avec l'huile de vaseline jusqu'à disparition des grains de l'oxyde de zinc.
- ❖ Ajouter la vaseline blanche petit à petit et triturer jusqu'à obtention d'un mélange homogène [35].

3-3- Testes de contrôles :

a- Examen macroscopique :

Apprécier les caractères organoleptiques ; couleur, odeur, homogénéité.

Etaler 0,2g environ de la pommade sur une surface colorée, regarder s'il y a des agrégats blancs visibles à l'œil nu.

b- Examen microscopique :

L'examen microscopique permet d'apprécier la bonne adhésion des excipients et extraits à l'intérieur de la pommade formulée. En effet, la répartition granulométrique doit être la plus homogène possible [35].

c- Mesure du pH :

Le pH a été déterminé en mesurant celui d'une dilution de 1g de la pommade, dans 10ml de l'eau distillée chaude [36].

Chapitre III

Résultats et discussion

Ce chapitre sera consacré pour les résultats obtenus ainsi que leur interprétation.

1- Mesure de densité :

Tableau III.1 : Résultats de mesures de la densité.

Echantillon / Densité	Séché à l'étuve	Séché sous vide
d_{exp}	5,3	5,46
$d_{théo}$	5,7	5,7
$\Delta d\%$	40	24

- La densité de l'échantillon séché sous vide est plus proche de la densité théorique.
- La densité de l'échantillon séché à l'étuve est inférieure à celle de l'échantillon séché sous vide cette, différence de densité peut être dû à la granulométrie plus fine de l'échantillon séché sous vide.

2- Analyse par microscope optique :

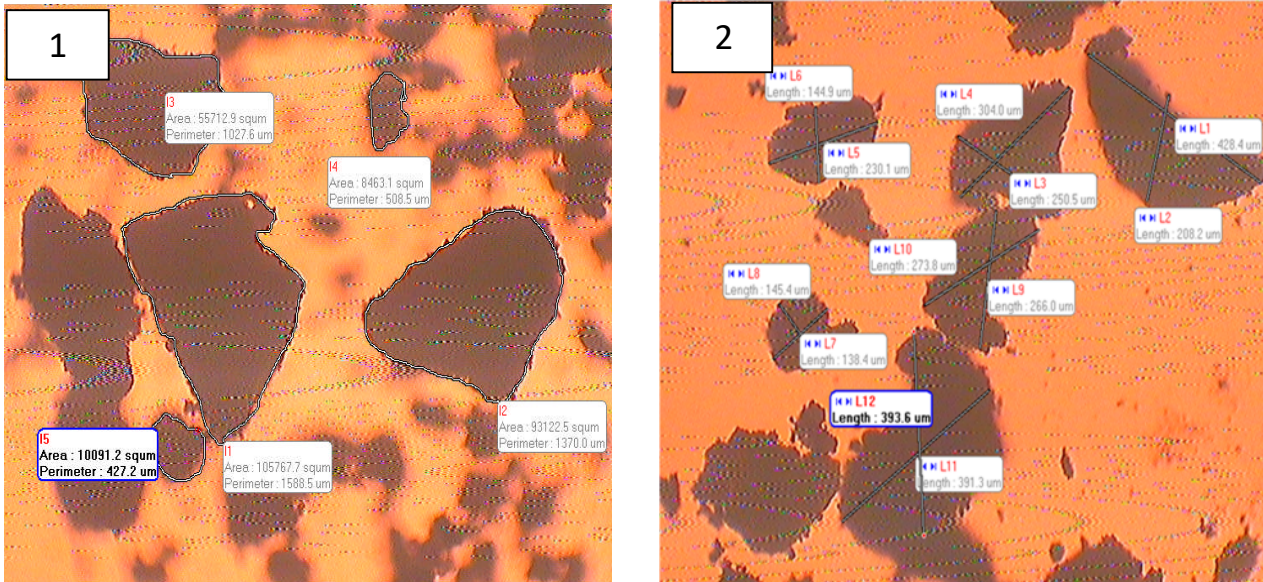


Figure III.1 : Observation microscopique des deux poudres (grossissement de l'objectif $\times 10$)

- 1 → Echantillon séché à l'étuve.
- 2 → Echantillon séché sous vide.

Les deux figures montrent que la répartition des particules des deux poudres est non homogène. En effet, une différence de taille et de la forme des particules est observée dans les deux poudres.

3- Analyse par spectroscopie infrarouge :

Les résultats d'analyse IR nous renseignent sur les principaux groupements chimiques pouvant exister dans nos échantillons.

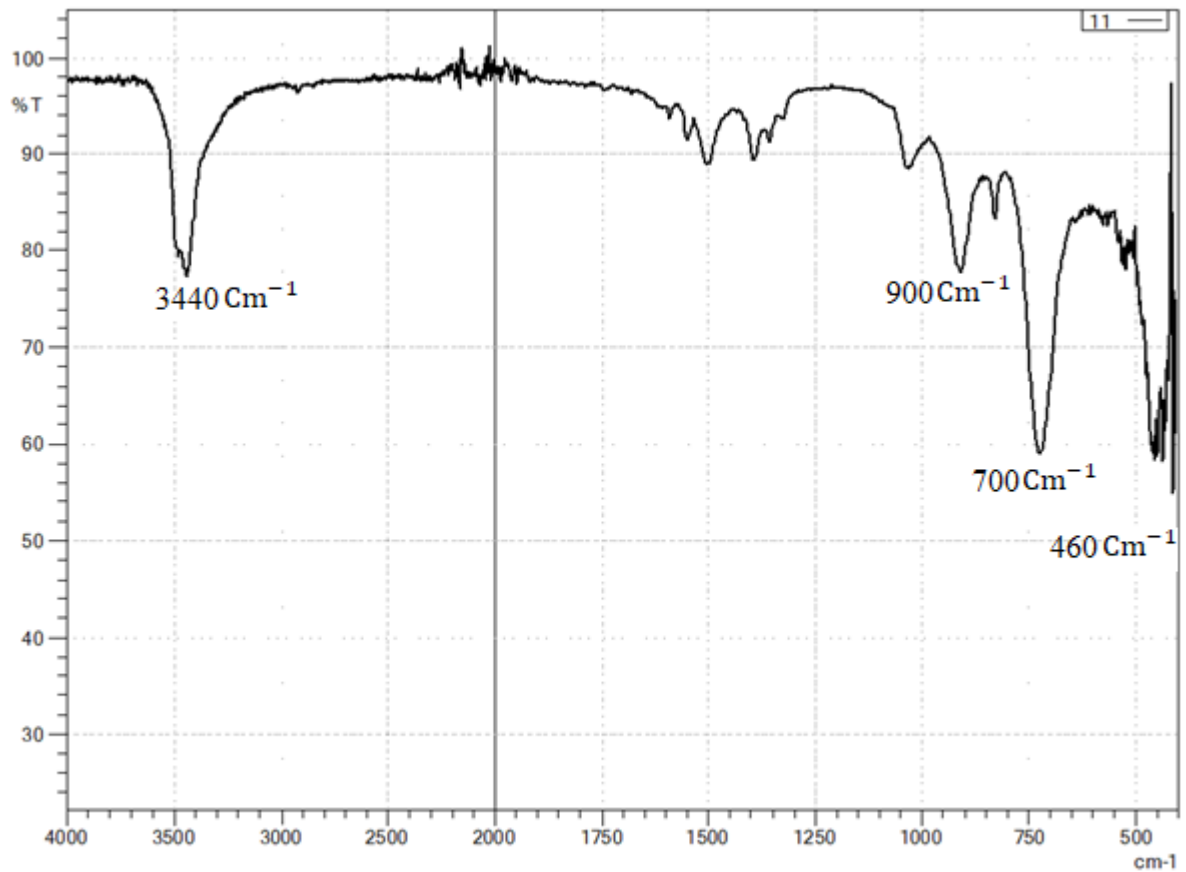


Figure III.2 : Spectre infrarouge de l'oxyde de zinc obtenu par séchage à l'étuve.

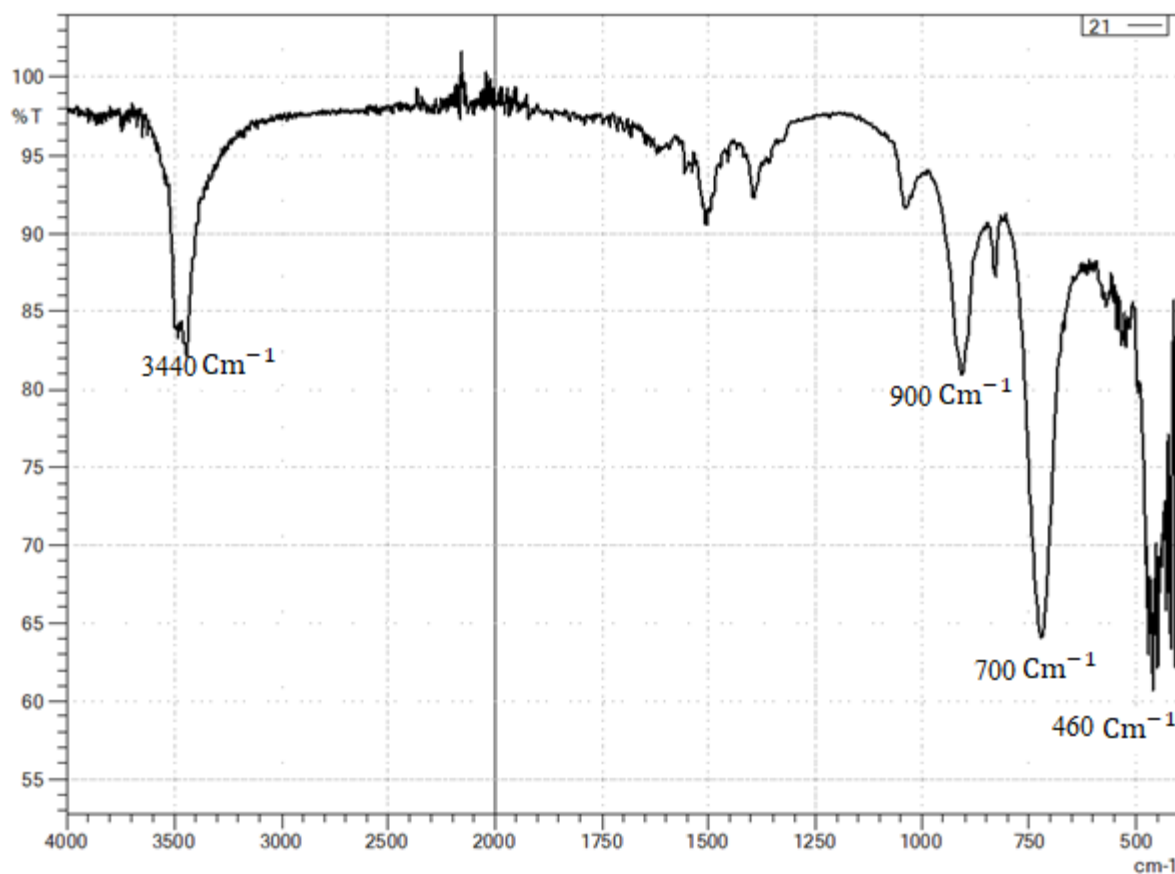


Figure III.3 : Spectre infrarouge de l'oxyde de zinc obtenu par séchage sous vide.

Les principales bandes observées sur les spectres IR de nos échantillons sont représentés dans le tableau ci-dessous :

Tableau III.2 : Interprétation des principales bandes observées sur les spectres IR des deux échantillons d'oxyde de zinc.

Echantillon	Bande cm^{-1}	Intensité	Attribution
Echantillon séché à l'étuve	3440	Moyenne	al. O-H
	900	Faible	déf.O-H
	700	Moyenne	liaison Zn-O
	460	Large	liaison Zn-O
Echantillon séché sous vide	3440	Moyenne	al. O-H
	900	Moyenne	déf.O-H
	700	Intense	liaison Zn-O
	460	Large et intense	liaison Zn-O

Les deux spectres I.R indiquent la formation de ZnO par la méthode de précipitation.

La liaison Zn-O est dans l'intervalle de $[400 \text{ à } 700\text{Cm}^{-1}]$ [37], cela signifie que les pics 460Cm^{-1} et 700Cm^{-1} représentent clairement la liaison ZnO. La bande à 900Cm^{-1} attribuée à la vibration de déformation de la liaison O-H. La liaison la plus enfoncée est localisée au nombre d'onde égale à 3440Cm^{-1} attribuée à la liaison O-H relative à la présence de l'eau libre (humidité), cette bande est le résultat des conditions expérimentales.

Le séchage n'a pas d'incidence sur les propriétés des liaisons O-H et Zn-O, contrairement à leurs intensités.

4- Analyse de BET :

Les isothermes d'adsorption/désorption de l'azote sur les deux échantillons sont présentées sur les deux figures ci-dessous :

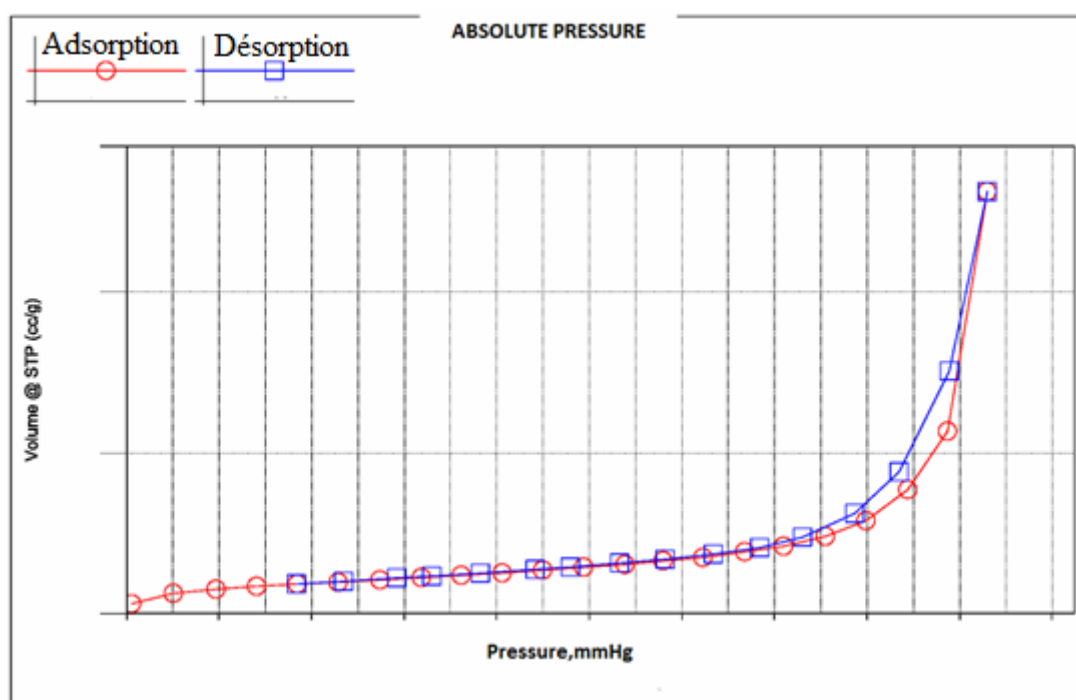
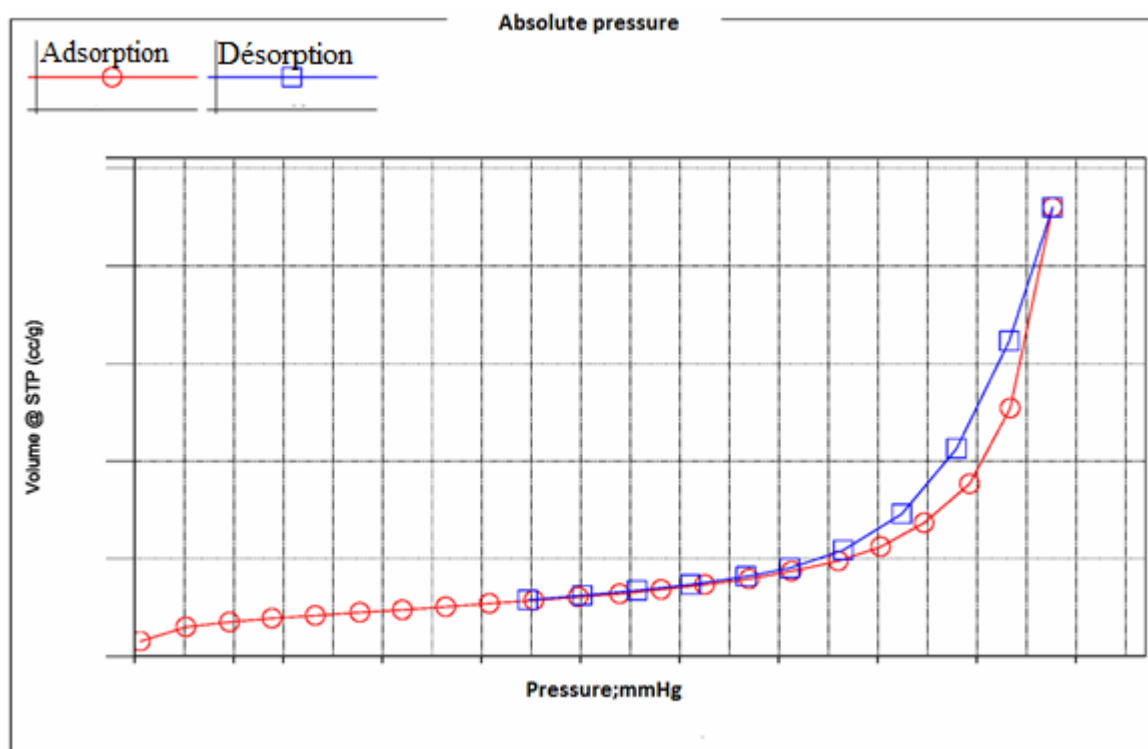


Figure III.4 : isotherme d'adsorption de l'azote sur l'oxyde de zinc séché à l'étuve.



5- Analyse par DRX :

Diffractionogramme RX de l'échantillon séché sous vide est présenté sur la figure ci-dessous :

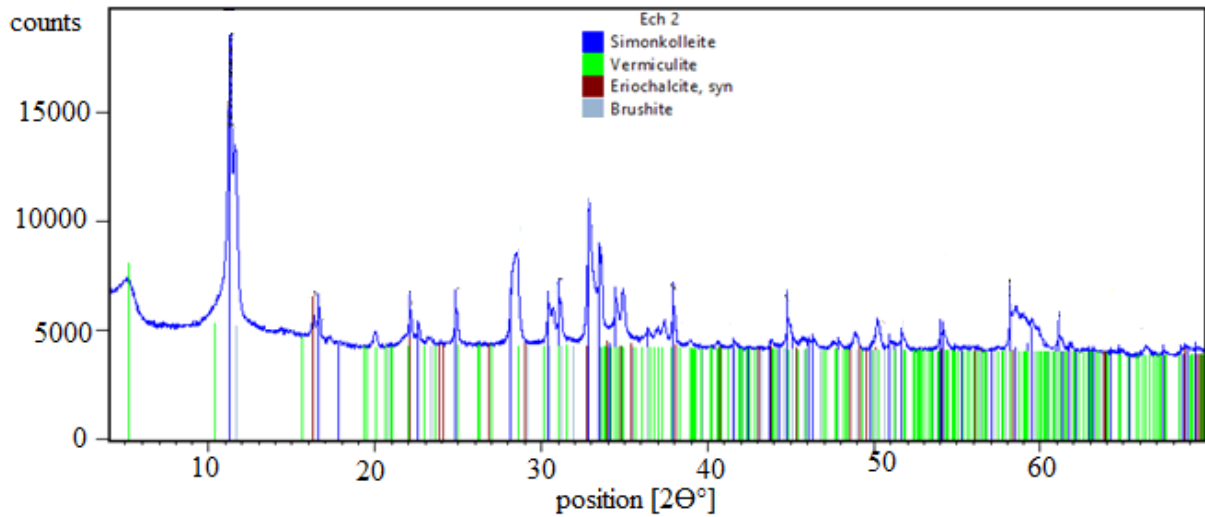


Figure III.6 : Diffractionogramme de RX de l'oxyde de zinc séché sous vide.

Le diffractionogramme obtenu a montré la présence des raies principales de la structure cristalline blende de la poudre ZnO.

6- Résultats des tests réalisés sur la pommade :

a- Examen macroscopique :

-Apparition de petits agrégats blanc sur la surface colorée ; cela est dû à la trituration manuel.

- Les caractères organoleptiques :

- ✚ couleur : blanche.
- ✚ Odeur : sans odeur.
- ✚ Homogénéité : à l'œil nu cette pommade est homogène.

b- Examen microscopique :

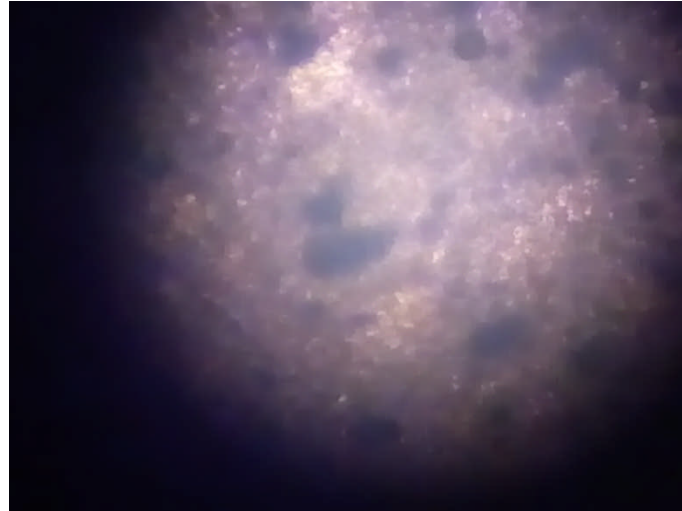


Figure III.7 : Pommade d'oxyde de zinc sous microscope optique (grossissement de l'objectif $\times 40$).

La figure montre que la répartition des particules de poudre dans la pommade est non homogène, Les particules sont rassemblées sous forme de petits agrégats dus à une préparation manuelle du mélange ZnO - huile.

c- Test de mesure de PH :

La valeur du PH de cette pommade est 5,8, Cette valeur se situe dans l'intervalle de PH recommandé pour les pommades dermiques (4,2-5,8) [36].



FigureIII.8 : Mesure de PH de la pommade d'oxyde de zinc.

Conclusion générale

L'objectif de ce travail est l'élaboration et la caractérisation de la poudre de l'oxyde de zinc (ZnO) utilisée dans l'application pharmaceutique.

Les échantillons ont été élaborés par la méthode chimique par précipitation ; une méthode simple, non couteuse et facile à mettre en œuvre. Le séchage du précipité obtenu est effectué par deux méthodes différentes ; séchage à l'étuve et séchage sous vide.

La poudre obtenue a été analysée par différentes techniques telles que la mesure de densité, l'observation par microscope optique, spectroscopie infrarouge(IR), méthode Braunuer- Emmett – Teller (BET) et la diffraction aux rayons X(DRX).

La poudre synthétisée et caractérisée a été introduite dans la formulation d'une pommade qui a subit des tests macroscopiques et microscopiques ainsi que la mesure du PH.

Pour cela, les principaux résultats sont les suivants :

- La valeur de la densité de l'échantillon séché sous vide ($d_{\text{exp}} = 5,46$) est plus proche de celle de la théorie ($d_{\text{thé}} = 5,7$).
- L'observation par microscope optique montre que la taille des particules de l'échantillon séché sous vide est inférieure à celle de l'échantillon séché à l'étuve.
- Les spectres infrarouges des deux échantillons montrent la présence des pics larges entre $460-700 \text{ cm}^{-1}$ plus intense dans le cas de l'échantillon séché sous vide, correspondants à la liaison métallique Zn-O et des bandes moyennes vers 3440 cm^{-1} correspondant à la liaison O-H dû à la présence d'humidité.
- La surface spécifique de l'échantillon séché sous vide ($S=30,53 \text{ m}^2/\text{g}$) est plus importante que celle de l'échantillon séché à l'étuve ($S=25,70 \text{ m}^2/\text{g}$).
- La diffraction aux rayons X de l'échantillon séché sous vide confirme la présence de ZnO de structure blende.
- L'examen à l'œil nu effectué sur la pommade montre qu'elle est homogène contrairement à l'examen microscopique.
- La valeur du PH de cette pommade se situe dans l'intervalle recommandé [4,2-5,8].

En perspective à court terme, d'autres tests sont envisagés, notamment le test de dissolution pour déterminer la pureté, l'analyse par microscopie électronique à balayage (MEB), l'analyse par les rayons ultra-violet pour déterminer les propriétés optiques et l'étude antibactérienne de la poudre obtenue.

- [1] S.Mehadjebi, La synthèse des nano poudres de CuO avec la méthode précipitation sol-gel en utilisant le précurseur CuSO₄ : et l'étude de leurs propriétés structurale et optique, Magistère en sciences des matériaux(2015), UM, Constantine, Algérie.
- [2] H.Korichi, synthèse et caractérisation d'une nouvelle solution solide de type pyrophore de formule Bi_{1.5}Nb_{1.5} Zn_xO₇ : application catalytique, Magistère en chimie(2013), USTMB, Oran, Algérie.
- [3] T. Djebbari, Elaboration Electrochimique d'un revêtement En CuZn pour protection de l'acier et son comportement a la corrosion, Magistère en physique et chimie des matériaux (2013) UMMTO, Algérie.
- [4] www.diagramme de pourbaix.Ph>6 et potentiel researchgate.net
- [5] N.Koulal, Simulation numérique des échanges thermiques par convection forcée dans un canal plan rempli d'un milieu poreux, Master en énergétique (2011), UMMTO, Algérie.
- [6] L.Khelili, Effet des interactions chlore (coagulant aluminique sur réactivité d'acides organique aromatique, Doctorat en hydraulique (2016), UMK, Biskra, Algérie.
- [7] R. Andrianavalona, Essai de floculation et de coagulation par l'utilisation du chitosane, Master en chimie (2016), Université d'Antananarivo.
- [8] C. Laboule, granulométrie et exemples d'impacts en fabrication, Doctorat en pharmacie (2016), Université de Lille 2, France.
- [9] K.CH.Hamdi, Croissance de nano fibres ZnO dopé-n par la technique d'électroforage, Magistère en sciences des matériaux (2016), USMBO, Algérie.
- [10] H.Mushtque, synthesis, characterization and application of metal oxide nanostructures, physics and electronics (2014), Linkoping University.
- [11]Z. Mazouzen, N.Ben Abdeslam, Synthèse de nanostructures de ZnO Par voie Chimique hydrothermale, Master en Chimie des matériaux (2014), UAMB, Algérie.
- [12] R. Bakri, Etude du système ZnO –AlN-ZrN, Magistère en Physico-chimie des matériaux (2012), UMMTO, Algérie.
- [13] A. Dahmoun, S.Gherbi, Elaboration et caractérisation des nanostructures d'oxyde de zinc par le procédé chimique(c b d), Magistère en physique et chimie des matériaux (2013), UMMTO, Algérie.
- [14]Yang.L, Caractérisation de couche mince de ZnO élaborées par la pulvérisation cathodique en continue, Doctorat en électronique(2012), Université littoral cote d'opale.
- [15] M.Tedjani, M.L.Tedjani, B, O Touati, Synthèse de nanoparticules de ZnO par l'extrait des feuilles de phoenix dactylifera, Master en Génie du raffinage, UEHLE, Algérie.
- [16] www.rougier-ple>oxyde-zinc-10-g.rougier

- [17] S.C Singh, D.P Singh, P.K Dubey, R.S Tiwari, & O.N.Srivastava. Metal oxide nanostructure, synthesis characterization and application, (2014), School of physical sciences California, USA.
- [18] A.Valour, Synthèse d'oxyde de zinc dopé azote sous forme de poudre et de couche mince, Caractérisation du type de semi conductivité, Doctorat en Chimie (2017), Ecole doctorale SM, Université de Rennes 1.
- [19] S.Houssem, Synthèse par chimie douce et caractérisation microstructurale et électrique du conducteur anionique La₂ Mo₂O₉, Doctorat en Chimie (2016), Université du Maine.
- [20] A.Bahmani, Synthèse par chimie douce et caractérisation et propriétés électriques d'oxydes mixtes dans les systèmes Sr-Ca-Bi-O et Sr-Sn-Ti-O, Doctorat en Chimie (2012), USTOMB, Algérie.
- [21] A. Bouabdali, Caractérisation structurale et optique de nano cristaux de ZnO, Magistère en matériaux (2013), UC1, Algérie.
- [22] G. Genin, Le séchage par lyophilisation et ses applications aux produits laitiers, le lait, Inra éditions, (1966), 46 (459_460), pp.621-630.
- [23] Meg La Torre-Snyder, Lyophilisation, The Basics, Pharmaceutical Processing, (2017), volume 32, number1, 3.
- [24] H.Zabalah, Y. Belarbi, Effet de séchage des plantes médicinales des familles des lamiacées (Romarin) sur l'activité antibactérienne, séchage à l'étuve, Master en pharmacologie (2017), UAIB, Mostaganem, Algérie.
- [25] Hardou, L.Ben bouabdellah, Etude comparative de trois techniques de séchage (étuve, microonde et air libre) des feuilles de laurier en termes de qualité photochimique et minérale, Master en pharmacologie moléculaire(2014), UAM, Bejaia, Algérie.
- [26] www.binder.wald.com
- [27] <https://pharmadn.fr/medicaments/principesactifs/oxyde-de-zinc/>.
- [28] www.univ-Tlse.fr(centre de biologie de développement).
- [29] R. Messadia, S.Ouchenane, Elaboration et caractérisation des nanoparticules de ZnO par co-précipitation, Application à la photo dégradation de méthyle orange, Master en sciences et techniques (2018), UBM, Annaba, Algérie.
- [30] A. Benaicha, SYNTHÈSE ET PROPRIÉTÉS DES OXYDES La Fe_{1-x}Cu_xO₃, Doctorat en Chimie moléculaire (2018) UMK, Biskra, Algérie.

- [31] C. Viseras, G. Cultrone, P. Cerozo ,C. Aguzzi, M.T. Baschini, J. Valles,;A. Lopez-Galindo, Characterization of northern Patgonian bentonites, for pharmaceutical Uses. Applied clay sciences, (2006), 31,272-281
- [32] S. Kennouche, Physicochimiques des surfaces et catalyse hétérogène, Master en sciences de la matière (2015), Université Biskra, Algérie.
- [33] www.aliapur.fr
- [34] S.Bensalem, S.bekkalbrikci, Recueil des préparations magistrales et officinales initiation aux adaptations de doses, Doctorat en pharmacie(2017), UABB, Tlemcen, Algérie.
- [35] www.lemoniteur.com
- [36] R .Sonogo, A .Konipo, A .Magia, A .Arama. D .Diallo, Bougoudogo, Formulation d'une pommade dermique à base d'extrait de mitracapus scaber (zucc), (2006) Pharma.méd, Pp 159-17.
- [37] Z.Nazir Kayani,M.Iqbal,S.Riaz,R.Zia,S.Nassem, Fabrication and properties of oxide film prepared by sol-gel dip coating method, (2015),Materials Science-Poland,33(3), Pp515-520.
- [38] [www.science et technologie des poudres.com](http://www.science-et-technologie-des-poudres.com)

Résumé

L'objectif de notre étude est de synthétiser et caractériser deux échantillons de ZnO à usage pharmaceutique par la méthode chimique par précipitation qui sont par la suite séchés par deux méthodes différentes: séchage à l'étuve et séchage sous vide.

Les différentes caractérisations ont été effectuées comme suit : par la mesure de la densité, observation par microscope optique, la mesure de la surface spécifique par la méthode de BET, la spectroscopie IR et la DRX.

Les résultats de mesure de densité ont montré que la densité de l'échantillon séché sous vide est proche de celle de la théorie et que la surface spécifique de l'échantillon séché sous vide est supérieure à celle de l'échantillon séché à l'étuve, par ailleurs les analyses par spectroscopie infrarouge ont montré la présence de toutes les bandes caractéristiques de l'oxyde de zinc et la DRX a montré la présence des raies de ZnO.

À base de la poudre de ZnO obtenu nous avons envisagé la formulation d'une pommade à usage dermatique.

Mots clés : ZnO, précipitation, IR, BET, DRX, caractérisation.

Abstract

The objective of our study is to synthesize and characterize two samples of ZnO for pharmaceutical use by the chemical precipitation method which is then dried by two different methods: oven drying and vacuum drying.

The different characterizations were carried out as follows : by measurement of the density, observation by optical microscope, measurement of the specific surface area by the BET method, IR spectroscopy and DRX.

Density measurement results showed that the density of the vacuum dried sample is close to that of theory and the specific surface area of the vacuum dried sample is greater than that of the oven dried sample, moreover analyzes by infrared spectroscopy have shown the presence of all the characteristic bands of zinc oxide and the DRX showed the présence of ZnO lines.

Based on the ZnO powder obtained, we considered formulating an ointment for dermal use.

Keywords :

ZnO, precipitation, IR, BET, DRX, characterization.

