



Institut des Sciences
Département de Sciences de la Matière
Filière : Chimie

Mémoire

Pour l'Obtention du Diplôme de Master
Spécialité Chimie Macromoléculaire
Thème :

SYNTHESE ET ACTIVITE BIOLOGIQUE DE NANOPARTICULE D'ARGENT

Présenté par :

Melle : KHELLOUFE HADJERA
Melle : KHALIDADA ZOHRA

Soutenu en 2019

Devant le jury composé de :

<i>Président :</i>	Mr. BELARBI LAHCEN	<i>(Professeur) C.U.B.B.A.</i>
<i>Examineurs</i>	Mme KIBOU ZAHIRA	<i>(M.C.A) C.U.B.B.A.</i>
	Mr. MEKHISSI KHALED	<i>(M.C.A) C.U.B.B.A.</i>
<i>Encadrant:</i>	Mr. BOUSSALEM SMAII	<i>(Professeur) C.U.B.B.A.</i>

Remerciements

Au terme de ce travail, nous tiens à exprimer vous profonde gratitude

À notre cher professeur et encadrant **M.BOUSSALEM SMAIL**, pour son suivi et pour son économe soutien, Nous tiens à remercier également mon encadrant **M.BELDJILALI MOUHAMED**

Pour le temps qu'elle a consacré et pour la précieuse information qu'elle
M'a prodiguée avec intérêt et compréhension.

Nous adresse aussi mes vifs remerciements aux membres des jurys pou
avoir Bien voulu examiner et juger ce travail.

Nous remerciements vont à tout les personnel que vous contacté durant
mon **centre universitaire Belhadj Bouchaib D'Ain T'émouchent** et un grand
merci à **M.MEKHISSE KHALED** et Le ingénieur de laboratoire **Mme**
AMRAOUI BAHRIYA, Mme BAKADA OUAHIBA, auprès des quelle nous
trouvé l'accueil chaleureux, l'aide et l'assistance dont vous besoin.

Nous ne laisserai pas cette occasion passer, sans remercier tous les invites.

Dédicaces

C'est avec profonde gratitude et sincères mots,
Que nous dédions ce modeste travail de fin d'étude à
Nos chers parents ; qui ont sacrifié leur vie pour
Notre réussite et nous ont éclairé le chemin par
Leurs conseils judicieux.

Nous espérons qu'un jour,

Nous pourrons leur rendre un peu de ce qu'ils ont fait pour nous, que dieu leur prête
bonheur et longue vie.

Nous dédions aussi ce travail à nos frères **ABDELKADER**, et mes sœurs :
WASSILA ,CHAHERAZED, et à mon petit ange de ma maison **ABDERAHMEN ,Djilali**
,FATIMA ,SETTI, et nos familles **KHELLOUF**, à mes amis et collègues avec qui j'ai
partagée des moments des plus agréables :**IMAN, AMEL ,ASMAA, MERIEM, YOUSSEF**

A mes chers oncles : **DJIAI, MOHAMMED et BARODI**

A mes chers tantes : **KHAIERA, ZAHRA, RABIAA, ZOHRA**

A mes cousins et cousines :
FATIMA, ZAHIRA, HANANE, NOURA, AMINA, RKAYA, RAYSSA ,KHADIDJA, RACHDA,
RAHMOUNA, KHADRA, KOULOUD

A ma meilleur amie **KHALIDADA ZOHRA**, ce petit mot décerné à toi ma meilleure amie
je ne peux trouver les mots justes et sincères pour t'exprimer mon affection et mes
pensées.

Je spéciale dédicace à **FAYSAL et la famille bousbaite**

En témoignage de l'amitié qui nous uni et des souvenirs de tous les moments que nous
avons passés ensemble, je te souhaite une vie pleine de santé et de bonheur.

J'exprime également mon gratitude à **Mm BOUSSALEM** et à tous les professeurs qui ont
collaboré à mes études sur tous **Mm BELDJILALI MOUHAMED**

KHELLOUF HADJERA

Dédicaces

Avec l'aide d'Allah le toute puissant, j'ai pu achever ce travail que je dédie :

A ma très chère mère et à mon très cher père, ainsi qu'à mes frères **LAKHDAR**
et **MERAHI MEROUANE** et ma sœur **HOUDA** pour leur soutien et affection
inconditionnel, pour toutes les privations et sacrifices et pour leurs encouragements
infaillibles.

En témoignage de mon affection fraternelle, de ma profonde tendresse et reconnaissance,

Aucune dédicace ne saurait exprimer tout l'amour que j'ai pour vous

Je vous souhaite une vie pleine de bonheur et de succès et que Dieu, le tout puissant, vous
Protège et vous garde.

A mes chers tantes : **SAKINA, MELOUKA, WAFIA, NADJAT, FATNA**

Ames cousines et cousine : **NESRINE, TOUFIK, IMAD**

A tous les membres de la famille **KHALIDADA ET GUERMOUD ET GUERROUDJI**

A mes chères amies : **NADJET, ASMAA, IMEN, AMEL, MERIEM, YUCEF**
elles vont trouver ici e témoignage d'une fidélité et d'une amitié infinité.

Et un spécial remerciement a **BELKADI ABDELI BASSET**

A ma meilleur amie **KHELLOUFE HADJERA**, tu es pour moi plus qu'une sœur je ne peux
trouver les mots justes et sincères pour t'exprimer mon affection et mes pensées. En
témoignage de l'amitié qui nous uni et des souvenirs de tous les moments que nous avons
passée ensemble, je te souhaite une vie pleine de santé et de bonheur.

Un grand remerciement a m'encadreur **Mm BOUSSALEM .SMAII ET MA PROFE**
BELDJILALI MOUHAMED

A tous ceux ou celles qui me sont cher (e) et que j'ai omis involontairement de citer.

KHALIDADA ZOHRA

Listes des figures :

Fig01 : Echelle nanométrique	02
Fig02 : Echelle nanométrique	05
Fig03 : Les différent type d nanoparticule	07
Fig04 : différent méthode de la réalisation de nanoparticule.....	08
Fig05 : Protocoles utilisés pour la synthèse de nanoparticules (a) approche de bas en haut et (b) approche de haut en bas	08
Fig06 : synthèse biologique	06
Fig07 : La structure de FLAVONE et flavonol.....	11
Fig08 : les différent type de polymère	11
Fig09 : La structure de la polyvinylique.....	12
Fig10 : Les techniques et la caractérisation des nanoparticule	13
Fig11 : Plante de thym	21
Fig12 : Divers les compose de thym	21
Fig13 : Le montage d'extraction de thym	22
Fig14 : Synthés de nanoparticule d'argent	23
Fig15 : Protocol de synthés d'AgNPs.....	23
Fig16 : Mécanisme de la réaction d'AGNPs.....	25
Fig17 : Mécanisme de stabilisation d'AGNPs.....	26
Fig18 : appareil de MEB-EDS.....	27
Fig19 : Appareil de UV-VISIBLE.....	27
Fig20 : La différence entre grame positive et et gram négative	29

Fig21 : Spectromètre UV-VISIBLE.....	33
Fig22 : spectromètre de effet de temps sur la formation des AgNPs ;;	34
Fig23 : spectromètre de effet d température.....	35
Fig24 : spectromètre d'effet de .oncentration.....	36
Fig25 : Zeta sizer d'AGNPs synt.étise.....	36
Fig26 : Zeta potentiel d'AGNPs synthétise.....	37
Fig27 : DRX des AgNPs synthétise.....	37
Fig28 :Microscopie électronique a balayage d'AGNPs	38
Fig29 : EDS des AGNPs synthèse.....	39
Fig30 : Zone d'inhibition contre les bactéries(Bacillus,Staphylocoques,et Escherichia coli)	41

Liste des tableaux :

Tableau01 : divers de domine application de nano particule15

Tableau02 : effet de température...24

Tableau03 : effet de concentration.....25

Tableau03 : diamètre d'inhibition contre les bactéries Bacillus , Staphylocoques et Escherichia coli.....40

Liste des abréviations

AgNPs : Nanoparticules d'argents

Ag : Argent

UV : Ultra viole visible spectromètre

DRX : Diffraction de la rayonne X

EDS : Microscopique électronique à balayage

MBE :Microscopique E électronique de bal

B.C: Bacillus

S.A : Staphylocoques

E.COLI : Escherichia coli

SNP : Surface plasma de nanoparticule d'argent

DLS : Zeta siser

SOMMAIRE

Introduction générale	02
-----------------------------	----

CHAPITRE I : Recherches bibliographiques

I. Introduction	05
II. Le nano monde	05
III. Qu'est-ce que le nanomètre ?.....	05
IV Nanomatériaux	06
IV.1. Les nano-objets.....	06
V. Nanoparticules.....	06
V.1. Type de nanoparticules.....	06
V.2. Méthode de réalisation des nanoparticules.....	07
V.2.1. L'approche de bas en haut.....	07
V.2.2.L'approche de haut bas.....	08
V.3. Procédure d'élaboration des nanoparticules par voix biologique.....	09
VI. Les plantes.....	10
VI.1. Métabolite secondaire des plantes médicinale.....	10
VI.1.1.Les poly phénols	10
VI.1.2. Acide phénolique.....	10
VI.1.3. Les flavonoïdes.....	10
VII. Les polymères.....	11
VII.1. Définition	11

VII.1.2.L'alcool polyvinylique (PVA).....	12
VIII. Les nanoparticule d'argent.....	12
VIII.1.Synthes vertes d'AGNPs à l'aide d'extrait de plantes.....	12
VIII.2. propriétée des nanoparticules.....	13
VIII.3. Technique de caractérisations des nanoparticules	13
VIII.3.1. La spectrométrie UV-Visible (UV-Vis)	14
VIII.3.2. Potentiel Zeta	14
VIII.3.3.La diffusion dynamique de la lumière(DLS).....	14
VIII.3.4. La diffraction des rayons X(DRX).....	14
VIII.3.5. La spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS).....	14
VIII.3.6.. le TEM.....	14
IX. Application	14
X. conclusion.....	16
Références.....	17

**CHAPITRE II :matériel et méthode de synthèse des nanoparticules
d'argent**

I. Introduction.....	20
III. Description de la plante.....	20
III. Protocol expérimentale	21
III.1. Préparation de l'extrait de la plante (thym).....	21
III.2. Préparation de l'extrait de la plante poudre.....	22
III.3. Synthèse des nanoparticules d'argent	22
III.3.1. la cinétique de formation de nanoparticules.....	24
III.3.2. la cinétique de la température	24
III.3.3. la cinétique dconcentratiONAgNO ₃	24

IV. Mécanisme de formation de nanoparticules d'argent.....	25
V. Caractérisation.....	26
V.1. MEB-EDS.....	26
V.2. Spectrophotomètre UV-visible	27
V.3. Absorbance de nanoparticules d'argent	28
V.4. Zeta size	28
V.5. DRX.....	28
VI. Activité antibactérienne.....	28
VI.1. La définition de antibactérienne.....	28
VII conclusion.....	30
Références.....	31

CHAPITRE III : RESULTAT ET DISCUSSION

I) Introduction.....	33
II. UV-visible spectrophotomètre	33
III. cinétique du temps.....	34
IV. cinétique de température	34
V. cinétique de concentration de nitrate d'argent.....	35
VI. Zeta sizer et zeta potentiel.....	36
VII. DRX.....	37
VIII. Microscope électronique à balayage- EDS.....	38
IX. Activité antibactérienne et antifongique.....	40
Références.....	42
Conclusion générale	45

Introduction

générale

Introduction générale

Les nanosciences et les nanotechnologies représentent l'un des développements les plus prometteurs des sciences de la matière. Le préfixe « nano », qui signifie très petit en grec, définit un domaine de tailles pour les objets étudiés entre un et quelques centaines de nanomètres. L'intérêt croissant porté à ces systèmes provient des propriétés physiques ou chimiques particulières opérant à cette échelle, très différentes de celles du même matériau à l'état massif ou à l'état atomique.

Les nanoparticules relèvent de la nanotechnologie, qui est un domaine fortement exploré et étudié ces dernières années par la communauté scientifique, par son aspect multidisciplinaire qui inclut différents domaines dont : la physique, la chimie, la médecine, la biologie, etc.

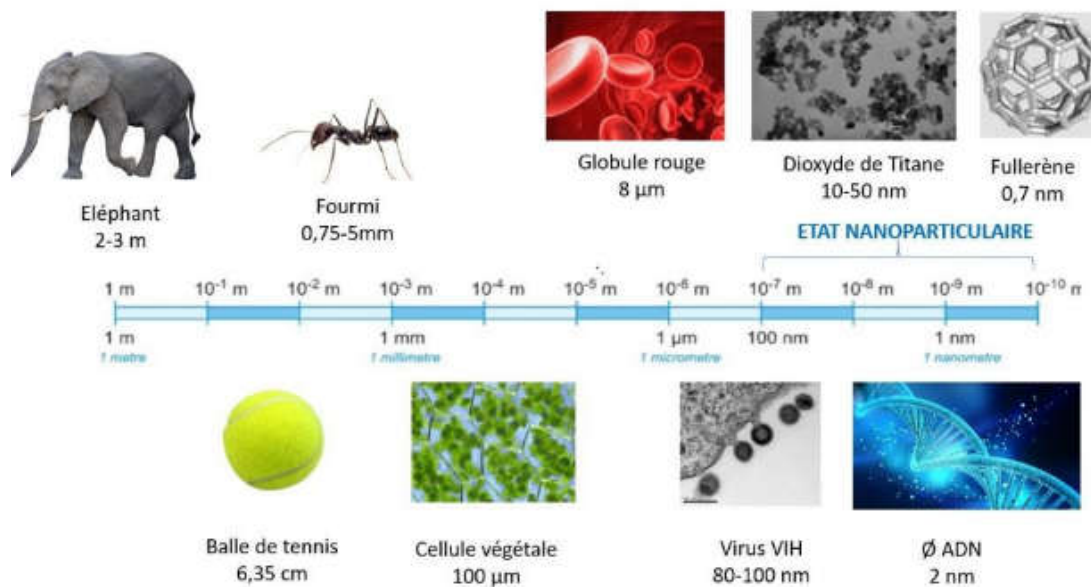


Fig. 01 : Echelle nanométrique

Synthèse de nanoparticules en utilisant des extraits de plantes avec la taille et la forme souhaitées est l'un des domaines émergents les plus importantes nanotechnologies. Récemment, différents types de nanoparticules ont été synthétisés à partir de différentes plantes comme le fer, le cuivre, le calcium, l'or, le zinc et l'argent. On sait depuis longtemps que l'argent a un fort effet inhibiteur et bactéricide ainsi qu'un large spectre d'activités antimicrobiennes même à de faibles concentrations

Dans ce mémoire nous présenterons l'élaboration de nanoparticules d'argent par réaliser un procédé qui est vis-à-vis propre à l'environnement par l'utilisation d'extrait de plante (thymus) comme bio réducteur et polymère Natural (poly (alcool vinylique) comme stabilisant.

Le mémoire est constitué des chapitres suivants :

- **Le premier chapitre** est constitué d'une étude bibliographique, d'une introduction à la générale de nanotechnologie et son histoire, la description des plantes, les méthodes de réalisation des nanoparticules, les polymères Natural et enfin un regard sur leur biosynthèse

- **Le deuxième chapitre** contient matériel et méthode de synthèse des nanoparticules d'argent

- **Le troisième chapitre** résultat et discussion de synthèse et caractérisation des nanoparticules d'argent, l'analyse des produits et enfin l'application des nanoparticules d'argent

Chapitre I :

Recherches

bibliographiques

CHAPITRE I : Recherches bibliographiques

I. Introduction :

Les nanotechnologies est un sujet scientifique que l'ont entend de plus en plus, que ce soit dans les revues scientifiques ou tout simplement dans les journaux télévisés. Les possibilités que peut offrir la recherche sur les nanotechnologies sont énormes, elles ont des applications dans beaucoup domaines, c'est ce que nous souhaitons découvrir.

II. Le nano monde :

Le monde des nanosciences et des nanotechnologies - le « nano monde » - recouvre les objets de taille nanométrique dont certains phénomènes et effets sont inattendus. Ces spécificités leur ouvrent un large éventail d'applications et même si certaines sont déjà autour de nous, leur potentiel de développement est considérable[1]

III. Qu'est-ce que le nanomètre ?

Le nanomètre (1 nm = 10^{-9} m, soit un milliardième de mètre) est l'unité reine du monde des nanosciences et des nanotechnologies.

Un nanomètre, c'est environ :

- 500 000 fois plus fin que l'épaisseur du trait de stylo à bille.
- 30 000 fois plus fin que l'épaisseur d'un cheveu.
- 100 fois plus petit que la molécule d'ADN[2]

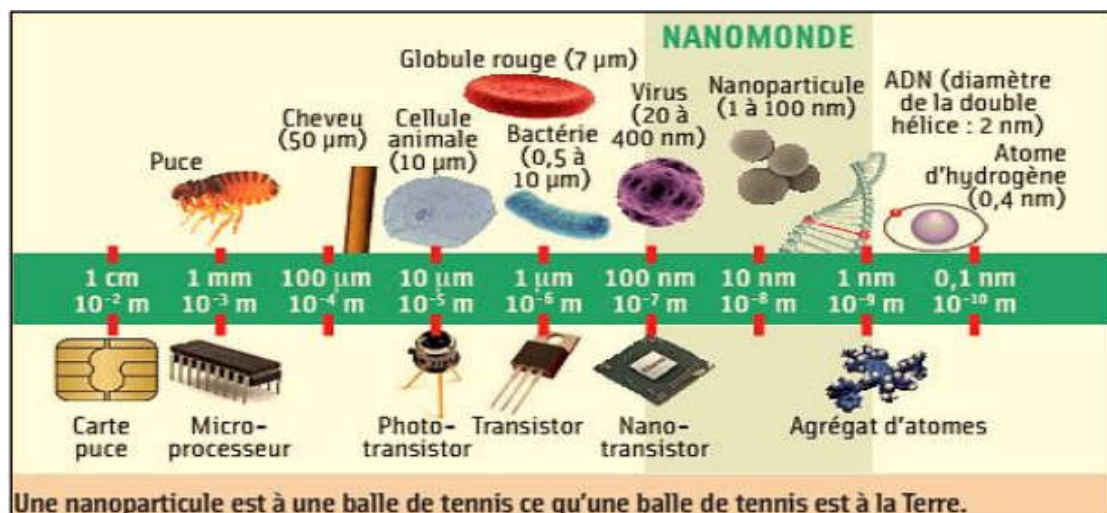


Fig02 : Echelle nanométrique

CHAPITRE I : Recherches bibliographiques

IV. Nanomatériaux :

Les nanomatériaux sont impliqués dans plusieurs domaines tels que la chimie, électronique, supports d'enregistrement magnétiques à haute densité, capteurs, biotechnologie, etc. Les matériaux de taille nanométrique sont devenus l'un des points centraux de la recherche moderne. Nous obtenons une capacité surnaturelle à concevoir, synthétiser et manipuler des structures à l'échelle nanométrique. Les nanomatériaux ont fait l'objet d'une attention récente, car ils devraient être utilisés dans diverses applications en raison de leurs excellentes et uniques propriétés optiques, électriques, magnétiques, catalytiques, biologiques ou mécaniques. Tel propriétés provient des nano architectures et nanostructures finement ajustées de ces matériaux[3].

Il existe deux grandes familles de nanomatériaux :

- Les nano-objets
- Les matériaux nanostructures

IV. 1. Les nano-objets :

Les nano-objets sont maintenant largement considérés comme ayant le potentiel d'apporter avantages dans des domaines aussi divers que le développement de médicaments, la décontamination de l'eau, les technologies de l'information et de la communication et la production de matériaux. nano-objet implique la création et la manipulation de matériaux à l'échelle nanométrique, soit en augmentant à partir de groupes d'atomes simples, soit en affinant ou réduire les matériaux en vrac[4]

V. Nanoparticules :

Une nanoparticule est une particule microscopique dont la taille est mesurée en nanomètres (nm). Elle est définie comme une particule d'au moins une dimension < 200 nm. Les nanoparticules sont des particules colloïdales solides dont la taille varie de 10 nm à 1000 nm[5].

V.1. Type de nanoparticules :

Les nano clusters ont au moins une dimension comprise entre 1 et 10 nanomètres et une distribution granulométrique étroite. Les nano poudres sont

CHAPITRE I : Recherches bibliographiques

des agglomérats de particules ultrafines, de nanoparticules ou de nano clusters. Les monocristaux ou les particules ultrafines à domaine unique, de taille nanométrique, sont souvent appelés nano cristaux.

La recherche sur les nanoparticules est actuellement un domaine d'intérêt scientifique intense en raison d'une grande variété d'applications potentielles dans les domaines biomédical, optique et électronique[6]

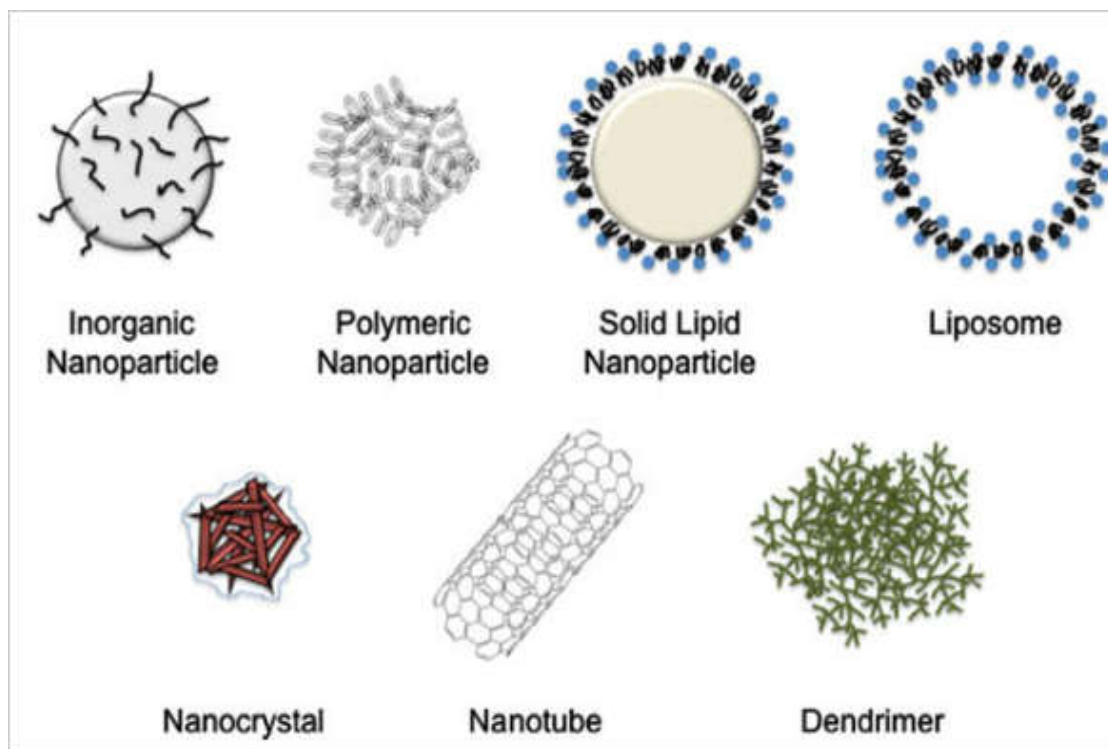


Fig03 : Les différents types de nanoparticule

V. 2. Méthode de synthèse des nanoparticules :

V.2.1. L'approche de bas en haut : la réduction chimique est le plus schéma commun pour la synthèse de nanoparticules d'argent différents agents réducteurs organiques et inorganiques, tels que borohydrure de sodium (NaBH_4), citrate de sodium, ascorbate, hydrogène élémentaire, réactif de Tolluèn, N, N-diméthylformamide (DMF) et des copolymères séquences de poly (éthylène glycol) sont utilisés pour la réduction des ions d'argent (Ag^+) en solution aqueuse ou non aqueuse solutions . Les agents de coiffage sont également utilisés pour la taille stabilisation des nanoparticules[7].

CHAPITRE I : Recherches bibliographiques

V.2.2. L'approche de bas en haut : il consiste en la diminution graduellement de la taille des système actuels jusqu'à atteindre à l'échelle nanométrique.

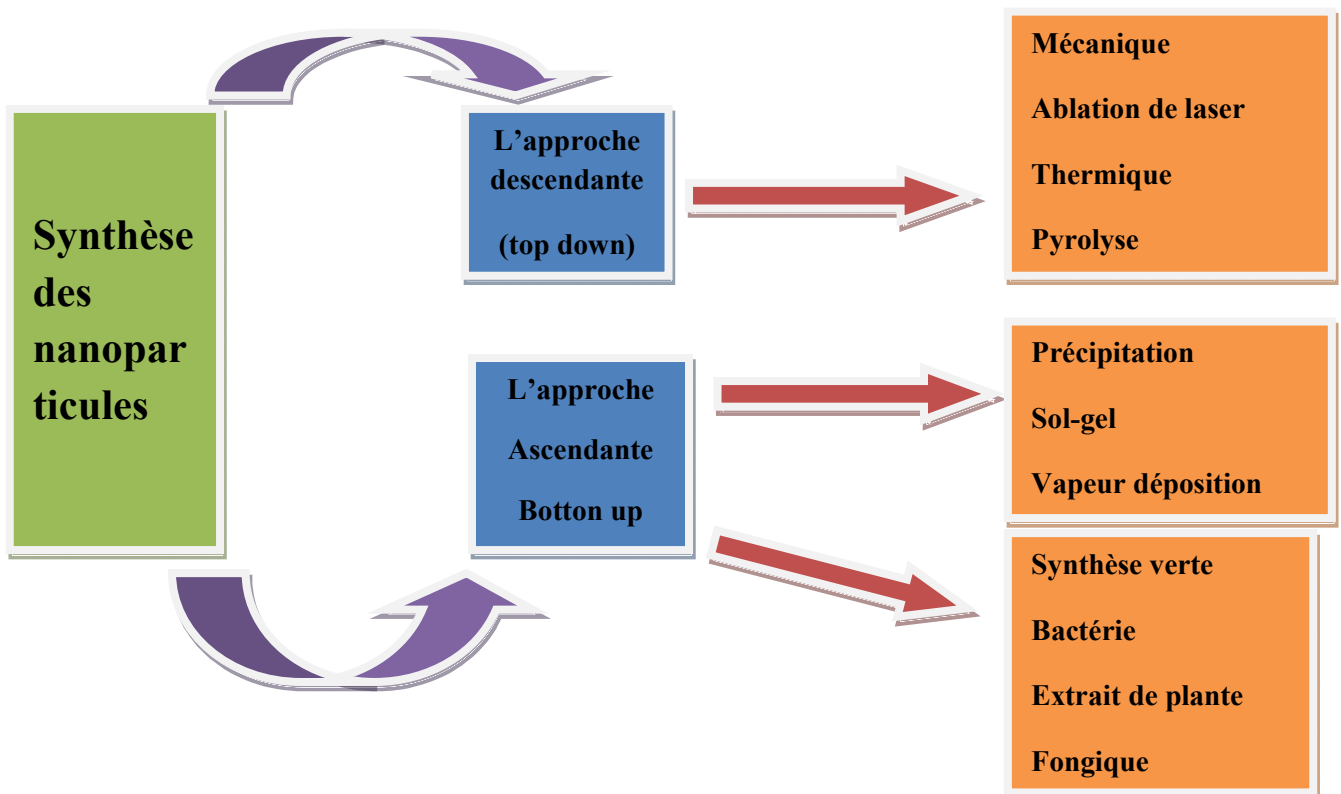


Fig04 : Différent méthode de synthèse de nanoparticule

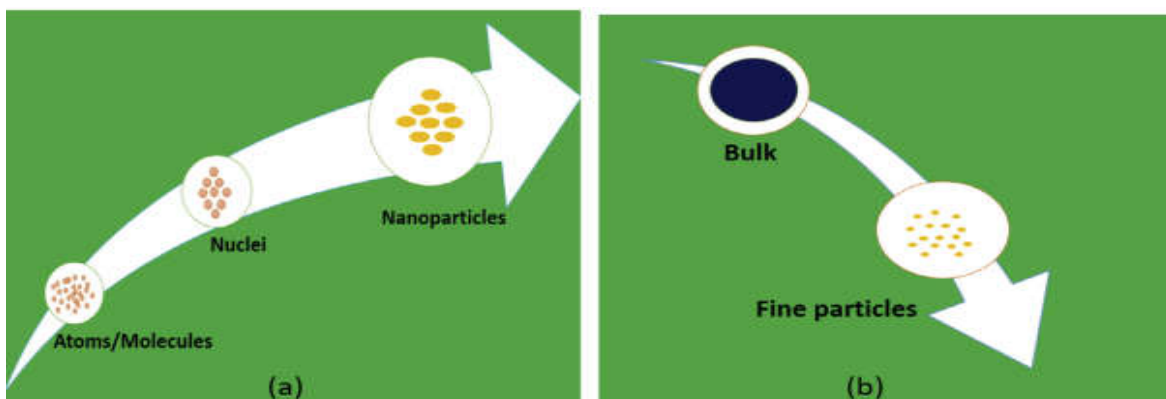


Fig05 : Protocoles utilisés pour la synthèse de nanoparticules (a) approche de bas en haut et (b) approche de haut en bas.

CHAPITRE I : Recherches bibliographiques

V.3. Procédure d'élaboration des nanoparticules par voix biologique :

Récemment, des méthodes biosynthétiques utilisant la réduction naturelle agents tels que polysaccharides, microorganismes biologiques tels que bactéries et champignons ou extraits de plantes, c'est-à-dire chimie verts [8].

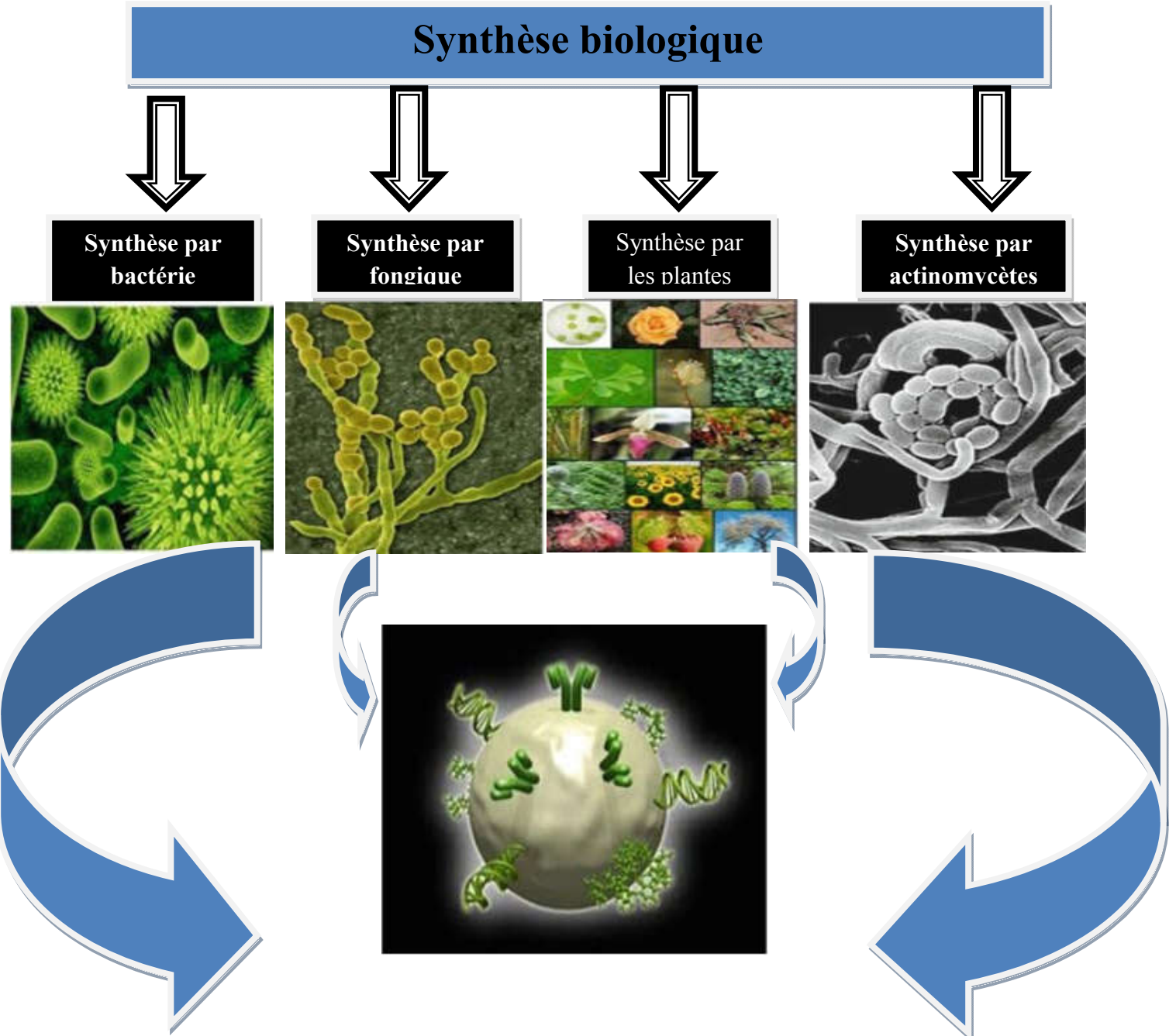


Fig06 : synthés biologique

CHAPITRE I : Recherches bibliographiques

VI. Les plantes :

Les plantes contiennent des métabolites secondaires qui peuvent être définis comme des molécules indirectement essentielles à la vie des plantes, par opposition aux métabolites primaire qui alimentent les grandes voies du métabolisme central. ces métabolites secondaires exercent une action déterminante sur l'adaptation des plantes à leurs environnement. Ils participent ainsi, de manière très efficace, à la tolérance des végétaux à des stress variés (attaques de pathogènes d'insectes, sécheresse, lumière UV ...). D'un point de vue applicatif, ces molécules constituent souvent la base des principes actifs des plantes médicinales. L'évaluation de la valeur thérapeutique de ces métabolites fait l'objet de nombreuses recherches et amène à l'identification des principaux éléments actifs de la plante[9]

VI.1. Métabolite secondaire des plantes médicinale :

Les métabolites secondaires sont des molécules organiques complexes synthétisées et accumulées en petites quantités par les plantes autotrophes, ils sont divisés principalement en trois grandes familles: Les poly-phénols, les terpènes, les alcaloïdes[10].

VI.1.1. Les poly phénols :

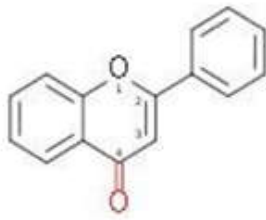
Les poly-phénols sont des produits du métabolisme secondaire des végétaux, caractérisés par la présence d'au moins d'un noyau benzénique auquel est directement lié au moins un groupement hydroxyle libre, ou engagé dans une autre fonction tels que : éther, ester, hétéroside...etc.[11].

VI.1.2. Acide phénolique :

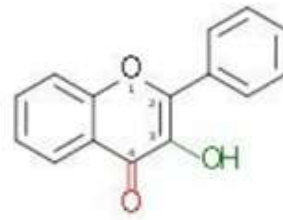
Un acide-phénol (ou acide phénolique) est un composé organique possédant au moins une fonction carboxylique et un hydroxyle phénolique. La pratique courante en Phytochimie consiste à réserver ce terme aux dérivés de l'acide benzoïque et de l'acide cinnamique[12].

VI .1.3. Les flavonoïdes :

Les flavonoïdes sont des dérivés benzo-y-pyranne . Leur structure de base est celle d'un diphenyle propane à 15 atomes de carbone , constitué de deux noyaux aromatiques.



2-phénylchromen-4-one



3-hydroxy-2-phénylchromen-4-one

Fig07 : La structure de FLAVONE et FLAVONOL

VII. Les polymères :

VII.1. Définition :

En chimie et biologie, un *polymère* est une molécule constituée d'une chaîne de molécules semblables, appelées monomères; un polymère est une macromolécule résultant de l'assemblage de nombreux motifs identiques (monomères), un composé chimique avec des unités structurales répétitives.

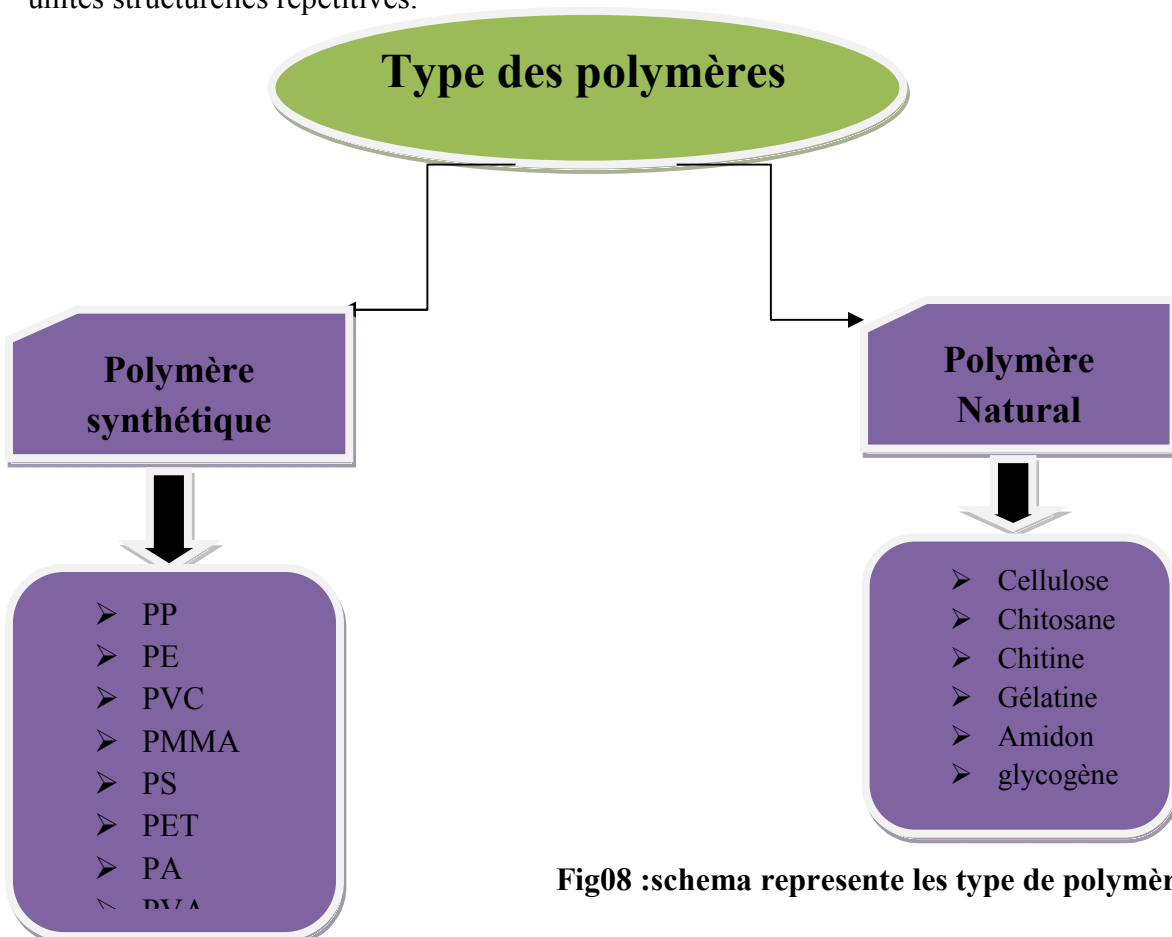


Fig08 :schema represente les type de polymères

CHAPITRE I : Recherches bibliographiques

VII.2. L'alcool polyvinylique (PVA) :

L'alcool polyvinylique (PVA) est un polymère synthétique non toxique, soluble dans l'eau, qui est largement utilisé dans les mélanges de polymères en raison de ses bonnes propriétés physiques et chimiques et de ses excellentes caractéristiques filmogènes et capacité d'émulsification. Son utilisation est importante pour de nombreuses applications telles que les systèmes d'administration contrôlée de médicaments, les membranes préparations, recyclage du polymère et des emballages, etc. La propriété de la bio inertie le rend utile dans les applications médicales telles que comme pancréas artificiels, hémodialyse, nanofiltration et dispositifs médicaux implantables[13]



Fig09 : structure de l'alcool polyvinylique

VIII. Les nanoparticules d'argent :

Les nanoparticules d'argent ou nano-argent sont des molécules ayant une taille de 20-40 nm, ils composées à 80% d'atome d'argent et à 20% d'ions argent, Ils sont très prisés par l'industrie pharmaceutique et agroalimentaire, de part notamment leur propriété biocide.[14]

VIII.1. Synthèse vertes de nanoparticules d'argent à l'aide d'extraits de plantes :

L'utilisation de plantes comme assemblage pour la production de nanoparticules d'argent a attiré l'attention en raison de son protocole rapide, écologique, non pathogène et économique, qui fournit une technique en une étape pour les processus de biosynthèse, la réduction et stabilisation des ions argent par la combinaison de biomolécules telles que protéines, acides aminés, les alcaloïdes, tannins, composés phénoliques, saponine, terpinoïdes, enzymes... déjà établies dans les extraits de plantes ayant des valeurs médicinales et étant respectueuse de l'environnement.[15]

CHAPITRE I : Recherches bibliographiques

VIII.2. Propriétés des nanoparticules :

Certaines propriétés physicochimiques des AgNPs notamment la taille (surface), la forme, la charge et le revêtement de surface, l'agglomération et la vitesse de dissolution, sont particulièrement importantes pour déterminer leurs interactions et leurs impacts biologiques. Les plus petites particules ont une plus grande surface et donc un potentiel toxique plus grand.

Les propriétés optiques remarquables des nanoparticules d'argent résultent de leur interaction unique avec la lumière, qui provoque l'oscillation cohérente collective de leurs électrons à bande de conduction libre, ou LSPR. L'oscillation des électrons libres entraîne une décroissance radiative avec une forte diffusion visible de la lumière ou une décroissance non radiative, qui entraîne la conversion de l'énergie des photons en énergie thermique. Ces deux mécanismes de désintégration ont été facilement utilisés dans les applications de bio diagnostic et d'imagerie et thérapeutiques. La LSPR des AgNPs dépend de la taille, de la forme, de l'environnement diélectrique et des interactions électromagnétiques mutuelles entre les particules proches. [16]

VIII.3. Technique de caractérisation des nanoparticules :

Après la synthèse des AgNPs via la méthode « chimie verte », une étape très importante est celle de leur caractérisation par la forme, la taille, la surface et la dispersité et pour cela divers des techniques sont utilisées.

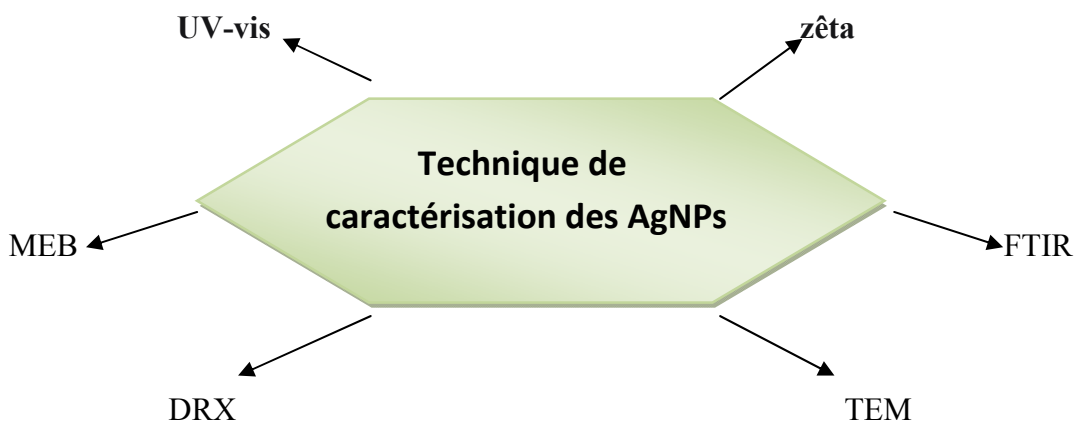


Fig10: Techniques utilisées pour caractérisation des nanoparticules

CHAPITRE I : Recherches bibliographiques

VIII.3.1. La spectrométrie UV-Visible (UV-Vis) :

Ils est utilisée pour identifier, caractériser et analyser AgNPs ,il utilise une longueur d'onde comprise entre 200 et 800 nm et il est capable d'identifier des nanoparticules dont taille varie de 2 à 100 nm.

VIII.3. 2. Potentiel Zeta :

La mesure du potentiel Zeta est une technique utilisée pour déterminer la stabilité des nanoparticules.

VIII.3. 3. La diffusion dynamique de la lumière(DLS) :

DLS est une technique permettant de caractériser correctement la charge de surface, la distribution en taille et la qualité des AgNPs.

VIII.3. 4. La diffraction des rayons X(RDX) :

il examine l'état d'oxydation des particules dépendantes du temps.

VIII.3. 5.La spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS) :

il est utilisée pour identifier la composition élémentaire des nanoparticules d'argent..

VIII.3. 6. Le TEM

Il est plus précise que la SEM et est utilisée pour déterminer la taille et la forme exactes des AgNPs synthétisés.[17]

IX. Application :

Parmi les différents types de nanoparticules déjà développées par la science, il y a les nanoparticules d'argent qui en raison de leur propriétés antimicrobiennes, sont utilisées dans divers produits. Les applications typique de ces nanoparticules comprennent les textile comme doublures de vêtements, les appareil médicaux, la conservation des aliment, les cosmétiques, la lessive pour les vêtements, les filtres pour le traitement de l'eau, les capteurs, et les produit pharmaceutique.[18]

Domaine application	Exemples
Le domaine militaire	<ul style="list-style-type: none">• L'armure «intelligente »,une veste militaire légère et fonctionnelle qui durcit au contact des projectiles• Vêtement avec la plus grande tolérance aux changement de température• Invisibilité
Le domaine d'électronique	<ul style="list-style-type: none">• accroissement des puissances des processeurs et des mémoires• Monter en puissance et diminuer en taille les microprocesseurs pentium
Le domaine de médecine	<ul style="list-style-type: none">• La vectorisation des médicaments• Les puces ADN et l'utilisation de quantum dots• Dans traitement du cancer• Dans la chirurgie
Le domaine d'environnement	<ul style="list-style-type: none">• La réduction des émissions de polluants• Le traitement des effluents notamment par photo catalyse et purification des gaz• La production d'eau ultra pure à partir d'eau de mer

Tanleau1: Divers domaines d'application des nanoparticules[2]

CHAPITRE I : Recherches bibliographiques

X. Conclusion :

L'utilisation des nanomatériaux est un domaine très vaste des nanosciences et des nanotechnologies. En effet, ces nanomatériaux peuvent apporter des solutions aux défis technologiques et environnementaux car ils présentent des propriétés optiques, électroniques, catalytiques qui diffèrent considérablement de ces mêmes matériaux à l'échelle macroscopique. Les nanoparticules de métaux nobles tel que l'argent a été utilisé pour la photographie, la catalyse, l'étiquetage biologique, la photonique, et pour l'optoélectronique.

CHAPITRE I : Recherches bibliographiques

Référence :

1. Tchangna, M., *Les nanotechnologies et les risques de santé*,. nature, 2008: p. 1-42.
2. Izzeddine, B., *Synthèse et caractérisation optique des nanoparticules d'argent pour des applications médicales (antibactériennes)*. 2015: p. 1-113.
3. Elbakyan, A., *Nanocomposite structures and dispersions* 2006.
4. Benelmekki, M., *An introduction to nanoparticles and nanotechnology*. 2017: IOP Concise Physics.
5. Aarti P. Nikam, M.P.R., Shilpa P. Chaudhari, *nanoparticles*. International Journal of Research and Development in Pharmacy and Life Sciences, 2014. **3**: p. 1121-1127.
6. Shukla, S., *A REVIEW ARTICLE ON NANOPARTICLE*. PHARMATUTOR-ART-1770.
7. Shakeel Ahmed, M.A., Babu Lal Swami, Saiqa Ikram, *A review on plants extract mediated synthesis of silver nanoparticles for antimicrobial applications: A green expertise*. Journal of Advanced Research, 2016. **7**: p. 17–28.
8. Jun Natsuki, T.N., Yoshio Hashimoto, *A Review of Silver Nanoparticles: Synthesis Methods, Properties and Applications*. International Journal of Materials Science and Applications, 2015. **4(5)**: p. 325-332.
9. ABDELLAOUI Fatima Zohra, B.H., *Composition chimique et activité biologique des extraits de « SOLENOSTEMMA OLEIFOLIUM*. 2017: p. 1-62.
10. J, G., *La commercialisation des huiles essentielles, Manuel pratique des huiles essentielles : de la plante à la commercialisation*. 2004: p. 139-141.
11. Lugasi A, H.J., SagiK, and Biro L, *The role of antioxidant phytonutrients in the prevention of diseases*. J.Acta.biologica. szegediensis, 2013: p. 119-125.
12. Skerget M, K.P., Hadolin M, Hras A, and SimonicM, Knez Z, *Phenols, proanthocyanidins, flavones and flavonols in some plant materials and their antioxidant*

activities. Food chem, 2005: p. 191-198.

13. AgilAbrahama, P.A.S., V.O.Rejinib, *Preparation of Chitosan-Polyvinyl Alcohol Blends and Studies on Thermal and Mechanical Properties*. International Conference on Emerging Trends in Engineering, Science and Technology, 2016. **24**: p. 741 – 748.
14. [2] M. HEMMERLIN, rapport de stage (2014) 1.
15. S. Ahmed, M. Ahmad, B.L. Swami and S. Ikram, Journal of Advanced Research, 7 (2016)
16. L. Wei, J. Lu, H. Xu, A. Patel, Z.-S. Chen and G. Chen, Drug Discovery Today, 20 (2015) 595.
17. A.N. Sorescu Ana-Alexandra, Rodica-Mariana Ion and Raluca Bunghez, SCIENTIFIC CONFERENCE, 6 (2016) 188_193.
18. A.L.D.A.G.D. SILVA, ÉTUDE DE LA TOXICITÉ DES NANOPARTICULES D'ARGENT ET D'OXYDE DE TITANE POUR CHLAMYDOMONAS REINHARDTII mémoire de master, 2017, p. 1

Chapitre II : **MATERIEL** **ET** **METHODES**

Chapitre II : MATERIEL ET METHODE

I. Introduction :

Il y a beaucoup de façons de synthétiser nanoparticules telles que méthode sol-gel, réaction chimique, réaction à l'état solide et Co-précipitation. Comparée à ces méthodes, la méthode de synthèse verte est l'une des meilleures méthodes pour la synthèse de nanoparticules ces dernières années. Cette méthode présente plusieurs avantages à savoir à faible coût, simple, utilisation de matériaux moins toxiques, le plus important est écologique. Dans ce l'extrait de plante a été utilisé comme agent réducteur pour la synthèse de nanoparticules d'argent.

La partie expérimentale se compose de deux ensembles, la premier est une description de la plante utilisé comme source bio réducteur, le second représente la partie chimique englobant la synthèse et la caractérisation nanoparticules d'argent par l'extrait de la plante et bio polymère. Le troisième regroupe l'ensemble des techniques de caractérisation du produit synthétisé (UV, DLS, DRX, MEB-EDS).

II. Description de la plante :

Le thym a été utilisé historiquement à des fins cosmétiques, culinaires et médicinales.

Anciennes cultures sumériennes et égyptiennes employées au thym à des fins médicinales et pour embaumer les morts. Romains ont brûlé du thym à dissuader les animaux dangereux, et utilisé thym pour aromatiser le fromage et alcool boissons Les soldats romains baignés dans le thym, comme on le croyait, donnaient de la vigueur. Le nom commun de Thym peut être dérivé d'un mot grec signifiant fumiger, en fonction de son utilisation comme encens, ou peut provenir du grec mot thymon, qui signifie courage. Aux temps médiévaux, les femmes parfois brodé un brin de thym sur des cadeaux pour les chevaliers. De nos jours, l'huile de thym est couramment utilisée dans la fabrication constituant de savons, cosmétiques, bain de bouche et dentifrice. Thym rouge l'huile est utilisée dans les parfums.

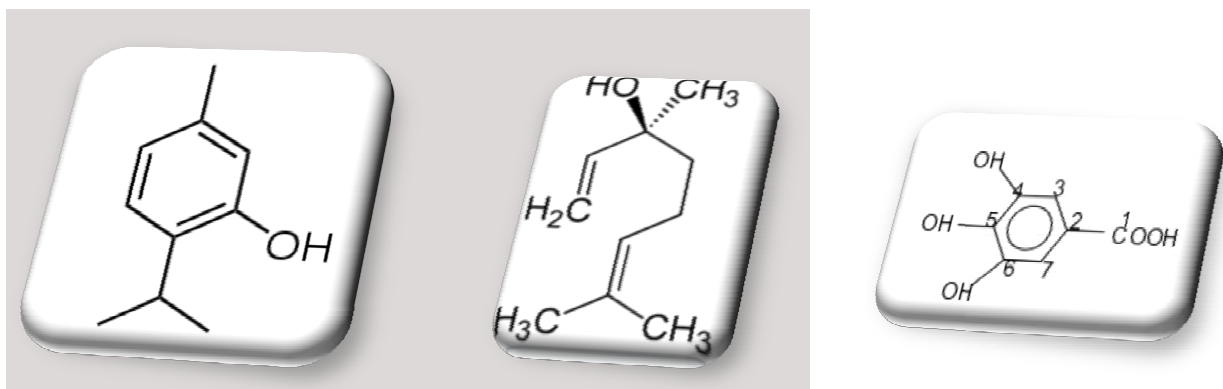
Le thym est utilisé en médecine depuis des milliers d'années. Au-delà de son application culinaire commune, il a été recommandé pour une myriade d'indications, basées sur les propriétés antimicrobiennes, antitussives, spasmolytiques proposées et l'activité antioxydant. À ce jour, il n'existe aucun contrôle bien défini essais cliniques soutenant la monothérapie au thym à des fins thérapeutiques chez l'homme.

Chapitre II : MATERIEL ET METHODE



Fig11 : Le thym

De nombreuses études ont été effectuées sur le thym, et toutes montrent ses propriétés toniques et antiseptiques. Thym apaise, apaise les angoisses et supprime les pensées sombres. Il tonifie le système nerveux et est donc utile dans les états de fatigue. Il stimule les fonctions digestives et intestinales. Il calme les toux épuisantes et efface les bronches. En infusion, cataplasme, massage.



Thymol

Linalool

acide gallique

Fig12 : Divers les composées de thym

III. Protocol expérimentale :

III.1. Préparation de l'extrait de la plante (thym) :

10g de matériel végétal sont lavés par l'eau de robinet pour enlever toutes les impuretés puis lavés par l'eau distillée. Ensuite la plante est mise dans un ballon de 500ml et verser 200ml de H₂O. L'ensemble est porté dans un chauffage en reflux à température 70°C pendant 30min. Le mélange est filtré et l'extrait aqueux est conservé à température 5°C.

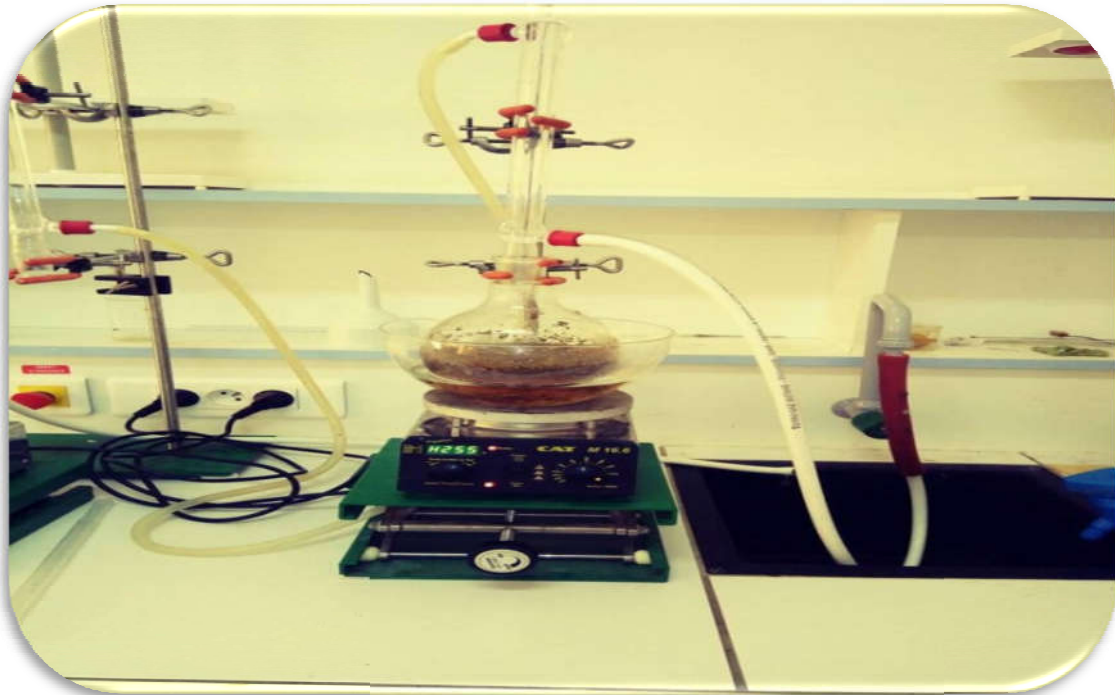


Fig13 : Le montage d'extraction de thym

III.2. Préparation de l'extrait de la plante poudre :

- ❖ Prendre 20g des feuilles de la plante
- ❖ Laver les feuilles de la plante par l'eau de robinet puis l'eau distillée
- ❖ Verser les feuilles de la plante dans 400ml l'eau distillée
- ❖ Chauffer a 80c° le mélange a montage de reflux
- ❖ Filtrer le mélange final puis mets dans un cristalliseur et sécher à 50C°

III.3. Synthèse des nanoparticules d'argent :

1ml de polymère naturel polyvinyle alcool (PVA) a été versé dans un bécher de 100ml avec 9ml de $\text{AgNO}_3 [10^{-3}]$ sous agitation pendant 30min puis verser 2ml d'extrait de la plante comme bio-réducteur. Après certain temps nous observons que la couleur de la solution changé a partir de jaune a marron claire qui démontrer la formation de nanoparticule d'argent.

Chapitre II : MATERIEL ET METHODE

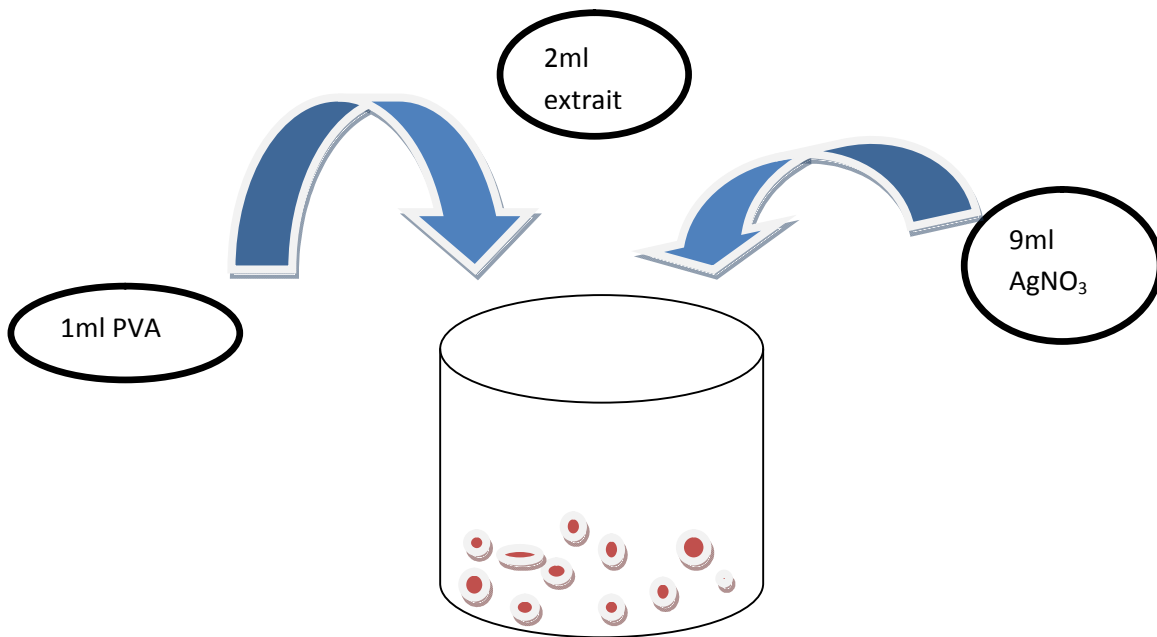


Fig14: Synthèse de nanoparticule d'argent

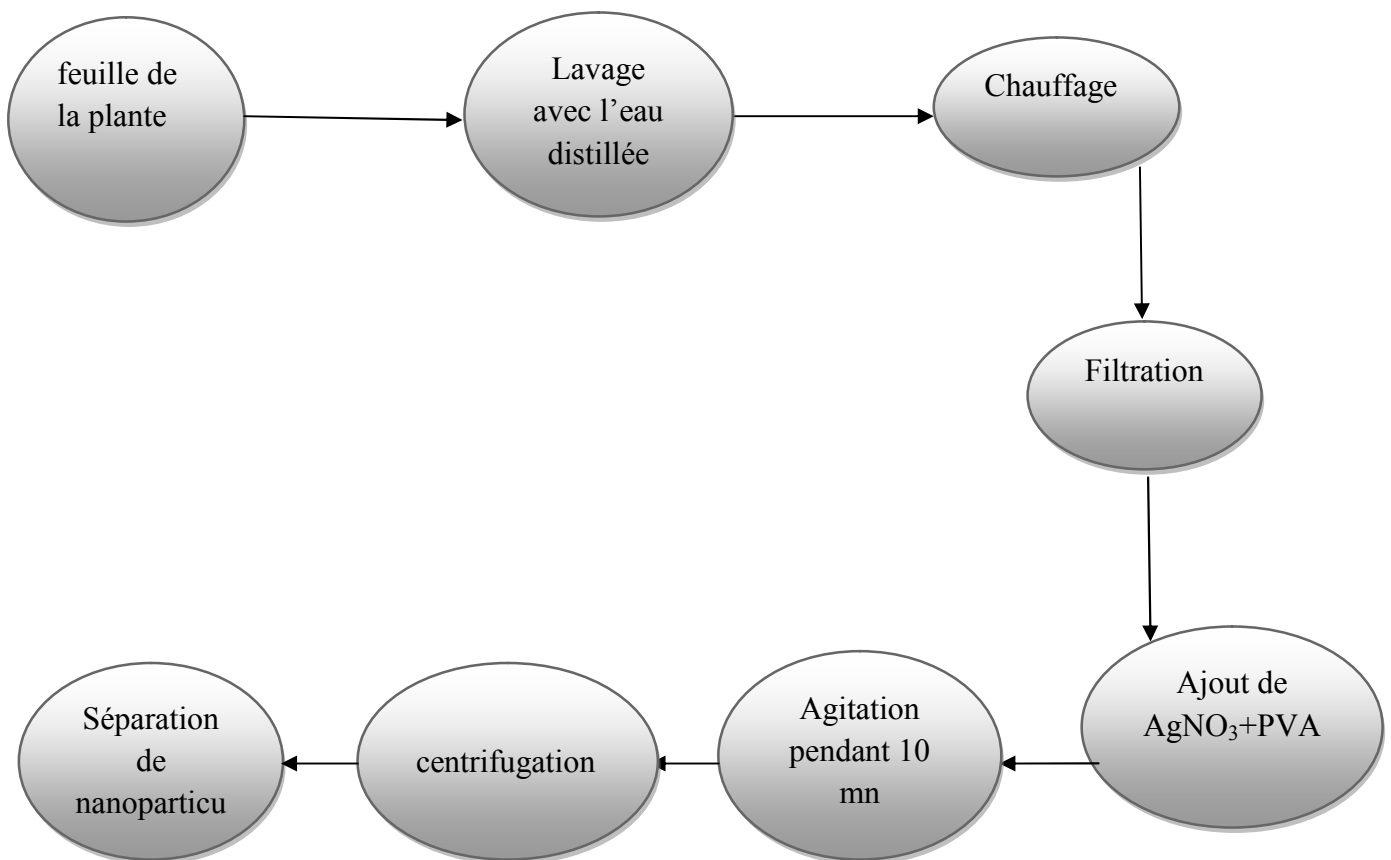


Fig15 : Protocol de synthèse d'AgNPs

Chapitre II : MATERIEL ET METHODE

III.3.1. La cinétique de formation de nanoparticules :

La formation de nanoparticule d'argent en fonction du temps a été suivie par UV-visible spectrophotomètre. La réaction est laissé pendant 4 heure pour voir la évolution de la réduction de nitrate d'argent a nanoparticule d'argent. Chaque 15min on a prends un millilitre et compléter jusqu'à 2ml par l'eau distillé.

III.3.2. La cinétique de température :

Afin de bien étudier la synthèse de nanoparticule d'argent, plus de paramètres doivent être des études, y compris la température. la synthèse de nanoparticule en fonction du température doit être étudier dans une plusieurs degré (20, 30, 40, 50,60c°).

Température	20	30	40	50	60
Volume de AgNO₃ cst			9ml		
Volume de l'extrait cst			2ml		
Volume de PVA cst			1ml		

Tableau02 : Effet de température

III.3.3.Effet de la concentration AgNO₃ :

1ml de la solution de polymère (PVA) a été mélangé avec 9ml de nitrate d'argent, après 30min on a mets 2ml de l'extrait de la plante qui contient les molécules bio-réducteur. les solution de polymère et extrait de la plante reste constante et on a changé dans la concentration de nitrate d'argent (1 ,1.5, 2, 2.5, 3,3.5, 4, 5mM).

La réduction des ions Ag⁺ par le surnageant des extraits de plantes à tester dans les solutions et la formation de l'argent les nanoparticules ont été caractérisées par Spectroscopie UV-visible contrôlée par échantillonnage du composant aqueux (2,0 ml) et mesurer le rayonnement UV-VIS spectre de solution.

Chapitre II : MATERIEL ET METHODE

Concentration de AgNO ₃ (10 ⁻²)	1	2	3	4	5
Volume de AgNO ₃			9ml		
Volume de l'extrait			2ml		
Volume de PVA			1ml		

Tableau3 : Effet de différente concentration

IV. Mécanisme de formation de nanoparticules d'argent :

Le mécanisme de formation des nanoparticules est tiré de la littérature en tenant compte du fait que l'extrait de la plante est très riche en polyphénols. La présence de Ag⁺ provoque l'oxydation des groupement hydroxyles pour former un complexe d'argent intermédiaire puis une quinone et des ions Ag⁺, ces dernier sont réduit en Ag métallique en présence d'électrons libres.

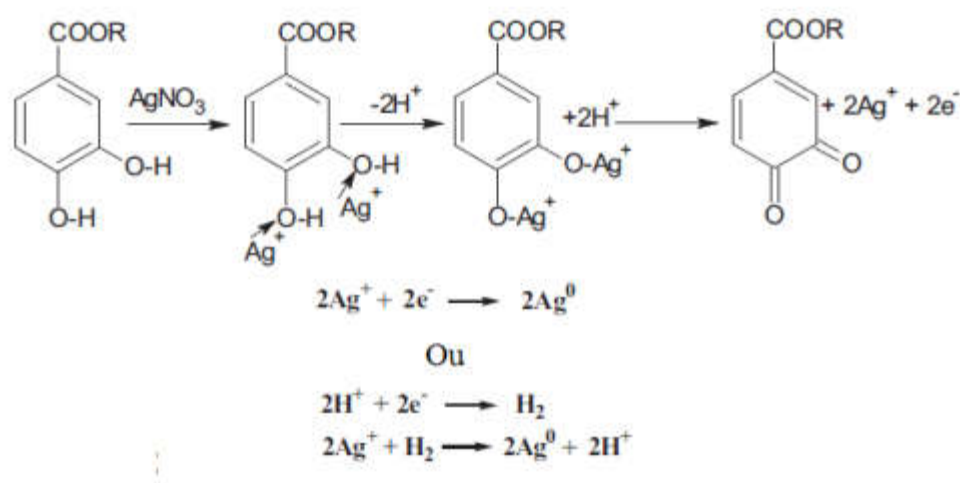


Fig16 : Mécanisme de la réaction d'AgNPs

Chapitre II : MATERIEL ET METHODE

La stabilité colloïdale des nanoparticules est assurée par l'interaction entre les hydrogènes du groupement phénolique de l'extrait aqueux et les nanoparticules d'argent chargées négativement et le polyvinyle alcool qui contient un groupement hydroxylé qui stabilisé les nanoparticules en suspension.

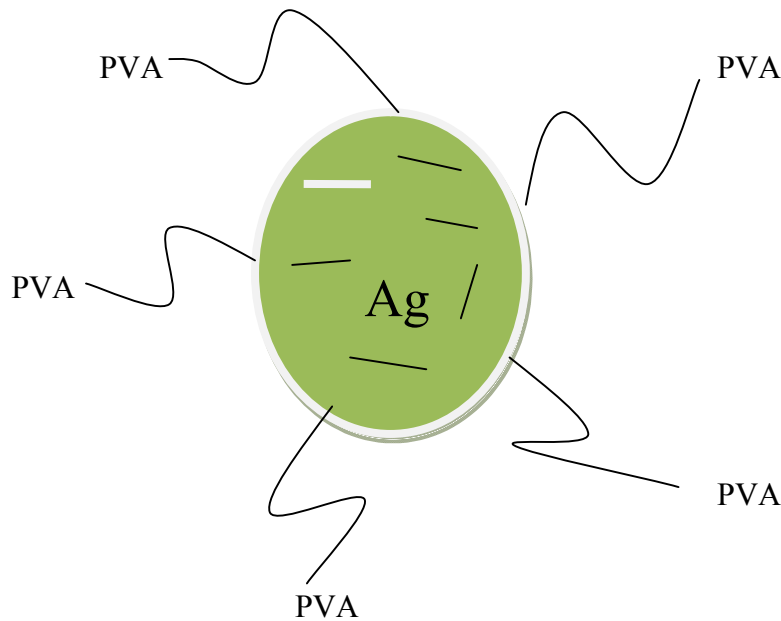


Fig17 : Mécanisme de stabilisation d'AgNPs

V. Caractérisation :

V.1. MEB-EDS

La morphologie et la composition de nanoparticules ont été mises en évidence par microscopie électronique à balayage - spectrométrie à rayons X à dispersion d'énergie. L'instrument de SEM (COXAM) fonctionnait à une tension d'accélération de 25 Kv avec un grossissement de 30 000 X et une grande distance (WD) de 14,900. Les nanoparticules d'argent ont été obtenues par centrifugation et séchées pour être placées à l'intérieur de grilles de carbone. EDS montrant la composition et le pourcentage de nanoparticules d'argent.

Chapitre II : MATERIEL ET METHODE



Fig18 : Appareil de MEB-EDS

V.2. Spectrophotomètre UV-visible :

La spectroscopie UV-Visible est la méthode incontournable et la plus simple d'utilisation dans l'identification des nanoparticules d'argent. En effet, les nanoparticules métalliques (argent, or, cuivre) présentent des propriétés optiques particulières liées à un effet classique d'exaltation du champ électrique [20]., souvent appelé confinement diélectrique. Les spectres d'absorbance d'échantillons contenant des nanoparticules d'argent sont systématiquement observés dans les études.



Fig 19: Appareil de UV-visible

Chapitre II : MATERIEL ET METHODE

V.2.2. Absorbance de nanoparticules d'argent :

Les nanoparticules disposent d'un plus grand nombre d'atomes, et donc d'électrons libres en surface par rapport à des objets macroscopique. L'excitation de la surface métallique par la lumière provoque la vibration collective des électrons en surface. L'excitation des électrons p révoque une vibration, une résonance à une certaine longueur d'onde. Les électrons résonnent et la longueur d'onde concernée est ainsi absorbée : c'est ce que l'on observe en spectroscopie UV-Visible (résonance plasmon de surface).

V.3. Zeta sizer :

Pour estimer la distribution granulométrique et le potentiel zêta, une solution colloïdale de nanoparticule a été soumise à une acquisition de données à l'aide du Zeta Sizer Nano Instrument (Malvern) et les mesures ont été prises à 532 nm, 35 ° C avec un angle de détection de 90 °.

V.4. DRX :

Analyse par diffraction des rayons X (DRX) de pellicules revêtues de gouttes de poudre séchée d'argent nanoparticules sur des lames de verre a été réalisée sur un instrument de diffraction des rayons X fonctionnant à 45 kV et 40 mA avec rayonnement $\text{CuK}\alpha$.

Le balayage a été effectué dans la région de 2θ entre 30 et 80 à $0,02^\circ / \text{minute}$. et la constante de temps était de 2 secondes

VI. Activité antibactérienne :

VI.1. La définition des bactéries :

Les bactéries typiques sont des organismes unicellulaires procaryotes. Elles n'ont pas de noyau et leur génome est le plus petit des cellules vivantes. Les bactéries se divisent en eubactéries et en archaebactéries.

Enveloppe rigide assurant l'intégrité de la bactérie. Elle est responsable de la forme des cellules. Elle protège des variations de pression osmotique. Elle est absente chez les Mollicutes, (*Mycoplasma*). La paroi permet la différenciation de deux grands types de bactéries. En effet, la distinction entre bactéries à gram positif et à Gram négatif repose sur une différence décomposition pariétale.

Chapitre II : MATERIEL ET METHODE

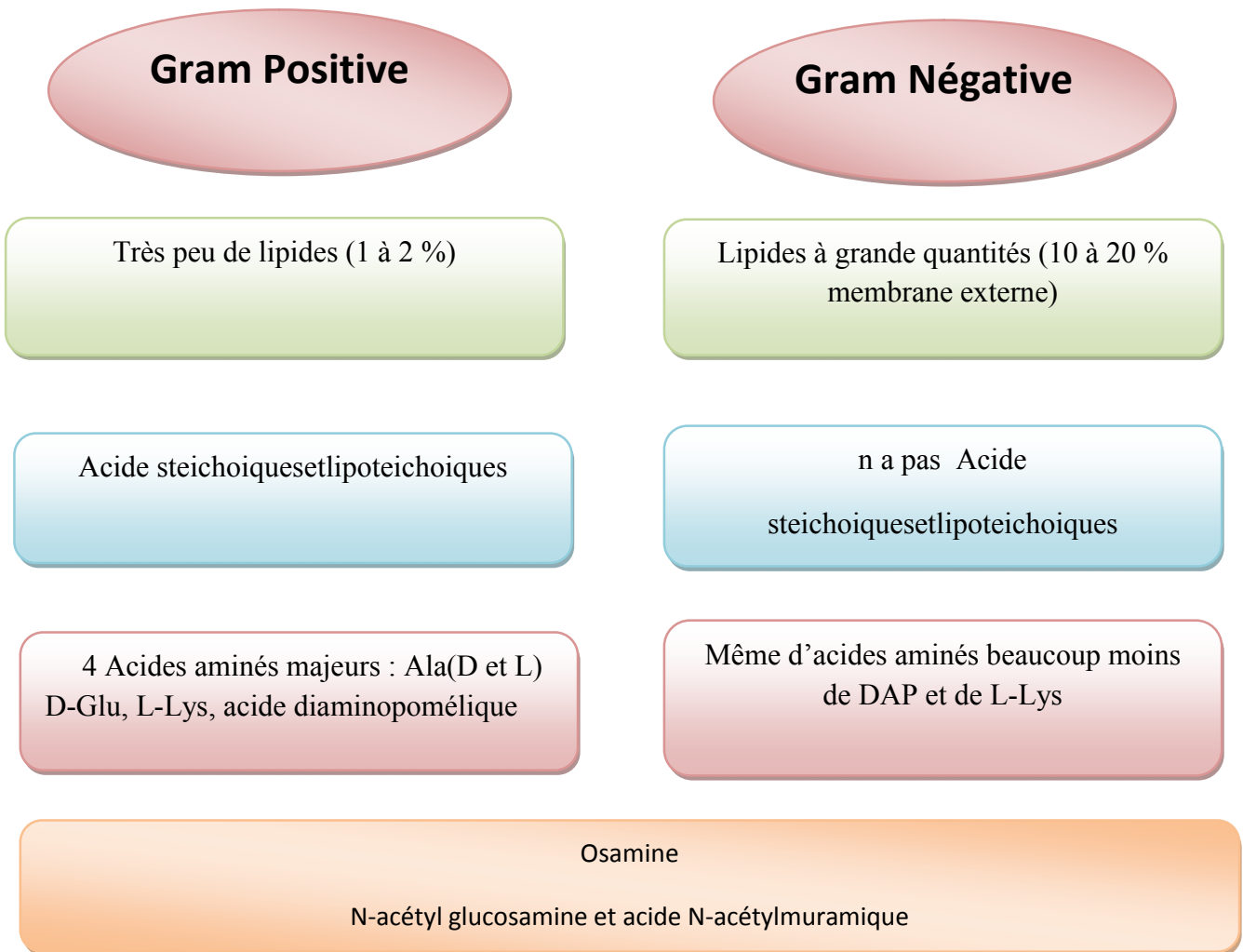


Fig20:la différence entre gram positive et gram négative

Les nanoparticules d'argent synthétisées à l'aide de l'extrait de feuilles de thymus et polyvinyle alcool ont été testées pour déterminer leur activité antibactérienne par la méthode standard de diffusion de puits d'agar. Escherichia coli, bacillus et

ce sont des bactéries pathogènes pour l'homme ont été utilisées comme éprouvette.

Le puits B était chargé de extrait de plante, (60 uL) comme positif le contrôle et le puits A était chargé avec 60 uL d'argent nanoparticules pour vérifier l'activité antibactérienne. Les assiettes ont été incubées à 37 ° C pendant une nuit et les zones d'inhibition ont été observées.

Chapitre II : MATERIEL ET METHODE

VII. Conclusion :

Comme nous le montre l'étude bibliographique, les nanoparticules métalliques trouvent des applications dans un large domaine d'applications. En fonction des applications visées, elles peuvent être obtenues par diverses méthodes présentant des avantages et des inconvénients.

La synthèse des nanoparticules métalliques via les techniques de chimie colloïdale reste la plus efficace, la plus fiable et la plus polyvalente. On a présenté les différentes méthodes de synthèses des nanoparticules et par la suite on a parlé en générale sur la nanoparticule d'argent et ces applications.

Chapitre II : MATERIEL ET METHODE

Reference:

- [1] Quezel P., et Santa S. 1963. Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales. Ed Centre National de la recherche scientifique.
- [2] Djerroumi A., et Nacef M. 2004. 100 plantes médicinales d'Algérie. Ed *Palais du livre*. P 135 -131
- [3] Aravinthan, A., Govarathanan, M., Selvam, K., Praburaman, L., Selvankumar, T., Balamurugan, R., et al. (2015). Sunroot mediated synthesis and characterization of silver nanoparticles and evaluation of its antibacterial and rat splenocyte cytotoxic effects. *International Journal of Nanomedicine*, 10, 1977-1983.
- [4] Duraipandiyan, V., Ignacimuthu, S., Balakrishna, K., & Al-Harbi, N. A. (2012). Antimicrobial activity of *Tinospora cordifolia*: an ethnomedicinal plant. *Asian Journal of Traditional Medicine*, 7, 1-7.
- [5] Sosa, I.O., Noguez, C., Barrera, R.G., 2003. Optical properties of metal nanoparticles with arbitrary shapes. *J. Phys. Chem. B* 107,6269–6275
- [6] Aslan, K., Perez-Luna, V.H., 2002. Surface modification of colloidal gold by chemisorption of alkanethiols in the presence of a nonionic surfactant. *Langmuir* 18, 6059–6065.
- [7] Philip, D., 2010. Green synthesis of gold and silver nanoparticles using *Hibiscus Rosa sinensis*. *Physica E* 42, 1417–1424.

Chapitre I I I: RESULTAT ET DESCUSION

CHAPITRE III : RESULTAT ET DISCUSSION

I. Introduction :

Dans ce chapitre on va choisi d'utiliser la méthode par réduction chimique car celle ci reste plus adaptée aux différentes applications visées dans cette étude.

La synthèse de nanoparticules par réduction chimique est sans contredit la technique la plus utilisée pour former des solutions colloïdales de nanoparticules métalliques.

De plus, parmi toutes les techniques de synthèse, elle offre probablement le meilleur contrôle de taille, de forme et la meilleure versatilité.

II. UV-visible spectrophotomètre :

Ajout de 100 ml de thymus extrait aqueux en solution aqueuse de Nitrate d'argent à la concentration finale 1 mM , viré au jaune pâle couleur du filtrat de extrait à la couleur brun rougeâtre dans les 48 heures. Ce résultat indique la formation et dépôt de AgNPs d'argent alors que la couleur originale du nitrate d'argent (contrôle négatif) reste inchangé.

Habituellement, la formation de AgNPs est détectée par l'observation du changement de couleur de la réaction moyen de incolore à jaune ou brun foncé. Le changement de couleur de la solution est dû à excitation des vibrations de Plasmon de surface des AgNPs.

La spectrométrie UV – visible a montré des spectres d'absorption optique AgNPs allant de 300 à 600 nm. Le spectre d'absorption montrer un pic symétrique exceptionnel autour de 425 nm. C'est à la suite de la résonance plasmonique de surface des AgNPs .

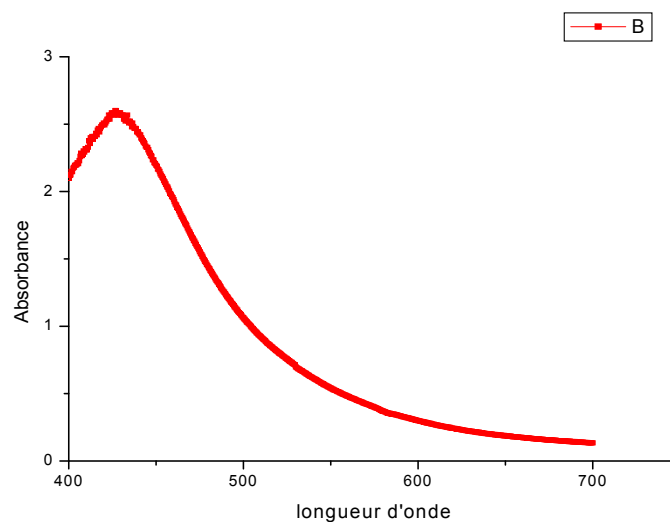


Fig21: Spectromètre UV –VISIBE

CHAPITRE III : RESULTAT ET DISCUSSION

III. Cinétique du temps :

Le changement de couleur du jaune clair au brun a été remarqué à 1h heure d'addition d'extrait de plante au nitrate d'argent Solution. Les pics obtenus dans les 420–440 confirmés la biosynthèse de nanoparticules d'argent. L'intensité des pics augmente avec l'augmentation dans le temps, ce qui indique la génération de plus en plus de nanoparticules et la stabilité de la bio nanoparticule synthétisée. L'augmentation de l'absorbance était plus élevé pendant les intervalles de temps de 2h à 4 h et 4 h–12 h et plus tard après Une augmentation de l'absorbance de 12 h a été observée, mais le taux était plus lent comparé à l'intervalle de temps de 2 à 8 h. L'augmentation en intensité pourrait être attribuée par réduction du nitrate d'argent à nanoparticules d'argent dans la solution. L'augmentation de l'absorbance en fonction du temps reviens a l'augmentation de nombre des nanoparticules ce qui indiquer la réduction de nitrate d'argent a nanoparticules d'argent

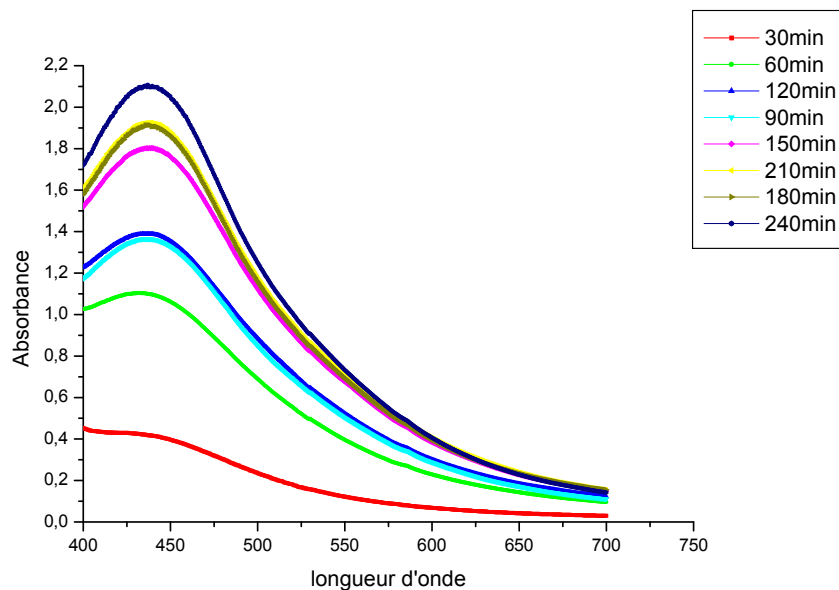


Fig22: spectre d'effet de temps sur la formation des AgNPs

IV. cinétique de température :

La production maximale de nanoparticules à différentes températures était entre 4 et 12 h. Les pics d'absorption maximum variaient pour les échantillons à différentes températures avec des concentrations constante d'extrait. Mais le pic maximum d'absorption pour les nanoparticules

CHAPITRE III : RESULTAT ET DISCUSSION

synthétisées à différentes températures n'a pas beaucoup varié. 446 nm pour les nanoparticules synthétisées à 20,30,40,50° C. 427 nm pour nanoparticules biosynthétisées à 60 C. À mesure que la température augmentait, la longueur d'onde d'absorbance maximale a également été diminuée; qui a indiqué la dépendance de la taille de nanoparticules avec la température. L'intensité a été observée être plus élevée pour les nanoparticules synthétisées haute température de 60 C suivi de 50, 40 et 30 C.

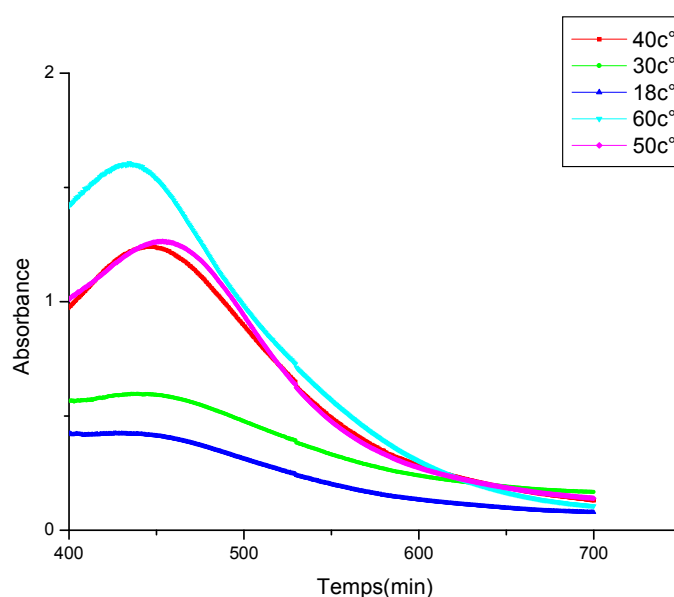


Fig23: Spectromètre d'effet de température sur la formation des AgNPs

V. cinétique de concentration de nitrate d'argent :

Dans toutes les expériences, l'addition d'extrait de plante dans les béchers contenant une solution aqueuse de nitrate d'argent ont conduit à le changement de couleur de la solution à jaunâtre à rougeâtre brun dans la durée de la réaction en raison de l'excitation des vibrations de plasmons de surface dans les nanoparticules d'argent.

Par addition de différentes concentrations de nitrate d'argent (1,2,3,4,5mM) a l'extrait de plante en gardant la concentration de l'extrait constante de 1 ml et la concentration de polymère aussi, la couleur de la solution est passée de la lumière pâle au brun jaunâtre et enfin au brun colloïdal indiquant la formation d'argent nanoparticules.

Des changements de couleur parallèles ont été observés lorsque différentes concentrations (1 mM à 5 mM) de nitrate d'argent étaient utilisés en maintenant constant l'extrait de plante

CHAPITRE III : RESULTAT ET DISCUSSION

(1 mL) et 2ml de polymère (PVA). L'apparence de la couleur brune était due à l'excitation de la surface Résonance Plasmon (SPR), typique des nanoparticules d'argent ayant des valeurs d'absorbance rapportées plus tôt dans le portée visible de 430nm.

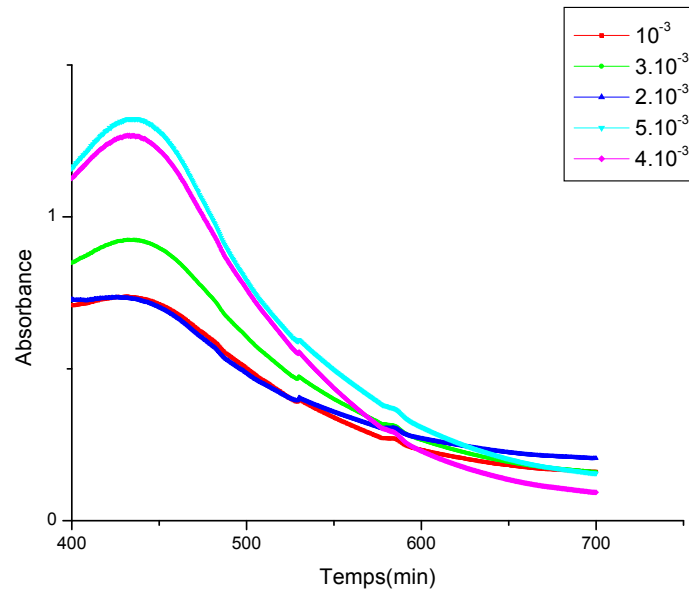


Fig24: Spectre d'effet de concentration sur la formation des AgNPs

VI . Zeta Sizer et zêta potentiel

La distribution granulométrique et la charge superficielle des nanoparticules d'argent ont été calculées à l'aide du seize zêta et du potentiel zêta. La figure () montre que les particules obtenues ont un indice de polydispersité faible (PDI) de 0,45 avec une estimation moyenne de 107 nm. Le potentiel zêta des nanoparticules d'argent était de -5,76 mV et prouve que les molécules présentes la surface des nanoparticules d'argent contiennent des groupes chargés négativement ; cette charge négative est également responsable de la stabilité des nanoparticules.

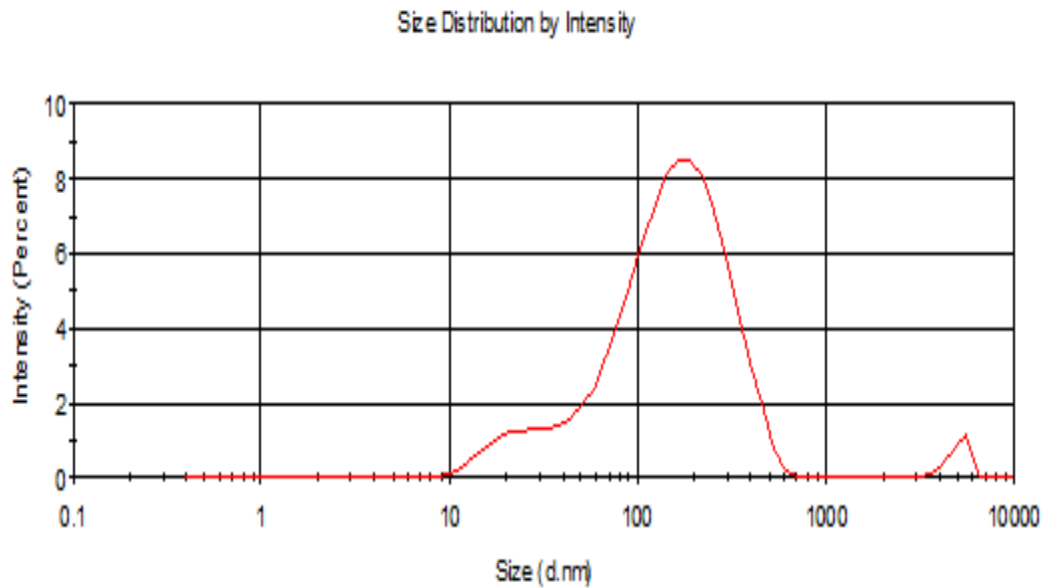


Fig25: Zeta Sizer d'AGNPs synthétise

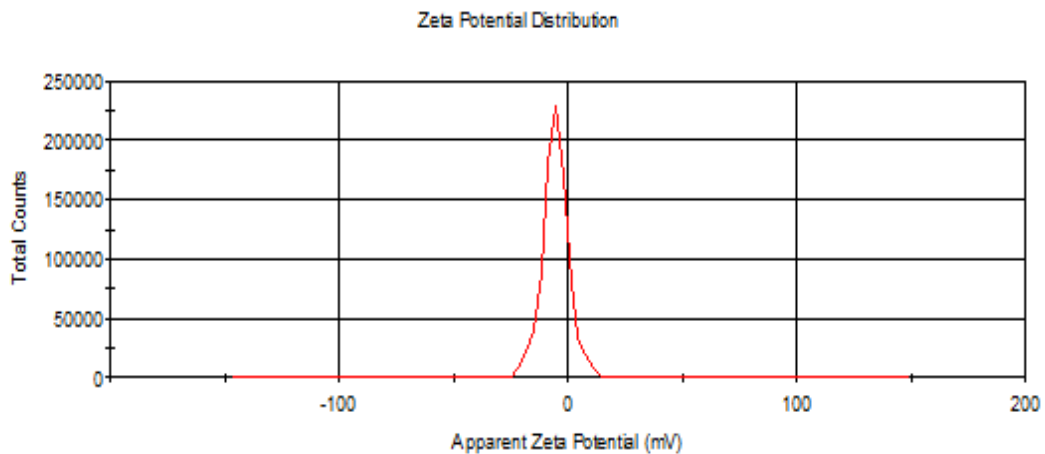


Fig26: Zeta potentiel d'AGNPs synthétise

VII. DRX

La figure(27) montre la XRD confirmant l'existence de colloïdes d'argent dans l'échantillon. Les réflexions de Braggs étaient observé dans le schéma de diffraction XR à $2\theta = 38,14, 44,4$ et $64,5,77,3$ Ces réflexions de Braggs indiquaient clairement la présence de (111), (200), (220) et (311) ensembles d'avions en treillis et plus loin sur la base qu'ils peuvent être indexés comme cubique visage centré (FCC) structure d'argent. D'où le schéma de XRD donc clairement illustré que les nanoparticules d'argent formées dans ce la synthèse présente est de nature cristalline

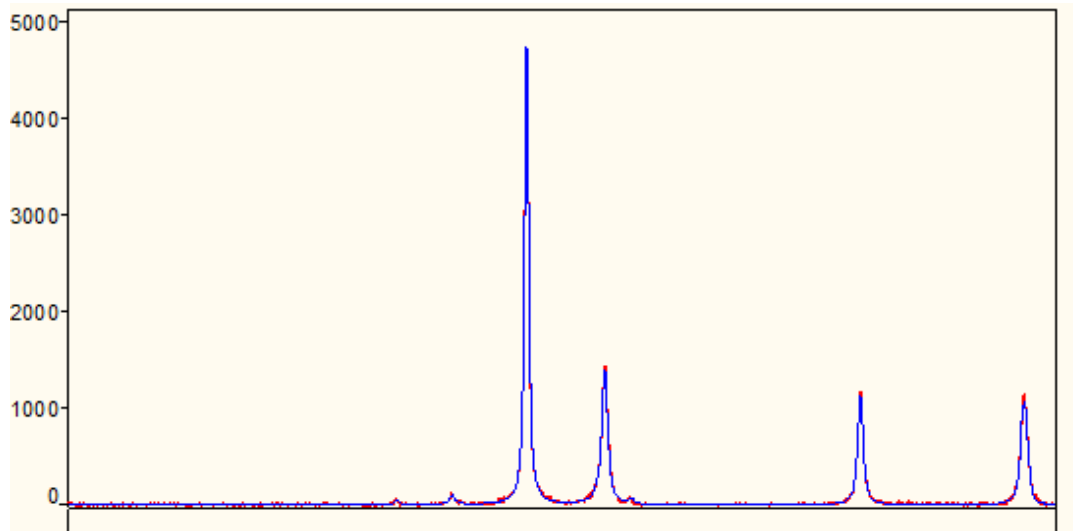
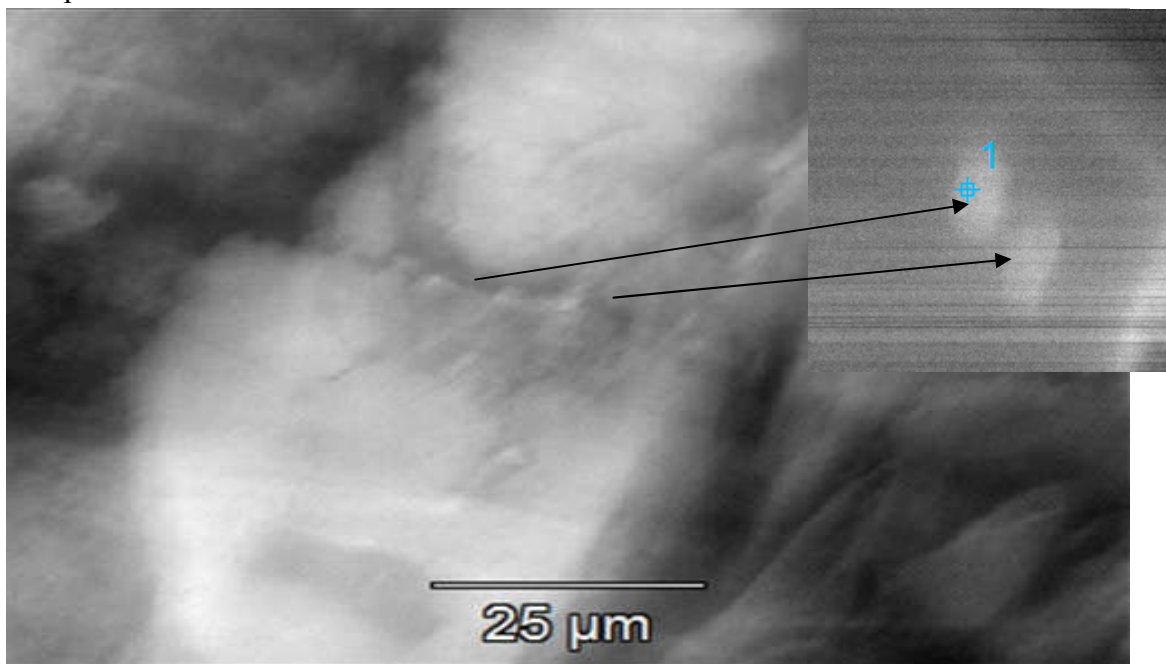


Fig27: DRX des AGNPs

VIII. Microscope électronique a balayage- EDS

La figure (28) présente La morphologie de nanoparticules d'argent par MEB avec une accélération de voltage 20 kV et magnification 2000 (25um) montré que les nanoparticules d'argent a une surface sphérique avec une taille hydrodynamique 107nm qui déjà prouver par Zeta size.

EDS de nanoparticules d'argent a été trouvé une pourcentage très important de l'argent 63.3% , oxygène 30.8%,carbone 6%.la présence des atome de carbone et l'oxygène établis que notre nanoparticules est coiffer par les biomolécules qui présenté sur la surface des nanoparticules.



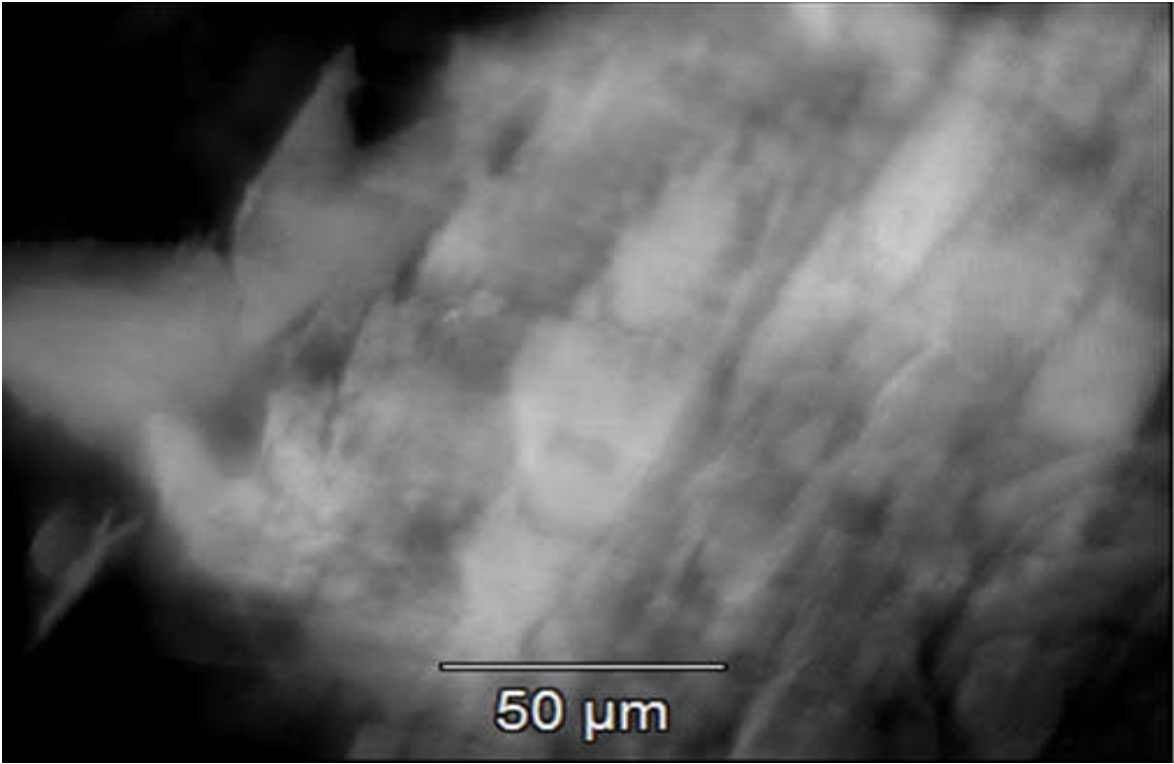


Fig28 :microscope électronique à balayage des nanoparticules

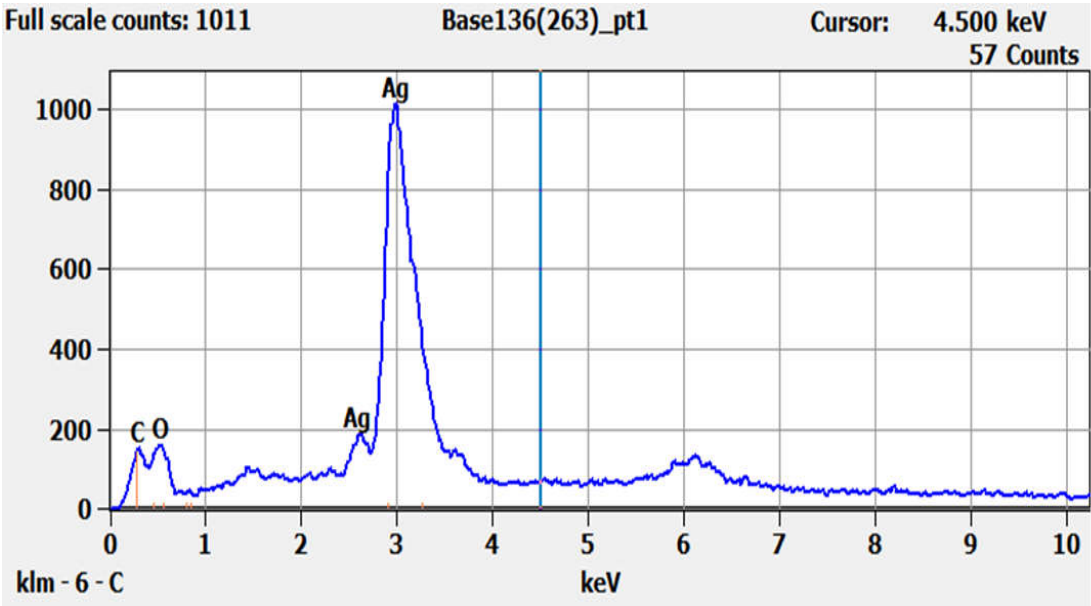


Fig29: EDS des AgNPs synthèse

CHAPITRE III : RESULTAT ET DISCUSSION

IX. Activité antibactérienne :

L'effet inhibiteur renommé de l'argent est connu pour de nombreuses années et utilisé pour diverses applications médicales (Geethalakshmi et Sarada, 2012). Afin d'examiner l'activité antibactérienne des nanoparticules d'argent synthétisées utilisant l'extrait de feuilles de plante, méthode de diffusion de puits était employé (Fig.). 60 ul de nanoparticules d'argent étaient chargé dans le puits A et 60ul de extrait (en tant que contrôle positif) ont été chargés dans le puits B. La zone d'inhibition observée autour du puits A englobé l'antibactérien potentiel des SNP; c'était comparable à celui autour du puits B.

Il existe différents mécanismes proposés dans la littérature pour l'effet antibactérienne des SNP. Patil et al., 2012 ont affirmé que la mort cellulaire résultant de l'exposition aux SNP pourrait être due à la désorganisation de la membrane cytoplasmique et la conséquence, fuite de diverses biomolécules telles que les acides aminés, les protéines et glucides. En outre, ils ont indiqué que la cellule la mort pourrait être due à l'inhibition de divers facteurs essentiels les enzymes. Le changement de perméabilité de la membrane causé par l'action des nanoparticules d'argent en fonction de la conductivité a été étudié par Krishnaraj et al. (2010). Leur étude a conclu que la haute conductivité des cellules traitées avec des SNP était due à la libération de composants cellulaires présents à l'intérieur des cellules. Tamboli et Lee, 2013 ont démontré que le traitement antibactérienne L'effet des SNP était dû à la rupture de l'acide double brin Les molécules d'ADN présentes dans les bactéries. Le prononcé effet antibactérien dans la présente étude peut fournir une nouvelle plate-forme dans le domaine du développement de nouvelles antibactériennes drogues.

Les bactéries	E.C SAP modifie	B.C SAP modifie	B.C	S.A
L diamètre d'inhibition	12mm	11mm	26mm	20mm

Tableau 4 : le diamètre d'inhibition contre des différentes bactéries Bacillus, Staphylocoques et Escherichia coli

CHAPITRE III : RESULTAT ET DISCUSSION

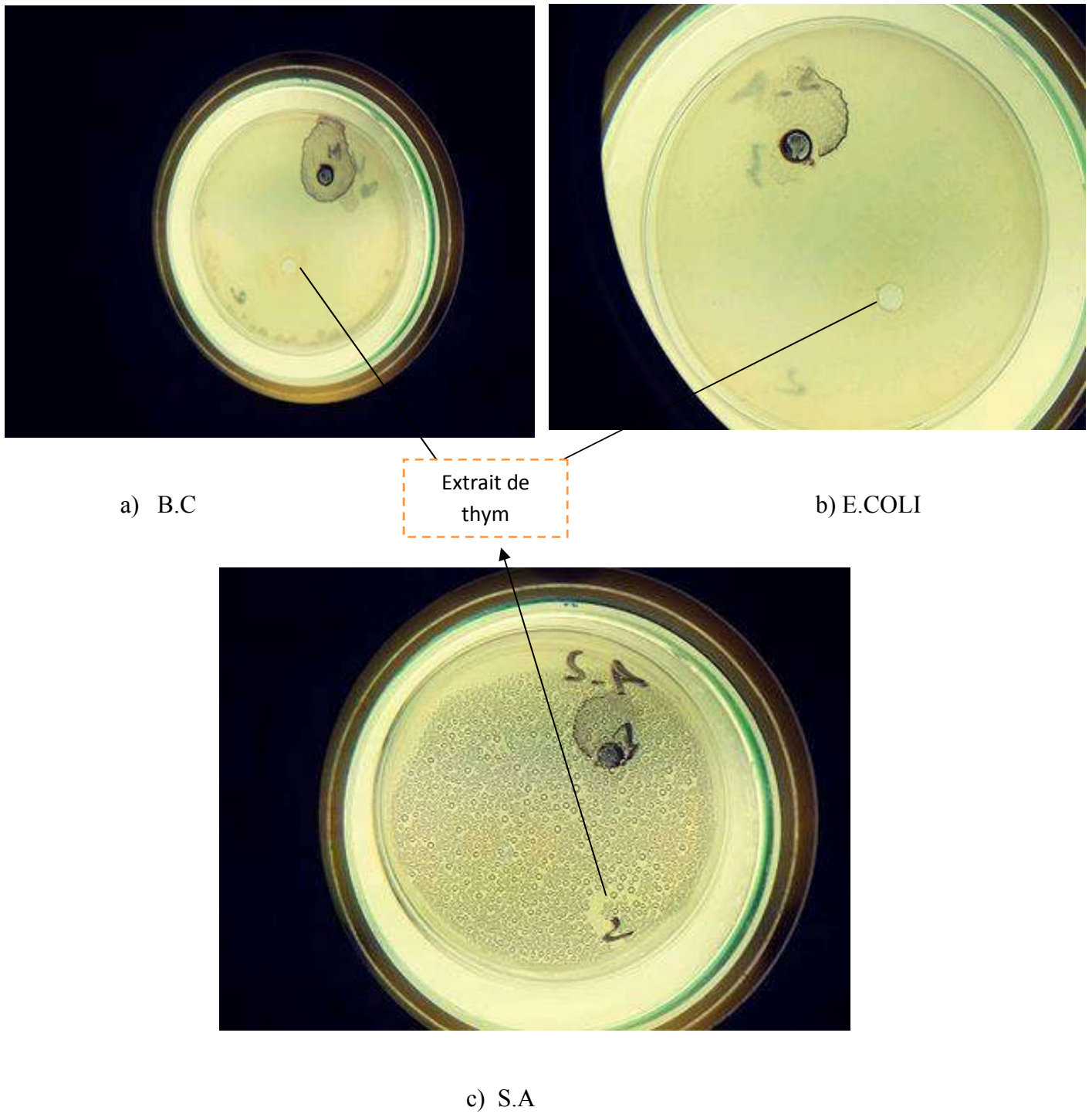


Fig 28: zone d'inhibition contre a) Bacillus, b) Escherichia coli et c) Staphylocoques

CHAPITRE III : RESULTAT ET DISCUSSION

Référence :

- [1] Kelly, K.L., Coronado, E., Zhao, L.L., Schatz, G.C., 2003. The optical properties of metal nanoparticles: the influence of size, shape, and dielectric environment. *J. Phys. Chem. B* 107, 668–677.
- [2] Neveen, M., Khalil, 2013. Biogenic silver nanoparticles by *Aspergillus terreus* as a powerful nanoweapon against *Aspergillus fumigatus*. *Afr. J. Microbiol. Res.* 7, 5645–5651.
- [3] Birla, S., Gaikwad, S., Gade, A., Rai, M., 2013. Rapid synthesis of silver nanoparticles from *Fusarium oxysporum* by optimizing physiocultural conditions. *Sci. World J.*, 2013.
- [4] Ibrahim, H. M. (2015). Green synthesis and characterization of silver nanoparticles using banana peel extract and their antimicrobial activity against representative microorganisms. *Journal of Radiation Research and Applied Sciences*.
- [5] F. Benakashani , A.R. Allafchian , S.A.H. Jalali (2016). "Biosynthesis of silver nanoparticles using *Capparis spinosa* L. leaf extract and their antibacterial activity." *Karbala International Journal of Modern Science* 2: 251-258.
- [6] Dulen Saikia, P. K. G., Pallabi Phukan, Nilave Bhuyan, and J. S. Sangeeta Borchetia (2015). "Green synthesis of silver nanoparticles using Asiatic Pennywort and *Bryophyllum* leaves extract and their antimicrobial activity." *Adv. Mater. Lett* 6: 260-264.
- [7] Amit Kumar Mittal, J. B., Sanjay Kumar, Uttam Chand Banerjee (2013). "Biosynthesis of silver nanoparticles: elucidation of prospective mechanism and therapeutic potential." *Journal of Colloid and Interface Science*: 1-33.
- [8] Philip, D., 2010. Green synthesis of gold and silver nanoparticles using *Hibiscus Rosa sinensis*. *Physica E* 42, 1417–1424..
- [9] Duraipandiyan, V., Ignacimuthu, S., Balakrishna, K., & Al-Harbi, N. A. (2012). Antimicrobial activity of *Tinospora cordifolia*: an ethnomedicinal plant. *Asian Journal of Traditional Medicine*, 7, 1-7.

[10] J.S. Kim, E. Kuk, K.N. Yu, J.H. Kim, S.J. Park, H.J. Lee, S.H. Kim, Y.K. Park, Y.H. Park, C.Y. Huwang, Y.K. Kim, Y.S. Lee, D.H. Jeong, M.H. Cho, Antimicrobial effects of silver nanoparticles, *Nanomed. Nanotechnol. Biol. Med.* 3 (2007) 95–101.

CONCLUSION GENERALE :

Les AgNP ont été synthétisés avec succès à l'aide d'un extrait de feuille de plante médicinale. Les AgNPs synthétisés sont de nature cristalline, polydispersés et présentent une bande de SPR d'énergie à environ 444 nm, en fonction des paramètres contrôlables. La synthèse s'avère efficace en termes de temps de réaction ainsi que la stabilité des AgNPs. Le processus de synthèse, la formation de AgNPs dépend de manière critique du pH, la température, la concentration de réactif et le temps de la réaction. En modifiant ces paramètres environnementaux, la taille et la forme des nanoparticules synthétisées peuvent être modifiées. La synthèse des AgNPs s'accroît avec le temps à une température plus élevée et à un pH alcalin.

La présente étude a établi la synthèse bio-réductive de nanoparticules d'Ag en utilisant un simple extrait d'eau de plante. Cet ingrédient naturel facilement disponible permet de synthétiser des nanoparticules Ag sphériques stabilisées par PVA et extrait de la plante. Les matières organiques solubles dans l'eau présentes dans le matériel végétal étaient principalement responsables de la réduction ainsi que de la stabilisation des ions Ag en nanoparticules, confirmées par spectroscopie FTIR. La taille et la forme des nanoparticules ont été étudiées à l'aide de mesures MEB et zeta sizer. Le modèle de XRD a confirmé la structure de réseau cubique à faces centrées des nano-cristaux d'argent. Les nanoparticules synthétisées ont montré un effet bactéricide très efficace contre les trois types de bactéries marquées au Gram. Les nanoparticules d'argent préparées de cette manière ont également montré des propriétés raisonnables. Tous ces résultats démontrent que les bio-ingrédients présents dans l'extrait de plante étaient efficaces pour la synthèse de nanoparticules d'Ag avec une efficacité d'activité antibactérienne.

Résumé :

Des nanoparticules d'argent (AgNPs) ont été synthétisées à l'aide d'extrait aqueux de feuilles de plantes et de sel d'argent. DRX, SEM, et L'absorption optique ont été mesurées et analysées. Les AgNP synthétisés présentent la bande d'absorption d'énergie à 444 nm. Les effets de divers paramètres, le pH de la réaction, le rapport des réactifs, la température et le temps d'interaction sur la synthèse des AgNP ont été étudié. Il a été constaté que la formation de AgNP augmentait avec le temps à une température plus élevée et à un pH alcalin. Il a été constaté que les AgNPs formés avaient une activité antibactérienne améliorée. présente une zone d'inhibition contre les bactéries gram positive (bacillus, staphylococcus aureus) et gram negative (Escherichia coli). Sur la base des résultats obtenus, on peut conclure que les ressources obtenus à partir de plantes peuvent être utilisés efficacement dans la production de AgNPs et pourraient être utilisé dans divers domaines tels que biomédical et nanotechnologie.

Astract :

Silver nanoparticles (AgNPs) were synthesized using aqueous extract of plant leaves and silver salt. XRD, SEM, and optical absorption were measured and analysed. The synthesized AgNPs exhibits energy absorption band at 444 nm. The effects of various parameters, reaction pH, reactants ratio, temperature and interaction time on the synthesis of AgNPs were studied. It was found that the formation of AgNPs enhanced with time at higher temperature and alkaline pH. The AgNPs formed were found to have enhanced antibacterial properties and showed zone of inhibition against positive gram (bacillus, staphylococcus aureus) and negative gram (Escherichia coli). Based on the results obtained, it can be concluded that the resources obtained from plants can be efficiently used in the production of AgNPs and could be utilized in various fields such as biomedical and nanotechnology.

ملخص:

تم تصنيع الجسيمات النانوية الفضية (AgNPs) باستخدام المستخلص المائي للأوراق النباتية والملح الفضي. تم قياس وتحليل DRX، SEM، والامتصاص البصري. يُظهر AgNP المُصنَّع نطاق امتصاص الطاقة عند 444 نانومتر. تمت دراسة آثار المعلمات المختلفة، ودرجة الحموضة التفاعل، ونسبة الكواشف، ودرجة الحرارة ووقت التفاعل على توليف AgNP. لقد وجد أن تكوين AgNP يزداد مع مرور الوقت عند درجة حرارة أعلى ودرجة الحموضة القلوية. تم العثور على AgNPs التي تم تشكيلها لتعزيز النشاط المضاد للبكتيريا، والتي تظهر منطقة تثبيط ضد الجرام (عصيات، المكورات العنقودية الذهبية) والبكتيريا سالبة الجرام (الإشريكية القولونية). على أساس النتائج التي تم الحصول عليها، يمكن أن نستنتج أن الموارد التي تم الحصول عليها من النباتات يمكن استخدامها بشكل فعال في إنتاج AgNPs ويمكن استخدامها في مجالات مختلفة مثل الطب البيولوجية وتكنولوجيا النانو.