

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
جامعة عين تموشنت بلحاج بوشعيب
Université - Ain Témouchent - BELHADJ Bouchaib -
Faculté des Sciences et de Technologie
Département de Science de la Matière



Projet de Fin d'Etudes

Pour l'obtention du diplôme de Master en : chimie

Domaine : Science de la matière

Filière : Chimie

Spécialité : Chimie Macromoléculaire

Thème

Synthèse Verte et application de Nanocomposites silice argent

Présenté par :

Soutenu en : 23/06/2022

Mlle. ZAARAT Nabila

Mlle. SENOUCI Ikram

Devant le jury composé de :

Dr. KIBOU Zahira

MCB

U.A.T.B.B(Ain-Temouchent)

Présidente

Dr. REMDANI Nassima

MCA

U.A.T.B.B(Ain-Temouchent)

Examinatrice

Dr. BOUSALEM Smain

Professeur

U.A.T.B.B(Ain-Temouchent)

Encadrant

Année Universitaire 2021/2022

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Remerciements

Avant tous nous tenons à remercier Allah tout puissant de nous avoir accordé

La force, le courage et les moyens pour accomplir ce travail.

*Un grand merci à Dr **Smain BOUSSALEM**, qui a l'honneur d'être notre encadreur et qui joué un grand rôle dans la réalisation de ce travail.*

*Un merci spécial et sincère à Co-encadreur **Yousra TAIEB AMARA**, qui m'a accueilli dans son laboratoire et m'a donné des précieux conseils scientifiques, sans oublier le Dr **Mohammed BELDJILALI** pour son apport et aidé sur la technique d'analyse UV-Visible*

Je souhaite aussi remercier les membres du jury pour Avoir accepté et pris le temps de juger notre travail :

KIBOU Zahira : Maître de Conférences au Université Belhadj Bouchaib d'Ain Témouchent pour l'honneur d'accepté de présider le jury.

REMDANI Nassima : Maître de Conférences au Université Belhadj Bouchaib d'Ain Témouchent pour l'honneur qui m'a fait en acceptant d'examinéce travaille.

Merci à tous les ingénieurs du laboratoire, et les doctorantes

Najla, Mariéme, Ikram.Fatima, Fatiha.

Enfin nous tenons à remercier l'ensemble des enseignants du département des sciences de la matière pour la formation qu'ils nous ont assurés tout Lelong de notre cursus universitaire Belhadj

Bouchaib d'Ain Témouchent.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail

*Pour **ma Mère** qui représente la lumière de notre existence L'étoile brillante de notre réjouissance et ma vie, Je te dédie ce travail en témoignage de mon profond amour. Puisse Dieu, le tout puissant, te préserver et t'accorder santé, longue vie et bonheur.*

*Pour **mon père** l'homme de ma vie, mon exemple éternel, mon soutien moral et source de joie et de bonheur, celui qui s'est toujours sacrifié pour me voir réussir, Que Dieu te protège*

*A ma belle sœur : **Asmaa***

*A mon cher frère : **Merouane***

*Ainsi, aux personnes qui m'ont toujours aidé et encouragé à « **ma grand-mère** », « **mon grand-père** »*

*A toute ma famille particulièrement mes belles tantes « **Hafidha** » « **Samia** » « **fatma** » « **Djamila** » « **Sadia** » « **Fouzia** »*

*A mon binôme **ZAARAT Nabila**, ainsi qu'à toute sa famille*

A Mes très chers amis : Leila, Zahira, Toufik, Mohamed, Jalal.

Abderrahmane, Fouad, sans oublier les amis d'étude avec qui j'ai Partagé les beaux moments et qui m'ont toujours soutenu.

A tous ceux qui sont proches de mon cœur et dont je n'ai pas cité le nom, je vous dis merci.

Ikram

Dedicate

Dedicating my graduation to the teacher of humanity, our master and prophet Muhammad, may God bless him and grant him peace.

*Dedication to the man of my life, my eternal example, my moral support and source of happiness the best example of the head of family the one who always sacrificed to see me succeed, for the owner of a fragrant and enlightened thought, my treasure. (**My dear father**).*

*To the one who put me on the path of life, who took care of me until I grew old, sacrificed for me and strove of my happiness, to my mother the pure angel, meaning of love. (**My dear mother**).*

*To my brothers, my back protectors, my soulmates, my wall that I rely on for my weakness, my strength, my refuge after God, my medicine that makes my life happy, the red line for me, (**Mohammed Amine**). (**Abdel mounaiem**). (**Seif El-Din Fouad**).*

*To the soul of my grandparents, and my dear souls (**Zahra, Mohammed**), "**bouabdallah**" and "**Miloud**" may God have mercy on them.*

*To the good friend who shared this work with me (**Senouci Ikram**).*

*To all those who were with me on the path of success and goodness my dear friends: "**Fouad, Abderrahmane, Zahira, Moustapha**.*

*To all the "**Fethi**" family, especially my grandparents (**Aisha, bouhdjar**).*

*There are only a few steps to finish my academic career; I dedicate my graduation to the family whose name I am proud to bear "**ZAARAT**".*

NABILA

Sommaire

Introduction Générale	2
Références	4
CHAPITRE I : RAPPEL BIBLIOGRAPHIQUE.....	6
Introduction	7
I. Les nanoparticules d'argent.....	7
I. 1. La biosynthèse des nanoparticules d'argent	7
a) Les plantes.....	8
b) Les champignons.....	9
c) Les bactéries.....	9
I. 2. Autre synthèse	9
I. 3. Propriétés physis-chimique des nanoparticules d'argent.....	10
I. 4. Propriétés optiques	11
I. 5. Application des nanoparticules d'argent.....	12
II. Les matériaux nanocomposite	12
II. 1. Définition.....	12
II. 2. les Différents types de nanocomposite	13
II. 3. Les composite à base des matériaux mésoporeux	14
II.4. Les nanocomposite-nanoparticules.....	14
III. 1. Activité catalytique	15
IV. Les différents Technique de caractérisation des nanocomposite	16
a) Diffraction des rayons X (DRX)	16
b) La microscopie électronique à balayage (MEB)	16
c) Spectroscopie UV-Visible	16
d) Analyse thermogravimétrique (ATG)	17
e) La spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).....	17
Conclusion	18
Références	19
CHAPITRE II :	24
Matériels et Méthodes	24
Introduction	25
I. Matériel utilisé.....	25
I. 1. Matériel biologique	25
a) Définition :	25

b) Composition chimique de feuille <i>Mentha-aquatica L</i>	26
I. 2. Matériel chimique.....	26
a) Matériaux mésoporeux MCM-41	26
1. Définition	26
2. Propriété de matériaux MCM-41	27
b) Colorant utilisé.....	27
c) Bleu de Méthylène.....	27
II. Méthodes	27
II. 1. Préparation de l'extrait des feuilles de <i>Mentha aquatica</i>	27
II. 2. Préparation de silice mésoporeuse MCM-41 calciné	27
II. 3. Synthèse de nanocomposite MCM41-AgNPs.....	28
III. Caractérisation.....	29
III. 1. UV-Visible	29
IV. Etude de la dégradation de BM	29
1. Effet de catalyseur	29
2. Effet de la concentration de NaBH ₄	30
3. Effet de la concentration de colorant BM.....	30
Conclusion	31
Références	32
CHAPITRE III :.....	33
Résultats et Discussion	33
Introduction	34
I. Propriété structural	34
II. Etude catalytique de la dégradation de BM.....	35
II. 1. Etalonnage de colorant BM.....	35
II. 2. Effet de catalyseur	36
II. 3. Effet de NaBH ₄	38
II. 4. Effet de colorant BM	39
III. Etude comparative avec d'autres catalyseurs étudiés	40
Conclusion	41
Références	42
Conclusion générale	43
RÉSUMÉ.....	45

Liste des abréviations

NPs	Les nanoparticules
Ag	Le métal d'argent
AgNPs	Les nanoparticules d'argent
Mcm-41	Mobil composition Matter
AgNO₃	Nitrate d'argent
NaBH₄	Tétrahydruroborate de sodium (d'agent de réduction)
BM	bleu méthylène (colorant)
SPR	La résonance plasmonique de surface
RM	Résonance magnétique
UV	L'ultra violet
UV-vis	L'ultra violet et visible
DRX	Diffraction des rayons X
RX	Les rayons X
ATG	L'analyse thermogravimétrique
MEB	Microscopie électronique à balayage
A	l'absorbance
λ	Longueur d'onde

Liste des figures

Figure 1: Organigramme de la synthèse générale des nanoparticules.....	8
Figure 2: Représentation schématique des deux grandes approches	10
Figure 3: Représentation de la résonance de plasmon de surfaces localisées	11
Figure 4: Utilisation de nanoparticules dans les objets des quotidiens.	12
Figure 5: Représentation d'un matériau composite avec les renforts en gris et la matrice en jaune.....	13
Figure 6: Les types des nanocomposites.....	13
Figure 7: Illustration schématique de la formation in situ de nanoparticules d'Ag à l'intérieur des canaux de pores de Mcm-41 Applications des composites à base des matériaux mésoporeux.	15
Figure 8: schéma de différente technique de caractérisation.....	16
Figure 9: Représentation schématique et image de Mentha aquatica L	25
Figure 10: Représentation schématique et image de Matériaux mésoporeux MCM-41.....	26
Figure 11: Structure chimique du bleu méthylène.....	27
Figure 12: Schéma illustrant le protocole de préparation in situ de MCM41-AgNPs par une voie biologique.....	28
Figure 13: Représenté l'appareil d'UV-Visible.....	29
Figure 14: (a) Diagrammes DRX du MCM-41 calciné, (b) Schémas Schéma DRX de AgNps synthétisé en utilisant l'extrait de feuille de menthe aquatique.	34
Figure 15: Schémas de DXR à grand angle d'AgNPs-MCM-41.	35
Figure 16: Courbe d'étalonnage du bleu méthylène.....	36
Figure 17: spectre de dégradation de BM en absence de catalyseur (2ml BM 10^{-4} M+1mL NaBH ₄ de 5 Mm).....	36

Figure 18: la dégradation de BM en fonction de différente quantité MCM41-AgNPs, (a) :3 mg, (b) : 2mg, (c) :1mg..... 37

Figure 19: Variation du spectre complet du MB à différentes concentrations de NaBH₄ en présence de MCM41-AgNPs, (a):1mM, (b):5mM, (c):10mM et (d):30Mm. 38

Figure 20: Spectres d'absorption UV-visible pour la dégradation catalytique du bleu de méthylène à différentes concentrations,(a):0,1mM, (b):0,08mM,(c):0,05mM et (d):0,01mM 39

Liste des tableaux

Tableau 1: Composition chimique des feuilles de <i>Mentha aquatica</i> L	26
Tableau 2: Les Propriété de matériaux MCM-41.....	27
Tableau 3: Représenté les différentes Masse de MCM-41-AgNPs utilisé en présence NaBH ₄ et BM	30
Tableau 4: Représenté les différentes concentrations de NaBH ₄ utilisé en présence de BM et MCM41-AgNPs.....	30
Tableau 5: Représenté les différentes concentrations de colorant BM utilisé en présence de NaBH ₄ et MCM41-AgNPs.....	30

Introduction générale

Introduction Générale

La nanotechnologie a permis de créer des matériaux de nouveaux de taille nanométrique présentant des propriétés optiques et électroniques distinctes de celles de leurs matériaux de base. La recherche sur les nanotechnologies se développe rapidement et progressivement, couvrant et ayant un impact sur tous les domaines de la vie [1,2].

Les matériaux à l'échelle nanométrique sont totalement nouveaux par rapport ceux des matériaux en vrac en raison de leurs propriétés dues à la taille et aux effets de surface [3,4].

L'amélioration et l'utilisation de la chimie verte dans la lutte contre la pollution est due au fait que les procédés écologiques sont écologiquement et économiquement plus rentables que les procédés traditionnels.

A ce jour, plusieurs procédés ont été utilisés dans ce domaine pour réduire cette pollution. L'adsorption sur support solide, la photocatalyse et l'oxydoréduction sont les méthodes les plus utilisées [5,6]. Parmi ces méthodes, la réduction catalytique utilisant des nanoparticules est la plus utilisée et la plus prometteuse en raison de sa simplicité et de sa rapidité de traitement [7]. Il a été démontré dans plusieurs études que les nanoparticules métalliques présentent des propriétés catalytiques remarquables via la réduction des polluants organiques grâce à leur petite taille et à leur rapport surface/volume élevé. Cependant, les nanoparticules présentent un problème majeur qui réside dans leur agrégation lorsqu'elles sont en solution, en raison des interactions qui existent entre elles. Pour éviter cette agrégation, la présence d'un agent stabilisant à leur surface est donc nécessaire [8,9]. L'agent stabilisateur peut être présent dès l'étape initiale de la formation des nanoparticules, afin de contrôler leurs propriétés.

Plusieurs supports ont été testés sur des nanoparticules métalliques telles que les argiles [10], les zéolites [8], les matériaux mésoporeux [11], l'oxyde de graphène [12], les oxydes métalliques poreux [13] et les polymères [14,15,16]. Récemment, les matériaux mésoporeux ont suscité un intérêt particulier en raison de leur grande surface spécifique importante et de leurs pores de plus grand diamètre.

En particulier, la silice mésoporeuse MCM-41 a connu de nombreuses applications, principalement en catalyse et comme support catalytique [17,18]. Ce matériau possède de nombreuses propriétés uniques telles qu'une surface élevée, un volume de pore, ainsi que des structures de pores parallèles et de forme idéale sans les complications d'un réseau.

Plusieurs méthodes ont été utilisées dans la littérature pour stabiliser les nanoparticules à la surface du MCM-41, L'imprégnation et la fonctionnalisation sont les méthodes les plus prometteuses et les plus utilisées pour disperser efficacement les nanoparticules.

Dans cette étude, des nanocomposite à base de MCM-41 calciné et d'AgNPs ont été préparés par une nouvelle méthode de synthèse verte. L'extrait de plante *Mentha aquatica* a été utilisé comme une source efficace pour la réduction des nanoparticules d'argent et leur incorporation sur la matrice de MCM-41 dans l'utilisation de la dégradation des polluants organiques.

Le mémoire qui rapporte ces travaux comporte trois chapitres :

- Le chapitre I regroupe les données bibliographiques concernant les nanoparticules et les nanocomposite.
- Le chapitre II concerne la préparation des nanocomposites à base des matériaux mésoporeux incorporés des nanoparticules d'argent et les techniques expérimentales utilisées
- Le chapitre III résultats et discussions

Références

- [1]: S. Baruah, J. Dutta, Nanotechnology applications in pollution sensing and degradation in agriculture: a review, *Environ. Chem. Lett.* 7 (2009) 191–204.
- [2]: M.N. Khan, O. Bashir, T.A. Khan, S.A. Al-Thabaiti, Z. Khan, CTAB capped synthesis of bio-conjugated silver nanoparticles and their enhanced catalytic activities, *J. Mol. Liq.* 258 (2018) 133–141.
- [3]: S.B. Khan, K.A. Alamry, E.N. Bifari, A.M. Asiri, M. Yasir, L. Gzara, R.Z. Ahmad, Assessment of antibacterial cellulose nanocomposites for water permeability and salt rejection, *J. Ind. Eng. Chem.* 24 (2015) 266–275.
- [4]: D. Kim, J. Jung, Y. Kim, M. Lee, J. Seo, S.B. Khan, Structure and thermal properties of octadecane/expanded graphite composites as shape-stabilized phase change materials, *Int. J. Heat Mass Transfer* 95 (2016) 735–741.
- [5]: M. Hachemaoui, B. Boukoussa, A. Mokhtar, A. Mekki, M. Beldjilali, M. Benaissa, F. Zaoui, A. Hakiki, W. Chaibi, M. Sassi, R. Hamacha, Dyes adsorption, antifungal and antibacterial properties of metal loaded mesoporous silica: effect of metal and calcination treatment, *Mater. Chem. Phys.* 256 (2020), 123704
- [6]: Y. Yuan, R. Tang Guo, L. Fei Hong, X. Yin Ji, Z. Sheng Li, Z. Dong Lin, W. Guo Pan, Recent advances and perspectives of MoS₂-based materials for photocatalytic dyes degradation: a review, *Colloids Surf. A Physicochem. Eng. Asp.* 611 (2021), 125836.
- [7]: F. Zaoui, F.Z. Sebba, M. Liras, H. Sebti, M. Hachemaoui, A. Mokhtar, M. Beldjilali, B. Bounaceur, B. Boukoussa, Ultrasonic preparation of a new composite poly(GMA) @Ru/TiO₂@Fe₃O₄: application in the catalytic reduction of organic pollutants, *Mater. Chem. Phys.* 260 (2021), 124146
- [8]: A. Mekki, A. Mokhtar, M. Hachemaoui, M. Beldjilali, M. fethia Meliani, H. H. Zahmani, S. Hacini, B. Boukoussa, Fe and Ni nanoparticles-loaded zeolites as effective catalysts for catalytic reduction of organic pollutants, *Microporous Mesoporous Mater.* 310 (2021), 110597
- [9]: M. Hachemaoui, A. Mokhtar, A. Mekki, F. Zaoui, S. Abdelkrim, S. Hacini, B. Boukoussa, Composites beads based on Fe₃O₄@MCM-41 and calcium alginate for enhanced catalytic reduction of organic dyes, *Int. J. Biol. Macromol.* 164 (2020) 468–479
- [10]: Y. Jiaying, N. Woldemar, S. M. Bernd, M. N. Marta, H. Yuxing, C. Mauro, Au nanoparticles supported on piranha etched halloysite nanotubes for highly efficient heterogeneous catalysis, *science Volume*, 2021, 149100
- [11]: B.K. Ghosh, S. Hazra, B. Naik, N.N. Ghosh, Preparation of Cu nanoparticle loaded SBA-15 and their excellent catalytic activity in reduction of variety of dyes, *Powder Technol.* 269 (2015) 371–378

- [12]: N.M. Dat, P.N.B. Long, D.C.U. Nhi, N.N. Minh, L.M. Duy, L.N. Quan, H.M. Nam, M. T. Phong, N.H. Hieu, Synthesis of silver/reduced graphene oxide for antibacterial activity and catalytic reduction of organic dyes, *Synth. Metals* 260 (2020), 116260,
- [13]: A. Gulati, J. Malik, Mandeep, R. Kakkar, Peanut shell biotemplate to fabricate porous magnetic Co₃O₄ coral reef and its catalytic properties for p-nitrophenol reduction and oxidative dye degradation, *Colloids Surf. A Physicochem. Eng. Asp.* 604 (2020), 125328.
- [14]: Sreelekha, E.; George, B.; Shyam, A.; Sajina, N.; Mathew, B. A Comparative Study on the Synthesis, Characterization, and Antioxidant Activity of Green and Chemically Synthesized Silver Nanoparticles. *Bionanoscience* 2021, 1–8.
- [15]: Venkateshaiah, A.; Havlíček, K.; Timmins, R.L.; Röhr, M.; Waclawek, S.; Nguyen, N.H.A.; Černík, M.; Padil, V.V.T.; Agarwal, S. Alkenyl succinic anhydride modified tree-gum kondagogu: A bio-based material with potential for food packaging. *Carbohydr. Polym.* 2021, 266, 118126.
- [16:] Jayappa, M.D.; Ramaiah, C.K.; Kumar, M.A.P.; Suresh, D.; Prabhu, A.; Devasya, R.P.; Sheikh, S. Green synthesis of zinc oxide nanoparticles from the leaf, stem and in vitro grown callus of *Mussaenda frondosa* L.: Characterization and their applications. *Appl. Nanosci.* 2020, 10, 3057–3074.
- [17]: R. d. S. Oliveira, F. F. Camilo, M. A. Bizeto, Encapsulation of Biosynthesized Nanosilver in Silica Composites for Sustainable Antimicrobial Functionality, *J. Solid State Chem.* 2016, 235, 125
- [18]: Cherifi, B. Boukoussa, Recent advances on the preparation and catalytic applications of metal complexes supported-mesoporous silica MCM-41 (Review), *J. Inorg. Organometal. Polym. Mater.* 30 (2020) 4245–4268

CHAPITRE I :
RAPPEL
BIBLIOGRAPHIQUE

Introduction

La nanotechnologie se développe à plusieurs niveaux : matériaux, dispositifs et systèmes. Les nanomatériaux sont inférieurs à quelques centaines de 100 nm. Cette réduction de taille entraîne des modifications importantes de leurs propriétés physiques par rapport à celles observées dans les matériaux en vrac [1].

De nombreux progrès ont été réalisés ce domaine qui offre désormais un choix varié de synthèses de nanoparticules de tailles, de formes et de natures différentes. Il devient alors possible, d'envisager la création d'une nouvelle famille de matériaux furtifs et originaux basés cette fois-ci sur l'absorption contrôlée de la lumière par des nanoparticules. Cependant, à l'intérieur de la matrice, le comportement des nanoparticules est différent de celui en solution. En effet, les résonances plasmoniques sont particulièrement sensibles à l'environnement proche autour de la nanoparticule. Ainsi, la présence de la matrice, du support ou d'autres nanoparticules peut impacter la position du pic LSPR mais également créer de nouvelles résonances. Il est donc indispensable pour chaque nouveau nanomatériau, de réaliser un travail sur la distribution spatiale des nanoparticules au sein de la matrice

I. Les nanoparticules d'argent

Depuis 1994, les nanomatériaux à base de nanoparticules d'argent se sont développés de façon exponentielle en couvrant un grand nombre de secteurs industriels : antibactériens [2], anti-inflammatoire, antivirale, anti-âge et anticancéreuse [3], nanomédecine [4], fibres optiques [5], catalytiques [6]. Ces nanomatériaux présentent en effet de nouvelles propriétés qui diffèrent largement des autres matériaux en raison de la faible taille des charges.

Les nanoparticules d'argent (AgNPs) sont l'un des nanomatériaux les plus essentiels et les plus fascinants [7]. Composées à 80% d'atomes d'argent et à 20% d'ions d'argent. Devant les nanotubes de carbone et les nanoparticules de titane, elles sont les nanoparticules les plus vendues et relâchées dans l'environnement [8].

I. 1. La biosynthèse des nanoparticules d'argent

La méthode biologique permet d'obtenir des nanoparticules colloïdales avec très bonne dispersion, elle est développée en raison de ses avantages particuliers tels que des sources renouvelables de matière utilisée, l'absence des additifs chimiques et des sous-produits chimiques et elle est une méthode écologique et non coûteuse [9]. Il était donc nécessaire d'utiliser des méthodes biologiques pour créer des nanoparticules d'argent à l'aide de micro-organismes [10], des enzymes [11], des plantes [12] ou des extraits de plantes [13].

Figure 01

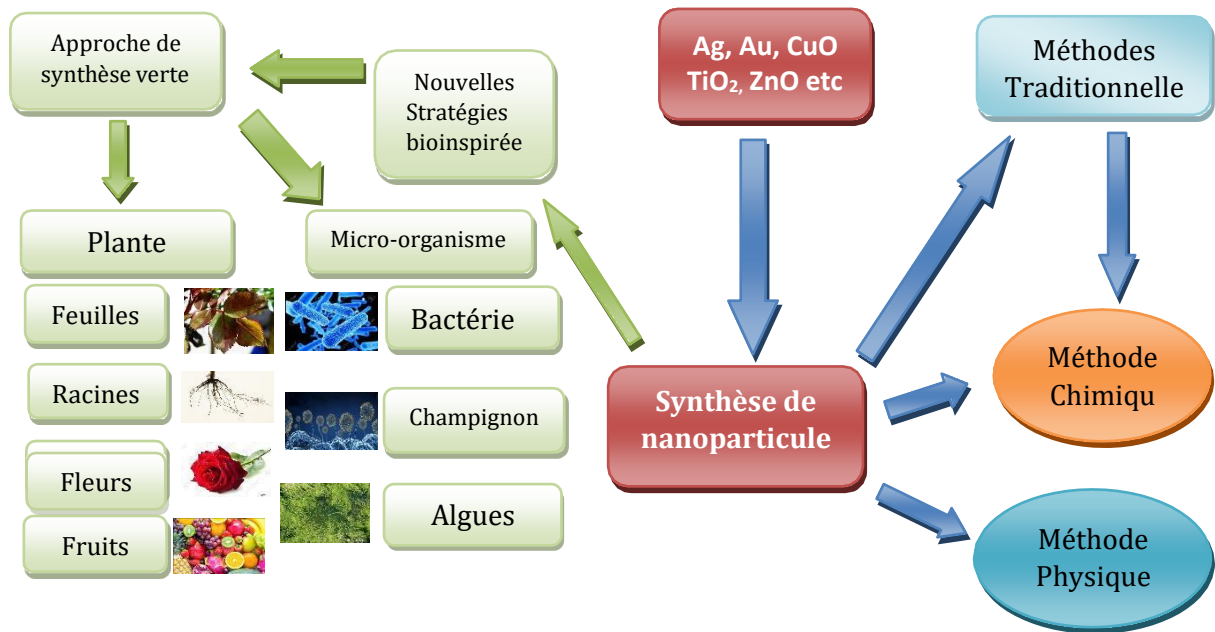


Figure 1: Organigramme de la synthèse générale des nanoparticules.

Certains des agents réducteur et /ou stabilisants utilisés pour la production de nanoparticules d'argent par synthèse verts sont :

a) Les plantes

Les plantes sont considérées comme une très bonne méthode pour une synthèse rapide des nanoparticules d'argent en raison de leur large spectre de métabolites secondaires bioactifs, tels que les polyphénols, les flavonoïdes, les terpénoïdes, les acides aminés, les protéines et les enzymes, qui pourraient améliorer la synthèse des nanoparticules, en jouant un rôle d'agent stabilisant ou réducteur [14].

Les parties des plantes comme les racines, la tige, les graines et les feuilles sont principalement utilisées pour la synthèse des NPs. Le point intéressant et l'agent actif présent dans ces parties [15].

La bio-réduction de l'Ag a été postulées comme piégeant des ions Ag^+ à la surface des protéines en raison des interactions électrostatiques entre ces deux dans l'extrait de matériel végétal. Les protéines réduisent les ions Ag^+ , entraînant leur changement de structure secondaire et la formation de noyaux d'argent qui se développent successivement par la réduction supplémentaire des ions Ag^+ et leur accumulation au niveau des conduisant à la formation des Ag NPs [16].

Après la sélection de l'extrait de plante, les principaux paramètres affectant sont la concentration de l'extrait, la température, le sel métallique, le pH et le temps de contact [17].

b) Les champignons

Les champignons ont un potentiel de synthèse des NPs métalliques en raison de la capacité de bioaccumulation des métaux et de leur tolérance, de leur capacité liaison élevée et de leur absorption intracellulaire qui sont faciles à manipuler dans une installation de recherche par rapport aux bactéries, aussi ils sécrètent d'énormes enzymes catalysant la réduction de la solution d'Ag NPs ce qui tend à augmenter considérablement la rentabilité de cette approche synthétique [18].

La biosynthèse des AgNPs par les champignons basé sur l'absorbance des ions Ag^+ sur la surface des cellules fongique en raison de la présence d'une interaction électrostatique entre des groupes carboxylique chargé négativement présents dans les enzymes et des ions Ag chargés positivement, Les nanoparticules se forment à la surface des mycéliums(le mycélium représente la partie végétative pérenne des champignons)

c) Les bactéries

L'utilisation de bactéries gagne rapidement une importance en raison de son succès croissant, de sa facilité de manipulation et de sa modification génétique les Ag NPs ont été synthétisées en utilisant à la fois des bactéries gram-positives et gram-négatives pour former ces nanoparticules d'argent, il faut savoir que certaines bactéries ont la capacité de produire des nanoparticules intracellulaire tandis que d'autre produisent des Ag NPs extracellulaire [19].

Dans les études de synthèse des nanoparticules d'argent utilisant la masse cellulaire de bactéries [20] ou leurs composants cellulaires lessivés, le temps nécessaire pour achever la réaction variait de 24 à 120 h ; cette longueur de réaction est le principal inconvénient de la synthèse biologique.

I. 2. Autre synthèse

Les méthodes de synthèse sont divisées en deux grandes approches, **Figure 02**.

L'approche descendante, ou top down : La méthode physique

L'évaporation-condensation et l'ablation laser sont les approches physiques les plus importantes. L'absence de contamination par les solvants dans les films minces préparés et l'uniformité de la distribution des NPs sont les avantages des méthodes de synthèse physique par rapport aux procédés chimiques. La synthèse physique des nanoparticules d'argent à l'aide d'un four tubulaire à pression atmosphérique présente certains inconvénients. Par exemple, le four tubulaire occupe un grand espace, consomme une grande quantité d'énergie tout en augmentant la température ambiante autour du matériau source et nécessite beaucoup de temps pour atteindre la stabilité thermique. De plus, un four à tube typique nécessite une consommation d'énergie de plus de plusieurs kilowatts et un temps de préchauffage de plusieurs dizaines de minutes pour atteindre une température de fonctionnement stable [21,22,23,24].

L'approche ascendante, ou bottom up : La méthode chimique

L'approche la plus courante pour la synthèse des NPs d'argent est la réduction chimique par des agents réducteurs organiques et inorganiques. En général, différents agents réducteurs tels que le citrate de sodium, l'ascorbate, le borohydrure de sodium (NaBH_4), l'hydrogène élémentaire, le procédé polyol, le réactif de Tollens, le N, N-diméthylformamide (DMF) et les copolymères séquencés de poly (éthylène glycol) sont utilisés pour réduire les ions argent (Ag^+) dans des solutions aqueuses ou non aqueuses. Ces agents réducteurs réduisent Ag^+ et conduisent à la formation d'argent métallique (Ag^0), qui est suivi par une agglomération en clusters oligomériques. Ces clusters conduisent finalement à la formation de particules d'argent colloïdal métallique [25, 26,27]. Il est important d'utiliser des agents protecteurs pour stabiliser les NPs dispersives au cours de la préparation des nanoparticules métalliques, et de protéger les NPs qui peuvent être absorbées sur ou se lier aux surfaces des nanoparticules, en évitant leur agglomération.

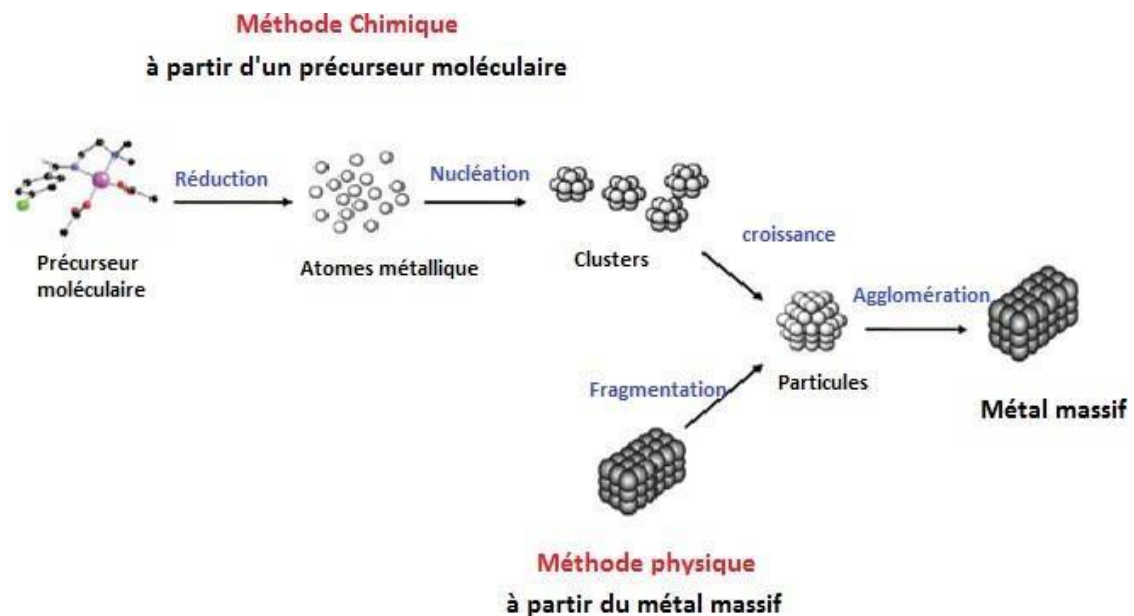


Figure 2: Représentation schématique des deux grandes approches [28].

I. 3. Propriétés physico-chimiques des nanoparticules d'argent

La première propriété la plus importante des NPs à teneur en Ag est leur composition chimique. Les NPs d'Ag métalliques sont l'objet central de la majorité des publications. Cependant, d'autres formes d'Ag nanométrique ne doivent pas être évitées, car elles présentent des caractéristiques bénéfiques et peuvent donc être utilisées dans différentes applications. Aux caractéristiques chimiques des NPs d'Ag l'agent de coiffage et/ou le modificateur de

Surface peuvent également être inclus, car ils déterminent le comportement physique, chimique et biologique des NPs.

L'agent de coiffage est directement responsable du signe et de l'ampleur de la charge de surface des NPs, ce qui influence le rayonnement hydrodynamique et la stabilité de l'agrégation [29]. De plus, le maximum du plasmon LSPR des NPs métalliques ne dépend strictement du stabilisateur, car il modifie le constant diélectrique des milieux environnants à proximité de l'agrégat.

La taille est une autre caractéristique importante qui, avec la composition chimique, détermine la majorité des propriétés des NPs. Les caractéristiques des NPs qui dépendent de leur taille sont attribuées à ce que l'on appelle le "quantum size effet".

Le comportement distinctif des atomes ou des molécules dans les petits groupes par rapport celui du matériau en vrac est appelé effet de taille quantique. En outre, l'excès d'énergie de surface contribue également aux propriétés spécifiques d'objets à l'échelle nanométrique, car la surface spécifique augmente considérablement avec la diminution de la taille des particules [30]

I. 4. Propriétés optiques

La réponse optique d'un métal est conditionnée par sa structure électronique. Les électrons de conduction sont faiblement liés au noyau, ce qui leur permet de se déplacer sous l'effet d'un champ électromagnétique (EM) extérieur autour de leurs positions d'origines Figure 03. Cette propriété est caractérisé par la permittivité diélectrique du matériau qui représente la manière dont un champ électrique influence l'organisation des charges électrique. Dans le cas spécifique des nanoparticules métalliques, le déplacement des charges sous un champ EM est confiné dans le volume de la nanoparticule. Cela peut conduire à des phénomènes de résonances amplifiant localement le champ EM à l'intérieur et autour de la nanoparticule. Ces résonances sont appelées « résonance de surface de plasmon localisées » (LSPR). LSPR est l'effet majeur du comportement unique de la NP métallique est généralement liée à l'absorption de lumière de longueurs d'onde spécifiques. [31,32]

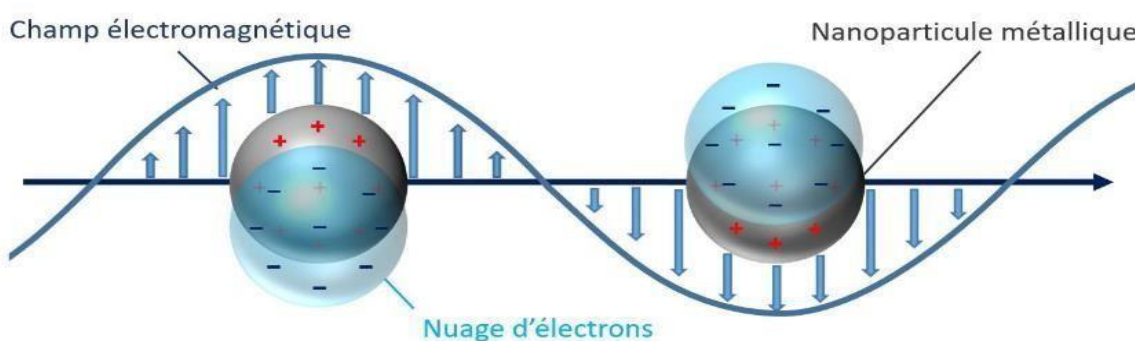


Figure 3: Représentation de la résonance de plasmon de surfaces localisées

. [31]

I. 5. Application des nanoparticules d'argent

Les avantages et application que procurent les nanoparticules argent sur le plan médical, environnemental et commercial intéressent les professionnels de la santé, les industriels et les consommateurs. Les nanoparticules et nanomatériaux permettent d'accroître les performances de nombreux produits [33, 34, 35, 36,37].

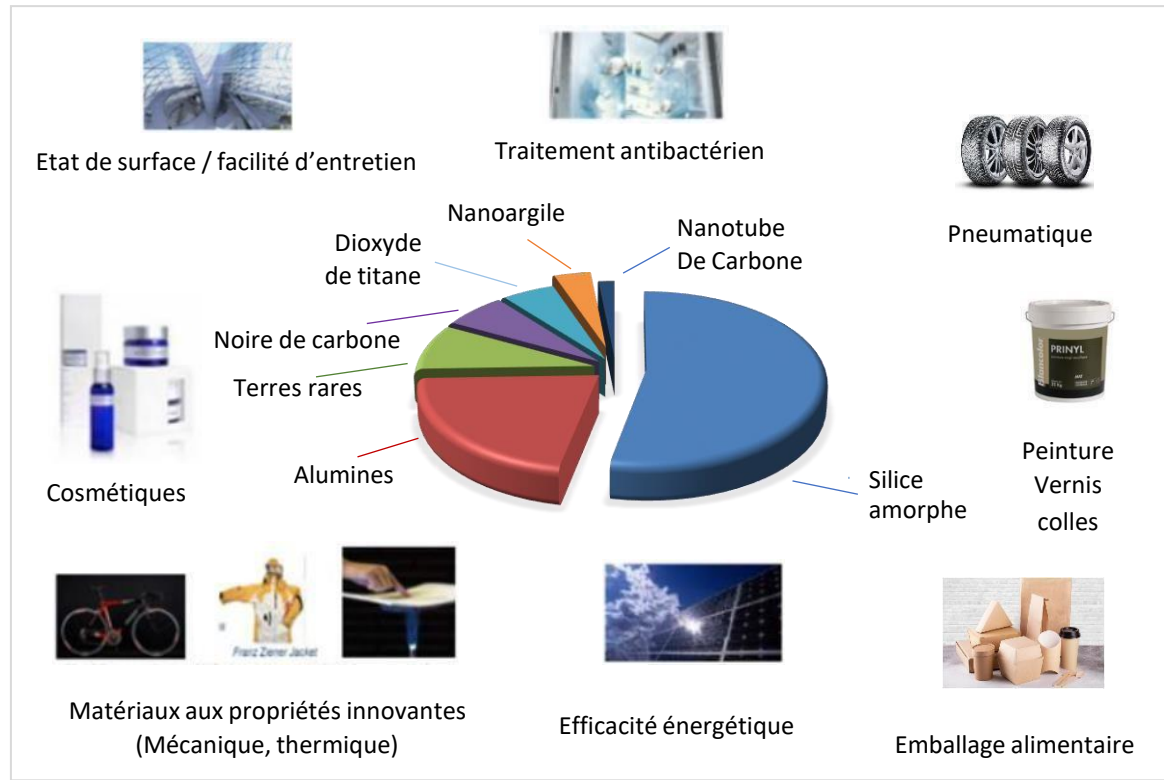


Figure 4: Utilisation de nanoparticules dans les objets des quotidiens.

II. Les matériaux nanocomposite

II. 1. Définition

Le terme nanocomposite définit un matériau constitué d'une matrice solide (métal, céramique, polymère.....) dans laquelle des nano-objets sont incorporés. La définition ne précise pas si la dispersion doit être homogène ou non. Il importe toutefois de signaler que les propriétés macroscopiques d'un nanocomposite dépendent fortement du caractère homogène ou non de la dispersion. Les buts recherchés par l'incorporation de nano-objet sont multiples et variés. Il peut s'agir d'un renforcement du matériau par rapport à certaines dégradations dont notamment la corrosion ou l'abrasion, l'amélioration de propriétés mécaniques telles que la résistance à la traction ou bien la dureté, ou encore l'amélioration de propriétés comme la conductivité électrique ou thermique. Ces les améliorations rendent les nanocomposite intéressants et prometteurs pour les applications présentes et futures [38]. **Figure 05**

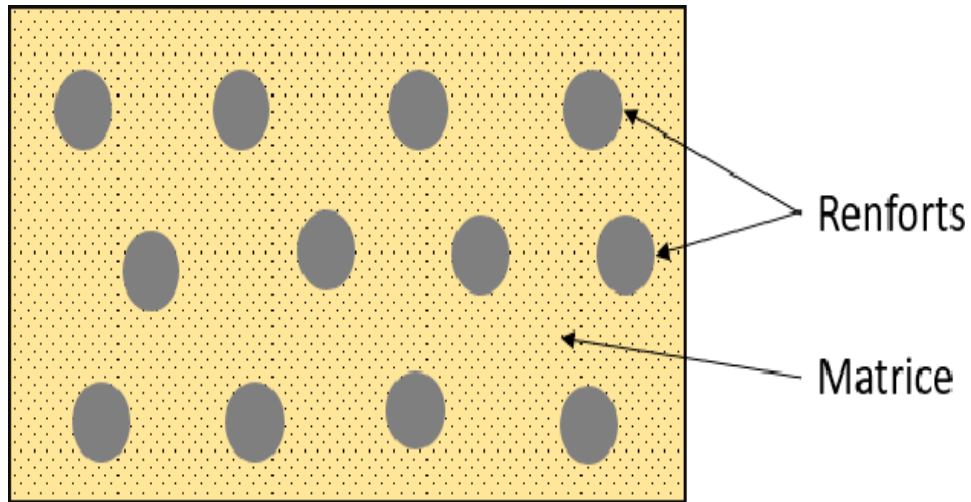


Figure 5: Représentation d'un matériau composite avec les renforts en gris et la matrice en jaune [38].

II. 2. les Différents types de nanocomposite

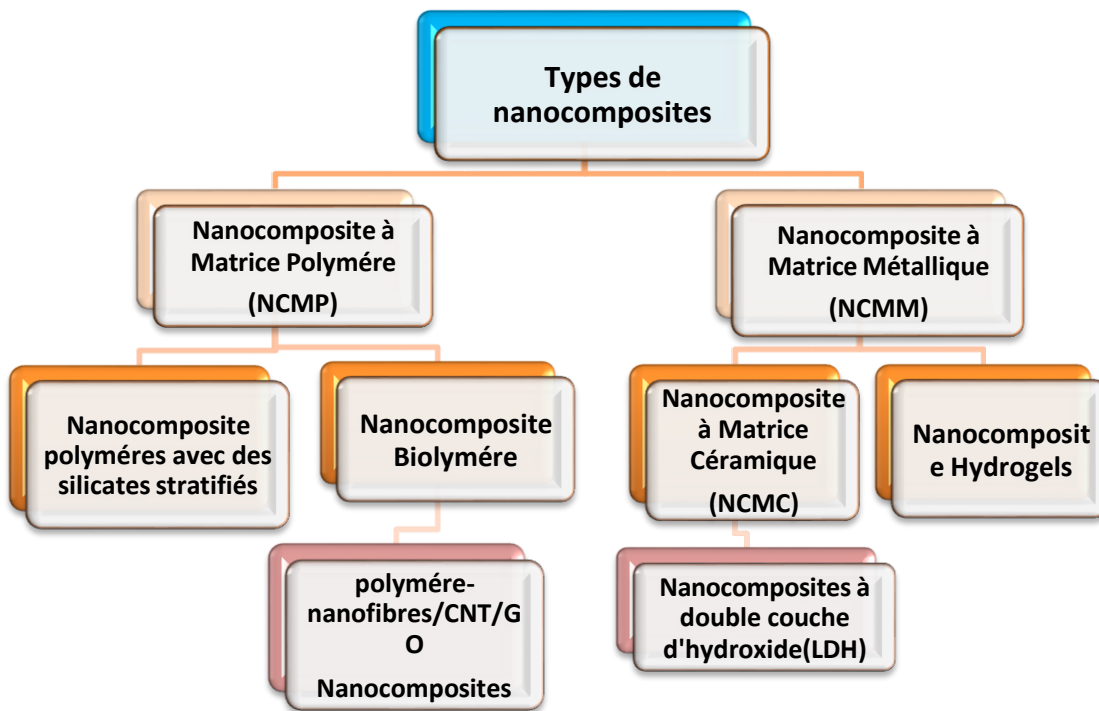


Figure 6: Les types des nanocomposites

[39]

II. 3. Les composite à base des matériaux mésoporeux

D'après L'IUPAC les matériaux poreux peuvent être classés selon leur diamètre des pores en trois familles : de 0 à 2 nm les matériaux microporeux, les matériaux mésoporeux de 2 à 50 nm et les matériaux macroporeux de diamètre des pores supérieur à 50nm. Les matériaux mésoporeux présentent des avantages par rapport aux autres matériaux non poreux où peu poreux tels que les canaux mésoporeux ordonnés, très grande surface spécifique, très grands volumes poreux et aussi leur sélectivité de forme et de taille.

II.4. Les nanocomposite-nanoparticules

Le domaine des nanocomposites implique l'étude de matériaux multiphasés ou au moins l'une des phases constitutives a une dimension inférieure à 100 nm [39]. Les propriétés de nanocomposite résident dans leurs multifonctionnalités, la possibilité de réaliser des combinaisons de propriété irréalisables avec les matériaux habituels. Les défis pour atteindre cette perspective s ont énormes.

Ils comprennent le contrôle de la distribution de la taille et de la dispersion des composants de taille nanométrique, en adaptant et encomprenant le rôle des interfaces entre des phases structurellement ou chimiquement différentes sur les propriétés de la structure. Le traitement à grande échelle et le contrôle de nombreux nanomatériaux n'ont pas encore été atteints [40]. Les nanoparticules (NPs) se sont formées lors du traitement thermique à partir des impuretés (Fe, Mn, Cr...) présentes dans les matières premières telles que les argiles, mais leur composition et leur diamètre ont influencé les propriétés optiques de la couleur finale. La combinaison d'argile intercalée formant un super-réseau en association avec des (NPs) métalliques et d'oxydes supportés sur le matériau amorphe a fait de cette couleur l'un des premiers matériaux synthétiques ressemblant aux nanocomposite fonctionnels modernes. Ces matériaux sont généralement constitués d'un solide inorganique contenant un composant organique ou inversement. Ils peuvent également être constitués de deux ou plusieurs phases inorganiques/organiques sous une forme combinée, avec la contrainte qu'au moins une des phases ou caractéristiques soit à l'échelle nanométrique. Ces derniers peuvent être synthétisés selon plusieurs voies telles que la méthode hydrothermale, sol-gel, imprégnation, précipitation et condensation.

Xue-Guo Zhao et al, 2004 adoptent la méthode de réduction in situ pour confiner les nanoparticules d'argent à l'intérieur de l'hôte MCM-41 et rapportent leurs résultats sur le confinement des nanoparticules d'argent dans les canaux de la silice mésoporeuse MCM-41.

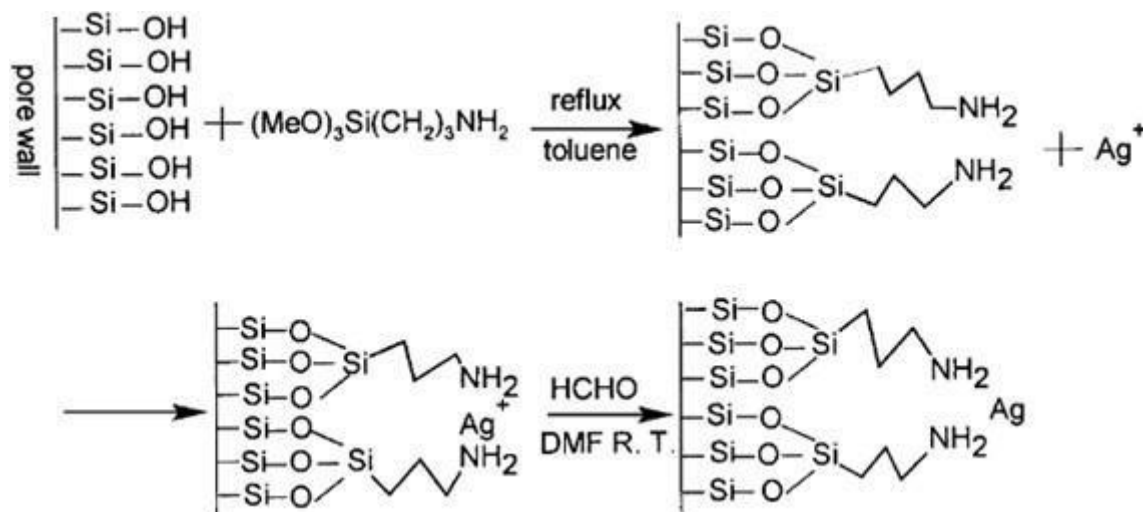


Figure 7: Illustration schématique de la formation in situ de nanoparticules d'Ag à l'intérieur des canaux de pores de Mcm-41 Applications des composites à base des matériaux mésoporeux [41].

La recherche récente consiste à combiner deux ou plusieurs matériaux pour avoir un meilleur rendement, plusieurs articles de synthèse ont été publiés ces dernières années sur l'utilisation des composites à base des matériaux mésoporeux dans différents domaines tels que :

III. 1. Activité catalytique

A pollution de l'environnement causée par les polluants organiques est devenu un problème grave. Parmi les nombreux polluants organiques, il est important d'aborder le problème de la contamination par les colorants organiques causée par le développement d'industries telles que le papier, les fibres, le plastique et la peinture [42]. Le rejet des eaux usées, qui contiennent un excès de colorants organiques, peuvent interférer avec la pénétration de la lumière du soleil et avec la photosynthèse de la plante. En outre, certains colorants synthétiques peuvent constituer une menace sérieuse pour le corps humain [43, 44]. Ainsi, une variété techniques ont été utilisées pour éliminer les contaminants, comme l'adsorption, la dégradation catalytique, les filtrations membranes et l'oxydation chimique [45, 46].

De nombreuses recherches se sont concentrées sur la décomposition catalytique des colorants organiques en utilisant des NPs d'Ag comme catalyseur.

Cependant, il est impossible d'interpréter directement la réaction catalytique à partir d'un mélange de colorants organiques et de NPs en raison d'un chevauchement important entre le pic de résonance plasmonique de surface (SPR) des NPs d'Ag et le pic d'absorption des colorants. Par conséquent, l'activité catalytique a été étudiée soit en incorporant les NPs

d'Ag dans une matrice soit en éliminant les NPs d'Ag de la solution par centrifugation [43, 47,48].

IV. Les différents Technique de caractérisation des nanocomposite

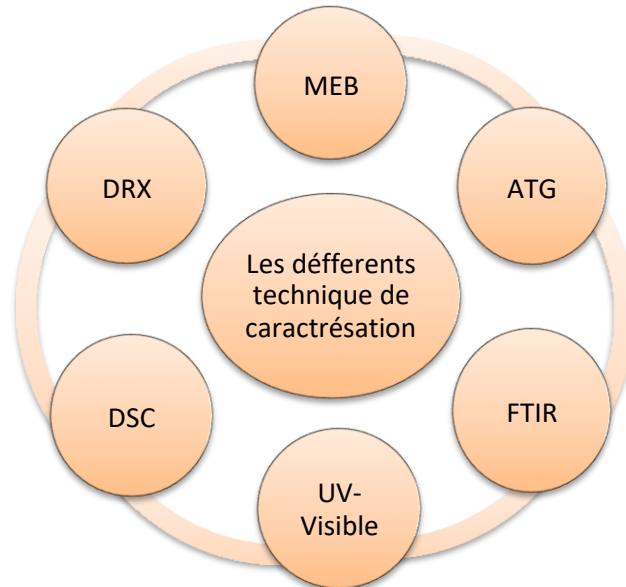


Figure 8:schéma de différente technique de caractérisation.

a) Diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X est une méthode très utilisée pour caractériser la structure, la taille et la forme d'une NP. Elle s'applique à des milieux cristallins possédant un arrangement périodique ordonné. Elle permet d'identifier facilement les phases cristallisées. Aussi elle permet de déterminer plusieurs paramètres structuraux tels que les paramètres de maille. Les positions cristallographiques des atomes, la taille et l'orientation des cristallites constituant le matériau [49].

b) La microscopie électronique à balayage (MEB)

C'est une technique couramment utilisée, car la manipulation de ce type d'appareillage est assez commune, dont la résolution reste assez bonne, variant entre 1 à 7 nm. Outre l'observation de la microstructure, elle permet d'identifier la composition chimique à l'échelle locale et même globale de l'échantillon, via l'analyseur EDX, incorporé dans l'appareil. [50]

c) Spectroscopie UV-Visible

La spectroscopie Ultraviolet-Visible (UV) est une technique d'analyse qui utilise un rayonnement dans la gamme Ultraviolet-UV, Visible et proche infrarouge du spectre électromagnétique de 180-1000nm. C'est une méthode efficace pour la détermination des transitions électronique des molécules organique et inorganique. [51]

d) Analyse thermogravimétrique (ATG)

La thermogravimétrie (ATG) mesure l'évolution de la masse d'un échantillon en fonction de la température. Cette technique couramment utilisée pour caractériser la décomposition et la stabilité thermique des matériaux mais aussi pour étudier la cinétique de dégradation par un processus physicochimique [52].

e) La spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

FTIR est un moyen non invasif, adapté, précieux, rentable, et simple pour étudier le rôle des biomolécules dans la réduction de l'AgNO₃ en argent. Lorsque le rayonnement infrarouge traverse les résultats de l'échantillon, certain de ce rayonnement est absorbé par l'échantillon et reste traversé. Le spectre résultant signifie l'absorption et la transmission en créant une empreinte moléculaire d'échantillon qui représente son identité [53].

Conclusion

De nombreux domaines profitent largement des avantages offerts par les nanoparticules, les nanoparticules d'argent (AgNPs) ont reçu le plus d'attention parmi les minéraux métalliques nobles en raison de leurs propriétés physiques et chimiques distinctes.

De nombreux chercheurs s'intéressent particulièrement à présenter les méthodes de synthèse des NPs d'argent par la chimie verte utilisées dans divers travaux dans des tailles et des formes bien maîtrisées qui restent un défi majeur. Dans ce contexte, la science de la recherche à développer des stratégies de synthèse simple et reproductible utilisant le minimum de réactifs chimiques non toxiques possibles, afin de réduire la distorsion des propriétés intrinsèques du matériau final, ainsi que l'effet des conditions de réaction sur la nucléation et formation de nanoparticules d'argent.

Cependant, ces NPs libres sont un format de présentation inadapté aux dispositifs médicaux, une application topique et une libération prolongée de l'argent sont nécessaires. L'ancrage sur une matrice appropriée permet de réduire ou d'éliminer le risque environnemental des NPs et améliore leur stabilité.

Références

- [1]: Sachindri Rana; P. T. Kalaichelvan, «ÉCOTOXICITE DES NANOPARTICULES, », (2013) pp.1-11
- [2]: Kumar M, Lalit M, Thakur R. Green synthesis of silver nanoparticles using *Leptadeniapyro technica* root extract and evaluation of their antimicrobial activities. *IJSER* (2016) 7(2):1040-1044.
- [3]: Xu, D. P. et al. Natural antioxidants in foods and medicinal plants: Extraction, assessment and resources. *Int. J. Mol. Sci.* (2017) 18(1), 20–3
- [4]: He, Y.; Wei, F.; Ma, Z.; Zhang, H.; Yang, Q.; Yao, B.; Huang, Z.; Li, J.; Zeng, C.; Zhang, Q. Green synthesis of silver nanoparticles using seed extract of *Alpinia katsumadai*, and their antioxidant, cytotoxicity, and antibacterial activities. *RSC Adv.* (2017), 7, 39842– 39851
- [5]: All sop T.D.P., Neal R., Wang C., Nagel D.A., Hine A.V., Culverhouse P., et al. An ultra-sensitive aptasensor on optical fibre for the direct detection of bisphenol A. *Biosens. Bioelectron.* (2019).**135**: 102–110
- [6]: Xiao, X., Zhang, G., Xu, Y., Zhang, H., Guo, X., Liu, Y., Pang, H., a. Correction: A new strategy for the controllable growth of MOF@PBA architectures. *J. Mater. Chem. .*, (2019) A 7, 20436–20437.
- [7]: Nasrollahzadeh M., Mahmoudi-Gom Y., Motahharifar N., et al., Recent Developments in the Plant-Mediated Green Synthesis of Ag-Based Nanoparticles for Environmental and Catalytic Applications ». *J Chem. Rec.* (2019); 19 :1-45
- [8]: Andrieux - Ledier A., Elaboration de nanoparticules d'argent par réduction de sels métallo-organiques : contrôle de taille, stabilité, organisation et propriétés physiques. Thèse de doctorat en Chimie-physique. Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, France, (2012) 165p.
- [9]: Shankar, S.S., et al., Rapid synthesis of Au, Ag, and bimetallic Au core–Ag shell nanoparticles using Neem (*Azadirachta indica*) leaf broth. *Journal of colloid and interface science*, (2004). 275(2): p. 496-502.
- [10]: Huq, M.A. *Paenibacillus anseongense* sp. nov. A Silver Nanoparticle Producing Bacterium Isolated from Rhizospheric Soil. *Curr. Microbiol.* (2020), 77, 2023–2030.
- [11]: Willner, I., R. Baron, and B. Willner, Growing metal nanoparticles by enzymes. *Advanced Materials*, (2006). 18(9): p. 1109-1120.
- [12]: Ijaz, M., Zafar, M., & Iqbal, T. Green synthesis of silver nanoparticles by using various extracts: A review. *Inorganic and Nano-Metal Chemistry*, (2021) 51, 744–755.

- [13] : Oda, A. M., Abdulkadhim, H., Jabuk, S. I. A., Hashim, R., Fadhil, I., Alaa, D., & Kareem, A. Green synthesis of silver nanoparticle by cauliflower extract: Characterisation and antibacterial activity against storage. *IET Nanobiotechnology*, (2019) 13, 530–535
- [14] : Chauvel R., Application des nanoparticules d'argent en thérapeutique. Thèse de doctoraten pharmacie. Faculté de pharmacie université claudbernardlyon (2018). 1,105p
- [15] : Muhammad R., Sadaf I., Rafique M., A Review on Green Synthesis of Silver Nanoparticles and Their Applications. *Artificial Cells, Nanomedicine, and Biotechnology an International Journal*. doi.org/10.1080/21691401.2016.1241792. (2016); 45(7): 1272– 1291.
- [16] : Rajeshkumar S., Bharath L.V., Mechanism of plant-mediated synthesis of silver nanoparticles – A review on biomolecules involved, characterisation and antibacterial activity. *Chemico-Biological Interactions Journal*. (2017).
- [17] : R. Karamian and J. Kamalnejade, “Green synthesis of silver nanoparticles using aqueous seed extract of *Cuminum cymi-num* L. and evaluation of their biological activities,” *ScientificJournal of Ilam University of Medical Sciences*, (2019) vol. 26, no. 5,pp. 128–141,
- [18] : S.M. Hussein. Biosynthesis of size controlled silver nanoparticles by *Fusarium oxysporum*, their antibacterial and antitumor activities Beni-Suef University *J. Basic Appl. Sci.* (2015)
- [19] : ravani S. Bacteria in nanoparticle synthesis: current status and future prospects. *Int Sch Res Not*. 2014;2014:1–18. <https://doi.org/10.1155/2014/359316>.
- [20] : aeed, S.; Iqbal, A.; Ashraf, M.A. Bacterial-mediated synthesis of silver nanoparticles and their significant effect against pathogens. *Environ SciPollutRes., Int* (2020), 27, 37347-37356
- [21] :Miranzadeh M, Kassae MZ. Solvent effects on arc discharge fabrication of durable silver nanopowder and its application as a recyclable catalyst for elimination of toxic p-nitrophenol. 2014.06.088. *Chem Eng J* (2014); 257:105–11
- [22] :Kylián O, Kuzminova A, Štefaníková R, Hanuš J, Solař P, Kúš P, et al. Silver/plasma polymer strawberry-like nanoparticles produced by gas-phase synthesis. 2019.06.069. *Mater Lett* (2019); 253:238–41.
- [23] : Zhang X-F, Liu Z-G, Shen W, Gurunathan S. Silver nanoparticles: synthesis, characterization, properties, applications, and Therapeutic approaches. *Int J Mol Sci* (2016);17:1534.
- [24] : Khan I, Bahuguna A, Krishnan M, Shukla S, Lee H, Min SH, et al. The effect of bio-genic manufactured silver nanoparticles on human endothelial cells and

zebrafish model.. 2019.05.045. Sci Total Environ(2019); 679:365–77

[25] :olte J, TuaeV X, Wuithschick M, Fischer A, Thuenemann AF, Rademann K, et al. For-mation mechanism of colloidal silver nanoparticles: analogies and differences to the growth of gold nanoparticules ,ACS Nano (2012) ;6:5791-802

[26] : Bélteky P, Rónavári A, Igaz N, Szerencsés B, Tóth IY, Pfeiffer I, et al. Silver nanopar-ticles: aggregation behavior in biorelevant conditions and its impact on biological activity. Int J Nanomedicine (2019);14:667-87

[27] : Hegde H, Santhosh C, Sinha RK. Seed mediated synthesis of highly stable CTABcapped triangular silver nanoplates for LSPR sensing. Mater Res Express (2019); 6:105075

[28] : G. Madhumitha, Roopan SM. Devastated Crops: Multifunctional Efficacy for the Production of Nanoparticles. Journal of Nanomaterials , Article ID 951858, (2013), 12 pages,

[29] :Bélteky P, Rónavári A, Igaz N, Szerencsés B, Tóth IY, Pfeiffer I, et al. Silver nanopar- ticles: aggregation behavior in biorelevant conditions and its impact on biological activity. Int J Nanomedicine (2019);14:667–87

[30] : Chapter 4. The future is flat—two-dimensional nanomaterials. Nanotechnology. Cambridge, England: Royal Society of Chemistry.; (2016). p. 85–114

[31] : X. Lu, M. Rycenga, S. E. Skrabalak, B. Wiley, and Y. Xia, “Chemical Synthesis of Novel Plasmonic Nanoparticles,” Annu. Rev. Phys. Chem., (2009). vol. 60, no. 1, pp. 167–192,

[32] : T. P. Otonicar, D. DeJarnette, Y. Hewakuruppu, and R. A. Taylor, “Filtering light withnanoparticles: a review of optically selective particles and applications,” Adv. Opt.

Photonics, (2016).vol. 8, no. 3, p. 541,

[33] :Kang W-J, Cheng C-Q, Li Z, Feng Y, Shen G-R, Du X-W. Ultrafine Ag nanoparticles asactive catalyst for electrocatalytic hydrogen production. ChemCatChem (2019) ; 11: 5976–81.

[34] :Manivannan K, Cheng C-C, Anbazhagan R, Tsai H-C, Chen J-K. Fabrication of silverseeds and nanoparticle on core-shell Ag@SiO2 nanohybrids for combined photothermal therapy and bioimaging.2018.11.051.J Colloid Interface Sci (2019);537:604–14.

- [35] : Hsu JC, Cruz ED, Lau KC, Bouché M, Kim J, Maidment ADA, et al. Renally excretable and size-tunable silver sulfide nanoparticles for dual-energy mammography or computed tomography. *Chem Mater* (2019) ;31:7845-54.
- [36] : Li C, Yang W, Yuan R, Xu W. Antibody-responsive signal-off fluorescence of DNA-harbored silver nanoclusters for direct, rapid and sensitive immunoassay. 2019.127148. *Sens Actuators B* (2019); 301:127148.
- [37] : Pomastowski P, Sprynskyy M, Žuvela P, Rafińska K, Milanowski M, Liu JJ, et al. Silver-lactoferrin nanocomplexes as a potent antimicrobial agent *J Am Chem Soc* (2016); 138:7899–909.
- [38] : R. F. Gibson, “Principles of Composite Material Mechanics,” ISBN00702345159780070234512, (2011), no. 205.
- [39] : mémoire de magister chimie des polymères intitulé synthèse et caractérisation de composites polyéthylène dioxyde thiophène /magnétite-Fe. (2010) p 24
- [40] : C. Silva, R. B. Figueiredo, B. M. Gonzalez, L. A. Montoro, and A. Isaac, *Mater. Sci.Eng. A801*, 140422 (2021).
- [41] : Xue-Guo Zhao, Jian-Lin Shi, Bin Hu, Ling-Xia Zhang, Zi-Le Hua. In situ formation of silver nanoparticles inside pore channels of ordered mesoporous silica, *Materials Letters* 58 (2004) 2152 – 2156
- [42] : M. Zhang, Y. Q. Liu, and B. C. Ye, “Colorimetric assay for parallel detection of Cd²⁺, Ni²⁺ and Co²⁺ using peptide-modified gold nanoparticles,” *Analyst*, (2012). vol. 137, no. 3, pp. 601–607.
- [43] : Xie, B. Yan, H. Xu et al., “Highly regenerable mussel-inspired Fe₃O₄@polydopamine-Ag core-shell microspheres as catalyst and adsorbent for methylene blue removal,” *ACS Applied Materials & Interfaces*, (2014). vol. 6, no. 11, pp. 8845–8852,
- [44] : J. N. Tiwari, K. Mahesh, N. H. Le et al., “Reduced graphene oxide-based hydrogels for the efficient capture of dye pollutants from aqueous solutions,” *Carbon*, (2013). vol. 56, pp. 173–182,
- [45] : M.-Q. Yang, X. Pan, N. Zhang, and Y.-J. Xu, “A facile one-step way to anchor noble metal (Au, Ag, Pd) nanoparticles on a reduced graphene oxide mat with catalytic activity for selective reduction of nitroaromatic compounds,” *Cryst Eng Comm*, (2013), vol. 15, no. 34, pp. 6819–6828.
- [46] : Y. Hao, Y. Chong, S. Li, and H. Yang, “Controlled synthesis of Au nanoparticles in the nanocages of SBA-16: improved activity and enhanced recyclability for the

oxidative esterification of alcohols,” *The Journal of Physical Chemistry C*, (2012), vol. 116, no. 11, pp.6512–6519.

[47] : J. Y. Cheon, Y. O. Kang, and W. H. Park, “Formation of Ag nanoparticles in PVA solution and catalytic activity of their electrospun PVA nanofibers,” *Fibers and Polymers*,(2015), vol. 16, 4, pp. 840–849.

[48] : A. Shahzad, M. Chung, T. Yu, and W. S. Kim, “A simple and fast aqueous-phase synthesis of ultra-highly concentrated silver nanoparticles and their catalytic properties,” *Chemistry -An Asian Journal*, (2015), vol. 10, no. 11, pp. 2512–2517.

[49] : Belfennache D .Elaboration et etude de nanoparticules Au/TiO₂ et Ag/TiO₂. Thèse de doctorat en physique. Faculté des sciences exactes université mentouri constantine, (2010). p94.

[50] : M. Stocker; —X-Ray photoelectron spectroscopy on zeolites and related materials *Micropor. Mater.* (1996), 6,235-257.

[51] : Mémoire En Vue de l’Obtention du Diplôme de Master, Thème : Biosynthèse des nanoparticules d’argent et applications, Spécialité/Option : Biologie moléculaire et cellulaire, septembre (2020), p46.

[52] : Rajeshkumar S., Bharath L.V. Mechanism of plant-mediated synthesis of silver nanoparticles – A review on biomolecules involved, *characterisation* and antibacterial activity. *Chemico-Biological Interactions Journal*. (2017).
doi.org/10.1016/j.cbi.2017.06.019

[53] : Ijaz, M., Zafar, M., & Iqbal, T. Green synthesis of silver nanoparticles by using various extracts: A review. *Inorganic and Nano-Metal Chemistry*, (2021), 51, 744–755.

CHAPITRE II :

Matériels et Méthodes

Introduction

Dans ce chapitre, nous exposons les matériels chimiques et biologiques utilisés, ainsi que les méthodes expérimentales, Au cours de cette étude, préparation de l'extrait des feuilles de *Mentha aquatica* puis la formation de nanocomposite (MCM41-Ag) dans la première partie. La seconde partie représente l'application de la dégradation d'un colorant industrielle (bleu méthylène) avec différents paramètres comme différence concentration de BM, différences concentrations d'agent réducteurs NaBH_4 et différences masse de nanocomposite (MCM41-Ag) suivie par UV-Visible.

I. Matériel utilisé

I. 1. Matériel biologique

LA MENTHE AQUATIQUE : *Mentha aquatica*

a) Définition :

Mentha aquatica L est une espèce de plante herbacée vivace de la famille des Menthes lamiacées. C'est une plante semi-aquatique, elle pousse en des zones humides et lieux frais, et dans la vase, les argiles et les tourbes, originaire d'Europe, d'Afrique du Nord, du Proche-Orient et du Caucase, La floraison se déroule de juin à septembre, suivant la région.



Figure 9: Représentation schématique et image de *Mentha aquatica* L

b) Composition chimique de feuille *Mentha-aquatica L*

Tableau 1:Composition chimique des feuilles de *Mentha aquatica L*

Composition chimique des feuilles de *Mentha aquatica L* [1].

Polyphénol	Coumarine	Tanins	Alcaloïde	Huile essentielle, Acides gras
Présence a une quantité importante	Présence a une quantité importante	Présence a une quantité Importante	Présence a une quantité faible	Présence a une quantité faible

I. 2. Matériel chimique

- Nitrate d'argent (AgNO_3)
- Tétrahydroborate (NaBH_4)
- L'eau distillée

a) Matériaux mésoporeux MCM-41

1. Définition

MCM-41 est un matériau mésoporeux à structure hiérarchisée de la famille des silicates et aluminosilicates développé dans les années 1990 au sein des laboratoires de la société Mobil pour être utilisé comme catalyseur ou support de catalyseur [2], Il contient un arrangement régulier de mésopores cylindriques formant un système de pores unidimensionnel [3].

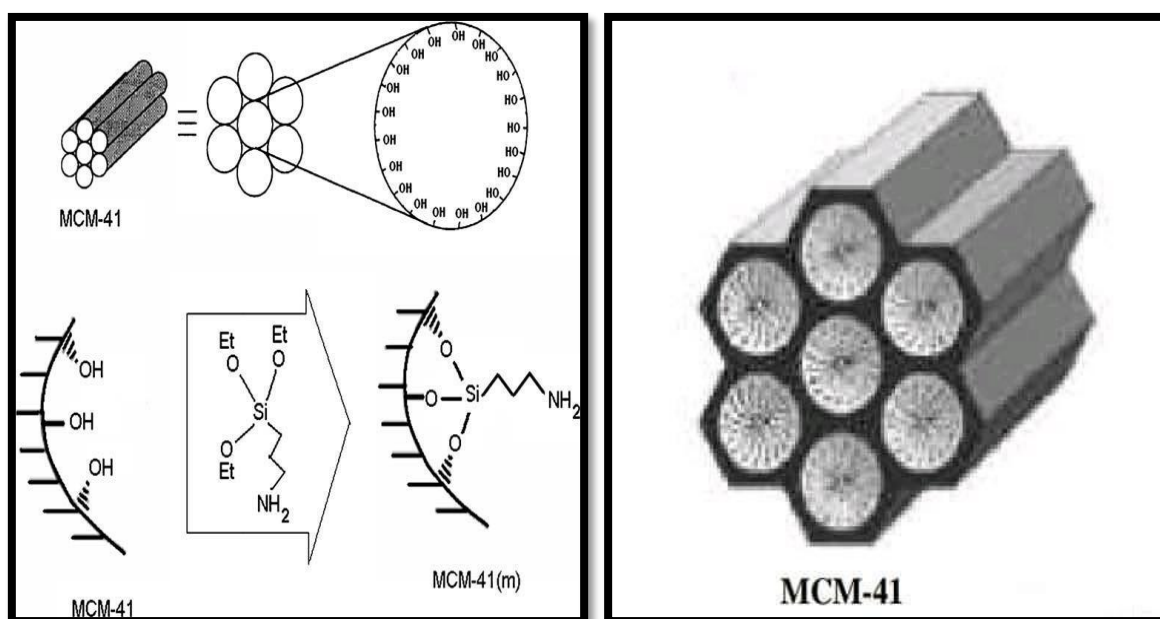


Figure 10:Représentation schématique et image de Matériaux mésoporeux MCM-41.

2. Propriété de matériaux MCM-41

Le tableau ci-dessous représente les Propriété de matériaux mésoporeux MCM-41 :

Tableau 2: Les Propriété de matériaux MCM-41

[4,5].

MCM-41	Structure des pores	2 Θ	d100(Å)	a0 (Å)	PH en synthèse
	Hexagonal	1.91	46.20	53.34	Basique

b) Colorant utilisé

c) Bleu de Méthylène

Le bleu de méthylène est un colorant cationique (une molécule organique) de formule brute $C_{16}H_{18}ClN_3S$. Il est aussi appelé méthylthioninium ou chlorure de tétraméthylthionine, il se présente sous la forme d'une poudre vert foncé avec masse molaire est égale à 319,85 g/mol Cette molécule existe sous deux formes : une forme oxydée bleue et une forme réduite incolore. [6,7]

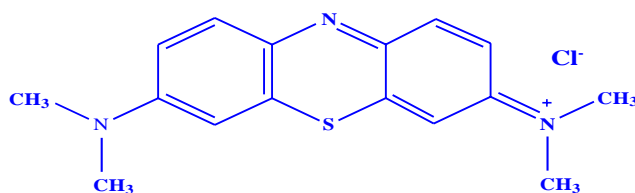


Figure 11: Structure chimique du bleu méthylène

II. Méthodes

II. 1. Préparation de l'extrait des feuilles de *Mentha aquatica*

Des feuilles fraîches de *Mentha aquatica* ont été collectées et séchées à l'air et puis broyées à l'aide d'un mortier. 5 g de poudre de feuilles a été mélangé avec 200 mL d'eau distillé dans un ballon monocaule surmonté d'un réfrigérant, et le mélange a subi un chauffage (80°C) et une agitation, une fois le mélange ébouilli, attendre 10 minutes et retirer du chauffe ballon. Également, la solution est filtrée. Ensuite, l'extrait est conservé dans réfrigérant à $T = -4$ °C.

II. 2. Préparation de silice mésoporeuse MCM-41 calciné

Le matériau mésoporeux MCM-41 est préparé suivant le protocole opératoire mentionné dans les travaux de Hachemaoui et al, 2020 [8].

II. 3. Synthèse de nanocomposite MCM41-AgNPs

1g de MCM-41 calciné ont été dispersés dans 95mL de l'eau distillé puis on ajoute 0.25g d'AgNO₃ sous agitation constante à température ambiante pendant 10 min. Ensuite, on ajouté 5ml de l'extrait de feuille *Mentha aquatica* goutte à goutte et laisse le mélange sous l'agitation à 24h jusqu'à ce que la couleur devienne marron prouvant ainsi la formation des nanocomposite MCM41-AgNPs. Le produit obtenu est centrifugé puis séché pendant 24h à température 60C°.

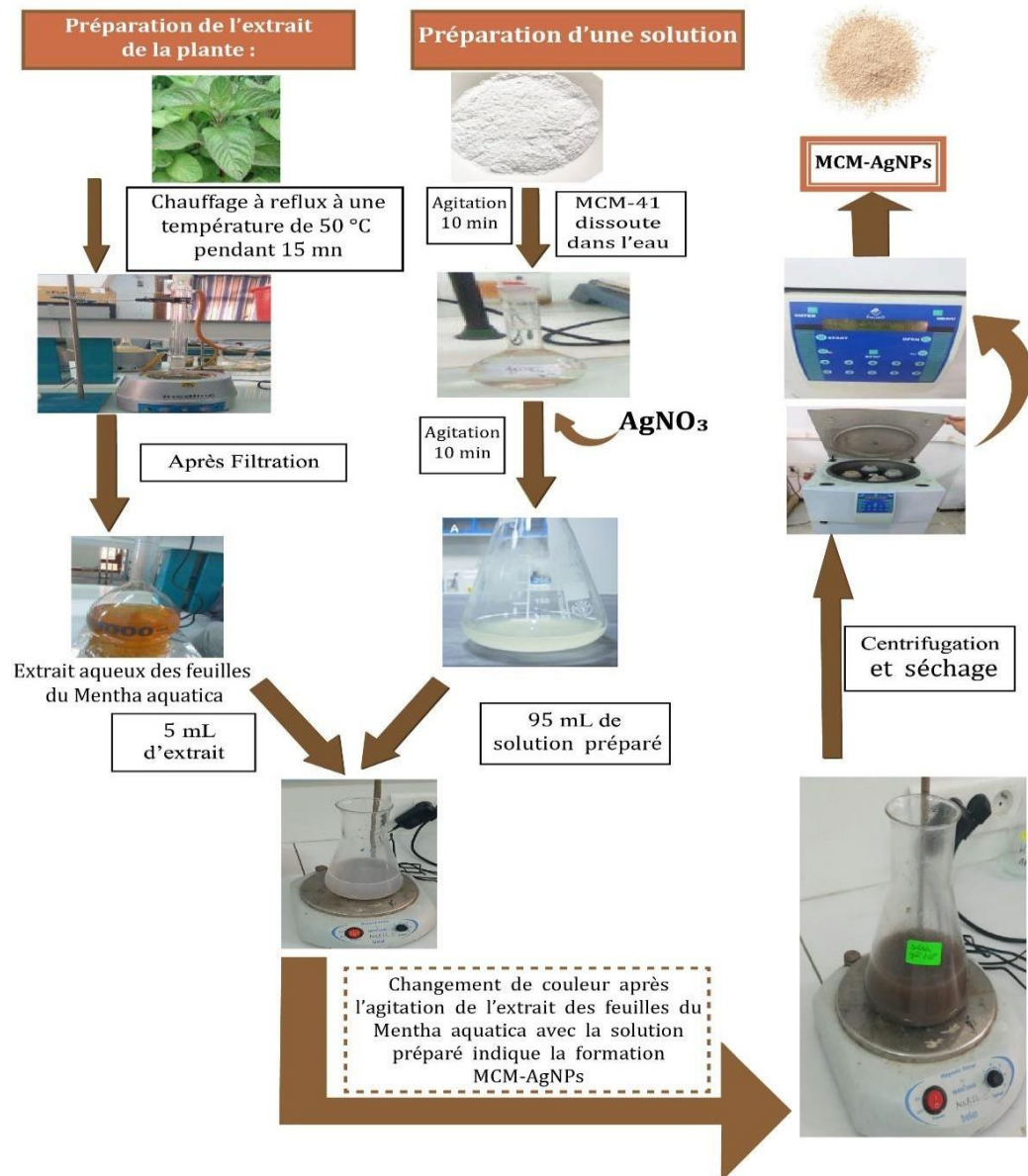


Figure 12: Schéma illustrant le protocole de préparation in situ de MCM41-AgNPs par une voie biologique.

III. Caractérisation

III. 1. UV-Visible

La spectroscopie UV-Visible est la méthode utilisée pour surveiller la résonance plasmonique de surface (SPR) des nanoparticules d'argent à intervalle de temps régulier à cause des propriétés optiques des nanoparticules métalliques [9]. L'appareil utilisé est un spectrophotomètre 6800 UV/Vis à double faisceau (JENWAY). L'analyse est effectuée entre (400 – 700), qui se trouve au sein du laboratoire de chimie – Université Belhadj Bouchaïb D'Ain-Temouchent. Les spectres d'absorbance des échantillons analysés sont observés.

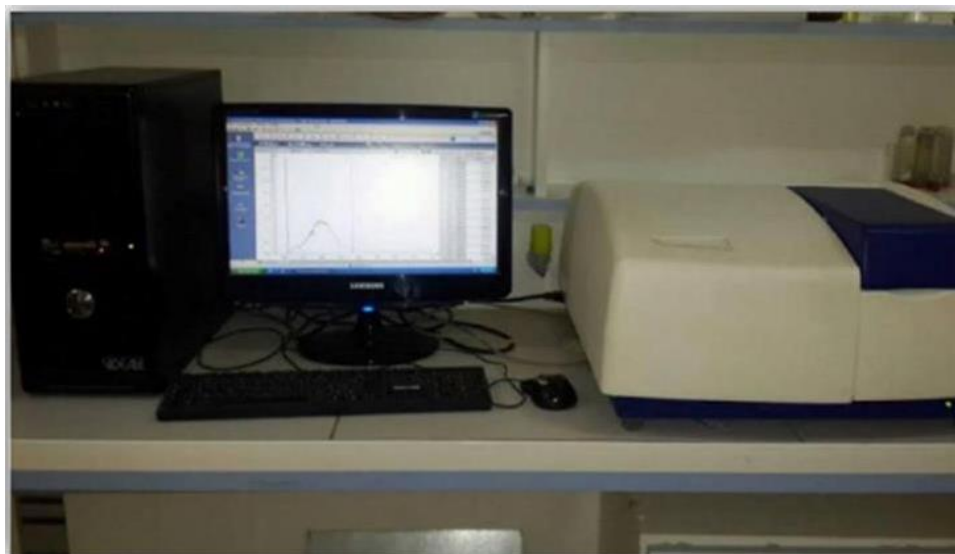


Figure 13: Représenté l'appareil d'UV-Visible

IV. Etude de la dégradation de BM

Le nanocomposite MCM41-AgNPs obtenus ont été utilisés comme catalyseurs pour la réduction catalytique du bleu de méthylène (MB) dans un système simple pour le système simple, 2 mL de la solution de colorant MB (0,1 mM) ont été placés dans une cuvette en quartz, puis 2 mg de catalyseur nanocomposite ont été ajoutés, suivi par l'addition de 1 mL d'une solution de NaBH₄ fraîchement préparée (5 mM). Le mélange réactionnel a été placé dans un spectromètre UV-Vis (6800 UV/Vis à double faisceau JENWAY) à l'aide d'un programme dans lequel un balayage est effectué à chaque minute. Plusieurs paramètres affectant la réduction des colorants ont été étudiés en faisant varier la concentration de colorant entre 0,05 et 0,1 mM, la concentration de NaBH₄ entre 1 et 30 mM et la masse du catalyseur entre 1 et 3 mg.

1. Effet de catalyseur

Pour étudier plus en détail la réduction catalytique du MB, différentes quantités de catalyseur MCM41-AgNP 1-3 mg ont été testées pour évaluer l'effet des masses dans la réduction.

On verse 2 ml de bleu méthylène (concentration 0.08mM) mélange par différent quantité de catalyseur puis, on ajoute 1ml de NaBH₄ de concentration 5 mM.

Tableau 3: Représenté les différentes Masse de MCM-41--AgNPs utilisé en présence NaBH₄ et BM

Concentration	Différent quantité de MCM-41-AgNPs		
0.08 Mm de colorant BM 5 mM de NaBH ₄	1 mg	2 mg	3 mg

2. Effet de la concentration de NaBH₄

Pour étudier plusieurs paramètres, les concentrations de NaBH₄ ont été utilisées pour la réduction du colorant MB tout en maintenant d'autres paramètres constants. Le **tableau 03** montre les différents paramètres utilisés.

Tableau 4 : Représenté les différentes concentrations de NaBH₄ utilisé en présence de BM et MCM41-AgNPs.

Concentration	Différent concentration NaBH ₄			
0.08 Mm de colorant BM 2 mg MCM-41-AgNPs	1 mM	5 mM	10 mM	30 mM

3. Effet de la concentration de colorant BM

L'activité catalytique des catalyseurs à base des nanoparticules d'argent a été évaluée lors de la dégradation du colorant textile (BM) en présence de NaBH₄. . Le tableau 04 montre les différentes concentrations de colorant BM avec un mélange constant de la masse de catalyseur et e NaBH₄.

Tableau 5: Représenté les différentes concentrations de colorant BM utilisé en présence de NaBH₄ et MCM41-AgNPs.

Concentration	Différent concentration de colorant BM			
5 Mm de NaBH ₄ 2 mg MCM-41-AgNPs	0.1 mM	0.08 mM	0.05 mM	0.01 mM

Conclusion

Nous avons tout d'abord vu dans ce chapitre, Les étapes de la synthèse de nanocomposite MCM41-AgNPs par une voie biologique à base de l'extrait des feuilles de *Mentha aquatica* comme bioréducteur. Ensuite, nous avons décrit les procédures expérimentales concernant l'utilisation de ces poudres comme catalyseur catalytique pour dégrader le colorant " bleu méthylène" en présence d'Agent réducteur NaBH_4 . Enfin, nous avons présenté un résumé sur la technique de caractérisation utilisée pour analyser le catalyseur synthétisées.

Références

- [1]: BENOMARI, F.Z., CARACTERISATION CHIMIQUE ET ACTIVITES BIOLOGIQUES DES VOLATILS DE *Mentha aquatica*L. (DOMRANE) DE L'OUEST ALGERIEN, (2014).
- [2]: Brian G. Trewyn, Igor I. Slowing, Supratim Giri, Hung-Ting Chen et Victor S.-Y. Lin, « Synthesis and Functionalization of a Mesoporous Silica Nanoparticle Based on the Sol–Gel Process and Applications in Controlled Release », *Accounts of Chemical Research*, (24 juillet 2007), vol. 40, no 9, p. 846-853 (PMID 17645305, DOI 10.1021/ar600032u)
- [3]: Frank Stallmach, Jörg Kärger, Cordula Krause, Markus Jeschke et Uwe Oberhagemann, « Evidence of Anisotropic Self-Diffusion of Guest Molecules in Nanoporous Materials of MCM-41 Type », *Journal of the American Chemical Society* ,(6 September 2000), vol. 122, no 38, p. 9237-9242 (DOI 10.1021/ja001106x)
- [4]: B. Boukoussa, S. Zeghada, G. Bentabed Ababsa, R. Hamacha, A. Derdour, A. Bengueddach, F. Monginc, Catalytic behavior of surfactant-containing-MCM-41 mesoporous materials for cycloaddition of 4-nitrophenyl azide, *Appl. Catal. Gen.* 489 (2015) 131–139.
- [5]: B. Boukoussa, R. Hamacha, A. Morsli, A. Bengueddach, Adsorption of yellow dye On calcined or uncalcined Al-MCM-41 mesoporous materials, *Arabian Journal of Chemistry* 10 (2017) S2160–S2169.
- [6]: Madani M.A. Adsorption d'un colorant basique (Bleu de méthylène) Sur différents adsorbants (charbon actif en poudre, charbon en grain et la bentonite), *Mémoire de Master*, Université Mohamed khaidr-Biskra, Juin (2014).
- [7]: Zhenwang L. Zhenluc L. Jranjan L. The pt dye molecular structure and ist Chromo Phoriclumnescences mecanisme, 15th word conference on non-destructive testing 15-21 October (2000), Rome.
- [8]: Hachemaoui .M, Boukoussa .B, Mokhtar.A, Mekki .A, Beldjilali.M, Benaissa .M, Zaoui F, Hakiki A, Chaibi W, Sassi .M, Hamacha., Dyes adsorption, antifungal and antibacterial properties of metal loaded mesoporous silica: Effect of metal and calcination treatment, *Materials Chemistry and Physics* 256 (2020) 123704
- [9]: Frank Stallmach, Jörg Kärger, Cordula Krause, Markus Jeschke et Uwe Oberhagemann, « Evidence of Anisotropic Self-Diffusion of Guest Molecules in Nanoporous Materials of MCM-41 Type », *Journal of the American Chemical Society*, 6 septembre (2000), vol. 122, no 38, p. 9237-9242 (DOI 10.1021/ja001106x)

CHAPITRE III :

Résultats et Discussion

Introduction

Les applications pratiques des AgNPs libres sont encore limitées en raison des risques ultimes pour la santé que représente leur dissipation dans l'atmosphère. Il est possible de remédier à ces inconvénients en stabilisant les AgNPs dans divers supports solides [1]. Dans ce chapitre, nous présentons une méthode facile, économique et efficace pour la séquestration directe des AgNPs biosynthétisées sur des composites à base de MCM-41 afin de produire des matériaux ayant des activités catalytiques de haute efficacité pour dégradé les colorant.

I. Propriété structural

L'analyse par diffraction des rayons X est une technique analytique d'investigation qui permet de déterminer la taille et la nature de nanocomposite MCM41-AgNPs biosynthétisées. Dans la **Figure 14.a**, Le diagramme indiquent une silice MCM-41 calciné amorphe [2], comme le confirme l'apparition de bosses amorphes à 2θ 23° . **Figure 14.b**, le spectre XRD des AgNPs biosynthétisées ont montré des pics de diffraction caractéristiques à des valeurs de 2θ d'environ $38,11^\circ$ et $44,3^\circ$; $64,4^\circ$ et $77,3^\circ$ qui correspondent à (111), (200), (220) et (311) la réflexion de Bragg. Les réflexions de diffraction observées les pics représentent la structure cubique à faces centrées (fcc) de l'Ag. Des modèles XRD similaires ont été rapportés pour les AgNPs synthétisés par des extraits de mentha aquatica L. La figure donnée montre que la taille est d'environ 21 nm (en utilisant l'équation de Debye-Scherrer).

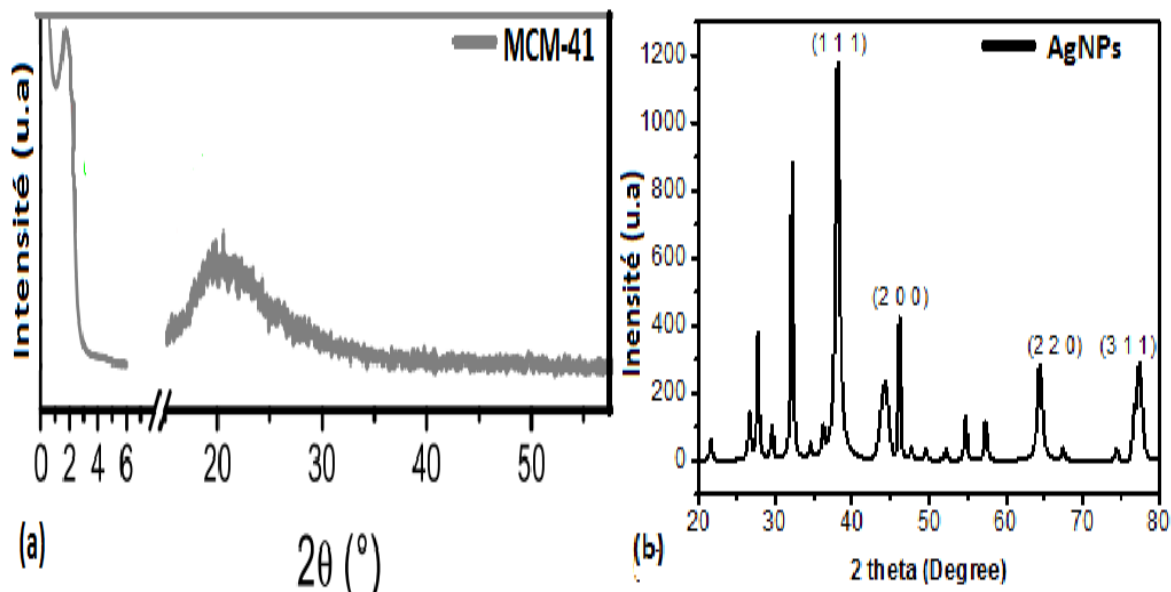


Figure 14: (a) Diagrammes DRX du MCM-41 calciné, (b) Schémas Schéma DRX de AgNps synthétisé en utilisant l'extrait de feuille de menthe aquatique.

Anandhu Mohan et al., 2020 sont synthétisées d'un catalyseur de MCM-41 comme support intégré avec des nanoparticules d'argent (AgNPs) par l'approche de co-réduction. Les données de la diffraction des rayons X (DRX) ont confirmé l'incorporation des AgNPs sur la surface du catalyseur MCM-41.

La figure 15, présente des pics de diffraction caractéristiques aux valeurs 2θ 39° , 45° , 67° , et 80° correspondant à l'espacement d (111), (200), (220), (311) et (222), respectivement, ce qui révèle la phase fcc de l'AgNP. Les résultats ci-dessus suggèrent en outre l'incorporation réussie des AgNPs dans le MCM-41.

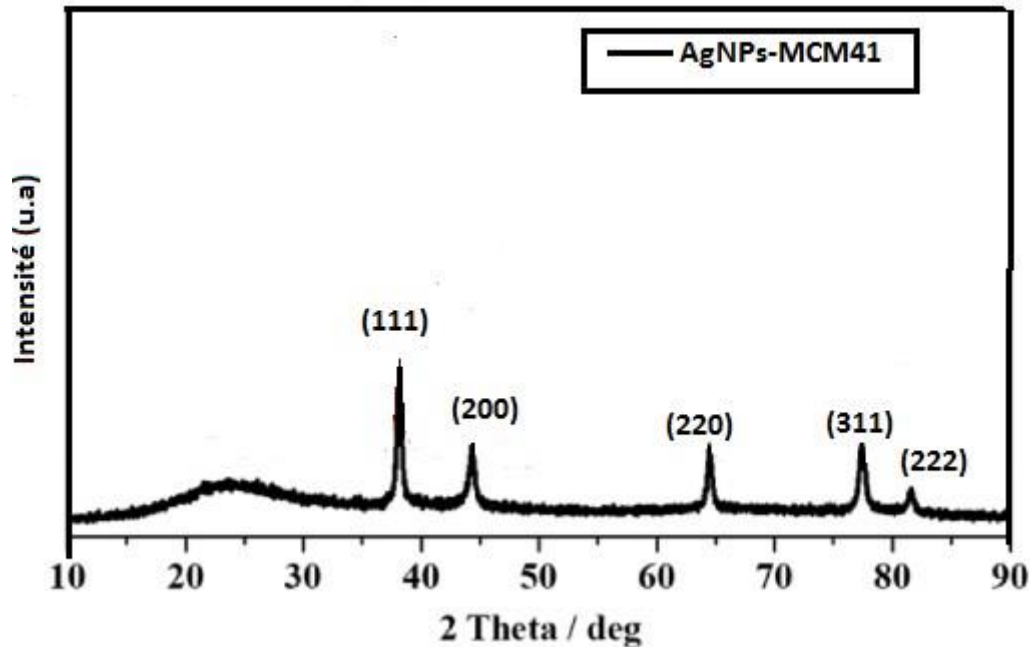


Figure 15: Schémas de DXR à grand angle d'AgNPs-MCM-41 [3].

II. Etude catalytique de la dégradation de BM

II. 1. Etalonnage de colorant BM

La solution mère a été préparée avec une concentration initiale de $10^{-4}M$, à partir de cette solution stock, des solutions filles ont été préparées pour tracer la courbe d'étalonnage du bleu méthylène. Le tableau suivant représente la variation de l'absorbance en fonction de la concentration.

Tableau 06 : Variation de l'absorbance en fonction de la concentration pour différentes solutions filles de bleu méthylène

Solutions	1	2	3	4
Concentration (mol/L)	10^{-4}	8.10^{-5}	5.10^{-5}	10^{-5}
Absorbance de chaque concentration	3.69	2.79	1.92	0.53

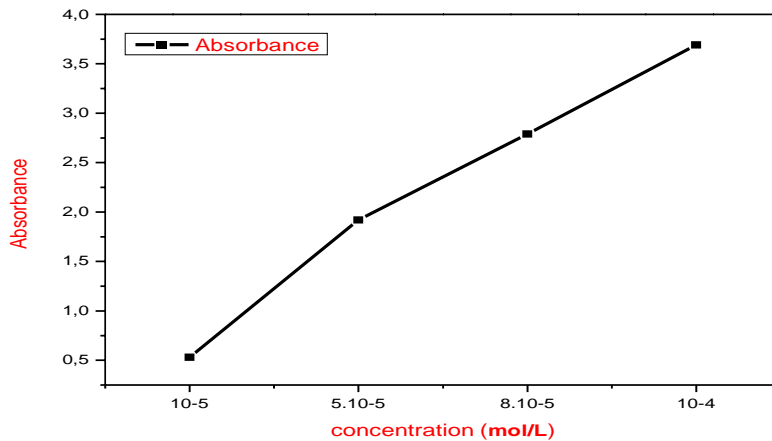


Figure 16: Courbe d'étalonnage du bleu méthylène

II. 2. Effet de catalyseur

La réduction des molécules de MB par NaBH_4 a été étudiée en absence et en présence de nanocomposite MCM41-AgNPs.

La Figure 17 montre que la réduction du MB se déroule très lentement en présence de l'agent réducteur fort NaBH_4 .

D'autre part, après l'addition des MCM41-AgNPs à un mélange d'ions BH_4^- , le mélange réactionnel a été rapidement décoloré, indiquant la remarquable capacité catalytique de catalyseur dans la dégradation du MB. (Fig18 a, b et c) montre les spectres d'absorption UV des colorants BM montrant une diminution graduelle de l'intensité du pic due à la réduction du colorant par le NaBH_4 en présence du catalyseur MCM41-AgNP.

Le temps de dégradation du bleu de méthylène est clairement réduit des molécules de colorant sont dégradées en seulement 2 minutes avec 3mg de MCM41-AgNPs. On peut voir que la bande MB à 664 nm disparaît progressivement.

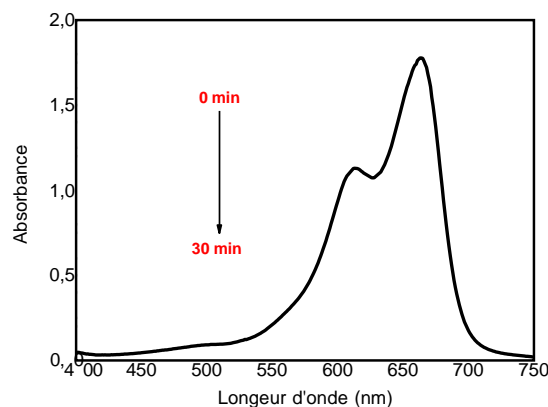


Figure 17: spectre de dégradation de BM en absence de catalyseur (2ml BM 10^{-4}M +1mL NaBH_4 de 5 Mm)

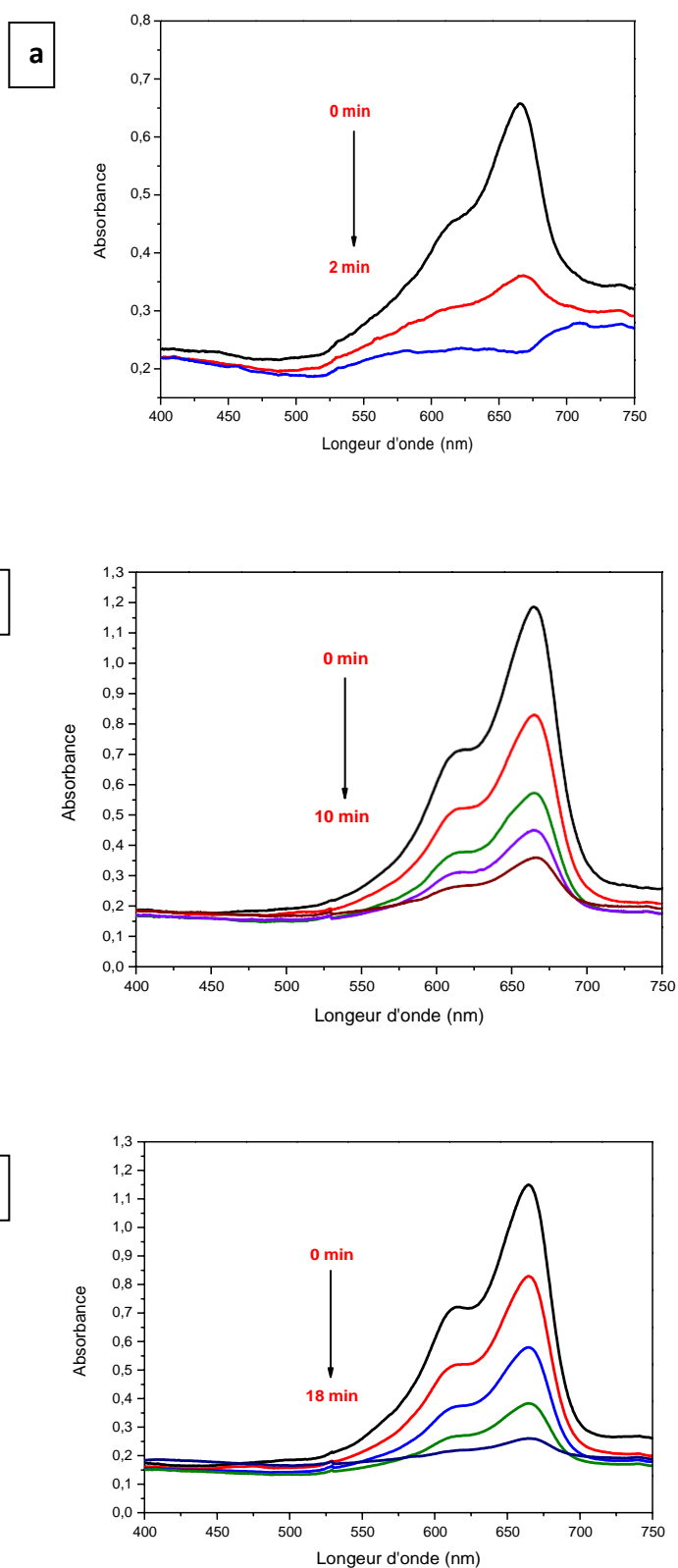


Figure 18: la dégradation de BM en fonction de différente quantité MCM41-AgNPs, (a) : 3 mg, (b) : 2mg, (c) : 1mg.

II. 3. Effet de NaBH₄

Différentes concentrations de NaBH₄ à une quantité de 2mg de MCM41-AgNPs synthétisés ont été utilisées pour la réduction de 10⁻⁴ M molécules de MB et la concentration de NaBH₄ a été variée à 1, 5 ; 10 et 30 mM. Il a été constaté que lorsque la concentration de NaBH₄ augmente, le temps de réduction du colorant diminue. Le taux de réduction le plus rapide a été observé à la concentration de 30 mM de NaBH₄. Cette observation suggère qu'une concentration plus élevée de NaBH₄ augmente la densité locale d'électrons à la surface des NPs d'Ag, ce qui pourrait conduire à une augmentation du taux de réaction, **Figure19**.

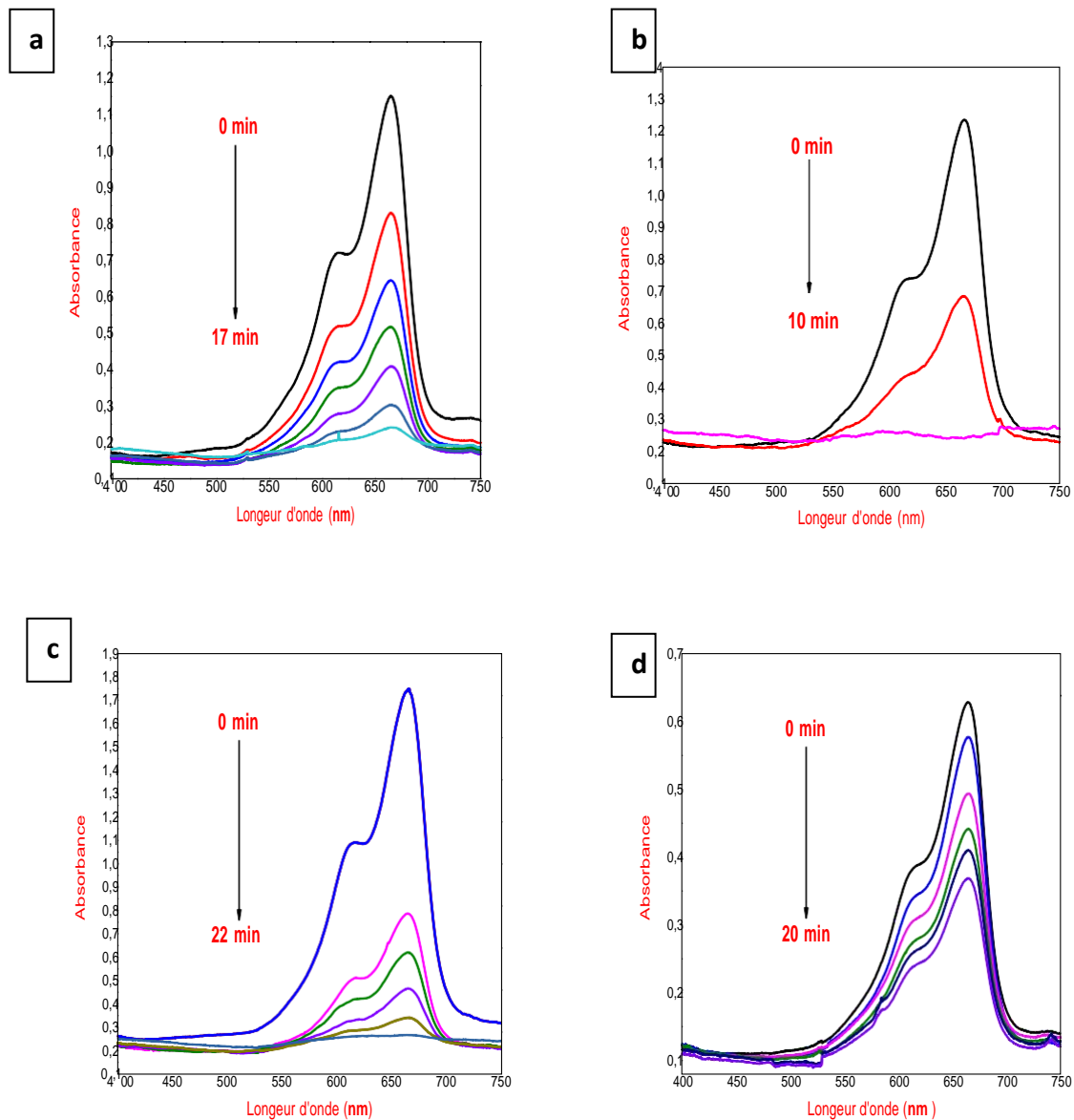


Figure 19: Variation du spectre complet du MB à différentes concentrations de NaBH₄ en présence de MCM41-AgNPs, (a):1mM, (b):5mM, (c):10mM et (d):30Mm.

II. 4. Effet de colorant BM

L'effet de la concentration initiale du colorant sur l'efficacité de la dégradation a été étudié en changeant la concentration des solutions de MB dans la gamme de 0,1 ; 0,08, 0,05 et 0,01mM. Dans toutes les expériences, la même quantité de catalyseur (2mg MCM41-AgNPs en présence de 2ml de colorant et 1ml pour 5mM NaBH₄). Les réductions catalytiques pour toutes les concentrations de MB ont été réduites à leuco-MB. **Figure 20** représente la dégradation du bleu de méthylène en présence du catalyseur MCM41-AgNPs avec un temps de réaction plus lent que la concentration élevée de MB en raison de la disponibilité des sites actifs à faible concentration.

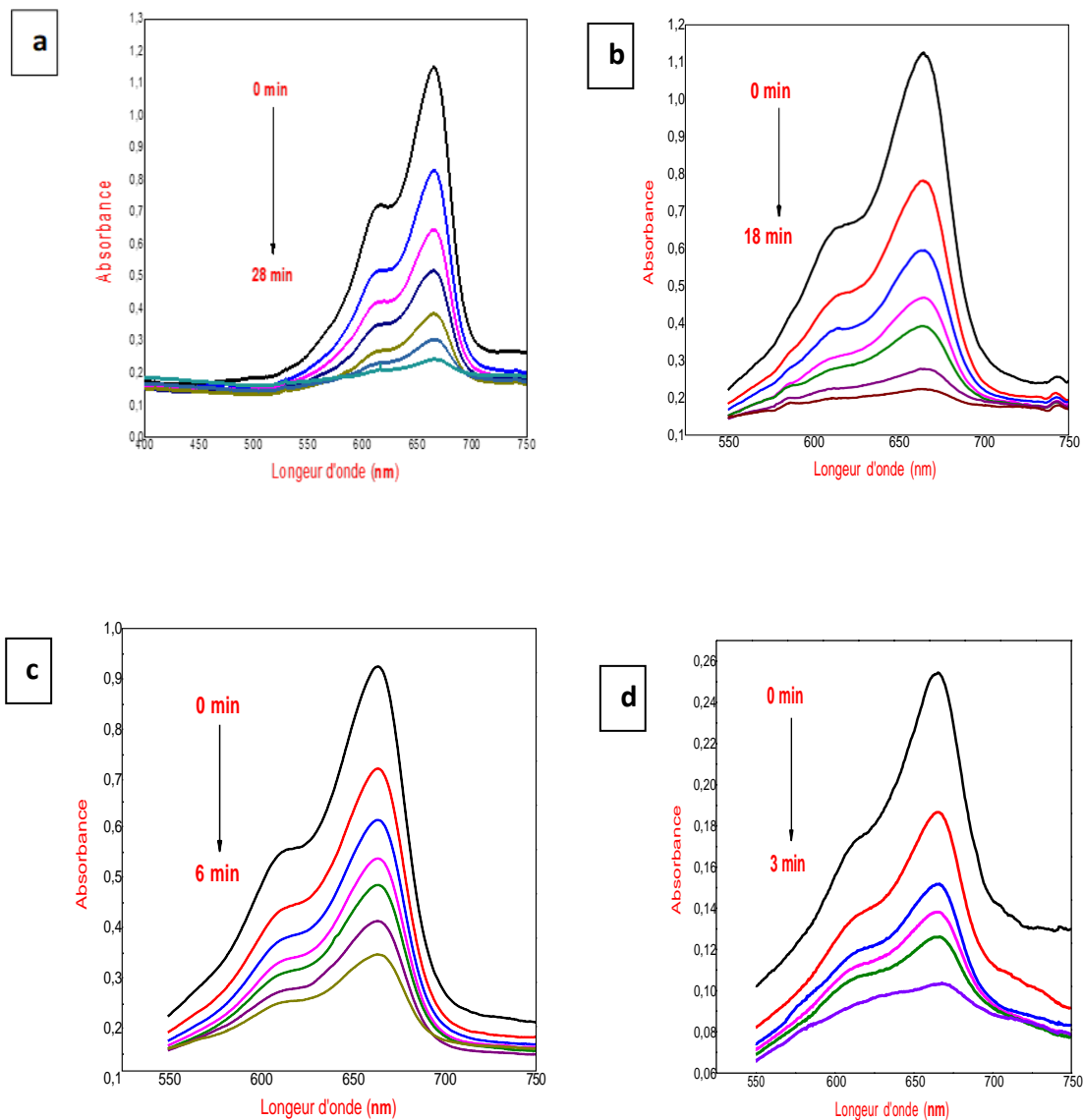


Figure 20: Spectres d'absorption UV-visible pour la dégradation catalytique du bleu de méthylène à différentes concentrations, (a): 0,1 mM, (b): 0,08 mM, (c): 0,05 mM et (d): 0,01 mM

III. Etude comparative avec d'autres catalyseurs étudiés

Tableau 07 : Représente les différents catalyseurs étudiés avec sa masse, la concentration de BM, la concentration de NaBH₄, le temps de la réaction.

Catalyseur	La masse de catalyseur	[BM]	NaBH ₄	Temps (min)	Ref
Nio-Sépiolite	3mg	0.05Mm	0.1M	5	[4]
Aerogel MC@CA(1)	4.8mg	0.6Mm	0.6M	5	[5]
Cu/SBA-15	1mg	0.09Mm	0.2M	8	[6]
MCM41-AgNPs	3mg	0.08Mm	5.10 ⁻³ M	2	Notre travail

Conclusion

Après cette étude, nous avons conclu que l'utilisation de la silice mésoporeuse MCM41 comme une matrice stabilisant les nanoparticules d'argent pour préparé un matériau modifié biologiquement. Ce matériau nanocomposite MCM41-AgNPs, nous avons utilisé comme un catalyseur pour la réduction catalytique de systèmes simple de colorants MB et suivi leur activité par UV-Vis, ou cela donné des résultats très satisfaisants par rapport à l'absence du catalyseur.

Plusieurs paramètres influençant la dégradation ont été étudiés, démontrant que ce système catalytique a le pouvoir de catalyser la réaction de réduction à de faibles chargements massiques du catalyseur et une faible concentration de NaBH_4 . L'effet de différents paramètres opérationnels a été optimisé et les meilleurs résultats ont été obtenus

Références

- [1] I. Makarovsky, Y. Boguslavsky, M. Alesker, J. Lellouche, E. Banin, J.-P. Lellouche, *Adv. Funct. Mater.* 2011, 21, 4295
- [2] Hachemaoui .M, Boukoussa .B ,Mokhtar.A, Mekki .A, Beldjilali.M, Benaissa .M, Zaoui F, Hakiki A, Chaibi W, Sassi .M, Hamacha., Dyes adsorption, antifungal and antibacterial properties of metal loaded mesoporous silica: Effect of metal and calcination treatment, *Materials Chemistry and Physics* 256 (2020) 123704
- [3] Anandhu Mohan, Jerome Peter, Lipeeka Rout, Anju Maria Thomas , Saravanan Nagappan ,Surendran Parambadath, Weijin Zhang , Manickam Selvaraj, Chang-Sik H, Facile synthesis of silver nanoparticles stabilized dual responsive silica nanohybrid: A highly active switchable catalyst for oxidation of alcohols in aqueous medium *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* (2020)
- [4] mémoire de chimie macromoléculaire intitulé biosynthèse et application de nanoparticules oxydes métalliques (NiO) 2021p36
- [5] M. Hachemaoui, A. Mokhtar, A. Mekki, F. Zaoui, S. Abdelkrim, S. Hacini, B. Boukoussa, Composites beads based on Fe₃O₄@MCM-41 and calcium alginate for enhanced catalytic reduction of organic dyes, *Int. J. Biol. Macromol.* 164(2020) 468–479, <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.07.128>.
- [6] B.K. Ghosh, S. Hazra, B. Naik, N.N. Ghosh, Preparation of Cu nanoparticle loaded SBA-15 and their excellent catalytic activity in reduction of variety of dyes, *Powder Technol.* 269 (2015) 371–378, <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2014.09.027>.

Conclusion générale

Dans ce travail, nous avons utilisé un extrait de plante *Menha aquatica* comme agent réducteur pour la préparation de nanoparticules d'argent incorporées dans la silice mésoporeuse MCM-41.

Des nanocomposites MCM41-AgNPs ont été synthétisées avec succès à l'aide d'un protocole simple par nouvelle méthode de synthèse verte. Il a également été possible de vérifier l'importance de sélection d'un groupe fonctionnel de surface adéquat, puisqu'ils ont une forte influence sur le chargement et la distribution des nanoparticules à travers les pores du MCM-41. Les groupes hydroxyle de l'extrait ont été capables de promouvoir la formation de nanoparticules principalement à l'intérieur des pores, avec la charge d'argent la plus élevée.

La caractérisation se fait à l'aide de l'analyse UV-Visible pour :

- * Surveiller la résonance plasmonique de surface (SPR)
- * Faire un test catalytique pour la dégradation réductive du colorant bleu méthylène.

Le catalyseur MCM41-AgNPs a montré la meilleure activité catalytique en raison de la teneur plus élevée en AgNPs et de leurs tailles ultrafines. Ce système catalytique a le pouvoir de catalyser la réaction de réduction à de faibles chargements massiques du catalyseur et une faible concentration de NaBH_4 .

RÉSUMÉ

Les particules métalliques nanométriques sous forme de points quantiques ont suscité l'intérêt de nombreux scientifiques, ces dernières années en raison de leurs propriétés uniques attribuées au confinement quantique ou aux effets de surface, qui sous-tendent leurs futures applications en catalyse ainsi que dans les dispositifs électroniques et optiques miniaturisés.

La silice mésoporeuse MCM-41 hexagonale est l'un des hôtes couramment utilisés pour l'incorporation des nanoparticules d'argent, qui fournissent des canaux de pores et conviennent au confinement de nanostructures métalliques ultrafines dans ses canaux.

Les nanoparticules d'Ag ont été confinées à l'intérieur des canaux de pores de MCM-41 par la méthode biologique de réduction in situ. La XRD et la spectroscopie d'absorption UV-vis ont été utilisées pour caractériser les composites MCM41-AgNPs.

Ces catalyseurs MCM41-AgNPs ont montré une excellente activité catalytique pour éliminer le colorant par rapport à son absence dans le milieu réactionnel, la position de la bande plasmons se situe entre 650 et 675 nm.

Les mots clé : Nanoparticules d'argent, Silice mésoporeuse MCM-41, Bleu de méthylène, Mentha aquatica, Nanocomposites, Catalyseur

ABSTRACT

Nanostructural metal particles in the form of quantum dots have attracted the interest of many scientists, in recent years due to their unique properties attributed to quantum confinement or surface effects, which underlie their future applications in catalysis as well as in miniaturized electronic and optical devices.

Hexagonal MCM-41 mesoporous silica is one of the commonly used hosts for the incorporation of silver nanoparticles, which provide pore channels and are suitable for the confinement of ultrathin metal nanostructures in its channels.

Ag nanoparticles were confined inside the pore channels of MCM-41 by the biological in situ reduction method. XRD and UV-vis absorption spectroscopy were used to characterize the MCM41-AgNPs composites.

These MCM41-AgNPs catalysts showed excellent catalytic activity to remove the dye compared to its absence in the reaction medium, the position of the plasmon band is between 650 and 675 nm

Keywords : Silver nanoparticles, Mesoporous silica MCM-41, Methylene blue, Mentha aquatica, Nanocomposites, Catalyst

المخلص

جذبت الجسيمات المعدنية ذات البنية النانوية على شكل نقاط كمية اهتمام العديد من العلماء ، في السنوات الأخيرة بسبب خصائصها الفريدة المنسوبة إلى الحبس الكمي أو التأثيرات السطحية ، والتي تكمن وراء تطبيقاتها المستقبلية في التحفيز وكذلك في الأجهزة الإلكترونية والبصرية المصغرة

تعد السيليكا السداسية المسامية MCM-41 واحدة من المضيفات شائعة الاستخدام لدمج الجسيمات النانوية الفضية ، والتي توفر قنوات مسامية ومناسبة لحصر الهياكل النانوية المعدنية فائقة الرقة في قنواتها.

كانت الجسيمات النانوية Ag المحصورة داخل قنوات المسام لـ MCM-41 بطريقة التخفيض البيولوجي في الموقع.

تم استخدام مطيافية الامتصاص XRD و UV-vis لتوصيف مركبات MCM41-AgNPs.

أظهرت محفزات MCM41-AgNPs نشاطاً تحفيزياً ممتازاً لإزالة الصبغة مقارنة بغيابها في وسط التفاعل وبتراوح موضع شريط البلازمونات بين 650 و 675 نانومتر.

الكلمات المفتاحية : معدن الفضة, السيلكا ميسوبوروس , الميثيلين الازرق, النعناع المائي , مركبات النانو , عامل محفز.