

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 T'émouchent-Belhadj Bouchaib
Faculté des Sciences et de Technologie
Département Science de la matière



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

**Préparation et caractérisation de films polymériques
biodégradables incorporant des extraits naturels à potentiel
Antioxydante**

Présenté Par :
M^{elle}. BENDAHMANE Douaa
Devant le jury composé de :

Dr FEKIH Nadia	MCA	U.Ain Témouchent	Présidente
Dr BELDJILALI Mohammed	MCA	U.Ain Témouchent	Examineur
Dr ALLAL Asma	MCB	U.Ain Témouchent	Encadrante

Année universitaire 2025/2026



Remerciements

Avant tout, je remercie ALLAH, le Tout Puissant, qui m'a accordé la force, la patience, le courage, la volonté et la santé sans lesquels ce travail n'aurait jamais pu voir le jour.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à Dr. Allal Asma pour sa disponibilité, son soutien, ses orientations pertinentes ainsi la qualité de son encadrement tout au long de la réalisation de ce mémoire.

*Je remercie également les membres du jury, Mme **Fekih Nadia** et Ms **BelDjilali Mohammed** merci pour l'honneur qu'ils me font en acceptant de juger ce travail et de participer à la soutenance.*

*Mes vifs remerciements s'adressent également à l'ensemble des enseignants du département de chimie de l'Université Belhadj Bouchaib **d'Aïn Témouchent**, pour leur accompagnement durant notre formation, ainsi qu'à tous ceux qui nous ont apporté leur soutien et leurs encouragements tout au long de ce travail.*

*Nos remerciements aussi l'équipe du laboratoire **pour leur accueil et leur accompagnement au sein du laboratoire** et leur aide précieuse.*

Enfin, je remercie mes parents pour leur soutien, leur patience et leur contribution tout au long de mon parcours.





Dédicace

Je dédie ce modeste travail à Ma chère maman, celle qui m'a donné la vie, m'a élevée, qui a tout sacrifié pour que j'aie la chance d'arriver là où je suis. Celle qui a toujours été présente pour moi, qui m'a toujours soutenue et qui m'a toujours poussée vers la réussite. Aucune dédicace ne pourrait exprimer tous les sentiments que je te porte.

Mon cher papa, mon exemple dans la vie, celui qui nous guide, nous pousse et nous encourage à étudier et à construire notre avenir, aucun mot ne pourrait exprimer mon respect et ma considération que j'ai pour toi.

Mes chères sœurs Hadjer et Aya et mon cher frère Abd Samed, votre présence est une source d'amour, de joie et de bonheur qui m'ont aidée à surmonter les moments difficiles.

Mes chère cousines Chaimaa et Israa, à ma tante Naima et toute ma famille pour leurs soutiens, leurs conseils et leurs encouragements.

Sans oublier mes amies, Hanane, wiam et Abir. Merci pour votre soutien moral

A toutes les personnes qui m'ont aidée de près ou de loin, je vous remercie, et que ce travail traduise ma gratitude envers vous



Sommaire

Introduction générale.....	9
Chapitre I :	4
Rappel Bibliographique	4
Partie A : Généralité sur les polymères biodégradables et les films bio polymériques	5
I. Polymères biodégradables	5
I.1 Définition :	5
I.2 Biodégradabilité :	5
I.3 Classification des polymères biodégradables :	6
I.3.1 Polymères biodégradables issus de ressources renouvelables :	6
I.3.2 Polymères biodégradables issus de la pétrochimie :	8
I.4 Facteurs influençant la biodégradation :	9
I.4.1 Physico-chimie du milieu :	9
I.4.2 Microbiologie du milieu :	9
I.4.3 Structure et propriétés des polymères :	10
I.5 Mécanisme de la biodégradation :	10
I.6 Applications des polymères biodégradables :	11
II. Films polymériques biodégradables :	12
II.1 Définition :	12
II.2 Méthode de préparation de film :	13
II.3 Techniques de caractérisation des films polymériques :	13
II.4 Biopolymères étudiée : Alginate	14
Partie B : Présentation de la plante étudiée :	17
I. Famille des Agavaceae :	17
II. Genre Agave :	17
III. Espèce: Agave American L.	18
III.1 Description botanique :	18
III.2 Classification botanique :	19
III.3 Utilisation traditionnelles :	19
III.4 Études antérieures consacrées à <i>Agave americana</i> L. :	19
Partie C : Généralités sur les nanoparticules d'argents	21
I. Nanoparticules :	21
I.1 Propriétés des nanoparticules :	22
I.1.1 Propriétés catalytiques :	22
I.1.2 Propriétés antibactériennes :	22
II. Nanoparticules d'agents :	22
II.1 Propriétés des nanoparticules d'argent :	23

II.1.1 Propriétés physiques et chimiques de l'argent :	23
II.1.2 Propriétés biologique :	23
II.1.3 Propriétés catalytiques :	23
II.2 Application des nanoparticules d'argents :	23
II.2.1 Application dans l'industrie pharmaceutique et médicale :	23
II.2.2 Applications dans le domaine agro-alimentaire :	24
II.2.3 Application cosmétique :	24
II.4 Méthodes de synthèse des nanoparticules d'argent :	24
II.4.1 Méthode physique :	25
II.4.2 Méthode chimique :	25
II.4.3 Méthode biologique :	25
II.4.4 Méthodes vertes :	26
II.5 Les activités biologiques des AgNPs :	26
II.6 Mécanisme de formation des nanoparticules d'argent :	27
II.7 Techniques de caractérisation des nanoparticules d'argent :	27
II.7.1 Spectroscopie UV-visible :	27
II.7.2 Spectroscopie d'absorption IR :	28
II.7.3 Microscopie à balayage (MEB) :	28
Chapitre II :	29
Matériels et méthode	29
Introduction :	30
I. Matériel végétal :	30
II Synthèse verte des nanoparticules d'argent :	30
II.1 Préparation de l'extrait aqueux :	30
II.2 Synthèse des nanoparticules d'argent :	31
III. Caractérisations des AgNPs :	31
III.1 UV visible :	31
III.2 Spectroscopie Infrarouge a transformé de fourrier (FT-IR) :	32
III.3 Zeta sizer :	33
III.4 Diffractions des rayons X (DRX) :	33
IV. Préparation des films polymériques :	34
IV.1 Méthodologie générale	34
IV.2 Formulations des films	34
IV.3 Protocoles de préparation des solutions filmogènes	35
IV.4 Élaborationfinale des films (coulage et séchage)	38
V. Caractérisations des films polymériques :	39
V.1 Solubilité dans l'eau (méthode de Gontard) :	39

V.2 Mesure de l'épaisseur des films :	39
V.3 Propriétés optiques (UV-Visible) :	40
V.4 Analyse structurale par FT-IR :	41
VI. Évaluation de l'activité Antioxydante :	41
Chapitre III :	Erreur ! Signet non défini.
Résultats et discussions :	Erreur ! Signet non défini.
Introduction :	Erreur ! Signet non défini.
I. Espèce <i>Agave americana</i> :	Erreur ! Signet non défini.
II. Biosynthèse des nanoparticules d'argent :	Erreur ! Signet non défini.
II.1 Obtention des nanoparticules d'argent :	Erreur ! Signet non défini.
II.2 Caractérisation par Spectrophotomètre UV-visible :	Erreur ! Signet non défini.
II.3 Caractérisation par Zetasizer :	Erreur ! Signet non défini.
II.4 Caractérisation par spectroscopie infrarouge :	Erreur ! Signet non défini.
III.1 Caractéristiques visuelles des films :	Erreur ! Signet non défini.
III.2 Solubilité dans l'eau des films polymérique :	Erreur ! Signet non défini.
III.3 Caractérisation mécanique des films par analyse mécanique Dynamique (DMA) :	Erreur ! Signet non défini.
VI. Activité antioxydante :	Erreur ! Signet non défini.
VI.1 Activité antioxydante de l'extrait aqueux et des nanoparticules d'argent :	Erreur ! Signet non défini.
VI.2 Activité antioxydante des films polymériques :	Erreur ! Signet non défini.
Conclusion générale :	45
Références bibliographiques :	48
Résumé :	57

Liste des figures :

Figure	pages
Figure 1 : Cycle de vie de polymères biodégradables et biosourcés.	06
Figure 2 : structure chimique de la chitine et du chitosane.	07
Figure 3 : classification des polymères biodégradables.	09
Figure 4 : Mécanisme de biodégradation des polymères.	11
Figure 5 : Applications des polymères biodégradables dans la biomédecine, l'emballage et l'agriculture.	12
Figure 6 : représentation schématique de la préparation d'un film polymérique.	13
Figure 7 : Techniques de caractérisation des films polymériques.	14
Figure 8 : Caractéristiques structurales d'alginate : (a) monomères de l'acide alginique, (b) polymère d'alginate, (c) distribution des blocs.	15
Figure 9 : Algues brunes marines utilisées comme source d'alginate	16
Figure 10 : vue générale de la plante <i>Agave americana</i>	18
Figure 11 : carte de répartition géographique d' <i>Agave americana</i> en Amérique du Nord.	21
Figure 12 : Intervalle de tailles des nanoparticules en comparaison avec celui des principales structures chimiques et biologiques	22
Figure 13 : l'argent et nanoparticule d'argent.	23
Figure 14 : Mécanisme de formation des nanoparticules d'argent	27
Figure 15 : <i>Agave Americana</i> L	30
Figure 16 : Étape de préparation de l'extrait aqueux	31
Figure 17 : Protocole de synthèse des nanoparticules d'argent	31
Figure 18 : Zetasizer	33
Figure 19 : Diffractions des rayons x (DRX)	34
Figure 20 : Les étapes de préparation du film témoin	36
Figure 21 : Solutions filmogènes contenant l'extrait végétal	36
Figure 22 : les étapes de préparation du film contenant les AgNPs	37
Figure 23 : solution d'alginate contenant l'extrait et AgNPs	38
Figure 24 : Préparation des films parla méthode de coulage avant étuvage	39
Figure 25 : UV visible	41
Figure 26 : spectroscopie (FT-IR)	41
Figure 27 :Mécanisme de réduction du radical DPPH.(Décoloration de la solution du DPPH, passant du violet au jaune).	43
Figure 28 : Poudre des Nanoparticules d'argent (AgNPs) obtenue après séchage.	46
Figure 29 : Spectres UV-Visible de l'extrait aqueux et des nanoparticules d'argent (AgNPs) synthétisées montrant un pic SPR caractéristique à 433 nm	47
Figure 30 :Distribution du potentiel zêta des nanoparticules d'argent synthétisées.	48
Figure 31 : Spectre infrarouge (FTIR) des nanoparticules d'argent synthétisées	49
Figure 32 : Diffractogramme DRX (XRD) des nanoparticules d'argent synthétisées	50
Figure 33 : Observation visuelle des films élaborés	52

Liste des tableaux :

Tableaux	pages
Tableau 1 : Principales applications de l'alginate dans différents secteurs industriels.	17
Tableau 2 : Classification taxonomique d'Agave americana L.	19
Tableau 3 : Classification des différentes méthodes de synthèse des nanoparticules d'argent selon leur nature et leur impact toxique.	25
Tableau 4 : Composition des films polymériques à base d'alginate incorporant l'extrait végétal et/ou les nanoparticules d'argent (ex-situ).	35
Tableau 5 : composition des films incorporant des nanoparticules d'argent synthétisées in-situ.	35
Tableau 6: Résultats du test de solubilité des différents échantillons	53
Tableau 7 : Valeurs des IC ₅₀ du DPPH des extraits aqueux et des nanoparticules d'argent biosynthétisées	57
Tableau 8: Activité de piégeage du radical DPPH des films à base d'alginate.	58

Introduction générale

Au cours des dernières décennies, l'augmentation de la population mondiale et le développement industriel ont entraîné une utilisation massive des matières plastiques dans différents domaines, notamment celui de l'emballage. Cependant, l'accumulation des déchets plastiques constitue aujourd'hui une source majeure de pollution environnementale en raison de leur faible biodégradabilité et de leur longue durée de vie dans les milieux naturels. En outre, leur présence dans les décharges provoque une saturation progressive des espaces de stockage et représente une menace importante pour les écosystèmes [1].

Face à cette problématique environnementale, de nombreuses recherches se sont orientées vers le développement de matériaux biodégradables et écologiques capables de remplacer les polymères synthétiques conventionnels [2]. Parmi les alternatives étudiées, les biopolymères naturels suscitent un intérêt croissant grâce à leurs propriétés biodégradables, biocompatibles, renouvelables et non toxiques [3].

L'alginate de sodium figure parmi les biopolymères les plus utilisés dans la préparation des films biodégradables. Ce polysaccharide naturel, principalement extrait des algues brunes, possède une excellente capacité filmogène ainsi qu'une bonne biocompatibilité, ce qui favorise son utilisation dans les domaines alimentaire, pharmaceutique et biomédical [4]. Néanmoins, les films à base d'alginate présentent certaines limites, notamment une faible résistance mécanique et une forte sensibilité à l'humidité. Ainsi, l'incorporation de plastifiants ou d'additifs fonctionnels apparaît nécessaire afin d'améliorer leurs propriétés physico-chimiques et fonctionnelles [5].

Dans ce contexte, l'utilisation d'extraits végétaux dans les matrices polymériques biodégradables représente une approche particulièrement intéressante. Les extraits naturels sont riches en composés bioactifs tels que les polyphénols, les flavonoïdes et d'autres métabolites secondaires possédant des propriétés antioxydantes et antimicrobiennes [6]. Ces composés sont capables de neutraliser les radicaux libres responsables des phénomènes d'oxydation, contribuant ainsi à améliorer la stabilité des matériaux et à prolonger la durée de conservation des produits alimentaires [7].

Parallèlement, les nanotechnologies occupent une place importante dans le développement de matériaux polymériques innovants et multifonctionnels [8]. Parmi les nanoparticules métalliques, les nanoparticules d'argent (AgNPs) présentent un intérêt particulier en raison de leurs remarquables propriétés antimicrobiennes, antioxydantes et catalytiques [9]. Leur

incorporation dans les films polymériques biodégradables permet d'améliorer significativement les propriétés biologiques et fonctionnelles des matériaux élaborés [10].

La synthèse verte des nanoparticules d'argent à partir d'extraits végétaux constitue une méthode écologique et économique permettant d'éviter l'utilisation de substances chimiques toxiques généralement employées dans les méthodes conventionnelles [9]. Les composés phytochimiques présents dans les plantes jouent simultanément le rôle d'agents réducteurs et stabilisants lors de la formation des nanoparticules. Cette approche s'inscrit pleinement dans les principes de la chimie verte et du développement durable [6].

Dans cette perspective, *Agave americana* représente une source naturelle prometteuse grâce à sa richesse en métabolites secondaires bioactifs. Les extraits de cette plante possèdent un potentiel antioxydant important et peuvent être utilisés pour la biosynthèse des nanoparticules d'argent ainsi que pour l'amélioration des propriétés fonctionnelles des films biodégradables.

Le présent travail a pour objectif la synthèse verte des nanoparticules d'argent à partir de l'extrait aqueux d'*Agave americana* ainsi que leur incorporation dans des films polymériques biodégradables à base d'alginate de sodium. Cette étude vise également à évaluer l'influence de l'extrait végétal et des nanoparticules synthétisées sur les propriétés physico-chimiques, mécaniques et antioxydantes des films élaborés.

Ce mémoire est structuré en trois chapitres :

- Le premier chapitre présente une synthèse bibliographique portant sur les polymères biodégradables, les films polymériques, les extraits naturels à activité biologique ainsi que les nanoparticules d'argent et leur synthèse verte.
- Le deuxième chapitre décrit les matériels et méthodes utilisés au cours de cette étude, notamment la préparation des extraits végétaux, la synthèse des nanoparticules d'argent, l'élaboration des films polymériques ainsi que les différentes techniques de caractérisation employées.
- Le troisième chapitre est consacré à la présentation et à la discussion des résultats expérimentaux obtenus concernant la caractérisation des nanoparticules d'argent, l'évaluation des propriétés des films élaborés ainsi que l'étude de leur activité antioxydante.

Références bibliographiques:

- [1] Olabarrieta, I., Forsström, D., Gedde, U. W., & Hedenqvist, M. S. (2001). Transport properties of chitosan and whey blended with poly (ϵ -caprolactone) assessed by standard permeability measurements and microcalorimetry. *Polymer*, 42(9), 4401–4408.
- [2] Ali, A., Ahmed, S., & Khan, M. T. (2018). Biopolymers and their composites for food packaging applications: A review. *International Journal of Biological Macromolecules*, 109, 1098–1110.
- [3] Lee, K. Y., & Mooney, D. J. (2012). Alginate: Properties and biomedical applications. *Progress in Polymer Science*, 37(1), 106–126.
- [4] Rhim, J. W. (2004). Physical and mechanical properties of water resistant sodium alginate films. *LWT – Food Science and Technology*, 37(3), 323–330.
- [5] Sánchez-González, L., Vargas, M., González-Martínez, C., Chiralt, A., & Cháfer, M. (2011). Use of essential oils in bioactive edible coatings: A review. *Food Engineering Reviews*, 3(1), 1–16.
- [6] Ahmed, S., Ahmad, M., Swami, B. L., & Ikram, S. (2016). A review on plants extract mediated synthesis of silver nanoparticles for antimicrobial applications: A green expertise. *Journal of Advanced Research*, 7(1), 17–28.
- [7] Azeredo, H. M. C. (2009). Nanocomposites for food packaging applications. *Food Research International*, 42(9), 1240–1253.
- [8] Rai, M., Yadav, A., & Gade, A. (2009). Silver nanoparticles as a new generation of antimicrobials. *Biotechnology Advances*, 27(1), 76–83.
- [9] Iravani, S. (2011). Green synthesis of metal nanoparticles using plants. *Green Chemistry*, 13(10), 2638–2650.
- [10] Guilger, M., Pasquoto-Stigliani, T., Bilesky-José, N., Grillo, R., Abhilash, P. C., & Fraceto, L. F. (2017). Biogenic silver nanoparticles based on botanical substances for biomedical applications. *RSC Advances*, 7, 51426–51436.

Chapitre 01 : Rappel Bibliographique

Partie A : Généralité sur les polymères biodégradables et les films bio polymériques

I. Polymères biodégradables

I.1 Définition :

Selon l'ASTM (American Society for Testing and Materials), le terme « biodégradable » désigne un matériau capable de se décomposer en biomasse, en dioxyde de carbone et en méthane.

Ce processus s'accompagne principalement d'une altération progressive des propriétés physiques et mécaniques du matériau. Les matériaux biodégradables se dégradent généralement sous l'action de micro-organismes naturels tels que les bactéries, les champignons et les algues, qui jouent un rôle essentiel dans le phénomène de biodégradation. Parmi les facteurs environnementaux influençant ce processus, la température constitue l'un des paramètres les plus déterminants, en raison de son impact direct sur la croissance et l'activité des micro-organismes [1,2].

I.2 Biodégradabilité :

La biodégradabilité est la capacité d'un matériau à se dégrader naturellement sous l'action des micro-organismes après son utilisation.

La biodégradation est un processus chimique qui entraîne la fragmentation progressive de la structure moléculaire d'un composé organique, menant à la transformation du carbone en CO₂ (dioxyde de carbone) et à la formation de métabolites de plus petite masse moléculaire pouvant être intégrés à la construction des éléments cellulaires (croissance des êtres vivants) [3].

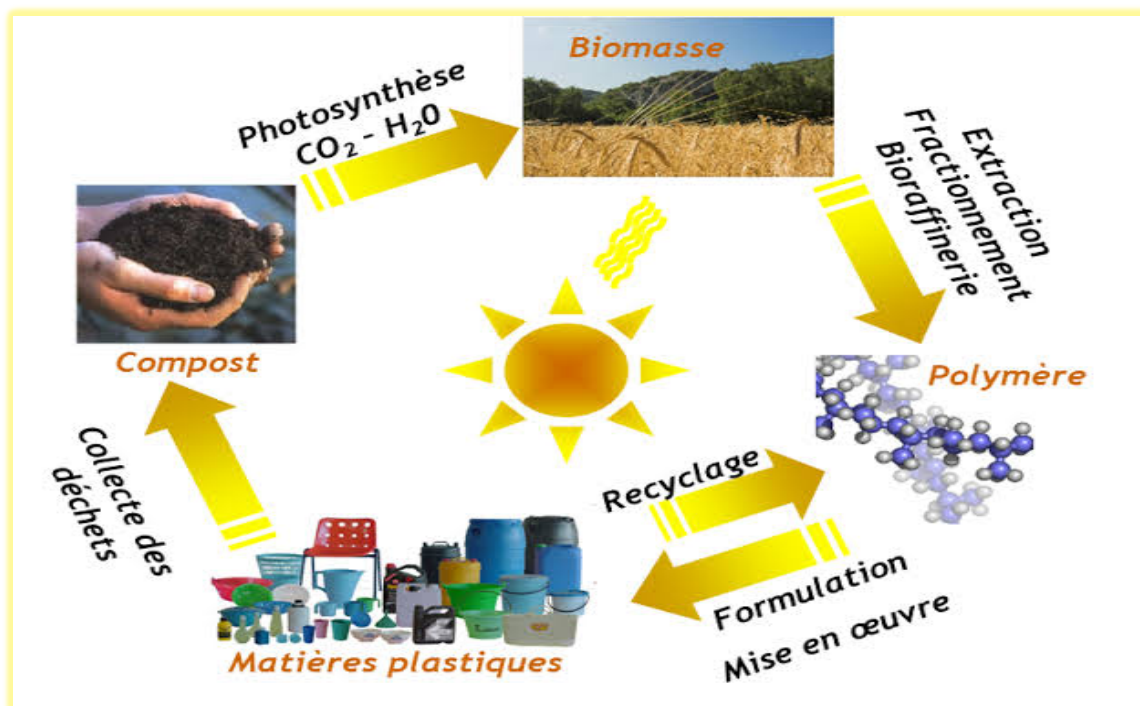


Figure 1 : Cycle de vie de polymères biodégradables et biosourcés [4].

I.3 Classification des polymères biodégradables :

Il existe plusieurs catégories de polymères biodégradables pouvant être classées selon différents critères. De manière générale, ces polymères sont regroupés en fonction de leur origine et des matières premières utilisées pour leur fabrication. Ainsi, selon la provenance des ressources et les procédés de synthèse employés, on distingue principalement deux grandes voies de production des matériaux biodégradables : ceux issus de ressources fossiles (pétrochimiques) et ceux obtenus à partir de ressources renouvelables [5].

I.3.1 Polymères biodégradables issus de ressources renouvelables :

✓ Polymère naturels :

Les macromolécules naturelles sont produites naturellement par des organismes vivants (végétaux, animaux et microorganismes) [6]. Elles peuvent être synthétisés directement par les plantes au cours de leur croissance ou produits par des procédés biologiques tels que la culture anaérobie de micro-organismes (bactéries, champignons) en présence de composés organiques. Parmi les polymères les plus connues, on retrouve les polysaccharides, tels que l'amidon, le chitosane et la cellulose [7].

- L'amidon :

L'amidon est considéré comme un polymère naturel le plus répandu chez les végétaux, il constitue une partie importante de l'alimentation humaine. On le retrouve dans plusieurs

produits alimentaires tels que le pain, les pâtes, le riz, les pommes de terre, etc. Il est non toxique, non allergène [8]. Il peut être considéré comme une source d'énergie est employée aussi bien dans le domaine alimentaire que dans diverses applications industrielles.

-Le chitosane :

Par déacétylation de la chitine, on obtient le chitosane, un polymère naturel biodégradable et biocompatible. On le retrouve dans certains champignons (champignons zygomycètes) et dans la paroi abdominale de la reine termite. Le chitosane et la chitine possèdent une structure chimique comparable, car ils sont constitués de chaînes linéaires de résidus de glucosamine et de N-acétylglucosamine. La seule distinction réside dans le nombre inférieur de groupements acétyle présents dans le chitosane [9].

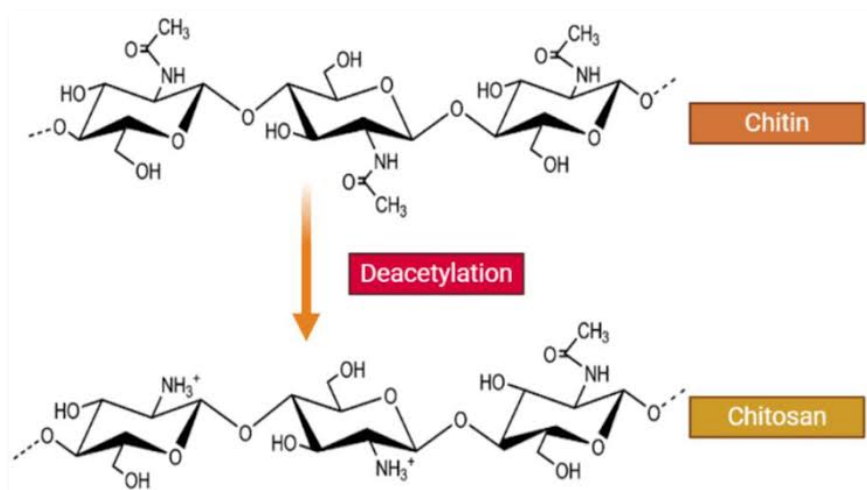


Figure 2 : structure chimique de la chitine et du chitosane [10].

-La cellulose :

Cette macromolécule glucidique constitue un composant structurel crucial pour la quasi-totalité des parois des plantes. La cellulose, principal composant du bois, est également un élément prépondérant [11].

-Alginate de sodium (Na-Alg) :

Le polysaccharide linéaire connu sous le nom d'alginate de sodium ($\text{NaC}_6\text{H}_7\text{O}_6$) est un dérivé de l'acide alginique. Il se compose des acides 1,4- β -D-mannuronique (M) et α -L-guluronique (G). L'alginate de sodium, présent dans la paroi cellulaire des algues brunes marines, renferme approximativement 30 à 60 % d'acide alginique [12].

✓ Les bios polymères :

Les biopolymères sont des matériaux polymériques entièrement élaborés à partir de ressources renouvelables telles que l'amidon et les sucres, et synthétisés par des voies

chimiques ou biotechnologiques. Le poly (acide lactique) (PLA) et les polyhydroxyalkanoates (PHA) constituent les principaux exemples de cette catégorie [13, 6].

I.3.2 Polymères biodégradables issus de la pétrochimie :

Ces polymères sont élaborés à partir de matières premières d'origine pétrochimique. Ils présentent de bonnes propriétés mécaniques en conditions d'usage tout en ayant la particularité d'être biodégradables à l'issue de leur cycle de vie [13].

-Les polyesters :

Ces polymères sont reconnus pour leur biodégradabilité, laquelle s'effectue principalement par hydrolyse chimique ou enzymatique. Ils incluent notamment les polymères aliphatiques et les polyesters aromatiques [14].

-Les polyamides :

Les polyamides (PA) sont obtenus par polycondensation entre un diacide et une diamine, ou par auto-condensation d'un acide aminé. Ils comportent des liaisons amide susceptibles d'être hydrolysées sous l'action enzymatique notamment par des enzymes de type peroxydase et protéases [14,15].

-Les polyoléfines :

Les polyoléfines sont des polymères et des copolymères dérivés des hydrocarbures éthyléniques. Le poly (alcool vinylique) (PVA) est le seul polymère vinylique à haute masse molaire qui est biodégradable [16,17]. La capacité de ce polymère à se biodégrader dépend des groupes hydroxyle présents le long de sa chaîne principale, qui confèrent une solubilité dans l'eau [3].

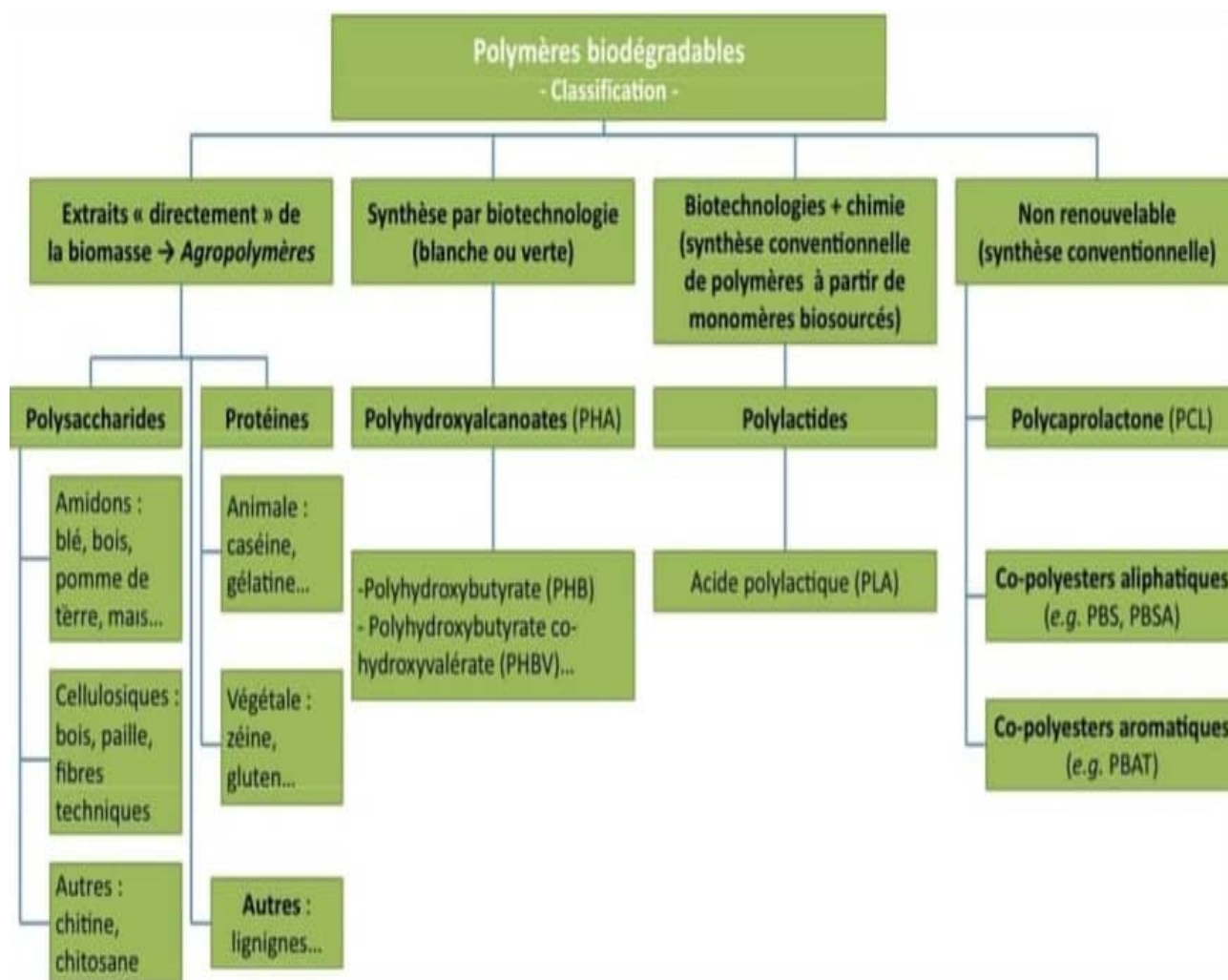


Figure 3: classification des polymères biodégradables [18].

I.4 Facteurs influençant la biodégradation :

De nombreux éléments influencent le processus de biodégradation. Parmi eux, on peut identifier les facteurs physico-chimiques de l'environnement de la biodégradation, les facteurs biologiques associés à la biodégradation, ainsi que la structure et les caractéristiques du substrat [19,20].

I.4.1 Physico-chimie du milieu :

Effectivement, certains paramètres sont essentiels non seulement pour la croissance des micro-organismes participant au processus de décomposition, mais également en ce qui concerne le matériau à décomposer. Cela concerne la température (qui stimule l'activité microbienne), l'humidité (qui doit être suffisante pour favoriser l'activité des micro-organismes), la présence ou l'absence d'oxygène, et la concentration en éléments nutritifs (azote, phosphore) [21].

I.4.2 Microbiologie du milieu :

Le milieu biologique, où les polymères sont placés pour être dégradés, est crucial puisqu'il contient les agents biologiques susceptibles de déclencher une attaque biologique, à savoir les micro-organismes. Ces agents, notamment les champignons et les bactéries, ont la capacité de produire des enzymes qui agissent sur le polymère visé afin d'initier le processus de fragmentation et de minéralisation en monomères et oligomères [21].

I.4.3 Structure et propriétés des polymères :

La structure et les propriétés du polymère jouent un rôle essentiel dans le processus de biodégradation. Plusieurs facteurs peuvent influencer ce phénomène, notamment le degré de polymérisation, le caractère hydrophile ou hydrophobe du matériau, ainsi que la nature des liaisons chimiques présentes. La porosité du polymère est également importante, car elle facilite la diffusion des enzymes à l'intérieur de la matrice polymérique. De plus, le taux de cristallinité et la composition du matériau, en particulier la présence d'additifs ou de charges, peuvent entraîner des comportements de biodégradation différents. Enfin, la taille de l'échantillon influence la vitesse de biodégradation. Plus l'échantillon est volumineux, plus la dégradation est lente. Cette relation est liée à la surface spécifique : les particules de petite taille possèdent une surface spécifique plus élevée, ce qui augmente la surface de contact et favorise ainsi la biodégradation [22,23].

I.5 Mécanisme de la biodégradation :

La biodégradation s'effectue selon trois étapes principales, pouvant se dérouler de manière successive et simultanée [13]:

Fragmentation :

Elle englobe l'ensemble des processus physiques, chimiques et biologiques, qu'ils soient biotiques ou abiotiques, conduisant à la désintégration progressive du matériau en fragments de plus en plus fins (micro-fragments). Cette phase peut entraîner une séparation partielle ou totale des constituants du matériau, accompagnée d'une altération plus ou moins importante de ses propriétés physico-chimiques initiales.

Bio-assimilation :

Cette étape correspond au mécanisme par lequel la microfaune ou la microflore, éléments constitutifs de la biomasse, utilisent le matériau comme source nutritive. Les molécules ou fragments moléculaires issus de la fragmentation sont intégrés dans les voies métaboliques de micro-organismes.

La minéralisation :

Au cours de cette phase finale, les composés assimilés sont transformés par l'action microbienne. En milieu aérobie, ils sont convertis en eau et en dioxyde de carbone, tandis qu'en conditions anaérobies, ils donnent lieu à la formation d'eau et de méthane, avec éventuellement la production de résidus non toxiques pour l'homme et l'environnement.

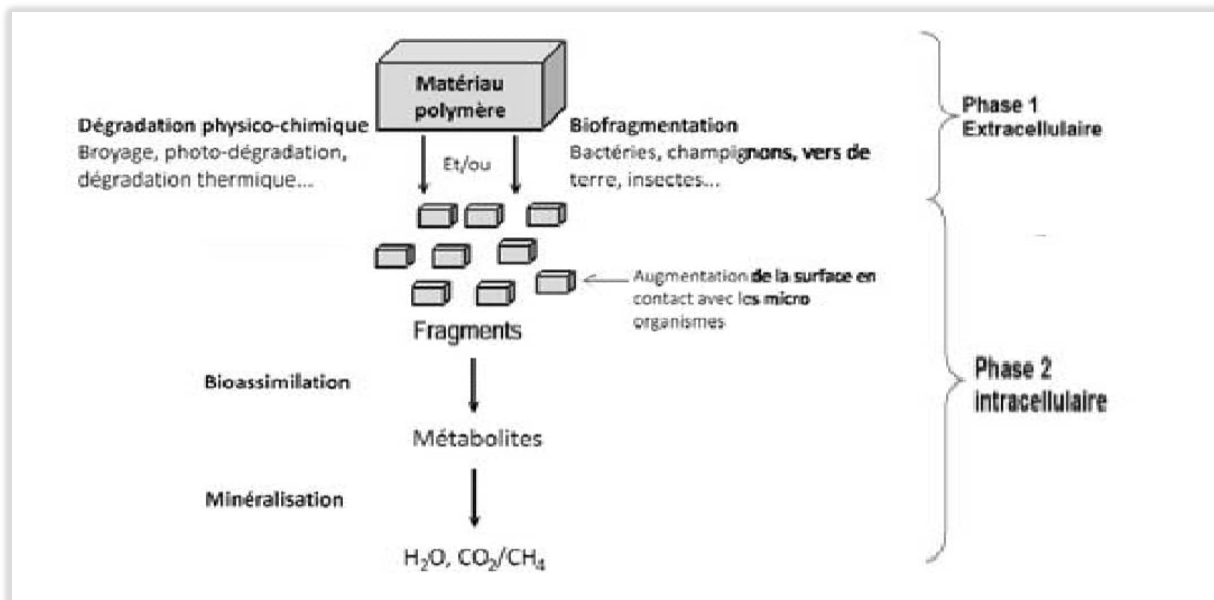


Figure 4 : Mécanisme de biodégradation des polymères [13].

I.6 Applications des polymères biodégradables :

Les polymères biodégradables sont de plus en plus employés dans différents secteurs industriels tels que l'emballage, l'agriculture, l'automobile, l'électronique et le textile. Par ailleurs, dans le domaine médical, ils sont destinés à des usages à haute valeur ajoutée, à savoir : les implants vasculaires, les fils chirurgicaux, les éléments artificiels (vis et broches), les ligaments artificiels ainsi que le remplacement des structures osseuses [24].

🌱 En agriculture :

Dans le domaine agricole, l'amidon est couramment employé dans la fabrication des films de paillage agricole. Ces matériaux sont largement utilisés dans les secteurs de l'horticulture, de l'agriculture et de la foresterie. Les plastiques biodégradables présentent de nombreux avantages du point de vue agronomique, notamment pour des usages de courte durée. De plus, lors de leur combustion, les films de paillage biodégradables ne génèrent pas de gaz toxiques. On trouve également des pots de repiquage pour les plants, fabriqués à partir de plastiques biodégradables [25].

🌱 Emballages et sacs :

De nos jours, les plastiques biodégradables sont largement utilisés dans le domaine des emballages, aussi bien industriels qu'alimentaires. Dans le secteur alimentaire, on retrouve fréquemment des pots de yaourt fabriqués à partir de PLA, ainsi que des barquettes destinées aux fruits et légumes, généralement constituées de cellulose ou d'amidon. Par ailleurs, des sacs de collecte et des sacs réutilisables sont désormais conçus à base de polymères biodégradables [26].



Technologie et automobile :

Les plastiques biodégradables sont également utilisés dans la conception d'ordinateurs portables, notamment dans le cas du PLA. Dans le domaine automobile, des matériaux à base d'amidon sont employés comme additifs pour la fabrication des pneus, tandis que le PLA est utilisé dans la conception de certaines pièces de voitures et de tableaux de bord [25].



Produits de restauration :

On trouve également des couverts, des verres et des assiettes en plastique biodégradable, largement utilisés dans les chaînes de restauration rapide et lors d'activités de consommation hors domicile. Parmi les principaux polymères employés figurent le polyhydroxyalkanoate (PHA) et le poly (acide lactique) (PLA) [25].

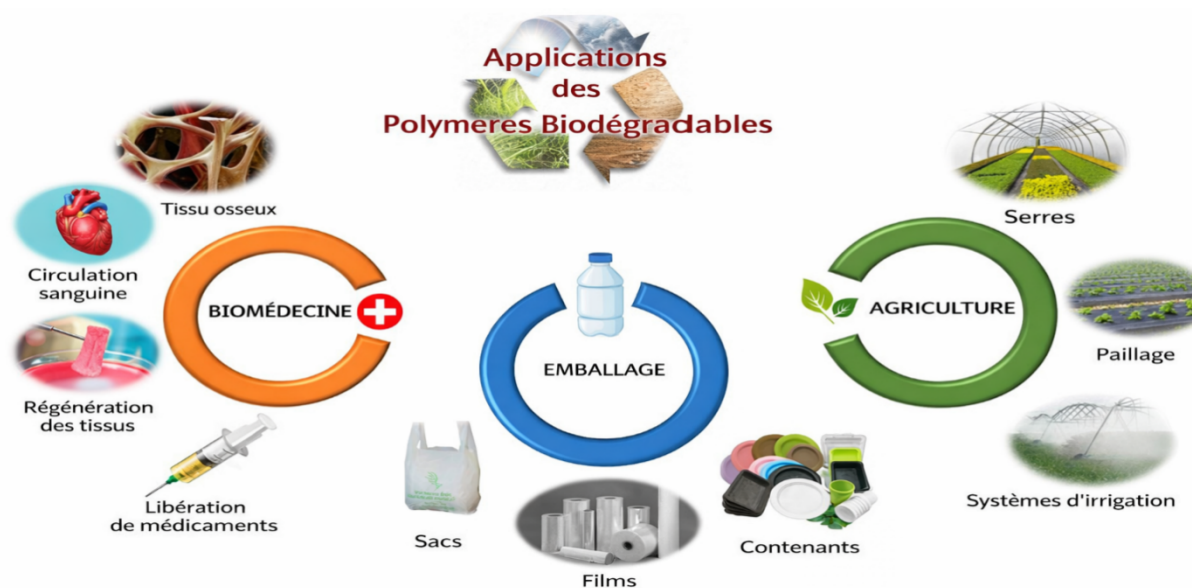


Figure 5 : Applications des polymères biodégradables dans la biomédecine, l'emballage et l'agriculture [27].

II. Films polymériques biodégradables :

II.1 Définition :

Un film polymérique biodégradable est une structure mince et flexible, élaborée à partir de polymères d'origine naturelle (polysaccharides tels que l'amidon, le chitosane ou les protéines) ou synthétique, comme le PLA. Contrairement aux plastiques conventionnels, ces films ont la capacité de se décomposer sous l'action de micro-organismes en produits naturels (eau, CO₂ et biomasse) sans laisser de résidus toxiques. Ce film agit comme une barrière sélective pour protéger le produit emballé tout en conservant ses propriétés physico-chimiques [28].

II.2 Méthode de préparation de film :

La méthode de coulage, également appelée solvent casting, est largement utilisée pour la fabrication de films polymériques minces, notamment dans les domaines alimentaires, biomédical et pharmaceutique. Généralement, les films à base de biopolymères sont fabriqués selon une méthode de préparation précise : le biopolymère est dissous dans un solvant adapté, puis l'incorporation d'un plastifiant est indispensable, et finalement, la solution est laissée au repos pour éliminer les bulles. À l'étape finale, la solution est coulée dans une boîte de Pétri et laissée à sécher. Les principales étapes de préparation des films selon la méthode de coulage sont présentées dans la (figure 5) [29].

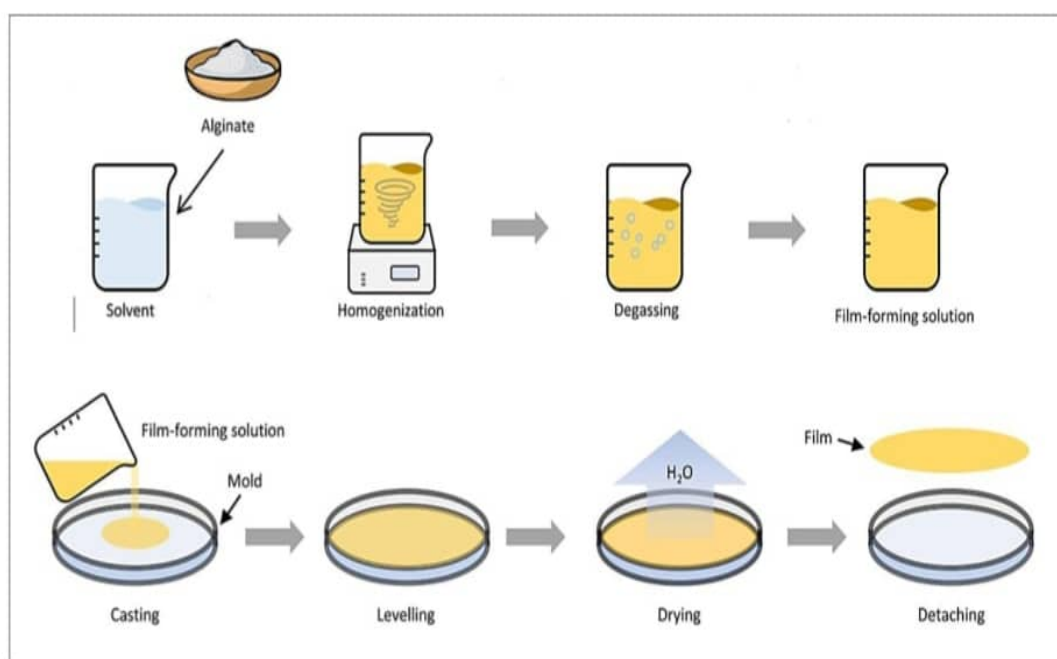


Figure 6 : représentation schématique de la préparation d'un film polymérique [29].

II.3 Techniques de caractérisation des films polymériques :

II.3.1 Caractérisation mécanique :

Les propriétés mécaniques sont essentielles pour déterminer l'aptitude des films polymérique à être utilisés dans des applications telles que l'emballage. Les essais de traction permettent de mesurer la résistance à la traction, l'allongement à la rupture et le module d Young. Ces essais sont généralement réalisés conformément aux normes ASTM D882 ou ISO 527. L'incorporation d'extraits naturels peut améliorer ou détériorer les propriétés mécaniques selon leur compatibilité avec la matrice polymérique [28].

II.3.2 Caractérisation thermique :

La calorimétrie différentielle à balayage (DSC) est utilisée pour déterminer la température de transition vitreuse (T_g), la température de fusion (T_m) et le degré de cristallinité. L'analyse thermogravimétrique (TGA) permet d'évaluer la stabilité thermique et les mécanismes de dégradation. L'ajout de plastifiants naturels peut modifier significativement la température de transition vitreuse des films polymériques [30].

II.3.3 Caractérisation structurale et morphologique :

La spectroscopie infrarouge à transformé de Fourier (FTIR) est largement utilisée pour identifier les interactions chimiques entre la matrice polymérique et les additifs. La diffraction des rayons X (XRD) permet d'évaluer la cristallinité des films. La microscopie électronique à balayage (SEM) fournit des informations détaillées sur la morphologie et homogénéité de la surface des films [31].

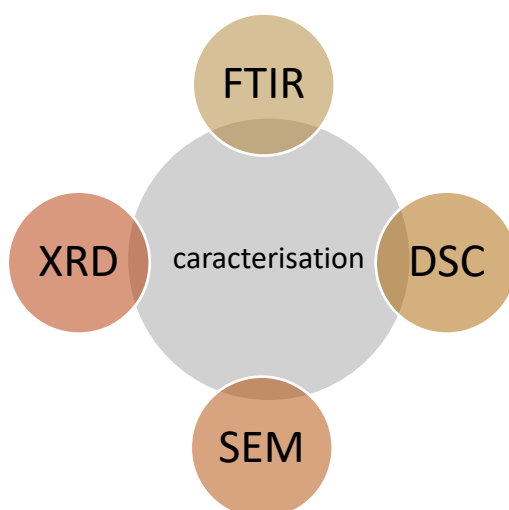


Figure 7 : Techniques de caractérisation des films polymériques

II.4 Biopolymères étudié : Alginate

L'alginate, un polysaccharide d'origine naturelle, est obtenu à partir des algues brunes et de certaines bactéries. Stafford a effectué la première extraction de l'acide alginique et obtenu son brevet en 1881. Ce polysaccharide est reconnu comme un composant structurel essentiel des algues brunes. L'alginate est obtenu en exploitant sa propriété de dissolution dans l'eau : même si l'acide alginique ne se dissout pas dans l'eau pure, il peut se dissoudre dans des sels contenant des cations monovalents tels que le sodium Na^+ ou le potassium K^+ . Ainsi, les variations de pH facilitent l'extraction de l'alginate et sa séparation des autres substances [32].

L'alginate, un biomatériau couramment employé dans divers domaines. L'industrie agroalimentaire, qui en représente approximativement 30% de la consommation, l'emploie majoritairement comme agent additif alimentaire sous la forme d'acide alginique pour empêcher la cristallisation. Dans la glace ou encore en tant qu'agent formateur pour des films alimentaires servant de barrière. Les alginates sont des produits dérivés de l'acide alginique, comprenant deux sortes d'acides uroniques : l'acide mannuronique (M) et l'acide guluronique (G) [33].

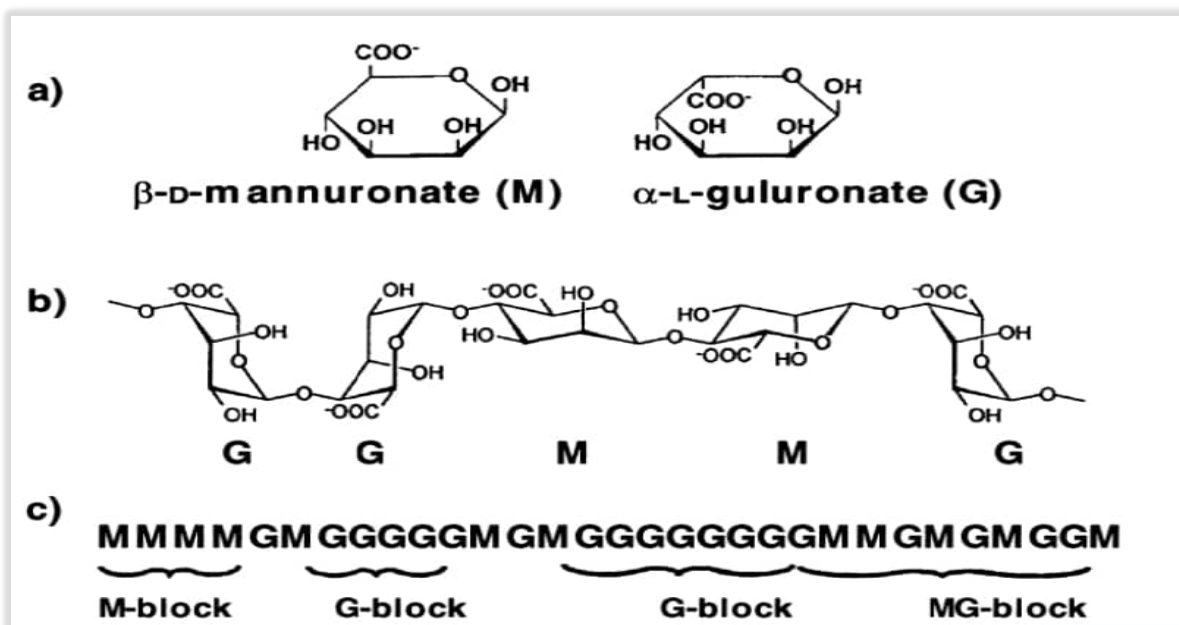


Figure 8 : Caractéristiques structurales d'alginate : (a) monomères de l'acide alginique, (b) polymère d'alginate, (c) distribution des blocs [34].



Figure 9 : Algues brunes marines utilisées comme source d'alginate [35].

➤ Propriétés et application :

L'alginate est un type de biomatériau qui a trouvé de nombreuses applications dans différents secteurs industriels. Il s'agit d'un matériau gélatineux possédant des propriétés épaississantes, gélifiantes et filmogènes, il est donc largement utilisé dans le couchage du papier, l'impression textile et le traitement des eaux usées (membranes de séparation) [36]. Il est également utilisé dans l'industrie cosmétique et alimentaire (additifs alimentaires et emballages alimentaires), ainsi que dans les applications pharmaceutiques et médicales (libération contrôlée de médicaments, pansements pour plaies, ingénierie tissulaire).

Il existe trois propriétés principales associées à l'alginate, ce qui en fait un biopolymères très populaire utilisé dans diverses applications. Premièrement, il peut épaissir les solutions aqueuses. Lorsqu'il est dissous dans l'eau, l'alginate peut augmenter la viscosité de la solution. Par exemple, dans le processus de mise en conserve, l'alginate peut agir comme agent épaississant afin d'augmenter la viscosité globale de l'aliment.

La deuxième propriété de l'alginate, très importante dans l'industrie alimentaire ainsi que dans le domaine médical, est sa capacité à former un gel thermostable en présence d'ions calcium ou d'autres cations divalents.

La troisième propriété de l'alginate est la capacité de former un film ou un revêtement [37]. L'alginate est un composé incolore, inodore et insipide, ce qui en fait un candidat idéal pour les applications d'emballage alimentaire, pouvant être utilisé sous différentes formes et configurations telles que les films [38].

Tableau 1 : Principales applications de l’alginate dans différents secteurs industriels [39].

Domaine d’application	Rôle
Agroalimentaire	Agent de texture utilisé comme épaississant ou gélifiant.
Industrie papetière	Améliore l’homogénéité et la qualité de la surface du papier.
Fabrication de céramiques	Limite le dessèchement des surfaces et agit comme stabilisant.
Pharmaceutique et biotechnologie	Sert à l’immobilisation cellulaire, au contrôle de la libération des principes actifs, en dermatologie, pour la cicatrisation des plaies et la prise d’empreintes dentaires.
Crémage du latex	Permet la concentration du latex naturel lors de son extraction.
Impression textile	Assure une bonne fixation, une impression uniforme et des couleurs nettes avec un bon contraste.

Partie B : Présentation de la plante étudiée :

I. Famille des Agavaceae :

La famille *des Agavacées* constitue un groupe de plantes dicotylédones, englobant approximativement 640 espèces réparties en 23 genres. On retrouve principalement les membres de cette famille dans les zones tempérées chaudes et subtropicales, répartis sur l'ensemble des continents [40].

II. Genre Agave :

Le genre *Agave* englobe près de 300 espèces, qui sont des plantes succulentes originaires des zones désertiques du continent américain. Elles se trouvent du sud du Canada au nord de l'Amérique du Sud ainsi que dans les îles des Caraïbes, notamment au Mexique et à travers toute l'Amérique centrale.

Toutefois, plusieurs variétés d'*Agave* sont cultivées à travers le monde dans les régions méditerranéennes et tropicales, non seulement pour leur attrait esthétique, mais aussi pour leur utilité [41]. Ce genre est utilisé depuis des siècles pour ses diverses applications (alimentation animale, nourriture et boissons, médicaments, construction, tissage, production de papier, etc.) [40].



Figure 10: vue générale de la plante *Agave americana*

III. Espèce: *Agave American l.*

III.1 Description botanique:

Il s'agit d'une plante monocotylédone, succulente et pérenne, pouvant atteindre plus de 2,5 mètres de hauteur. Sa structure souterraine est constituée d'un rhizome, tandis que sa partie aérienne possède de longues tiges florales et de larges feuilles fibreuses disposées en rosette, de couleur verte.

Ces plantes sont bleutées, robustes, épaisses et gorgées d'eau, avec des épines sur les bords et au sommet. Elles peuvent atteindre jusqu'à 2 mètres de longueur et se terminent par une pointe aiguisée mesurant environ 5 cm. Les extrémités des feuilles se courbent vers le bas, et les tissus charnus, qualifiés de succulents, sont riches en eau.

Cette plante se développe progressivement, avec une seule inflorescence émergeant au cœur de la rosette de feuilles après 6 à 10 ans. Lorsque cette rosette atteint sa maturité, un axe central de 5 à 8 m s'élève depuis la base, coiffé d'une panicule composée de rameaux souples et horizontaux.

Elle présente à l'extrémité des tiges des bouquets serrés de fleurs dressées, de teinte jaune-verte ou jaunâtre, dotées d'un ovaire inférieur. Ces fleurs possèdent un périanthe verdâtre en forme de tube cylindrique, ainsi que des étamines longues de couleur jaune.

Ce processus de floraison peut s'étendre sur une année, après quoi les fleurs sont remplacées par de petites baies, et la plante finit par dépérir [42,43].

III.2 Classification botanique : [44]

Tableau 2 : Classification taxonomique d'*Agave americana* L.

Règne	Plantae
Embranchement	Spermaphytes
Sous-embranchement	Angiospermes
Division	Magnoliophyta
Classe	Monocotylédones
Ordre	Liliales
Famille	Agavacees ou Amaryllidacées
Genre	Agave
Nom Scientifique	Agave americana L.
Nom vernaculaire	Agave d'Amérique

III.3 Utilisation traditionnelles :

Agave americana L. Contient une forte concentration d'oxalate de calcium, de fructanes et de vitamines. Les feuilles renferment des sucres réducteurs, du saccharose, un mucilage, de l'acide ascorbique ainsi que des saponosides stéroïdiques. Quant au jus extrait de la plante, il est riche en isoflavonoïdes, alcaloïdes, coumarines et vitamines B1, B2, C, D et K, sans oublier la provitamine A.

Agave americana Possède des vertus antiseptiques, cicatrisantes et anti-inflammatoires, justifiant son emploi en externe comme plante médicinale pour soigner les brûlures, les contusions, les éraflures, les lésions et les irritations cutanées provoquées par les piqûres d'insectes.

Traditionnellement, elle est également utilisée en interne pour traiter les ulcères, l'inflammation gastrique, la tuberculose, l'ictère et d'autres affections hépatiques. De plus, elle est utilisée pour traiter la fièvre [45].

III.4 Études antérieures consacrées à *Agave americana* L :

L'analyse phytochimique des feuilles d'*Agave americana* a mis en évidence une abondance d'acides aminés, de phénols, d'huiles fixes, de glycosides et de saponines [46].

En outre, des études portant sur la composition chimique et les propriétés des feuilles *d'Agave americana* ont révélé que la poudre *d'Agave* est particulièrement riche en fibres, en sucres et en protéines, tout en présentant une faible teneur en cendres et en lipides. L'analyse des éléments minéraux a mis en évidence une prédominance du potassium et du calcium, accompagnée de faibles quantités de magnésium [47].

Par ailleurs, la partie lipophile de cette plante présente une composition chimique caractérisée par des composés non terpéniques (principalement des alcanes et des acides gras). L'hexacosane et l'heptacosane constituent les principaux composants des feuilles [48,49].

Certaines recherches se sont focalisées sur les caractéristiques biologiques de cette espèce. En effet, des activités ont été observées dans des extraits de feuilles *d'Agave Americana* : antibactériennes [47,50], antifongiques, antidiabétiques [51,52] et anti-inflammatoires [53,54].

Des recherches menées sur la cutine extraite *d'A. americana* ont démontré sa teneur en hydroxyles d'acides carboxyliques [55,56].

De plus, l'ester méthylique d'acide gras a été extrait de la partie aérienne *d'A. americana* [57]. Une autre étude a évalué, à l'aide de techniques électrochimiques, l'efficacité inhibitrice de l'extrait *d'A. americana* vis-à-vis de la corrosion de l'acier doux dans un milieu d'acide sulfurique (H_2SO_4 0,5 M) [58,59].

D'autres chercheurs ont orienté leurs travaux vers la synthèse et la caractérisation des nanoparticules d'argent (AgNPs) issues des feuilles *d'A. americana*, ainsi que vers l'évaluation de leurs activités biologiques [59–61].

Des recherches plus poussées ont montré l'intérêt potentiel de *A. americana* pour divers usages en ingénierie tels que les composites, le papier, les textiles ou encore les géotextiles [62,63].

Enfin, des études ont porté sur la conception de filtres performants destinés à l'élimination du Cd, du Pb(II) et des polluants organiques présents dans des solutions aqueuses [64]. Par ailleurs, une autre étude a montré que les résidus issus de la transformation de *l'Agave* peuvent être valorisés par co-digestion dans des systèmes de digestion anaérobie afin de produire du biogaz [65].

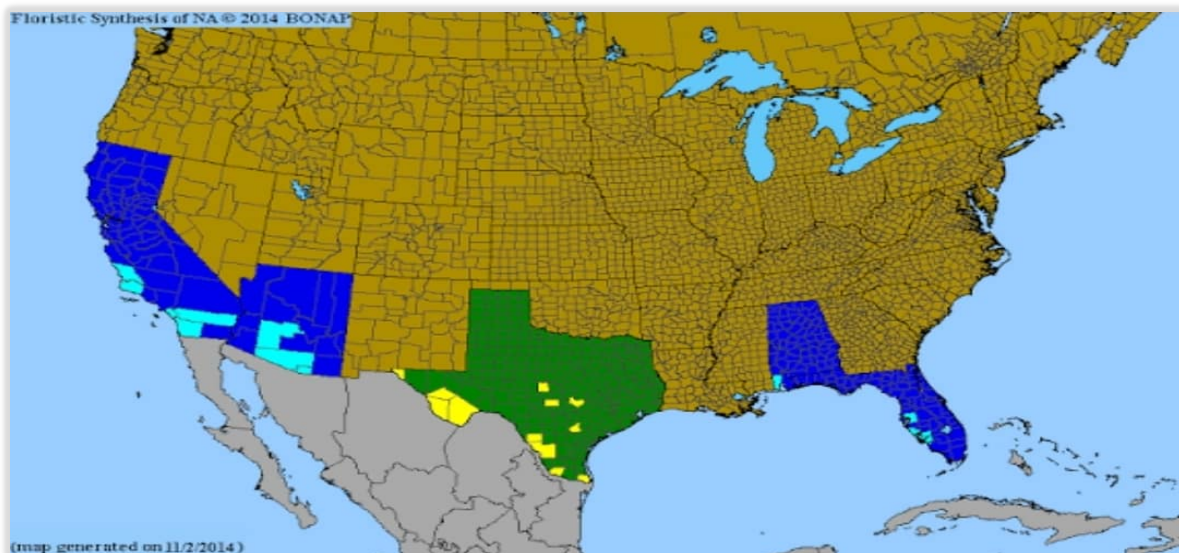


Figure 11 : carte de répartition géographique d'*Agave americana* en Amérique du Nord [66].

Partie C : Généralités sur les nanoparticules d'argents

I. Nanoparticules :

Les nanoparticules, Les nanoparticules, composées de plusieurs atomes métalliques, sont des particules ultrafines qui possèdent une dimension nanométrique, leur diamètre variant de 1 à 100 nanomètres. On trouve ces nanoparticules dans la nature, mais elles peuvent également être produites artificiellement.

Ces particules possèdent des surfaces d'échange considérables, estimées à plusieurs centaines de mètres carrés par gramme, étant donné que la plupart des atomes qui les composent se situent en surface. Les nanoparticules possèdent ainsi des propriétés physiques et chimiques distinctes, en raison de leur surface d'échange élevée [67].

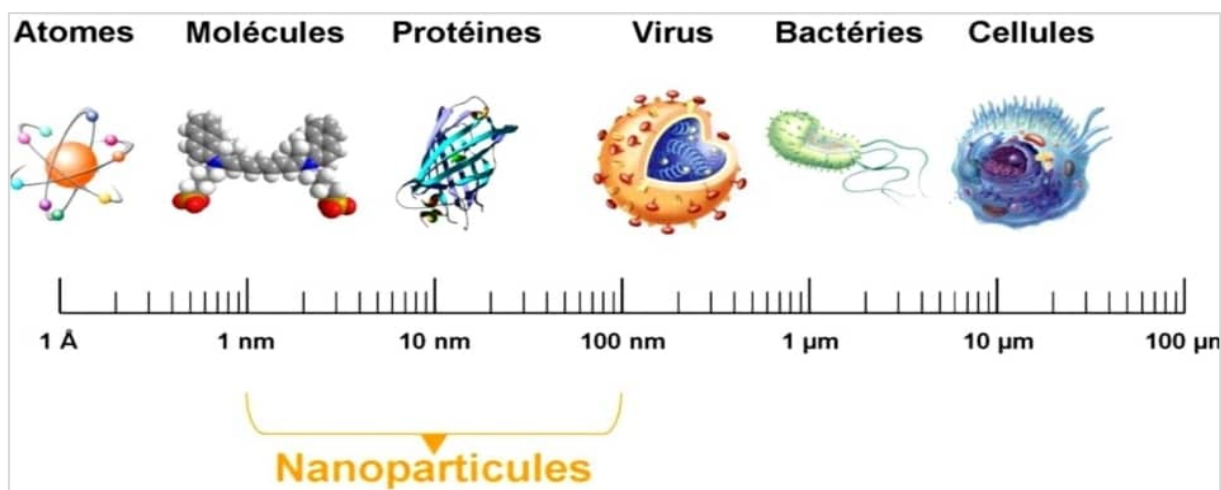


Figure 12 : Intervalle de tailles des nanoparticules en comparaison avec celui des principales structures chimiques et biologiques [68].

I.1 Propriétés des nanoparticules :

Le passage de l'état massif à l'échelle nanométrique entraîne l'émergence de caractéristiques spécifiques ainsi que de nouvelles propriétés physico-chimiques.

I.1.1 Propriétés catalytiques :

Le rétrécissement des nanoparticules engendre un ratio notable surface/volume élevé, ce qui influence de manière significative les propriétés liées aux interactions à l'interface entre l'entité examinée et son environnement. Cette proportion élevée d'atomes en surface accroît la réactivité chimique des matériaux, ce qui explique leurs usages prometteurs dans le domaine de la catalyse hétérogène [69].

I.1.2 Propriétés antibactériennes :

Il existe plusieurs théories concernant l'effet des nanoparticules d'argent sur les micro-organismes. Les AgNPs ont la capacité de s'accumuler, de se fixer à la membrane cellulaire bactérienne et, par conséquent, de la pénétrer, entraînant ainsi des modifications de la structure de la membrane cellulaire et, de ce fait, la mort cellulaire [70].

II. Nanoparticules d'agents :

L'argent est un métal de valeur, brillant et de couleur blanche ; il se cristallise sous forme volumique avec une structure cristalline cubique à face centrées (CFC).

C'est l'un des métaux les plus couramment utilisés pour la synthèse des nanoparticules. Les nanoparticules d'argent, qui peuvent regrouper environ 20 à 15 000 atomes d'argent, ont démontré des propriétés physico-chimiques et des activités biologiques similaires à celles de l'argent, en plus des caractéristiques spécifiques liées à l'échelle nanométrique [71].

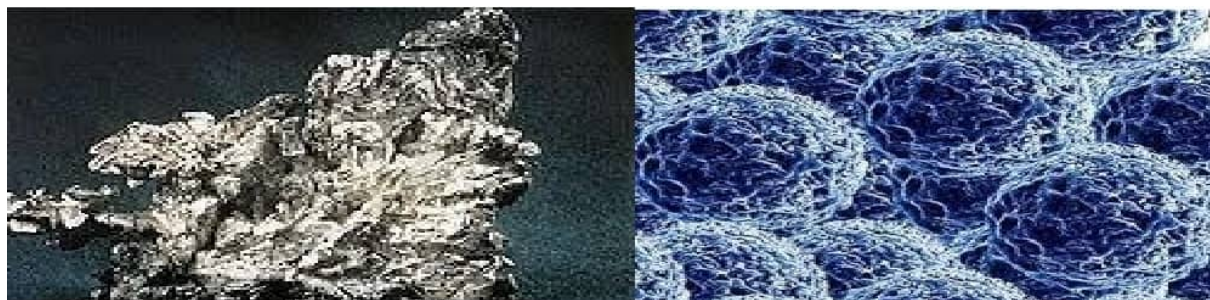


Figure 13 : l'argent [72] et nanoparticule d'argent [73].

II.1 Propriétés des nanoparticules d'argent :

II.1.1 Propriétés physiques et chimiques de l'argent :

L'argent est un métal précieux dont la réactivité est supérieure à celle de l'or. On peut renforcer sa solidité en y ajoutant du cuivre. Il possède une conductivité remarquable, une caractéristique exploitée dans le domaine de l'électronique. L'argent pur se prête aisément à la déformation à froid, que ce soit par martelage ou étirement, et peut être facilement ciselé. Les sels d'argent, qui sont sensibles à la lumière, sont employés dans le domaine de la photographie [74].

II.1.2 Propriétés biologique :

Les composés à base d'argent ont montré leur efficacité contre les bactéries aérobies et anaérobies en précipitant les protéines cellulaires de ces dernières et en entravant leur système respiratoire [75].

II.1.3 Propriétés catalytiques :

Les AgNPs ont servi d'agents catalytiques performants pour réduire différents colorants tels que le bleu de méthylène, le jaune-12, le 4-nitrophénol, le rose Bengale, l'éosine et le méthylorange [75].

II.2 Application des nanoparticules d'argents :

Les nanoparticules d'argent, qui suscitent un vif intérêt dans de nombreux secteurs industriels, présentent une grande diversité de propriétés physiques, chimiques et biologiques, ce qui leur confère un large éventail d'applications [74].

II.2.1 Application dans l'industrie pharmaceutique et médicale :

De nombreuses applications médicales, comme les cathéters, les prothèses osseuses, les bandages et les instruments chirurgicaux, exploitent l'usage des nanoparticules d'argent. L'essentiel de ces applications est étroitement lié aux propriétés antibactériennes de ces

nanoparticules, dont la surface favorise une réactivité chimique accrue et optimise les effets thérapeutiques.

L'emploi le plus courant des nanoparticules d'argent concerne les bandages et diverses applications médicales, telles que les onguents et les crèmes destinés au traitement des brûlures et des blessures chroniques.

Les nanoparticules d'argent ont également été employées comme additif antimicrobien dans le ciment osseux poly (méthacrylate de méthyle), dans le but de réduire le risque de résistance bactérienne grâce à leur mode d'action multifactoriel.

En outre, les équipements médicaux intégrant des nanoparticules d'argent, tels que les masques chirurgicaux et les dispositifs implantables, présentent une activité antimicrobienne notable. Elles ont également été utilisées pour la fabrication de cathéters urinaires, vasculaires et péritonéaux, contribuant à la réduction des infections.

De plus, les nanoparticules d'argent présentent une activité antimicrobienne contre certains virus et possèdent également un potentiel anticancéreux vis-à-vis des cellules cancéreuses.

II.2.2 Applications dans le domaine agro-alimentaire :

Dans le secteur de l'alimentation, l'argent est employé pour éviter la contamination par des microbes et l'émergence d'un goût métallique. Pour prévenir la contamination bactérienne des aliments, on utilise des emballages antibactériens intégrant des nanoparticules d'argent, tels que le papier filtre.

En outre, des substances biodégradables comme l'amidon et l'alginate sont utilisées pour créer des films composites contenant des nanoparticules d'argent.

II.2.3 Application cosmétique :

Des produits d'hygiène personnelle et buccale contenant des AgNPs sont développés pour lutter contre les bactéries responsables des odeurs désagréables : shampoings, gels douche, dentifrices, bains de bouche et déodorants.

Leur utilisation dans les crèmes hydratantes pour le visage ou le corps contribue à améliorer l'apparence de la peau, notamment en présence de cicatrices [76].

II.3 Méthodes de synthèse des nanoparticules d'argent :

Plusieurs méthodes permettent la synthèse des AgNPs, en fonction notamment de la taille des particules recherchée et de la consommation énergétique requise. Les différentes approches de synthèse sont présentées dans le tableau suivant :

Tableau 3 : Classification des différentes méthodes de synthèse des nanoparticules d'argent selon leur nature et leur impact toxique [78].

Catégorie	Techniques utilisées	Niveau de toxicité
Méthodes physiques	Dépôt physique en phase vapeur, broyage, mécanique, arc, électrique, ablation laser pulsée	Toxique
Méthodes chimiques	Procède sol- gel, dépôt chimique en phase vapeur, pyrolyse, réduction électrochimique	Toxique
Méthodes vertes	Extrait végétaux, bactéries, champignons	Non toxique

II.3.1 Méthode physique :

Dans les méthodes physiques modernes, l'évaporation-condensation et l'ablation laser figurent parmi les techniques les plus significatives [79,80].

II.3.2 Méthode chimique :

La préparation de nanoparticules d'argent par des méthodes chimiques comprend la réduction chimique en milieu aqueux [81] ou organique, la réduction électrochimique, la voie micellaire inverse, la réduction biochimique, etc. [82].

En raison de sa simplicité, la synthèse des nanoparticules par réduction chimique est la méthode la plus couramment employée pour obtenir des solutions colloïdales de nanoparticules métalliques [83,84].

Par ailleurs, parmi toutes les méthodes de synthèse, elle garantit probablement le meilleur contrôle en termes de taille et de forme [85,86].

Elle repose principalement sur l'utilisation de trois éléments : un précurseur métallique, un agent réducteur et un stabilisateur [79].

II.3.3 Méthode biologique :

L'utilisation de la réduction biologique est en cours d'élaboration comme une technique prometteuse grâce à ses bénéfices spécifiques, tels que l'excellente dispersion des nanoparticules et l'absence d'additifs ou de sous-produits chimiques

Il a donc été indispensable d'adopter des méthodes biologiques pour élaborer une stratégie écologique de synthèse des nanoparticules d'argent en recourant à l'utilisation de microorganismes Des enzymes ou des extraits de plantes[87].

II.3.4 Méthodes vertes :

➤ Synthèse de nanoparticules d'argent à partir d'extraits de plantes :

La synthèse des AgNPs à partir d'extraits végétaux est aujourd'hui l'approche la plus adoptée par de nombreux chercheurs. En effet, les nanoparticules obtenues à partir de ces extraits sont facilement accessibles localement, écologiques, économiques et offrent un rendement élevé. Les extraits de plantes contiennent une diversité de métabolites capables de réduire les ions argent, et leur utilisation permet une synthèse plus rapide comparativement aux micro-organismes [78, 88].

II.4 Les activités biologiques des AgNPs :

Les AgNPs ont suscité un intérêt considérable parmi les chercheurs en raison de leur efficacité remarquable contre divers micro-organismes pathogènes.

Les nanoparticules d'argent (AgNPs) font l'objet de nombreuses recherches en raison de leurs diverses propriétés. Ces particules présentent des caractéristiques biologiques liées principalement à leur taille réduite, leur grande surface spécifique et leur aptitude à libérer des ions d'argent (Ag^+).

Les principales activités biologiques des AgNPs : incluent des activités antioxydantes, antibactériennes et antifongiques [89].

▪ Activité antioxydantes :

Les antioxydants sont des composés, d'origine naturelle ou synthétique, capables de prévenir ou de ralentir les altérations cellulaires provoquées par des agents oxydants tels que les radicaux libres [90].

Le stress oxydatif est un phénomène défini comme un déséquilibre entre les mécanismes de défense antioxydante des cellules et les agents oxydants, résultant d'un excès de ces derniers. Cette accumulation d'oxydants provoque également des altérations oxydatives au sein des systèmes biologiques [91].

Les espèces réactives de l'oxygène constituent le principal groupe d'agents oxydants. Elles comprennent des formes radicalaires, telles que le radical hydroxyle ($\bullet\text{OH}$) et l'ion superoxyde ($\text{O}_2^{\bullet-}$), ainsi que des formes non radicalaires comme le peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) et les peroxydes organiques [92].

Selon l'étude de Keshari et al. il a été observé que les AgNPs présentent une activité antioxydante attribuée à la présence de groupes fonctionnels à leur surface ainsi qu'à leur faible taille.

Les résultats ont montré que les AgNPs possèdent une activité antioxydante de 29,55 %, tandis que la vitamine C n'en présente que 24,28 %. Ces données indiquent que les AgNPs exercent une activité antioxydante supérieure à celle de la vitamine C [93].

II.5 Mécanisme de formation des nanoparticules d'argent :

Lorsque les extraits aqueux entrent en contact avec une solution de nitrate d'argent (AgNO_3), ils génèrent une solution sombre due à la réduction des ions argent en AgNPs, accompagnée d'un changement de couleur indiquant la formation de nanoparticules d'argent en milieu aqueux.

Le processus de formation des nanoparticules repose sur le fait que les extraits végétaux contiennent une forte concentration en polyphénols. L'oxydation des groupements hydroxyles est provoquée par la présence d'ions Ag^+ .

Un complexe intermédiaire d'argent est ensuite formé, puis transformé en quinones, tandis que les ions Ag^+ sont réduits en argent métallique sous l'effet d'électrons libres [94].

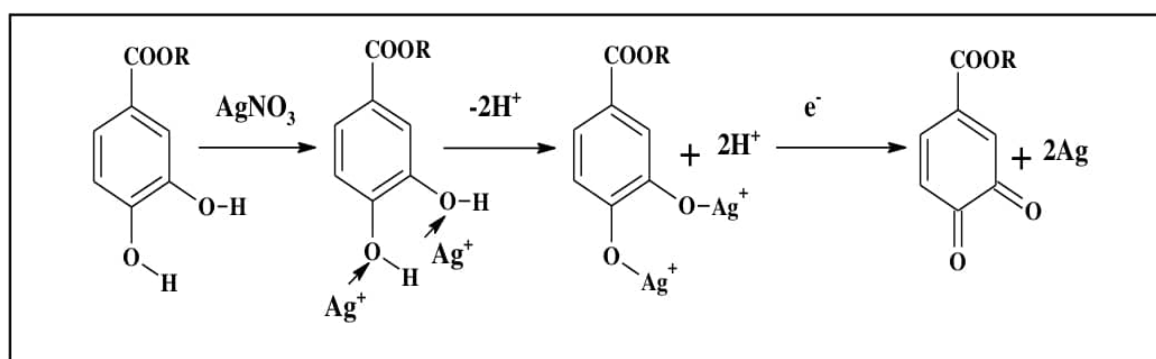


Figure 14 : Mécanisme de formation des nanoparticules d'argent

II.6 Techniques de caractérisation des nanoparticules d'argent :

L'évaluation des propriétés des nanoparticules nécessite une caractérisation appropriée. Plusieurs méthodes distinctes sont employées pour réaliser cette caractérisation.

II.6.1 Spectroscopie UV-visible :

La technique d'observation de la formation des nanoparticules en solution repose sur l'analyse spectrophotométriques. Elle permet d'évaluer la quantité de lumière absorbée par l'échantillon en fonction de la longueur d'onde.

Cette méthode s'appuie sur le passage des électrons de valence de l'état fondamental à l'état excité sous l'effet d'une onde électromagnétique. Grâce à leur grande surface spécifique, les nanoparticules possèdent un nombre plus élevé d'atomes et, par conséquent, d'électrons libres en surface.

L'interaction de la lumière avec la surface métallique entraîne une oscillation collective des électrons, appelée résonance plasmonique de surface. Cette oscillation se manifeste par une absorption à une longueur d'onde spécifique, caractéristique des nanoparticules. C'est ce phénomène qui est observé en spectroscopie UV-visible [95].

II.6.2 Spectroscopie d'absorption IR :

Le spectre infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) met en évidence les pics d'absorption et de transmission correspondant aux vibrations des liaisons chimiques entre les atomes du matériau.

Cette méthode est utilisée pour identifier les groupes fonctionnels et pour vérifier l'interaction entre l'argent et les bio-réducteurs. L'interaction entre les nanoparticules d'argent et les biomolécules peut être détectée par le déplacement des bandes caractéristiques associées aux différents groupes fonctionnels présents dans les biomolécules, tels que les groupements carbonyles, hydroxyles et amines [96].

II.6.3 Diffraction des rayons X (DRX) :

La diffraction des rayons X (DRX) est une méthode d'analyse utilisée pour étudier les structures cristallographiques afin d'identifier les composés. Cette technique permet la caractérisation structurale des matériaux cristallisés, qu'ils soient massifs ou sous forme de poudre.

Elle facilite l'identification des composés cristallins en les comparant à des bases de données de référence [97].

II.6.4 Microscopie à balayage (MEB) :

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique qui permet d'obtenir des images de haute résolution de la surface des nanoparticules d'argent, en se basant sur les interactions entre les électrons et la matière.

Des études montrent que les nanoparticules d'argent possèdent une taille de l'ordre de 50 nm [98].

Chapitre II : Matériels et méthode

Introduction :

Ce chapitre présente les matériaux utilisés ainsi que les méthodes expérimentales adoptées pour la réalisation de ce travail. Il est divisé en trois parties principales.

La première partie concerne la préparation de l'extrait aqueux d'*Agave americana*, la synthèse des nanoparticules d'argent ainsi que leur caractérisation. La deuxième partie est consacrée à la préparation des films polymériques biodégradables et à leur caractérisation afin d'évaluer leurs propriétés physico-chimiques. Enfin, la troisième partie porte sur l'étude de l'activité antioxydante des films élaborés afin de déterminer leur potentiel antioxydant.

I. Matériel végétal :

Le matériel végétal utilisé dans cette étude est constitué des feuilles de la plante *Agave americana*, récoltées au mois de février 2026 dans la région de beni Saf, située dans la wilaya d'Ain Témouchent.

Les feuilles d'*Agave americana* ont été coupées en morceaux et laissées sécher à l'abri de la lumière, de la chaleur et de la poussière. Après séchage, la plante a été broyée puis conservée dans un bocal.



Figure 15 : *Agave Americana L*

II. Synthèse verte des nanoparticules d'argent :

II.1 Préparation de l'extrait aqueux :

10 g de matière végétale (sèche) sont mélangés avec 100 mL d'eau distillée dans un ballon monocol, puis chauffés pendant 45 minutes sur une plaque chauffante.

Le mélange obtenu est ensuite filtré à l'aide d'un papier filtre et placé dans un cristallisateur pour être séché à l'étuve.

Le résidu solide récupéré est conservé dans un flacon stérile et stocké dans un dessiccateur [59].



Figure 16 : Étape de préparation de l'extrait aqueux

II.2 Synthèse des nanoparticules d'argent :

10 mL de l'extrait aqueux obtenu précédemment sont ajoutés à 100 mL d'une solution aqueuse de nitrate d'argent (AgNO_3) à une concentration de 10^{-3} M. Le mélange est ensuite incubé à température ambiante pendant 24 heures. Au cours de cette étape, la couleur de la solution passe du jaune au marron foncé, indiquant ainsi la formation des nanoparticules d'argent (AgNPs).

La solution contenant les nanoparticules d'argent est ensuite soumise à plusieurs cycles de centrifugation à 3000 tr/min. Après lavage à l'eau distillée, les particules récupérées sont finalement séchées par lyophilisation [99].

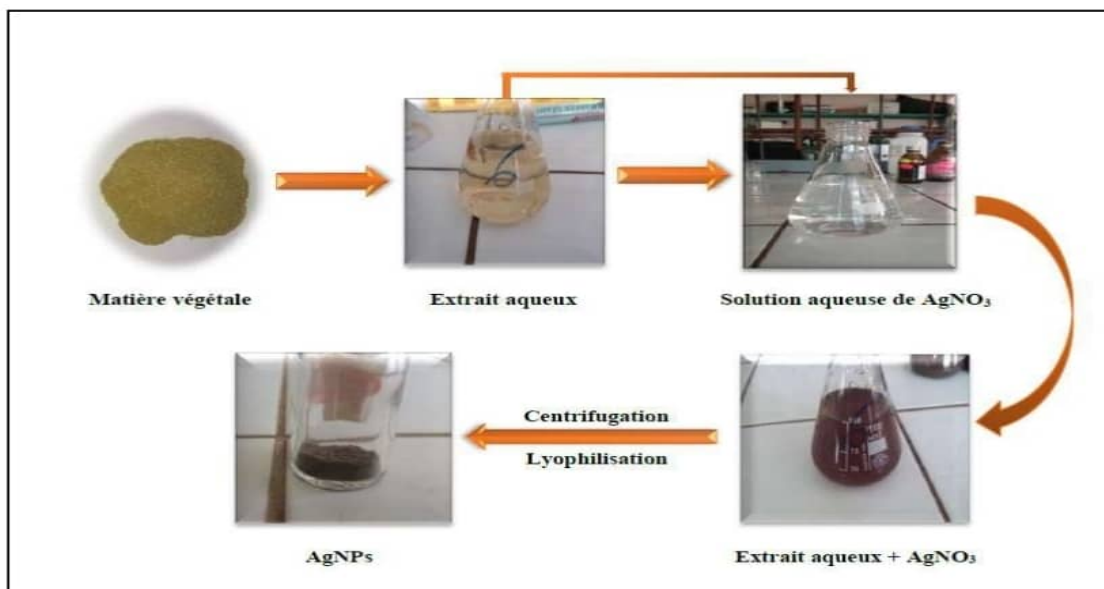


Figure 17 : Protocole de synthèse des nanoparticules d'argent

III. Caractérisations des AgNPs :

III.1 UV visible :

-Principe :

L'analyse des substances organiques et inorganiques s'effectue fréquemment à l'aide de la technique de spectroscopie UV-Visible. Elle permet notamment d'identifier, de mesurer la concentration, d'évaluer la qualité et la pureté de différents échantillons. Ce mécanisme se base sur le déplacement des électrons de valence d'un état de base vers un état excité, suite à l'action d'une onde électromagnétique. Cette excitation électronique entraîne habituellement des transitions vibrationnelles et rotationnelles au sein des molécules, nécessitant une énergie correspondant aux longueurs d'onde situées dans la gamme de l'ultraviolet et du visible [100].

-Mode opératoire :

Les mesures spectrophotométriques ont été réalisées à l'aide d'un spectrophotomètre UV-visible à double faisceau (Thermo Scientific) pour les deux types d'échantillons : les nanoparticules d'argent (AgNPs) et l'extrait aqueux.

Les analyses ont été effectuées en utilisant une cuve en quartz présentant un trajet optique de 10 mm. L'enceinte de l'appareil a été maintenue à une température constante de 25 °C. Les spectres d'absorbance ont été enregistrés dans une plage de longueurs d'onde comprise entre 200 et 700 nm.

L'appareil est connecté à un microordinateur équipé du logiciel UV-Probe, permettant l'acquisition, l'enregistrement et la visualisation des spectres.

III.2 Spectroscopie Infrarouge a transformé de fourrier (FT-IR) :

-Principe :

La spectroscopie infrarouge (IR) est une technique couramment utilisée pour identifier les composés chimiques et leurs groupes fonctionnels. Elle repose sur l'absorption du rayonnement infrarouge par les liaisons chimiques, entraînant des vibrations moléculaires spécifiques.

Chaque liaison chimique possède une fréquence d'absorption caractéristique, ce qui permet d'identifier les groupes fonctionnels présents grâce au spectre infrarouge. L'interprétation est réalisée en comparant les résultats à des bibliothèques de spectres de référence [101].

-Mode opératoire :

La spectroscopie FT-IR a été utilisée pour identifier les groupements fonctionnels présents dans les nanoparticules d'argent synthétisées à partir d'extraits végétaux, ainsi que les éventuelles modifications chimiques liées à leur formation.

La poudre de nanoparticules obtenue a été analysée en utilisant la technique de Réflectance Totale Atténuée (ATR).

Les spectres infrarouges ont été enregistrés dans une gamme spectrale comprise entre 400 et 4000 cm^{-1}

III.3 Zeta sizer :

-Principe :

Le Zetasizer est un appareil d'analyse avancé employé pour le profilage des nanoparticules en suspension dans un fluide. Cet outil est utilisé pour évaluer diverses caractéristiques physico-chimiques, y compris la dimension des particules, la répartition granulométrique et le potentiel zêta qui indique la charge de surface des particules.

La méthode de diffusion dynamique de la lumière (DLS, Dynamic Light Scattering) est utilisée pour déterminer la taille des nanoparticules. Cette technique analyse les variations d'intensité de la lumière dispersée par les particules en suspension, dues à leur mouvement brownien. Sur la base de ces variations, le programme de l'appareil détermine le diamètre hydrodynamique des particules, habituellement situé entre quelques nanomètres et plusieurs micromètres.

Le Zetasizer offre donc une évaluation rapide et précise de la dimension moyenne, de la polydispersité et de la charge électrique des nanoparticules, éléments cruciaux pour déterminer leur stabilité colloïdale et leur interaction dans différents environnements [102].



Figure 18 : Zetasizer

III.4 Diffractions des rayons X (DRX) :

-Principe :

La DRX, ou diffraction des rayons X, est une méthode d'analyse utilisée pour déterminer les phases cristallines présentes dans un matériau et en décrire la structure qu'elle soit cristalline ou amorphe.

Elle se base sur l'interaction entre les rayons X et les plans atomiques d'un cristal. Lorsque ces rayons interagissent avec un matériau cristallin, ils sont diffractés à des angles précis, conformément à la loi de Bragg.

Cette loi établit une relation entre l'angle de diffraction, la distance interplanaire et la longueur d'onde des rayons X. Le diffractogramme obtenu permet ainsi d'identifier la nature et la structure des composés présents dans l'échantillon [103].

-Mode opératoire :

Une analyse par diffraction des rayons X (DRX) a été réalisée sur des films obtenus par dépôt de poudre séchée de nanoparticules d'argent (AgNPs) sur des plaques de verre.

L'analyse a été effectuée à l'aide d'un diffractomètre à rayons X, avec une tension de 45 kV et un courant de 40 mA, en utilisant un rayonnement $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$).

La mesure a été réalisée dans une plage de 2θ comprise entre 30° et 80° , avec un pas de $0,02^\circ$.



Figure 19 : Diffractions des rayons x (DRX)

III. Préparation des films polymériques :

III.1 Méthodologie générale :

Après la préparation de l'extrait aqueux d'*Agave americana* et la synthèse des nanoparticules d'argent, des films polymériques biodégradables ont été élaborés. La matrice est composée d'alginate de sodium, utilisé comme biopolymère filmogène, et de glycérol, ajouté comme agent plastifiant pour conférer de la souplesse aux films.

La méthode de coulée-évaporation (*solvent casting*) a été adoptée. Elle consiste à préparer une solution filmogène homogène contenant le polymère et les différents additifs, à la couler dans des boîtes de Pétri, puis à procéder à un séchage contrôlé pour obtenir un film solide

III.2 Formulations des films :

Les différentes formulations et la composition des films préparés sont synthétisées dans les tableaux suivants :

Tableau 4 : Composition des films polymériques à base d'alginate incorporant l'extrait végétal et/ou les nanoparticules d'argent (Exsitu).

Film	Identification	Alginate (g)	Glycérol (g)	Extrait d'Agave americana (mg)	AgNPs (mg)	Volume total (ml)
F0	Alg-Gly (film témoin)	1,2	0,36	0	0	60
F1	Alg-Ext 1%	1,2	0,36	12	0	60
F2	Alg-Ext 2%	1,2	0,36	24	0	60
F3	Alg-Ext 3%	1,2	0,36	36	0	60
F4	Alg-AgNPs 1%	1,2	0,36	0	12	60
F5	Alg-AgNPs 2%	1,2	0,36	0	24	60
F6	Alg-AgNPs 3%	1,2	0,36	0	36	60
F7	Alg-Ext/AgNPs	1,2	0,36	24	24	60

Tableau 5 : composition des films incorporant des nanoparticules d'argent synthétisées in-situ

Film	Identification	Alginate (g)	Glycérol (g)	Extrait (g)	AgNO3 (g)	Volume (mL)
F8	Alg-Ext/AgNPs in-situ 1%	2	0,60	0,050	0,0085g	100
F9	Alg-Ext/AgNPs in-situ 2%	2	0,60	0,050	0,017g	100
F10	Alg-Ext/AgNPs in-situ 3%	2	0,60	0,050	0,034g	100

III.3. Protocoles de préparation des solutions filmogènes

III.3.1 Préparation du film témoin (F0):

Le film témoin sert de référence pour évaluer l'influence des additifs. Pour sa préparation, 1,2 g d'alginate de sodium ont été dissous dans 60 mL d'eau distillée sous agitation magnétique. Après dissolution complète 0,36 g de glycérol ont été ajoutés. Le mélange a été maintenu sous agitation à 40 °C jusqu'à l'obtention d'une solution visqueuse et parfaitement homogène.

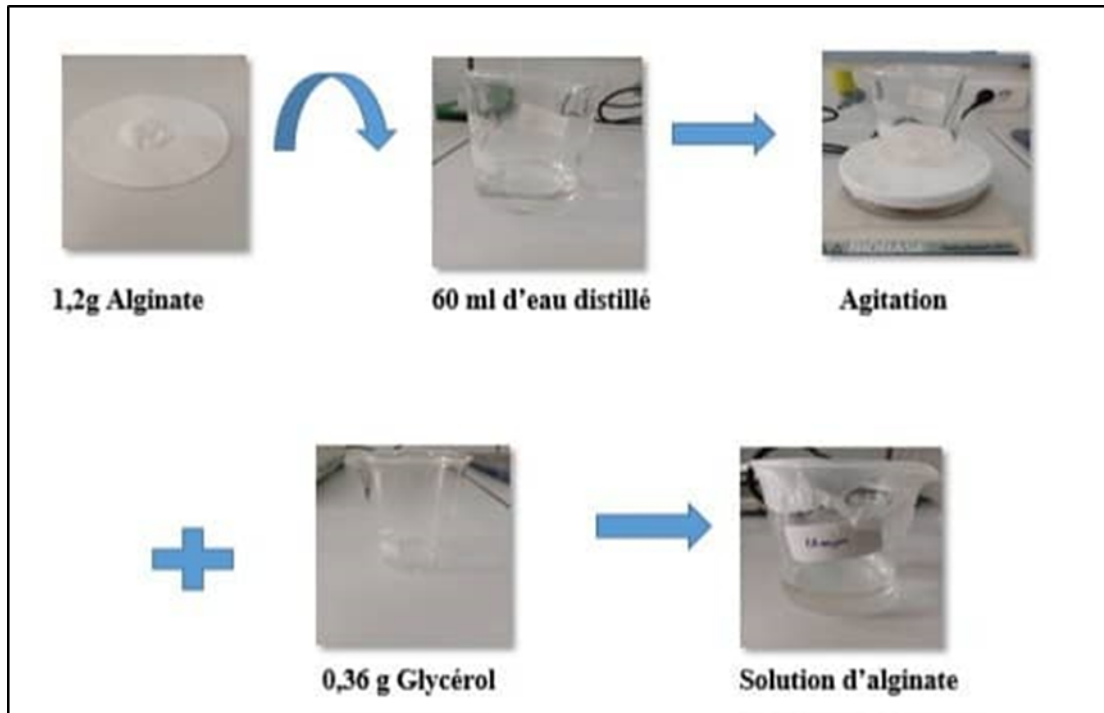


Figure 20 : Les étapes de préparation du film témoin

III.3.2 Films incorporant l'extrait végétal (F1, F2, F3):

Trois concentrations d'extrait sec (1 %, 2 % et 3 % p/v par rapport à l'alginate) ont été testées. Dans un bécher contenant 60 mL d'eau distillée, les masses d'extrait respectives (12 mg, 24 mg et 36 mg) ont été dissoutes sous agitation. Ensuite, l'alginate (1,2 g) et le glycérol (0,36 g) ont été incorporés. La solution a été agitée à 40 °C jusqu'à homogénéisation.

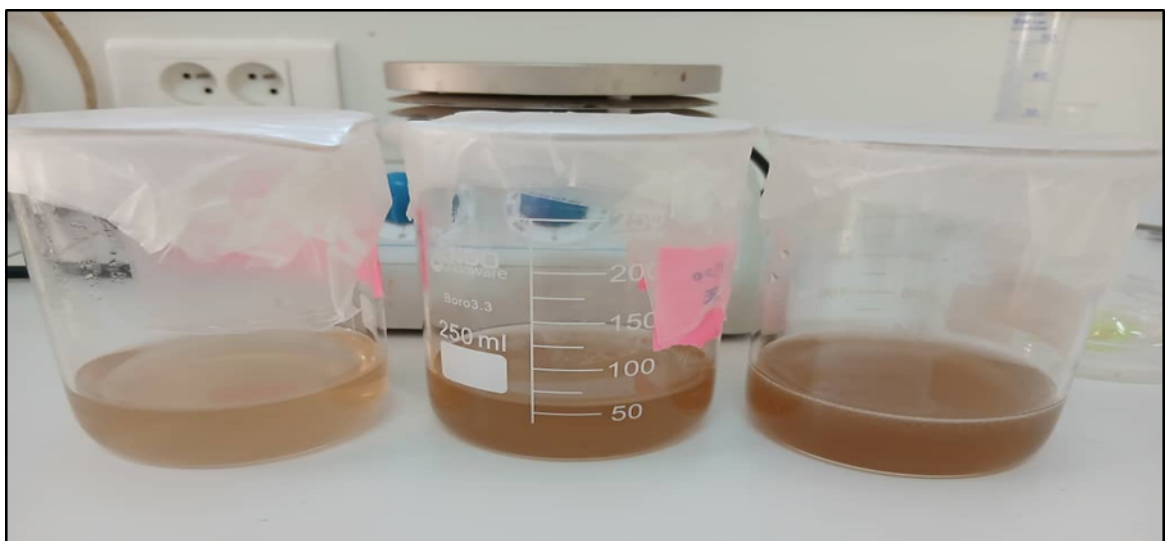


Figure 21 : Solutions filmogènes contenant l'extrait végétal

III.3.3 Films incorporant les nanoparticules d'argent (F4, F5, F6)

Les Pour ces formulations, une solution d'alginate et de glycérol a d'abord été préparée dans 50 ML d'eau distillée. Parallèlement, les AgNPs (12 mg, 24 mg ou 36 mg) ont été dispersées dans 10 mL d'eau distillée, puis soumises à un traitement par ultrasons pendant 20 minutes pour prévenir toute aggrégation. Cette suspension a ensuite été ajoutée goutte à goutte à la solution d'alginate sous agitation rapide.

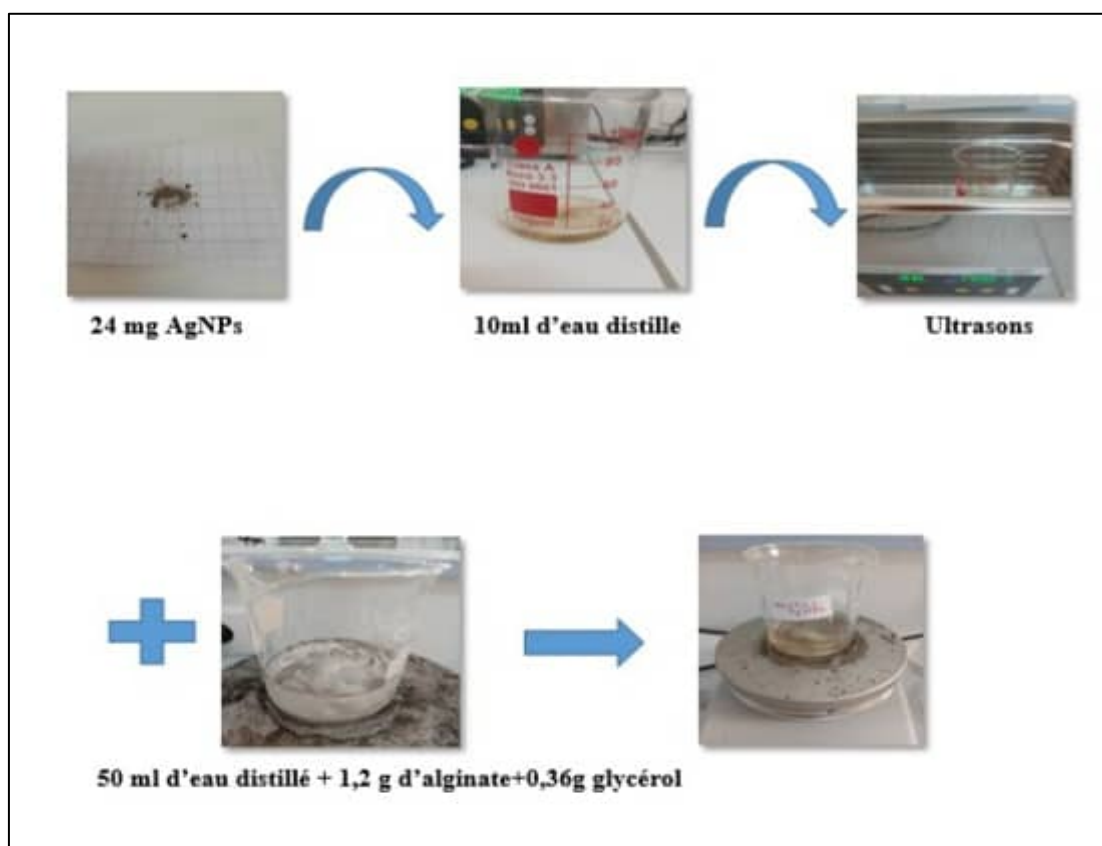


Figure 22 : les étapes de préparation du film contenant les AgNPs

III.3.4 Préparation du film mixte (F7) :

Ce film combine l'extrait végétal et les AgNPs pré-synthétisées. 24 mg d'extrait ont été dissous dans 50 mL d'eau distillée, suivis de l'ajout de l'alginate et du glycérol. Enfin, une suspension de 24 mg d'AgNPs (préalablement traitée aux ultrasons dans 10 mL d'eau) a été incorporée lentement au mélange sous agitation continue.

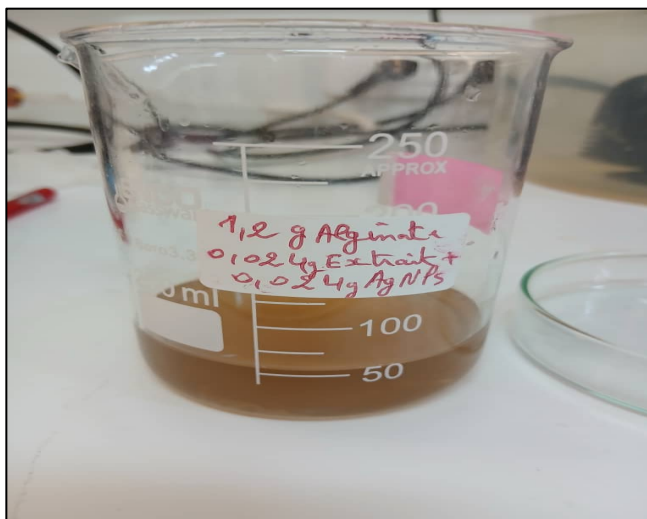


Figure 23 : solution d'alginate contenant l'extrait et AgNPs

III.3.5 Films avec synthèse in-situ des nanoparticules d'argent (F8, F9, F10) synthétisées in-situ :

Cette méthode repose sur la réduction du nitrate d'argent directement au sein de la matrice polymérique.

Le nitrate d'argent (AgNO_3) a été dissous dans 80 mL d'eau distillée, suivi de l'ajout de 2 g d'alginate. Séparément, 0,050 g d'extrait végétal ont été dissous dans 20 mL d'eau, puis incorporés à la première solution (volume final : 100 mL). Après l'ajout du glycérol (0,60 g), trois gouttes de NaOH ont été ajoutées pour favoriser le milieu réactionnel. La solution a été maintenue sous agitation pendant 24 heures à température ambiante pour permettre la formation complète des AgNPs in-situ.

III.4 Elaboration finale des films (coulage et séchage)

Une fois les solutions filmogènes prêtes, elles ont été laissées au repos pendant 3 heures afin d'éliminer les bulles d'air par dégazage. Par la suite, un volume précis de 30 mL de chaque solution a été coulé dans des boîtes de Pétri de diamètre identique. Le séchage a été effectué dans une étuve réglée entre 37 °C et 40 °C pendant 48 heures, jusqu'à l'obtention de films secs et facilement pelables.

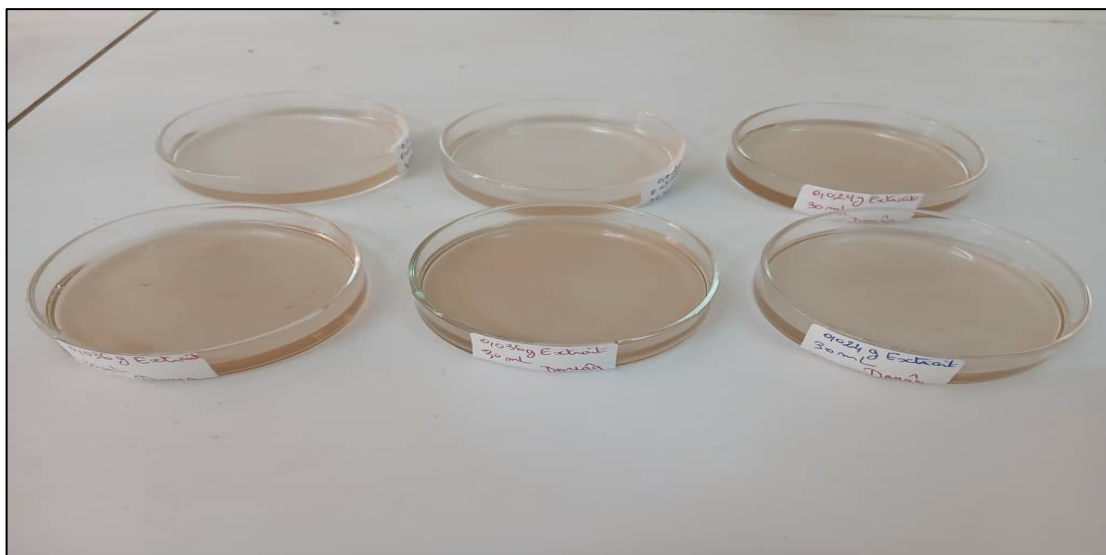


Figure 24 : Préparation des films parla méthode de coulage avant étuvage

V. Caractérisations des films polymériques :

V.1 Solubilité dans l'eau (méthode de Gontard) :

-Mode opératoire:

La solubilité dans l'eau a été déterminée selon la méthode de Gontard afin d'évaluer la résistance des films polymériques à l'humidité.

Avant l'essai de solubilité, les films ont été préalablement réticulés par immersion dans une solution de chlorure de calcium (CaCl_2) pendant 2 à 3 minutes.

Après réticulation, les films ont été rincés à l'eau distillée afin d'éliminer l'excès de CaCl_2 , puis séchés légèrement à l'aide d'un papier absorbant. Ensuite, un échantillon de film de dimensions $2 \times 2 \text{ cm}^2$ a été découpé et pesé avec précision à l'aide d'une balance analytique (W_1). L'échantillon a ensuite été placé dans un bécher contenant 30 mL d'eau distillée et maintenu en immersion pendant 24 heures à température ambiante (25°C). Après 24 heures, les résidus du film ont été récupérés délicatement (à l'aide d'un papier filtre si nécessaire), puis séchés à l'étuve à 105°C pendant au moins 2 heures, jusqu'à l'obtention d'une masse constante. L'échantillon sec a ensuite été pesé (W_2)

La solubilité dans l'eau a été calculée selon l'équation suivante :

$$\% \text{Solubilité} = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100$$

V.2 Mesure de l'épaisseur des films :

-Mode opératoire :

L'épaisseur des films a été mesurée afin de permettre le calcul de l'opacité ainsi que l'évaluation des propriétés mécaniques.

Les mesures ont été réalisées à l'aide d'un micromètre numérique (ou d'un pied à coulisse de précision).

Pour chaque film, l'épaisseur a été déterminée en cinq points différents : au centre du film et en quatre points situés près des bords, afin d'assurer une meilleure précision des résultats. Les valeurs obtenues ont été converties en millimètres (mm) avant le traitement des données (exemple : $100\text{ }\mu\text{m} = 0,1\text{ mm}$).

Enfin, la moyenne des cinq mesures a été calculée pour chaque film et utilisée pour les analyses ultérieures.

V.3 Propriétés optiques (UV-Visible) :

V.3.1 Détermination de l'opacité (Méthode de Hamed et al.)

-Mode opératoire :

L'opacité des films a été déterminée à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible selon la méthode décrite par Hamed et al.

Une bandelette rectangulaire de film de $1 \times 4\text{ cm}^2$ a été découpée puis placée verticalement à l'intérieur d'une cuve de spectrophotomètre vide.

L'appareil a été réglé à une longueur d'onde de 600 nm, et le blanc a été réalisé à l'aide d'une cuve vide.

L'absorbance du film a ensuite été mesurée et notée Abs_{600} .

L'opacité des films a été calculée à l'aide de la relation suivante

$$\text{Opacité (AU/mm)} = \frac{\text{Abs}_{600}}{x}$$

Avec :

- Abs_{600} : absorbance de chaque échantillon à 600 nm
- x : épaisseur du film (mm)

V.3.2 Barrière UV et Résonance Plasmonique (SPR)

-Mode opératoire :

Un scan complet a été réalisé dans la gamme de longueurs d'onde comprise entre 200 et 800 nm.

Pour l'analyse de la barrière UV, la transmittance (T%) a été relevée à 280 nm ; plus la valeur est faible, plus le film présente une meilleure capacité de protection contre les rayons UV. Concernant l'analyse de la résonance plasmonique de surface (SPR), la présence d'un pic d'absorption compris entre 410 nm et 450 nm a été recherchée, cette bande étant caractéristique des nanoparticules d'argent.



Figure 25: UV visible

V.4 Analyse structurale par FT-IR :

-Mode opératoire :

Un petit morceau de film a été découpé puis placé directement sur le cristal de l'appareil FT-IR en mode ATR. Le spectre infrarouge a ensuite été enregistré dans la gamme de nombres d'onde comprise entre 4000 et 400 cm^{-1} . L'analyse des spectres a porté principalement sur l'identification du large pic situé vers 3300 cm^{-1} correspondant aux groupements hydroxyles (-OH), ainsi que du pic observé autour de 1600 cm^{-1} attribué aux groupements carboxylates (-COO⁻) de l'alginate. Enfin, une comparaison des spectres a été réalisée afin de vérifier un éventuel déplacement de ces bandes ou une variation de leur intensité après l'ajout de l'extrait aqueux ou des nanoparticules d'argent.



Figure 26 : spectroscopie (FT-IR)

VI. Évaluation de l'activité Antioxydante :

L'activité antioxydante des échantillons a été évaluée par la méthode du radical libre DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle).

Cette méthode permet de déterminer la capacité des composés à piéger les radicaux libres. Deux approches ont été utilisées : la méthode par immersion directe et la méthode par migration.

-Mode opératoire :

➤ Méthode A : Test par immersion directe (activité de contact) :

Une masse de 30 mg de film a été précisément pesée puis introduite dans un tube contenant 4 mL de solution de DPPH (0,1 mM, préparée dans l'éthanol).

Les échantillons ont été incubés à l'obscurité pendant 60 minutes afin d'éviter toute dégradation du DPPH par la lumière.

Après incubation, l'absorbance a été mesurée à 517 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible.

Méthode B : Test par migration (selon Huda et al.) :

Dans cette méthode, 25 mg de film ont été introduits dans 3 mL d'éthanol, puis laissés au repos pendant 24 heures afin de permettre la migration des composés actifs.

Ensuite, 3 mL de l'extrait obtenu ont été mélangés avec 1 mL de solution de DPPH (0,1 mM).

Le mélange a été agité au vortex puis incubé à l'obscurité pendant 30 minutes.

L'absorbance a été mesurée à 517 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible.

Préparation des blancs et témoins :

- Zéro de l'appareil : éthanol pur (afin d'annuler l'effet du solvant).
- Blanc méthode A : 4 mL de solution de DPPH (référence de la couleur violette maximale, 100 %).
- Blanc méthode B : 1 mL de DPPH + 3 mL d'éthanol (référence corrigée de la dilution).
- Échantillon : mélange contenant le film ou l'extrait.

➤ Calcul du pourcentage d'inhibition

Le pourcentage d'inhibition du radical DPPH a été calculé selon la formule suivante :

$$\% \text{Inhibition} = \frac{A_{\text{blanc}} - A_{\text{échantillon}}}{A_{\text{blanc}}} \times 100$$

Où :

A_{blanc} : absorbance de la solution de DPPH sans échantillon

$A_{\text{échantillon}}$: absorbance de la solution après interaction avec le film

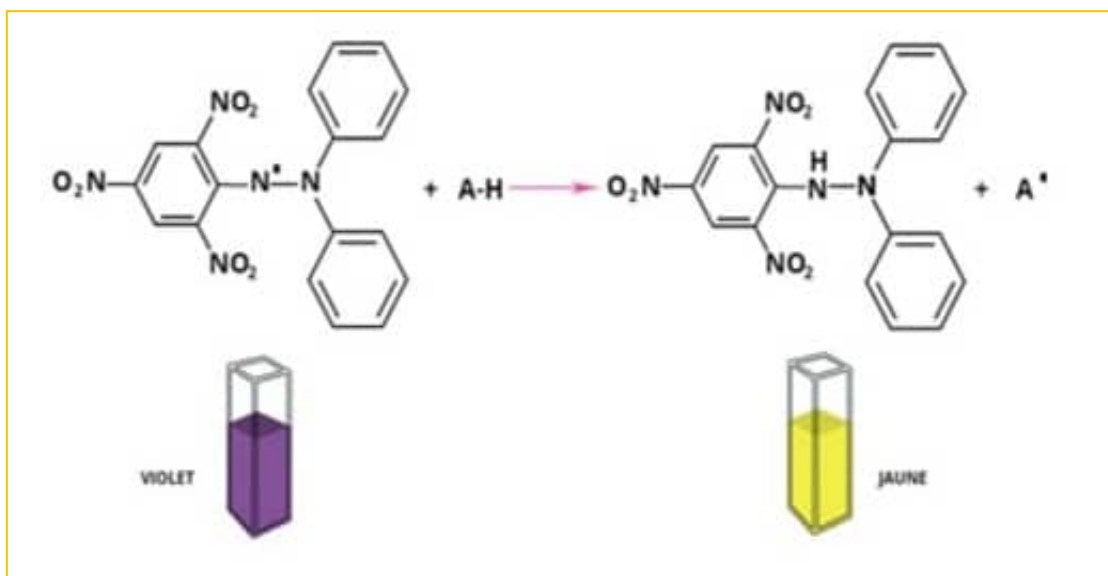


Figure 27 : Mécanisme de réduction du radical DPPH. (Décoloration de la solution du DPPH, passant du violet au jaune).

Conclusion générale

Conclusion générale

Ce travail a porté sur la synthèse verte des nanoparticules d'argent (AgNPs) à partir de l'extrait aqueux d'*Agave americana* ainsi que sur leur incorporation dans des films polymériques biodégradables à base d'alginate de sodium. L'objectif principal était d'élaborer des matériaux fonctionnels présentant des propriétés physico-chimiques et antioxydantes intéressantes pour des applications potentielles dans les domaines biomédicaux et de l'emballage actif.

L'extraction aqueuse des feuilles d'*Agave americana* a permis d'obtenir un rendement satisfaisant en composés bioactifs hydrosolubles, capables d'assurer à la fois la réduction des ions argent et la stabilisation des nanoparticules synthétisées. La biosynthèse des AgNPs a été confirmée par le changement de couleur du milieu réactionnel ainsi que par les différentes techniques de caractérisation utilisées.

L'analyse UV-Visible a mis en évidence un pic caractéristique confirmant la formation des nanoparticules d'argent. Les analyses FT-IR ont révélé la présence de plusieurs groupements fonctionnels impliqués dans la réduction et la stabilisation des AgNPs, notamment les groupes hydroxyles et carbonyles issus des composés phytochimiques de l'extrait végétal. Les résultats obtenus par DRX ont confirmé la nature cristalline des nanoparticules et leur structure cubique à faces centrées (FCC), caractéristique de l'argent métallique. De plus, l'analyse du potentiel zêta a montré une charge négative des nanoparticules, traduisant une bonne stabilité colloïdale des AgNPs synthétisées biologiquement.

Les films polymériques élaborés à base d'alginate et de glycérol ont présenté une bonne homogénéité, une flexibilité satisfaisante et une absence de fissures visibles. L'incorporation de l'extrait végétal et des nanoparticules d'argent a influencé les propriétés visuelles, mécaniques et de solubilité des films. Les films contenant les AgNPs synthétisées in situ ont montrés une meilleure dispersion des nanoparticules au sein de la matrice polymérique, tandis que les films mixtes ont présenté une structure plus compacte et une solubilité plus faible.

Les analyses mécaniques par DMA ont montré une amélioration significative des propriétés mécaniques après incorporation des additifs. Les films contenant 2 % d'AgNPs ont présenté la meilleure résistance mécanique, alors que les films enrichis avec 1 % d'extrait aqueux ont montré un comportement mécanique comparable, démontrant l'efficacité des composés naturels de la plante dans le renforcement de la matrice polymérique.

L'évaluation de l'activité antioxydante a révélé que l'extrait aqueux d'*Agave americana* ainsi que les nanoparticules d'argent biosynthétisées possèdent un pouvoir antioxydant intéressant. Les films incorporant l'extrait végétal ont présenté les activités antioxydantes les plus élevées, avec une augmentation proportionnelle à la concentration de l'extrait. Les films contenant des AgNPs ont également montré une activité antioxydante appréciable. En revanche, les films obtenus par synthèse in situ ont présenté une diminution de cette activité avec l'augmentation de la concentration en nitrate d'argent, ce qui confirme l'implication des molécules antioxydantes de l'extrait dans le mécanisme de réduction des ions Ag^+ lors de la formation des nanoparticules.

Dans l'ensemble, les résultats obtenus démontrent que l'utilisation d'*Agave americana* constitue une approche écologique, économique et efficace pour la synthèse verte des nanoparticules d'argent. Les films polymériques élaborés présentent des propriétés prometteuses pouvant favoriser leur utilisation dans des applications nécessitant des matériaux biodégradables, actifs et multifonctionnels.

Enfin, des études complémentaires portant sur les propriétés antimicrobiennes, la biodégradabilité, ainsi que les applications à l'échelle industrielle pourraient permettre de valoriser davantage ces matériaux et d'élargir leurs domaines d'utilisation.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] Kumar, A. A., Karthick, K., & Arumugam, K. P. (2011). Properties of biodegradable polymers and degradation for sustainable development. *International Journal of Chemical Engineering and Applications*, 2(3), 164–167.
- [2] Müller, R.-J. (2005). Biodegradability of polymers: Regulations and methods for testing. In *Biopolymers Online* (pp. 365–374). Gesellschaft für Biotechnologische Forschung mbH.
- [3] Aurélie, E., & Fournier, T. (2007). Polymères et biodégradabilité : État des lieux et perspectives (Mémoire de master MQM). Sous la direction de Luc Vincent.
- [4] Avérous, L. (2013). Les polymères biodégradables et biosourcés : Des matériaux pour un futur durable. *L'Actualité Chimique*, 83–90.
- [5] Humbert, J. (2008). Conception, élaboration et production d'agrocomposites à partir de tourteau de tournesol : Étude du procédé d'extrusion-formulation-granulation et d'injection-moulage (Thèse de doctorat). Université de Toulouse.
- [6] Chandra, R., & Rustgi, R. (1998). Biodegradable polymers. *Progress in Polymer Science*, 23(7), 1273–1335. [https://doi.org/10.1016/S0079-6700\(97\)00039-7](https://doi.org/10.1016/S0079-6700(97)00039-7)
- [7] Müller, R. J., Kleeberg, I., & Deckwer, W. D. (2001). Biodegradation of polyesters containing aromatic constituents. *Journal of Biotechnology*, 86(2), 87–95. [https://doi.org/10.1016/S0168-1656\(00\)00423-4](https://doi.org/10.1016/S0168-1656(00)00423-4)
- [8] Zhang, M. Q., Rong, M. Z., & Lu, X. (2005). Fully biodegradable natural fiber composites from renewable resources: All-plant fiber composites. *Composites Science and Technology*, 65, 2514–2525. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2005.06.008>
- [9] BenDhieb, F. (2014). Développement et caractérisation de films biodégradables à base d'acide polylactique et de chitosane (Mémoire de maîtrise en génie chimique). Université Laval, Québec, Canada.
- [10] Roberts, G. A. F. (1992). *Chitin chemistry*. Macmillan.
- [11] Rutot, D., & Dubois, P. (2004, juin). Le (bio) polymère biodégradable : L'enjeu de demain ? Centre de Recherche Materia Nova, Service des Matériaux Polymères et Composites, Université de Mons-Hainaut.
- [12] Ahmad, A., Mubarak, N., Jannat, F. T., Ashfaq, T., Santulli, C., Rizwan, M., Najda, A., Bin-Jumah, M., Abdel-Daim, M. M., Hussain, S., et al. (2021). A critical review on the synthesis of natural sodium alginate-based composite materials: An innovative biological polymer for biomedical delivery applications. *Processes*, 9(1), 137. <https://doi.org/10.3390/pr9010137>

- [13] Saadi, Z. (2008). Étude de la dégradation fongique des polymères : Cinétique de dégradation des polymères et caractérisation des sous-produits de dégradation – Étude de l'écotoxicité de ces polymères (Thèse de doctorat). Université du Maine, U.F.R. Sciences et Techniques.
- [14] Kim, D. Y., & Rhee, Y. H. (2003). Biodegradation of microbial and synthetic polyesters by fungi. *Applied Microbiology and Biotechnology*, 61(4), 300–308. <https://doi.org/10.1007/s00253-002-1205-3>
- [15] Gubitz, G. M., & Paulo, A. C. (2003). New substrates for reliable enzymes: Enzymatic modification of polymers. *Current Opinion in Biotechnology*, 14(6), 577–582. <https://doi.org/10.1016/j.copbio.2003.10.003>
- [16] Hoffmann, J., Hennecke, M., & Berry, R. (2003). Assessing biodegradability of plastics based on poly (vinyl alcohol) and protein wastes. *Polymer Degradation and Stability*, 79(3), 511–519.
- [17] Shimao, M. (2001). Biodegradation of plastics. *Current Opinion in Biotechnology*, 12(3), 242–247. [https://doi.org/10.1016/S0958-1669\(00\)00206-8](https://doi.org/10.1016/S0958-1669(00)00206-8)
- [18] Vert, M., Doi, Y., Hellwich, K. H., Hess, M., Hodge, P., Kubisa, P., et al. (2012). Terminology for biorelated polymers and applications (IUPAC Recommendations 2012). *Pure and Applied Chemistry*, 84(2), 377–410. <https://doi.org/10.1351/PAC-REC-10-12-04>
- [19] Zhang, Z., Ortiz, O., Goyal, R., & Kohn, J. (2014). Biodegradable polymers. Elsevier
- [20] Mayer, J. M., et al. (1996). Biodégradation of polymer films in marine and soil environments. *ACS Symposium Series*, 627, 159–170.
- [21] Aris, F. E. Z. (2022). *Synthèse et caractérisation de polymères hydrosolubles et biodégradables* (Thèse de doctorat). Université Mustapha Stambouli de Mascara, Faculté des Sciences Exactes, Département de Chimie, Mascara, Algérie.
- [22] Bewa, H. (2006). *Matériaux polymères biodégradables et applications : Note de synthèse II*.
- [23] Stanojlovic-Davidovic, A. (2007). *Matériaux biodégradables à base d'amidon expansé renforcé de fibres naturelles : Application à l'emballage alimentaire*.
- [24] Bewa, H. (2006, 26 juin). *Direction des énergies renouvelables, des réseaux et des marchés énergétiques* (Document interne).
- [25] Larival, A. M., & Halleux, J. (2005). Classification of biodegradable polymers. In *Biodegradable polymers for industrial applications* (pp. 5–31). Woodhead Publishing
- [26] Jarrroux, N. (2012). Les biopolymères : Différentes familles, propriétés et applications. *Techniques de l'Ingénieur*, AM 3580, 1–16.

- [27] Rizzarelli, P., Leanza, M., & Rapisarda, M. (2025). Investigations into the characterization, degradation, and applications of biodegradable polymers by mass spectrometry. *Mass Spectrometry Reviews*, 44(6), 947–988. <https://doi.org/10.1002/mas.21869>
- [28] Rhim, J. W., Park, H. M., & Ha, C. S. (2013). Bio-nanocomposites for food packaging applications. *Progress in Polymer Science*, 38(10–11), 1629–1652. <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2013.05.008>
- [29] Li, H., Wang, Z., Fan, Z., & Liu, G. (2024). Alginate-based active and intelligent packaging: Preparation, properties, and applications. *International Journal of Biological Macromolecules*.
- [30] Avérous, L. (2004). Biodegradable multiphase systems based on plasticized starch: A review. *Journal of Macromolecular Science, Part C: Polymer Reviews*, 44(3), 231–274. <https://doi.org/10.1081/MC-200029326>
- [31] Siracusa, V., Rocculi, P., Romani, S., & Dalla Rosa, M. (2008). Biodegradable polymers for food packaging: A review. *Trends in Food Science & Technology*, 19(12), 634–643. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2008.07.003>
- [32] Rocher, V. (2008). Synthèse et caractérisation de billes d'alginate magnétiques pour l'élimination de polluants organiques dans les effluents par séparation magnétique (Thèse de doctorat). Université Pierre et Marie Curie, France.
- [33] Hammoudi, N. (2021). Élaboration et caractérisation de films nanocomposites antimicrobiens alginate/montmorillonite/huile essentielle de citron (Thèse de doctorat). Université Abou Bekr Belkaid, Tlemcen, Algérie.
- [34] Mokrani, N. (2013). Préparation et étude du comportement de membranes biopolymères alginate de sodium/chitosane (Thèse de magister). Université M'Hamed Bougara de Boumerdès, Algérie.
- [35] Julie, P. (2017, 21 septembre). *Lutter contre l'arthrite grâce aux algues brunes*. Santé sur le Net. <https://sante-sur-le-net.com/lutter-arthrite-algues-brunes>
- [36] Gao, C., Pollet, E., & Avérous, L. (2017). Properties of glycerol-plasticized alginate films obtained by thermo-mechanical mixing. *Food Hydrocolloids*, 63, 414–420. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.09.023>
- [37] Qin, Y., Jiang, J., Zhao, L., Zhang, J., & Wang, F. (2018). Applications of alginate as a functional food ingredient. In A. M. Grumezescu & A. M. Holban (Eds.), *Biopolymers for Food Design* (pp. 409–429). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-811449-0.00013-X>

- [38] Jeevahan, J. J., Chandrasekaran, M., Venkatesan, S. P., Sriram, V., Britto Joseph, G., Mageshwaran, G., & Durairaj, R. B. (2020). Scaling up difficulties and commercial aspects of edible films for food packaging: A review. *Trends in Food Science & Technology*, 100, 210–222. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2020.04.014>
- [39] Bouladjeraf, I. E. K., & Neguadi, A. (2022). *Synthèse et caractérisation des films biodégradables* (Mémoire de master). Centre Universitaire Belhadj Bouchaib, Aïn Témouchent, Algérie.
- [40] Seguen, W., & Brimess, S. (2014). *Étude comparative phytochimique et biologique de j*
- [49] Hartman, B. E., & Hatcher, P. G. (2015). Hydrothermal liquefaction of isolated cuticle of *Agave americana* and *Capsicum annuum*: Chemical characterization of petroleum-like products. *Fuel*, 156, 225–233. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2015.04.047>
- [50] Khan, M., Qureshi, R. A., Hussain, M., & Mehmood, A. (2010). Antibacterial and irritant activities of organic solvent extracts of *Agave americana* Linn., *Albizia lebbek* Benth., *Achyranthes aspera* Linn. and *Abutilon indicum* Linn.: A preliminary investigation. *Pakistan Journal of Zoology*, 42(1), 93–97.
- [51] Sahnoun, M., Trabelsi, N., Bejar, S., & Kammoun, R. (2018). Apigenin isolated from *Agave americana* encodes human and *Aspergillus oryzae* S2 α -amylase inhibitions: A credible approach for antifungal and antidiabetic therapies. *Journal of Food Science and Technology*, 55(4), 1489–1498. <https://doi.org/10.1007/s13197-018-3068-8>
- [52] Sahnoun, M., Trabelsi, N., Bejar, S., & Kammoun, R. (2019). Effect of *Agave americana* L. on human and *Aspergillus oryzae* S2 α -amylase inhibitions. *Natural Product Research*, 33(5), 755–758. <https://doi.org/10.1080/14786419.2017.1419238>
- [53] Peana, A. T., D'Aquila, P. S., Panin, F., Serra, G., Pippia, P., & Moretti, M. D. L. (1997). Anti-inflammatory activity of aqueous extracts and steroidal sapogenins of *Agave americana*. *Planta Medica*, 63(3), 199–202. <https://doi.org/10.1055/s-2006-957659>
- [54] Misra, A. K., Varma, S. K., & Kumar, R. (2018). Anti-inflammatory effect of an extract of *Agave americana* on experimental animals. *Pharmacognosy Research*, 10(1), 104–108. https://doi.org/10.4103/pr.pr_54_17
- [55] Matic, M. (1956). The chemistry of plant cuticles: A study of cutin from *Agave americana* L. *Biochemical Journal*, 63(1), 168–172. <https://doi.org/10.1042/bj0630168>
- [56] Deshmukh, A. P., Simpson, A. J., Hatcher, P. G., & Cimino, G. (2005). Insights into the structure of cutin and cutan from *Agave americana* leaf cuticle using HRMAS NMR spectroscopy. *Organic Geochemistry*, 36(7), 1072–1085. <https://doi.org/10.1016/j.orggeochem.2005.02.009>

- [57] Tinto, W. F., Blair, L. C., Alli, A., & Reynolds, W. F. (2005). Constituents of *Agave americana* and *Agave barbadensis*. *Fitoterapia*, 76(6), 594–597. <https://doi.org/10.1016/j.fitote.2005.05.007>
- [58] Sameh, A., et al. (2018). A study of the effect of *Agave americana* extract inhibitor on the corrosion of mild steel in 0.5 M H₂SO₄. *Materials Research Express*, 6(1), 1–16.
- [59] Benmansour, N. (2021). Études physico-chimiques et applications de quelques extraits de plantes (Mémoire de master ou thèse, selon le document). 215 p.
- [60] Marciano, A., Chefetz, B., & Gedanken, A. (2008). Differential adsorption of silver nanoparticles to the inner and outer surfaces of the *Agave americana* cuticle. *The Journal of Physical Chemistry C*, 112(46), 18082–18086. <https://doi.org/10.1021/jp806260r>
- [61] Ahmad, B., Lim, C. J., Shameli, K., & Ibrahim, N. A. (2016). Green synthesis, characterisation and biological evaluation of AgNPs using *Agave americana*, *Mentha spicata* and *Mangifera indica* aqueous leaves extract. *IET Nanobiotechnology*, 10(5), 281–287. <https://doi.org/10.1049/iet-nbt.2015.0072>
- [62] Jin, J.-M., Zhang, Y.-J., & Yang, C.-R. (2004). Four new steroid constituents from the waste residue of fibre separation from *Agave americana* leaves. *Chemical and Pharmaceutical Bulletin*, 52(6), 654–658. <https://doi.org/10.1248/cpb.52.654>
- [63] El Omari, H., Belfkira, A., & Brouillette, F. (2017). Paper properties of *Typha latifolia*, *Pennisetum alopecuroides*, and *Agave americana* fibers and their effect as a substitute for kraft pulp fibers. *Journal of Natural Fibers*, 14(3), 426–436. <https://doi.org/10.1080/15440478.2016.1190740>
- [64] Thimmiah, B. R., & Nallathambi, G. (2022). Development of high-performance filter from *Agave americana* fibre/polyacrylonitrile nanofibre membrane for Cd, Pb(II), and organic contaminants removal from aqueous solution. *Journal of Industrial Textiles*, 51(2), 2197–2215. <https://doi.org/10.1177/1528083720940728>
- [65] Davis, S. C., Dohleman, F. G., & Long, S. P. (2011). The global potential for *Agave* as a biofuel feedstock. *GCB Bioenergy*, 3(1), 68–78. <https://doi.org/10.1111/j.1757-1707.2010.01077.x>
- [66] University of South Florida. (s.d.). *Agave americana*. Atlas of Florida Plants. Consulté le 9 juin 2026, à partir de Atlas of Florida Plants
- [67] Lanone, S., & Boczkowski, J. (2010). Les sources de nanoparticules. *Revue Française d'Allergologie*, 50(3), 211–213. <https://doi.org/10.1016/j.reval.2010.02.008>

- [68] Goutayer, M. (2008). Nano-émulsions pour la vectorisation d'agents thérapeutiques ou diagnostiques : étude de la biodistribution par imagerie de fluorescence in vivo (Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie–Paris VI).
- [69] Haruta, M. (1997). Size-and support-dependency in the catalysis of gold. *Catalysis Today*, 36(1), 153–166. [https://doi.org/10.1016/S0920-5861\(96\)00208-8](https://doi.org/10.1016/S0920-5861(96)00208-8)
- [70] Soni, I., & Salopek-Soni, B. (2004). Silver nanoparticles as antimicrobial agent: A case study on *Escherichia coli* as a model for Gram-negative bacteria. *Journal of Colloid and Interface Science*, 275(1), 177–182. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2004.02.012>
- [71] Wijnhoven, S. W. P., Peijnenburg, W. J. G. M., Herberts, C. A., Hagens, W. I., Oomen, A. G., Heugens, E. H. W., ... Sips, A. J. A. M. (2009). Nano-silver—A review of available data and knowledge gaps in human and environmental risk assessment. *Nanotoxicology*, 3(2), 109–138. <https://doi.org/10.1080/17435390902725914>
- [72] Foucault, A., Raoult, J.-F., Cecca, F., & Platevoet, B. (2014). Dictionnaire de géologie (8e éd.). Dunod.
- [73] Nathan, J.-C. (2015). Nanoparticules d'argent : des risques inconnus. Paris : Éditions ou organisme de publication (à compléter selon la source originale).
- [74] Bousalem, N. (2017). Synthèse verte, caractérisation et activité antibactérienne de films composites alginate–nanoparticules d'argent–chitosane (Mémoire de master, Université Abou Bekr Belkaïd de Tlemcen).
- [75] Yafiuddin, A., Salim, M. R., Kueh, A. B. H., Hadibarata, T., & Nur, H. (2017). A review of silver nanoparticles: Research trends, global consumption, synthesis, properties, and future challenges. *Journal of the Chinese Chemical Society*, 64(7), 732–756. <https://doi.org/10.1002/jccs.201700067>
- [76] Cheng, L., Weir, M. D., Xu, H. H. K., Antonucci, J. M., Kraigsley, A. M., Lin, N. J., Lin-Gibson, S., & Zhou, X. (2015). Nanotechnology strategies for antibacterial and remineralizing composites and adhesives to tackle dental caries. *Nanomedicine*, 10(4), 627–641. <https://doi.org/10.2217/nnm.14.191>
- [77] Iravani, S., Korbekandi, H., Mirmohammadi, S. V., & Zolfaghari, B. (2014). Synthesis of silver nanoparticles: Chemical, physical and biological methods. *Research in Pharmaceutical Sciences*, 9(6), 385–406.
- [78] Simchi, A., Ahmadi, R., Reihani, S. M. S., & Mahdavi, A. (2007). Kinetics and mechanisms of nanoparticle formation and growth in vapor phase condensation process. *Materials & Design*, 28(3), 850–856. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2005.09.029>

- [80] Phuoc, T. X., Soong, Y., & Chyu, M. K. (2007). Synthesis of Ag–deionized water nanofluids using multi-beam laser ablation in liquids. *Optics and Lasers in Engineering*, 45(12), 1099–1106. <https://doi.org/10.1016/j.optlaseng.2007.04.009>
- [81] Wang, D., Lin, Z., Wang, T., Yao, Z., Qin, M., Zheng, S., & Lu, W. (2012). Synthesis, characterization and application of silver-based antimicrobial nanocomposites. Dans A. Méndez-Vilas (Éd.), *Nano-antimicrobials: Progress and prospects* (pp. 47–84). Springer.
- [82] Narayanan, K. B., & Sakthivel, N. (2010). Biological synthesis of metal nanoparticles by microbes. *Advances in Colloid and Interface Science*, 156(1–2), 1–13. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2010.02.001>
- [83] Bulgakova, N. M., & Bulgakov, A. V. (2001). Pulsed laser ablation of solids: Transition from normal vaporization to phase explosion. *Applied Physics A*, 73(2), 199–208. <https://doi.org/10.1007/s003390100718>
- [84] Shannon, M. A., Mao, X., Fernandez, A., Chan, W. T., & Russo, R. E. (1995). Laser ablation mass removal versus incident power density during solid sampling for inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy. *Analytical Chemistry*, 67(24), 4522–4529. <https://doi.org/10.1021/ac00120a019>
- [85] Dupont, A., Sauerbrey, R., & Lupinski, D. (1995). Enhancement of material ablation using 248, 308, 532, and 1064 nm laser pulses with a water film on the treated surface. *Journal of Applied Physics*, 78(3), 2022–2028. <https://doi.org/10.1063/1.360167>
- [86] Vogel, A., Busch, S., Parlitz, U., & Lauterborn, W. (1999). Energy balance of optical breakdown in water at nanosecond to femtosecond time scales. *Applied Physics B: Lasers and Optics*, 68(2), 271–280.
- [87] Shankar, S. S., Ahmad, A., Sastry, M., & Kumar, R. (2004). Biological synthesis of triangular gold nanoprisms. *Nature Materials*, 3(7), 482–488.
- [88] Mughal, S. S. (2022). Role of silver nanoparticles in colorimetric detection of biomolecules. *Authorea Preprints*.
- [89] Rajeshkumar, S., & Bharath, L. V. (2017). Mechanism of plant-mediated synthesis of silver nanoparticles: A review on biomolecules involved, characterisation and antibacterial activity. *Chemico-Biological Interactions*, 273, 219–227.
- [90] Bedlovičová, Z., Strapáč, I., Baláž, M., & Salayová, A. (2020). A brief overview on antioxidant activity determination of silver nanoparticles. *Molecules*, 25(14), 3191. <https://doi.org/10.3390/molecules25143191>
- [91] Azeez, L., Lateef, A., Adebisi, S. A., & Ojo, S. A. (2017). Silver nanoparticles (AgNPs) biosynthesized using pod extract of *Cola nitida* enhance antioxidant activity and

- phytochemical composition of *Amaranthus caudatus* Linn. *Applied Nanoscience*, 7(1–2), 59–66.
- [92] Li, Z., Jiang, H., Xu, C., & Gu, L. (2015). A review: Using nanoparticles to enhance absorption and bioavailability of phenolic phytochemicals. *Food Hydrocolloids*, 43, 153–164.
- [93] Keshari, A. K., Srivastava, R., Singh, P., Yadav, V. B., & Nath, G. (2020). Antioxidant and antibacterial activity of silver nanoparticles synthesized by *Cestrum nocturnum*. *Journal of Ayurveda and Integrative Medicine*, 11(1), 37–44.
- [94] Zou, M., Li, Y., Xue, H., & Wang, H. (2013). Synthesis of silver nanoparticles in electrospun polyacrylonitrile nanofibers using tea polyphenols as the reductant. *Polymer Engineering & Science*, 53(5), 1099–1108.
- [95] Alam, M. N., Roy, N., Mandal, D., & Begum, N. A. (2014). *Murraya koenigii* Spreng. leaf extract: An efficient green multifunctional agent for the controlled synthesis of Au nanoparticles. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 2(4), 652–664.
- [96] Rai, M., & Posten, C. (Eds.). (2013). *Green biosynthesis of nanoparticles: Mechanisms and applications*. CABI.
- [97] Nune, S. K., Chanda, N., Shukla, R., Katti, K., Kulkarni, R. R., Thilakavathi, S., Mekapothula, S., Kannan, R., & Katti, K. V. (2009). Green nanotechnology from tea: Phytochemicals in tea as building blocks for production of biocompatible gold nanoparticles. *Journal of Materials Chemistry*, 19(19), 2912–2920.
- [98] Kalishwaralal, K., Deepak, V., Ram Kumar Pandian, S., Gurunathan, S., & Sangiliyandi, G. (2008). Extracellular biosynthesis of silver nanoparticles by the culture supernatant of *Bacillus licheniformis*. *Materials Letters*, 62(29), 4411–4413.
- [99] Ganaie, S. U., Abbasi, T., & Abbasi, S. A. (2018). Plant-mediated synthesis of silver nanoparticles using fruit extract of *Cleome viscosa* L.: Assessment of their antibacterial and anticancer activity. *Karbala International Journal of Modern Science*, 4(1), 61–68.
- [100] Mandru, A., Mane, J., & Mandapati, R. (2023). A review on UV-visible spectroscopy. *Journal of Pharma Insights and Research*, 1(2), 91–96.
- [101] Lin, P. C., Lin, S., Wang, P. C., & Sridhar, R. (2014). Techniques for physicochemical characterization of nanomaterials. *Biotechnology Advances*, 32(4), 711–726.
- [102] Garg, S., Patel, P., Gupta, G. D., & Kurmi, B. D. (2024). Pharmaceutical applications and advances with zetasizer: An essential analytical tool for size and zeta potential analysis. *Micro and Nanosystems*, 16(3), 139–154.

- [103] Shah, M., Fawcett, D., Sharma, S., Tripathy, S. K., & Poinern, G. E. J. (2015). Green synthesis of metallic nanoparticles via biological entities. *Materials*, 8(11), 7278–7308. <https://doi.org/10.3390/ma8115377>

Résumé (Français)

Ce travail porte sur l'élaboration de films polymériques biodégradables à base d'alginate de sodium incorporant l'extrait aqueux d'*Agave americana* ainsi que des nanoparticules d'argent (AgNPs) synthétisées par voie verte. Les AgNPs ont été obtenues à partir de l'extrait végétal en utilisant le nitrate d'argent comme précurseur métallique. Leur formation a été confirmée par différentes techniques de caractérisation telles que l'UV-Visible, le FT-IR, le Zetasizer et la diffraction des rayons X (DRX). Les résultats ont montré la formation de nanoparticules d'argent stables et cristallines. Les films élaborés ont présenté une bonne homogénéité, une flexibilité satisfaisante ainsi que des propriétés physico-chimiques variables selon la nature des additifs incorporés. L'étude de l'activité antioxydante par le test DPPH a révélé une amélioration significative du pouvoir antioxydant des films contenant l'extrait végétal et les AgNPs. Les résultats obtenus montrent le potentiel de ces matériaux biodégradables pour des applications dans les domaines de l'emballage actif et biomédical.

Mots-clés : Alginate de sodium, *Agave americana*, nanoparticules d'argent, synthèse verte, films biodégradables, activité antioxydante.

Abstract (English)

This work focuses on the development of biodegradable polymeric films based on sodium alginate incorporating aqueous extract of *Agave americana* and silver nanoparticles (AgNPs) synthesized through a green method. AgNPs were synthesized using the plant extract and silver nitrate as a metallic precursor. Their formation was confirmed using several characterization techniques including UV-Visible spectroscopy, FT-IR, Zetasizer, and X-ray diffraction (XRD). The results demonstrated the formation of stable and crystalline silver nanoparticles. The prepared films exhibited good homogeneity, satisfactory flexibility, and physicochemical properties depending on the incorporated additives. The antioxidant activity evaluated by the DPPH assay showed a significant improvement in films containing plant extract and AgNPs. These findings highlight the potential of these biodegradable materials for applications in active packaging and biomedical fields.

Keywords: Sodium alginate, *Agave americana*, silver nanoparticles, green synthesis, biodegradable films, antioxidant activity.

المخلص (العربية)

تناول هذا العمل تطوير أفلام بوليميرية قابلة للتحلل الحيوي أساسها ألجينات الصوديوم، مدمجة بالمستخلص

المائي لنبات الأغاف الأمريكي (*Agave americana*) وكذلك بالجسيمات النانوية الفضية (AgNPs) المُصنَّعة بالطريقة الخضراء. تم تحضير الجسيمات النانوية الفضية انطلاقاً من المستخلص النباتي باستعمال نترات الفضة كمادة أولية معدنية. وقد تم تأكيد تشكيلها باستخدام تقنيات توصيف مختلفة، مثل التحليل بالأشعة فوق البنفسجية والمرئية (UV-Visible)، والتحليل بالأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه (FT-IR)، وجهاز زيتاسايزر (Zetasizer)، وحيود الأشعة السينية (XRD). وأظهرت النتائج تكون جسيمات نانوية فضية مستقرة وبلورية. كما أظهرت الأفلام المحضرة تجانساً جيداً ومرونة مرضية، بالإضافة إلى خصائص فيزيائية وكيميائية متغيرة حسب طبيعة المواد المضافة المدمجة. وقد كشفت دراسة النشاط المضاد للأوكسدة بواسطة اختبار DPPH عن تحسن ملحوظ في القدرة المضادة للأوكسدة للأفلام المحتوية على المستخلص النباتي والجسيمات النانوية الفضية. وتُظهر النتائج المتحصل عليها الإمكانيات الواعدة لهذه المواد القابلة للتحلل الحيوي للتطبيق في مجالي التغليف النشط والطب الحيوي.

، جسيمات الفضة النانوية، التخليق الأخضر، الأغشية القابلة *Agave americana* ألجينات الصوديوم، **الكلمات المفتاحية:** للتحلل الحيوي، النشاط المضاد للأوكسدة.