

République Algérienne Démocratique et Populaire  
الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique  
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
Université– Ain Témouchent- Belhadj Bouchaib  
جامعة عين تموشنت بلحاج بوشعيب

faculte des sciences et de technologie departement de science de la matiere



Projet de Fin d'Etudes

Pour l'obtention du diplôme de Master en : Chimie

Domaine : Sciences de la matière

Spécialité : Chimie macromoléculaire

Thème:

Préparation et évaluation d'hydrogel à base de chitosane/PVA Films  
chargés en nanoparticules pour des applications biomédicales

Présentée par : CHATIBI Dhehbiya

Soutenue le 22/06/2025, Devant le jury composé de :

<b>Dr. BENNABI</b>	<b>Lamia</b>	<b>MCA</b>	<b>UAT.B.B</b>	<b>Présidente</b>
<b>Dr. KADDOUS</b>	<b>Abdelhakim</b>	<b>MCB</b>	<b>UAT.B.B</b>	<b>Examineur</b>
<b>Dr. CHAIBI</b>	<b>Wahiba</b>	<b>MCA</b>	<b>UAT.B.B</b>	<b>Encadrante</b>
<b>Dr. Beldjillali Mohammed</b>	<b>MCA</b>	<b>UAT.B.B</b>	<b>UAT.B.B</b>	<b>Co-Encadrant</b>

Année Universitaire 2024/2025

## *Remerciements*

*Je remercie notre créateur Allah Tout-Puissant, qui nous a donné la santé, la volonté, la patience et nous a aidés à terminer nos études et notre mémoire.*

*Je remercie également mes parents pour le soutien qu'ils nous ont apporté tout au long de notre période d'étude.*

*Je tiens à remercier chaleureusement notre encadreur **Dr. CHAIBI Wahiba**, pour sa confiance et son soutien au cours de cette année.*

*Je remercie le Co-encadreur **Dr BELDJILALI Mohammed**, pour son soutien, ses conseils et son suivi de l'avancement de nos travaux.*

*Je remercie également **Dr. BENNABI Lamia** qui nous a fait l'honneur de présider le jury, ainsi qu'à **Dr. KADDOUS Abdelhakim**, qui a accepté d'examiner ce manuscrit.*

*Merci à tous les ingénieurs du laboratoire **Mme. Bahria AMRAOUI**, **Mme. Ouahiba BAKADA** et **Mme Karima**.*

*A tous les techniciens, mes amis et les administrateurs du département de Chimie.*

*Mes chaleureux remerciements à toutes les personnes qui ont soutenus ce mémoire.*

*Merci à tous !*



## *Dédicace :*

*Avant tout, je me prosterne devant le tout puissant Allah de m'avoir donné la force et la volonté pour réaliser ce travail.*

*Je dédie ce modeste travail :*

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

*À mon ange et âme sœur, la source de mes efforts, la flamme de mon cœur, ma vie et mon bonheur ; « Maman » que j'adore.*

*À mes très chères frères Mohammed et Fethi.*

*À mon unique et seul refuge.*

*À ma belle-sœur, pour sa gentillesse et son soutien Wafaa .*

*À ma tante et mes cousines Kawter et Chaïma.*

*À ma chères amie Sarra et à mes collègues.*

*À toutes les personnes qui ont servis pour ma formation, mes enseignants et professeurs.*



## Sommaire :

Introduction général.....	1
<b>Etude bibliographique .....</b>	<b>5</b>
I. Hydrogel : .....	6
I.1 Définition : .....	6
I.2 Les différentes classes des hydrogels : .....	6
I.3 Structure : .....	7
I.4 Les propriétés : .....	7
I.4.1 Propriété de gonflement : .....	8
I.4.2 Dégradabilité : .....	8
I.4.3 Mécanique : .....	8
I.4.4 La porosité : .....	8
I.4.5 La biocompatibilité : .....	9
I.4.6 Cinétique de gélification : .....	9
I.5 Synthèse des hydrogels : .....	9
I.5.1 Réticulation physique : .....	10
I.5.1.1 Par interactions ioniques : .....	10
I.5.1.2 Par réticulation par interaction hydrogène : .....	11
I.5.1.3 Par interactions hydrophobes : .....	11
I.5.2 Réticulation chimique : .....	12
I.5.2.1 Par polymérisation radicalaires : .....	12
I.5.2.2 Par polycondensation : .....	13
I.6 Les applications biomédicales des hydrogels : .....	14
II Chitosane .....	14
II.1 Historique : .....	14
II.2 Définition : .....	14
II.3 La source de chitosane : .....	15
II.4 Propriétés : .....	16
II.4.1 Physico-chimiques de chitosane : .....	16
II.4.1.1 Le degré de désacétylation : .....	16
II.4.1.2 La cristallinité : .....	16
II.4.1.3 Masse moléculaire (MM) : .....	16
II.4.1.4 Solubilité : .....	17
II.4.1.5 La viscosité : .....	17
II.4.1.6 Flexibilité : .....	17
II.4.2 Propriétés biologiques : .....	17

II.5	Les applications de chitosane :	18
III	Alcool polyvinylique (PVA) :	19
III.1	Historique:	19
III.2	Définition :	19
III.3	Les applications de PVA :	20
III.3.1	Biomédicales et pharmaceutiques :	20
III.3.2	Electrique:	20
IV	Les nanoparticules :	21
IV.1	Définition :	21
IV.2	Les types de nanoparticules :	21
IV.2.1	Nanoparticule organique :	21
IV.2.1.1	Système micellaire/ lipidique :	21
IV.2.1.2	Nanoparticules à base des polymères :	22
IV.2.1.3	Les nanoparticules de carbone :	22
IV.2.2	Nanoparticule inorganique :	23
IV.3	Méthodes de synthèse des nanoparticules :	24
IV.3.1	Méthodes chimiques :	25
IV.3.2	Méthodes physiques :	25
IV.3.3	Méthodes biologiques :	25
IV.3.3.1	Plante :	25
IV.4	Les nanoparticules d'argents :	26
IV.5	Propriétés des nanoparticules :	26
IV.5.1	Propriétés physiques et chimiques :	26
IV.5.2	Propriétés optiques :	27
IV.5.3	Propriétés thermiques :	27
IV.5.4	Propriétés catalytiques :	27
IV.6	Les applications de nanoparticules d'argent :	27
	<b>Synthèse des nanoparticules (AgNPs) .....</b>	<b>34</b>
I	Introduction:	35
II	Méthode :	35
II.1	Préparation de l'extrait .....	35
II.2	La biosynthèse des nanoparticules d'argent :	37
II.2.1	Préparation des AgNPs par différents rapports d'extrait et d'AgNO <sub>3</sub> :	37
II.2.2	Effet de température :	37
II.2.3	Effet de PH :	37
II.2.3	Effet de concentration :	37
III	Caractérisations :	38

III.1	UV-Visible :	38
III.2	Potentiel Zéta :	38
IV	Les résultats :	39
IV.1	Effet du rapport d'extrait de plante et de la solution d'AgNO <sub>3</sub> :	39
IV.2	Effet de la température sur le rapport (2/8) :	40
IV.3	Effet de PH sur le rapport de (2/8) :	41
IV.4	Effet de la concentration d'AgNO <sub>3</sub> sur le rapport (2/8) :	42
IV.5	Potentiel Zéta :	43
	Conclusion :	44
	<b>Préparation de filme d'hydrogel</b> .....	<b>46</b>
	Introduction :	47
I	Matériels :	47
I.1	Chitosane :	47
I.2	Alcool polyvinylique (PVA) :	47
II	Méthode :	47
II.1	Préparé la solution de chitosane 1% :	47
II.1	Préparé la solution de PVA 5% :	48
II.3	Préparations des films d'hydrogel sans AgNPs :	49
II.4.1	Ajout des AgNPs synthétisé 24 h avant :	50
II.4.2	Ajout des NPs in situ :	52
III	Caractérisation :	53
III.1	FTIR :	53
III.2	La DSC :	55
IV	Etude du gonflement :	57
V	Les résultats :	57
V.1	Etude du gonflement :	57
V.1.1	Effet du temps :	57
V.1.2	Effet du PH :	60
V.2	Évaluation de l'activité antimicrobienne des films chitosane/PVA et chitosane/PVA chargé en AgNPs :	61
	Conclusion :	63
	Conclusion générale .....	65
	<b>ملخص:</b> .....	67
	Résumé :	67
	Abstract:.....	67

## Liste des figures :

Figure 1:classification des hydrogels selon leur sources polymériques et leurs propriétés [7].	6
Figure 2:structure de l'hydrogel[9].	7
Figure 3:différentes méthodes de préparation des hydrogels	10
<b>Figure 4:</b> Réticulation ionique entre les chaînes de l'alginate[20]	11
<b>Figure 5:</b> Mécanisme de gélification in situ par interactions hydrophobes	12
Figure 6:Synthèse de l'hydrogel par polymérisation des radicaux libres, conjugaison de l'hydrogel avec de l'hypercine (HYP) et la dégradation de l'hydrogel conjugué à l' HYP[26]	13
Figure 7:Synthèse d'hydrogel d'acide hyaluronique par la réaction de « clic » de Diels-Alder, Nimmo et al. 14.[27]	13
Figure 8: Structure chimique de chitosane	15
Figure 9 :Sources de chitine et de chitosane[35]	15
Figure 10: Structure de PVA.	19
Figure 11:Gamme de taille des nanoparticules comparées à celles des principales structures chimique et biologiques[47]	21
<b>Figure 12:</b> Structure de base des nanoparticules [49].	22
Figure 13: Structure de base des nanoparticules inorganiques [46]	23
Figure 14:Différentes méthodes de synthèse des nanoparticules[51]	24
Figure 15: Synthèse de nanoparticules à partir d'extraits de plante[51]	26
Figure 16: La préparation de l'extrait	36
Figure 17: Appareil du UV-Visible	38
Figure 18:Changement de couleur en fonction du temps de différents rapports d'extrait de plante	39
Figure 19: Spectres UV-Vis des AgNPs de différents rapports d'extrait et AgNO <sub>3</sub>	40
Figure 20: Spectres UV-Vis des AgNPs de différentes températures	41
Figure 21: Spectres UV-Vis des AgNPs de différentes PH	42
Figure 22: Spectres UV-Vis des AgNPs de différentes concentration d'AgNO <sub>3</sub>	43
Figure 23: La taille de NPs dans le rapport 1/9	43
Figure 25: La taille de NPs dans le rapport 3/7	43
Figure 24: La taille de NPs dans le rapport 2/8	43
Figure 26: Potentiel Zeta des NPs dans le rapport 1/9	44
Figure 27: Filtration sous vide de la solution	48
Figure 28:Agitation de solution du CN	48
Figure 29: La préparation de la solution PVA	48
Figure 30: Protocole de la préparation des films	49
Figure 31:Les films d'hydrogel de CN 40/60 PVA à différents pourcentages d'AgNPs	51
Figure 32:Les films d'hydrogel de CN 50/50 PVA à différents pourcentages d'AgNPs	51
Figure 33: Les films d'hydrogel de CN 60/40 PVA à différents pourcentages d'AgNPs	51
Figure 34: Changement de couleur après l'ajustement du PH	52
Figure 35: Les films d'hydrogel in situ	52
Figure 36: Spectre FTIR du chitosane commerciale.	53
Figure 37: Spectre FTIR du PVA	54
Figure 38: Spectre FTIR des films d'hydrogel	54
Figure 39: Spectre DSC du chitosane	55
Figure 40: DSC du PVA	56
Figure 41:DSC du CN/PVA et du CN/PVA/NPs	56
Figure 42: Evolution des taux de gonflement des films d'hydrogel en fonction du temps	58
Figure 43: Evolution des taux de gonflement des films d'hydrogel de CN 40/60 PVA avec AgNPs en fonction du temps	58

Figure 44: Evolution des taux de gonflement des films d'hydrogel de CN 50/50 PVA avec AgNPs en fonction du temps .....	59
Figure 45: Evolution des taux de gonflement des films d'hydrogel de CN 60/40 PVA avec AgNPs en fonction du temps .....	59
Figure 46: Evolution des taux de gonflement des films d'hydrogel sans AgNPs en fonction du PH.....	60
Figure 47: Evolution des taux de gonflement des films d'hydrogel avec 10% d'AgNPs en fonction du PH .....	61
Figure 48: Test de l'activité antibactérienne des films d'hydrogel .....	62

## Liste des tableaux :

Tableau 1: Différentes applications du chitosane [41] .....	18
Tableau 2: Les applications des nanoparticules d'argent dans des différents secteurs [62] ..	27
Tableau 3: Les différentes conditions utilisées dans l'expérience de formation des AgNPs ....	37
Tableau 4: Les concentrations utilisées pour préparer les échantillons de rapport (2/8) pour former des AgNPs .....	38
Tableau 5: Les mesures de potentiel Zéta et la taille des NPs .....	44
Tableau 6: Les pourcentages de CN/PVA et des AgNPs .....	50
Tableau 7: Principales bandes d'absorption IR du chitosane synthétisé et leurs groupements attribués.....	53
Tableau 8: Évaluation de l'activité antibactérienne des films d'hydrogel préparé.....	62

## **Liste des abréviations :**

**NPs** : Les nanoparticules

**AgNPs** : Les nanoparticules d'argent

**Ag** : Le métal d'argent

**LSPR** : La résonance plasmonique de surface localisée

**UV** : L'ultra-violet

**CN** : Chitosane

**PVA** : Alcool polyvinylique

**DD** : Le degré de désacétylation

**IR** : Infra rouge

**RMN** : La résonance nucléaire

**MM** : Masse moléculaire

**RX** : Les rayons X

---

# **Introduction général**

---

Depuis quelques années, les hydrogels à base de polymères connaissent un intérêt croissant dû à leur large potentiel d'application. Ces polymères tridimensionnels hydrophiles dont la particularité est de pouvoir retenir de grandes quantités d'eau, sont effectivement utilisés dans des domaines variés. Par exemple dans l'industrie pharmaceutique (administration de médicaments), biomédical (ingénierie tissulaire, pansement) et zones cosmétiques.

Récemment, une plus grande attention a été accordée aux hydrogels en tant que systèmes de délivrance de différents ingrédients actifs. La formulation réussie d'hydrogels en tant que systèmes de distribution efficaces nécessite une sélection appropriée et adéquate de polymères, des méthodes de préparation et des conditions pendant la préparation. Divers matériaux de polymérisation dont la cellulose, l'alginate, le chitosane, la gélatine et l'alcool polyvinylique sont utilisés pour leur bonne fonctionnalité et leur biodégradabilité [1].

Le terme « nano » est une très petite unité de mesure, il équivaut à un millionième de millimètre, ce qui signifie qu'il est impossible de la voir à l'œil nu ou avec des simples loupes, il est utilisé dans les mesures atomiques afin de déterminer la taille des particules de matière qu'elles contiennent[2]. Par conséquent, la nanotechnologie peut être définie comme la science qui étudie la possibilité de changer la matière à l'échelle atomique et moléculaire [3], il s'intéresse à l'élaboration des nouvelles techniques et procédés aux dimensions nanométriques (1 nm et 100 nm)[4]. La nanotechnologie s'intéresse d'une part, aux nouveaux phénomènes au niveau des nanomatériaux, qu'ils sont des matériaux naturels ou synthétisés formés accidentellement ou manufacturé [5], ils possédants des propriétés particulières par rapport aux matériaux massifs. [6]

Ces dernières années, les nanoparticules sont impliquées dans de nombreuses applications dans des domaines tels que les technologies de l'information et de la communication, l'ingénierie électrique, l'ingénierie industrielle, la médecine [7], et la photocatalyse [8]. La synthèse des nanoparticules est la véritable division dans le domaine des nanotechnologies et nanosciences pertinentes [9] et en raison de l'importance de leurs applications dans les progrès de la nanotechnologie, les scientifiques ont les synthétisées par plusieurs méthodes [10]. La synthèse des nanoparticules a attiré de plus en plus d'attention ces dernières années parce que les particules dont la taille de l'ordre de quelques nanomètres se comportent différemment que les particules les plus grosses [11].

Le principale objectif poursuivi dans ce travail est préparer, évaluer et caractériser des films d'hydrogel composé de chitosane et de PVA, enrichis en nanoparticules, dans le but d'optimiser leurs performances pour des applications biomédicales.

Ce travail est divisé en trois chapitres :

- Le premier chapitre est consacré à l'étude bibliographique comportant deux parties :

La première partie présente des généralités sur l'hydrogel, le chitosane, le PVA et leurs propriétés, leurs applications ... etc.

La deuxième partie présente une étude bibliographique qui s'intéresse à la description des nanoparticules d'argent, leurs propriétés, leurs méthodes de synthèse telle que physique, chimique ou biologique.

- Le deuxième chapitre est constitué de matériel et méthodes de synthèse des nanoparticules d'argent et les résultats
- Le troisième chapitre est constitué de matériel et méthodes de préparation des films d'hydrogel, l'analyse de cinétiques de gonflement et les résultats

### **Les références :**

- [1]. Wang.L; Ali.J; Zhang.C; Mailhot.G; Pan.G; Simultaneously enhanced photocatalytic and antibacterial activities of TiO<sub>2</sub>/Ag
- [2]. Rumais, N.A. Qu'est-ce que la nanotechnologie? 19 juin 2017; Available from: mawdoo3.com.
- [3]. Mansoori, G.A., Principles of nanotechnology: molecular-based study of condensed matter in small systems 2005: World Scientific.
- [4]. Virender K. Sharma \*, R.A.Y., Yekaterina Lin, Silver nanoparticles: Green synthesis and their antimicrobial activities. *Advances in Colloid and Interface Science*, 2009. 145: p. 83–96.
- [5]. Witschger, M.R.E.O., les nanomatériaux définition, risque toxicologique, caractérisation de l'exposition professionnelle et mesure de prévention, ed. InRS septembre 2012.
- [6]. Rafique, M., et al., A review on green synthesis of silver nanoparticles and their applications. *Artificial cells, nanomedicine, and biotechnology*, 2017. 45(7): p. 1272–1291.
- [7] S. Shanmugam., P. Heera., 2015. Nanoparticle Characterization and Application: An Overview. *International Journal Current Microbiology And Applied sciences*, 4(8), 379-386.
- [8] Beydoun, D., Amal, R., Low, G., & McEvoy, S., 1999. Role of nanoparticles in photocatalysis. *Journal of Nanoparticle Research*, 1(4), pp.439-458. [12] Ayesha Arshad., 2017. Bacterial Synthesis and Applications of Nanoparticles. *Nano Science & Nano Technology: an Indian Journal*, 11(2), p.119.
- [9] Partila, A.M. and El-Hadedy, D.E., 2020. Effect of green silver nanoparticles embedded in irradiated sodium alginate/poly acrylamide on removal of dye wastes. *Journal of Radiation Research and Applied Sciences*, 13(1), pp.586-593.
- [10] Sosa, Y.D., Rabelero, M., Treviño, M.E., Saade, H. and López, R.G., 2010. High-yield synthesis of silver nanoparticles by precipitation in a high-aqueous phase content reverse microemulsion. *Journal of Nanomaterials*, 2010, pp.1-6.

---

*Chapitre I :*  
*Etude bibliographique*

---

## I. Hydrogel :

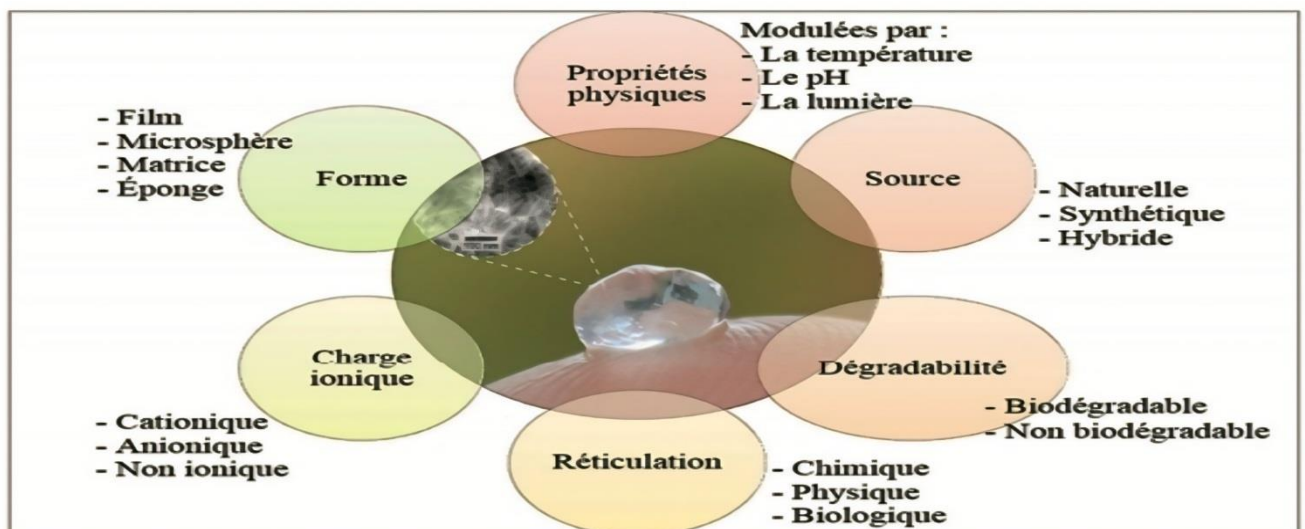
### I.1 Définition :

Les hydrogels sont des matrices polymériques tridimensionnelles et hydrophiles [1-2] capables d'absorber une grande quantité d'eau et de liquides biologiques. Les hydrogels peuvent être classés en deux catégories : physiques et chimiques. Les premiers, dont le réseau repose sur des liaisons faibles (hydrophobes, hydrogènes, ioniques), ne sont pas permanents car ces liaisons se forment et se déforment en fonction des conditions environnementales (pH, température, force ionique). Par contre les hydrogels chimiques sont dotés d'un réseau soutenu par des réticulations covalentes, ce qui confère à ces matériaux un caractère permanent [3-4].

### I.2 Les différentes classes des hydrogels :

On peut classifier les hydrogels dépendamment de l'origine du polymère utilisé : naturelle (chitosane, collagène, cellulose, héparine etc), synthétique (polyéthylène, acide poly méthacrylique, polyéthylène glycol, etc) ou hybride [5-6].

D'autres méthodes de classification des hydrogels sont présentées en **Figure 1**. Grâce à leur grande teneur en eau, leur porosité, leur souplesse et leur capacité à supporter la prolifération cellulaire, les hydrogels miment parfaitement les tissus vivants naturels et sont donc des biomatériaux très prometteurs, hormis leurs faibles propriétés mécaniques [6].



**Figure 1:** classification des hydrogels selon leur sources polymériques et leurs propriétés [7].

### I.3 Structure :

Les hydrogels sont des matériaux composites ayant une cellule, leurs mailles ont été tissées par nœuds de réticulation qui a lieu entre des liaisons covalentes ou d'autres liaisons chimiques d'hydrogène, ainsi que par des solidifications temporaires. La figure 2 de l'annexe montre la structure générale d'un hydrogel. À une échelle macroscopique, l'hydrogel est un matériau élastomère ayant une grande capacité de déformation (il se déforme, mais la déformation est réversible). À ce stade, on envisage ce corps comme une matrice solide poreuse gorgée d'eau. Ce 3D est marqué par fonctionnalité qui dit que les nœuds de réticulation ont une certaine quantité de chaînes de polyaires, qui est mesurée par le nombre moyen de chaînes qu'un nœud peut avoir, ainsi que par la masse moyenne des chaînes entre nœuds. [8]

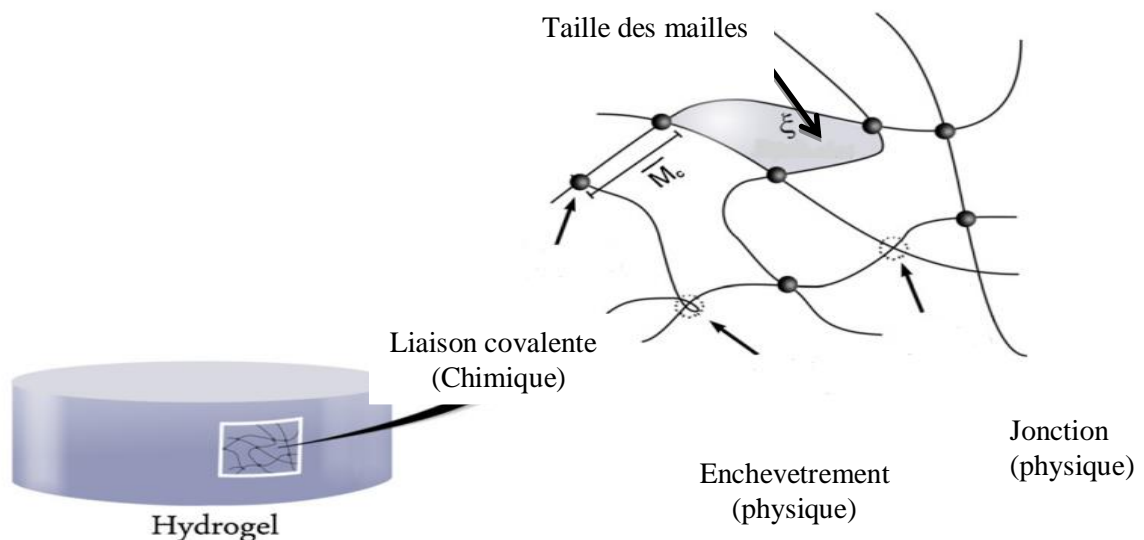


Figure 2: structure de l'hydrogel[9].

### I.4 Les propriétés :

Les hydrogels, en tant que biomatériaux, doivent posséder des propriétés physico-chimiques contrôlées, notamment des caractéristiques mécaniques, la compatibilité biologique et la perméabilité, cruciales pour des applications d'encapsulation et de libération [10].

**I.4.1 Propriété de gonflement :**

Les hydrogels possèdent une capacité de gonflement qui leur permet d'absorber et de retenir une grande quantité d'eau grâce à leur structure polymérique hydrophile et réticulée. Ce gonflement dépend de plusieurs facteurs, notamment le degré de réticulation, le pH, la force ionique et la température. Par exemple, certains hydrogels sensibles au pH ou à la température changent de volume en fonction des conditions du milieu. Cette propriété est exploitée en biomédecine, en agriculture et dans l'industrie. [11]

**I.4.2 Dégradabilité :**

Il est envisageable de réguler la vitesse de décomposition in vivo par des techniques physiques et/ou chimiques afin de changer la masse molaire ou la composition des polymères, ce qui permet de maîtriser la dégradation du gel. Par exemple, en exposant un alginate de grande masse molaire à des radiations, il devient possible de rompre sélectivement certains types de liaisons, ce qui entraîne la formation d'un gel à dégradation accélérée. L'application d'enzymes représente une méthode pour permettre la dégradation biologique des hydrogels[12].

**I.4.3 Mécanique :**

L'hydrogel doit résister aux contraintes corporelles tout en étant fragile. En ingénierie tissulaire, on vise à remplacer le tissu par un biomatériau présentant des caractéristiques mécaniques similaires. Les hydrogels, avec leur nature viscoélastique, compliquent la caractérisation de leurs propriétés mécaniques, notamment influencées par la déformation, le temps et la température. [13] La rigidité des gels peut varier en fonction de nombreux facteurs, tels que la concentration en polymère, la méthode de préparation, le taux de gonflement et les modalités et degrés de réticulation. [14]

**I.4.4 La porosité :**

La porosité des hydrogels est une propriété structurale qui évalue la masse entre nœuds. Elle dépend de divers facteurs, notamment le degré de réticulation, la structure chimique du polymère et des conditions environnementales comme le pH et la température. La compréhension de la porosité, de la taille et de la forme des pores est essentielle, car elle

influence des applications telles que le relargage de molécules actives, selon leurs dimensions relatives aux pores [15].

#### **I.4.5 La biocompatibilité :**

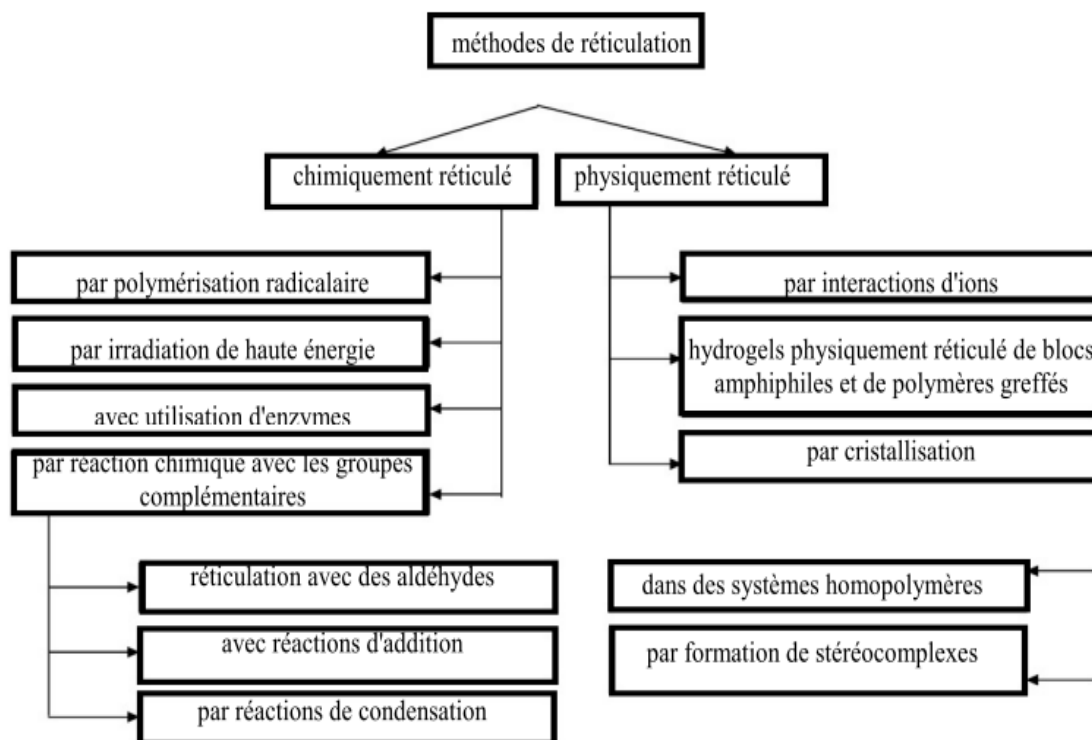
La biocompatibilité des hydrogels dépend de leur compatibilité avec le système immunitaire et de leurs produits de décomposition, qui doivent être non nocifs et éliminés efficacement. Les hydrogels, souvent considérés comme ayant une bonne biocompatibilité, affichent une faible énergie interfaciale et réduisent l'irritation tissulaire. Cependant, l'utilisation de réticulants dans les polymères naturels peut poser des problèmes similaires à ceux des polymères synthétiques. [16].

#### **I.4.6 Cinétique de gélification :**

La cinétique de gélification est cruciale pour estimer le temps nécessaire à la formation du gel dans les hydrogels injectables. Un temps de gélification trop long peut entraîner un relargage prématuré des cellules ou substances actives, connu sous le nom de « burst release ». Il est donc essentiel d'atteindre un temps minimal de gélification. Ce temps peut être mesuré par la méthode de l'inversion du tube, où l'on observe le moment où le gel ne s'écoule plus, ou par rhéologie, en analysant le croisement des modules  $G'$  et  $G''$ . [17].

#### **I.5 Synthèse des hydrogels :**

Les hydrogels peuvent être synthétisés par diverses méthodes choisies en fonction de la structure à concevoir et de l'application souhaitée. Ils peuvent être obtenus par des méthodes aussi bien chimiques que physiques.



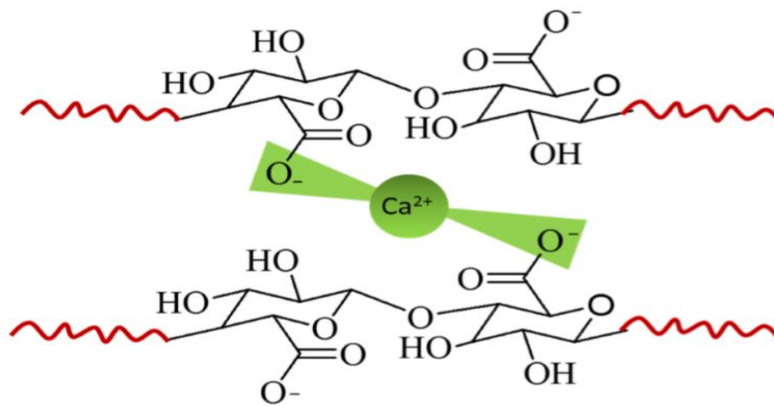
**Figure 3:** différentes méthodes de préparation des hydrogels

### I.5.1 Réticulation physique :

Les hydrogels physiques, dits « réversibles », sont formés par des interactions de faible énergie entre chaînes macromoléculaires, telles que des liaisons hydrogène et hydrophobes. Leur structure est modifiable par pH, température ou contraintes mécaniques, évitant l'usage de réticulants nocifs.

#### I.5.1.1 Par interactions ioniques :

Les hydrogels se forment à partir de polymères ioniques réticulés avec des espèces multivalentes chargées. Les pansements à base d'alginate utilisent du calcium à deux charges[18]. Des agents de réticulation tels que sulfates, citrates et phosphates sont employés pour créer des hydrogels biologiquement moins durables mais plus biocompatibles que les hydrogels covalents. La réticulation ionique peut se faire en plongeant dans une solution de réticulant ou en mélangeant les solutions. La capacité de gonflement dépend de l'ionisation, de la nature hydrophile, du degré de réticulation et du pH[19].



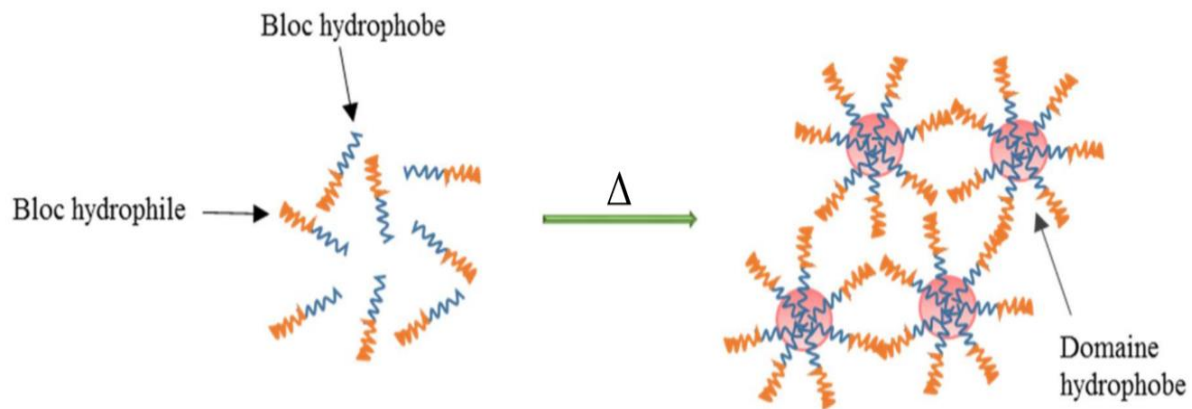
**Figure 4:** Réticulation ionique entre les chaînes de l'alginate[20]

### I.5.1.2 Par réticulation par interaction hydrogène :

La configuration tridimensionnelle des hydrogels résulte de liaisons covalentes, ioniques, microcristallines et d'interactions hydrogène. Ces dernières se forment entre des atomes comme l'azote, l'oxygène ou le fluor et peuvent impliquer des polymères tels que le poly (alcool vinylique) et la gélatine. La technique de congélation/décongélation permet de créer des hydrogels via ces interactions [21]. Parmi les facteurs influençant ces hydrogels figurent le rapport molaire de chaque polymère, ainsi que la concentration en polymère, le type de solvant, la température de la solution et la structure du polymère [22].

### I.5.1.3 Par interactions hydrophobes :

Dans un milieu aqueux, des polymères hydrophobes peuvent se réticuler par thermogélification réversible. En augmentant la température, les domaines hydrophobes s'associent pour minimiser leur contact avec l'eau, influencés par des facteurs comme la concentration et la structure chimique du polymère [22]. Lorsque la concentration ou la température critique est atteinte, des micelles se forment et se compactent à des niveaux supérieurs, favorisant des interactions physiques. Ces structures sont appliquées en ingénierie tissulaire du cartilage et en relâchement contrôlé de médicaments, offrant une meilleure stabilité à la rupture [23].



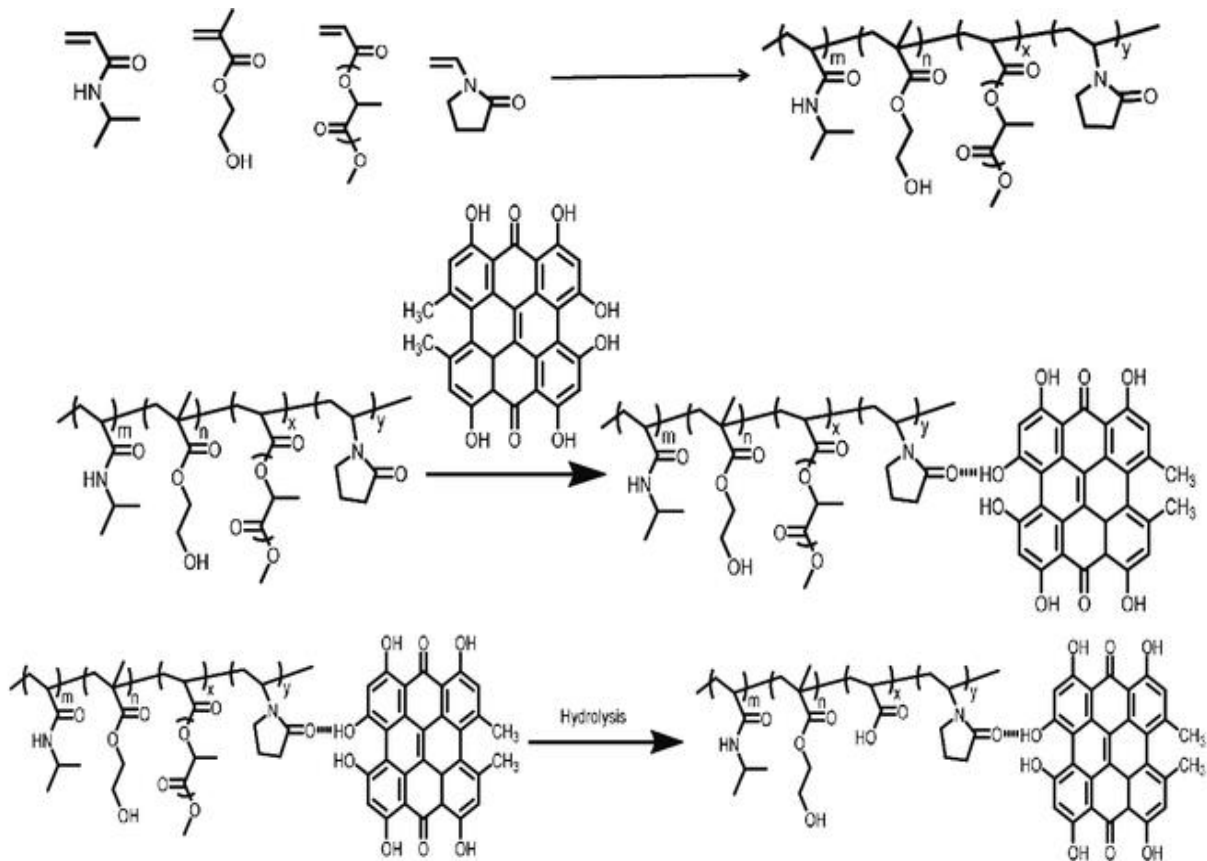
**Figure 5:** Mécanisme de gélification in situ par interactions hydrophobes

### I.5.2 Réticulation chimique :

La réticulation chimique engendre des hydrogels permanents, caractérisés par leur robustesse chimique et leurs propriétés mécaniques solides, adaptés à l'ingénierie tissulaire. Elle permet un réglage précis de la densité de réticulation, modifiant ainsi les propriétés des hydrogels. Les techniques de fabrication incluent la polymérisation, les réactions chimiques entre groupes réactifs et l'irradiation.

#### I.5.2.1 Par polymérisation radicalaires :

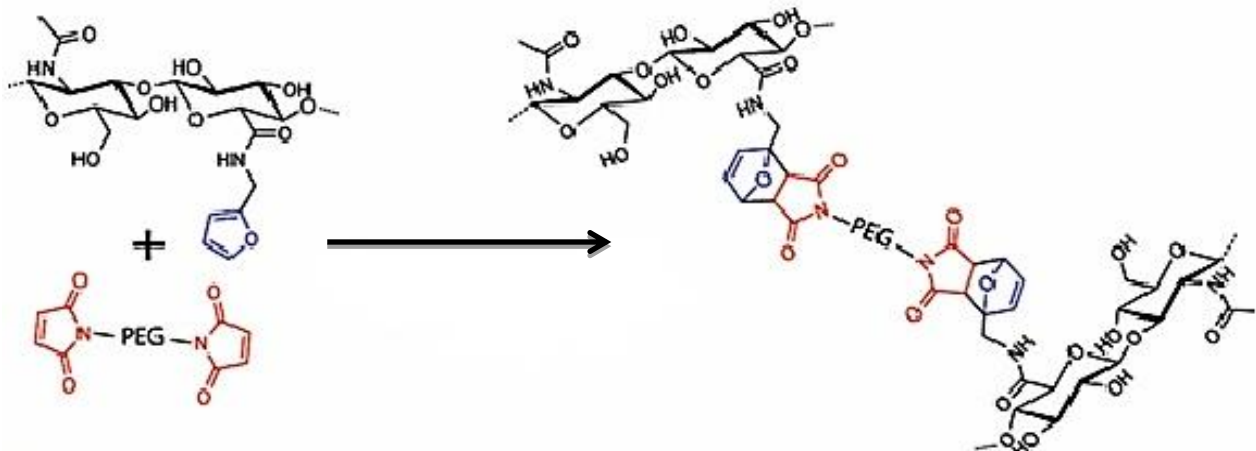
L'hydrogel covalent est principalement synthétisé à partir de monomères contenant des groupes vinyloxy et d'agents multifonctionnels de réticulation grâce au procédé de polymérisation radicalaire [24]. Il est possible de réaliser cette technique de confection d'hydrogels soit en liquide, volume [25]. Pour la production en grande échelle d'hydrogels, la polymérisation en solution est préférée et généralement, l'eau est le solvant privilégié. En conséquence, la polymérisation en masse s'effectue plus rapidement que la polymérisation en solution et permet d'éviter l'étape d'élimination du solvant.



**Figure 6:** Synthèse de l'hydrogel par polymérisation des radicaux libres, conjugaison de l'hydrogel avec de l'hypericine (HYP) et la dégradation de l'hydrogel conjugué à l' HYP[26]

### I.5.2.2 Par polycondensation :

La réticulation est souvent effectuée par réaction entre fonctions réactives antagonistes. Les fonctions rencontrées sont pour la plupart celles qui interviennent dans des réactions classiques de chimie organique et formant des liens covalents



**Figure 7:** Synthèse d'hydrogel d'acide hyaluronique par la réaction de « clic » de Diels-Alder, Nimmo et al. 14.[27]

## I.6 Les applications biomédicales des hydrogels :

Les hydrogels possèdent des formes qui sont physiquement stables et ont la capacité de retenir un solvant tout en facilitant la diffusion et l'absorption des solutés. Leur taille est généralement comprise entre le millimètre et le centimètre. Par conséquent, ils sont souvent utilisés dans les interventions chirurgicales [28] ou en contact avec le corps pour l'administration de médicament transépithéliale, ce qui inclut la peau, les muqueuses et l'épithélium intestinal [29]. Ils peuvent également être directement injectés dans les tissus pour une libération prolongée du médicament [30]

## II Chitosane

### II.1 Historique :

En 1811, le Pr. Henri Braconnot, Directeur du jardin biologique à Nancy (France) a isolé une substance fibreuse d'incertaine nature à partir d'un champignon. Une décennie plus tard, en 1823, la même substance a été trouvée dans certains insectes (coléoptère) et a été ensuite nommée chitine (provient du mot grec "kitos" qui signifie l'enveloppe).

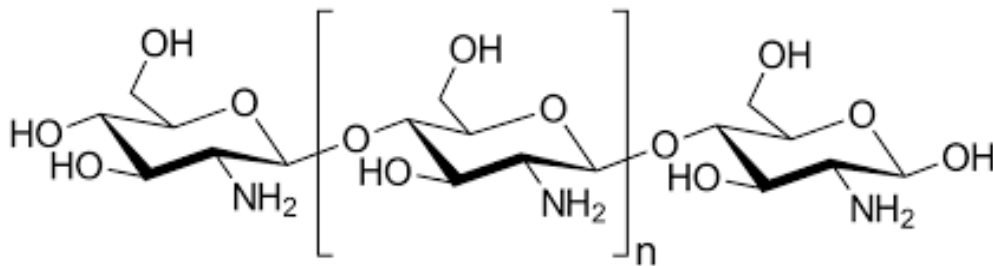
En 1859, le Pr. C. Rouget a soumis la chitine à un traitement alcalin et a observé les différentes solubilités de la chitine. La substance, résultat du traitement alcalin, a pu être dissoute dans les acides. C'est en 1894 que cette substance a été nommée chitosane par Hoppe-Seyler [31].

Entre 1930 et 1940, ces bios polymères (la chitine et le chitosane) ont suscité beaucoup d'intérêt dans le monde oriental, principalement pour l'application dans le domaine médical de la purification de l'eau. Et depuis 1970, la production industrielle et l'utilisation de ces deux bios polymères sont en constante augmentation puisque qu'ils se trouvent abondamment dans la nature et sont des ressources renouvelables. Actuellement, la production de la chitine et du chitosane à partir des carapaces de crabes et de crevettes, est économiquement rentable [32].

### II.2 Définition :

Le chitosane est un polysaccharide linéaire dérivé de la chitine par désacétylation, se trouvant naturellement dans l'exosquelette des crustacés, les cuticules des insectes et les parois

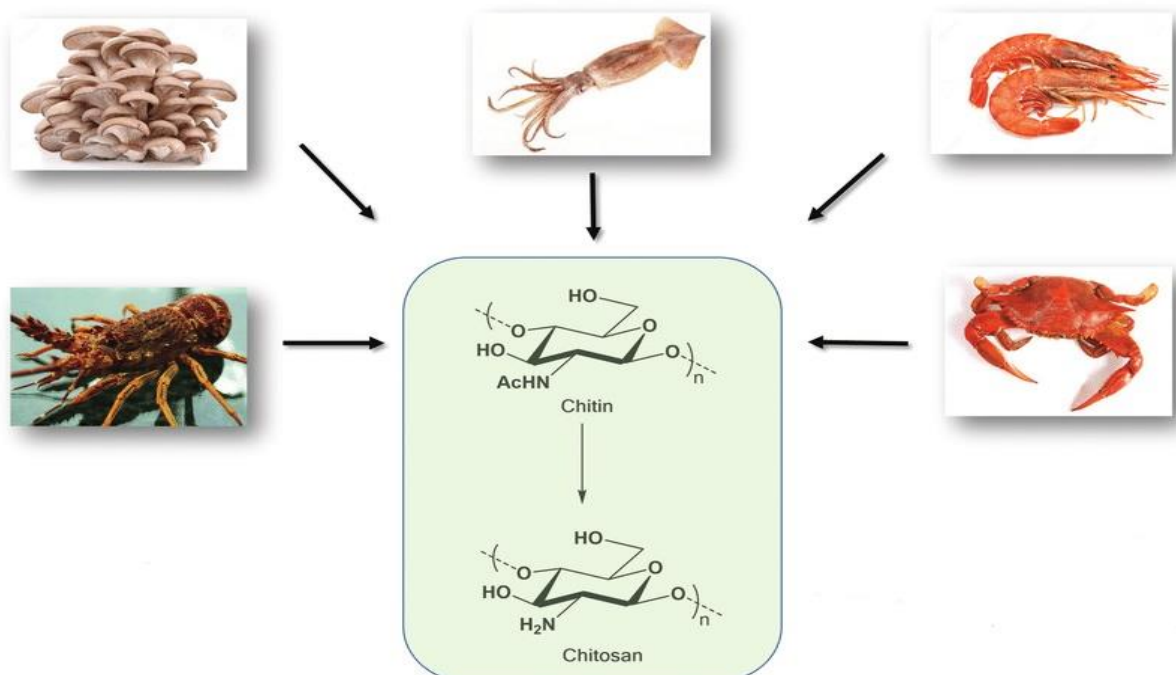
cellulaires de certaines espèces de champignons [33].



**Figure 8:** Structure chimique de chitosane

### II.3 La source de chitosane :

Les crevettes et les crabes sont couramment citées comme sources de chitosane, mais d'autres espèces telles que le homard, l'écrevisse et l'huître sont également utilisées. La teneur en chitine varie entre les espèces : les déchets de crustacés contiennent 20 à 30 % de chitine, tandis que certaines carapaces de homard peuvent atteindre 60 à 75 %. Des études montrent que les sous-produits de crustacés, avec au moins 20 % de chitine, sont prometteurs pour une production industrielle de chitosane. Par exemple, les écrevisses (*Procambarus clarkii*) contiennent 20 à 23 % de chitine, ce qui justifie leur utilisation économique. De plus, avec 40 à 50 % des crustacés destinés à la consommation humaine jetés et polluant nos océans, les sous-produits crustacés, comme le céphalothorax de homard, représentent une solution durable[34].



**Figure 9 :** Sources de chitine et de chitosane[35]

## II.4 Propriétés :

### II.4.1 Physico-chimiques de chitosane :

#### II.4.1.1 Le degré de désacétylation :

Le degré de désacétylation (DD) représente la proportion d'unités amine-D-glucosamine par rapport au nombre totale d'unités glycosidiques. Les facteurs qui influent sur ce paramètre structural: le prétraitement, la taille des particules et la densité de la chitine. Le DD peut être obtenu par titration volumétrique par des méthodes spectroscopiques comme: IR, UV, ou RMN. Le degré de désacétylation (DD) est l'une des propriétés les plus importantes du chitosane. Il influence les propriétés des chaînes macromoléculaires des polymères et leur comportement en solution comme la solubilité du chitosane, la flexibilité des chaînes macromoléculaires, la conformation du polymère et par conséquent la viscosité des solutions [36].

#### II.4.1.2 La cristallinité :

La cristallinité constitue un facteur essentiel car elle influence diverses propriétés telles que l'accessibilité des sites internes dans les chaînes macromoléculaires, les caractéristiques de gonflement dans l'eau et les propriétés de diffusion. La cristallinité est généralement établie par des analyses de diffraction des rayons X (RX). Le chitosane est habituellement considéré comme un matériau semi-cristallin. Il se cristallise dans un système orthorhombique et deux catégories de produits sont identifiées : le chitosane I (faible DD, sous forme de sel) est moins ordonné que le chitosane II (fort DD, sous forme amine libre) [37].

#### II.4.1.3 Masse moléculaire (MM) :

Masse moléculaire du chitosane dépend des conditions de désacétylation, ce (MM) peut varier aussi avec la source du matériel brut ainsi que de sa méthode de préparation, et peut être déterminé par des méthodes telles que la chromatographie et la viscosimétrie.

En général, les hautes températures, l'oxygène dissout, et les conditions drastiques influent la dégradation de chitosane induisant la diminution de son (MM) [38]. Les chitosanes obtenus industriellement ont une masse molaire (MM) de l'ordre de 100 500 kDa. La détermination de la MM peut se faire par des mesures viscosimétriques [39].

#### **II.4.1.4 Solubilité :**

En générale, la solubilité du chitosane est influencée par la valeur de DD, la force ionique, le pH, le type d'acide employé et la répartition des groupes acétyles le long de la chaîne macromoléculaire. Il se dissout dans les acides dilués en raison de la protonation de ses groupes amines. Plus le milieu est acide, plus les groupes amines sont protonés, ce qui favorise ainsi la solubilité du chitosane. Celui-ci est, en effet, insoluble dans l'eau ainsi que dans les solutions alcalines, qu'elles soient concentrées ou diluées. Il est également indissoluble dans les solvants purs et les acides concentrés, en raison de l'impossibilité d'hydrater le matériau. L'acide le plus couramment employé pour élaborer une solution de chitosane est l'acide acétique en dilution (0,1-1 %) [37].

#### **II.4.1.5 La viscosité :**

La viscosité est une caractéristique importante du chitosane concernant son comportement en solution. Cette caractéristique est liée à la viscosité dépend, non seulement du DD, mais aussi du pH car ces deux paramètres déterminent la densité de charge sur la chaîne de polymère. Plus le pH est bas, plus la viscosité est donc forte. La viscosité augmente également avec le DD. Comme pour les autres polysaccharides, la viscosité chute lorsque la température augmente [39].

#### **II.4.1.6 Flexibilité :**

La flexibilité varie avec le degré de désacétylation, ainsi le chitosane est un copolymère linéaire cationique, et flexible quand le DD est égal à 85%, les chaînes de chitosane sont flexibles en raison de la charge répulsive de ses molécules seulement pour des pH supérieurs à 3 [40].

#### **II.4.2 Propriétés biologiques :**

Le chitosane est biodégradable et compatible sur le plan biologique. Il n'affiche aucun compartiment antigénique, mais possède des propriétés antithrombogéniques et hémostatiques. Il présente des caractéristiques de guérison remarquables. En plus de ses effets inhibiteurs sur la croissance de divers parasites et infections, il possède des propriétés immunologiques antitumorales, antibactériennes et antifongiques[37].

## II.5 Les applications de chitosane :

Letableau 1 présente quelque application du chitosane dans différents domaines d'exploitations.

**Tableau 1:** Différentes application du chitosane

[41]

Domaine d'exploitation	Application
Potentiel biomédicale	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Sutures chirurgicales</li> <li>• Implants dentaires</li> <li>• Peaux artificielles</li> <li>• Reconstructions osseuses</li> </ul>
Agriculture	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Stimule la croissance des plantes</li> <li>• Enrobage (protection)</li> <li>• Libération de fertilisants et nutriments</li> </ul>
Traitement des eaux	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Polymère écologique</li> <li>• Pouvoir séquestrant (métaux lourds colorants etc.)</li> <li>• Diminution des odeurs</li> <li>• Bactéricides</li> </ul>
Alimentaire	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Agent de conservation</li> <li>• Stabilisateur</li> <li>• Antimicrobien</li> <li>• Enrobage protecteur (fruits)</li> </ul>
Cosmétique	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Crèmes</li> <li>• Traitement de l'acné</li> <li>• Produits hydratants</li> <li>• Formulation de dentifrices</li> <li>• Formulation de shampoings</li> </ul>
Biopharmaceutique	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Anti tumoraux</li> <li>• Anticoagulants</li> <li>• Bactériostatiques</li> </ul>

### III Alcool polyvinylique (PVA) :

#### III.1 Historique:

L'alcool polyvinylique a été identifié par les scientifiques du Consortium : un brevet allemand a été enregistré en 1924 (Herrman, Haehnel, 450.286). Pendant l'année 1930, le laboratoire de Saint-Fons, poursuivant ses recherches sur les dérivés vinyliques, teste certaines hydrolyses de l'acétate de vinyle monomère avec de l'acide sulfurique. On obtient de manière quantitative un précipité jugé comme de l'alcool polyvinylique auquel on donne la formule  $(\text{CH}_2=\text{CHOH})_3$ . Les essais, peu nombreux, n'ont pas de suite. Un peu plus tard, au début de 1933, lors des discussions entre Rhône-Poulenc et Wacker, le Président de la société allemande informe son homologue français que son entreprise est en train de développer la production d'alcool polyvinylique par saponification. "Cet alcool polyvinylique se présente sous forme de poudre qui ne peut pas être infusée à la pression normale, mais qui devient fusible sous pression; il est moulable, mais il présente l'inconvénient d'être soluble dans l'eau." On peut observer parmi ses applications les sutures chirurgicales bios résorbables, en substitution des fils de boyau de chat (catgut) [42].

#### III.2 Définition :

Le PVA est un polymère biodégradable et biocompatible, utilisé pour réparer les défauts du cartilage grâce à sa capacité à retenir l'eau et ses caractéristiques hydrophiles, élastiques et de compression. Tadavarthy et coll. ont démontré la compatibilité biologique d'un implant en PVA associé à un matériau embolique Ivalon. Les gels de PVA contiennent de 80 à 90 % d'eau et peuvent être administrés par voie intramusculaire ou sous-cutanée pour la régénération cartilagineuse. Des recherches ont confirmé l'utilisation du PVA pour la restauration du cartilage articulaire. Les hydrogels de PVA peuvent être conçus avec différentes concentrations et cycles pour obtenir des propriétés mécaniques adéquates [43].

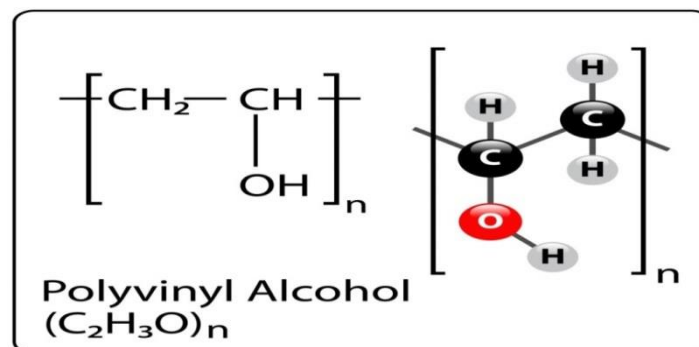


Figure 10: Structure de PVA

### III.3 Les applications de PVA :

#### III.3.1 Biomédicales et pharmaceutiques :

Les produits dérivés de PVA sont largement utilisés dans les secteurs biomédicaux et pharmaceutiques[44]. Les hydrogels de PVA se distinguent par leurs propriétés non toxiques, non cancérigènes et bioadhésives, ainsi que leur maniabilité. Avec une structure chimique basique, ils peuvent être modifiés par des réactions chimiques. Ces gels présentent un important gonflement dans l'eau et une texture élastique, leur permettant de reproduire des tissus naturels tout en étant biocompatibles. Le PVA est utilisé dans diverses applications, telles que la fabrication de lentilles de contact, d'implants, de peau synthétique, de médicaments à libération contrôlée, et dans la culture cellulaire, ainsi que pour des dispositifs médicaux comme les cathéters et les membranes d'hémodialyse.

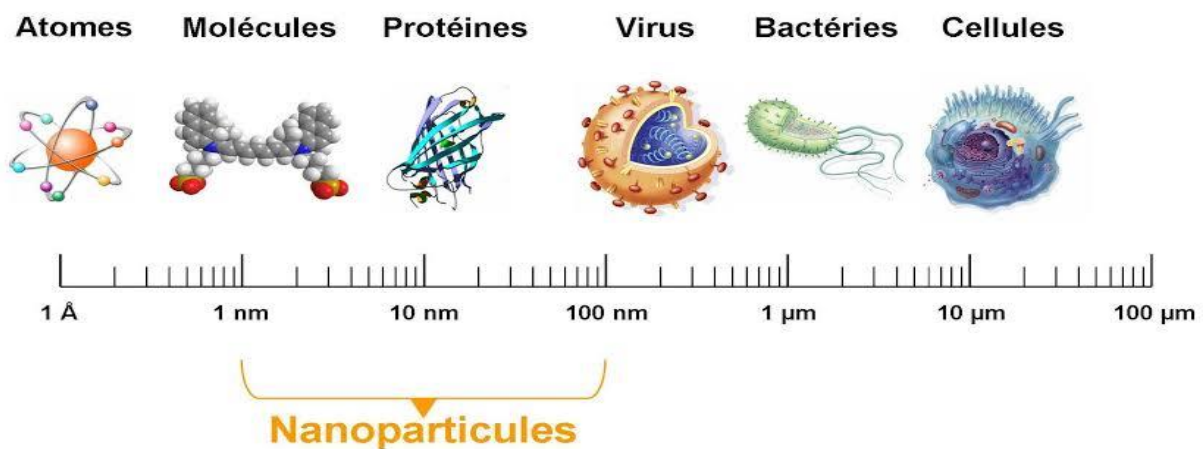
#### III.3.2 Electrique:

Les films polarisants sont cruciaux pour transformer la lumière incidente en lumière polarisante dans les écrans LCD. Actuellement, la plupart sont des films PVA enrichis en iode, présentés unidimensionnellement, avec des propriétés dichroïques. Bien que le PVA offre une bonne stabilité chimique et soit adapté à la vente, il subit une dégradation de la polarisabilité à haute température et humidité due à la sublimation de l'iode. Pour surmonter ces limites, Choi et al. ont mis au point un film polarisant avec des colorants réactifs dichroïques synthétiques, ce qui a amélioré la durabilité. Les colorants utilisés incluent le rouge Congo, le noir direct 22 et le noir direct 4. À l'exception du noir direct 22, les films ont montré une polarisabilité comparable aux films PVA à l'iode, avec une stabilité de polarisation supérieure dans des conditions éprouvées [45].

## IV Les nanoparticules :

### IV.1 Définition :

Les nanoparticules (NPs) sont formées de centaines à milliers d'atomes, mesurant de 1 à 100 nanomètres, avec des propriétés physiques et chimiques distinctes des matériaux classiques. Elles ont un large éventail d'applications en recherche médicale, se divisant en NPs organiques (micelles, polymères, nanotubes de carbone, fullerènes) et inorganiques (quantum dots, NPs d'oxyde de fer, sondes Raman). Leur flexibilité permet de les utiliser comme vecteurs de médicaments, sondes d'imagerie ou en théranostique[46].



**Figure 11:** Gamme de taille des nanoparticules comparées à celles des principales structures chimique et biologique[47]

### IV.2 Les types de nanoparticules :

La composition du cœur des nanoparticules est très variée : il peut s'agir d'assemblages organiques ou inorganiques[47].

#### IV.2.1 Nanoparticule organique :

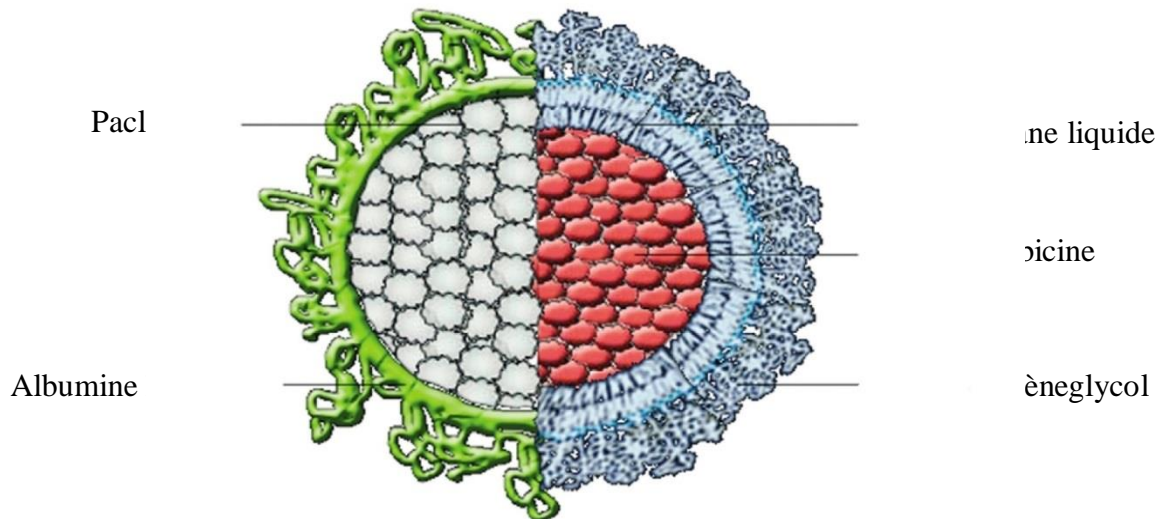
##### IV.2.1.1 Système micellaire/ lipidique :

Dernièrement, les micelles polymériques de dimensions variant entre 10 et 200 nm ont suscité l'intérêt comme moyens de transport pour la délivrance de médicaments. Les micelles polymériques se forment par auto-organisation de copolymères composés de deux ou plusieurs chaînes polymériques ayant divers niveaux de solubilité dans l'eau. Ces copolymères s'organisent de manière autonome pour créer une structure micellaire dans une solution

aqueuse afin de réduire l'énergie libre du système. Plus exactement, en cas de contact direct avec de l'eau, la zone centrale hydrophobe réduit l'exposition à l'environnement aqueux, tandis que la zone hydrophile crée la coque extérieure qui stabilise le centre de la micelle [48].

Les liposomes se caractérisent par une bicouche lipidique qui enveloppe un espace central hydrophile, les différenciant des micelles,

Les liposomes et les micelles sont des nanoparticules lipidiques qui permettent le transport de substances à la fois hydrophiles et hydrophobes.



**Figure 12:** Structure de base des nanoparticules [49]

#### IV.2.1.2 Nanoparticules à base des polymères :

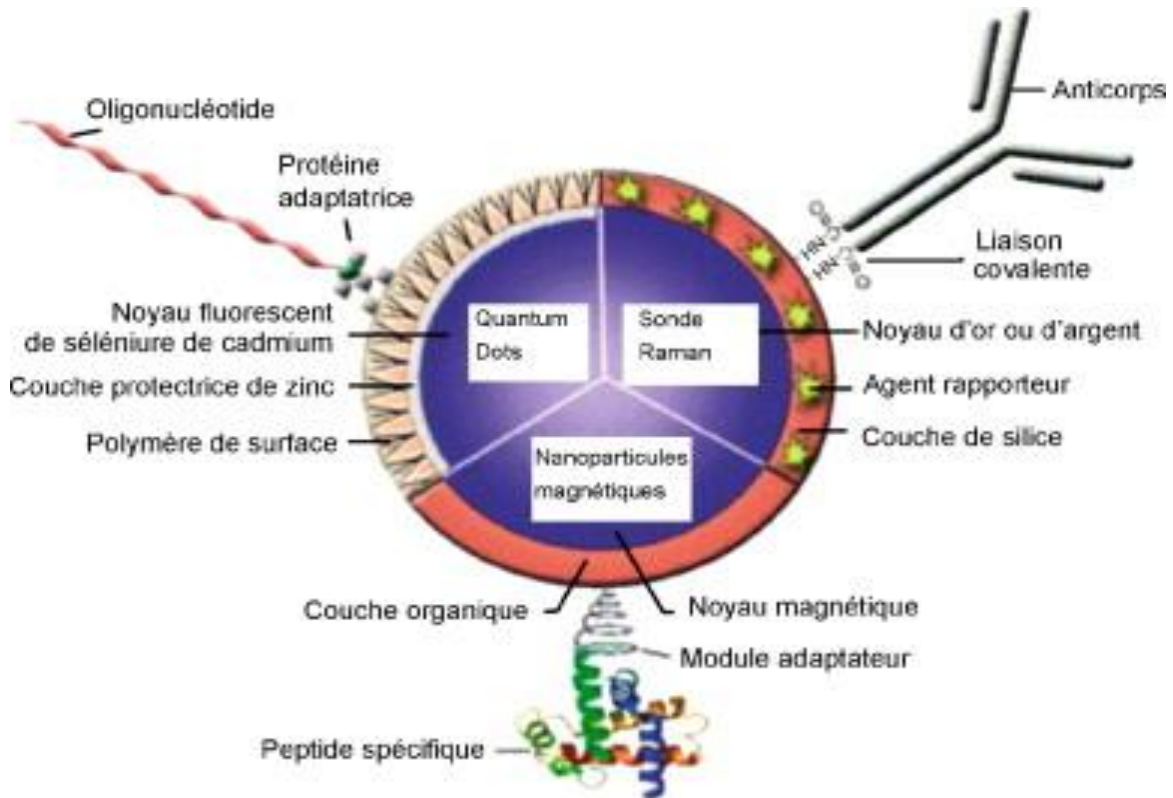
Le fondement reste identique à celui des NPs lipidiques. L'assemblage en nanosphères de polymères naturels (comme l'albumine, l'héparine) ou synthétiques (poly-L-lactide, PEG) facilite le transport de substances. Ces sphères peuvent être enveloppées de molécules ligands garantissant un ciblage spécifique au niveau des tissus visés. Ces agencements permettent de réguler dans le temps et dans l'espace la diffusion du principe actif [46].

#### IV.2.1.3 Les nanoparticules de carbone :

Il y a deux formes de nanotube de carbone sont les formes traditionnelles : le graphite, le diamant, de nouvelles formes du carbone ont été récemment découvertes, tels que les fullerènes, les nanotubes multifeuillets, les nanotubes monofeuillets [50].

#### IV.2.2 Nanoparticule inorganique :

Outre les nanoparticules organiques, des nanoparticules inorganiques ont également été développées. Les plus courantes sont les nanoparticules métalliques d'or ou d'argent, les nanoparticules magnétiques, les nanoparticules en silice et les nanocristaux semi-conducteurs[47].



**Figure 13:** Structure de base des nanoparticules inorganiques [46]

IV.3 Méthodes de synthèse des nanoparticules :

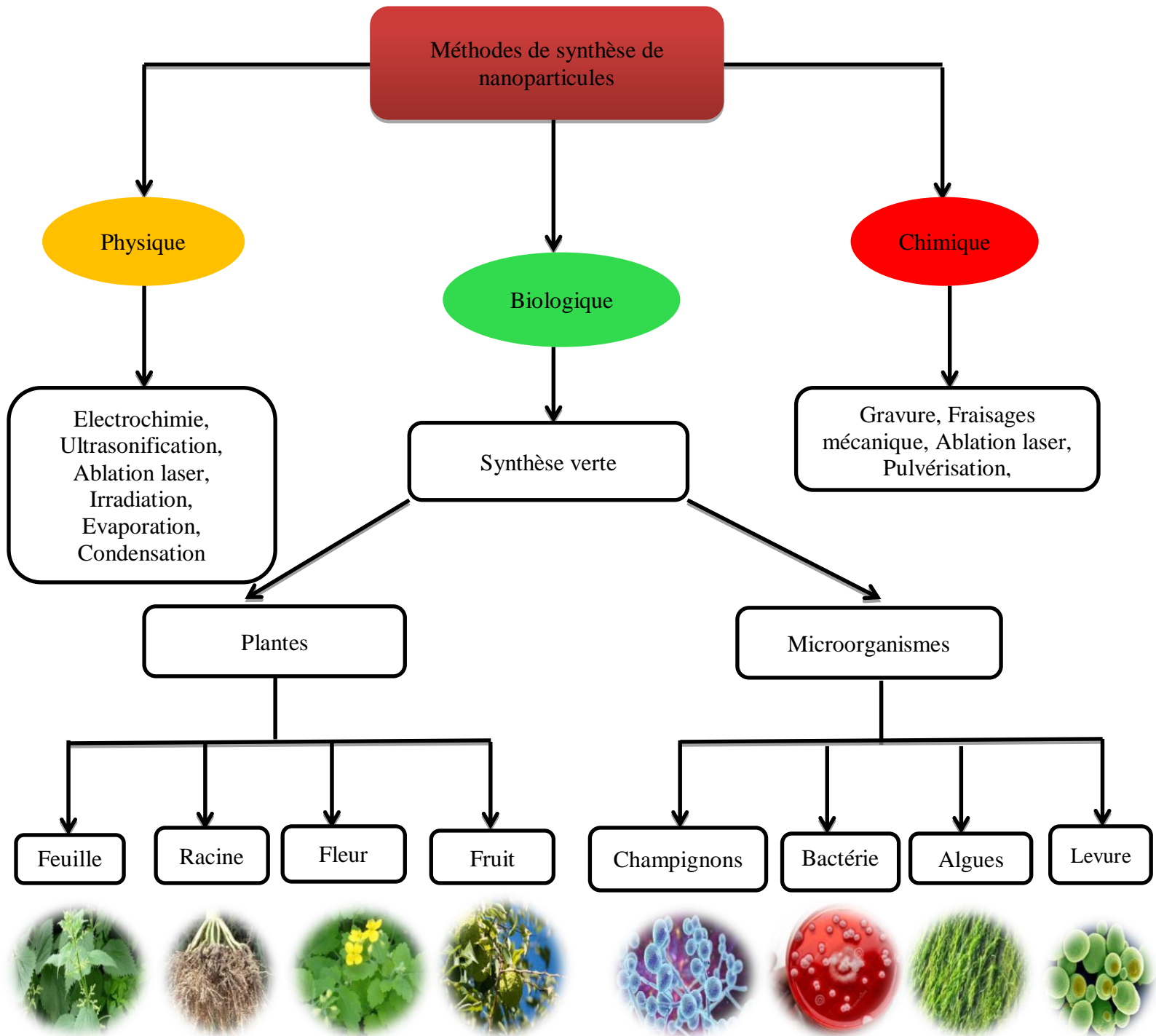


Figure 14: Différentes méthodes de synthèse des nanoparticules [51]

### IV.3.1 Méthodes chimiques :

Les nanoparticules sont produites par nucléation et croissance à partir de précurseurs atomiques ou moléculaires dans des phases liquides ou gazeuses, à travers des méthodes chimiques comme la microémulsion, les procédés hydrothermaux et la précipitation. Le contrôle des paramètres de réaction, tels que la température et la concentration des réactifs, permet d'ajuster la taille, la forme et la composition des nanoparticules, offrant des structures homogènes et évolutives pour une fabrication rapide et économique [52].

### IV.3.2 Méthodes physiques :

Diverses méthodes physiques sont employées pour synthétiser des nanoparticules. Parmi ces méthodes l'ablation laser, broyeur à billes, la pyrolyse, les techniques lithographiques, le dépôt physique de vapeur, le dépôt par pulvérisation, le dépôt d'arc électrique, l'implantation d'ions, la méthode laser à impulsions, le dépôt chimique en phase vapeur, méthode sonochimique, méthode radiolytique, etc[52].

### IV.3.3 Méthodes biologiques :

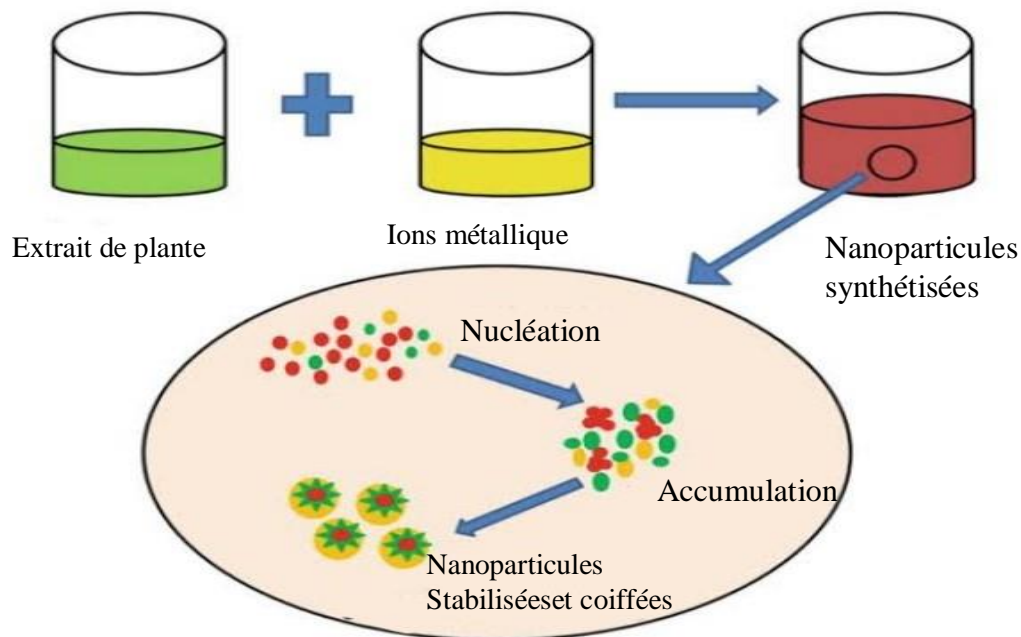
La technique biologique permet de produire des nanoparticules colloïdales avec une excellente dispersion. Elle est développée pour ses bénéfices distincts tels que l'utilisation de matières renouvelables, l'absence d'additifs chimiques ou de sous-produits chimiques et elle est à la fois écologique et pas chère[53]. Il était donc essentiel d'utiliser à des procédés biologiques pour la fabrication de nanoparticules d'argent à l'aide des microorganismes, des enzymes, des plantes...

#### IV.3.3.1 Plante :

L'objectif de la biosynthèse des nanoparticules est lié à l'onéreux processus physique et chimique. Pour diminuer les coûts, des chercheurs ont exploité des extraits végétaux et des micro-organismes pour la création de nanoparticules. Les méthodes écologiques incitent les scientifiques à minimiser le recours aux substances toxiques et à réduire les déchets lors de l'exécution des opérations en milieu aqueux[54]. La synthèse verte représente une approche novatrice pour combattre la pollution en entraînant les problèmes environnementaux.

L'utilisation des plantes dans la synthèse des NPs a attiré plus d'intérêt des travailleurs car elle fournit un processus de biosynthèse en une seule étape de biosynthèse et possède un large spectre de métabolites qui peuvent aider dans le processus de la réduction[55-56]. Les plantes présentent une alternative privilégiée pour la production des NPs, étant donné que

les procédures utilisant des sources végétales ne contiennent pas de substances toxiques ; de plus, les agents de coiffage naturels sont obtenus à partir des plantes.



**Figure 15:** Synthèse de nanoparticules à partir d'extraits de plante[51]

#### IV.4 Les nanoparticules d'argents :

Les nanoparticules d'argent, appartiennent aux nanomatériaux et possèdent une taille comprise entre 1 et 100 nm Les nanoparticules d'argent (AgNPs) sont l'un des plus nanomatériaux essentiels et les plus fascinants. Elles sont formées d'un cœur en argent métallique ( $\text{Ag}^0$ ) entouré d'un revêtement organique ou inorganique. Ce revêtement qui relié au cœur par covalence, servant parfois directement de réducteur dans la synthèse des nanoparticules (ex. : citrate), a pour but de limiter leur agrégation par la création de forces répulsives entre les particules [57].

#### IV.5 Propriétés des nanoparticules :

##### IV.5.1 Propriétés physiques et chimiques :

Parmi les nanoparticules des métaux nobles, les AgNPs ont reçu une attention considérable en raison de leurs propriétés physicochimiques attrayantes [58].Certain propriétés physicochimiques des AgNPs notamment la taille (surface), forme la charge et le revêtement de surface, l'agglomération et la vitesse de dissolution, son particulièrement importantes pour déterminer leur interactions et leur impacts biologiques. Les plus petites particules sont une plus grande surface et donc un potentiel toxique plus grand. Une petite

concentration d'argent est sans danger pour les cellules humaines, mais mortelle pour les microorganismes [59].

#### IV.5.2 Propriétés optiques :

Les nanoparticules d'argent possèdent des propriétés optiques uniques dues à leur interaction avec la lumière, provoquant l'oscillation cohérente de leurs électrons libres (LSPR). Cela entraîne soit une forte diffusion visible de la lumière, soit une conversion d'énergie photonique en chaleur. Ces mécanismes sont exploités dans le biomédical pour le diagnostic, l'imagerie et la thérapie, et leurs effets dépendent de divers facteurs tels que la taille et la forme. [60].

#### IV.5.3 Propriétés thermiques :

Une propriété remarquable des NPs métalliques est leur faible température de fusion due à l'effet de taille thermodynamique[61].

#### IV.5.4 Propriétés catalytiques :

Les AgNPs ont été utilisées comme agents catalytiques efficaces pour la réduction de divers colorants tels que le bleu de méthylène, le jaune-12, le 4-nitrophénol, le rose Bengale, l'éosine et le méthyl-orange [61].

#### IV.6 Les applications de nanoparticules d'argent :

Les nanoparticules d'argent sont largement utilisées pour leurs propriétés antibactériennes, notamment en médecine, dans les textiles et les emballages alimentaires. Elles trouvent aussi des applications en électronique et dans le traitement des eaux grâce à leur conductivité et leur réactivité chimique.

**Tableau 2:** Les applications des nanoparticules d'argent dans des différents secteurs [62]

Domaine	Applications des AgNPs
Applications biomédicales	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Réalisation antibactérienne</li> <li>• Réalisation antifongique</li> <li>• Réalisation antivirale</li> <li>• Réalisation anti inflammatoire</li> <li>• Activité anti angiogénique</li> <li>• Exploit anticancéreux</li> </ul>
Applications textiles	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Textile bloquant les rayons UV</li> <li>• Textiles et dispositifs médicaux</li> </ul>
Applications pharmacologiques	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Activité antimicrobienne</li> </ul>

	<ul style="list-style-type: none"><li>• Activité larvicide</li><li>• Propriété de cicatrisation des plaies</li></ul>
Applications optiques	<ul style="list-style-type: none"><li>• Les cellules solaires</li><li>• L'imagerie médicale</li><li>• Les limiteurs optiques</li><li>• Les dispositifs plasmoniques</li></ul>
Applications conductrices	<ul style="list-style-type: none"><li>• Les écrans LCD</li><li>• LED haute intensité</li><li>• Ecrans tactiles</li></ul>
Industries alimentaires	<ul style="list-style-type: none"><li>• Nanotechnologie et emballage alimentaire</li><li>• Transformation alimentaire</li></ul>
Traitement environnemental	<ul style="list-style-type: none"><li>• Désinfection de l'air</li><li>• Désinfection de l'eau<ul style="list-style-type: none"><li>✓ Désinfection de l'eau potable</li><li>✓ Désinfection des eaux souterraines et des eaux usées biologiques</li></ul></li></ul>
Catalyse	<ul style="list-style-type: none"><li>• Catalyseur de pile à combustible</li><li>• Catalyseur d'additif pour carburant</li><li>• Production d'hydrogène</li></ul>

**Références bibliographiques :**

- [1] C. Branca, S. Magazù, G. Maisano, L. Auditore, R.C. Barnà, D. De Pasquale, U. Emanuele, A. Trifirò, M. Trimarchi, Synthesis of polyethyleneoxide hydrogels by electron radiation, *Journal of Applied Polymer Science*, 102, 820-824 (2006).
- [2] Y. Ogushi, S. Sakai, K. Kawakami, Synthesis of enzymatically-gellable carboxymethylcellulose for biomedical applications, *Journal Of Bioscience And Bioengineering*, 104(1), 30-33 (2007).
- [3] Hoffman, A. S. (2012). Hydrogels for biomedical applications. *Adv Drug Deliv Rev*, 64, 1823
- [4] Ullah, F., Othman, M. B. H., Javed, F., Ahmad, Z., & Akil, H. M. (2015). Classification, processing and application of hydrogels: A review. *Materials Science and Engineering: C*, 57, 414-433.
- [5] Ahmed, E. M. (2015). Hydrogel: Preparation, characterization, and applications: A review. *J Adv Res*, 6(2), 105-121. doi: 10.1016/j.jare.2013.07.006.
- [6] Caló, E., & Khutoryanskiy, V. V. (2015). Biomedical applications of hydrogels: A review of patents and commercial products. *European Polymer Journal*, 65, 252-267.
- [7] Ève HUI., Caractérisation et optimisation d'hydrogels de chitosane bioactifs et injectables pour applications biomédicales, ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE UNIVERSITÉ DU QUÉBEC MONTRÉAL, (2017).
- [8] ABID.S, « Elaboration et caractérisation de réseaux thermosensibles et d'hydrogels biosourcés via la réaction de DIELS-ALDER », pour obtenir le grade de docteur de l'université de SFAX et de l'université Jean Monnet Saint-Etienne, université de sfax; le 13 juillet 2018.
- [9] D. Buenger, F. Topuz, J. Groll. « Hydrogels in sensing applications » *Polym. Sci.* 2012, 37, 1678-1719.
- [10] Hoare, T.; Cranston, E. D., « Propriétés des hydrogels », de France, 29, 4609-4631; 2017.
- [11] Peppas, N. A., Hilt, J. Z., Khademhosseini, A., & Langer, R. (2000). "Hydrogels in Biology and Medicine: From Molecular Principles to Bionanotechnology." *Advanced Materials*, 12(23), 1145-1162.
- [12] Augst, A. D., Kong, H. J., and Mooney, D. J. (2006). Alginate hydrogels as biomaterials. *Macromolecular Bioscience*, 6(8) :623–633.
- [13] Sivashanmugam, A., Arun Kumar, R., Vishnu Priya, M., Nair, S. V., & Jayakumar, R. (2015). An overview of injectable polymeric hydrogels for tissue engineering. *European Polymer Journal*, 72, p 543-565.
- [14] Ebara, M., Kotsuchibashi, Y., Uto, K., Aoyagi, T., Kim, Y.-J., Narain, R., . . Hoffman, J. M. (2014). *Smart Hydrogels*. 9-65.
- [15] Sirine Mhiri. « Elaboration et caractérisation d'hydrogels à base de monomères biosourcés par la réaction de Diels-Alder. Polymères ». thèse de doctorat, Université de Lyon; Université de Sfax. Faculté des sciences, 2018.

- [16] Smetana.K, « Biomaterials », 14, p 1046-1050; 1993.
- [17] Lucile Barbier. Hydrogels injectables thermostimulables : relations structure/propriétés. Autre. Sorbonne Université, 2022.
- [18] Gupta. A; Kowalczyk.M; Heaselgrave.W; Britland. S; T, “The production and application of hydrogels for WoundManagement: A Review”. EuropeanPolymer Journal; 2018.
- [19] Ibezim E.C; Andrade C.T; Marcia C; Barretto B; Odimegwu D.C, “IonicallyCrosslinked Chitosan/TripolyphosphateMicroparticles for the Controlled Delivery of Pyrimethamine, an Antiprotozoal”, Journal of Medicine and Biomedical Sciences; 2011.
- [20] P. Gacesa. Carbohydr. Polym. 1988, 8, 161-182.
- [21] Rosa. R; Slaughter.V; Khurshid.S; Fisher.Z ; Khademhosseini. A,” Hydrogels in Regenerative Medicine”, Adv. Mater; 2009.
- [22] Shailesh Kumar. S; Archana.D and Divya. J, « Hydrogen: Preparation, Characterization and Applications », ThePharma Innovation Journal; 2017.
- [23] Tuncaboylu.C; Sari. M; Oppermann.W et Okay. O, “Tough and self-healing hydrogels formed via hydrophobic interactions”, Macromolecules; 2011.
- [24] Odian G. 4th ed. Hoboken, NJ: John Wiley & Sons, Inc. 2004.
- [25] K. Saini. PharmaTutor. 2016, vol 5, p 27-36.
- [26] Thermosensitive, Fast Gelling, Photoluminescent, Highly Flexible, and Degradable Hydrogels for Stem Cell Delivery - Scientific Figure on ResearchGate. Available from: [https://www.researchgate.net/figure/Scheme-1-Synthesis-of-hydrogel-by-free-radical-polymerization-conjugation-of-hydrogel\\_fig1\\_328534884](https://www.researchgate.net/figure/Scheme-1-Synthesis-of-hydrogel-by-free-radical-polymerization-conjugation-of-hydrogel_fig1_328534884)
- [27] C. M. Nimmo, S. C. Owen, M. S. Shoichet. Biomacromolecules. 2011, 12, p 824-830.
- [28] P. C. Bessa, M. Casal, et R. L. Reis, « Bone morphogenetic proteins in tissue engineering: the road from laboratory to clinic, part II (BMP delivery) », Journal of Tissue Engineering and Regenerative Medicine, vol. 2, no 2-3, p. 81-96, mars 2008, doi: 10.1002/term.74
- [29] F. U. Momoh, J. S. Boateng, S. C. W. Richardson, B. Z. Chowdhry, et J. C. Mitchell, « Development and functional characterization of alginate dressing as potential protein delivery system for wound healing », International Journal of Biological Macromolecules, vol. 81, p. 137-150, nov. 2015, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2015.07.037.
- [30] J. P. Pequignot, L. D’asnieres de Veigy, et Y. Allieu, « Traitement de l’arthrose S.T.T. par un Implant en pyrocarbone. Premiers résultats », Chirurgie de la Main, vol. 24, no 3-4, p. 148-152, juin 2005, doi: 10.1016/j.main.2005.04.010.

- [31] Winterowd JG, sandford PA., Ed Marcel Dekker 13(1999), P:441..
- [32] Prajapati, s.k.; Richhaiya, r.; Singh, v.k.; Singh, a.k.; kumar, s.; chaudhary, r.k. formulation and evaluation of once daily sustained release matrix tablet of aceclofenac using natural gums. *J. Drug Del. Therapeutics.* (2012), P:16-25
- [33] A. Sharkawy, M. Filomena Barreiro, A. E. Rodrigues «Chitosan-based Pickering emulsions and their applications» *Carbohydrate Polymers* 250 (2020) 116885 doi:https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.116885
- [34] S. Kou, L. Peters and M. Mucalo, Chitosan: A review of sources and preparation methods, *International Journal of Biological Macromolecules* (2018)
- [35] Jardin et Sayed. « Valorisation de la biomasse chitineuse pour des applications antimicrobiennes » (2017)
- [36] Geol, H; Kaur, G; Rana, V.; Tiwari, A. k. Formulation development of stronger and quick disintegrating tablets; a crucial effect of chitin. *yakugakuzasshi*, (2010) 130, 729735.
- [37] Yahiaoui Y, Idir F, Senhadji O. Elaboration de billes à base de chitosane pour l'élimination du naphtalène se trouvant en solution aqueuse diluée: Université Abderrahmane Mira; 2017.
- [38] Taouint Aissa, N., Préparation de chitosanes à partir de la biomasse marine. Application au conditionnement des boues urbaines, Mémoire de Magister, Université mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, (2016).
- [39] Chennit M, Djidjelli H. Elaboration d'un composite à base de chitosane, le poly acide lactique et cloisite 30b par voie fondue: Université de bejaia; 2015.
- [40] Aljawish, A., fonctionnalisation enzymatique de chitosane par des composés phénoliques: Evaluation des propriétés biologiques et physico-chimiques de ces nouveaux biopolymères Thèse de Doctorat, Université de Lorraine, (2013).
- [41] FERHAT M., Co-adsorption des métaux lourds sur la bentonite modifiée en présence de flocculant minéral et biologique, mémoire de magister de l'université de Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, 2012.
- [42] Contribution à l'histoire industrielle des polymères en France par Jean-Marie Michel
- [43] H.E. Jazayeri et al. "A current overview of materials and strategies for potential use in maxillofacial tissue regeneration" *Materials Science and Engineering C* 70 p913–929 (2017).
- [44] Tanigami T, Yano K, Yamaura K, Matsuzawa S (1995) *Polymer* 36 :2941
- [45] K. Halake, et al., *J. Ind. Eng. Chem.* «Recent application developments of water-soluble synthetic polymers » (2014).

- [46] G. Chuto a, P. Chaumet-Riffaud b, et le Groupe Oncologie de la Société française de médecine nucléaire et imagerie moléculaire (SFMN) "Les nanoparticules" *Médecine Nucléaire* Vol 34, n° 6 , p 370 376(juin 2010).
- [47] Goutayer.M. "Nano-émulsions pour la vectorisation d'agents thérapeutiques ou diagnostiques ; étude de la biodistribution par imagerie de fluorescence in vivo". Thèse de doctorat de l'université pierre et marie curie (2008).
- [48] Jordanovska, Svetlana. Les nanoparticules dans l'industrie pharmaceutique: comparaison des méthodes de fabrication. s.l: Sciences pharmaceutiques, HAL, p. 23(2015).
- [49] Yezhelyev MV., Gao X., Xing Y., Al-Hajj A., Nie S., O'ReganRM., Emerging use of nanoparticles in diagnosis and treatment of breast cancer. *Lancet Oncol*; 7:657–67 ( 2006).
- [50] Rernard C. Propriétés mécaniques des nanotubes de carbone en tant que nanosondes et leur fonctionnalisation par bio-nanoparticules Thè Doc. N : 3455 (2007).
- [51] Ahmad, F. Plant-Mediated Nanoparticle Synthesis. Encyclopedia.
- [52] MAHBOUB.S "Biosynthèse et application des nanoparticules (Ag, CuO et ZnO) à partir des plantes sahariennes", thèsede doctorat. UNIVERSITE KASDI MARBAH OUARGLA (2023)
- [53] Shankar, S.S., et al., Rapid synthesis of Au, Ag, and bimetallic Au core–Ag shell nanoparticles using Neem (*Azadirachta indica*) leaf broth. *Journal of colloid and interface science*, 275(2): p. 496-502 (2004).
- [54] X. Wang, J. Song, J. Liu, and Z. L. Wang, "Direct-current nanogenerator driven by ultrasonic waves," *Science*, vol. 316, pp. 102-105,( 2007).
- [55] Thunugunta, T., Reddy, A. C., & Reddy D.C., L., Green synthesis of nanoparticles: current prospectus. *Nanotechnology Reviews*, 4(4),(2015).
- [56] Aromal, S. A., Vidhu, V. K., & Philip, D., 2012. Green synthesis of well-dispersed gold nanoparticles using *Macrotyloma uniflorum*. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 85(1), pp.99-104.)
- [57] Trevor T. Détermination du destin des nanoparticules d'argent dans les eaux usées et dans les biosolides en utilisant la microscopie en champ sombre et analyse hyperspectrale. (Thèse de doctorat, Université Montréal)(2016).
- [58] Ip, M., et al., Antimicrobial activities of silver dressings: an in vitro comparison. *Journal of medical microbiology*, 55(1): p. 59-63.(2006).
- [59] Krutyakov, Y.A., et al., Synthesis and properties of silver nanoparticles: advances and prospects. *Russian Chemical Reviews*, 77(3): p. 233.(2008).

[60] Wei, L., et al., Silver nanoparticles: synthesis, properties, and therapeutic applications. *Drug discovery today*, 2015. 20(5): p. 595-601.

[61] Syafiuddin, A., Salim, M.R., Beng Hong Kueh, A., Hadibarata, T. and 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), pp.732-756.

[62] Verma, P. and Maheshwari, S.K., 2019. Applications of Silver nanoparticles in diverse sectors. *International Journal of Nano Dimension*, 10(1), pp.18-36.

---

*Chapitre II:*  
*Synthèse des nanoparticules (AgNPs)*

---

**I Introduction:**

Cette partie décrit l'ensemble des manipulations qui sont effectuées dans le cadre de la préparation des nanoparticules d'argent. Le but de ce chapitre est de présenter la méthode de synthèse des NPs d'argent par chimie verte utilisée dans notre travail avec des tailles et des formes bien contrôlées qui restent toujours un défi majeur. La voie verte des nanoparticules métalliques (NPs) a attiré une attention considérable ces dernières années car ces protocoles sont peu coûteux, et utilisation de matériaux moins toxiques donc plus respectueux de l'environnement que les méthodes de synthèse standards.

**II Méthode :****II.1. Préparation de l'extrait**

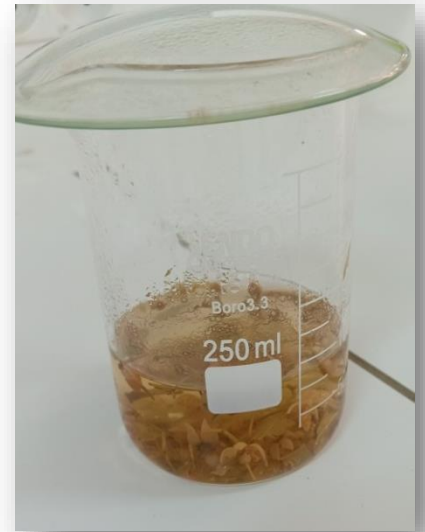
Nous avons lavé la plante à l'eau du robinet puis à l'eau distillée pour éliminer les impuretés, après nous avons laissé la plante séchées à l'aire. Ainsi, on prendre 1g dela plante dans un bécher de 250 mL propre, puis en ajoutant 100 ml d'eau distillée. Nous avons chauffé le mélange à 80 °C pendant 40 minutes tout en agitant régulièrement afin de favoriser l'extraction des composés bioactifs. Après cette étape de chauffage, nous avons laissé le bécher reposer à température ambiante pendant une heure pour permettre une macération supplémentaire. Enfin, nous avons filtré l'extrait afin de séparer la phase liquide des résidus végétaux.



1g de plante +  
Mélanger avec 100ml



Chauffer et agiter



Reposer 1h



Extrait



Filtration

Figure 16: La préparation de l'extrait

## II.2 La biosynthèse des nanoparticules d'argent :

### II.2.1 Préparation des AgNPs par différents rapports d'extrait et d'AgNO<sub>3</sub> :

Neuf essais ont été réalisés, dans chaque essai on a modifié le pourcentage, et utilisé un certain volume d'extrait de la plante puis ajouté solution d'AgNO<sub>3</sub> de concentration connue (10<sup>-3</sup>M) jusqu'à le trait de 10 mL à temps régulier. Les expériences faites comme ci-dessous :

**Tableau 3:** Les différentes conditions utilisées dans l'expérience de formation des AgNPs

Les échantillons	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Les volumes d'extrait (mL)	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Les volumes d'AgNO <sub>3</sub> (mL)	9	8	7	6	5	4	3	2	1

Les solutions ont été placées dans des tubes à essai pour suivre le changement de couleur et la formation des AgNPs par l'appareil UV-Visible.

### II.2.2 Effet de température :

Pour étudier l'influence de ce paramètre sur la formation des AgNPs, on a préparé des échantillons de rapport de (2/8) avec des températures différentes dans chaque échantillon.

Les températures étudiées sont les suivantes : 40°C, 50°C, 60°C, 70°C. Puis on a fait l'analyse UV-Visible.

### II.2.3 Effet de PH :

Dans cette étude, on a préparé des échantillons de rapport de (2/8) à quatre PH différents soit 3, 5, 9, 11. Des solutions d'acide chlorhydrique (HCl) et d'hydroxyde de sodium (NaOH) ont été utilisées pour ajuster le PH. La synthèse des AgNPs a été confirmée par analyse spectrométrique UV-Visible.

### II.2.3 Effet de concentration :

Pour suivre l'influence de la concentration d'AgNO<sub>3</sub> [AgNO<sub>3</sub>] sur la formation des AgNPs, on a préparé des échantillons de rapport (2/8) des concentrations d'AgNO<sub>3</sub> différentes dans chaque échantillon.

Dans 4 tubes à essai, on a versé dans chaque tube 2 mL d'extrait et 8 mL de solution  $\text{AgNO}_3$  de concentrations différentes, comme le tableau suivant :

**Tableau 4:** Les concentrations utilisées pour préparer les échantillons de rapport (2/8) pour former des AgNPs

Tubes	1	2	3	4
$[\text{AgNO}_3]$ g/mol	$3.10^{-3}$	$5.10^{-3}$	$8.10^{-3}$	$10^{-2}$

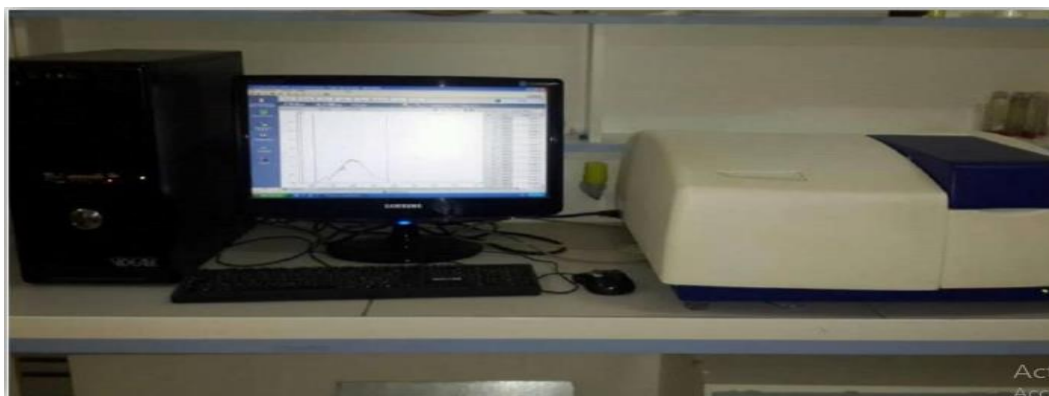
Ensuite, on a suivi le changement de couleur et la formation des AgNPs par l'appareil UV-Visible.

### III Caractérisations :

#### III.1 UV-Visible :

La spectroscopie UV-Visible est la méthode utilisée pour surveiller La résonance plasmonique de surface (SPR) des nanoparticules d'argent à intervalle de temps régulier à cause des propriétés optiques des nanoparticules métalliques [1]

Les spectres d'absorbance des échantillons analysés des nanoparticules d'argent sont observés.



**Figure 17:** Appareil du UV-Visible

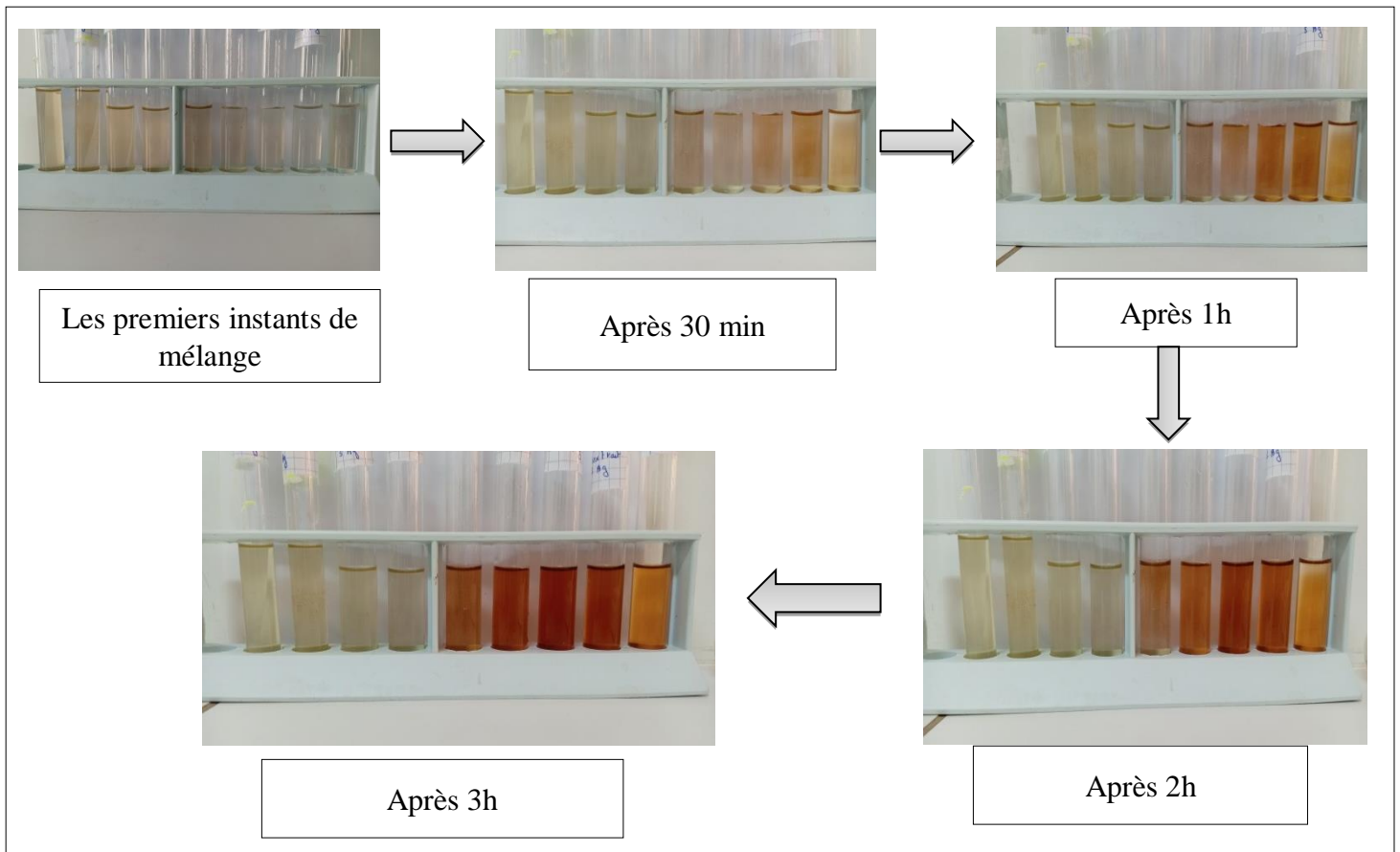
#### III.2 Potentiel Zéta :

Le potentiel zéta est un potentiel électrique mesuré à la surface de glissement d'une particule en suspension dans un liquide. Il reflète la charge électrique qui entoure la particule et influence la stabilité des colloïdes : plus ce potentiel est élevé (positif ou négatif), plus les particules se repoussent, ce qui empêche leur agglomération. Le potentiel zéta est donc un

indicateur essentiel pour évaluer la stabilité des suspensions dans des domaines comme la chimie, la pharmacie ou le traitement des eaux.

#### IV Les résultats :

##### IV.1 Effet du rapport d'extrait de plante et de la solution d'AgNO<sub>3</sub> :

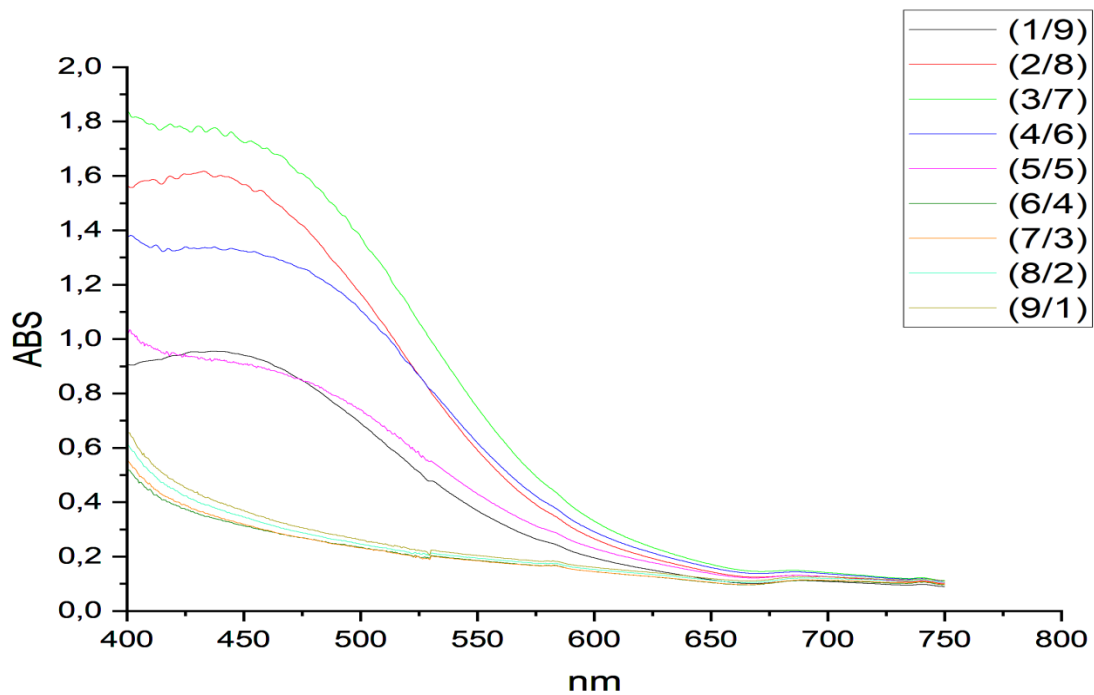


**Figure 18:** Changement de couleur en fonction du temps de différents rapports d'extrait de plante

La réaction a été réalisée en faisant varier la dose d'extrait de la plante et de solution AgNO<sub>3</sub> de (2/8) en gardant paramètres constants à 3heures de temps d'exposition pour l'AgNO<sub>3</sub> (10<sup>-3</sup>M).

Dans la présente étude, Le changement de couleur du brun clair au brun a été remarqué à 30 min d'addition d'extrait de plante à la solution de nitrate d'argent. La première solution a changé est de rapport (2/8), L'augmentation de l'intensité de la couleur a confirmé la réduction des ions Ag et la formation des AgNPs. Il a été noté que plus les solutions restaient longtemps plus la couleur être foncée.





**Figure 19:** Spectres UV-Vis des AgNPs de différents rapports d'extrait et AgNO<sub>3</sub>

Les pics obtenus dans la gamme 425-470 ont confirmé la biosynthèse des nanoparticules d'argent. L'intensité d'absorption la plus élevée a été trouvée à (2/8). Après 3 heures de lecture du spectre, l'intensité d'absorption était de 1,6.

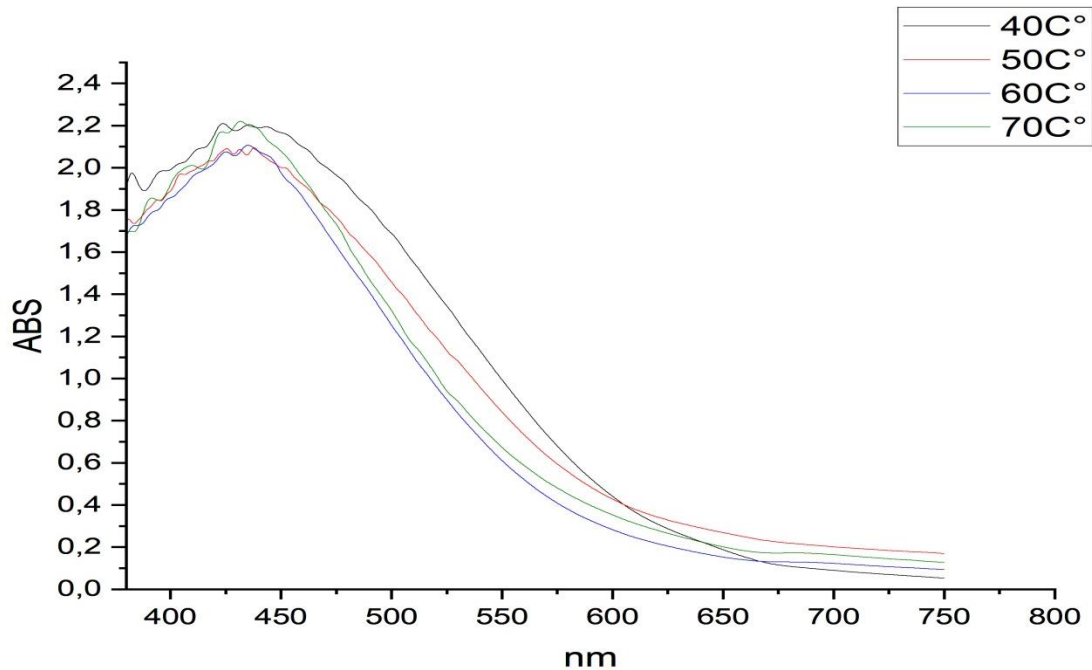
Ce phénomène est appelé résonance plasmonique de surface (SPR). Le pic des nanoparticules d'argent présente une sensibilité et une absorbance élevées à la longueur d'onde de 430 nm, confirmant la formation de nanoparticules d'argent [2]. Les plasmons de surface sont l'oscillation collective d'électrons libres sur une surface métallique résultant de leur interaction avec des photons incidents.

#### IV.2 Effet de la température sur le rapport (2/8) :

Le spectre UV-Visible obtenu (**Figure 20**) permet d'évaluer l'effet de la température sur la formation des nanoparticules d'argent (AgNPs), caractérisées par une bande de plasmon de surface localisé (SPR) typiquement située autour de 420–450 nm. Cette bande est liée aux oscillations collectives des électrons libres à la surface des nanoparticules lorsqu'elles interagissent avec la lumière.

Les pics d'absorption maximum variaient pour les échantillons à différentes températures (40c°,50c°,60c°,70c°) avec des concentrations constantes d'extrait. Mais le pic maximum d'absorption pour les nanoparticules synthétisées à différentes températures n'a pas beaucoup

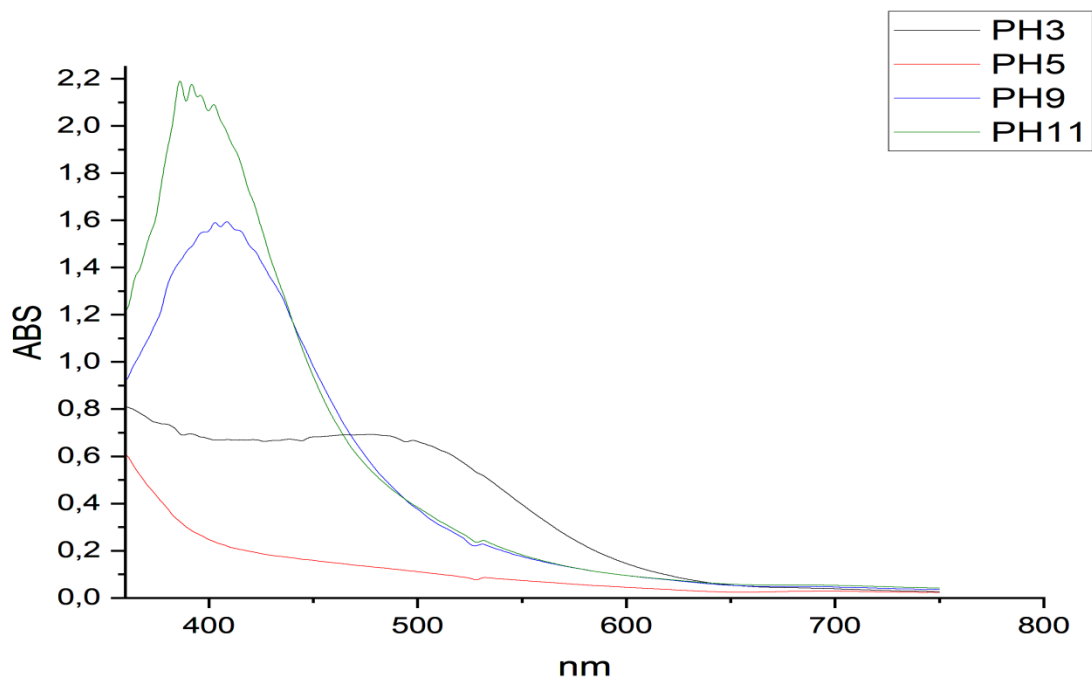
varié. À 70°C, le spectre présente une absorbance maximale plus élevée (~2,2) et un pic SPR plus net, ce qui indique une formation efficace et homogène de nanoparticules d'argent. Cette température semble favoriser une nucléation rapide et contrôlée, conduisant à des particules bien dispersées et de taille relativement uniforme.



**Figure 20:** Spectres UV-Vis des AgNPs de différentes températures

### IV.3 Effet de PH sur le rapport de (2/8) :

La figure (**Figure 21**) montre l'effet du pH sur la synthèse des nanoparticules d'argent (AgNPs) en analysant leurs spectres d'absorbance UV-Vis. On observe que l'absorbance augmente significativement avec le pH, indiquant une synthèse plus efficace des AgNPs à pH basique. À pH 5, l'absorbance est très faible, suggérant une formation limitée des nanoparticules, tandis qu'à pH 3 il n'y a pas de formation. En revanche, aux pH 9 et surtout pH 11 (l'intensité d'absorption jusqu'à 2.1), des pics nets et intenses apparaissent autour de 400 nm, typiques de la résonance plasmonique des AgNPs, ce qui indique une synthèse efficace et une forte concentration de particules. Ainsi, un milieu basique favorise la réduction des ions argent et la formation homogène des nanoparticules.



**Figure 21:** Spectres UV-Vis des AgNPs de différentes PH

#### IV.4 Effet de la concentration d'AgNO<sub>3</sub> sur le rapport (2/8) :

La figure (**Figure 22**) montre l'effet de la concentration d'AgNO<sub>3</sub> sur la synthèse des nanoparticules d'argent (AgNPs) en analysant leurs spectres d'absorbance UV-Vis. On observe que l'augmentation de la concentration d'AgNO<sub>3</sub> entraîne une augmentation progressive de l'absorption maximale entre 430 et 460 nm pour toutes les concentrations, Cela est dû à la propriété des nanoparticules d'Ag, en raison de leur surface de glissement Gamme d'absorption de résonance. La plus grande intensité est obtenue pour la concentration  $8 \times 10^{-3}$  M, avec une absorbance de  $\approx 2.4$  à environ 420 nm Donc c'est La concentration optimale d'AgNO<sub>3</sub> pour la synthèse efficace.

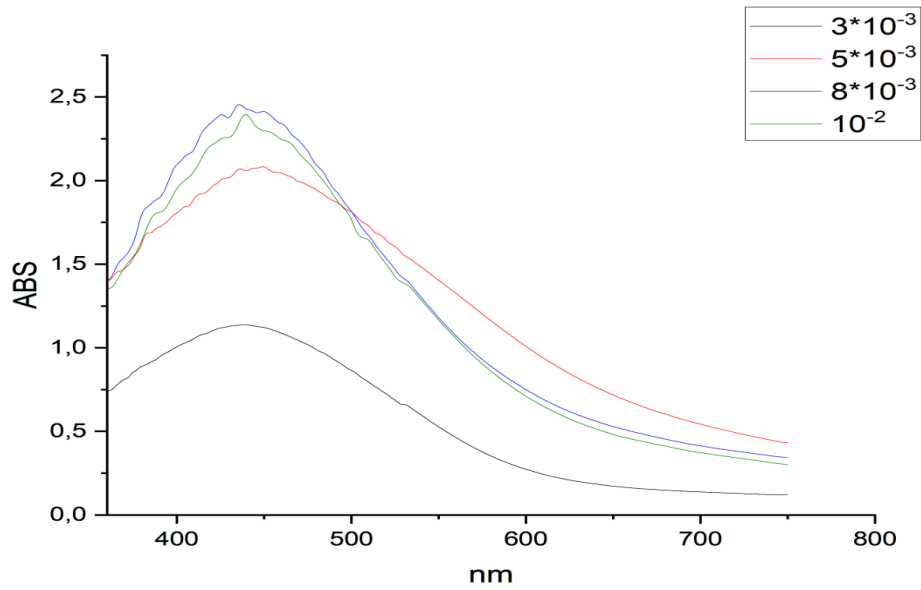


Figure 22: Spectres UV-Vis des AgNPs de différentes concentration d'AgNO<sub>3</sub>

IV.5 Potentiel Zéta :

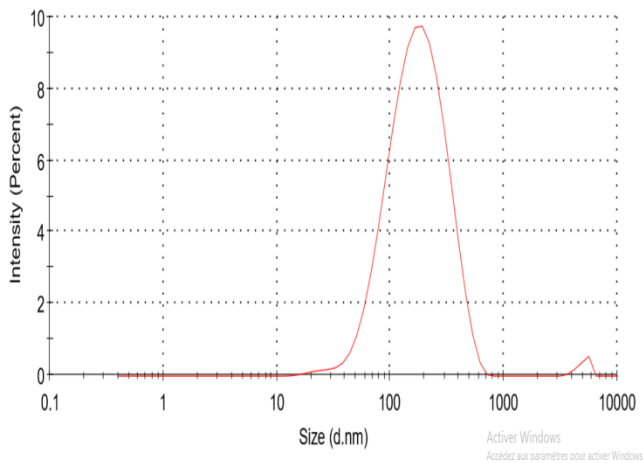


Figure 23: La taille de NPs dans le rapport 1/9

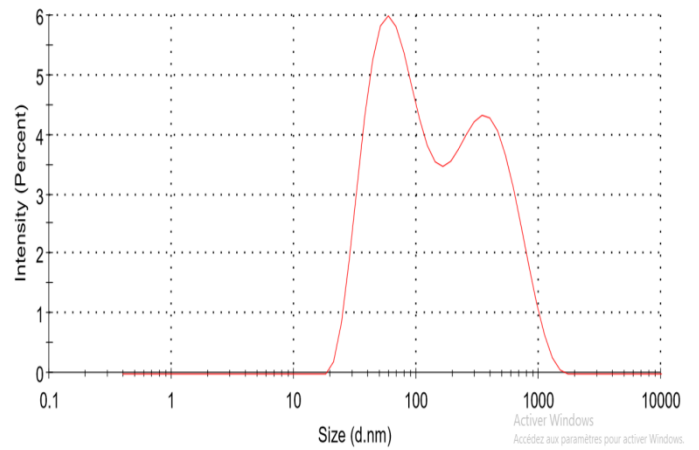


Figure 25: La taille de NPs dans le rapport 2/8

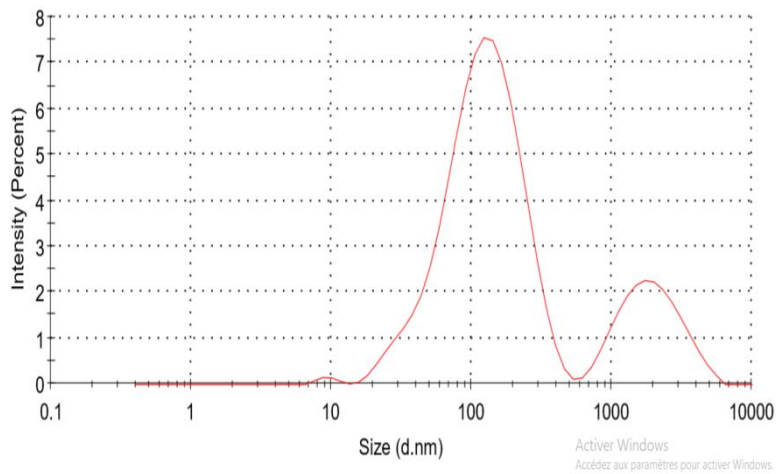
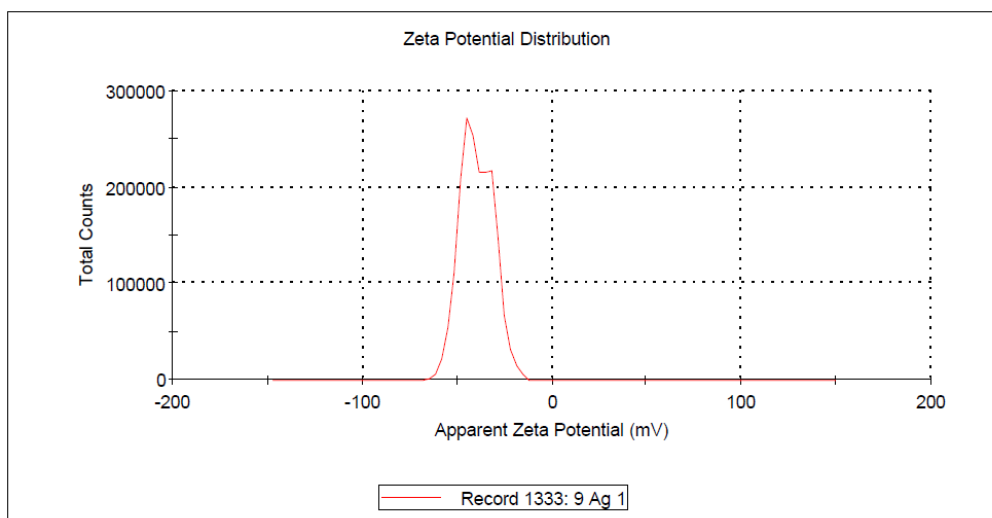


Figure 24: La taille de NPs dans le rapport 3/7



**Figure 26:** Potentiel Zeta des NPs dans le rapport 1/9

**Tableau 5:** Les mesures de potentiel Zéta et la taille des NPs

Les rapports	Potentiel Zéta	La taille des nanoparticules
1/9	-40,5	130,9
2/8	-24,5	89,36
3/7	-26,6	121,53

### Conclusion :

En conclusion, ce chapitre a présenté la synthèse des nanoparticules d'argent (AgNPs) à partir d'extrait de la plante, selon une méthode verte, simple et efficace. Les effets de plusieurs paramètres comme le rapport extrait/AgNO<sub>3</sub>, le pH, la température et la concentration ont été étudiés. Les résultats ont permis d'obtenir des nanoparticules stables, bien formées et adaptées.

**Les références :**

- [1]. Grady, N.K., N.J. Halas, and P. Nordlander, Influence of dielectric function properties on the optical response of plasmon resonant metallic nanoparticles. *Chemical Physics Letters*, 2004. 399(1-3): p. 167-171.
- [2]. Raja, S., V. Ramesh, and V. Thivaharan, Green biosynthesis of silver nanoparticles using *Calliandra haematocephala* leaf extract, their antibacterial activity and hydrogen peroxide sensing capability. *Arabian journal of chemistry*, 2017. 10(2): p. 253-261.

---

## *Chapitre III*

### *Préparation de filme d'hydrogel*

---

**Introduction :**

Les films d'hydrogel sont des matériaux polymériques tridimensionnels, hydrophiles, capables d'absorber et de retenir une grande quantité d'eau tout en maintenant leur structure [1] Sous forme de films minces, ils offrent une grande surface de contact, une bonne flexibilité et une perméabilité contrôlée, ce qui les rend particulièrement utiles dans divers domaines[2]

Ils sont notamment utilisés dans :

- Le domaine biomédical, pour la délivrance contrôlée de médicaments [3] et comme pansements intelligents ou hydratants
- L'ingénierie tissulaire et la culture cellulaire, grâce à leur biocompatibilité et leur similitude avec la matrice extracellulaire [4]
- Les applications environnementales ou cosmétiques, pour la libération lente de principes actifs ou l'absorption de polluants [1]

**I Matériels :****I.1 Chitosane :**

Le chitosane est un polymère naturel obtenu par déacétylation partielle de la chitine. Il est biodégradable, biocompatible et soluble dans les milieux acides, ce qui le rend utile dans plusieurs domaines comme la médecine, l'agriculture, la cosmétique et le traitement des eaux[5].

**I.2 Alcool polyvinylique (PVA) :**

Le polyalcool vinylique (PVA) est un polymère synthétique obtenu par hydrolyse de l'acétate de vinyle. Il est soluble dans l'eau chaude, non toxique, biodégradable, et largement utilisé dans la fabrication de colles, films, textiles et produits pharmaceutiques[6].

**II Méthode :****II.1 Préparé la solution de chitosane 1% :**

- 1- Nous avons rélever 1 ml d'acide acétique 1 % avec une pipette et le verser dans une fiole jaugée de 100 ml, puisont complétéjusqu'au trait de jauge avec de le mélange première.
- 2- Nous avons pesé 1 g de CN à l'aide d'une balance analytique et le transférer dans un bécher propre, on ajoute ensuite le mélange d'acide acétique dilué dans le bécher contenant le CN.

3- Placer un barreau magnétique dans le bécher, puis agiter à l'aide d'un agitateur magnétique à une vitesse de 500 à 600 tr/min à température ambiante jusqu'à dissolution complète du solide.

4- Une fois la dissolution obtenue, on filtre à l'aide d'un montage de filtration sous vide, comme illustré, afin d'éliminer les éventuelles particules non dissoutes et obtenir une solution limpide.



**Figure 28:** Agitation de solution du CN



**Figure 27:** Filtration sous vide de la solution

### II.1 Préparé la solution de PVA 5% :

- 1- Nous avons chauffé 100 ml d'eau distillée à une température comprise entre 70 et 80°C.
- 2- Une fois la température stabilisée on ajoute 5g de PVA sous agitation constante jusqu'à dissolution complète de PVA.



**Figure 29:** La préparation de la solution PVA

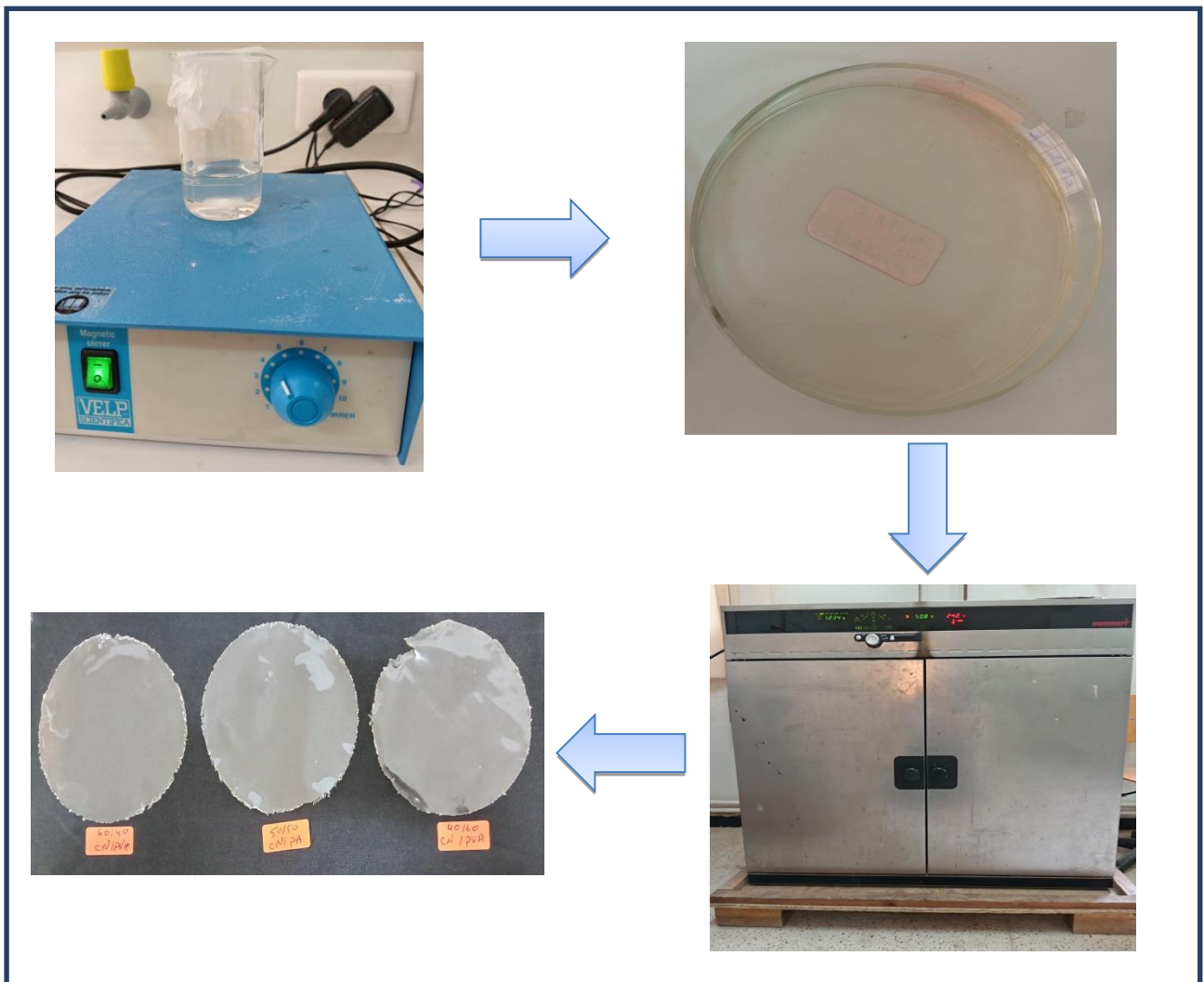
### II.3 Préparations des films d'hydrogel sans AgNPs :

Nous avons préparé trois solutions d'hydrogel à différents pourcentages de CN et de PVA :

- Solution 1 : CN 40% / 60% PVA
- Solution 2 : CN 50% / 50% PVA
- Solution 3 : CN 60% / 40% PVA

Dans un bécher, nous avons mélangé les volumes de PVA et de CN, puis ajouté une goutte de glycérol. Le mélange a été maintenu sous agitation pendant 2 heures.

Ensuite, nous l'avons versé dans une boîte métrique et placé dans l'étuve pendant 24 heures à une température de 50°C.



**Figure 30:** Protocole de la préparation des films

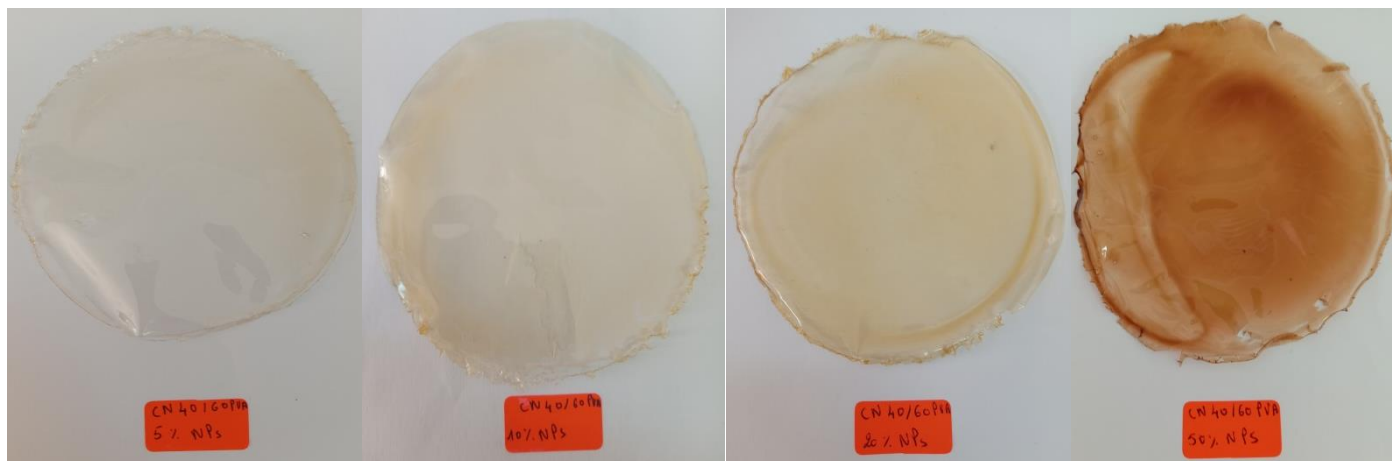
## II.4 Préparations des films d'hydrogel les AgNPs :

### II.4.1 Ajout des AgNPs synthétisé 24 h avant :

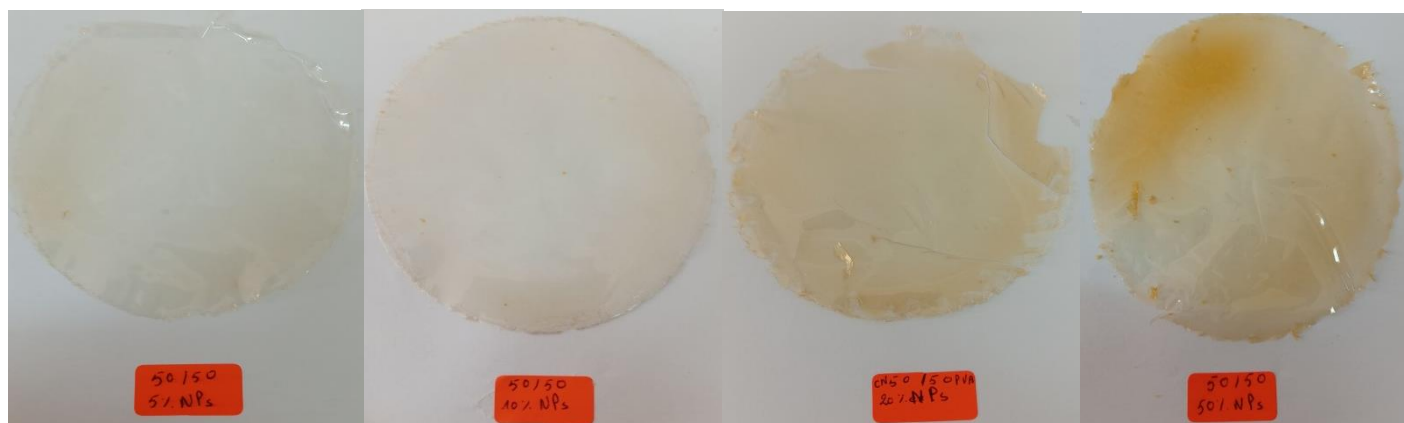
Nous avons synthétisé les AgNPs et laissé 24 h, après on préparer des films d'hydrogels avec les AgNPs à différents pourcentages, ces films a été préparé avec la même procédure précédente.

**Tableau 6:** Les pourcentages de CN/PVA et des AgNPs

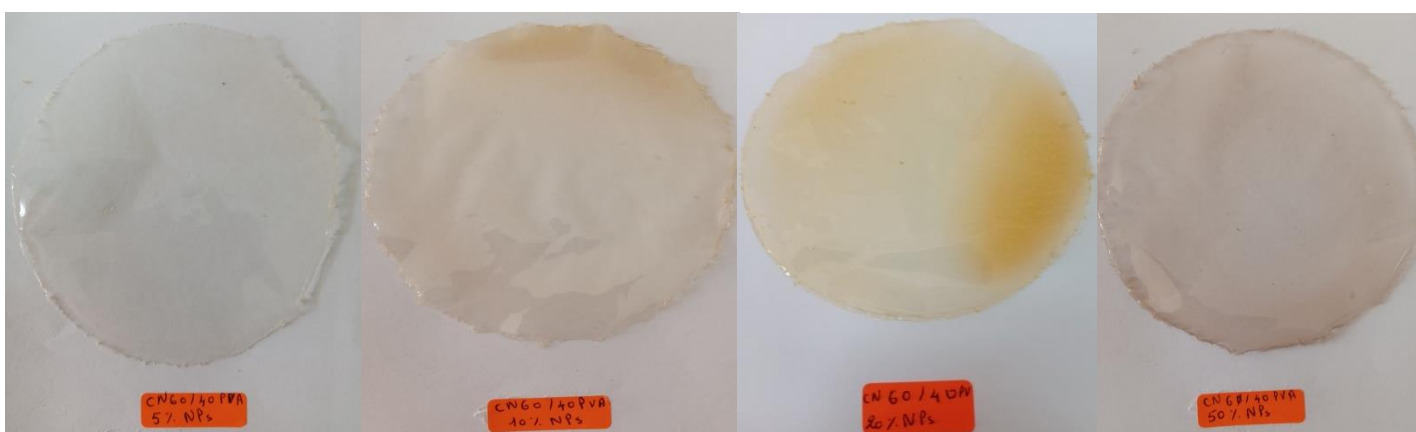
	Le pourcentage de mélange CN/PVA	Le pourcentage des AgNPs
<b>CN 40/60 PVA</b>	95%	5%
	90%	10%
	80%	20%
	50%	50%
<b>CN 50/50 PVA</b>	95%	95%
	90%	90%
	80%	80%
	50%	50%
<b>CN 60/40 PVA</b>	95%	95%
	90%	90%
	80%	80%
	50%	50%



**Figure 31:** Les films d'hydrogel de CN 40/60 PVA à différents pourcentages d'AgNPs



**Figure 32:** Les films d'hydrogel de CN 50/50 PVA à différents pourcentages d'AgNPs



**Figure 33:** Les films d'hydrogel de CN 60/40 PVA à différents pourcentages d'AgNPs

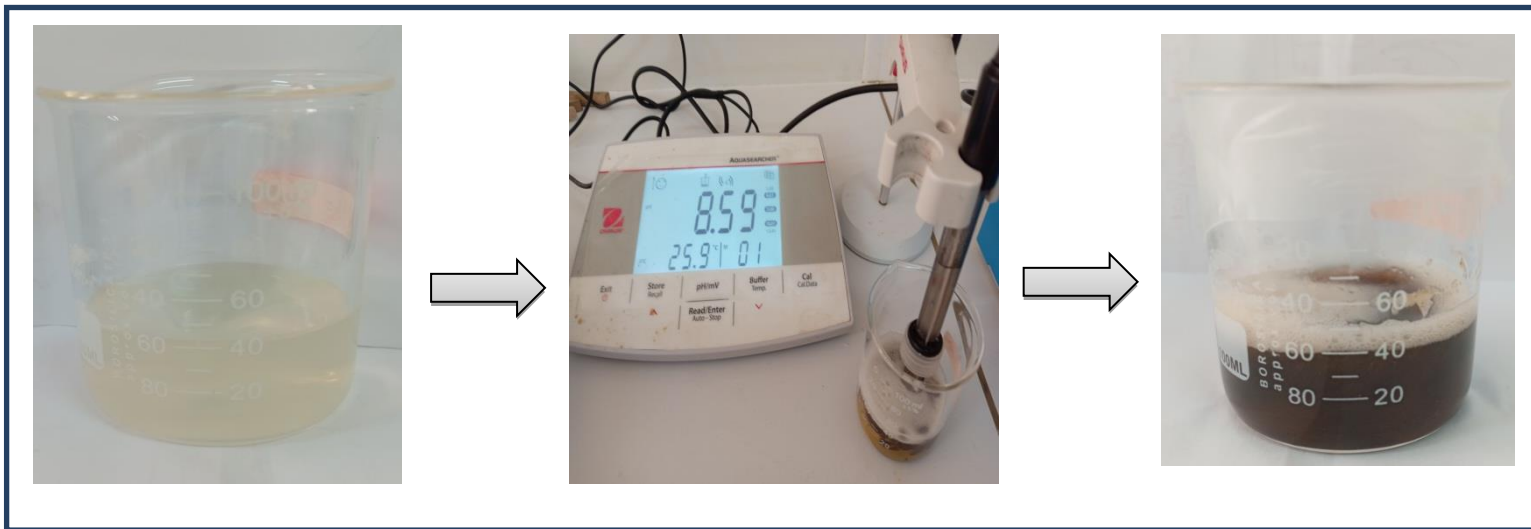
#### II.4.2 Ajout des NPs in situ :

Dans cette méthode, nous avons préparé trois films avec des pourcentages différents de CN/PVA

Nous avons d'abord mélangé le CN avec le PVA, puis ajouté 0.06g d'AgNO<sub>3</sub> sous agitation jusqu'à dissolution complète, après on ajoute 8 ml d'extrait et une goutte de glycérol.

Ensuite, nous avons ajusté le PH à 8 (milieu basique) à l'aide une solution du NaOH, car l'AgNO<sub>3</sub> ne permet pas la formation des AgNPs en milieu acide. Le mélange a été maintenu sous agitation pendant 2 heures.

Ensuite, nous l'avons versé dans une boîte métrique et placé dans l'étuve pendant 24 heures à une température de 50°C.



**Figure 34:** Changement de couleur après l'ajustement du PH

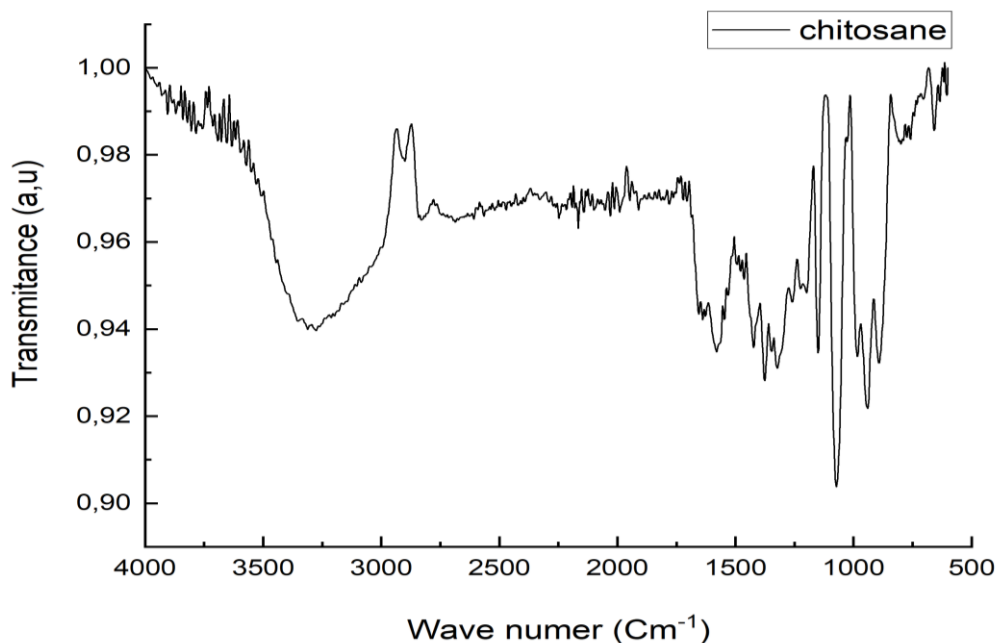


**Figure 35:** Les films d'hydrogel in situ

### III Caractérisation :

#### III.1 FTIR :

##### a) IR de chitosane :



**Figure 36:** Spectre FTIR du chitosane commerciale.

Les principales bandes qui apparaissent sont résumées sur le tableau 7.

**Tableau 7:** Principales bandes d'absorption IR du chitosane synthétisé et leurs groupements attribués.

Fréquence (cm <sup>-1</sup> )	Attribution
3414 3361	Vibrations d'élongation de -NH (Amine) et -OH
2907 2879	Vibrations d'élongation de -CH et -CH <sub>2</sub>
1578	Vibration de déformation de N-H (Amide II)
1420	Vibration de déformation de CH <sub>2</sub>
1325	Vibration de déformation -OH, Elongation de C-N (amide III), C-O
1029	Vibration d'élongation du C-O-C de cycle glucosidique

## b) IR du PVA :

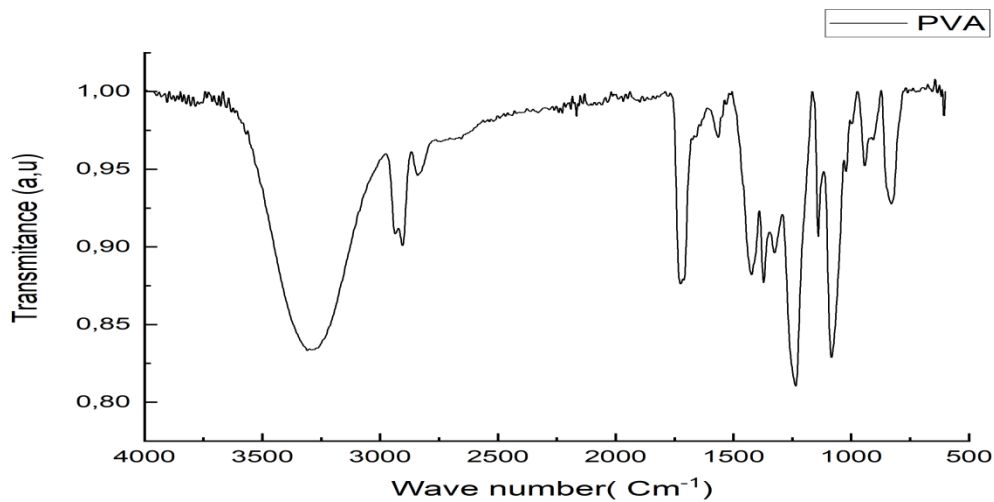


Figure 37: Spectre FTIR du PVA

Les principaux pics du PVA ont été observés à :

- $\sim 3280 \text{ cm}^{-1}$  : Large bande due à l'élongation O-H (liaisons hydrogène).
- $\sim 2917 \text{ cm}^{-1}$  : Élongation C-H (groupes méthylènes  $-\text{CH}_2-$ ).
- $\sim 1690 \text{ cm}^{-1}$  (parfois faible ou absent) : C=O d'impuretés ou d'acétate résiduel.
- $\sim 1425 \text{ cm}^{-1}$  : Déformation du groupe  $-\text{CH}_2-$ .
- $1081 \text{ cm}^{-1}$  : Vibration C-O-C (liaison éther).
- $1324 \text{ cm}^{-1}$  : à la vibration de déformation C-H
- $839 \text{ cm}^{-1}$  : Groupes  $-\text{CH}_2$  et vibrations de squelette.

## c) IR des films d'hydrogèle :

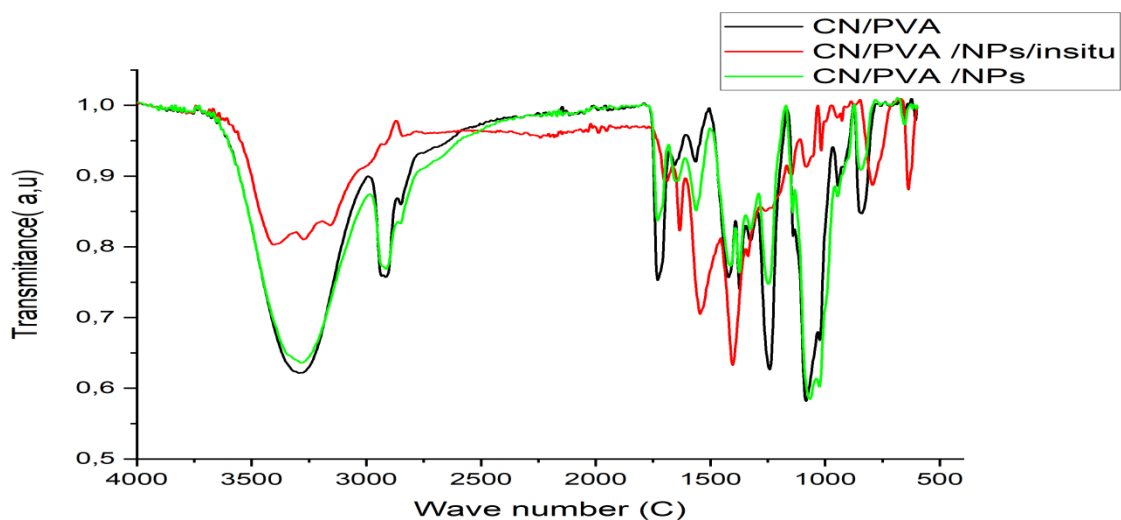
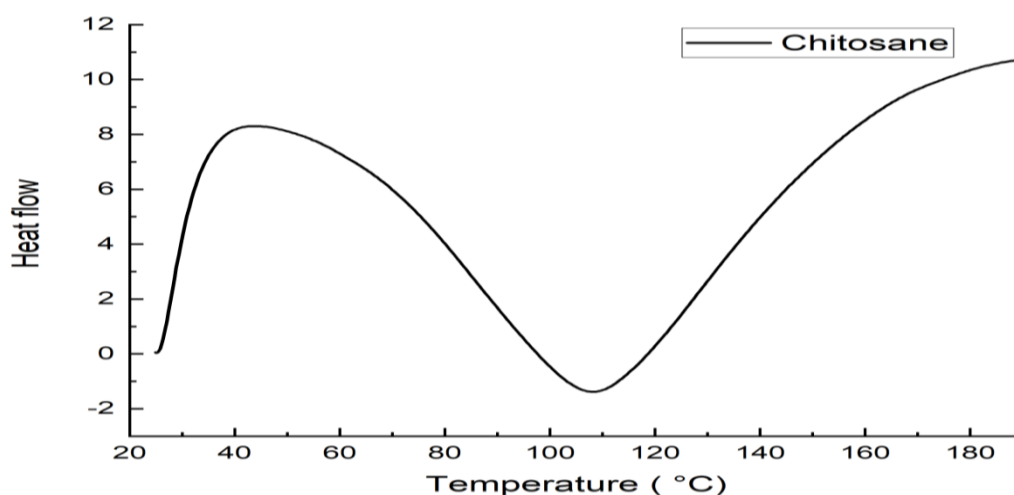


Figure 38: Spectre FTIR des films d'hydrogèle

La figure 38 présente les spectres infrarouges (FTIR) de trois composites : CN/PVA, CN/PVA avec NPs, et CN/PVA avec des NPsajoutées in situ. Les variations observées dans les bandes d'absorption, notamment autour de  $3300\text{ cm}^{-1}$  (liaisons O–H) et dans la région  $1000\text{--}1700\text{ cm}^{-1}$  (groupes C–O, C=O, etc.), indiquent que l'incorporation des nanoparticules modifie les interactions chimiques au sein de la matrice. Ces changements sont plus marqués dans le cas de la synthèse in situ, suggérant une meilleure intégration des NPs et des interactions plus fortes avec les chaînes polymériques.

### III.2 La DSC :

#### a) DSC duchitosane :



**Figure 39:** Spectre DSC duchitosane

La Figure 39 présente les thermogrammes DSC du chitosane. L'analyse DSC du chitosane montre un premier pic endothermique entre 40 et 60 °C, attribué à la perte d'eau physiquement adsorbée. Un second événement, observé autour de 110–120 °C, pourrait être lié à une transition vitreuse ou à une réorganisation moléculaire. Au-delà de 130 °C, on observe une montée progressive du flux de chaleur, annonçant le début de la dégradation thermique du polymère. Ces résultats confirment la stabilité thermique modérée du chitosane, compatible avec des applications à température ambiante ou modérément élevée.

## b) DSC du PVA :

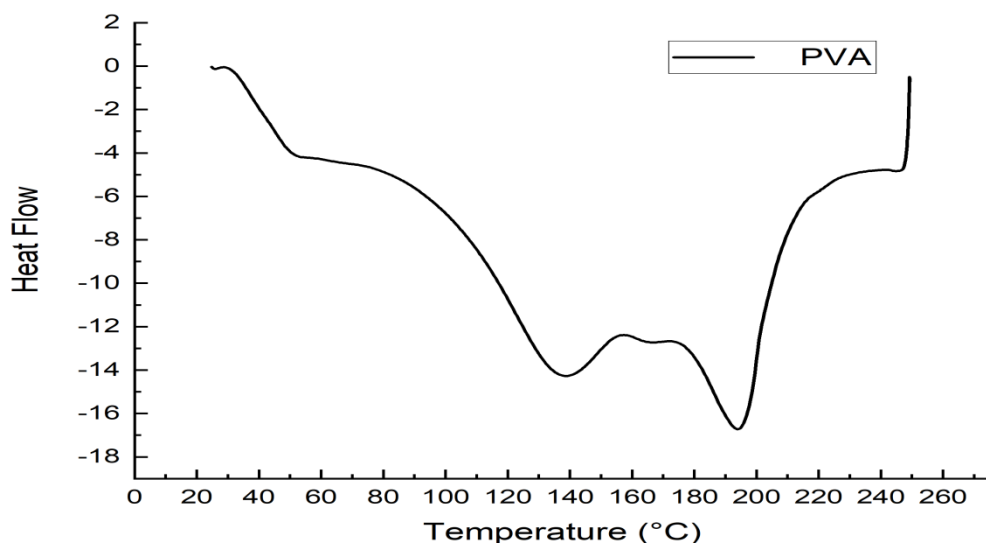


Figure 40: DSC du PVA

La figure 40 montre l'analyse DSC du PVA (alcool polyvinylique), révélant les événements thermiques majeurs lors de son chauffage. On observe un premier pic endothermique entre 50 et 100 °C, correspondant à la perte d'eau liée à l'humidité résiduelle. Un second creux apparaît vers 150–180 °C, probablement dû à la transition vitreuse ( $T_g$ ) ou à la fusion partielle des zones cristallines. Enfin, un pic plus marqué entre 200 et 230 °C indique la fusion ou le début de la dégradation thermique du polymère. Ces transitions thermiques renseignent sur la stabilité et les propriétés physico-chimiques du PVA.

## c) DSC du CN/PVA et du CN/PVA/NPs :

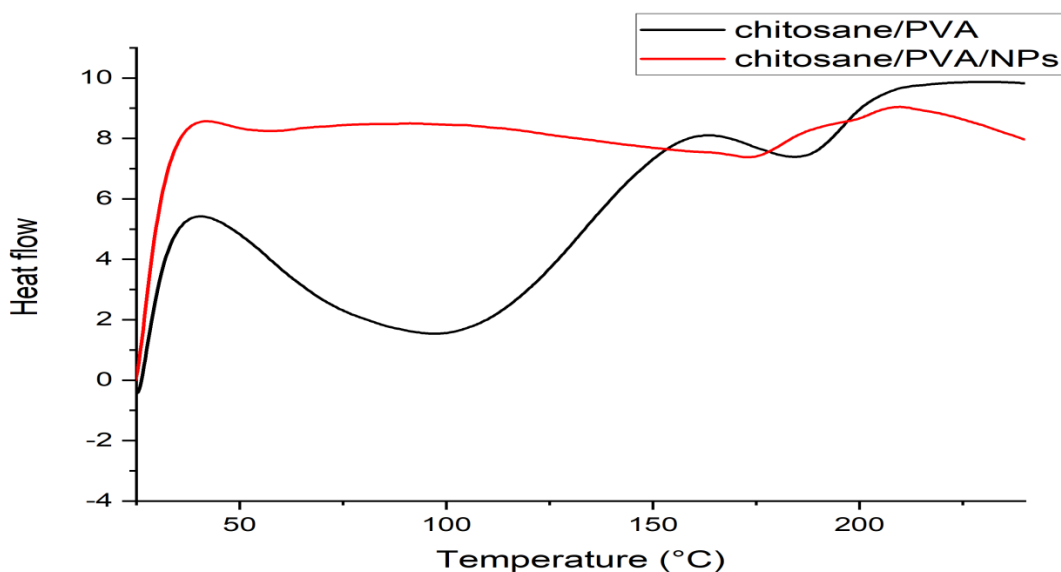


Figure 41: DSC du CN/PVA et du CN/PVA/NPs

La figure 41 montre les courbes DSC des échantillons chitosane/PVA et chitosane/PVA avec nanoparticules (NPs), illustrant l'effet thermique de l'ajout de nanoparticules. Les deux courbes présentent un premier pic endothermique autour de 50–100 °C, correspondant à la perte d'eau. Le mélange CN/PVA montre un pic plus marqué entre 150 et 180 °C, associé à une transition vitreuse ou à une phase de fusion. En revanche, la courbe du CN/PVA/NPs présente une transition plus atténuée et plus stable, ce qui indique que l'ajout de nanoparticules améliore la stabilité thermique du matériau en limitant la mobilité des chaînes polymères.

#### **IV Etude du gonflement :**

Étant donné que les films d'hydrogel que nous élaborons sont adressés à des applications nécessitant leur interaction avec des solutions liquides ou d'autres fluides qui captent l'eau, il est crucial d'analyser leur comportement d'enflure. Cela souligne une signification spécifique, car dans certains cas, le taux de dilatation peut influencer de manière notable les caractéristiques. L'efficacité et les performances des films, que ce soit dans des secteurs tels que l'ultrafiltration, la déshydratation

Le suivi du pH et du temps de contact lors des expériences de l'expansion des films et des membranes est crucial pour ajuster les caractéristiques de ces matériaux dans différentes utilisations, en particulier la chimie, la biologie et nanotechnologie. Saisir comment ces critères l'influence du gonflement permet de créer des systèmes plus performants et ajustés à des exigences particulières.

#### **V Les résultats :**

##### **V.1 Etude du gonflement :**

###### **V.1.1 Effet du temps :**

###### **a) Les films d'hydrogel sans AgNPs :**

On observe que le taux de gonflement augmente rapidement durant les premières minutes, puis atteint un plateau entre 20 et 30 minutes. La formulation CN 60/40 PVA présente le taux de gonflement le plus élevé (environ 2200 %), suivie de CN 40/60 PVA (environ 1900 %) et enfin CN 50/50 PVA (environ 1800 %). Ces résultats indiquent que l'augmentation de la teneur en PVA améliore la capacité d'absorption d'eau des films. Ainsi, la composition

influence fortement le comportement de gonflement, avec une efficacité accrue pour les formulations plus riches en PVA.

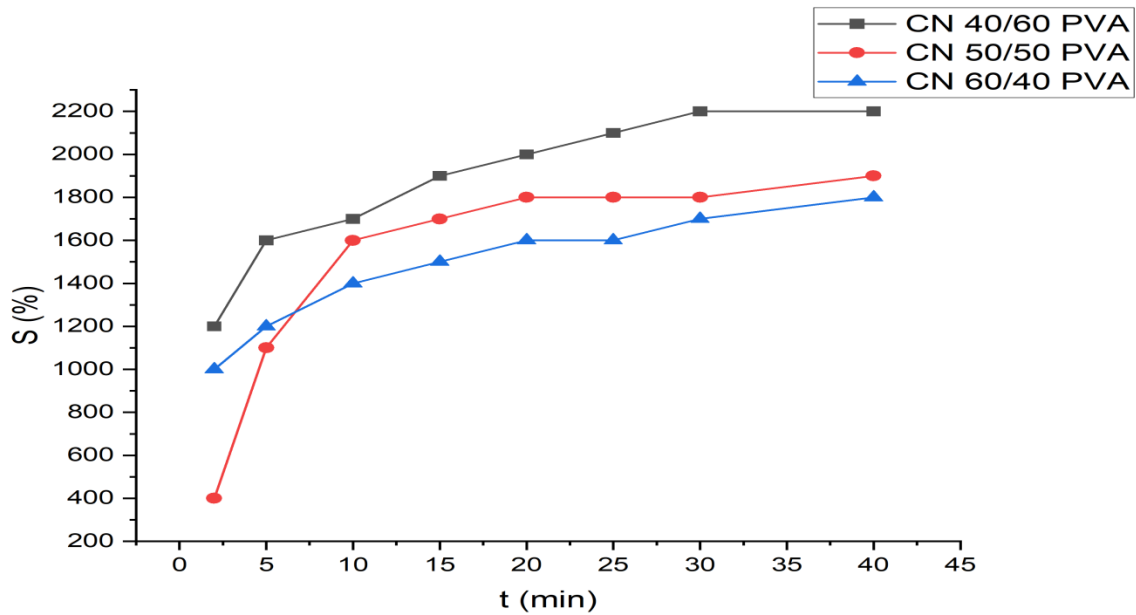


Figure 42: Evolution des taux de gonflement des films d'hydrogel en fonction du temps

b) Les films avec les AgNPs :

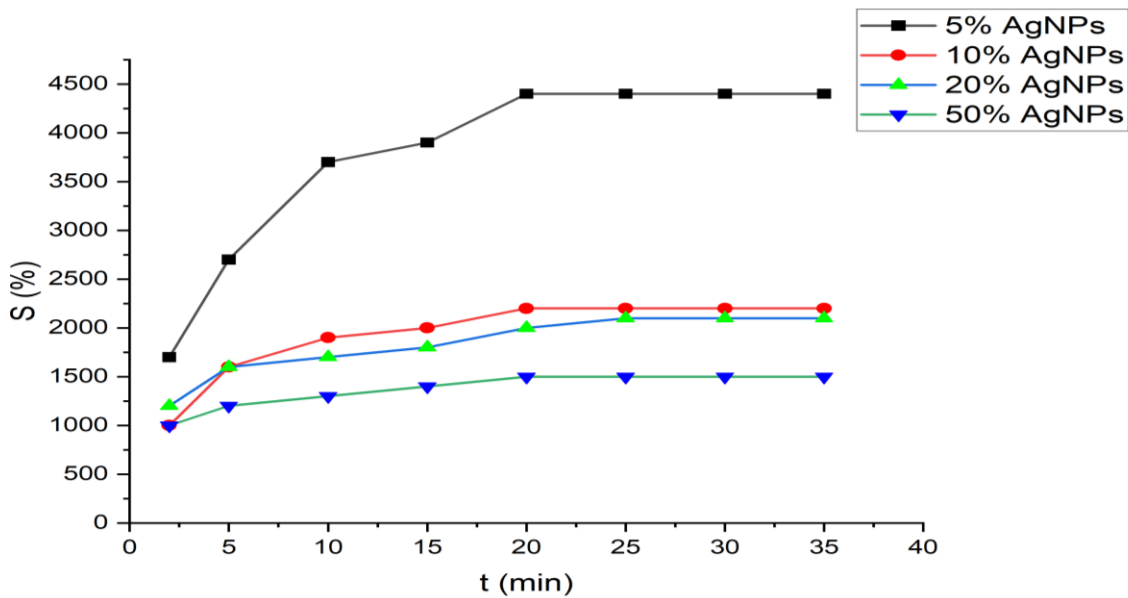
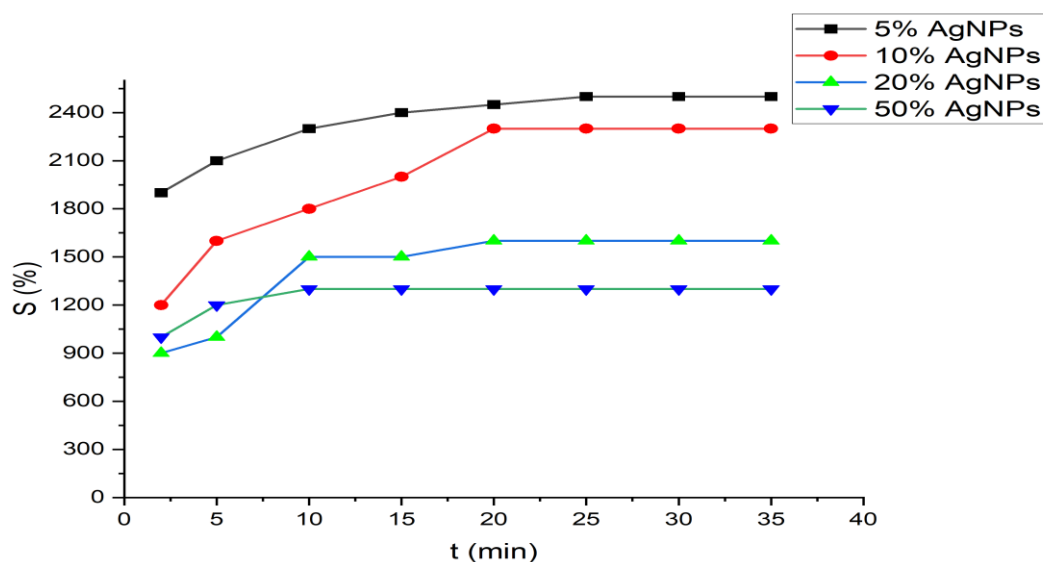
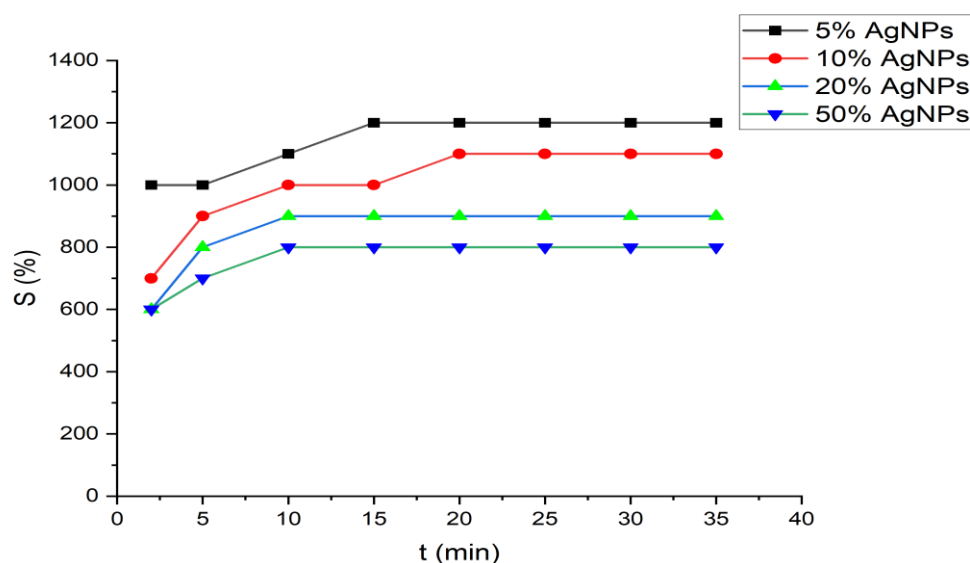


Figure 43: Evolution des taux de gonflement des films d'hydrogel de CN 40/60 PVA avec AgNPs en fonction du temps



**Figure 44:** Evolution des taux de gonflement des films d'hydrogel de CN 50/50 PVA avec AgNPs en fonction du temps



**Figure 45:** Evolution des taux de gonflement des films d'hydrogel de CN 60/40 PVA avec AgNPs en fonction du temps

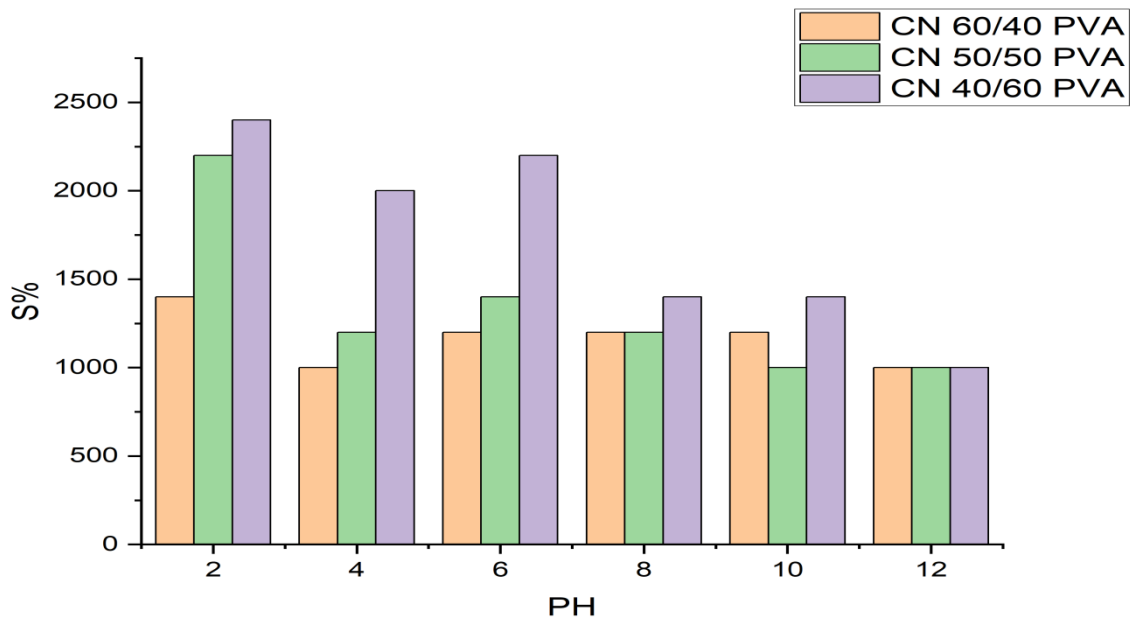
On observe que dans tous les cas, l'échantillon contenant 5 % d'AgNPs présente le taux de gonflement le plus élevé. En revanche, une augmentation de la teneur en AgNPs entraîne une diminution progressive du gonflement. Cette tendance peut être attribuée à l'effet densifiant des AgNPs dans la matrice polymère, réduisant la capacité d'absorption. Ainsi, l'ajout modéré de nanoparticules (notamment à 5 %) améliore le gonflement, mais des quantités plus élevées ont un effet inverse, limitant la capacité d'absorption du matériau.

### c) Les films d'hydrogel insitu :

On observe que les films d'hydrogel préparés insitu ne présentent pratiquement aucun gonflement, ce qui indique qu'ils n'absorbent pas l'eau.

## V.1.2 Effet du PH :

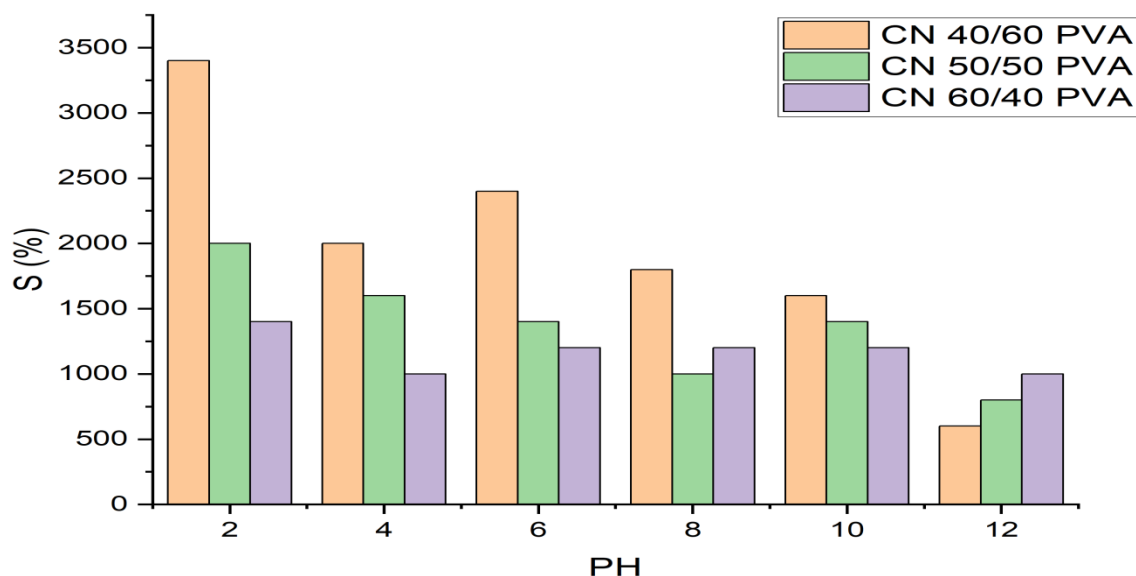
### a) Les films d'hydrogel sans AgNPs :



**Figure 46:** Evolution des taux de gonflement des films d'hydrogel sans AgNPs en fonction du PH

On observe que le gonflement est maximal à pH 2 pour toutes les formulations, avec une valeur la plus élevée pour CN 40/60PVA, suivie de CN 50/50 PVA, puis CN 60/40 PVA. À mesure que le pH augmente, le pourcentage de gonflement diminue de manière significative, atteignant une valeur minimale et constante à pH 12 pour toutes les formulations. Cela indique que le gonflement est favorisé en milieu acide, et diminue en milieu basique, avec une sensibilité au pH plus marquée pour les formulations riches en PVA.

## b) Les films d'hydrogel avec les AgNPs : (10%)



**Figure 47:** Evolution des taux de gonflement des films d'hydrogel avec 10% d'AgNPs en fonction du PH

On observe que les films préparés avec 10 % de nanoparticules d'argent (AgNPs) présentent un pourcentage de gonflement (S%) inférieur à celui des films sans AgNPs, pour toutes les formulations et à tous les pH. Cette diminution est particulièrement marquée en milieu acide, notamment pour la formulation CN 40/60 PVA, qui passe d'environ 2400 % sans AgNPs à environ 1800 % avec AgNPs à pH 2. Cette réduction du gonflement peut être due à l'interaction des AgNPs avec la matrice polymérique, qui rend le réseau plus compact et limite l'absorption d'eau.

## V.2 Évaluation de l'activité antimicrobienne des films chitosane/PVA et chitosane/PVA chargé en AgNPs :

Dans cette étude, L'évaluation de l'activité antimicrobienne a été réalisée selon la méthode de diffusion en milieu gélosé (méthode de Kirby-Bauer modifiée). Des cultures bactériennes fraîches de *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa* (Gram-) , *Staphylococcus aureus* (Gram+) et *Candida albicans*(levure) ont été étalées en surface de boîtes de Petri contenant de la gélose nutritive (Mueller-Hinton Agar). Les films avec les mêmes dimensions ont été placés délicatement sur la surface de l'agar, puis incubés à 37°C pour les bactéries et 34°C (*Candida albicans* ) pendant 24 heures[7-9].

Les résultats (Tableau 8) montrent que le film CN/PVA seul ne présente aucune activité antimicrobienne notable contre les souches bactériennes testées, à l'exception de *Candida albicans* où un halo de 16 mm a été observé.

L'incorporation des AgNPs a considérablement amélioré l'activité antimicrobienne. Les films CN/PVA–AgNPs ont généré des halos de 6 à 8 mm contre les bactéries *Pseudomonas aeruginosa*, *E. coli*, *S. aureus* et la levure *C. albicans*. Notamment, les films préparés par la voie *in situ* ont montré une efficacité antimicrobienne supérieure, avec un diamètre d'inhibition atteignant 17 mm contre *P. aeruginosa* et 16 mm contre *S. aureus* et *C. albicans*. Ces résultats confirment que la méthode de synthèse *in situ* favorise une meilleure dispersion et intégration des nanoparticules dans la matrice polymérique, augmentant ainsi leur interaction avec les microorganismes cibles.

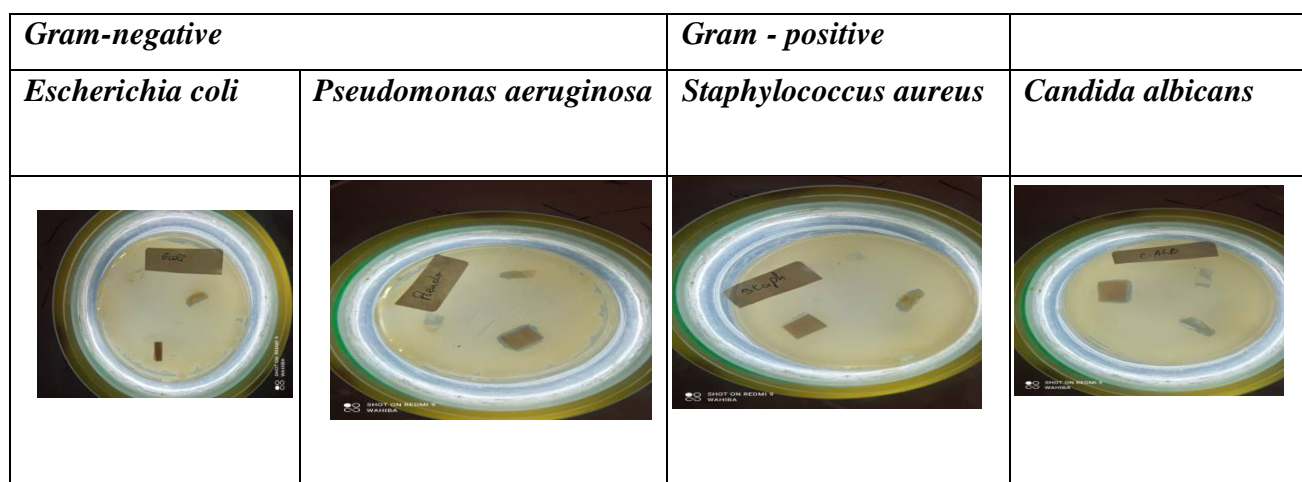


Figure 48: Test de l'activité antibactérienne des films d'hydrogel

Tableau 8: Évaluation de l'activité antibactérien des films d'hydrogel préparé

	CN/PVA (mm)	CN/PVA/NPs (mm)	CN/PVA/NPs (In situ) (mm)
<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	-	6	17
<i>Escherichia coli</i>	-	7	6
<i>Staphylococcus aureus</i>	-	6	16
<i>Candida albicans</i>	16	8	16

**Conclusion :**

En conclusion, ce chapitre a permis de préparer avec succès des films d'hydrogel à base de chitosane et de PVA, avec et sans nanoparticules d'argent. Les différentes méthodes de fabrication, ainsi que les tests de gonflement et de caractérisation, ont montré que l'ajout de nanoparticules influence les propriétés des films, en particulier leur capacité d'absorption et leur structure. Les résultats obtenus démontrent clairement l'efficacité des nanoparticules d'argent (AgNPs) en tant qu'agent antimicrobien lorsqu'elles sont incorporées dans une matrice polymérique à base de chitosane/PVA. Alors que les films CN/PVA seuls ont montré une activité antimicrobienne très limitée, voire absente contre les bactéries testées, l'ajout des AgNPs a permis une amélioration notable de l'inhibition microbienne, en particulier lorsque les nanoparticules sont synthétisées *in situ*.

**Les références :**

- [1]. Ahmed, E. M. (2015). Hydrogel: Preparation, characterization, and applications: A review. *Journal of Advanced Research*, 6(2), 105–121. DOI: 10.1016/j.jare.2013.07.006
- [2]. Caló, E., & Khutoryanskiy, V. V. (2015). Biomedical applications of hydrogels: A review of patents and commercial products. *European Polymer Journal*, 65, 252–267. DOI: 10.1016/j.eurpolymj.2014.11.024
- [3]. Li, J., & Mooney, D. J. (2016). Designing hydrogels for controlled drug delivery. *Nature Reviews Materials*, 1, 16071. DOI: 10.1038/natrevmats.2016.71
- [4]. Peppas, N. A., & Hoffman, A. S. (2012). Hydrogels in Biology and Medicine: From Molecular Principles to Bionanotechnology. *Advanced Materials*, 24(33), 5193–5195. DOI: 10.1002/adma.201202343
- [5]. Rinaudo M. (2006). Chitin and chitosan: Properties and applications. *Prog. Polym. Sci.*, 31(7), 603–632.
- [6]. Mäkelä, J. M., et al. (2021). Poly(vinyl alcohol): Materials, Processing and Applications. In *Handbook of Polymers* (2nd ed.), Elsevier. pp.355–370.
- [7] Rai, M., et al. (2009). "Silver nanoparticles as a new generation of antimicrobials." *Biotechnol. Adv.*, 27(1), 76–83.
- [8] ASTM E2149-13a – Antimicrobial Activity of Immobilized Agents.
- [9] Ahmed, S., et al. (2016). "Chitosan-based composite materials for antimicrobial applications." *Int. J. Biol. Macromol.*

---

## **Conclusion générale**

---

## *Conclusion générale*

---

Ce travail de recherche a permis de développer et de caractériser des films d'hydrogel à base de chitosane (CN) et de polyvinylalcool (PVA), enrichis en nanoparticules d'argent (AgNPs), en vue de leur utilisation potentielle dans le domaine biomédical. L'objectif principal consistait à optimiser les propriétés physico-chimiques, notamment le gonflement et l'activité antibactérienne, des films synthétisés.

La première partie du mémoire a été consacrée à une étude bibliographique détaillée sur les hydrogels, le chitosane, le PVA et les nanoparticules d'argent, mettant en lumière leurs propriétés et leurs nombreuses applications. Ensuite, la biosynthèse des AgNPs a été réalisée avec succès en utilisant des extraits végétaux, suivie d'une caractérisation par spectroscopie UV-Visible et mesure du potentiel zêta, confirmant la formation efficace et stable des nanoparticules.

La dernière partie du mémoire a porté sur la formulation des films d'hydrogel, leur étude de gonflement en fonction du temps et du pH, ainsi que l'évaluation de leur activité antibactérienne. Les résultats ont montré que :

- L'ajout modéré de nanoparticules (notamment à 5 %) améliore la capacité de gonflement.
- Une teneur trop élevée en AgNPs entraîne un effet densifiant et réduit l'absorption d'eau.
- Les films présentent une activité antimicrobienne notable, surtout lorsqu'ils sont préparés in situ avec les nanoparticules.

Ainsi, ces films d'hydrogel CN/PVA/AgNPs offrent des perspectives prometteuses pour des applications biomédicales, notamment comme matériaux de pansement ou systèmes de libération contrôlée.

## ملخص:

في هذا العمل، قمنا بتحضير وتقييم أغشية هيدروجيل مكونة من الكيتوسان والكحول البولي فينيل، مدعمة بجزيئات نانوية من الفضة، بهدف استخدامها في التطبيقات الطبية الحيوية. تم تحضير الجزيئات النانوية بطريقة صديقة للبيئة باستخدام مستخلص نبات ، ثم تم إدخالها إلى الهيدروجيل إما بشكل مباشر أو من خلال التخليق الموضعي داخل الوسط. تم اختبار خصائص الانتفاخ للأغشية بحسب الزمن ودرجة الحموضة، ومن خلال الأنشطة المضادة للبكتيريا، إضافة إلى تحليلها طيفياً وحرارياً. أظهرت النتائج أن إضافة نسبة قليلة من الجزيئات النانوية تحسن من قدرة الهيدروجيل على الانتفاخ واستقراره، بينما تؤدي النسب العالية إلى تقليل هذه الخصائص.

## الكلمات المفتاحية:

كيتوسان ,كحول بولي فينيل , هيدروجيل , جزيئات نانوية فضية , تخليق أخضر, انتفاخ, الأشعة تحت الحمراء.

## Résumé :

Dans ce travail, nous avons préparé et évalué des films d'hydrogel à base de chitosane (CN) et de polyvinylalcool (PVA), incorporant des nanoparticules d'argent (AgNPs) en vue d'applications biomédicales. Les nanoparticules ont été synthétisées par une méthode verte utilisant un extrait, puis ajoutées aux hydrogels soit directement, soit par une synthèse in situ. Les films obtenus ont été caractérisés par des tests de gonflement en fonction du temps et du pH, et par les activités antibactérien, ainsi que par des analyses FTIR et DSC. Les résultats ont montré que l'ajout de nanoparticules à faible pourcentage améliore les propriétés de gonflement et la stabilité des films, tandis qu'un excès peut réduire leur efficacité.

## Mots-clés :

Chitosane, PVA, Hydrogel, Nanoparticules d'argent, Synthèse verte, Gonflement, FTIR.

## Abstract:

In this work, we prepared and evaluated hydrogel films based on chitosan (CN) and polyvinyl alcohol (PVA), incorporating silver nanoparticles (AgNPs) for biomedical applications. The nanoparticles were synthesized using a green method with plant extract, and incorporated into the hydrogel either by direct addition or via in situ synthesis. The films were analyzed through swelling tests over time and at different pH levels, and by antibacterial activities, as well as structural (FTIR) and thermal (DSC) characterizations. The results showed that a low concentration of AgNPs improved the swelling and stability of the films, while higher concentrations reduced these properties.

## Keywords:

Chitosan,PVA, Hydrogel, Silver nanoparticles, Green synthesis, Swelling, FTIR.