

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLICUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
جامعة عمّار ثليجي بالأغواط
UNIVERSITE AMAR TELIDJI LAGHOUAT

كلية العلوم
FACULTE DES SCIENCES

قسم علوم المادة
DEPARTEMENT SCIENCES DE LA MATIERE



Mémoire de Master

Domaine : Sciences de la matière
Filière : Chimie
Option : Chimie Inorganique

Par :
M^{elle}. Dimah Kaoutar

THEME

**Synthèse verte des composées d'oxydes Mn, Cu ,
Ag ,Zn et leurs activité antibactériens**

Soutenu publiquement le 22/06/2023 devant le jury composé de :

Pr. HEBBOUL Zoulikha	Pr, Université Laghouat	Présidente
Dr. MOUATTAH Dalila	MCB, Université Laghouat	Examinatrice
Dr. AMI Yasmina	MAA, Université Laghouat	Examinatrice
Dr. BENCHIKH Imen	MCA, Université Laghouat	Promotrice
Dr. ALLAL Farida	MCA, Université Laghouat	Co-Promotrice

Année Universitaire 2022/2023

Tableau de matiere

Remerciement	
Dédicace	
Résumé	
List des abréviations	
List des figures	
List des tableaux	
Introduction	1

Chapitre I

I Nano monde :	3
I.1 Nanoparticule (nanopoudre et poudre ultrafine) :	4
2. Nano fibres:.....	4
3. Nano feuillets :	5
4. Nano couches :	5
II Classification des nanoparticules :	6
II.1 Nanoparticules organiques :	6
2. Nanoparticules inorganiques :	6
2.1. A base de minéraux	6
2.2. A base d'oxydes métalliques :	7
2.3. Nanoparticules à base de carbone :	7
III Propriétés des nanoparticules :	7
IV. Synthèse verte des nanoparticules dans le domaine biologique :	10
IV.1. Protocole de synthèse verte des nanoparticules en utilisant des extraits de plantes :.....	10
1.1. Préparation de l'extrait de plante :	10
1.2. Synthèse des nanoparticules :	11
2. Caractérisation des nanoparticules :	11
2.1. Microscopie électronique :	11
2.2. Diffraction des rayons X :	11
2.3. Spectroscopie infrarouge (IR) :	11
3. Présentation des plantes :	11
3.1. Plante de <i>Moringa</i> :	11

Chapitre II

I. Lieu d'étude.....	14
1. Instruments	14
2. Produits utilisés.....	14
3. Microorganismes testés :	15
II. Protocole de synthèse de nanoparticules utilisant un extrait de plante de <i>Moringa</i> :	15

II.1.	Synthèse et caractérisations des nanoparticules d'oxyde de métaux :	16
1.1.	Préparation de l'extrait de feuilles de <i>Moringa</i> :	16
1.2.	Synthèse de nanoparticules d'oxyde de cuivre :	17
1.3.	Synthèse de nanoparticules d'oxyde d'argent :	18
1.4.	Synthèse de nanoparticules d'oxyde de zinc :	19
1.5.	Synthèse de nanoparticules d'oxyde de manganèse :	21
III	Application biologique des nanoparticules :	22
1)	Tests préliminaires :	22
2)	Vérification de la pureté des souches :	22
3)	Conservation des souches :	22
4)	Observation macroscopique :	22
5)	Observation microscopique :	22
6)	Coloration de Gram :	22
IV	Méthodes de détermination de l'activité antimicrobienne des nanoparticules :	23
IV.1.	Préparation milieu MHA :	23
1.1.	Préparation des suspensions bactériennes :	23
1.2.	Ensemencement en masse dans la boîte de Pétri :	24
2.	Méthode de cartérisation des nanoparticules :	24
2.1.	Diffraction de rayons X:	24
2.2.	Spectroscopie infra rouge à transformée de Fourier :	25
2.3.	Microscope électronique à balayage environnemental(MEB) :	25

Chapitre III

I	Cratérisations des nanoparticules :	27
I.1	NPs d'oxyde de cuivre NPCuO :	27
1.1.	Diffraction des rayons X :	27
1.2.	Spectroscopie Infra Rouge (FT-IR):	28
1.3.	Microscopie électronique à balayage MEB:	29
2.	NPs d'oxyde d'argent NPAgO :	29
2.1.	Diffraction des rayons X :	29
2.2.	Spectroscopie Infra Rouge (FT-IR) :	30
2.3.	Microscopie électronique à balayage MEB :	31
3.	NPs d'oxyde de zinc NPZnO.....	32
3.1.	Diffraction des rayons X :	32
3.2.	Spectroscopie Infra Rouge (FT-IR) :	32
3.3.	Microscopie électronique à balayage MEB :	33
4.	NPZnO d'oxyde de magnésium NPMnO :	34

4.1.	Diffraction des rayons X :	34
4.2.	Spectroscopie Infra Rouge (FT-IR) :	35
4.3.	Microscopie électronique à balayage MEB :	35
II	Évaluation de l'activité bactéricide :	36
a)	Méthode de diffusion sur gélose :	36
b)	Préparation de la solution de nanoparticules :	37
c)	Préparation de l'inoculum bactérien :	37
d)	Test d'activité bactéricide :	37
1.	Protocole évaluer l'activité antibactérienne des nanoparticules :	37
1.1.	Préparation de la gélose :	37
1.2.	Préparation des nanoparticules :	37
1.3.	Préparation des disques de papier :	37
1.4.	Application des nanoparticules :	37
1.5.	Ensemencement des bactéries :	37
1.6.	Incubation :	38
1.7.	Mesure de l'inhibition bactérienne :	38
1.8.	Remarque- Contrôles :	38
2.	Mécanisme d'activité antibactérienne :	41
2.1.	Perturbation de la membrane cellulaire :	41
2.2.	Inhibition enzymatique :	41
2.3.	Interaction avec les groupes fonctionnels des protéines :	41
2.4.	Génération de particules ioniques :	41
conclusion		45
References		46

Remerciements

Avant toute, je remercie Dieu qui j'ai guidé tout le long de ce chemin afin de réalisation ce modeste travail.

Je remercie **Dr. BENCHIKH Imen** Grâce à son bonté et sa gentillesse, elle m'a accordé une grande confiance en me proposant cette étude et en acceptant d'encadrer mon travail. *Encore une fois, je vous remercie chaleureusement* Co-promotrice **Dr.ALLAL Farida** pour votre collaboration et pour avoir partagé votre expertise. *Ce projet a bénéficié grandement de votre participation et je suis reconnaissant(e) d'avoir eu l'opportunité de travailler à vos côtés .*

Je remercie **Pr.BENMOULAI-HEBBOUL Zoulikha** pour l'honneur qu'elle m'a fait en présidant le jury ainsi que **Dr.AMI Yasmina et Dr.MOUATAH Dalila** d'avoir examiné ce travail, Votre rôle en tant qu'examinatrices a été essentiel dans la validation de mes connaissances et de mes compétences acquises au cours de ce projet. À tous nos professeurs qui n'ont ménagé aucun effort pour nous transmettre leurs connaissances au cours de notre cursus universitaire.

Je remercie également laboratoire physicochimie des matériaux LPCM, dirigé par Monsieur **Taouti Med Ben Abdallah** Université Amar Telidji de Laghouat

Je remercie également tous mes collègues du département de biologie pour votre temps

Je remercie également à tous membres de laboratoire, chercheurs, et ingénieurs pour leurs soutiens et leurs encouragements avec qui j'eus le plaisir de travailler.

Enfin, Je ne pourrie oublier de remercier madame **Halima Attar** pour votre patient votre l'aide.

Merci à tous et à toutes.

Dédicace

Je dédie ce travail, qui est l'aboutissement de toutes les années d'études, qui ne se sont pas terminées sans votre amour et vos encouragements :

Je remercie Dieu Tout-Puissant de je avoir donné le courage, la patience et la volonté de faire ce travail.

Je dédie cet acte humble, en particulier à mes parents pour les encourager et les aider.

Pour ma Mère qui représente ma vie, Je te dédie ce travail en témoignage de mon Profond amour. Puisse Dieu, le tout puissant, te préserver et t'accorder santé, longue vie et bonheur.

Pour mon père qui il y a Aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour, l'estime, le dévouement et le respect que j'ai toujours eu pour vous, Ce travail est le fruit de tes Sacrifices que tu as consentis pour mon éducation et ma formation.

Merci de votre patience à nous accompagner toutes ces années.

A mes sœurs: Fatima, Halima et Fatima la femme de mon frère

Mes frères: Moussa, Atia, Omer ; Abderrahmane ; Abubaker ; Hamza et toute la famille pour leur présence Constante et leurs encouragements.

Mon amie proche Siham pour les meilleurs moments passés ensemble

A tous mes amis qui me connaisse de près ou de loin.

Et à ceux qui je suis chers et à ceux qui nous ont aidés dans l'accomplissement de ce travail.

Kaoutar

المخلص

تعتبر جسيمات النانوية المشكّلة من أكاسيد المنغنيز والفضة والنحاس والزنك باستخدام أوراق نبات المورينغا الجافة بالطريقة البيولوجية التوليف الأخضر أو التصنيع الأخضر طريقة سهلة و غير مكلفة و آمنة بيئيًا و قد تمت دراسة خصائص هذه الجسيمات النانوية باستخدام العديد من التقنيات منها تقنية حيود الأشعة السينية و بتقنية مطياف امتصاص الأشعة تحت الحمراء و المجهر الإلكتروني الماسح باستخدام هذه التقنيات يمكن تقييم نشاط الجسيمات النانوية المضاد للبكتيريا. وقد تم استخدامها لتحديد قدرتها على قتل البكتيريا أو تثبيط نموه

أظهرت الجسيمات النانوية للأ أكاسيد نشاطًا مضادًا للبكتيريا ضد السلالات البكتيرية المختلفة بما في ذلك الإشريكية القولونية والمكورات العنقودية الذهبية والزائفة الزنجارية .

الكلمات المفتاحية : التوليف الأخضر / الجسيمات النانوية / النشاط المضاد للبكتيريا / نبات المورينغا

Résumé

La synthèse verte des nanoparticules à partir d'oxydes de magnésium, d'argent, de cuivre et de zinc à l'aide de feuilles de *Moringa* sèche, est une méthode simple, peu coûteuse et respectueuse de l'environnement. Les propriétés de ces nanoparticules ont été étudiées à l'aide de plusieurs techniques de technique de diffraction des rayons X et la spectroscopie d'absorption infrarouge et la microscopie électronique à balayage. A l'aide de ces caractérisations, il est possible d'évaluer l'activité antibactérienne des nanoparticules. En effet, ces dernières ont été testées pour leur capacité à inhiber leur croissance. Les nanoparticules d'oxyde ont démontré une activité antibactérienne contre diverses souches bactériennes, telles que *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* et *Pseudomonas aeruginosa*

Mot clé : synthèse verte /nanoparticule / l'activité antibactérienne / feuilles de *Moringa*

Abstract

The green synthesis of nanoparticles from magnesium, silver, copper and zinc oxides using dry *Moringa* leaves is a simple, inexpensive and environmentally friendly method, the properties of these nanoparticles were studied using several techniques of X-ray diffraction technique and spectroscopy of infrared absorption and scanning electron microscopy. Using these characterizations, it is possible to evaluate the antibacterial activity of the nanoparticles. Indeed, the latter have been tested for their ability to inhibit their growth. The oxide nanoparticles demonstrated antibacterial activity against various bacterial strains, such as *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* and *Pseudomonas aeruginosa*

Keyword: green synthesis / nanoparticles / antibacterial activity/ dry *Moringa* leaves

Liste des abréviations

DRX	Diffraction de rayons X
<i>E. coli</i>	<i>Escherichia coli</i>
FT-IR	Infra rouge à transformée de Fourier
MEB	Microscope électronique à balayage
<i>M. oléifère</i>	Feuilles de <i>Maringa</i>
MHA	Milieu Muller Hinton Agar
NPs	Nanoparticules
NPs AgO	Nanoparticules d'oxyde d'argent
NPs CuO	Nanoparticules d'oxyde de cuivre
NPs MnO	Nanoparticules d'oxyde de manganèse
NPs ZnO	Nanoparticules d'oxyde de zinc
<i>Staphe.a</i>	<i>Staphylococcus aureus</i>
<i>P. a</i>	<i>Pseudomonas aeruginosa</i>

List des figures

Chapeter I

<i>Figure 1: Echelle nanoscopique dans le nano-monde</i>	3
<i>Figure 2: observation par microscopie électronique a balayage de nanoparticules d'or.</i>	4
<i>Figure 3: image SEM de nanotubes d'or qui ont été brisés par sonication pour montrer leurs sections transversales ;les nanotubes d'or ont été préparés en réagissant des nano fils d'argent avec une solution aqueuse H_{Au}Cl₄ .</i>	4
<i>Figure 4: SEM image d'oxyde graphene</i>	5
<i>Figure 5: nanomatériaux avec une variété de morphologie (a) nano fleur de titaniume 3D; (b) nano cube de silver 0D ; (c) nano fleur de SnO₂ 3D</i>	6
<i>Figure 6: nanoparticules organique (a) Dendrimers (b) liposomes et Micelles (c) Ferritine</i>	6
<i>Figure 7 : formes allotropique du carbone (a) 2D sp² (b)3D sp² (c) 0D sp² (d) nanotube 1D sp²</i>	7
<i>Figure 8: les feuilles de moringa</i>	12

Chapitre II

<i>Figure 9: protocole de préparation</i>	16
<i>Figure 10: préparation de l'extrait de feuilles de Maringa sèche (photo original 2023)</i>	17
<i>Figure 11: Méthodes de macération</i>	17
<i>Figure 12 : mélange obtenu après l'ajout de CuSO₄ (photo original 2023)</i>	18
<i>Figure 13: synthèse de nanoparticules d'oxydes de cuivre (photo original 2023)</i>	18
<i>Figure 14: mélange obtenu après l'ajout de AgNO₃ (photo original 2023)</i>	19
<i>Figure 15 : synthèse de nanoparticule d'oxyde d'argent(photo original 2023)</i>	19
<i>Figure 16: mélange obtenu après l'ajout de ZnSO₄(photo original 2023)</i>	20
<i>Figure 17: synthèse de nanoparticule d'oxyde de Zinc(photo original 2023)</i>	20
<i>Figure 18: mélange obtenu après l'ajout de MnSO₄ (photo original 2023)</i>	21
<i>Figure 19: synthèse de nanoparticule d'oxyde de manganèse (photo original 2023)</i>	21
<i>Figure 20: Préparation de milieu Muller Hinton Agar Sous agitation a 350C°</i>	23
<i>Figure 21: Ensemencement dans la boîte de pétri (photo original 2023)</i>	24
<i>Figure 22: image de l'appareil diffractomètre a RX sur poudre</i>	25
<i>Figure 23: image de l'appareil spectrophotomètre burker vectoe22</i>	25
<i>Figure 24: image de l'appareil Microscope électronique à balayage (SEM) ESEM</i>	26

Chapeter III

<i>Figure 26: Diffractogrammes d'un échantillon de NP CuO vert synthétisé par l'extrait de feuille de M.oleifera sèche</i>	27
<i>Figure 27: specter (FT-IR) de nanoparticule d'oxyde de cuivre NPCuO</i>	28
<i>Figure 28: image MEB de nanoparticule d'oxyde de cuiver NPCuO</i>	29
<i>Figure 29: diffractogrammes d'un échantillon de NPAgO vert synthétisé par extrait de feuille de M.Oleifera sèche</i>	30
<i>Figure 30: spectre (FT-IR) de nanoparticule d'oxyde de l'argent NPAgO</i>	31
<i>Figure 31: image MEB de nanoparticule d'oxyde de l'argent NPAgO</i>	31
<i>Figure 32: diffractogrammes d'un échantillon de NPZnO vert synthétisé par extrait de feuille de M.Oleifera sèche</i>	32
<i>Figure 33: spectre (FT-IR) de nanoparticule d'oxyde de Zinc NPZnO</i>	33
<i>Figure 34: Image MEB de nanoparticule d'oxyde de Zinc NPZnO</i>	34

Figure 35: <i>Diffractogrammes d'un échantillon de NPMnO vert synthétisé par extrait de feuille de M.Oleifera sèche</i>	34
Figure 36: <i>spectre (FT-IR) de nanoparticule d'oxyde de Manganèse NPMnO</i>	35
Figure 37: <i>image MEB de nanoparticule d'oxyde manganèse NPMnO</i>	36
Figure 38: <i>l'activité antibactérienne des NPs CuO</i>	38
Figure 39: <i>l'activités antibactérienne de NPs ZnO</i>	39
Figure 40: <i>l'activité anti bactérienne de NPs MnO</i>	39
Figure 41 : <i>l'activité anti bactérienne de NPs AgO</i>	40
Figure 42: <i>Mécanisme de l'activité bactéricide des nanoparticules de CuO contre des souches bactériennes sélectionnées.</i>	42

List de tableaux

Tableau 1: <i>Exemples de champs d'application en fonction du type de nanoparticule.....</i>	9
Tableau 2: <i>instruments utilisés pour les essais biologiques</i>	14
Tableau 3: <i>liste des produits utilisés.....</i>	15
Tableau 4: <i>Résultats d'oxydes des métaux et leurs activités antibactériennes.....</i>	43

Introduction général

Les nanotechnologies sont devenues l'une des technologies interdisciplinaires les plus prometteuses, reliant la physique, la chimie, la biologie, la science des matériaux, l'électronique et la médecine [1]. La quantité de nanoparticules manufacturées devrait augmenter de manière significative dans les années à venir, car elles font l'objet d'une attention mondiale croissante en raison de leurs propriétés attrayantes, de leurs multifonctionnalités, de leurs caractéristiques uniques et de leurs applications innovantes dans différents domaines industriels et scientifiques [2-6].

Les nanoparticules vertes ou nanoparticules écologiques sont des nanométriques fabriquées à partir de matériaux naturels ou renouvelables, ou produites à l'aide de méthodes de synthèse respectueuses de l'environnement. Ces nanoparticules ont des applications dans nombreux domaines, notamment la médecine, l'électronique, l'énergie, l'environnement et l'agriculture.

Il existe de nombreuses méthodes de synthèse verte de nanoparticules, synthèse par voie biologique c'est une méthode utilise des micro-organismes tels que des bactéries, des levures ou des champignons pour synthétiser les nanoparticules. Les micro-organismes utilisent des mécanismes biologiques pour transformer les composés chimiques en nanoparticules et la synthèse par voie végétale en utilisant les extraits de plantes pour synthétiser les nanoparticules. Les extraits contiennent des composés actifs qui peuvent réduire les ions métalliques en nanoparticules [7]. La synthèse par voie chimique verte utilise des réactifs et des solvants non toxiques et renouvelables pour synthétiser les nanoparticules. Les réactifs utilisés sont souvent des dérivés de sucres, d'amidon ou de cellulose et la synthèse par voie électrochimique s'agit d'une méthode utilisant des électrodes pour synthétiser les nanoparticules. Les électrodes sont immergées dans des solutions contenant des ions métalliques, et l'application d'un courant électrique déclenche la réduction des ions en nanoparticules. En général, les synthèses vertes de nanoparticules se révèlent extra durables et moins toxiques pour l'environnement que les méthodes traditionnelles de synthèse de nanoparticules. Indépendamment, il est important de noter que même les méthodes de synthèse verte peuvent avoir des impacts environnementaux et sanitaires s'ils ne sont pas utilisés correctement[8].

L'objectif de ce travail est de préparer des nanoparticules respectueuses de l'environnement en utilisant des extraits naturels de plantes on a choisi l'extrait de plante de *Moringa* sèche, de manière simple et peu évitée. Pour étudier l'effet de la nature de l'extrait aqueux (sec) de cette plante pour former des nanoparticules d'oxyde avec une activité antibactérienne.

Introduction général

Le mémoire qui décrit ce travail commencé par une introduction qui expose l'importance de ces nanoparticules et présenté les avantages de synthèse verte et le premier chapitre qui présente la définition des nanoparticules, classification de ces nanoparticule et étudier leurs propriétés.

Le deuxième chapitre est étudier le protocole de préparation les nanoparticules en utilise la synthèse vert et pour troisième chapitre montré la caractérisation avec trois techniques et évaluer l'activité antibactérienne des nanoparticules synthétisées contre des bactéries souches spécifiques . *Escherichia coli* *Staphylococcus aureus* et *Pseudomonas aeruginosa*

En résumé, cette recherche vise à synthétiser des nanoparticules respectueuses de l'environnement et efficaces contre les bactéries en utilisant des extraits naturels de plantes.

Chapitre I [Etude Bibliographique]

Introduction

Les nanoparticules (NPs) ne sont pas des particules dont le diamètre varie de 1 à 100 nm ($\leq 0.1 \mu\text{m}$). Elles peuvent avoir une variété de tailles et de morphologies telles qu'amorphe, cristalline, sphérique...etc. [9]. Les propriétés des nanoparticules ne sont pas différentes pour le rapport ou même matériau du fait que le rapport surface/volume des nanoparticules augmente peut-être avec la diminution de la taille des particules. Les nanoparticules métalliques telles que l'or, l'argent, le zinc, le titane, le fer et le cuivre. Ont acquis une considération colossale ces derniers temps en raison de leurs propriétés catalytiques, électroniques, magnétiques, chimiques, photo électrochimiques et optiques uniques. Ces propriétés peuvent être appliquées dans plus de domaines tels que la biomédecine, la pharmacie, la catalyse, la délivrance de médicaments, les antimicrobiens, etc. [6]

I Nano monde :

Le "nanomonde" est un terme utilisé pour décrire l'univers des entités qui ont une taille comprise entre 1 et 100 nanomètres. Cela inclut les structures de nature ou artificielles qui nous disent que les nanoparticules, les nanotubes, les nanocristaux, les nanofiles et les nanostructures biologiques. Les propriétés et la comparaison de ces ingrédients peuvent être différentes de leurs homologues aux échelles macroscopiques, en termes d'effets quantitatifs et d'interactions de surface qui prévalent aux échelles nanométriques. La recherche en nanosciences et nanotechnologies s'est focalisée sur l'étude et l'exploitation de ce "nanomonde" pour le développement de nouvelles technologies, matériaux et applications dans ces domaines tels que la médecine, l'énergie, l'électronique, la catalyse et environnement **figure 1** [10].

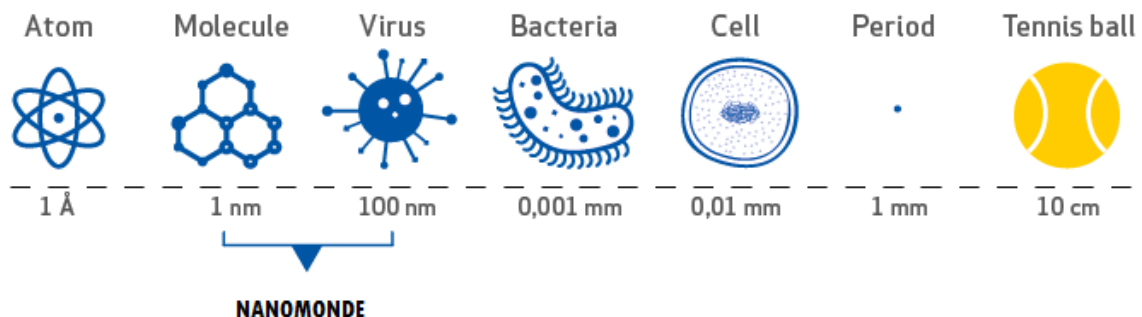


Figure 1: Echelle nanoscopique dans le nano-monde

I.1 Nanoparticule (nanopoudre et poudre ultrafine) :

C'est un nanomatériau de dimension zéro, Pour certaines utilisations, NPs possèdent des propriétés uniques en raison de la petite taille de leurs particules, notamment un rapport surface/volume plus élevé, une meilleure réactivité et des propriétés mécaniques et électriques améliorées. Ils sont utilisés dans une variété d'applications, telles que l'électronique, le stockage de l'énergie et l'ingénierie biomédicale **figure 2**[11] .

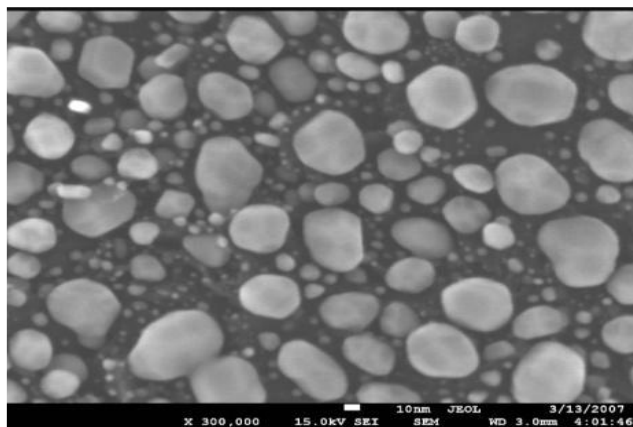


Figure 2: observation par microscopie électronique a balayage de nanoparticules d'or[1].

2. Nano fibres:

Les nanotubes sont des structures cylindriques très fines et très longues composées d'atomes de carbone disposés en hexagones et assemblés en une feuille enroulée sur elle-même pour former un tube. Les nanotubes peuvent avoir des diamètres allant de quelques nanomètres à plusieurs dizaines de nanomètres et des longueurs allant jusqu'à plusieurs centimètres. Les nanotubes présentent des propriétés uniques telles qu'une grande résistance mécanique, une conductivité électrique et thermique élevée, ainsi qu'une grande surface spécifique. Ces propriétés en font des matériaux très prometteurs pour des applications dans de nombreux domaines tels que l'électronique, la catalyse, la médecine, les matériaux composites, etc. **figure 3**[12].

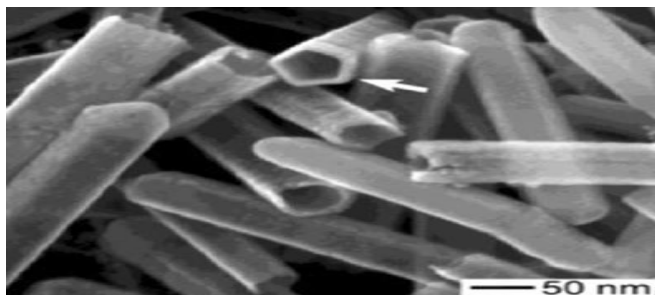


Figure -3: image SEM de nanotubes d'or qui ont été brisés par sonication pour montrer leurs sections transversales ;les nanotubes d'or ont été préparés en réagissant des nano fils d'argent avec une solution aqueuse HAuCl₄[9] .

3. Nano feuillets :

Les nano feuillets, également appelés nano lames, sont des matériaux qui ont une épaisseur de quelques nanomètres (généralement moins de 10 nm) et une largeur de plusieurs micromètres. Ils sont souvent constitués de couches de matériaux empilées les unes sur les autres pour former une structure en feuillet. Les nano feuillets peuvent être fabriqués à partir d'une variété de matériaux tels que le graphène, le disulfure de molybdène, le di séléniure de tungstène et le nitrure de bore hexagonal. Ils présentent des propriétés uniques telles qu'une grande surface spécifique, une grande conductivité électrique et thermique, et une grande résistance mécanique. Les nano feuillets ont des applications potentielles dans divers domaines, notamment l'électronique, l'énergie, la catalyse et la biologie **figure 4 [8]**.

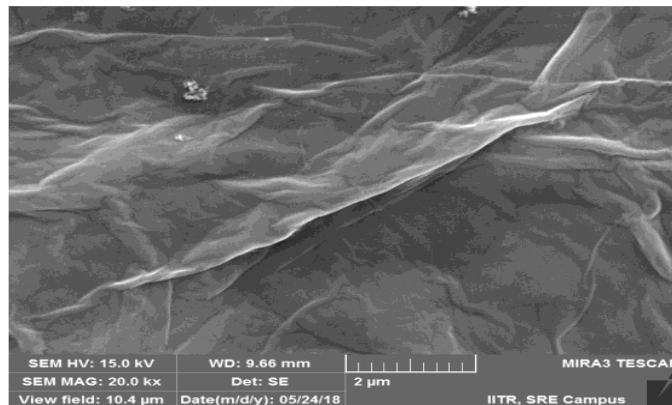


Figure 4: SEM image d'oxyde graphene[1]

4. Nano couches :

Les nano couches, également appelées couches minces, sont des couches de matériaux dont l'épaisseur est de l'ordre de quelques nanomètres à quelques microns. Ces couches peuvent être déposées sur des substrats solides tels que le verre, le silicium ou des métaux pour modifier leurs propriétés physiques et chimiques.

Les nano couches sont utilisées dans de nombreux domaines tels que l'optique, l'électronique, la catalyse et la biologie. Par exemple, les nano couches d'oxyde de zinc peuvent être utilisées comme capteurs de gaz, les nano couches d'or sont utilisées comme substrats de surface améliorée pour la spectroscopie et la détection, et les nano couches de polymères peuvent être utilisées comme revêtements anti-adhésifs pour les dispositifs médicaux **figure 5[13]**.

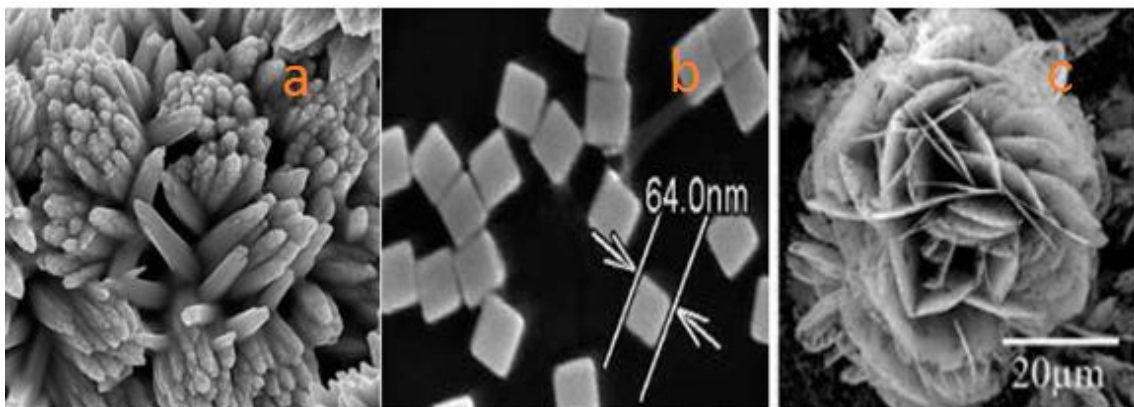


Figure 5: nanomatériaux avec une variété de morphologie (a) nano fleur de titane 3D; (b) nano cube de silver 0D ; (c) nano fleur de SnO₂ 3D[1]

II Classification des nanoparticules :

Les nanoparticules sont classées selon leur composition chimique en deux catégories les nanoparticules organiques et nanoparticules inorganiques

II.1 Nanoparticules organiques :

Diverses nanoparticules organiques, ou en tant que polymères communément connus, peuvent être préparées sous forme de fils nanoparticules. De nouvelles structures ont également été fabriquées, qui représentent une nouvelle classe de polymères à structure et dimensions contrôlées nanomètre. Ces particules sont biodégradables, non toxiques et sensibles aux rayonnements thermiques et électromagnétiques tels que Chaleur et lumière **figure 6** [14].

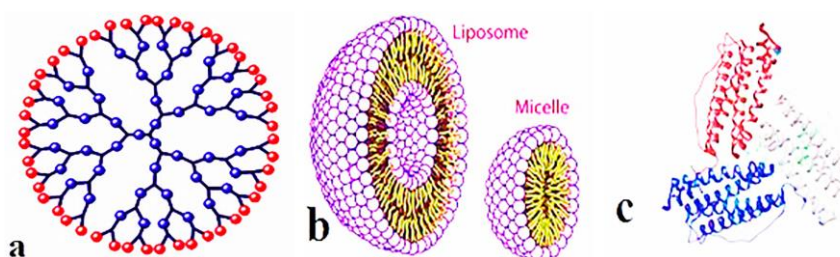


Figure 6: nanoparticules organique (a) Dendrimers (b) liposomes et Micelles (c) Ferritine[4]

2. Nanoparticules inorganiques :

Ce sont des particules complètement dépourvues de carbone. Les nanoparticules sont classées en fonction des métaux et des oxydes métaux à partir desquels il est fabriqué.

2.1. A base de minéraux :

Nanoparticules qui sont synthétisées à partir de minéraux soit par des méthodes destructif ou constructif. Des nanoparticules métalliques (or, cuivre, silicium, fer, argent etc.) sont

utilisées à grande échelle en raison de ses nombreuses propriétés telles que la nature de surface, la taille des pores, les structures cristallines, etc. Formes cristallines, sphériques et cylindriques, couleurs, et réponse et sensibilité aux facteurs environnementaux [14] .

2.2. A base d'oxydes métalliques :

Les nanoparticules à base d'oxydes métalliques sont synthétisées pour modifier Les propriétés des nanoparticules à base de métal respectives, par exemple, les particules sont oxydées En présence d'oxygène à température ambiante (Fe) se transforme instantanément en oxyde de fer (Fe_2O_3). Ce qui augmente sa réactivité par rapport aux nanoparticules de fer. Les nanoparticules d'oxydes métalliques sont fabriquées sous forme de. Indispensable par sa réactivité accrue, son efficacité et ses propriétés exceptionnelles [14] .

2.3. Nanoparticules à base de carbone :

Les nanoparticules composées entièrement de carbone sont connues pour être à base de carbone Peut être Classés en fullerènes, graphène, nanotubes de carbone, nanofibres de carbone, noir de carbone et parfois Charbon actif de taille nanométrique **figure 7** [14] .

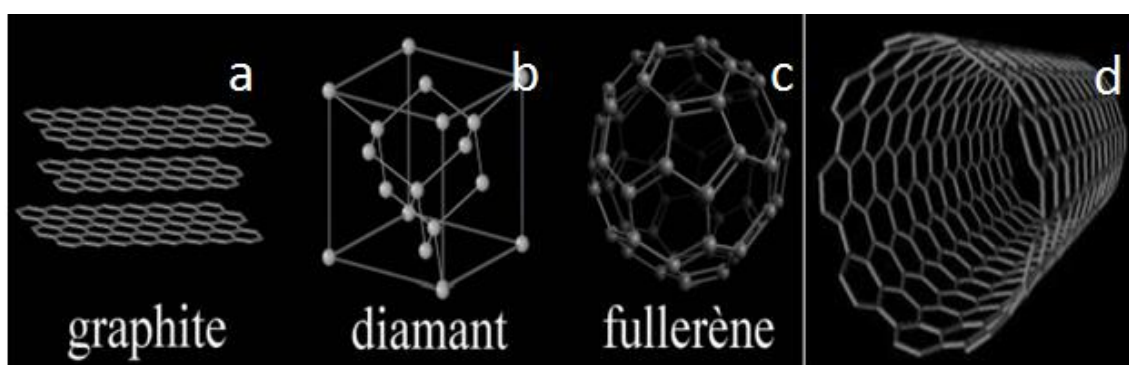


Figure 7 : formes allotropique du carbone (a) 2D sp^2 (b) 3D sp^2 (c) 0D sp^2 (d) nanotube 1D sp^2 [6]

III Propriétés des nanoparticules :

Les nanoparticules présentent plusieurs propriétés physicochimiques et biologiques uniques en raison de leur petite taille et de leur grande surface spécifique par rapport à leur volume. Certaines des propriétés les plus remarquables sont :

1. Taille et forme contrôlables :

Les nanoparticules peuvent être synthétisées pour avoir des tailles et des formes spécifiques, ce qui peut être utile dans diverses applications, telles que la catalyse, la délivrance de médicaments et l'imagerie médicale[10].

2. Grande surface spécifique :

Les nanoparticules ont une grande surface spécifique par rapport à leur volume, ce qui peut augmenter leur réactivité chimique et améliorer leur capacité à adsorber les molécules[10].

3. Propriétés optiques :

Les nanoparticules ont des propriétés optiques uniques en raison de leur petite taille et de leur interaction avec la lumière. Par exemple, les nanoparticules d'or ont une couleur rouge caractéristique due à leur plasmon de surface[15].

4. Propriétés magnétiques :

Les nanoparticules peuvent avoir des propriétés magnétiques, ce qui peut être utilisé dans des applications telles que la séparation des protéines et l'imagerie médicale[15].

5. Propriétés électriques :

Les nanoparticules peuvent avoir des propriétés électriques, ce qui peut être utilisé dans des applications telles que la production d'énergie et la détection des gaz[15].

6. Propriétés mécaniques :

Les nanoparticules peuvent avoir des propriétés mécaniques uniques, telles que leur résistance à la rupture, qui peuvent être utiles dans des applications telles que la fabrication de matériaux composite.[15].

7. Toxique :

Certaines nanoparticules peuvent être toxiques pour les organismes vivants, ce qui soulève des préoccupations environnementales et de santé publique[15].

8. Stabilité thermique :

Les nanoparticules peuvent avoir une stabilité thermique élevée, ce qui peut être utile dans des applications telles que la catalyse à haute température [15].

9. Propriétés de surface :

Les nanoparticules peuvent avoir des propriétés de surface uniques, telles que leur hydrophile ou leur hydrophobie, qui peuvent influencer leur interaction avec leur environnement et leur potentiel d'application[10]

10. Propriétés catalytiques :

Les nanoparticules peuvent avoir des propriétés catalytiques uniques en raison de leur grande surface spécifique et de leur réactivité chimique, ce qui peut être utile dans des applications telles que la production d'énergie et la production de produits chimiques.[16].

11. biomédecine :

Les nanoparticules peuvent être utilisées pour la détection précoce des maladies, la délivrance de médicaments et l'imagerie médicale. Elles ont également des propriétés antimicrobiennes,

antivirales et anticancéreuses qui peuvent être utilisées pour lutter contre les infections et les cancers [16].

12. Énergies renouvelables :

Les nanoparticules peuvent être utilisées pour améliorer l'efficacité des panneaux solaires en augmentant la capacité de conversion de la lumière en électricité. Elles peuvent également être utilisées pour améliorer la catalyse dans les piles à combustible et dans les processus de production d'hydrogène [16].

Cependant, il est important de noter que l'utilisation de nanoparticules synthétisées soulève également des préoccupations en matière de sécurité et d'impact environnemental. Les effets à long terme des nanoparticules sur la santé humaine et l'environnement sont encore largement inconnus et nécessitent des études approfondies. On rédigée des exemples de champs d'application dans **tableau 1**

Tableau 1: Exemples de champs d'application en fonction du type de nanoparticule [17]

<i>Champ d'application</i>	<i>Type de NPs</i>	<i>Propriétés</i>
Transports Revêtements Energie Vectorisation de médicament Imagerie	Nanotubes de carbone	Resistance mécanique (60 fois supérieure aux meilleurs aciers) Légèreté Dissipation électrostatique
Industrie électronique	Fullerènes	Supraconductivité
Cosmétique : crèmes solaires, laques Peintures	NPs dioxyde de titane	Filtre UV Photo catalytique
Pots d'échappement catalytiques – Accélérations des réactions chimiques dans l'industrie (oxydation du monoxyde de carbone)	NPs d'or	Catalytique
Textiles à usage clinique Pansements Traitement de surfaces	NPs d'argent	Antibactérien

IV. Synthèse verte des nanoparticules dans le domaine biologique :

L'utilisation de la synthèse verte des nanoparticules dans le domaine biologique présente plusieurs avantages. Tout d'abord, elle permet de réduire l'utilisation de produits chimiques toxiques et nocifs pour l'environnement et la santé. De plus, elle offre la possibilité d'utiliser des extraits naturels de plantes, qui ont souvent des propriétés thérapeutiques intéressantes, pour la préparation de nanoparticules. Enfin, la synthèse verte peut conduire à la production de nanoparticules de petite taille et de forme uniforme, ce qui peut améliorer leur activité biologique et leur capacité à pénétrer les cellules.[18]

Dans le domaine biologique, les nanoparticules synthétisées par la méthode verte peuvent être utilisées pour la délivrance de médicaments, la bio-imagerie, le diagnostic de maladies, et même pour la thérapie photodynamique. Les propriétés uniques des nanoparticules peuvent également être utilisées pour améliorer l'efficacité de la vaccination et la production d'anticorps, entre autres applications.[19].

Cependant, il est important de noter que les nanoparticules synthétisées par la méthode verte ne sont pas exemptes de risques pour la santé et l'environnement. Des études sont nécessaires pour évaluer leur adéquation et leur biodisponibilité, ainsi que pour comprendre leur interaction avec les organismes vivants.

La synthèse verte désigne une méthode de synthèse des nanoparticules qui utilise des extraits naturels de plantes, tels que l'extrait de feuilles de *Moringa*, comme agents de réduction et de stabilisation. Cette approche de synthèse verte est considérée comme respectueuse de l'environnement et économique car elle utilise des ingrédients naturels, abondants et peu appelés, en remplacement des produits chimiques toxiques souvent utilisés dans la synthèse traditionnelle des nanoparticules. La méthode de synthèse verte peut également améliorer la biodisponibilité et la biocompatibilité des nanoparticules synthétisées pour les applications dans le domaine médical et pharmaceutique[20].

IV.1. Protocole de synthèse verte des nanoparticules en utilisant des extraits de plantes :

1.1. Préparation de l'extrait de plante :

Les feuilles ou les tiges de la plante sélectionnées sont nettoyées, séchées, puis broyées pour obtenir une fine poudre. L'extrait est obtenu en faisant tremper cette poudre dans l'eau ou d'autres solvants organiques pendant quelques heures.

Il convient de noter que le protocole exact peut varier en fonction de la plante utilisée et du type de nanoparticules à synthétiser. Il est également important de s'assurer que l'extrait de plante

utilisé est pur et non contaminant pour garantir une synthèse efficace et reproductible des nanoparticules.

1.2. Synthèse des nanoparticules :

L'extrait obtenu est ensuite ajouté à une solution contenant des sels métalliques. La solution est agitée vigoureusement pendant un certain temps, puis chauffée à une température qui provoque la réduction des sels métalliques et la formation des nanoparticules.

2. Caractérisation des nanoparticules :

La caractérisation des nanoparticules est une étape importante pour comprendre les propriétés et les comportements de ces matériaux à l'échelle nanométrique. Voici quelques techniques courantes de caractérisation des nanoparticules et leurs interprétations telles que:

2.1. Microscopie électronique :

La microscopie électronique est une technique courante pour visualiser les nanoparticules. Elle peut être utilisée pour observer la morphologie, la taille et la distribution des nanoparticules. Les images obtenues peuvent être interprétées pour déterminer la forme des nanoparticules (sphérique, allongée, etc.), la taille moyenne des particules et leur distribution de taille [25]

2.2. Diffraction des rayons X :

La diffraction des rayons X est une technique courante pour déterminer la structure cristalline des nanoparticules. Les nanoparticules ont une taille cristalline inférieure à celle des matériaux en vrac, ce qui conduit souvent à une augmentation de la largeur des pics de diffraction. Les motifs de diffraction obtenus peuvent être interprétés pour déterminer la structure cristalline des nanoparticules. [26]

2.3. Spectroscopie infrarouge (IR) :

La spectroscopie IR peut être utilisée pour déterminer les groupes fonctionnels présents sur la surface des nanoparticules. Les nanoparticules ont une grande surface spécifique, ce qui augmente la probabilité d'interaction avec les molécules environnantes. Les spectres IR obtenus peuvent être interprétés pour déterminer les groupes fonctionnels présents sur la surface des nanoparticules. [27]

En général, la caractérisation des nanoparticules doit être effectuée en utilisant plusieurs techniques pour obtenir une compréhension complète des propriétés et du comportement des nanoparticules.

3. Présentation des plantes :

3.1. Plante de *Moringa* :

Moringa est un arbre pérenne, à croissance rapide, qui peut atteindre 7 à 12 mètres de hauteur et dont le tronc mesure 20 à 40 cm de diamètre[20]



Figure 8: les feuilles de moringa

a) Tronc

Le tronc est généralement droit, mais il est parfois très peu développé. En général, il atteint 1,5 à 2 mètres de haut avant de se ramifier, bien qu'il puisse parfois atteindre les 3 mètres.[20]

b) Branche

Les branches poussent de manière désorganisée et la canopée est en forme de parasol.[20]

c) Feuille

Les feuilles, alternes et bi ou tripennées, se développent principalement dans la partie terminale des branches. Elles mesurent 20 à 70 cm de long, sont recouvertes d'un duvet gris lorsqu'elles sont jeunes, ont un long pétiole avec 8 à 10 paires de pennes composées chacune de deux paires de folioles opposés, plus un à l'apex, ovales ou en forme d'ellipse, et mesurant 1 à 2 cm de long[20].

d) Fleurs

Les fleurs mesurent 2,5 cm de large et se présentent sous forme de panicules axillaires et tombants de 10 à 25 cm. Elles sont généralement abondantes et dégagent une odeur agréable. Elles sont blanches ou couleur crème, avec des points jaunes à la base. Les sépales, au nombre de cinq, sont symétriques et lancéolés. Les cinq pétales sont minces et spatulés, symétriques à l'exception du pétale inférieur, et entourent cinq étamines[20].

e) Fruits

Les fruits forment des gousses à trois lobes, mesurant 20 à 60 cm de long, qui pendent des branches. Lorsqu'ils sont secs, ils s'ouvrent en trois parties. Chaque gousse contient entre 12 et 35 graines[20].

f) Graines

Les graines sont rondes, avec une coque marron semi-perméable. La coque présente trois ailes blanches qui s'étendent de la base au sommet à 120 degrés d'intervalle. Un arbre peut produire

15000 à 25000 graines par an. Une graine pèse en moyenne 0,3 g et la coque représente 25% du poids de la graine. Les caractéristiques physiques des gousses et des graines[20]

L'extrait de *Moringa* est un extrait obtenu à partir des feuilles, des graines, des racines, des écorces ou des fleurs de l'arbre de *Moringa (Moringa oleifera)*. Cet extrait est utilisé pour ses propriétés thérapeutiques et nutritionnelles, et est riche en composés bioactifs tels que des polyphénols, des flavonoïdes, des acides aminés et des vitamines. L'extrait de *Moringa* est également connu pour ses propriétés antibactériennes, antivirales et anti-inflammatoires, ce qui en fait un ingrédient intéressant pour de nombreuses applications dans les domaines de la médecine, de la cosmétique et de l'agriculture[21].

- La recherche a démontré que l'extrait de feuille de *Moringa oleifera* peut être utilisé pour synthétiser des microsphères d'oxyde de cuivre avec une activité bactéricide contre des souches bactériennes pathogènes. Les propriétés antibactériennes de l'extrait de *Moringa* sont liées à la présence de certains composés bioactifs, tels que les glucosinolates, les isothiocyanates et les phénols, qui ont des propriétés antimicrobiennes.
- Les microsphères d'oxyde de cuivre synthétisées avec l'extrait de *Moringa oleifera* ont montré une activité bactéricide contre plusieurs souches bactériennes, telles que *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli* et *Pseudomonas aeruginosa*. Les microsphères ont également montré une activité fongicide contre *Candida albicans*.

Les propriétés bactéricides des nanoparticules dépendent de plusieurs facteurs, notamment leur taille, leur forme, leur surface et leur composition chimique. Les nanoparticules de cuivre ont montré une forte activité bactéricide en raison de leur capacité à perturber les membranes cellulaires bactériennes et à produire des espèces réactives de l'oxygène qui endommagent les protéines et les acides nucléiques bactériens [30 ,34].

Chapitre II [Matériels et méthodes]

I. Lieu d'étude

Ce travail a été réalisé au niveau du laboratoire pédagogique de chimie de la faculté des Sciences département des sciences de matière de Laghouat) et la partie de l'application de l'activités antibactérienne dans laboratoire de Biologie ; du département de Biologie, faculté des sciences université de Laghouat

1. Instruments

Les moyens utilisés pour les essais biologiques sont mentionnés dans **le tableau 2** ci- dessous :

Tableau 2: Instruments utilisés pour les essais biologiques

<i>Consommables</i>	<i>Equipements et appareils</i>
☒ Tubes à essai + portoir tube	☒ Bec benzène
☒ Papier filtre	☒ Autoclave
☒ Para film	☒ Micropipette
☒ Flacons stériles	☒ Balance électronique
☒ Anse de platine	☒ Pompe à vide
☒ Pipette Pasteur	☒ Vortex
☒ Boîtes de pétri	☒ Bain-marie
☒ Ecouvillon	☒ Etuve
☒ Eprouvettes	☒ Incubateur
☒ Entonnoirs	☒ four Pasteur
☒ Pipettes graduées	☒ Broyeur
☒ Fioles	☒ Réfrigérateur
☒ Erlenmeyer	☒ Incubateur Agitateur
☒ Bêchers	☒ Spectrophotomètre Infrarouge
	☒ Diffractomètre Rayon X
	☒ Microscopie a balyage

2. Produits utilisés

L'ensemble des réactifs inorganiques utilisés dans la synthèse verte et les milieux cultures sont regroupés dans **le tableau 3**Le tableau suivant regroupe tous les produits chimiques et matériels utilisés dans notre étude.

Tableau 3: liste des produits utilisés

Produits	Matériels
☒ Sulfate de manganèse $MnSO_4$	☒ Mortier
☒ Sulfate de Zinc $ZnSO_4$	☒ Papier filtre
☒ Sulfate de cuivre $CuSO_4$	☒ Machine de broyage
☒ Nitrate d'argent	☒ Becher
☒ NaOH	☒ Erlenmeyer
☒ L'eau distillée	☒ Pincés
☒ Gélose Muller Hinton (MHA)	☒ Four
☒ Feuilles sèches de <i>Moringa oleifera</i>	☒ Éprouvette gradué
	☒ Thermomètre
	☒ Balance
	☒ Barreau magnétique
	☒ pH mètre (AD 130)
	☒ Entonnoir

3. Microorganismes testés :

Trois souches bactériennes référentielles utilisées sont des souches de l'American type culture collection (ATCC), et constituent d'excellents modèles pour la recherche des effets antibactériens des différentes substances, il s'agit de ;

- *Escherichia coli* ATCC 25922 G (-) ;
- *Staphylococcus aureus* ATCC 25923 G (+).
- *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 27853

Ces microorganismes sont pathogènes, responsables de certaines maladies infectieuses graves, elles proviennent du laboratoire de microbiologie du CHU des hôpitaux

II. Protocole de synthèse de nanoparticules utilisant un extrait de plante de *Moringa* :

Dans le cadre de ce mémoire, nous allons synthétiser nanoparticules utilisant un extrait de plante de *Moringa* (Figure9), notre choix a été porté sur la préparation de l'extrait de feuilles de *Moringa* sèche .

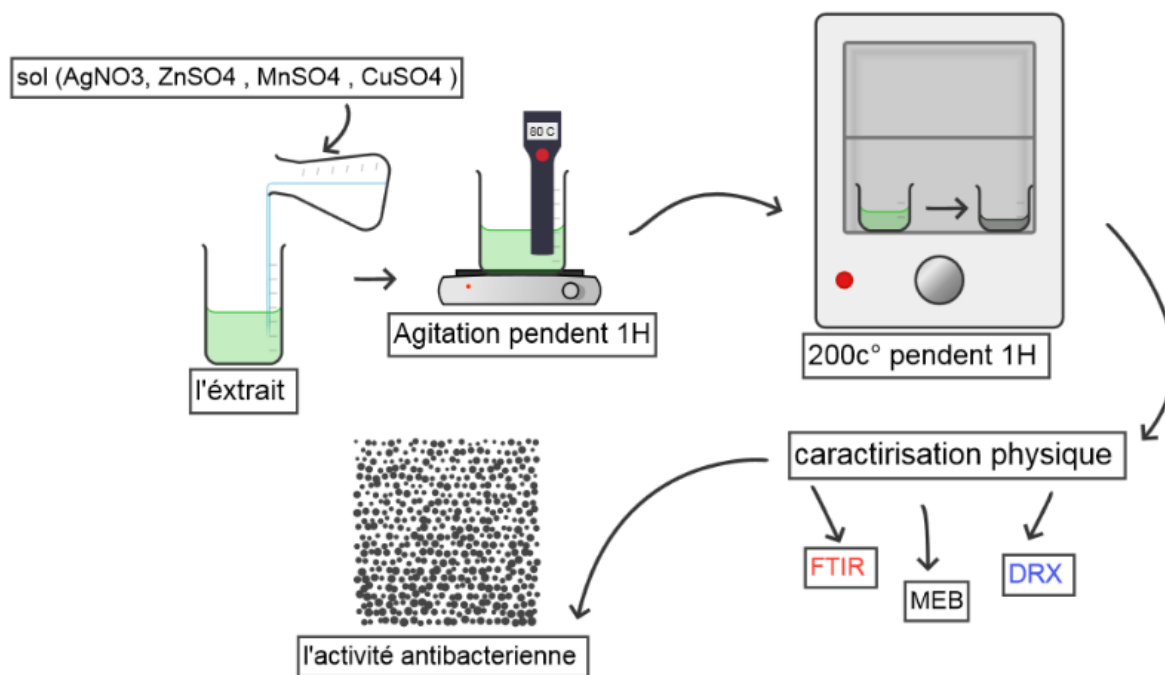


Figure 9: Protocole de préparation

II.1. Synthèse et caractérisations des nanoparticules d'oxyde de métaux :

1.1. Préparation de l'extrait de feuilles de *Moringa* :

Les feuilles sèches de *Moringa* ont été achetées sur le marché local à Laghouat. Les feuilles individuelles des espèces de *M. oleifera* ont été soigneusement nettoyées à l'aide d'eau distillée pour éliminer les matières étrangères fixées à la surface. Les feuilles de *M. oleifera* prétraitées ont été pesées (5 g) avec précision et les broyer finement à l'aide d'une machine de broyage. La poudre obtenue a été mis dans un bécher contenant 100 ml d'eau distillée et le placer sur un agitateur magnétique pendant 1 heures à température (80°C). Après une durée de macération le mélange a été filtrer à l'aide d'un filtre en papier pour éliminer les impuretés comme illustré à la figure 10.

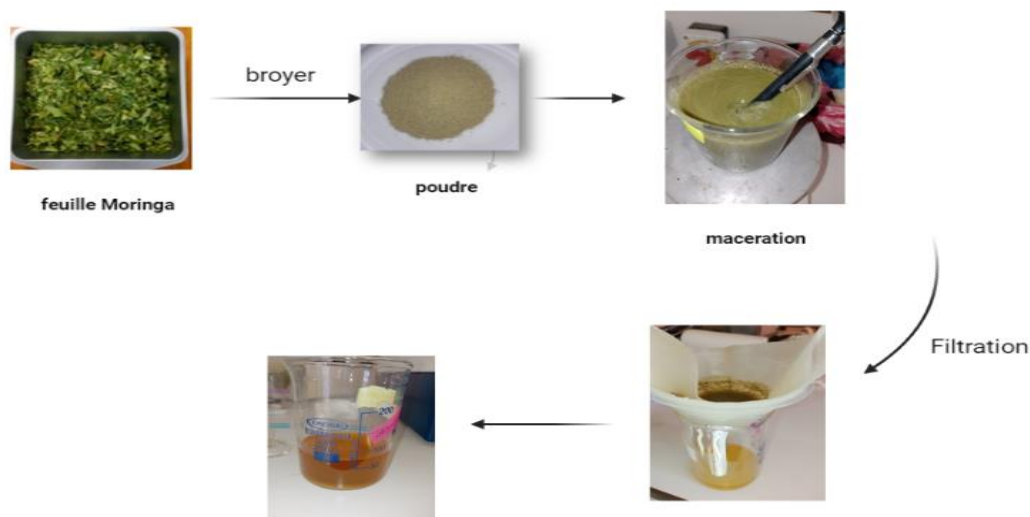


Figure 10: Préparation de l'extrait de feuilles de Moringa sèche (photo original 2023)

La macération est une technique d'extraction de composés à partir de plantes ou d'autres matières premières en utilisant un solvant pour dissoudre les substances produites [35]

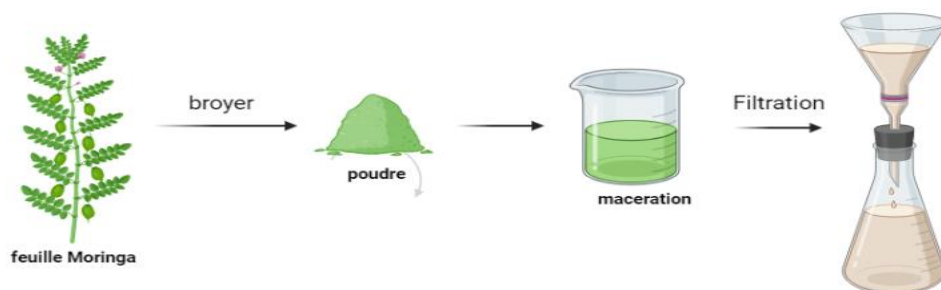


Figure 11: Méthodes de macération

1.2. Synthèse de nanoparticules d'oxyde de cuivre :

Une solution aqueuse 0,1M de sulfate de cuivre (CuSO_4) (10 ml) a été mélangée avec l'extrait de feuilles de *Moringa* (30 ml) après avoir atteint un pH de 10, à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) à 11-12 sous agitation constante à température (80°C). La modification de la couleur de la solution et extraits lors du réglage du pH. [36]

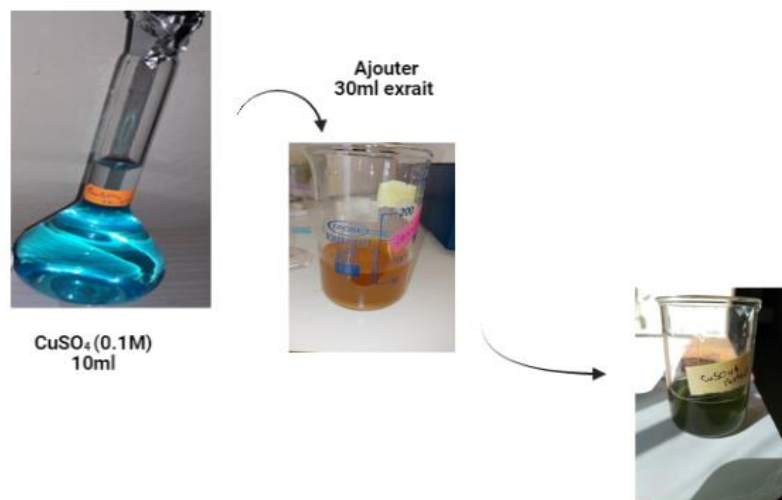


Figure 12 : mélange obtenu après l'ajout de CuSO_4 (photo original 2023)

Pendant l'agitation, la couleur de la solution est passée du marron clair au vert foncé ce qui signifiait la conversion de $\text{Cu}(\text{SO}_4)_2$ en ions Cu^{2+} par les molécules biologiques présentes dans l'extrait de feuille de *M. oleifera*. L'agitation a été maintenue jusqu'à ce que la solution soit changée en une pâte de couleur verte qui indiquait la formation de microsphères hiérarchiques de $\text{Cu}(\text{OH})_2$. Le mélange a été placé dans une étuve et séché à $200\text{ }^\circ\text{C}$ pendant 1 h.

Les différentes étapes qui ont eu lieu lors de la synthèse de nanoparticule d'oxyde de cuivre sont illustrées dans **la figure 13**

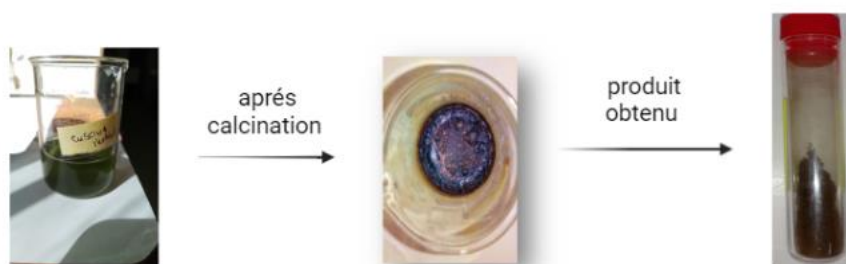


Figure 13: synthèse de nanoparticules d'oxydes de cuivre (photo original 2023)

1.3. Synthèse de nanoparticules d'oxyde d'argent :

Une solution aqueuse 0,1M de sulfate d'argent (AgNO_3) (10 ml) a été rapidement mélangée avec l'extrait de feuilles de *Moringa* (30 ml) après avoir atteint un pH de 10, à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) à 11-12 sous agitation constante à température (80°C). La modification de la couleur de la solution et extraits lors du réglage du pH. [36]

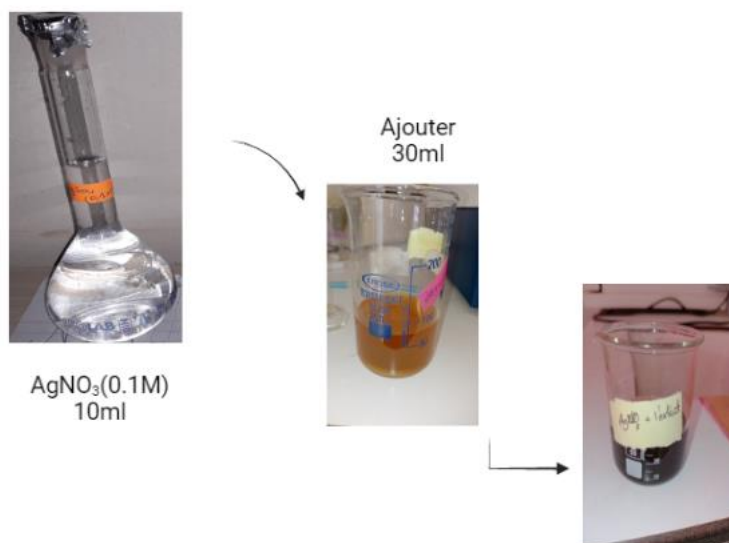


Figure 14: mélange obtenu après l'ajout de AgNO_3 (photo original 2023)

Dans le cas spécifique du passage d'une teinte marron clair à un marron plus foncé, cela peut indiquer la formation de nanoparticules d'oxyde métallique, telles que l'oxyde d'argent (Ag_2O). La couleur verte peut être attribuée à l'interaction de la lumière avec les plasmons de surface des nanoparticules, qui absorbant les longueurs d'onde correspondant au bleu et au rouge, doit transparaître la couleur verte. Le mélange a été placé dans une étuve et séché à $200\text{ }^\circ\text{C}$ pendant 1 h.

Les différentes étapes qui ont eu lieu lors de la synthèse de nanoparticule d'oxyde d'argent sont illustrées dans **la figure 15**

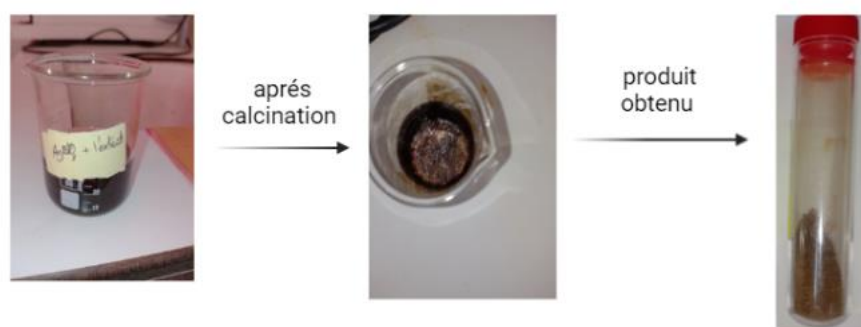


Figure 15 : Synthèse de nanoparticule d'oxyde d'argent (photo original 2023)

1.4. Synthèse de nanoparticules d'oxyde de zinc :

Une solution aqueuse $0,1\text{M}$ de sulfate de cuivre (ZnSO_4) (10 ml) a été rapidement mélangée avec l'extrait de feuilles de *Moringa* (30 ml) après avoir atteint un pH de 10, à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) à 11-12 sous agitation constante à température ($80\text{ }^\circ\text{C}$).

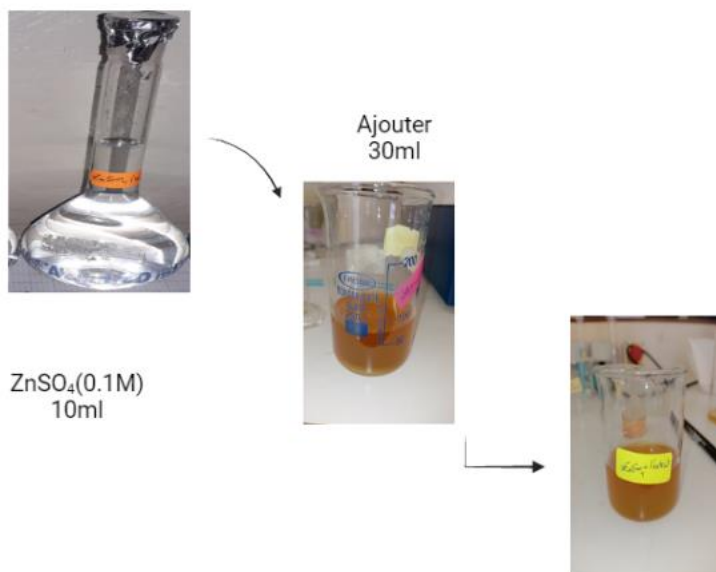


Figure 16: Mélange obtenu après l'ajout de $ZnSO_4$ (photo original 2023)

Pendant l'agitation, Si la couleur de la solution ne change pas en présence de zinc (Zn), cela peut indiquer qu'il n'y a pas eu de réaction chimique significative entre les composés présents dans la solution contenant l'extrait de *Moringa* et le zinc. Le zinc peut être présent sous forme de sels ou d'ions dissous dans la solution. [37] Le zinc n'est pas nécessairement réactif qui réagit avec tous les composés présents dans la solution. Les réactions chimiques dépendant des propriétés spécifiques des réactifs et des conditions expérimentales.

Pour déterminer si une réaction chimique a lieu entre l'extrait de *Moringa* et le zinc, il peut être nécessaire de réaliser des analyses plus spécifiques, telles que des tests de réactivité chimique, des mesures de pH, des analyses spectroscopiques ou d'autres techniques de caractérisation appropriée. Le mélange a été placé dans une étuve et séché à 200 °C pendant 1 h.

Les différentes étapes qui ont eu lieu lors de la synthèse de nanoparticule d'oxyde de zinc sont illustrées dans **la figure 17**



Figure 17: Synthèse de nanoparticule d'oxyde de Zinc (photo original 2023)

1.5. Synthèse de nanoparticules d'oxyde de manganèse :

Une solution aqueuse 0,1M de sulfate de cuivre ($MnSO_4$) (10 ml) a été rapidement mélangée avec l'extrait de feuilles de *Moringa* (30 ml) après avoir atteint un pH de 10, à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) à 11-12 sous agitation constante à température ($80^\circ C$). La modification de la couleur de la solution et extraits lors du réglage du pH.

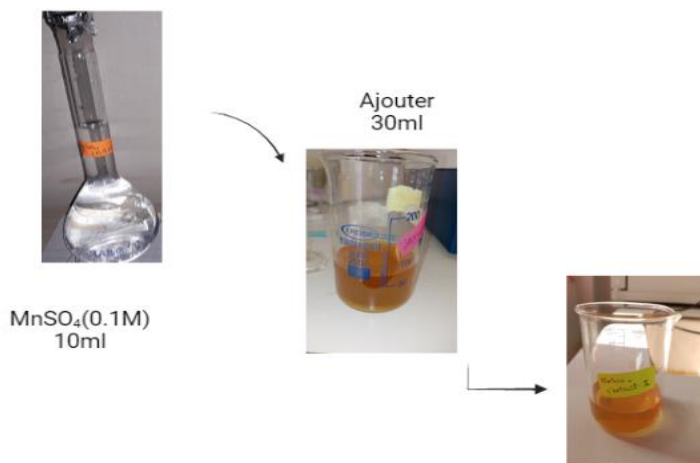


Figure 18: Mélange obtenu après l'ajout de $MnSO_4$ (photo original 2023)

Pendant l'agitation, Le manganèse n'est pas nécessairement réactif qui réagit avec tous les composés présents dans la solution. Les réactions chimiques dépendent des propriétés spécifiques des réactifs et des conditions expérimentales. Le mélange a été placé dans une étuve et séché à $200^\circ C$ pendant 1 h.

Les différentes étapes qui ont eu lieu lors de la synthèse de nanoparticule d'oxyde de manganèse sont illustrées dans **la figure 19**

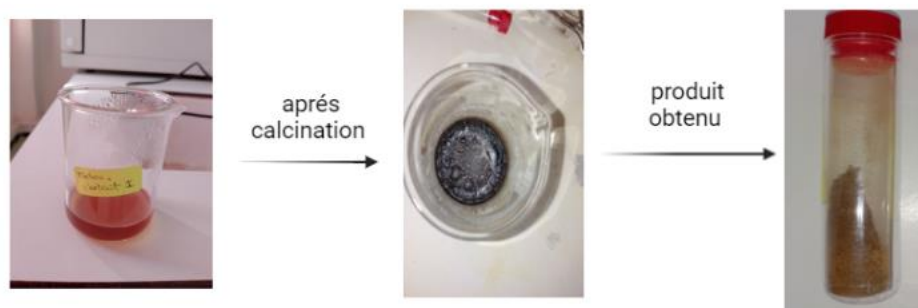


Figure 19: synthèse de nanoparticule d'oxyde de manganèse (photo original 2023)

III Application biologique des nanoparticules :

1) Tests préliminaires :

Avant de tester l'activité antibactérienne, il est nécessaire de procéder aux tests suivants sur les trois souches de bactéries

2) Vérification de la pureté des souches :

La pureté des souches microbiennes utilisées a été vérifiée par repiquages successifs des souches bactériennes sur le milieu Müller-Hinton et incubation à 37°C pendant 24 heures.

3) Conservation des souches :

Les souches ont été conservées à 4°C dans des tubes de gélose inclinée ou dans des tubes de gélose profonde préservée au réfrigérateur.

4) Observation macroscopique :

Après le repiquage de chaque souche, une observation basée sur les critères morphologiques tels que l'aspect des colonies et leur coloration a été effectuée pour vérifier la souche.

5) Observation microscopique :

L'observation microscopique à l'état frais nous a permis d'observer la morphologie, le regroupement et la mobilité des cellules vivantes :

- Déposer sur une lame une goutte d'eau physiologique stérile ;
- Prélever une fraction de culture et l'incorporer à la goutte d'eau ;
- Recouvrir d'une lamelle sans enfermer de bulles d'air et sans faire déborder la suspension
- Observer à l'objectif x40.

6) Coloration de Gram :

- Préparation des frottis.
- Déposer sur une lame une goutte d'eau physiologique stérile.
- Prélever stérilement une fraction de culture et l'incorporer à la goutte d'eau pour obtenir une suspension homogène.
- Sécher et fixer le frottis à la chaleur au-dessus de la flamme du bec bunsen.
- Recouvrir la lame de violet de Gentiane. Laisser agir 01
- Recouvrir la lame d'une solution de lugol. Laisser agir 1 minute et rincer à la pissette d'eau déminéralisée ;
- Décolorer la lame à l'aide d'éthanol à 95° pendant 5 à 10 secondes et rincer aussitôt à la pissette d'eau déminéralisée ;

- Recouvrir la lame de la fus chine diluée à 1/10. Laisser agir 30 secondes et rincer à la pissette d'eau déminéralisée.
- Sécher la lame et observer à l'immersion, objectif x100.
- La coloration permet de séparer les bactéries en 02 groupes :
 - Une coloration en « rose » indique des bactéries « Gram négatives ».
 - Une coloration en « violet » indique des bactéries « Gram positives ».

IV Méthodes de détermination de l'activité antimicrobienne des nanoparticules :

IV.1. Préparation milieu MHA :

On mit 38 grammes de milieu déshydraté dans 1 litre d'eau fraîchement distillé et pour le MHB. On mit 11.5g déshydraté dans 500 ml d'eau fraîchement distillé aussi et Porter à ébullition jusqu'à dissolution complète. Porter dans des flacons stériles puis Stériliser à l'autoclave à 120°C pendant 30 minutes.

Au moment de l'emploi, faire fondre le milieu au bain-marie bouillant et répartir en boîtes de Pétri. L'épaisseur de la couche de gélose doit être de 4 mm Sécher les boîtes 30 min à 37°C. Le volume de Mueller Hinton permettant d'obtenir exactement une épaisseur de 4 mm **La figure 20**



*Figure 20: Préparation de milieu Muller Hinton Agar Sous agitation a 350C°
(Photo original 2023)*

1.1. Préparation des suspensions bactériennes :

A partir d'une culture de 18h, la suspension est calibrée pour avoir un inoculum de 10^5 ou 10^4 UFC/ml, correspondant à une densité optique (DO) de 0,08 à 1 à une longueur d'onde de 600 nm, Une évaluation de DO de la suspension microbienne à l'aide d'un spectrophotomètre à une longueur d'onde de 600 nm a été faite dans le but de standardiser la suspension bactérienne à 10^5 UFC/ml.

1.2. Ensemencement en masse dans la boîte de Pétri :

(contient le milieu de culture solide) a on a incorporer 1 ml de suspension microbienne dans la boîte de Pétri vide et homogénéiser les germes avec toute la masse du milieu et Laisser solidifier puis incuber. Pour le test du halo d'inhibition, les échantillons ont été mis en contact avec une plaque de gélose uniformément recouverte de bactéries et incubées à 36 °C pendant 24 h.

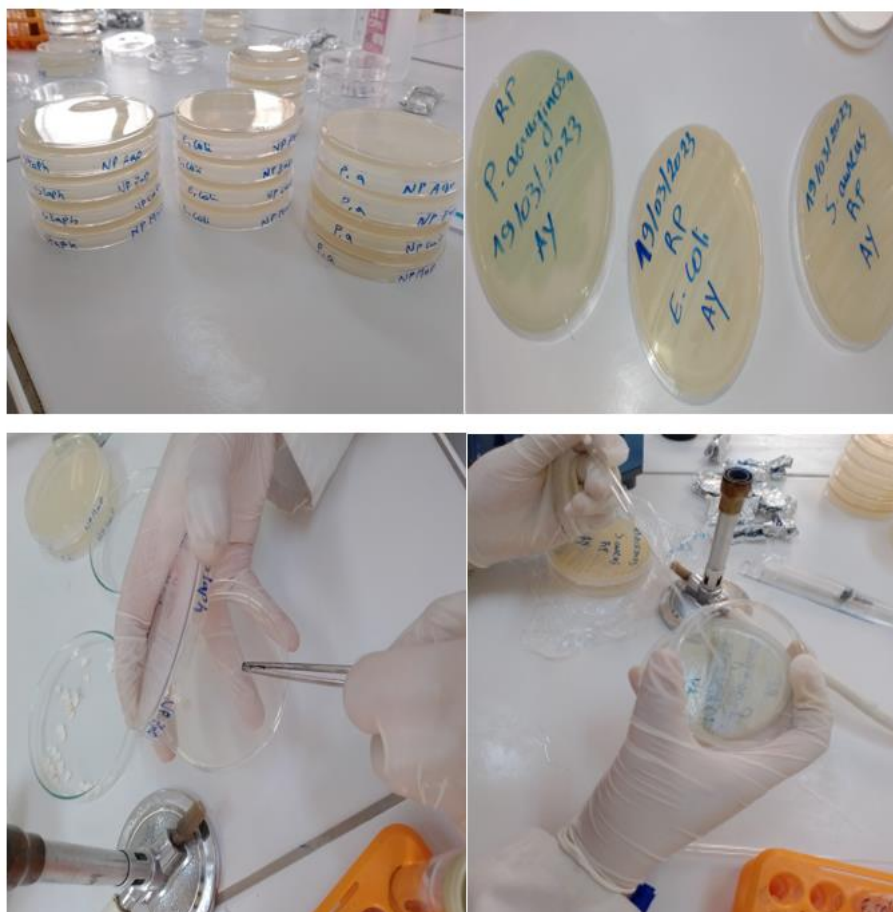


Figure 21: Ensemencement dans la boîte de pétri (photo original 2023)

2. Méthode de cartérisation des nanoparticules :

2.1. Diffraction de rayons X:

Les matériaux synthétisés sont systématiquement analysés par diffraction de rayons X sur poudre, à température ambiante 25°C. Cette technique d'analyse permet l'identification des phases cristallines, permettant la comparaison des diffractogrammes obtenus avec les diffractogrammes de matériaux de référence possédés au laboratoire ou contenus dans des bases de données (fiches de l'International Center for Diffraction Data, ICDD) (*Figure 22*) [39,40] .



Figure 22: Image de l'appareil diffractomètre a RX sur poudre

2.2. Spectroscopie infra rouge à transformée de Fourier :

La spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier est une méthode d'analyse qui utilise un rayonnement dans la gamme Infrarouge des radiations électromagnétiques. C'est une des méthodes les plus couramment utilisées pour l'identification des molécules organiques et inorganiques à partir de leurs propriétés vibrationnelles.

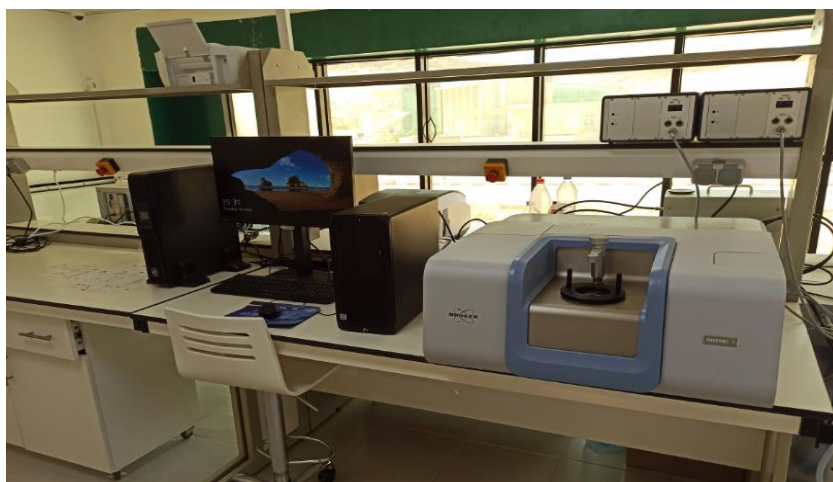


Figure 23: image de l'appareil spectrophotomètre

2.3. Microscope électronique à balayage environnemental(SEM) :

Des électrons produits par l'émission thermique d'un filament chauffant traversent le canal du vide du microscope et est focalisé par un ensemble des lentilles électromagnétiques pour contrôler la direction des électrons. À l'intérieur de la chambre de MEB sous vide, les électrons vont subir des collisions avec la surface de l'échantillon conduisant à l'Emission des électrons et ce afin de donner une image de la surface d'un trois dimensions[23]



Figure 24: image de l'appareil Microscope électronique à balayage (SEM) ESEM

Chapitre III [Résultat et discussion]

ICratérisations des nanoparticules :

I.1 NPs d'oxyde de cuivre NPCuO :

1.1. Diffraction des rayons X :

La structure cristalline de l'échantillon de CuO a été étudiée par diffractométrie aux rayons X (DRX) (**Figure26**).

Selon la référence le diagramme XRD révèle la présence de pics de diffraction caractéristiques bien résolus de CuO à des valeurs 2θ de 32,97, 36,04, 39,20, 46,73, 49,19, 51,81, 53,95, 58,73, 61,96, 66,13, 66,66, 68,53, 72,77, et 75.63° qui sont générés par les plans de diffraction de $(-1\ 1\ 0)$, $(0\ 0\ 2)$, $(1\ 1\ 1)$, $(-1\ 1\ 2)$, $(-2\ 0\ 2)$, $(1\ 1\ 2)$, $(0\ 2\ 0)$, $(2\ 0\ 2)$, $(-1\ 1\ 3)$, $(0\ 2\ 2)$, $(-3\ 1\ 3)$, $(-2\ 2\ 0)$, $(3\ 1\ 1)$ et $(0\ 0\ 4)$, respectivement. [42]. Les pics de diffraction très intenses affichés aux valeurs 2θ de 30 et 40°.

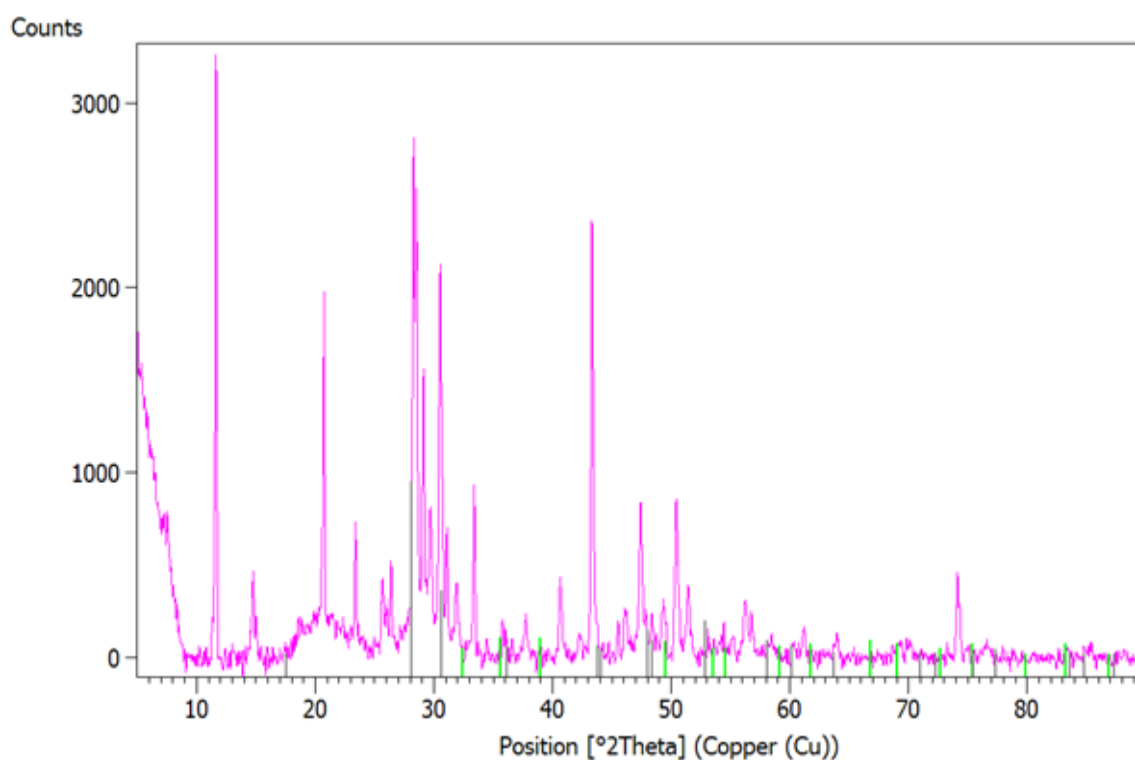


Figure 26: *Diffractogrammes d'un échantillon de NP CuO vert synthétisé par l'extrait de feuille de M.oleifera sèche*

Lorsqu'un diffractogramme des rayons X de nanoparticules d'oxyde de cuivre (CuO) présente des phases amorphes, cela signifie que les particules ne présentent pas de structure cristalline ordonnée. Les phases amorphes se caractérisent par l'absence de pics de diffraction nettement

définis et par une distribution aléatoire des atomes ou des molécules dans la structure du matériau. [43]

1.2. Spectroscopie Infra Rouge (FT-IR):

Le spectre FT-IR de nanoparticules d'oxyde de cuivre implique l'identification et l'attribution des bandes d'absorption infrarouge correspondant aux vibrations moléculaires différentes contenues dans le matériau: les bandes d'absorption autour de $600-800\text{ cm}^{-1}$: Il correspond généralement aux vibrations de liaison Cu-O dans l'oxyde de cuivre. La position précise la bande peut varier en fonction de la taille et de la structure des nanoparticules. La bande d'absorption autour de $3000-3600\text{ cm}^{-1}$: la bande est associée aux vibrations des groupes hydroxyles (OH) présents à la surface des nanoparticules. Il peut être le résultat de l'adsorption d'eau ou de groupes fonctionnels provenant de l'extrait de plante utilisé pour la synthèse des nanoparticules. [44]

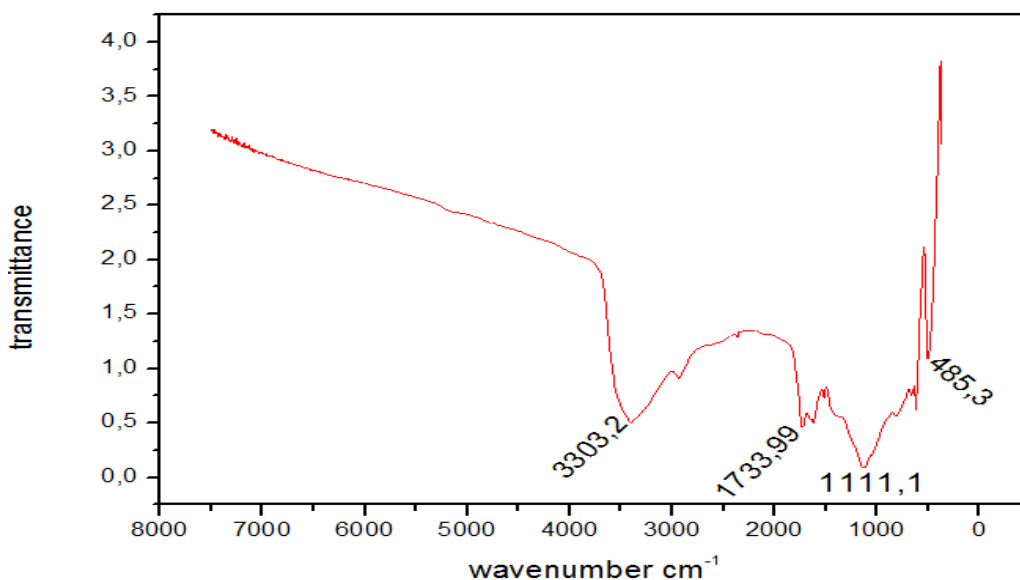


Figure 27: specter (FT-IR) de nanoparticule d'oxyde de cuivre NPCuO

La bande d'absorption autour de $1400-1600\text{ cm}^{-1}$: Cette bande est généralement attribué aux vibrations de valence de l'oxygène dans l'oxyde de cuivre. Il peut également être intégré par d'autres groupes fonctionnels présents dans le matériau.

La bande d'absorption autour de $2800-3000\text{ cm}^{-1}$: Ce pic est associé aux vibrations des groupes alkyl (CH) présents dans les composés organiques adsorbés à la surface des nanoparticules ou provenant de l'extrait de plante utilisé [45].

1.3. Microscopie électronique à balayage MEB:

La morphologie de l'échantillon de CuO a été examinée par analyse au microscope électronique à balayage (SEM) (**Figure 28**). Les images MEB présentent la forme et la structure des nanoparticules d'oxyde de cuivre. Les nanoparticules de CuO peuvent présenter une morphologie des agrégats ou des structures plus complexes dont le diamètre 5 μm . L'observation de la morphologie des particules peut donner des indications sur la méthode de synthèse utilisée et les conditions de réaction. [46].

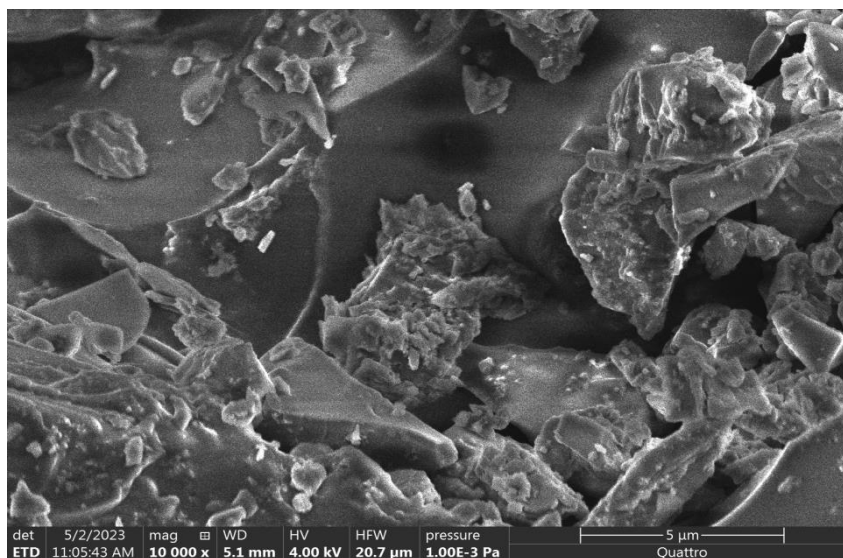


Figure 28: image MEB de nanoparticule d'oxyde de cuivre NPCuO

2. NPs d'oxyde d'argent NPAgO :

2.1. Diffraction des rayons X :

Les pics dans le diffractogramme indiquent les angles de diffraction correspondant aux plans cristallins de la structure de AgO. Ces positions peuvent être comparées aux données de référence pour identifier les phases cristallines présentes dans les échantillons. Selon les références les pics de diffraction typiques de l'oxyde d'argent peuvent être observés à des valeurs de 2θ autour de : Environ $31,8^\circ$ correspondant au plan (111) ; $38,1^\circ$ correspondant au plan (200) ; $44,3^\circ$ correspondant au plan (220) ; $64,4^\circ$ correspondant au plan (311) Ces valeurs peuvent varier en fonction des conditions spécifiques de la synthèse et de la taille des particules [42].

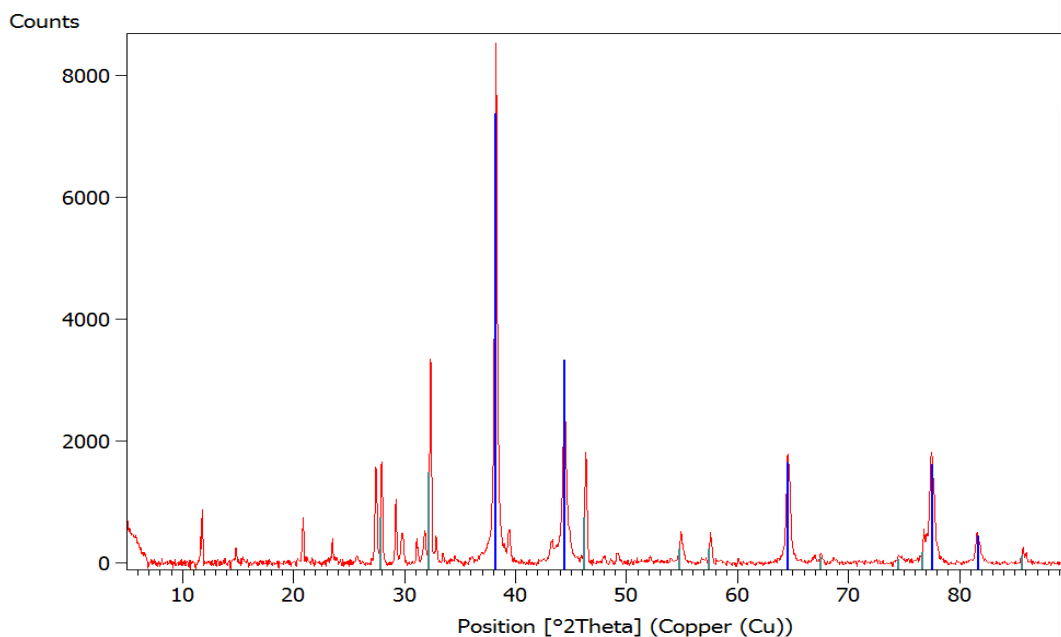


Figure 29: diffractogrammes d'un échantillon de NPAgO vert synthétisé par extrait de feuille de *M.Oleifera* sèche

Lorsqu'un diffractogramme des rayons X de nanoparticules d'oxyde d'argent (AgO) présente des phases amorphes, Les phases amorphes peuvent se produire dans les nanoparticules d'oxyde d'argent pour différentes raisons.

2.2. Spectroscopie Infra Rouge (FT-IR) :

Selon La spectroscopie infrarouge (FT-IR) les bandes d'absorption autour de 600-800 cm^{-1} : Cette bande peut correspondre aux vibrations de liaison Ag-O dans l'oxyde d'argent. Elle indique la présence de nanoparticules d'oxyde métallique.

La bande d'absorption à environ 3000-3600 cm^{-1} : Cette bande peut être attribuée aux vibrations des groupes hydroxyle (OH) présents dans les nanoparticules ou à des interactions entre les molécules d'eau et les nanoparticules à environ 1600-1700 cm^{-1} : Cette bande peut correspondre aux vibrations des groupes carbonyle (C=O) présentes sur la surface des nanoparticules. Elle peut également indiquer la présence d'adsorbats tels que des molécules organiques ou des solvants. [44]

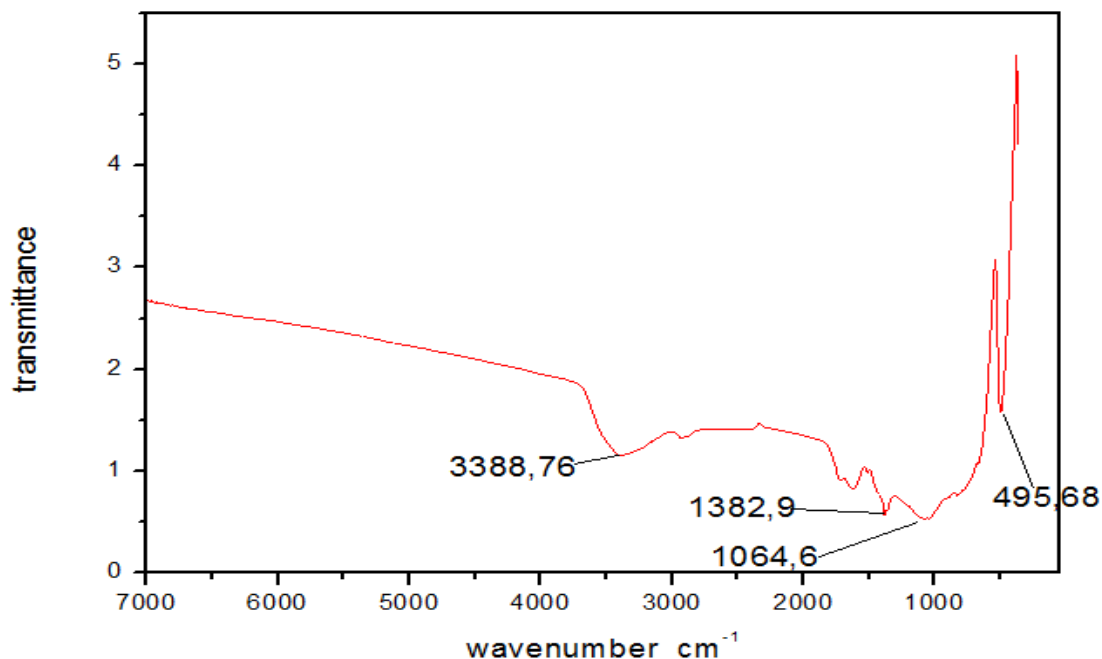


Figure 30: spectre (FT-IR) de nanoparticule d'oxyde de l'argent NPAgO

Les bande d'absorption à environ 2800-3000 cm⁻¹ : Cette bande peut correspondre aux vibrations des groupes alkyles (CH₂, CH₃) présents dans des ligands organiques ou des résidus de solvants adsorbés sur la surface des nanoparticules.

2.3. Microscopie électronique à balayage MEB :

Les images MEB peuvent révéler la présence de nanoparticules d'oxyde d'argent sous la forme de petites particules sphériques, hexagonales ou de formes irrégulières. La morphologie des nanoparticules peut dépendre des conditions de synthèse utilisées[46]

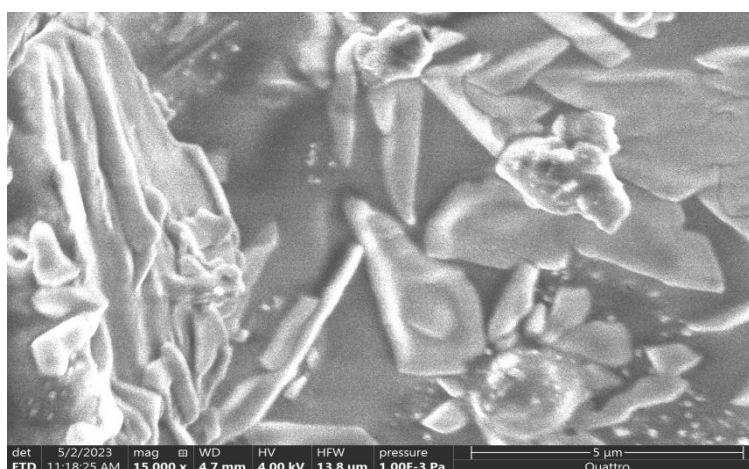


Figure 31: image MEB de nanoparticule d'oxyde de l'argent NPAgO

3. NPs d'oxyde de zinc NPZnO

3.1. Diffraction des rayons X :

Les pics de diffraction caractéristiques des nanoparticules d'oxyde de zinc NPZnO dans un diffractogramme des rayons X peuvent être comparées aux données de référence pour identifier les phases cristallines présentes dans les nanoparticules d'oxyde de zinc. quelques pics de diffraction typiques de l'oxyde de zinc peuvent être observés à des valeurs de 2θ autour de : Environ $31,8^\circ$ correspondant au plan (100) ; Environ $34,4^\circ$ correspondant au plan (002); $36,3^\circ$ correspondant au plan (101); $47,6^\circ$ correspondant au plan (102); $56,6^\circ$ correspondant au plan (110). Veuillez noter que ces valeurs peuvent varier légèrement en fonction des conditions spécifiques de la synthèse et de la taille des particules. [42]

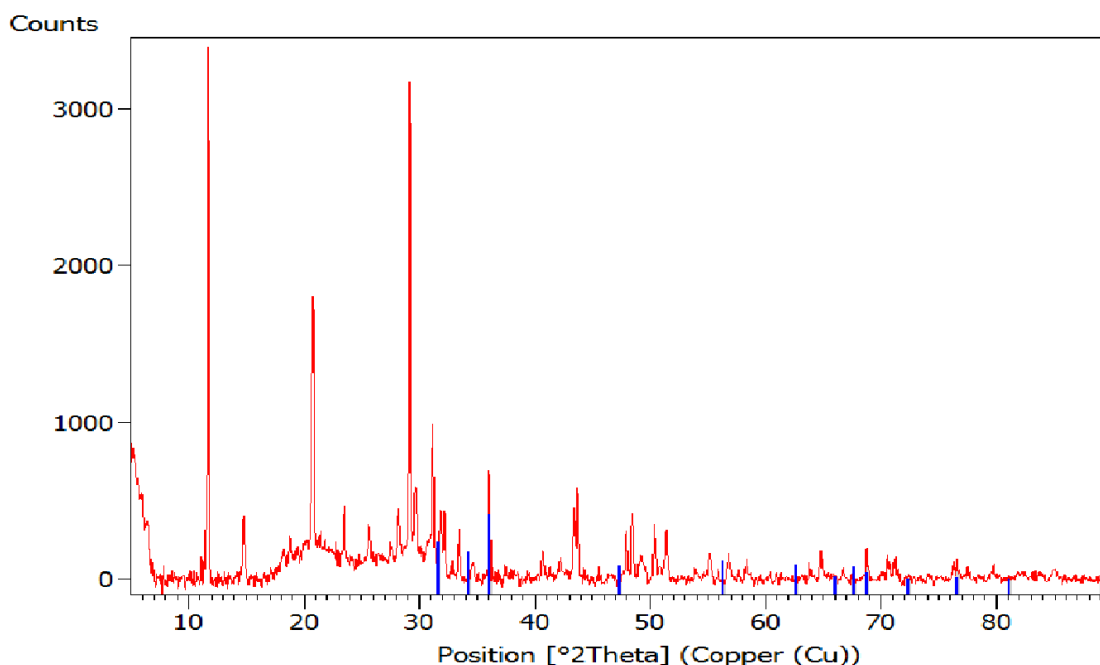


Figure 32 : diffractogrammes d'un échantillon de NPZnO vert synthétisé par extrait de feuille de *M.Oleifera* sèche

3.2. Spectroscopie Infra Rouge (FT-IR) :

Les principaux groupes fonctionnels présents dans les NP ZnO ont été détectés à l'aide de la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR). quelques-unes des caractéristiques présentées dans le spectre FT-IR des nanoparticules d'oxyde de zinc (NPZnO) : Les bande d'absorption à environ 3300 cm^{-1} : Cette bande correspond aux vibrations d'étirement de l'hydroxyde (OH) présent dans les groupes hydroxyle de surface ou les molécules d'eau

adsorbées sur les nanoparticules de ZnO. La bande d'absorption à environ 1600 cm^{-1} : Cette bande est associée aux vibrations d'étirement de la liaison O-H dans les groupes hydroxyle. Elle peut également être attribuée aux vibrations de valence de l'oxyde de zinc lui-même.

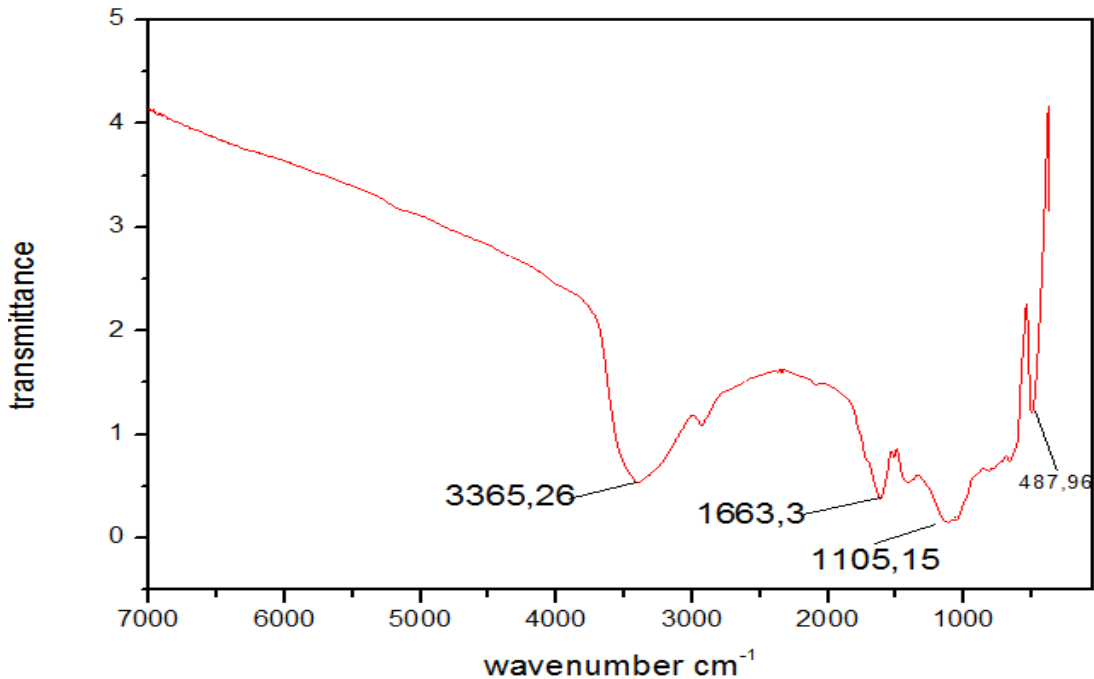


Figure 33: spectre (FT-IR) de nanoparticule d'oxyde de Zinc NPZnO

La bande d'absorption à environ 1400 cm^{-1} : Cette bande est liée aux vibrations de la déformation de la liaison C-H, généralement associée aux impuretés organiques présentes sur la surface des nanoparticules et pour la bande d'absorption à environ 520 cm^{-1} : Cette bande est caractéristique des vibrations de flexion de la liaison Zn-O dans l'oxyde de zinc. Elle est souvent utilisée comme marqueur pour identifier la présence de ZnO. [44].

3.3. Microscopie électronique à balayage MEB :

Les images MEB utilisent la morphologie des particules de ZnO. Les nanoparticules peuvent présenter une morphologie des agrégats. Les images peuvent montrer des caractéristiques telles que des plans cristallins, des défauts ou des facettes de croissance[46].

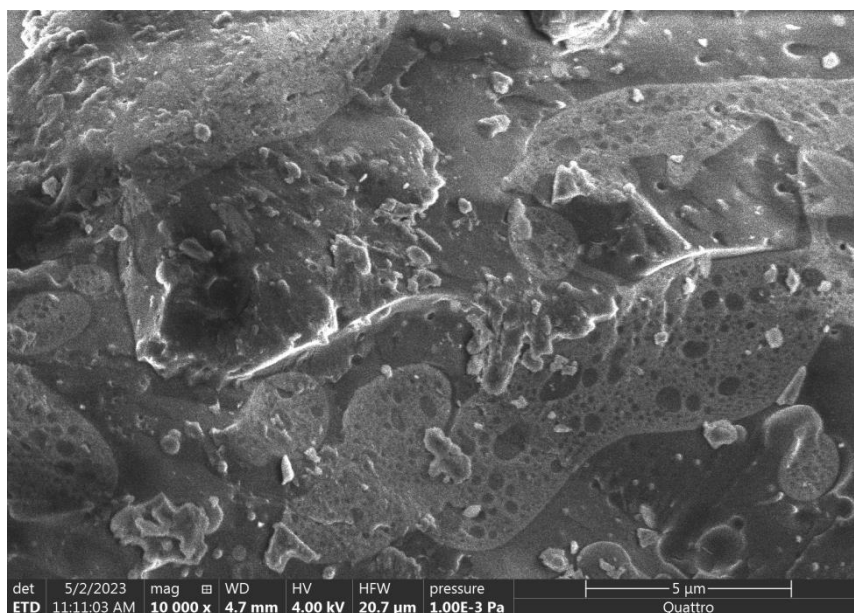
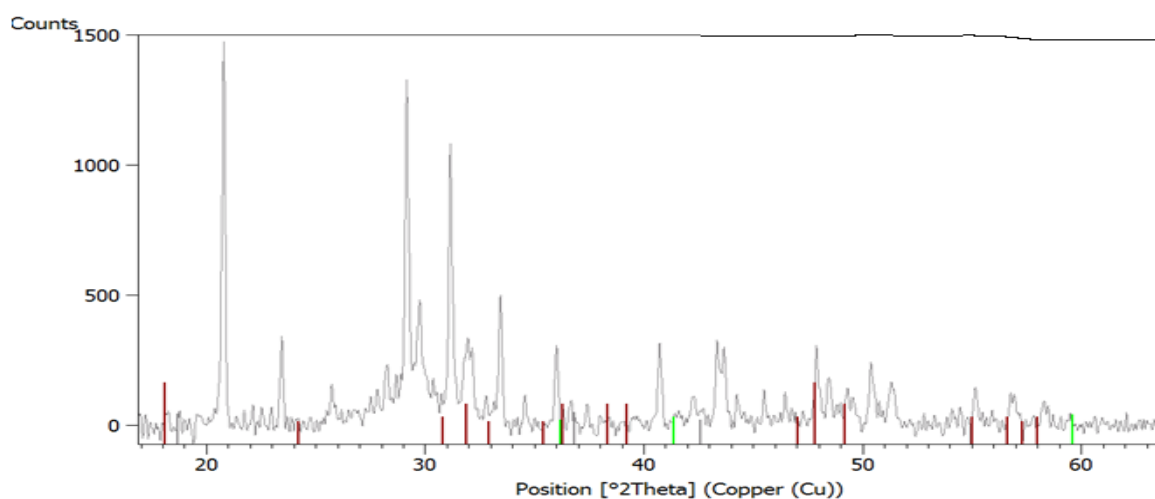


Figure 24: Image MEB de nanoparticule d'oxyde de Zinc NPZnO

4. NPZnO d'oxyde de magnésium NPMnO :

4.1. Diffraction des rayons X :

Les pics de diffraction les plus courants dans le diffractogramme du MgO sont généralement observés aux angles de diffraction (2θ) d'environ $36,4^\circ$, $42,9^\circ$, $62,1^\circ$ et $74,2^\circ$. Ces pics correspondent respectivement aux plans cristallins (111), (200), (220) et (311) du MgO. Lorsqu'un diffractogramme des rayons X de nanoparticules d'oxyde de magnésium (MnO) présente des phases amorphes.



*Figure 35: Diffractogrammes d'un échantillon de NPMnO vert synthétisé par extrait de feuille de *M. Oleifera* sèche*

4.2. Spectroscopie Infra Rouge (FT-IR) :

Dans le spectre infrarouge des nanoparticules d'oxyde de magnésium, on peut observer plusieurs bandes d'absorption correspondant à différents modes de vibration moléculaire. Voici quelques-unes des bandes d'absorption couramment produites dans le spectre FT-IR des NPMnO :

Les bande d'absorption autour de $400\text{-}500\text{ cm}^{-1}$: Cette bande est associée aux vibrations de flexion des liaisons métal-oxygène dans la structure de l'oxyde de magnésium.

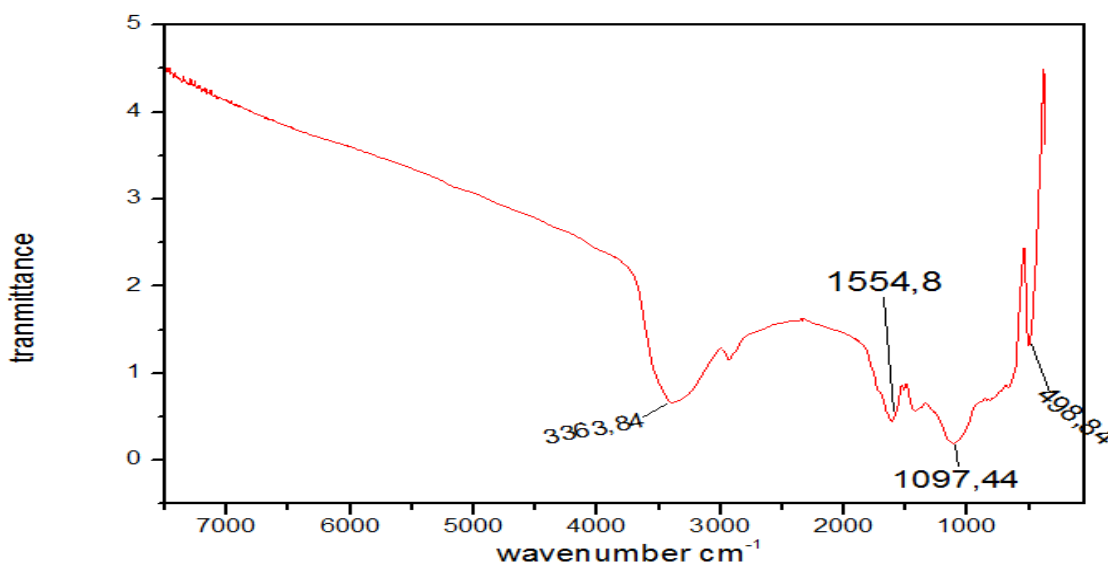


Figure 36: spectre (FT-IR) de nanoparticule d'oxyde de Manganèse NPMnO

Les bandes d'absorption autour de $600\text{-}700\text{ cm}^{-1}$: Cette bande est généralement associée aux vibrations de déformation des liaisons métal-oxygène.

La bande d'absorption autour de $1400\text{-}1600\text{ cm}^{-1}$: Cette bande est généralement associée aux vibrations d'étirement des liaisons C=O ou des groupes carbonates présents à la surface des nanoparticules.

La bande d'absorption autour de $3000\text{-}3500\text{ cm}^{-1}$: Cette bande est associée aux vibrations d'étirement des groupes hydroxyles (OH) présente à la surface des nanoparticules. [44]

4.3. Microscopie électronique à balayage MEB :

Les NPMnO peuvent présenter une variété de morphologies, notamment des particules sphériques, des agrégats ou des structures plus complexes. La taille des particules peut varier en fonction des conditions de synthèse et des paramètres de traitement. [46]

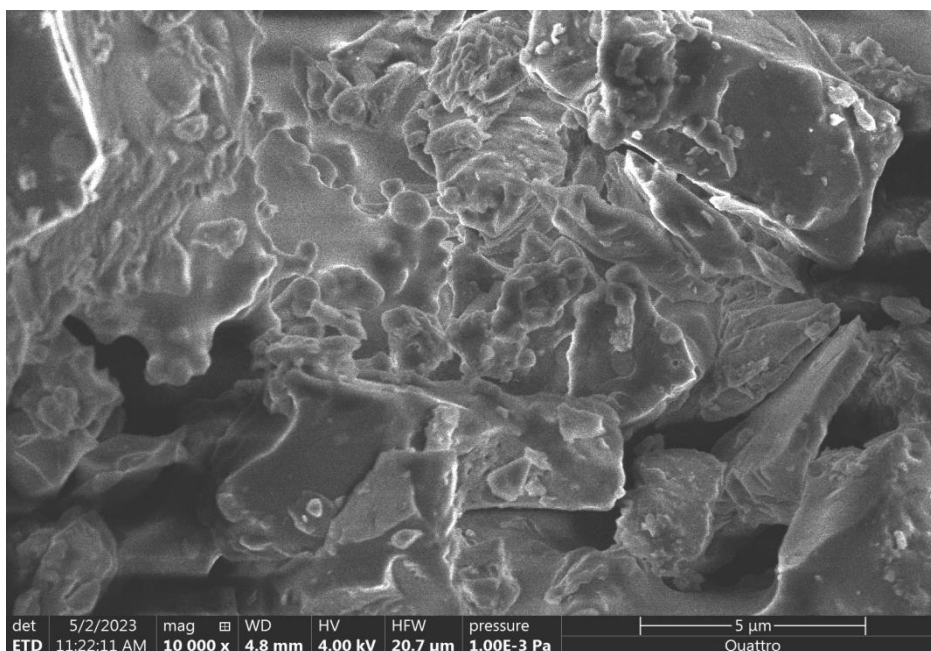


Figure 37: image MEB de nanoparticule d'oxyde manganèse NPMnO

II Évaluation de l'activité bactéricide :

Au cours des dernières années, il y a eu un intérêt croissant pour le développement de nouveaux matériaux capables de lutter contre la résistance bactérienne aux antibiotiques. Certaines approches incluent la synthèse de nanoparticules antibactériennes qui peuvent être utilisées en combinaison avec des antibiotiques existants pour renforcer leur efficacité. Ces nanoparticules peuvent agir en ciblant les bactéries, en perturbant leur croissance et en inhibant leur survie.

Les nanoparticules antibactériennes peuvent être synthétisées par différentes voies chimiques ou biologiques, en utilisant des matériaux tels que l'argent, le cuivre, le zinc, le titane, les oxydes métalliques et les polymères. Leur taille, leur forme et leur composition peuvent être ajustées pour optimiser leur activité antibactérienne.[24]

Pour évaluer l'activité antibactérienne de ces nanoparticules, des protocoles spécifiques peuvent être suivis. Certains des protocoles couramment utilisés comprennent :

a) Méthode de diffusion sur gélose :

Les nanoparticules sont incorporées dans un disque de papier stérile et placées sur une plaque de gélose préalablementensemencée avec les bactéries ciblées. L'activité antibactérienne est attribuée en fonction de la zone d'inhibition de la croissance bactérienne autour du disque contenant les nanoparticules.

b) Préparation de la solution de nanoparticules :

Les nanoparticules doivent être diluées dans l'eau distillée stérilisée pour obtenir une concentration de travail nécessaire. La concentration optimale peut varier en fonction de la taille, de la forme et de la composition des nanoparticules.

c) Préparation de l'inoculum bactérien :

Les bactéries cibles doivent être cultivées sur un milieu de culture approprié jusqu'à ce qu'elles atteignent une phase de croissance exponentielle. Le nombre de cellules bactériennes doit être déterminé à l'aide d'un spectrophotomètre ou d'un microscope optique.

d) Test d'activité bactéricide :

Des tests doivent être réalisés pour évaluer l'activité bactéricide des nanoparticules contre les bactéries cibles. Pour cela une solution de nanoparticules doit être ajoutée à l'inoculum bactérien à une concentration donnée, puis incubée pendant une période donnée. La méthode de diffusion sur gélose est une technique couramment utilisée pour évaluer l'activité antibactérienne des nanoparticules. Voici les étapes générales pour réaliser cette méthode : Matériel nécessaire sont Nanoparticules NPCuO, NPAgO , NPZnO ,NPMnO ;Gélose nutritive ou autre milieu de culture ; approprié Disques de papiers ; stériles Bactéries cibles et Zone de sécurité

1. Protocole évaluer l'activité antibactérienne des nanoparticules :

1.1. Préparation de la gélose :

Préparez le milieu de culture approprié, que la MHA, les instructions du fabricant. Versez la gélose fondue dans des boîtes pétri stériles et laissez-la solidifier.

1.2. Préparation des nanoparticules :

Prévoir une suspension des nanoparticules dans l'eau stérile. Assurez-vous de bien agiter la suspension pour obtenir une répartition uniforme des nanoparticules.

1.3. Préparation des disques de papier :

Stérilisez les disques de papier de diamètre standard (par exemple, 6 mm) et placez-les dans une boîte de Pétri stérile.

1.4. Application des nanoparticules :

Déposez une quantité spécifique de suspension de nanoparticules sur chaque disque de papier stérile. Vérifiez-vous que la suspension est bien alimentée par le papier.

1.5. Ensemencement des bactéries :

Avec une boucle stérile ou une pipette stérile, déposez une quantité préalablement définie de bactéries sur la surface de la gélose solidifiée dans les plaques de gélose.

1.6. Incubation :

Incubez les plaques de gélose à une température appropriée pendant une période de temps définie, généralement entre 24 et 48 heures, pour permettre la croissance bactérienne.

1.7. Mesure de l'inhibition bactérienne :

Après l'incubation, observez les zones d'inhibition de la croissance bactérienne autour des disques de papier contenant les nanoparticules. Mesurez le diamètre de la zone d'inhibition en utilisant une règle ou un calibre.

1.8. Remarque- Contrôles :

Incluez des témoins positifs (par exemple, un anti connu) et des témoins biotiques (par exemple, des disques de papier imprégnés de solvant ou de l'eau stérile) pour comparer les résultats.

Il est important de répéter les expériences plusieurs fois pour obtenir des données fiables et de réaliser des contrôles de stérilité appropriés pour éviter toute contamination.

Les nanoparticules NPCuO ,NPAgO , NPZnO ,NPMnO ont affiché des performances bactéricides différentes contre les bactéries Gram-positives et Gram-négatives souches. Néanmoins, les variations de la performance bactéricide observés contre les diverses souches bactériennes n'étaient pas substantiels.

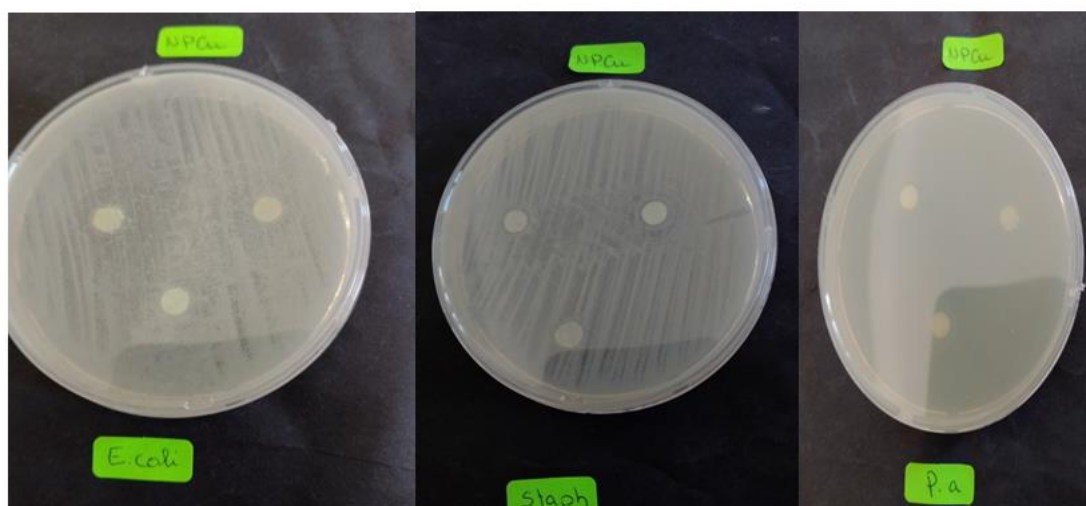


Figure 38: l'activité antibactérienne des NPs CuO

L'oxyde de cuivre présente également une activité antibactérienne significative. Il est efficace contre des pathogènes tels que *E. coli*, avec une diametre de Les résultats obtenus représentés sur la révèlent tous la présence d'un d'inhibition de croissance

bactérienne, correspondant à un diamètre d'inhibition 16,10mm

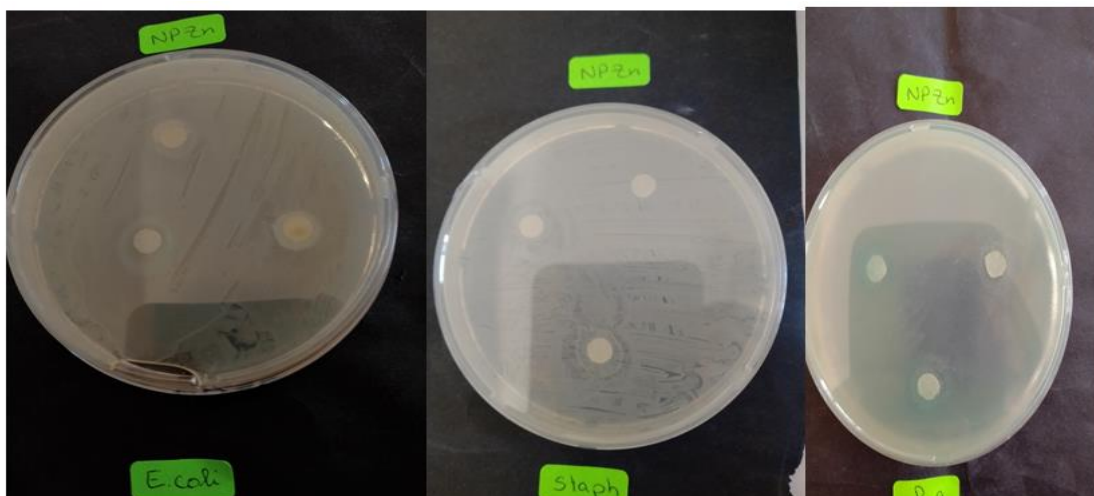


Figure 39: l'activités antibactérienne de NPs ZnO

L'oxyde de zinc a montré une activité antibactérienne contre diverses souches bactériennes, y compris *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* et *Pseudomonas aeruginosa*. Les résultats obtenus indiquent la présence d'un d'inhibition de croissance bactérienne, avec un diamètre d'inhibition compris entre 12,8 12,49 11,86 mm respectivement.

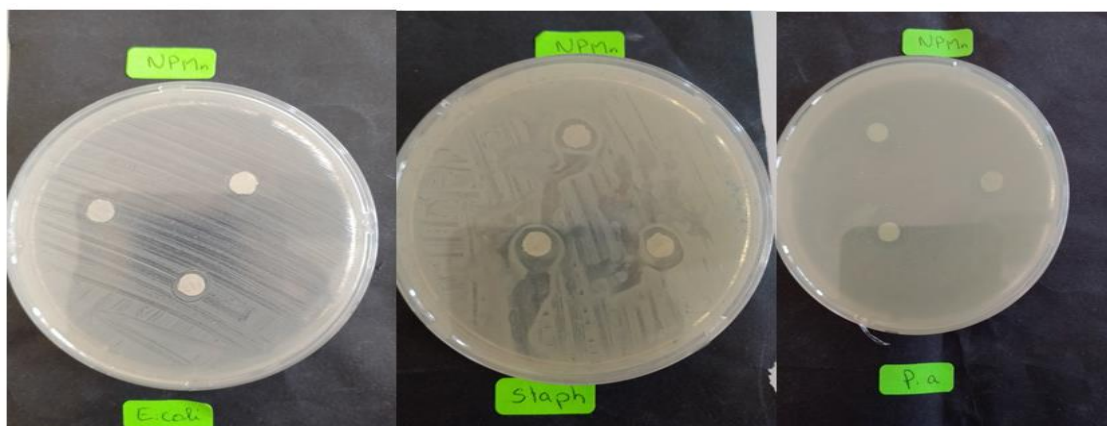


Figure 40: l'activité anti bactérienne de NPs MnO

L'oxyde de manganèse a démontré une activité antibactérienne contre différentes souches bactériennes, telles que *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* et *Pseudomonas aeruginosa*. Les résultats obtenus révèlent la présence d'un d'inhibition de croissance bactérienne avec les diamètres d'inhibition suivants : 8,28 mm pour *Escherichia coli*, 11,76 mm pour *Staphylococcus aureus* et 12,71 mm pour *Pseudomonas aeruginosa*.

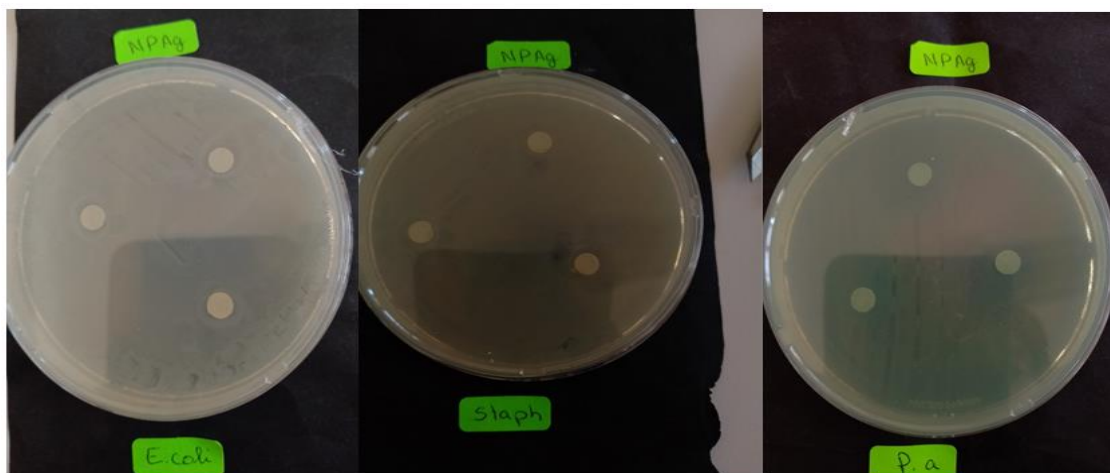


Figure 41: l'activité anti bactérienne de NPs AgO

L'oxyde d'argent a démontré une activité antibactérienne contre différentes souches bactériennes, notamment *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* et *Pseudomonas aeruginosa*. Les résultats obtenus mettent en évidence la présence d'un d'inhibition de croissance bactérienne avec des diamètres d'inhibition mesurés de 10,71 mm pour *Escherichia coli*, 14,7 mm pour *Staphylococcus aureus* et 15,25 mm pour *Pseudomonas aeruginosa*.

Les meilleurs résultats obtenus avec l'oxyde d'argent et l'oxyde d'e cuivre ont montré une activité antibactérienne significative contre différentes souches bactériennes. Parmi les souches testées, *Escherichia coli* a présenté le plus grand diamètre d'inhibition de croissance bactérienne

- Les résultats indiquent que l'oxyde d'argent et l'oxyde de cuivre ont une efficacité prometteuse en tant qu'agent antibactérien contre ces souches spécifiques.

Les oxydes de métaux sont connus pour leur activité antibactérienne, et différents types d'oxydes de métaux ont montré des niveaux variables d'efficacité contre les bactéries. Voici quelques exemples d'oxydes de métaux couramment recherchés et leurs activités antibactériennes :

Oxyde de zinc (ZnO) : L'oxyde de zinc a montré une forte activité antibactérienne contre diverses souches bactériennes, y compris *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* et *Pseudomonas aeruginosa*. Il est capable de perturber les membranes cellulaires bactériennes, d'induire une production accrue de radicaux libres et d'inhiber la croissance bactérienne

Oxyde de cuivre (CuO):L'oxyde de cuivre présente également une activité antibactérienne significative. Il est efficace contre des pathogènes tels que *E. coli*, *S. aureus*. Les mécanismes d'action proposés comprennent la génération de stress oxydatif, la rupture de la membrane cellulaire et l'inhibition des enzymes essentielles.

Il convient de noter que l'activité antibactérienne des oxydes de métaux peut varier en fonction de divers facteurs, tels que la taille et la forme des nanoparticules, la concentration, le temps de contact et les caractéristiques spécifiques des bactéries cibles. Des études supplémentaires sont nécessaires pour comprendre les mécanismes d'action et l'efficacité des oxydes de métaux en tant qu'agents antibactériens.

2. Mécanisme d'activité antibactérienne

Le mécanisme d'activité antibactérienne des oxydes de métaux peut être attribué à plusieurs facteurs.[47] Voici quelques mécanismes couramment proposés :

Stress oxydatif : Les oxydes de métaux tels que l'oxyde de zinc (ZnO) et l'oxyde de cuivre (CuO) sont capables de produire des espèces réactives de l'oxygène, telles que des radicaux libres, en présence d'humidité ou de lumière UV. Ces espèces réactives peuvent endommager les composants cellulaires essentiels des bactéries, tels que les lipides, les protéines et les acides nucléiques, entraînant la mort cellulaire. [48]

2.1. Perturbation de la membrane cellulaire :

Certains oxydes de métaux peuvent interagir avec les membranes cellulaires des bactéries. Par exemple, l'oxyde de zinc peut s'adsorber à la surface de la membrane et induire une instabilité, entraînant une fuite des composants cellulaires et une altération de la perméabilité membranaire. Cela peut conduire à une perte d'intégrité membranaire, à une lyse cellulaire et à la mort de la bactérie. [48].

2.2. Inhibition enzymatique :

Certains oxydes de métaux, tels que l'oxyde de cuivre, peuvent inhiber l'activité d'enzymes essentielles pour la survie des bactéries. Par exemple, l'oxyde de cuivre peut interférer avec les enzymes respiratoires, perturbant ainsi l'énergétique des bactéries et entraînant leur mort. [49,51].

2.3. Interaction avec les groupes fonctionnels des protéines :

Les oxydes de métaux peuvent interagir avec les groupes fonctionnels des protéines bactériennes, perturbant ainsi leur structure et leur fonction. Cela peut entraîner une inactivation des protéines essentielles et une perturbation des processus cellulaires vitaux. [52,56].

2.4. Génération de particules ioniques :

Certains oxydes de métaux, tels que l'oxyde de magnésium (MgO), peuvent libérer des ions métalliques dans l'environnement environnant. Ces ions peuvent interagir avec les bactéries et perturber leur fonctionnement. Par exemple, les ions de magnésium peuvent

inhiber les enzymes bactériennes et perturber la stabilité de la membrane cellulaire. [57,58].

Les mécanismes spécifiques peuvent varier en fonction du type d'oxyde de métal, de la taille et de la forme des nanoparticules, ainsi que des caractéristiques des bactéries cibles. De plus, plusieurs mécanismes peuvent coexister et se combiner pour exercer une activité antibactérienne efficace. Les recherches approfondies d'approfondir notre compréhension des mécanismes sous-jacents à l'activité antibactérienne des oxydes de métaux.

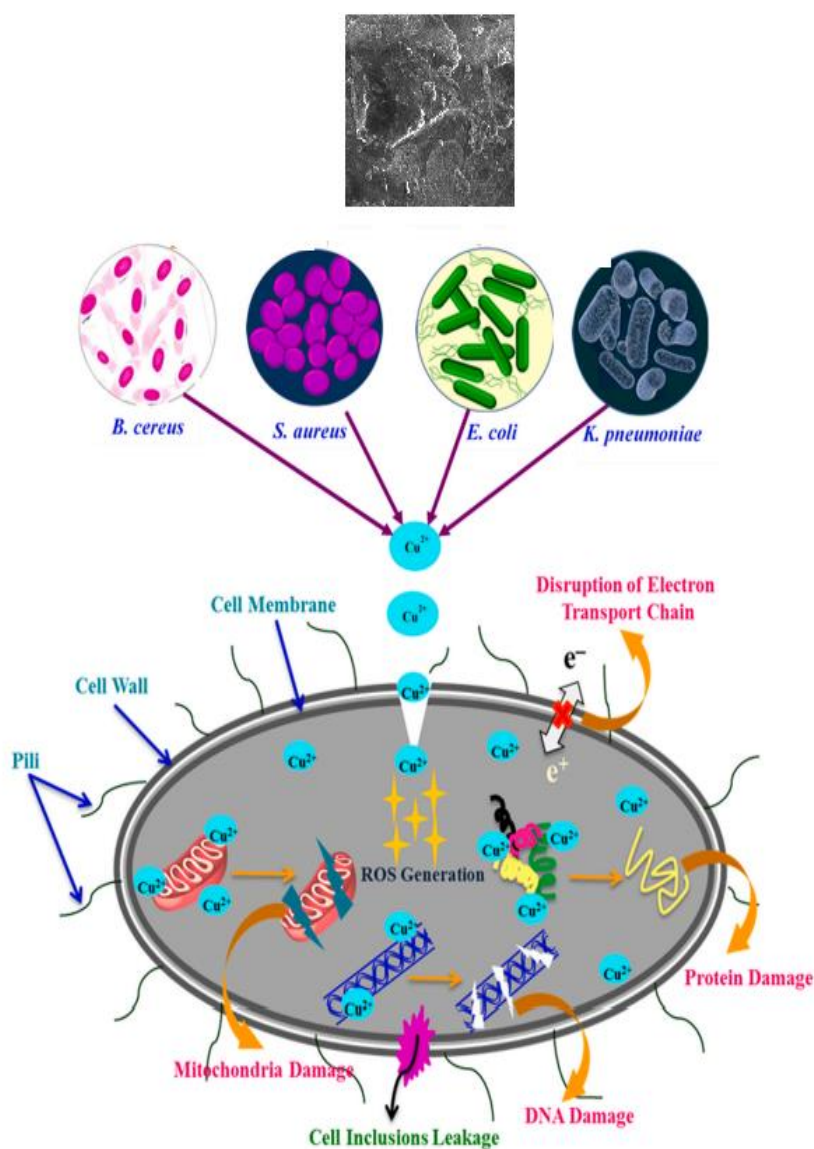


Figure 42 : Mécanisme de l'activité bactéricide des nanoparticules de CuO contre des souches bactériennes sélectionnées. [59]

Tableau 4: Résultats d'oxydes des métaux et leurs activités antibactériennes

<i>NPs</i> / <i>Bactérie</i>	<i>E. Coli (mm)</i>	<i>Staphe (mm)</i>	<i>P. a (mm)</i>
CuO	16.10	8.29	9.43
	14.27	8.22	9.44
	-----	8	9.54
ZnO	12.88	12.49	11.86
	11.16	10.21	11.82
	10.66	-----	11.82
AgO	10.7	14.7	15.25
	10.71	9.97	13.93
	9.92	10.29	11.09
MnO	8.28	11.75	11.47
	7.82	11.76	10.77
	7.86	11.75	12.71

L'extrait de feuille de *Moringa oleifera* (*M. oleifera*) a joué un rôle crucial dans la synthèse verte. Les extraits de feuille de *Moringa oleifera* ont démontré une activité antimicrobienne contre diverses souches bactériennes. Lorsqu'ils sont utilisés comme agent de synthèse dans la production de nanoparticules, ils peuvent conférer des propriétés antibactériennes aux nanoparticules synthétisées, ce qui les rend utiles pour des applications telles que les revêtements antibactériens.

L'utilisation de l'extrait de feuille de *Moringa oleifera* dans la synthèse verte peut varier en fonction des conditions expérimentales, du type de nanoparticules à synthétiser et des objectifs

spécifiques de l'étude. Des études supplémentaires sont nécessaires pour optimiser les conditions de synthèse et explorer le potentiel de l'extrait de feuille de *Moringa oleifera* dans les applications de synthèse verte.

les nanoparticules amorphes peuvent également présenter des propriétés antibactériennes lorsqu'elles sont fonctionnalisées avec des composés antibactériens tels que des extraits de feuille de *Moringa oleifera*. Les nanoparticules amorphes se caractérisent par une structure désordonnée, sans arrangement cristallin régulier. Cette structure amorphe peut offrir plus une grande surface spécifique et une plus grande disponibilité des sites actifs pour interagir avec les bactéries.

Lorsque les nanoparticules amorphes sont fonctionnalisées avec des composés antibactériens, tels que des extraits de feuille de *Moringa oleifera*, ces composés peuvent être adsorbés ou liés à la surface des nanoparticules. Cela permet une libération contrôlée des composés antibactériens et favorise leur interaction avec les membranes cellulaires des bactéries ciblées, entraînant des effets antibactériens.

L'activité antibactérienne des nanoparticules amorphes fonctionnalisées dépendra de plusieurs facteurs, notamment la nature des composés antibactériens utilisés, la concentration, la taille et la surface des nanoparticules, ainsi que les caractéristiques spécifiques des bactéries cibles. Des études supplémentaires sont nécessaires pour optimiser ces paramètres et évaluer l'efficacité des nanoparticules amorphes fonctionnalisées pour des applications antibactériennes spécifiques.

Conclusion

Conclusion général

Les composées d'oxydes de cuivre, d'argent, de zinc et de manganèse ont été largement étudiées en raison de leurs propriétés uniques et de leur potentiel d'application dans divers domaines. La formation des composantes amorphes plutôt que de particules cristallines et la vitesse de croissance des composantes peut jouer un rôle important dans la formation de structures amorphes. Si la croissance des particules se produit rapidement, il peut y avoir peu de temps pour que les atomes se disposent dans une structure cristalline régulière. Cela peut conduire à la formation des composants d'oxydes métallique amorphes.

Les composées d'oxydes métalliques peuvent être utilisées comme agents de proposition pour l'élimination des bactéries dans divers environnements. Par exemple, le composé d'oxyde d'argent ont montré une activité antibactérienne efficace et sont utilisées dans des produits désinfectants et des matériaux filtrants. Les composés d'oxydes de cuivre, d'argent, de zinc et de manganèse peuvent former des structures amorphes plutôt que des particules cristallines en raison de différents facteurs. La vitesse de croissance des composants joue un rôle crucial dans la formation de ces structures amorphes. Lorsque la croissance des particules est rapide, il y a peu de temps pour que les atomes se disposent dans une structure cristalline régulière. Cela peut être dû à des conditions de croissance spécifiques, telles que des températures élevées, des pressions élevées ou des taux de refroidissement rapides. Ces conditions peuvent empêcher les atomes de se réorganiser de manière ordonnée et favoriser la formation d'une structure amorphe. Les structures amorphes se caractérisent par une absence de motif cristallin régulier. Au lieu de cela, les atomes dans ces structures sont disposés de manière désordonnée, ce qui confère aux composés des propriétés uniques. Par exemple, les oxydes métalliques amorphes peuvent présenter une plus grande surface spécifique, une conductivité électrique différente, une plus grande réactivité chimique ou d'autres caractéristiques spécifiques à leur structure amorphe. Ces propriétés uniques des composés d'oxydes métalliques amorphes les rendent attrayants pour diverses applications. Par exemple, dans le domaine des matériaux catalytiques, les structures amorphes peuvent offrir une plus grande activité catalytique en raison de leur surface spécifique élevée et de leur réactivité chimique accrue. De plus, les oxydes métalliques amorphes peuvent également être utilisés dans des dispositifs électroniques, des capteurs, des cellules solaires et d'autres domaines où leurs propriétés spécifiques sont avantageuses. En résumé, la formation de composés d'oxydes métalliques amorphes plutôt que de particules cristallines peut être influencée par la vitesse de croissance des composants. Ces structures amorphes présentent des propriétés uniques et ont un potentiel d'application dans divers domaines.

References

1. **Horikoshi, S. and N. Serpone**, *Microwaves in nanoparticle synthesis: fundamentals and applications* 2013: John Wiley & Sons.
2. **Ahmad, H., et al.**, *Enhanced biosynthesis synthesis of copper oxide nanoparticles (CuO-NPs) for their antifungal activity toxicity against major phyto-pathogens of apple orchards*. *Pharmaceutical Research*, 2020. 37: p. 1-12.
3. **Ahmad, S.A., et al.**, *Bactericidal activity of silver nanoparticles: A mechanistic review*. *Materials Science for Energy Technologies*, 2020. 3: p. 756-769.
4. **Akther, T., et al.**, *Fungal-mediated synthesis of pharmaceutically active silver nanoparticles and anticancer property against A549 cells through apoptosis*. *Environmental Science and Pollution Research*, 2019. 26: p. 13649-13657.
5. **Al-Zubaidi, S., A. Al-Ayafi, and H. Abdelkader**, *Biosynthesis, characterization and antifungal activity of silver nanoparticles by Aspergillus niger isolate*. *Journal of Nanotechnology Research*, 2019. 1(1): p. 23-36.
6. **Hervé-Bazin, B.**, *Les nanoparticules*, in *Les nanoparticules* 2021, EDP Sciences.
7. Gaffet, E., *Nanomatériaux: différentes voies de synthèse, propriétés, applications et marchés*. *Actualité et dossier en santé publique*, 2008. 64: p. 183.
8. **Jadoun, S., et al.**, *Green synthesis of nanoparticles using plant extracts: A review*. *Environmental Chemistry Letters*, 2021. 19: p. 355-374.
9. **Quelemes, P.V., et al.**, *Development and antibacterial activity of cashew gum-based silver nanoparticles*. *International Journal of Molecular Sciences*, 2013. 14(3): p. 4969-4981.
10. **Roduner, E.**, *Size matters: why nanomaterials are different*. *Chemical society reviews*, 2006. 35(7): p. 583-592.
11. **Xu, F., et al.**, *Hierarchically assembled porous ZnO nanoparticles: synthesis, surface energy, and photocatalytic activity*. *Chemistry of Materials*, 2007. 19(23): p. 5680-5686.
12. **Moghaddam, H.M., et al.**, *Voltammetric determination of droxidopa in the presence of carbidopa using a nanostructured base electrochemical sensor*. *Russian Journal of Electrochemistry*, 2017. 53: p. 452-460.
13. **Pandit, C., et al.**, *Biological agents for synthesis of nanoparticles and their applications*. *Journal of King Saud University-Science*, 2022. 34(3): p. 101869.

14. **Mitchell, M.J., et al.,** *Engineering precision nanoparticles for drug delivery.* Nature Reviews Drug Discovery, **2021**. 20(2): p. 101-124.
15. **Verma, A. and F. Stellacci,** *Effect of surface properties on nanoparticle–cell interactions.* small, **2010**. 6(1): p. 12-21.
16. **Ul Haq, I., S. Ijaz, and N.A. Khan,** *Application of nanotechnology for integrated plant disease management.* Plant disease management strategies for sustainable agriculture through traditional and modern approaches, **2020**: p. 173-185.
17. **Muhammad, Z., N. Inayat, and A. Majeed,** *Application of nanoparticles in agriculture as fertilizers and pesticides: challenges and opportunities.* New Frontiers in Stress Management for Durable Agriculture, **2020**: p. 281-293.
18. **Salunke, B.K., et al.,** *Microorganisms as efficient biosystem for the synthesis of metal nanoparticles: current scenario and future possibilities.* World Journal of Microbiology and Biotechnology, **2016**. 32: p. 1-16.
19. **Tsekhmistrenko, S., et al.,** *Bacterial synthesis of nanoparticles: A green approach.* Biosystems Diversity, **2020**. 28(1): p. 9-17.
20. **Katata-Seru, L., et al.,** *Green synthesis of iron nanoparticles using Moringa oleifera extracts and their applications: removal of nitrate from water and antibacterial activity against Escherichia coli.* Journal of Molecular Liquids, **2018**. 256: p. 296-304.
21. **Aleman-Ramirez, J., et al.,** *Preparation of a heterogeneous catalyst from moringa leaves as a sustainable precursor for biodiesel production.* Fuel, **2021**. 284: p. 118983.
22. **BAASSI, S., S. CHAROUILI, and A. HENNI,** *Biosynthèse des nanoparticules d'argent (AgNPs) et leur activité antibactérienne,* UNIVERSITE KASDI MERBAH-OUARGLA.
23. **Epp, J.,** *X-ray diffraction (XRD) techniques for materials characterization,* in *Materials characterization using nondestructive evaluation (NDE) methods***2016**, Elsevier. p. 81-124.
24. **Dizaj, S.M., et al.,** *Antimicrobial activity of the metals and metal oxide nanoparticles.* Materials Science and Engineering: C, **2014**. 44: p. 278-284.

25. **Hawkes, P. W. (Ed.). (2012).** *Advances in Imaging and Electron Physics (Vol. 174)*. Elsevier.
26. **Borchers, J. A., LeBeau, J. M., & Larson, D. J. (Eds.). (2012).** *Transmission Electron Microscopy and Diffractometry of Materials (2nd ed.)*. Springer Science & Business Media.
27. **Silverstein, R. M., Webster, F. X., & Kiemle, D. J. (2014).** *Spectrometric Identification of Organic Compounds (8th ed.)*. Wiley.
28. **Everall, N. J., & Stavros, V. G. (Eds.). (2018).** *Raman Spectroscopy and its Applications*. Royal Society of Chemistry.
29. **Šimon, P., & Klapetek, P. (2014).** *Thermal Analysis of Micro-, Nano- and Non-Crystalline Materials: Transformation, Crystallization, Kinetics, and Thermodynamics*. Springer.
30. **Morones, J. R., Elechiguerra, J. L., Camacho, A., Holt, K., Kouri, J. B., Ramírez, J. T., ... & Yacaman, M. J. (2005).** The bactericidal effect of silver nanoparticles. *Nanotechnology*, 16(10), 2346-2353.
31. **Rai, M., Yadav, A., & Gade, A. (2009).** Silver nanoparticles as a new generation of antimicrobials. *Biotechnology Advances*, 27(1), 76-83.
32. **Raffi, M., Mehrwan, S., Bhatti, T. M., Akhter, J. I., Hameed, A., & Yawar, W. (2010).** Investigations into the antibacterial behavior of copper nanoparticles against *Escherichia coli*. *Annals of Microbiology*, 60(1), 75-80.
33. **Li, W. R., Xie, X. B., Shi, Q. S., Zeng, H. Y., Ou-Yang, Y. S., & Chen, Y. B. (2010).** Antibacterial activity and mechanism of silver nanoparticles on *Escherichia coli*. *Applied Microbiology and Biotechnology*, 85(4), 1115-1122.
34. **Zhang, X. F., Liu, Z. G., Shen, W., Gurunathan, S., & Silver, S. (2016).** Reduced graphene oxide–silver nanoparticle nanocomposite: A potential anticancer nanotherapy. *The International Journal of Nanomedicine*, 11, 107-121.
35. **Heinrich, M., & Barnes, J. (2012).** *Herbal Medicines: A Guide for Healthcare Professionals (3rd ed.)*. Pharmaceutical Press.
36. **N. Singh and F. Z. Haque,** ‘Synthesis of zinc oxide nanoparticles with different pH by aqueous solution growth technique’, *Optik (Stuttg.)*, vol. 127
37. **Andreini, C., Banci, L., Bertini, I., & Rosato, A. (2006).** Zinc through the three domains of life. *Journal of Proteome Research*, 5(11), 3173-3178.

38. **Bauer, A. W., Kirby, W. M., Sherris, J. C., & Turck, M. (2001).** Antibiotic susceptibility testing by a standardized single disk method. *American Journal of Clinical Pathology*, 45(4), 493-496.
39. **Aronica C., Jeanneau E. 2009.** ENS Lyon
40. **Guinebretière R. 2002.** Hermès Science Publications, Paris.
41. **E. M. Flanigen.** Zeolite Chemistry and Catalysis. *Advances in Chemistry Series*, New York, page 80, (1974).
42. **G. Kalaiyan, S. Suresh, S. Thambidurai, K.M. Prabu, S. Karthick Kumar, N. Pugazhenthiran, M. Kandasamy,** Green synthesis of hierarchical copper oxide microleaf Journal Pre-proof bundles using Hibiscus cannabinus leaf extract for antibacterial application, *J. Mol. Struct.* 1217 (2020) 128379.
43. **Cullity, B. D., & Stock, S. R. (2001).** *Elements of X-ray Diffraction* (3rd ed.). Prentice Hall.
44. **F. Aqil, I. Ahmad, and Z. Mehmood,** ‘Antioxidant and free radical scavenging properties of twelve traditionally used Indian medicinal plants’, *Turkish J. Biol.*, vol. 30, no. 3, pp. 177–183, 2006.
45. **G. Devendran and U. Balasubramanian,** ‘Qualitative phytochemical screening and GCMS analysis of *Ocimum sanctum* L. leaves’, *Asian J Plant Sci Res*, vol. 1, no. 4, pp. 44– 48, 2011.
46. **Tang, X., Liu, C., & Sun, S. (2017).** A review of synthesis and characterization of copper oxide nanoparticles with various morphologies. *Journal of Materials Science*, 52(15), 8721-8734.
47. **Silver, S. (2003).** Bacterial silver resistance: molecular biology and uses and misuses of silver compounds. *FEMS Microbiology Reviews*, 27(2-3), 341-353.
48. **Sies, H. (2015).** Oxidative stress: a concept in redox biology and medicine. *Redox Biology*, 4, 180-183.
49. **Silverman, R. B. (2012).** *The Organic Chemistry of Enzyme-Catalyzed Reactions* (4th ed.). Academic Press.
50. **Cornish-Bowden, A. (2012).** *Fundamentals of Enzyme Kinetics* (4th ed.). Wiley-Blackwell.
51. **Schomburg, I., & Schomburg, D. (Eds.). (2017).** *Class 2 Transferases XI: EC 2.7.1.37-2.8.1.12*. Springer.

52. **Perutz, M. F., & Wilkinson, A. J. (Eds.). (2000).** Protein Structure: New Approaches to Disease and Therapy. W.H. Freeman and Company.
53. **Li, Y., & Zhang, J. (2017).** Targeting protein-protein interactions with small molecules: challenges and perspectives for therapeutic strategies. *Chemistry*, 23(44), 10512-10522.
54. **Han, K. Y., Li, Z., & Yang, Y. (2019).** Molecular recognition of protein-ligand interactions: Cheminformatics approaches. *Methods in Molecular Biology*, 2053, 1-17.
55. **Gervasio, F. L., & Laio, A. (2005).** Conformational transitions and thermodynamics of protein-ligand binding studied with enhanced sampling techniques. *Accounts of Chemical Research*, 38(5), 386-395.
56. **Sridharan, S., Kurisinkal, E. E., Johnson, D. S., & Law, B. K. (2016).** A comprehensive model for protein–ligand interactions: Q-Dock 2.0. *Computational Biology and Chemistry*, 65, 128-134.
57. **Prabhakaran, P., & Russell, L. M. (2013).** Methods for generating atmospherically relevant highly oxidized organic aerosols. *Journal of Visualized Experiments*, 80, e50691.
58. **Gopalakrishnan, R., & Rajagopalan, S. (2015).** Generation of gas phase ions and nanoclusters by electrospray ionization. *Journal of Analytical & Bioanalytical Techniques*, 6(5), 1-5.
59. **G. Kalaiyan , S. Suresh , K.M. Prabu , S. Thambidurai , M. Kandasamy , N. Pugazhenthiran , S. Karthick Kumar , T. Muneeswaran. (2021) .**Bactericidal activity of Moringa oleifera leaf extract assisted green synthesis of hierarchical copper oxide microspheres against pathogenic bacterial strains . *Journal of Environmental Chemical Engineering* 9 104847