

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

جامعة عمار ثليجي بالأغواط

UNIVERSITE AMAR TELIDJI LAGHOAT

كلية العلوم

FACULTE DES SCIENCES DEPARTEMENT Sciences de la Matière



Mémoire de Master

Domaine : Sciences de la matière

Filière : Chimie

Option : Chimie Inorganique

Par : **BENALI Dina**

THÈME

**Elaboration, Caractérisation et Etude Structurale de L'antibactérien
ZnFe₂O₄**

Soutenu publiquement devant le jury composé de :

Lefkaier Ibn Khaldoun	Professeur	UATL	Président
Benchikh Imane	MCB	UATL	Examinatrice
Benmoulai Hebboul Zoulikha	MCA	UATL	Rapporteur
El Hamel Mebark	Doctorant	UATL	Co-rapporteur

Année Universitaire 2021-2022

Dédicace

Avec un énorme plaisir, un cœur ouvert et immense joie, que je dédie mon travail

A mes très chers parents, Aucune dédicace ne saurait exprimer mon respect, mon amour éternel et ma considération pour les sacrifices que vous avez consenti pour mon instruction et mon bien être. Puisse Dieu, le Très Haut, vous accorder santé, bonheur et longue vie et faire en sorte que jamais je ne vous déçoive.

A ma chère grande mère, A ma sœur et mes frères Soundous, Mohamed Nadjib et Aness, Je vous souhaite du succès et du bonheur, et j'espère aussi vous voir réaliser vos rêves à l'avenir.

À mes chers professeurs, tous les professeurs de département science de la matière.

À mes chers amies, Israa, Aicha, Chaïma, Afaf, Fadila, Zineb merci pour les bons moments qui nous avons passé ensemble.

Benali Dina

Remerciements

Tous les éloges et les remerciements à notre ***DIEU Allah*** le Tout Puissant qui nous a donné le courage, la patience et la force pour mener ce travail jusqu'à sa fin.

Ce travail a été réalisé au laboratoire physicochimie des matériaux LPCM, dirigé par ***Monsieur TAOUTI Med Benaballah*** Université Amar Telidji de Laghouat. Je tiens à le remercier de m'avoir accueilli dans son laboratoire. Je suis très reconnaissante pour la confiance qu'il m'a accordée.

Je remercie tout particulièrement avec mes plus sincère gratitude ma directrice de thèse Madame ***BENMOULAI-HEBBOUL Zoulikha***, Maitre de conférences à l'université Amar Telidji de Laghouat qui a fait preuve de patience, d'enthousiasme, pour ses multiples conseils et pour tout le temps qu'elle a consacré à diriger ce mémoire. Je remercie également Monsieur ***ELHAMEL Mebark***, doctorant en 3^{ème} année chimie à l'université Amar Telidji de Laghouat de m'avoir assisté au laboratoire, et à madame ***BENCHIKHE Imane***, Maitre de conférence au département de Biologie à l'Université Amar Telidji de Laghouat, pour son aide à la réalisation du test d'évaluation d'activité antibactérienne. J'ai pu bénéficier de son expérience et sa compétence.

J'exprime mes sincères remerciements à Monsieur ***LEFKAIER Iben Khaldoun***, Professeur à l'Université Amar Telidji de Laghouat d'avoir accepté de présider le jury, et Madame ***BENCHIKHE Imane***, Maitre de conférence à l'Université Amar Telidji de Laghouat de m'avoir fait l'honneur d'être l'examinatrice de ce travail.

Je tiens à remercier très chaleureusement Melle ***ALLAOUI Sara*** doctorante en 2^{ème} année chimie à l'université Amar Telidji de Laghouat d'avoir consacré un peu de son temps pour faire passer mes échantillons à l'analyse IR.

Et enfin, un grand merci à l'ensemble des membres du LPCM, LPM, plateforme PTAPC-Laghouatet plus particulier à la doctorante ***CHIKHAOUI Rihab***, qui par leurs compétences et leurs gentillesse m'a permis de réaliser ce travail dans une atmosphère agréable.

Le corps humain contient 60 000 milliards de cellules et dix fois autant de bactéries environ. Et on se laisse encore impressionner par le nombre d'étoiles dans le ciel. Francis Dannemark

Liste des figures

Figures	Titre	Pages
I-1	<i>Gamme de tailles des nanoparticules comparées à celle des principales structures [13]</i>	12
I-2	<i>Les principales voies de synthèse des nanoparticules [18]</i>	13
II-3	<i>Images TEM pour les NPs de ZnFe₂O₄ (a,c)à 250 et 800°C respectivement. Histogramme pour les NPs de ZnFe₂O₄ (b,d)à 250 et 800°C respectivement [12]</i>	19
II-4	<i>Pourcentage de croissance des souches d'S. aureus (n = 3) présenté par les concentrations testées de ZnFe₂O₄ dispersées par nanoémulsion, après incubation pendant 24, 48 et 72 heures à 37 °C. [12]</i>	19
III-1	<i>Spectromètre Jasco FT/IR-4200 assisté par ordinateur</i>	20
III-2	<i>Préparation de l'échantillon a- préparation des pastilles b- échantillon prêt pour analyse</i>	21
III-3	<i>Diffractomètre à RX sur poudre</i>	21
III-4	<i>Poudre prêt pour analyse DRX</i>	22
III-5	<i>Bain ultrason Elmasonic Xtra 150H Elma</i>	22
IV-1	<i>Protocole expérimentale du procédé chimie du solide</i>	24
IV-2	<i>Les spectres infrarouges de l'oxyde métallique préparé avant et après traitement thermique</i>	25
IV-3	<i>Diffractogrammes obtenu du procédé 1 (chimie des solides)</i>	26
IV-4	<i>Le diagramme de Williamson-Hall montre les tailles de particules obtenues par procédé (1)</i>	27
IV-5	<i>Test bain ultrason après 1 min et 15 min, 30 min, 1h</i>	28
IV-6	<i>Protocole expérimentale du procédé Sol-Gel</i>	29
IV-7	<i>Les spectres infrarouges de l'oxyde métallique préparé avant et après traitement thermique</i>	30
IV-8	<i>Comparaison des spectres infrarouges du mélange après calcination des deux procédés.</i>	31
IV-9	<i>Comparaison des spectres infrarouges du mélange après calcination des deux procédés.</i>	32

IV-10	<i>Le diagramme de Williamson-Hall montre les tailles des particules obtenu par procédé (2)</i>	32
IV-11	<i>Test bain ultrasonique de la poudre obtenu par le procédé (2)</i>	33
IV-12	<i>Comparaison des deux diffractogrammes des échantillons obtenu par les deux procédés</i>	34
V-1	<i>L'activité antimicrobienne de nanoparticules de ZnFe₂O₄</i>	35
V-2	<i>Résultats du test anti bactérienne après 24h</i>	35
VI-1	<i>Position des polyèdres de ZnO₄ et FeO₆ dans la maille</i>	37
VI-2	<i>Les tétraèdres ZnO₄</i>	38
VI-3	<i>Les octaèdres FeO₆</i>	38

Liste des tableaux

Tableau	titre	pages
Tableau I-1	<i>Taille des cristallites (en nm) calculé par la formule de Scherrer [12]</i>	18
Tableau III-1	<i>Résultats du procédé (1).</i>	23
Tableau III-2	<i>La taille des particules calculées par la formule de Scherrer</i>	27
Tableau III-3	<i>Résultats du procédé (2).</i>	28
Tableau III-4	<i>La taille des particules calculées par la formule de Scherrer</i>	33
Tableau VI-1	<i>Les données cristallographiques sur ZnFe₂O₄</i>	36
Tableau VI-2	<i>Les positions atomiques</i>	36
Tableau VI-3	<i>Les longueurs des liaisons (Å) et les angles (°)</i>	37

Table des matières

Introduction générale	9
I. Généralité sur les nanoparticules	12
I-1. Voies de synthèses des nanoparticules	12
I-2. L'activité antibactérienne des nanoparticules	14
2- 1 Les facteurs influençant l'activité antibactérienne	14
II. L'activité antibactérienne des nanoparticules de ZnFe ₂ O ₄	16
II-1 Procédé d'élaboration des nanoparticules de ZnFe ₂ O ₄	16
II-2 L'efficacité antibactérienne de ZnFe ₂ O ₄	17
• Test d'évaluation d'activité antibactérienne	19
III. Techniques d'analyse	20
III-1 Technique infrarouge (IR)	20
III-2 Technique de diffraction des Rayons X sur poudre DRX	21
III-3 Test bain ultrasonique	22
IV. Synthèse et caractérisation de ZnFe ₂ O ₄	23
IV-1 Procédé Chimie du Solide	23
a-Mode opératoire	23
b- Caractérisation par infrarouge	25
c- Caractérisation par Diffractomètre de rayons X sur poudre (DRX)	26
IV-2 Procédé Sol-Gel	28
a-Mode opératoire	28
b- Caractérisation par infrarouge	30
c- Caractérisation par Diffractomètre de rayons X sur poudre (DRX)	31
d- Test bain ultrason	33
V. Test antibactérienne	34
VI. Etude structurale	35
VI-1 les données cristallographiques	35
VI-2 Description de la structure	36
Conclusion	39
Conclusion générale	40
Les références	43
Annexe A	
Annexe B	
Annexe C	
Annexe D	
Résumés	

Introduction générale

Une attention particulière est portée aux matériaux nouveaux et émergents à base de nanoparticules dans le domaine de la chimiothérapie antimicrobienne. Les bactéries se retrouvent naturellement dans les milieux cliniques et industriels en association avec les surfaces. Bien que les recherches microbiologiques modernes se concentrent principalement sur des bactéries planctoniques en culture pure, il est maintenant généralement reconnu que la plupart des bactéries vivent dans des communautés microbiennes, souvent composées de multiples espèces interagissant entre elles et avec leur environnement. La contamination bactérienne de la surface, l'adhésion, la persistance et la colonisation des surfaces par des bactéries, est de plus en plus reconnue comme étant néfaste pour la santé [1]. L'avancée dans le domaine des nanobiotechnologies, en particulier la capacité à préparer des nanomatériaux à base d'oxyde métalliques de taille et de forme spécifiques, sont susceptibles de conduire au développement de nouveaux agents antibactériens. Les activités fonctionnelles des nanoparticules sont influencées en grande partie par leurs tailles [2-5]. Par conséquent, les nanoparticules (NPs) sont intéressantes en raison de leurs propriétés biologiques physiques, chimiques uniques dans divers champs, y compris la médecine. Les propriétés des nanoparticules peuvent facilement être modifiées par la réduction ou le changement de leur taille. L'utilisation de matériaux inorganiques à l'échelle nanométrique est importante en raison de leur stabilité chimique et thermique, mais également l'existence de phénomènes intéressants tels qu'une augmentation remarquable du rapport surface-volume, un changement important de l'énergie de surface et des effets de confinement quantique se produisent lorsque les oxydes métalliques sont réduits à la dimension nanométrique [6-9]. Ces propriétés nanométriques, des particules organiques et inorganiques sont utilisées dans la recherche biomédicale, tels que les oxydes métalliques de zinc, de cuivre et de fer. En outre, les nanoparticules ont démontré une bonne activité antimicrobienne [7]. Cette dernière a été largement étudiée avec des bactéries pathogènes, telles que *Escherichia coli* et *Staphylococcus aureus* [9,10].

De plus, ces germes semblent être très sensibles aux nanoparticules de ZnO et CuO [10,11]. Ce travail vise à élaborer des nanoparticules d'oxyde métallique $ZnFe_2O_4$ sous forme de colloïdes où leurs propriétés antibactériennes ont été déjà démontrées et évaluées [12]. Le but est de développer une méthode chimique facile moins coûteuse pour élaborer NPs de $ZnFe_2O_4$ à fin d'utilisation de ces nanomatériaux pour la décontamination de surfaces notamment dans le milieu hospitalier dans le futur.

Après l'introduction générale, le premier chapitre présentera une étude bibliographique introduisant l'état de l'art de l'activité antibactérienne des nanoparticules (NPs) d'oxyde métallique ferrite de zinc $ZnFe_2O_4$, une revue de littérature sur les méthodes d'élaborations de

ce derniers sera présenté, ainsi que les paramètres influençant sur les l'activité antibactérienne. Le deuxième chapitre est consacré à l'élaboration des nanoparticules de $ZnFe_2O_4$ par deux différents méthodes sol-gel et chimie du solide. De même, les résultats de caractérisation de ce produit par deux techniques diffraction des Rx sur poudre (DRX), et la spectroscopie infrarouge (IR) seront présentés dans ce chapitre. Enfin, la conclusion générale de ce manuscrit apporte un récapitulatif global sur l'ensemble des résultats obtenus dans cette étude et dégage les principales perspectives.

Aperçu bibliographique

I. Généralité sur les nanoparticules

Les nanomatériaux se caractérisent en partie par leur taille minuscule, mesurée en nanomètres. Le nanomètre est un millionième de millimètre - environ 100 000 fois plus petit que le diamètre d'un cheveu humain. Les nanoparticules existent dans la nature et peuvent être créées à partir de divers produits, tels que le carbone ou des minéraux tels que l'argent, mais les nanomatériaux doivent par définition avoir au moins une dimension inférieure à environ 100 nanomètres. Les matériaux développés à une si petite échelle sont souvent appelés nanomatériaux d'ingénierie, qui peuvent posséder des propriétés optiques, magnétiques, électriques et autres uniques, figure I-1.

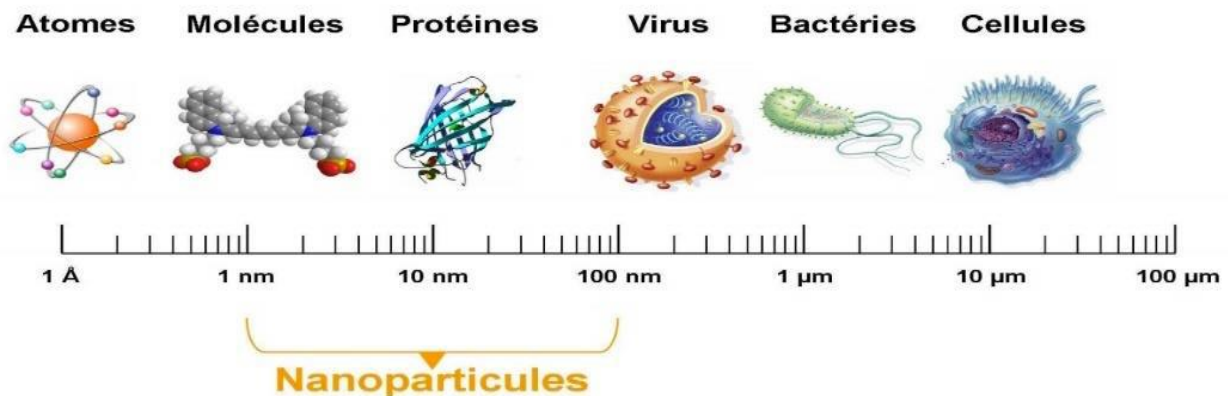


Figure I-1 : Gamme de tailles des nanoparticules comparées à celle des principales structures [13]

Les scientifiques s'intéressent particulièrement aux nanomatériaux d'ingénierie, conçus pour être utilisés dans de nombreux matériaux et dispositifs. Déjà, des milliers de produits courants, tels que les écrans solaires, les cosmétiques, les articles de sport, les vêtements etc. sont fabriqués avec des nanomatériaux. Ils interviennent également dans le diagnostic médical, l'imagerie, l'administration de médicaments et l'assainissement de l'environnement [14-16].

1. Voies de synthèses des nanoparticules

Il existe trois grandes voies pour la synthèse des nanoparticules : physiques, chimiques et biologiques [17]. Ils sont représentés dans la figure I-2.

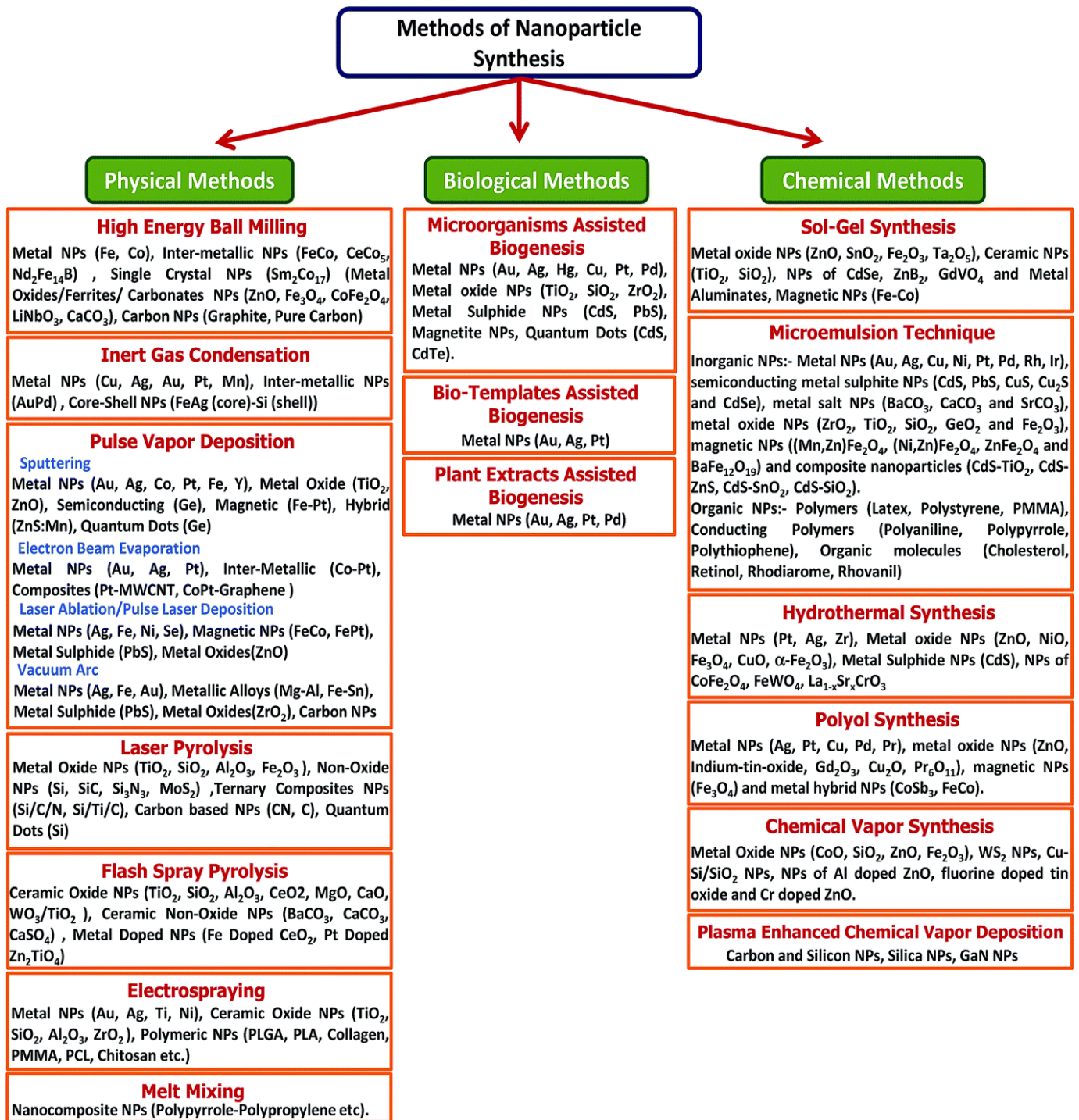


Figure I-2 : Les principales voies de synthèse des nanoparticules [18]

- **Les voies physiques** : Parmi les méthodes utilisées pour les produire figurent le dépôt physique et chimique en phase vapeur. En dépôt physique en phase vapeur (PVD), le matériau est vaporisé à la chaleur dans un four ou au moyen de lasers à impulsions. La vapeur est ensuite condensée sur une surface froide. Par exemple, des nanotubes de carbone à paroi unique peuvent être préparés en vaporisant une cible de carbone dans un four à environ 1500 K à l'aide d'un laser et en laissant la vapeur se condenser sur une surface froide. Un gaz inerte est injecté dans le réacteur pendant le processus pour empêcher l'oxydation de la vapeur de carbone. Dans le dépôt chimique en phase vapeur (CVD), une réaction se produit dans la phase vapeur entre deux matériaux ou plus et / ou la vapeur réagit avec le matériau cible.
- **Les voies chimiques** : elles ont l'avantage d'être simple, peu coûteuse en termes d'instrumentations avec des températures de synthèse assez basse (<350°C) et présente la possibilité de dopages d'atomes ou ions étrangers lors de la synthèse. Ce sont des méthodes facilement industrialisables ; une grande quantité des matériaux peut être obtenus à différentes tailles et formes. Enfin, ce type de méthode permet l'auto assemblage ou la structuration.
- **Les voies biologiques** : Elles reposent sur l'utilisation de microorganismes, tels que les champignons, bactéries ou actinomycètes (procaryotes), l'utilisation d'extraits de plantes ou d'enzymes et l'utilisation de matrices, telles que l'ADN, les membranes, les virus et les diatomées.

2. L'activité antibactérienne des nanoparticules

Les nanomatériaux en tant qu'antibactériens sont très prometteurs et suscitent un grand intérêt car ils pourraient combler les lacunes là où les désinfectants par exemple ont une activité limitée. Les nanomatériaux (NM) antimicrobiens actuellement utilisés les métaux, les oxydes métalliques et les nanoparticules organiques présentent une diversité de propriétés de composition chimique intrinsèques et modifiées.

2- 1 Les facteurs influençant l'activité antibactérienne

Les propriétés physicochimiques des nanoparticules incluent leur taille, leur forme, leur potentiel zêta, leur rugosité de surface et leur structure cristalline, qui sont des éléments importants qui régulent les actions des nanoparticules sur les cellules bactériennes.

1-Taille : Les nanoparticules plus petites ont des surfaces spécifiques plus grandes, ce qui entraîne une probabilité plus élevée d'être en contact avec la membrane cellulaire bactérienne et de passer à travers celle-ci [19].

2- Forme : Les nanoparticules d'argent en forme de cube présentent une activité antibactérienne plus forte que les nanoparticules d'argent sous forme de sphère et de fil ayant un diamètre similaire, ce qui semble indiquer que l'effet de forme sur l'activité antibactérienne est dû à la surface spécifique et à la réactivité de facettes [20].

3- Potentiel Zeta : Des études récentes ont démontré que le potentiel zêta des nanoparticules avait une forte influence sur l'adhésion bactérienne. En raison de l'attraction électrostatique entre les nanoparticules chargées positivement et la membrane de la cellule bactérienne, chargée négativement. Les nanoparticules, qui ont une charge de surface positive, sont susceptibles de s'adsorber sur la surface bactérienne et sont étroitement liés aux bactéries, contrairement à leurs homologues chargés négativement [21,22].

4-Rugosité : Contrairement aux recherches approfondies sur les effets de différentes caractéristiques des nanoparticules sur les cellules bactériennes, peu d'études ont porté sur l'effet de la rugosité. Lorsque la rugosité des nanoparticules augmente, la taille et le rapport surface/masse favorisent l'adsorption des protéines bactériennes, ce qui entraîne une réduction de l'adhérence bactérienne [23,24].

5- Structure cristalline : Les NPs présentant davantage de défauts de surface entraînent une diminution de la cristallinité et une augmentation de la surface. Par conséquent, lorsqu'ils sont exposés à de courtes longueurs d'onde (telles que la lumière), ces défauts entraînent une génération des espèces réactives d'oxygène plus rapide et plus efficace [25] renforçant ainsi l'efficacité antimicrobienne des nanoparticules.

De plus, de ces facteurs cités les conditions environnementales, la souche bactérienne et le temps d'exposition sont d'autres facteurs importants qui influencent les effets antibactériens des nanoparticules [26].

II. L'activité antibactérienne des nanoparticules de ZnFe₂O₄

II-1 Procédé d'élaboration des nanoparticules de ZnFe₂O₄

Il a été démontré que les nanoparticules de type MFe₂O₄ avaient une large gamme d'activités antimicrobiennes contre divers micro-organismes, ce qui dépendait de manière significative de la concentration et de la taille des particules choisies. La ferrite de zinc peut être préparée par plusieurs méthodes :

a- Procédé Sol-gel

Des nanoparticules de ZnFe₂O₄ ont été préparées à l'aide de la méthode sol-gel [27], dans deux milieux différents (acide et basique). La diffraction des rayons X et les études par spectroscopie de Mössbauer sur ces échantillons ont montré la présence d'une structure spinelle monophasée. Les réactifs chimiques utilisés dans la préparation sont Zn(NO₃)₂. 6H₂O, Fe (NO₃)₃. 9H₂O, urée et acide citrique. Ainsi solution de nitrate de Fer et une solution de nitrate de Zinc ont été utilisées et gélifiées à l'aide d'une solution d'urée en tant que catalyseur et d'eau distillée en tant que solvant. Les solutions ont été chauffées à une température de 55°C sous agitation vigoureuse jusqu'à la formation du gel qui a été ensuite séché à 100°C. On a donc la transformation d'un système de l'état liquide dit « sol » en système solide dit « gel ». Le gel séché a été chauffé puis calciné à différentes températures dans un four, donnant un matériau ZnFe₂O₄ nanocristallin. Pour la préparation des nanoparticules de ZnFe₂O₄ dans un acide, l'acide citrique a été utilisé au lieu de l'urée et le reste de la préparation était le même que décrit ci-dessus.

b- hydrothermale

De nitrate de fer Fe(NO₃)₃, de nitrate de zinc Zn(NO₃)₂ et d'hydroxyde de sodium (NaOH) ont été mélangés et dissous dans de l'eau distillée. Ensuite, du PEG a été ajouté goutte-à-goutte sous agitation constante à température ambiante et avec un pH maintenu à 11. Le mélange était remué continuellement pendant une demi-heure et transféré dans 50 ml d'autoclave recouvert de téflon. L'autoclave était scellé et maintenu à 165°C pendant 16 heures dans le four et ensuite laissé atteindre la température ambiante. Enfin, la solution précipitée brune a été lavée plusieurs fois avec de l'eau distillée et de l'éthanol absolu [28].

c- Solvothermale

Du nitrate de fer (Fe(NO₃)₃.9H₂O) et du nitrate de zinc (Zn(NO₃)₂.6H₂O) ont été dissous dans l'éthylène glycol, suivi de l'addition de NaAc sous dispersion ultrasonique (30 min) pour former une solution claire. La solution a ensuite été transférée dans un autoclave pour

le traitement hydrothermal à 180°C pendant 12 h. Après l'arrêt de l'appareil, l'autoclave a été laissé refroidir naturellement à la température ambiante, le précipité a été recueilli par filtration et lavé plusieurs fois avec de l'eau et de l'éthanol, puis séché sous vide à 60°C pendant 4 h avant caractérisation et application. Cette méthode en une seule étape a permis de produire des nanosphères de type spinelle $ZnFe_2O_4$ à haut rendement [29].

d- Coprécipitation

La Coprécipitation est une technique économiquement viable et rapide pour préparer des ferrites de spinelle à basses températures. Par conséquent, elle est très utilisée en raison de l'homogénéité des matériaux obtenus, leur absence de contamination et la possibilité de contrôler de la taille des particules synthétisées [30]. Par exemple, Annie et al. [31] ont synthétisé des nanoparticules $ZnFe_2O_4$ à partir de $ZnCl_2$ et de $FeCl_3$ dissous séparément dans l'eau distillée et bien agité jusqu'à ce que l'homogénéisation soit atteinte. Ensuite, une solution de NaOH a été ajoutée goutte à goutte dans la solution de $FeCl_3$ sous agitation continue afin d'ajuster le pH de la solution à 10. Enfin, une solution de $ZnCl_2$ est ajoutée à la solution ci-dessus et la température étant élevée à 80°C pendant 3 heures jusqu'à ce que le précipité de coloration brune soit obtenu. Le précipité est centrifugé et lavé trois fois avec de l'eau distillée et de l'éthanol. Le sous-produit ainsi obtenu est recuit à 75°C pendant 24 heures dans un four à air chaud et est ensuite suivi d'une calcination à 500°C pendant 5 heures.

II-2 Synthèse et le test d'efficacité antibactérienne de $ZnFe_2O_4$ à partir de la référence [12]

En 2021, une étude comparative entre la ferrite de zinc et de cobalt et du mixte zinc cobalt a démontré que les nanoparticules de $ZnFe_2O_4 > Zn_{0.5}Co_{0.5}Fe_2O_4 > CoFe_2O_4$ inhibant la croissance des souches se sont révélées être des agents bactéricides efficaces [12]. Ces derniers ont été préparés par la méthode Sol-Gel décrite auparavant sauf qu'ils ont utilisé la gélatine incolore dans l'eau. Les nanoparticules (NPs) de $ZnFe_2O_4$ ont été préparées à partir des nitrates de Fer et de Zinc ajoutés séparément dans de l'eau distillée. Les sels métalliques et la gélatine ont été maintenus sous constante agitation et chauffage à 40°C pendant 40 min. Après avoir terminé dissolution, la gélatine et chaque nitrate ont été mélangés en respectant la stœchiométrie, et maintenir sous agitation et chauffage constants. Finalement, la solution a été placée dans un four pour séchage et de stérilisation à une température de 100 °C pendant 24 h pour évaporé l'eau. Les échantillons secs ont formé le xérogel et ils ont été macérés jusqu'à la formation d'une poudre homogène. La poudre a été calciné dans un four tubulaire à 250 et 800 °C pendant 4 h, avec une vitesse de chauffage maintenue à 4 °C/min. Finalement, l'élimination

des matières organiques résiduelles a été effectuée par traitement chimique avec 35% H₂O₂. Les échantillons étaient lavés à l'eau distillée, puis centrifugé, pour séparer les agglomérats lors de la synthèse. L'échantillon a été séché à 100 °C pendant 24 h.

La taille des particules calculées par la méthode de Scherrer est présentée dans le tableau II-1 montre que les tailles des cristaux ont changé après la calcination à température plus élevée l'augmentation de la taille des grains accompagne une meilleure cristallinité. La distribution des taille de particules de ZnFe₂O₄ leurs histogrammes de taille correspondants obtenus à 250°C et 800°C associé à leurs images MET sont illustrés dans la figure II-3. Les images MET montrent l'homogénéité de la taille des particules obtenus à 250°C et 800°C. Figure II-3 a et II-3 c respectivement. Les histogrammes de N particules différentes sont calculés à partir des tailles de fréquence des mesures des NP (N = 50) à l'aide du logiciel Image J et tracer par la méthode de Sturges [32], en suite modéliser par une courbe de distribution. L'échantillon ZnFe₂O₄ calciné à 250°C (figure II-3 b) a montré une caractéristique d'un matériau amorphe, avec une taille moyenne de 10,4 nm. L'échantillon ZnFe₂O₄ calciné à 800°C, (figure II-3 d) a montré une taille moyenne de 21,9 nm.

Table II-1 : Taille des cristallites (en nm) calculé par la formule de Scherrer [12]

2θ de diffraction	Indices de Miller	Amorphe	Taille de ferrites en (nm)
		ZnFe ₂ O ₄ à 250°C	ZnFe ₂ O ₄ à 800°C
30°	220	-	32.2
36°	311	-	35.9
37°	222	-	27.2
43°	400	-	41.3
52°	422	-	43.8
57°	511	-	41.1
62°	440	-	45.7

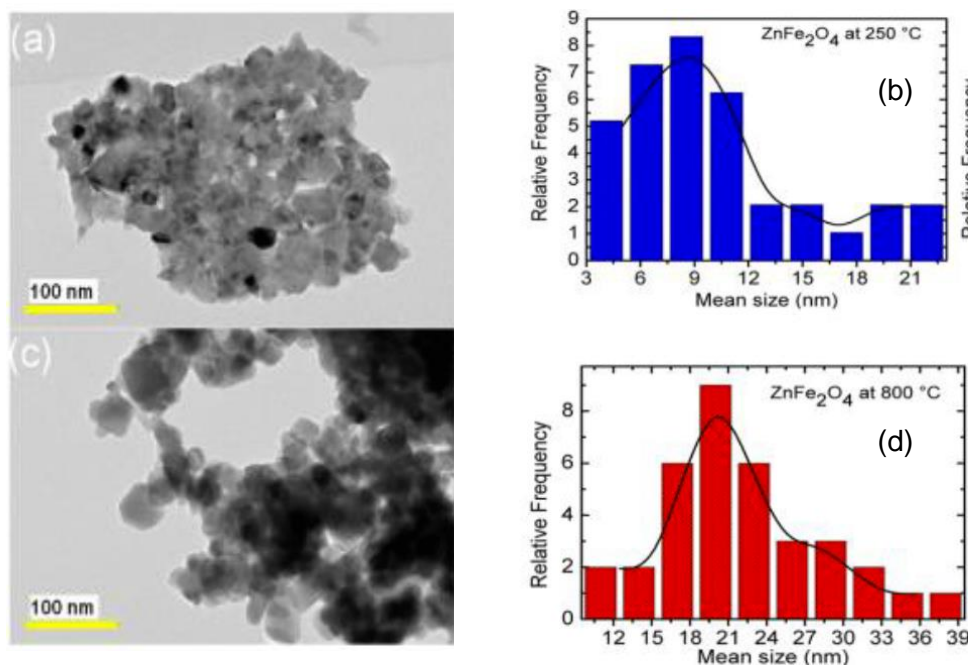


Figure II-3 Images TEM pour les NPs de ZnFe₂O₄ (a,c) à 250 et 800°C respectivement. Histogramme pour les NPs de ZnFe₂O₄ (b,d) à 250 et 800°C respectivement [12]

• Test d'évaluation d'activité antibactérien de ZnFe₂O₄

Le test d'inhibition utilisant la méthode concentration minimale inhibitrice a montré que la concentration inhibitrice la plus élevée est supérieure à 1 mg/mL. La figure B-4 montre les résultats obtenus avec les concentrations de 1 mg/mL, 0.5 mg/mL, et 0,25 mg/mL selon le pourcentage d'inhibition obtenu, en utilisant l'inhibition pour les souches de *S. aureus* (n = 3). Ce pourcentage a été comparé au contrôle positif d'inhibition, qui était un antibiotique connu, et au contrôle négatif sans la présence de l'inhibition. Selon la figure B-4, les moyennes des inhibitions dans les trois temps d'incubation sont exprimées pour la ferrite calcinée à 250 °C de ZnFe₂O₄ en contact avec les souches de *S. aureus* (n = 3) étaient de 67,5 %, 60,3 %, et 57,2 %, pour 24 h, 48 h et 72 h, respectivement. et les moyennes pour le ZnFe₂O₄ calciné à 800 °C étaient de 64,7 %, 57,5 % et 53,5 %, respectivement, pour les trois temps d'incubation.

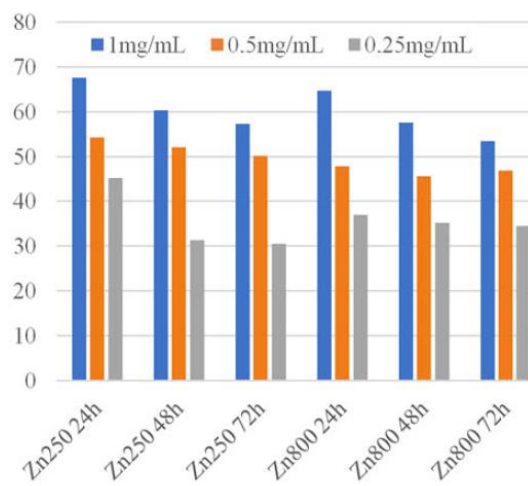


Figure II-4 : Pourcentage de croissance des souches d'*S. aureus* (n = 3) présenté par les concentrations testées de ZnFe₂O₄ dispersées par nanoémulsion, après incubation pendant 24, 48 et 72 heures à 37 °C. [12]

Partie expérimentale

III. Techniques d'analyse

III-1 Technique infrarouge (IR)

Les spectres infrarouges ont été effectués sur un spectromètre Jasco FT/IR-4200 dans le domaine $400\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$ disponible au Laboratoire Physico-Chimie des Matériaux (LPCM) à l'université de Laghouat (figure III-1).



Figure III-1 : *Spectromètre Jasco FT/IR-4200 assisté par ordinateur*

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier est une technique d'analyse non destructive basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par l'échantillon à analyser. Cet échantillon peut être à l'état solide ou liquide. Elle permet via l'absorption des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, de déterminer la présence de certaines fonctions chimiques présentes dans la matière. Le principe consiste à mettre l'échantillon à analyser en mélange avec le sel transparent dans ce domaine KBr, Il est donc nécessaire de réaliser des pastilles contenant le composé à analyser de fraction massique 1 :3 (échantillon, KBr) (figure III-2). Cette technique permet d'observer exclusivement les différentes bandes d'absorption des produits étudiés.

Avant d'enregistrer le spectre infrarouge de l'échantillon, il est recommandé de purger l'appareil par circulation de dioxyde d'azote de manière à éliminer les gaz atmosphériques. Ensuite, il convient de faire un enregistrement à blanc avant faire passer l'échantillon. Dans nos analyses nous n'avons pas purgé l'appareil.

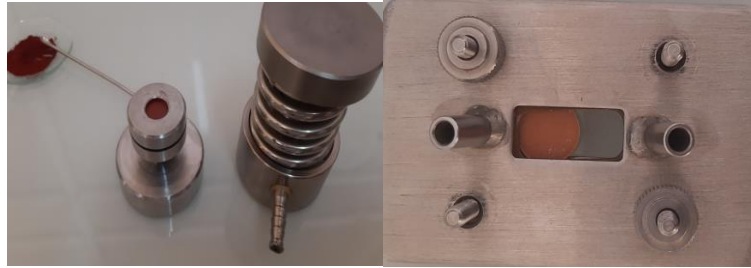


Figure III-2 Préparation de l'échantillon a- préparation des pastilles b- échantillon prêt pour analyse

III-2 Technique de diffraction des Rayons X sur poudre DRX

Les spectres de diffraction des rayons X sur poudre ont été effectués sur un Diffractomètre Malvern ANalytical (Θ - 2Θ) (figure III-3), disponible à la plateforme technique PTAPC Laghouat.



Figure III-3 Diffractomètre à RX sur poudre

La technique de caractérisation par diffraction des rayons X sur poudre est une méthode d'analyse non destructive des matériaux cristallins permettant d'identifier la structure de chaque phase cristalline au sein d'un mélange (poudre ou lames). Les diffractogrammes sont obtenus

en enregistrant l'intensité du faisceau diffracté en fonction de l'angle de déviation 2θ du faisceau incident assisté par un micro-ordinateur selon la loi de Bragg.

Caractéristiques techniques de l'appareil :

- Générateur de haute tension (40 mA-30Kv).
- Source à rayons X : Tube de rayons X à anode en cuivre (1.54\AA).
- Goniomètre de configuration θ - 2θ .

Préparation des échantillons pour l'analyse :

Les deux poudres préparées ont été bien broyées à l'aide d'un mortier, puis placée dans un porte échantillon spécial au diffractomètre (figure III-4).



Figure III-4 Poudre prêt pour analyse DRX

III-3 Test bain ultrasonique

Ce test permet de vérifier la présence des agglomérats de la poudre préparée. Le test a été effectué dans un bain ultrasonique de type Elmasonic Xtra 150H Elma (figure III-5). Pour cela, une solution de 1mg/1 ml de l'échantillon doit être préparé dans un solvant adéquat, ensuite mener au bain ultrason pendant 30 min. La solution colloïdale ainsi obtenu est laissé en report sous observation.



Figure III-5 Bain ultrason Elmasonic Xtra 150H Elma

IV. Synthèse et caractérisation de ZnFe₂O₄

Deux procédés ont été effectués pour préparer des nanoparticules de ZnFe₂O₄ : le procédé (1) chimie du solide et le procédé (2) sol-gel.

IV-1 Procédé Chimie du Solide

a-Mode opératoire :

0,4790 g d'oxyde de fer Fe₂O₃ (hématite) et 0,8924 g de nitrate de zinc hexa hydraté Zn(NO₃)₂.6H₂O, ont été broyé pendant 15 minutes dans un mortier, puis la poudre obtenu de couleur rouge brique est mis dans une pastilleuse pour assurer l'homogénéité du mélange solide (figure IV-1). La pastille préparée est mis dans un creuset en alumine pour une calcination de 1000°C pendant 12 heures. On obtient vers la fin un mélange d'oxyde métallique. Ce résultat est confirmé par la technique de diffraction des RX (tableau IV-1).

Tableau IV-1 : *Résultats du procédé (1).*

	Masse initiale (g)	Masse finale (g)	Observation
Poudre préparée	0,3235	0,1691	Pas de changement de couleur initiale
$2\text{Fe}_2\text{O}_3 + 2\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \text{ -----} > \text{ZnFe}_2\text{O}_4 + \text{ZnO} + \text{Fe}_2\text{O}_3 + 2\text{NO}_{2g} + 12\text{H}_2\text{O}_g + 3\text{O}_{2g}$			

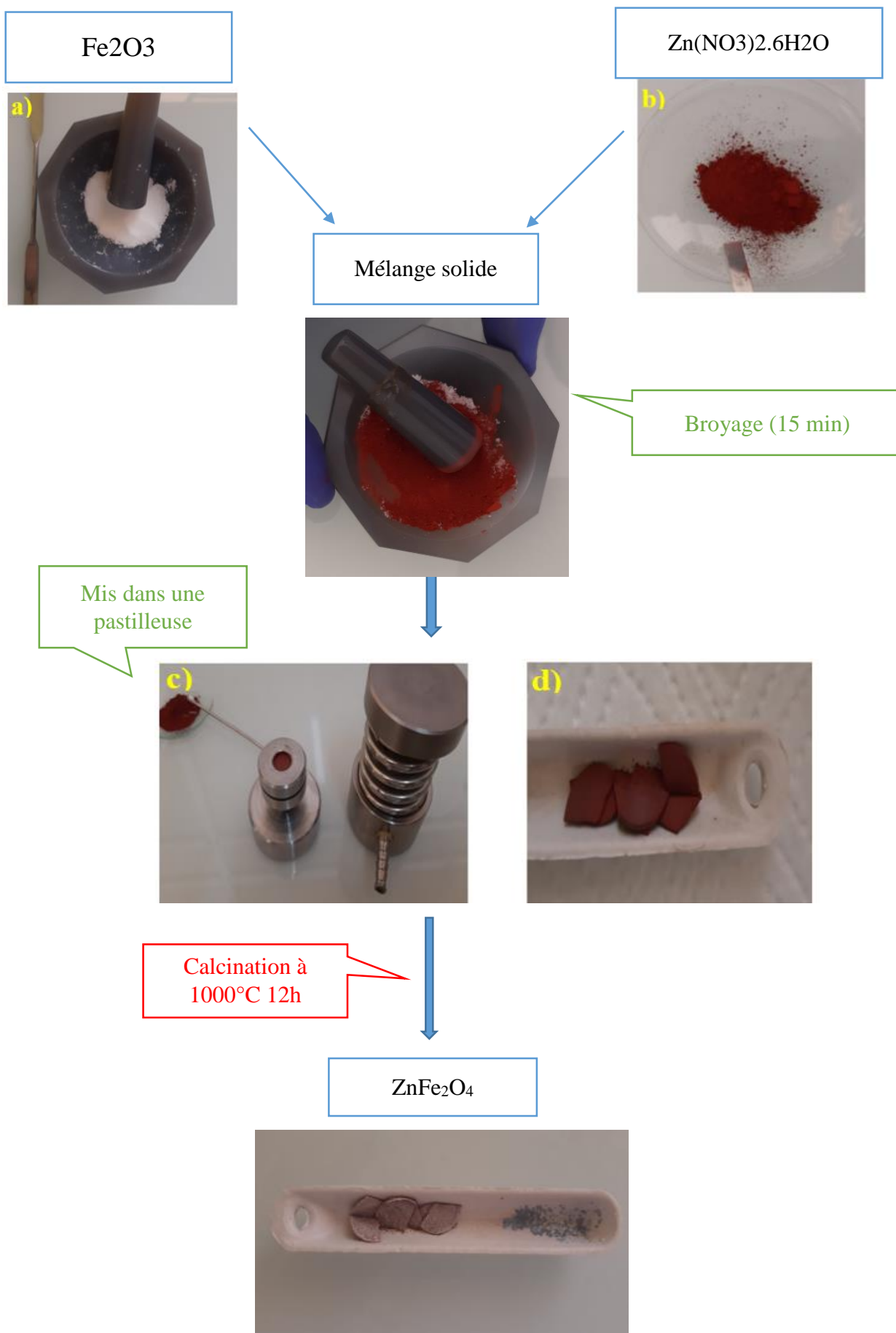


Figure IV-1 : Protocole expérimentale du procédé chimie du solide.

2- Caractérisation par infrarouge

La figure IV-2 montre les spectres infrarouges de l'oxyde métallique préparé après traitement thermique, comparé avec le produit utilisé avant le traitement thermique (Fe_2O_3 et $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$).

Les deux spectres montrent les bandes d'absorbances caractéristiques de la liaison M-O dans l'intervalle $500\text{-}1000\text{cm}^{-1}$. Les bandes entre $590\text{ cm}^{-1}\text{-}563\text{ cm}^{-1}$, $1098\text{ cm}^{-1}\text{-}1107\text{ cm}^{-1}$, étaient associées aux liaisons chimiques entre les atomes de Fe-O, Zn-O. [12]

L'allure des deux spectres est identiques on constate le problème de la ligne de base du aux gaz présents dans l'appareil.

Pour l'oxyde métallique préparé des bandes sont observées à 1500 et entre $3000\text{-}3500\text{cm}^{-1}$ du à la liaison vibration de la liaison OH de l'eau présent dans la KBr.

Pour la courbe avant calcination, les bandes 1645 cm^{-1} (1636 cm^{-1}), et 3448 cm^{-1} (3463 cm^{-1}) sont associés aux liaisons chimiques entre les atomes de C=O du gaz CO_2 présent dans l'air, et O-H de l'eau présent dans l'air et dans le nitrate de zinc hexa hydratés.

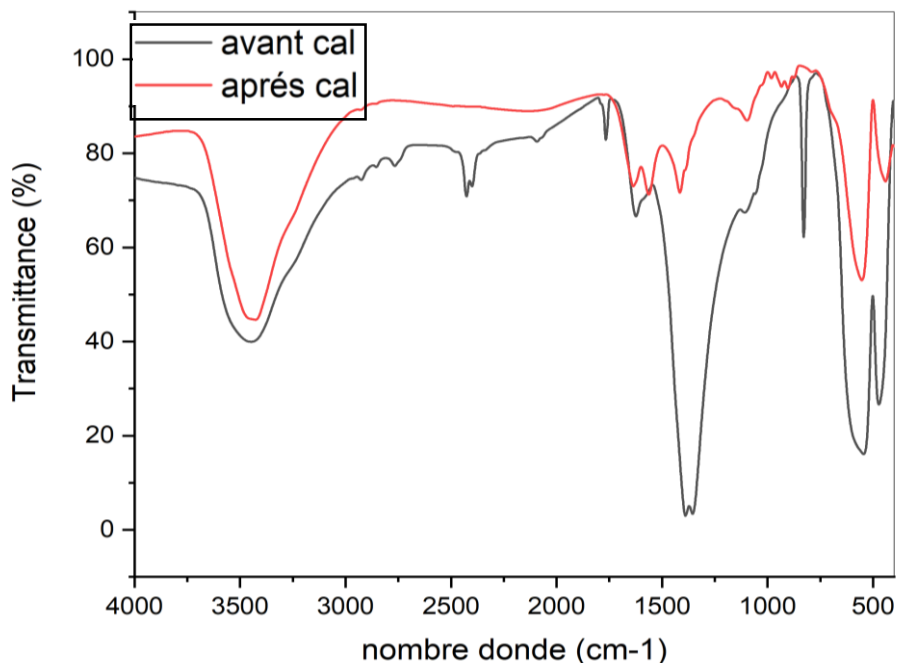


Figure IV-2 Les spectres infrarouges de l'oxyde métallique préparé avant et après traitement thermique.

3- Caractérisation par Diffractomètre de rayons X sur poudre (DRX)

Un diffractogramme de RX a été enregistré dans l'intervalle de 20-60° pendant 20 minutes. La figure IV-3, montre la présence l'oxyde métallique 60% de $ZnFe_2O_4$ et 22% de ZnO , et 18% de résidu Fe_2O_3 . Toutes ces phases sont indexées par : ICDD 01-079-1150, 01-080-0074, 01-089-0598 respectivement. On observe la présence du composé $ZnFe_2O_4$ dominant. Les pics à 30°, 35°, 37°, 43°, 52°, 57° et 62° étaient associés aux plans réticulaires (220), (311), (222), (400), (422), (511), et (440) de $ZnFe_2O_4$. Une courbe de Williamson Hall (figure IIV-4) a été tracée par le logiciel high score+ sans prendre en considération les contraintes du réseau (voir annexe C). La figure montre que la taille moyenne obtenue pour le procédé chimie du solide est 94 nm, où les pics calculés ont presque la même taille (au-dessous de la ligne moyenne). Seulement 5 pics au-dessus la ligne, sont relatifs à l'oxydes monométalliques ZnO et le Fe_2O_3 .

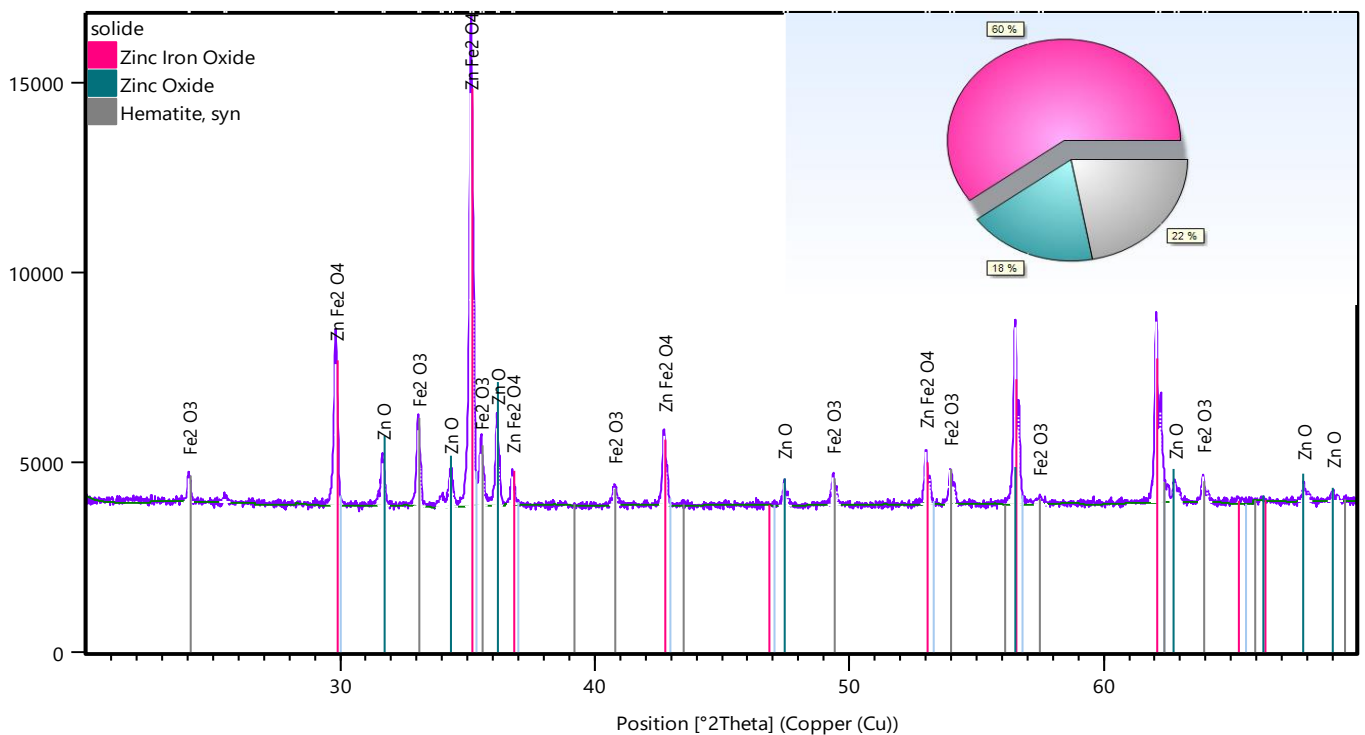


Figure IV-3 Diffractogrammes obtenu du procédé 1 (chimie des solides).

Les valeurs calculées à partir de la formule de Scherrer sont présentés dans le tableau IV-2. On montre que la taille moyenne des particules de $ZnFe_2O_4$ obtenue est 85.8 nm.

Tableau IV-2 La taille des particules calculé par la formule de Scherrer de $ZnFe_2O_4$

2θ	Plan hkl	Taille (nm)
30°	(220)	76.1
35°	(311)	77.2
37°	(222)	82.9
43°	(400)	77.5
52°	(422)	82.2
57°	(511)	82.0
62°	(440)	85.1

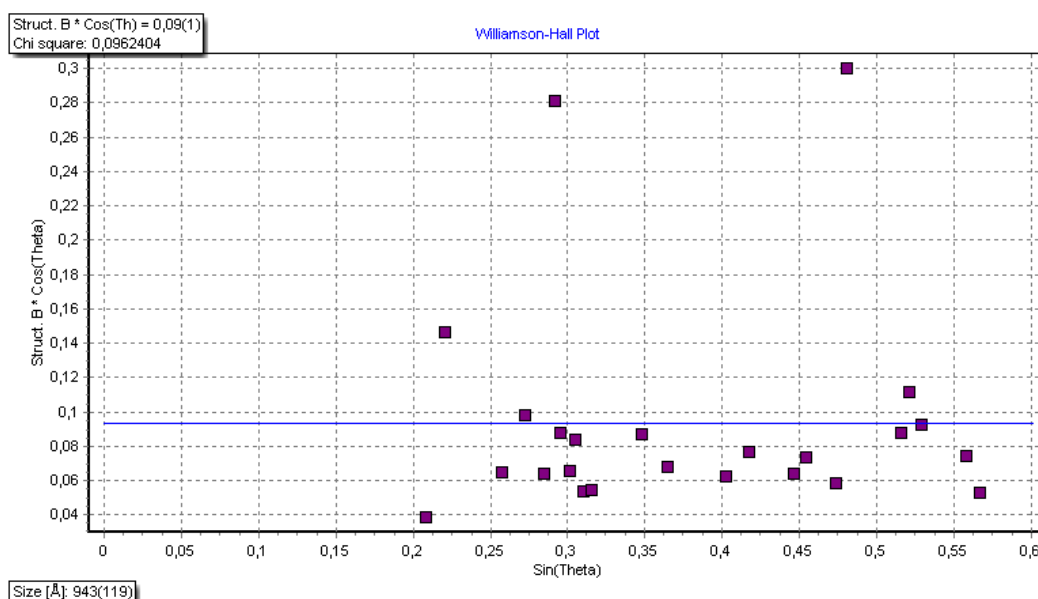


Figure IV-4 Le diagramme de Williamson-Hall montre les tailles de particules obtenues par procédé (1)

4- Test bain ultrason

Deux solutions colloïdales 1mg/1mL d'oxyde métallique ont été préparées une fois dans l'eau et une deuxième fois dans l'éthanol. La figure IV-5 montre que l'éthanol n'est pas le solvant adéquat. Il y a précipitation de la poudre dès la première minute. La solution préparée par l'eau est restée stable jusqu'à 1h, ce qui signifie que la poudre contient des particules nanométriques ce résultat est confirmé par DRX il s'agit des nanoparticules de ZnO et Fe_2O_3 .

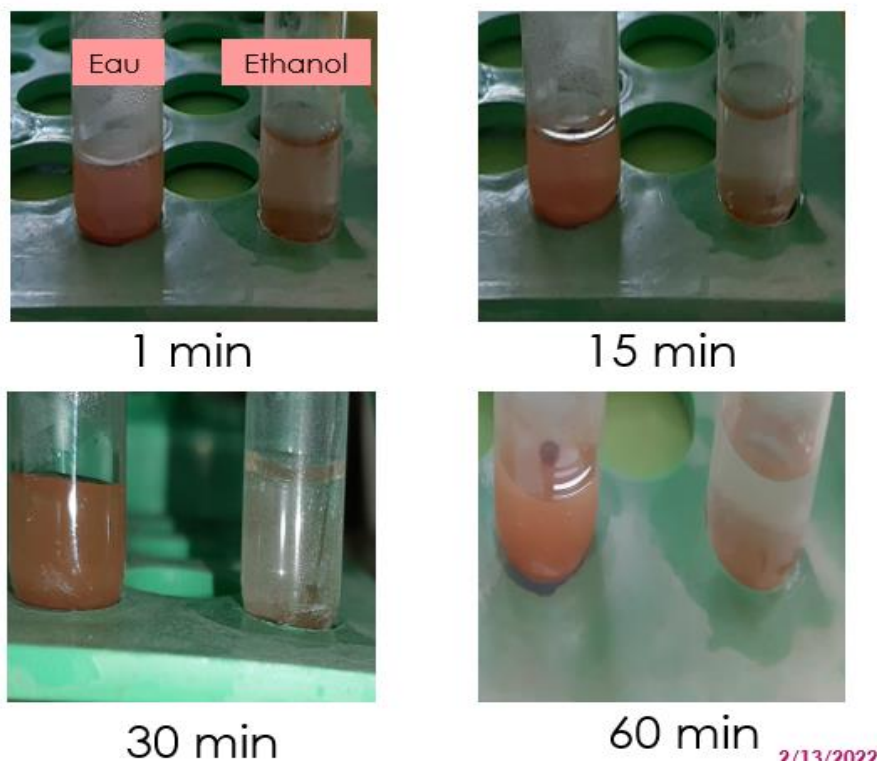


Figure IV-5 Test bain ultrason à 1 min, 15 min, 30 min, 1h

IV-2 Procédé Sol-Gel

a-Mode opératoire :

Une masse 0.4837g de nitrate de fer hydraté $\text{Fe}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ et une quantité de 0.2974g de nitrate de zinc hexahydraté $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ sont dissous dans 30 mL de méthanol. On ajoute à cette solution 0.3842g d'acide citrique. L'ensemble est chauffé à une température égale à 60°C pendant 30 minutes, le mélange est mis dans une étuve à une température égale à 70°C pendant 48 heures. La poudre obtenue est de couleur rouge brique (figure IV-6). Cette poudre est pressée dans une pastieuse pour assurer l'homogénéité du mélange solide. La pastille préparée est mise dans un creuset d'alumine pour une calcination de 1000°C pendant 12 heures. A l'issue de la calcination, on obtient vers la fin un mélange d'oxydes métalliques. Ce résultat est confirmé par la technique de diffraction de RX, (tableau IV-3).

Tableau IV-3 : Résultats du procédé (2).

	Masse initiale (g)	Masse finale (g)	Observation
Poudre préparée	0,3508	0,0912	Pas de changement de couleur initiale
$2\text{Fe}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O} + 2\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \text{ -----} > \text{ZnFe}_2\text{O}_4 + \text{ZnO} + 8\text{NO}_{2g} + (\text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2)_g$			

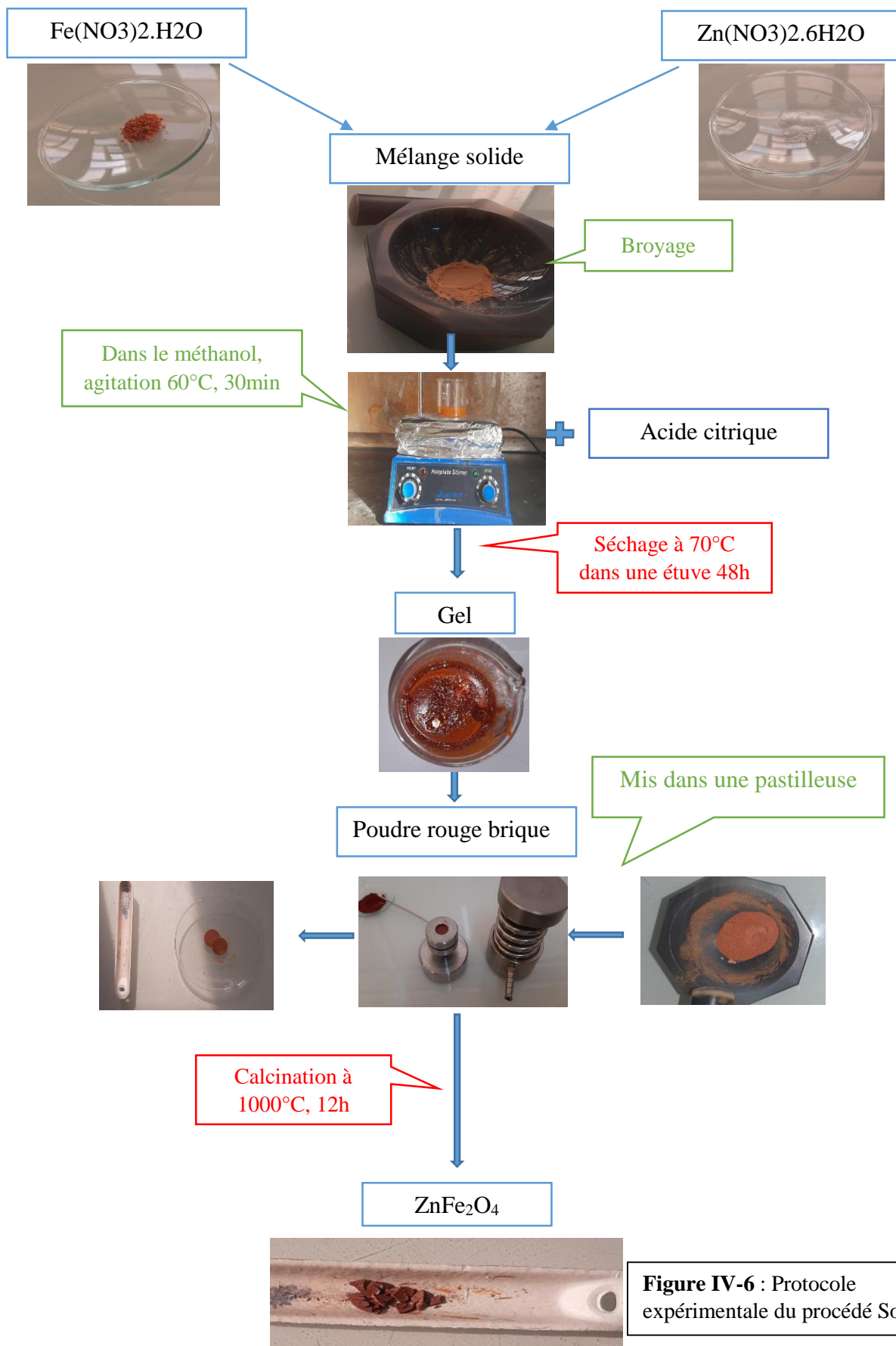


Figure IV-6 : Protocole expérimentale du procédé Sol-Gel

2- Caractérisation par infrarouge :

La figure IV-7 (courbe noir) montre les spectres infrarouges du mélange avant et après calcination, le spectre du mélange avant traitement thermique montre la présence des bandes d'absorption associées aux liaisons chimiques entre les atomes (Fe-O, Zn-O : 590 cm^{-1} - 563 cm^{-1}), (Fe-O, Zn-O : 1098 cm^{-1} - 1107 cm^{-1}), (C=O : 1401 cm^{-1} - 1398 cm^{-1}), (C-H : 1645 cm^{-1} - 1636 cm^{-1}) et (O-H : 3448 cm^{-1} - 3462 cm^{-1}). Les dernières bandes disparaissent après calcination dû à la décomposition et le dégagement de CO_2 , et la vapeur d'eau. Ce résultat est confirmé par la perte de masse (tableau IV-2).

La figure IV-7 (la courbe rouge) montre la vibration de liaison M-O caractéristiques des oxydes métalliques dans l'intervalle (500 - 1000 cm^{-1}). Il y a une grande ressemblance entre les deux spectres des deux procédés (1) et (2) (figure IV-8).

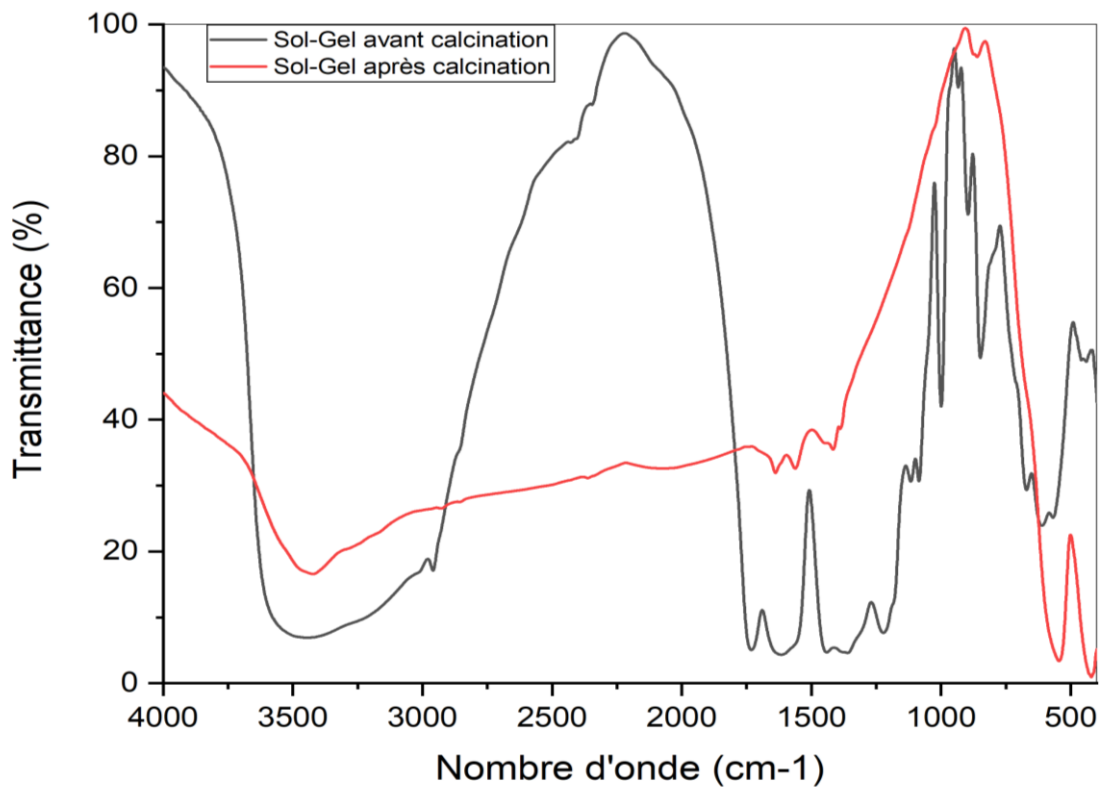


Figure IV-7 Les spectres infrarouges de l'oxyde métallique préparé avant et après traitement thermique.

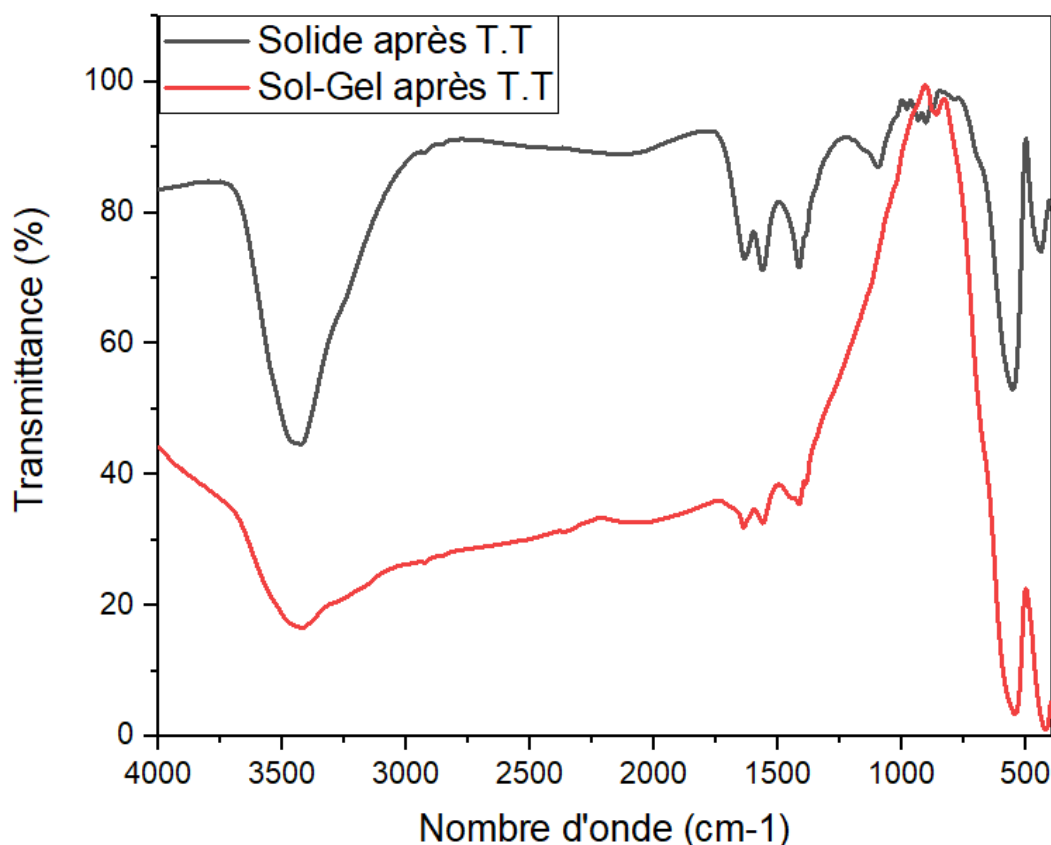


Figure IV-8 : *Comparaison des spectres infrarouges du mélange après calcination des deux procédés.*

3- Caractérisation par Diffractomètre de rayons X sur poudre (DRX)

Une diffractogrammes de RX a été enregistré dans l'intervalle de 20-60° en 20 minutes. La figure IV-9, montre la présence d'un mélange d'oxyde métallique 82% de ZnFe₂O₄ (01-079-1150), 18% de ZnO (01-079-2205). Les particules présentes dans la poudre ont presque la même taille car tous les pics sont au-dessous et très proches de la ligne moyenne de Williamson Hall. (Figure IV-10) qui vaut (61 nm) mais très proche, ce qui nous laisse conclure qu'ils ont la même taille. Le calcul de la taille par la formule de Scherrer confirme ces résultats (tableau IV-4).

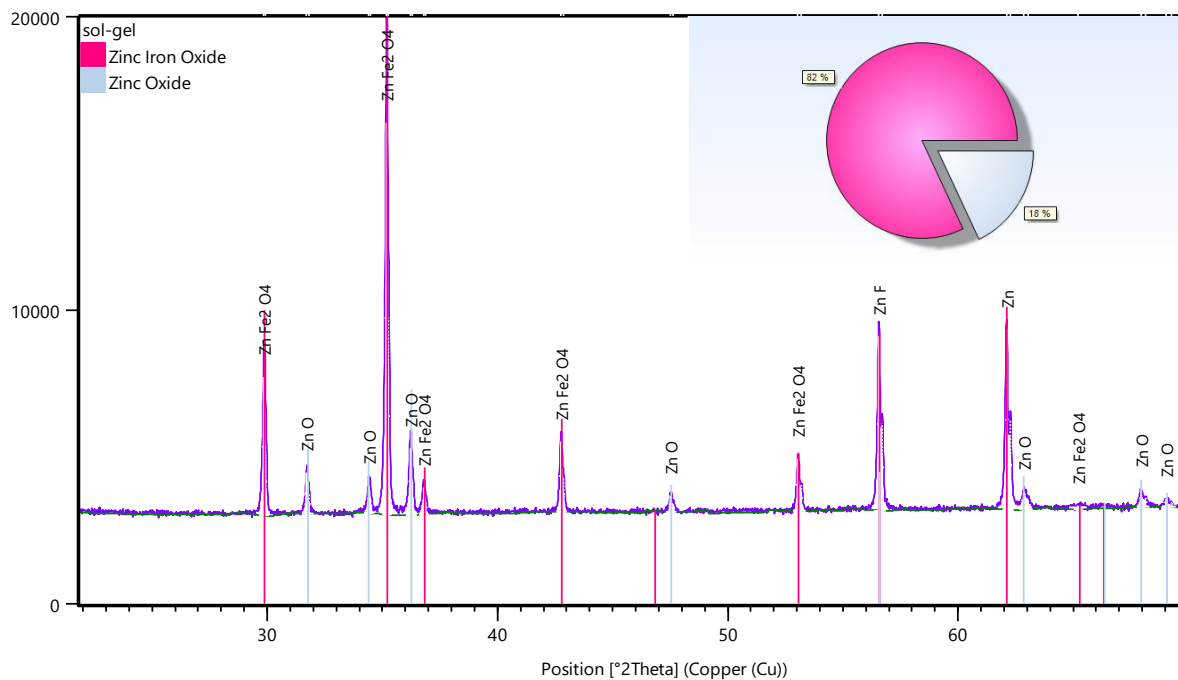


Figure IV-9 *Diffractogrammes obtenu du procédé 1 (Sol-Gel).*

Le diagramme de Williamson-Hall montre les tailles des particules obtenu par le procédé sol-gel.

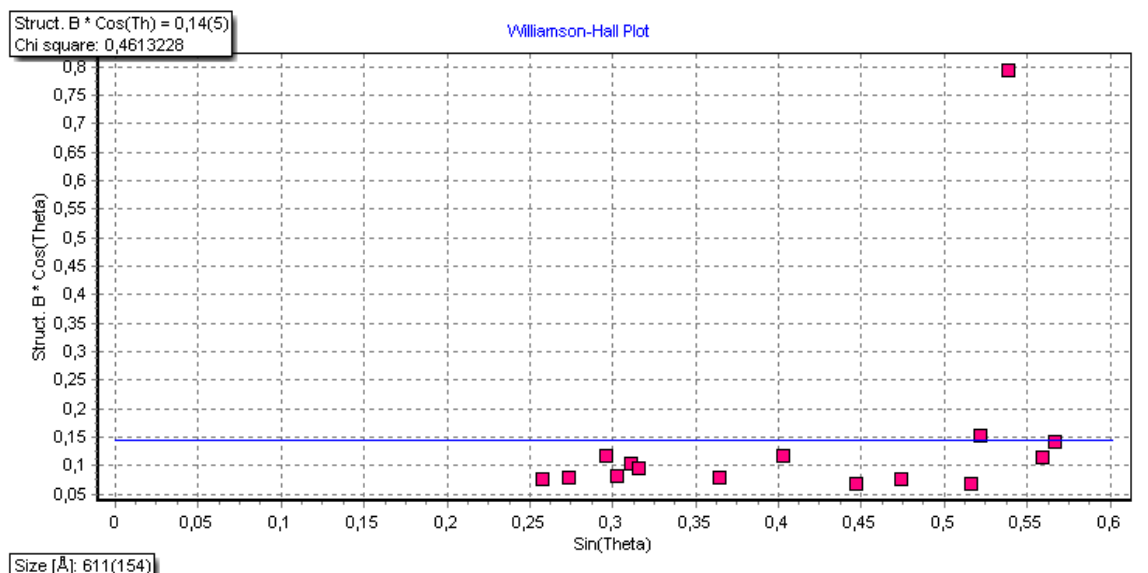


Figure IV-10 *Le diagramme de Williamson-Hall montre les tailles des particules obtenu par le procédé (2)*

Tableau IV-4 Les taille des particules de $ZnFe_2O_4$ calculé par la formule de Scherrer

2θ	Plan hkl	Taille (nm)
30°	(220)	72.1
35°	(311)	68.9
37°	(222)	64.4
43°	(400)	72.3
52°	(422)	79.3
57°	(511)	75.8
62°	(440)	78.6
65°	(531)	12.7

4- Test bain ultrason

Les résultats du test bain ultrasonique des deux solutions colloïdales préparées du produit obtenu dans l'eau et dans l'éthanol sont restés stables après 1 heure et 30 minutes de report, respectivement. (Figure IV-11), ce qui signifie que la taille des oxydes préparés par le procédé sol-gel est plus petite que pour le procédé chimie du solide. La figure IV-12 confirme ce résultat, en comparant les deux diffractogrammes (en 3D) des deux procédés on peut remarquer que les pics obtenus par le deuxième procédé sol-gel sont plus larges.

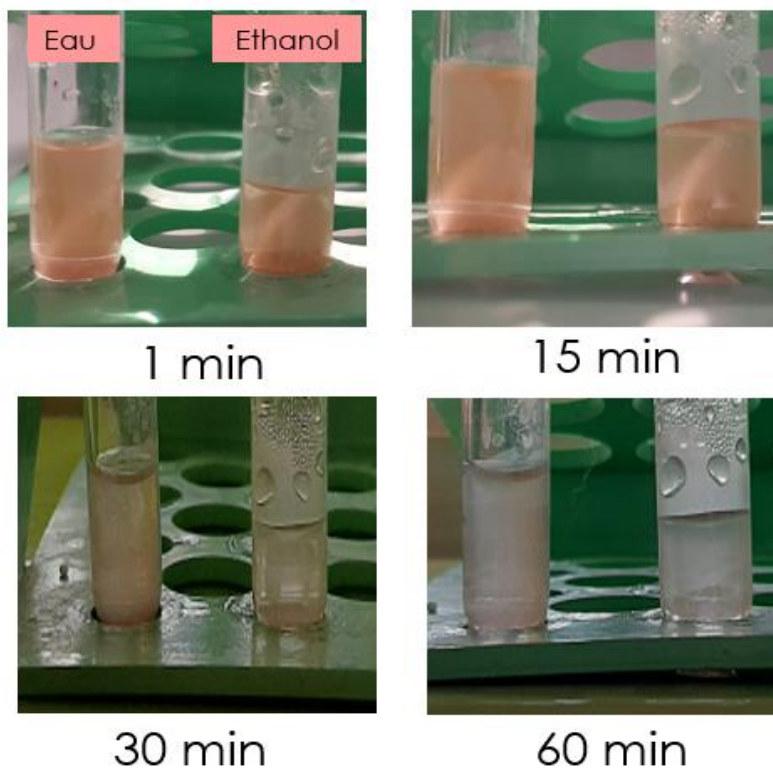


Figure IV-11 Test bain ultrasonique de la poudre obtenu par le procédé (2)

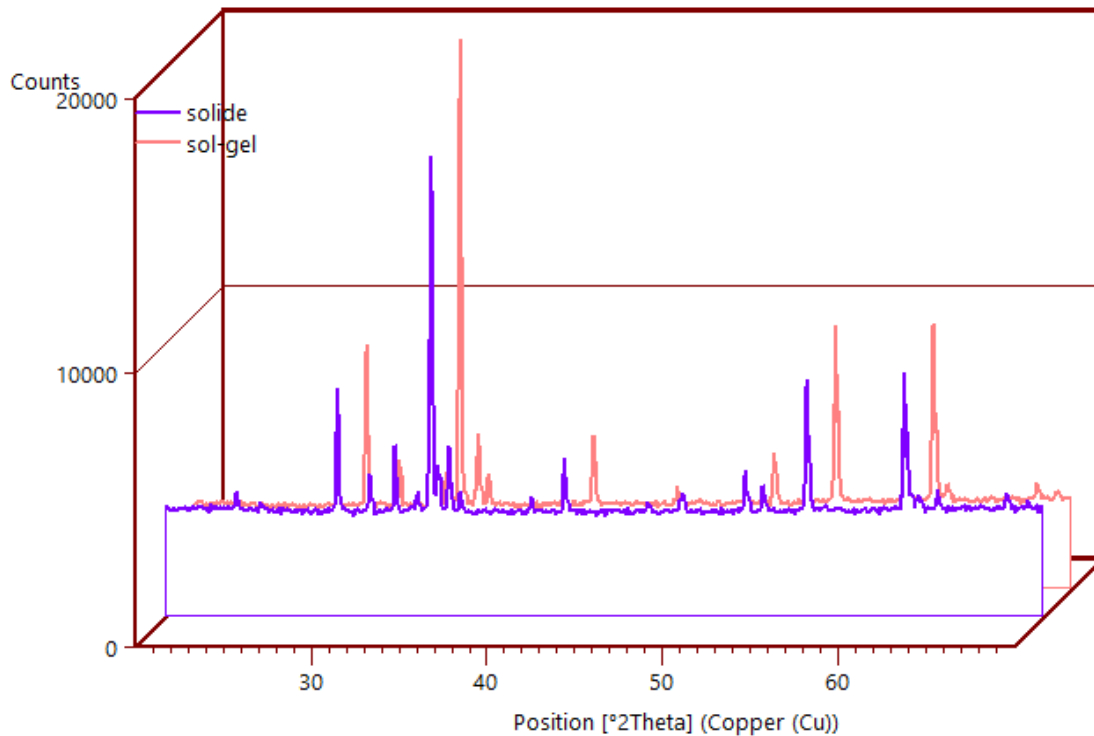


Figure IV-12 Comparaison des deux diffractogrammes des échantillons obtenu par les deux procédés

V. Test d'évaluation d'activité antibactérienne

Le test a été effectué au laboratoire de biologie, de l'université Amar Thelidji Laghouat. Le but de la présente étude est de tester l'activité antimicrobienne de nanoparticules de $ZnFe_2O_4$, contre la bactérie *Staphylococcus aureus* (*s. aureus*) utilisé comme microorganisme de test. L'effet de différentes concentrations massiques de nanoparticules de $ZnFe_2O_4$ sur la croissance de *S. aureus* en fonction du temps n'ont pas été mesuré (figure V-1).

Le test en question consiste à préparer une pastille du composé $ZnFe_2O_4$ de masse bien définie puis placer dans une boîte à pétri qui contient au préalable une population de bactérie *S. aureus* généralement de 0,2 à 0,4 mg/ml, (Voir Annexe C et D). Dans notre cas la réalisation des pastilles étaient impossibles car nous n'avons pas assez de produit synthétisé (la valeur de la masse utilisée 0.016 mg), cette valeur est très inférieure à la valeur minimale (0,25 mg/mL)

[12]. Le test était négatif. Les bactéries *S. aureus* semblaient être plus résistantes aux nanoparticules utilisées (figure V-2).



Figure V-1 L'activité antimicrobienne de nanoparticules de $ZnFe_2O_4$ ($t=0$ h)

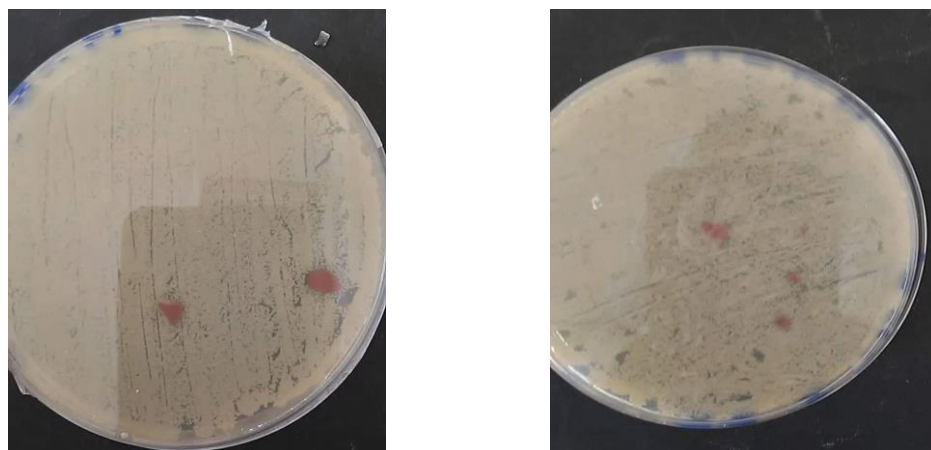


Figure V-2 Résultats du test anti bactérienne après ($t=24$ h)

VI. Étude structurale

VI-1 les données cristallographiques

L'étude structurale est faite par le logiciel Open Source VESTA qui permet de construire des cristaux et d'étudier les différents systèmes cristallins. Il permet aussi de réaliser des mesures de longueur et d'angle entre les atomes.

Le $ZnFe_2O_4$ cristallise dans le système cubique à face centrés de paramètre de maille $a= 8.413\text{\AA}$. La masse volumique de ce cristal est égale à 595.460\AA^3 , le nombre de motif par maille $Z= 8$. Son groupe d'espace est $Fd\bar{3}m$ de numéro 227 (tableau VI-1).

Tableau VI-1 Les données cristallographiques sur $ZnFe_2O_4$

Système	Cubique
Z	8
Group d'espace	F d-3m
numéro	227
Volume (\AA^3)	595.460
a (\AA)	8.413

VI-2 Description de la structure

La ferrite spinelle $ZnFe_2O_4$ est généralement décrite par la formule AB_2O_4 , tableau VI-2 dans laquelle A et B respectivement sont des cations et trivalents respectivement (figure VI-1) (tableau VI-3).

Tableau VI-2 les positions atomiques

Elément	x	y	z
Zn	0	0	0
Fe	0.12500	0.12500	0.62500
O	0.11280	0.11280	0.38720

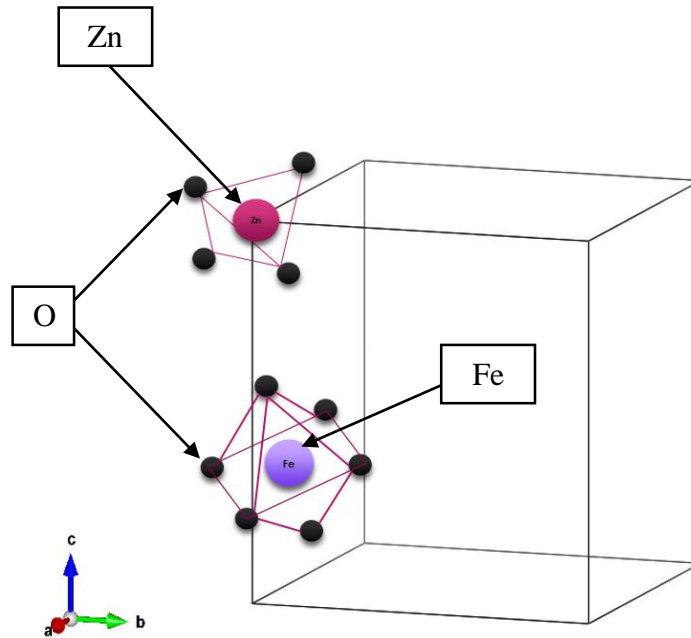


Figure VI-1 Position des polyèdres de ZnO_4 et FeO_6 dans la maille

Tableau VI-3 Les longueur des liaisons (Å) et les angles (°)

	Les angles (°)	Les longueurs des liaisons (Å)
O-Zn-O	35.26	1,999
O-Fe-O (a)	48.0046	2.00587
O-Fe-O (b)	41,9954	2.00587

a) **Environnement des cations Zn^{2+}**

Les ions de Zn sont situés dans les sommets et les faces du cube selon la figure VI-1, les points (0, 0, 0) et autour de lui 4 atomes d'oxygène sont situés selon la position des points (0.11280, 0.11280, 0.11280) où ce dernier forme un tétraèdre répété dans ce réseau selon la symétrie -43m et 3m pour le zinc et l'oxygène, respectivement (figure VI-2).

L'angle entre le zinc et les deux oxygènes est égale à 35.26° et la longueur de liaison entre eux est $1,999\text{Å}$ (figure VI-3).

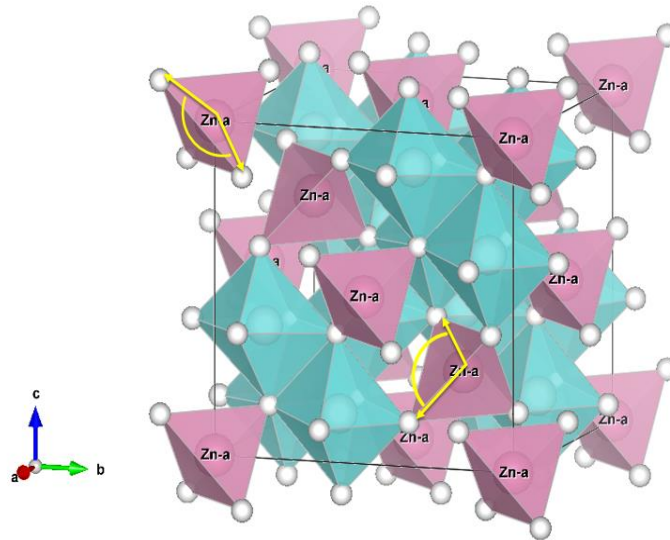


Figure VI-2 Les tétraèdre ZnO₄

b) Environnement des cations Fe³⁺

Le fer se situe aux coordonnées (0.12500, 0.12500, 0.62500). Et se répète selon la symétrie $-3m$ entouré par 6 atomes d'oxygène formant un Octaèdre. Les deux angles opposés entre les cations de fer et l'Oxygène dans l'octaèdre (a) sont égaux 48.0046° , alors que les deux angles opposés dans l'octaèdre (b) ils sont égaux à $41,9954^\circ$. La longueur de liaison entre Fe et l'O est constante et elle vaut 2.00587\AA . (Figure VI-3)

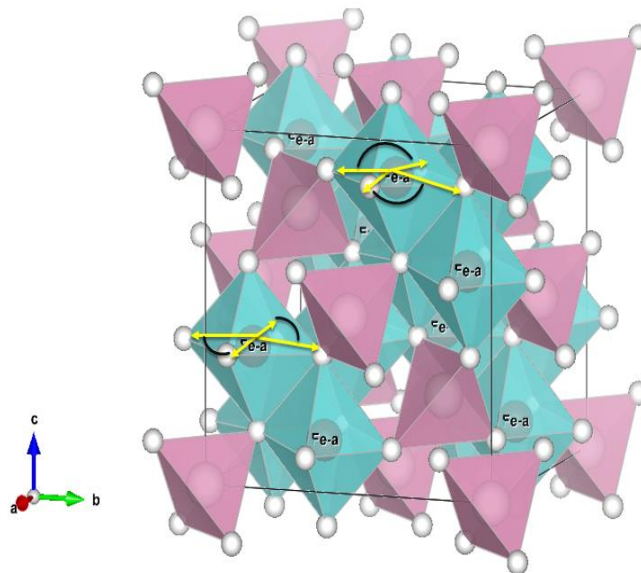


Figure VI-3 Les octaèdres FeO₆

Conclusion

Ce chapitre est dédié à la synthèse de solutions colloïdales de ZnFe_2O_4 par deux méthodes. La première la chimie du solide est réalisée à partir de l'oxyde de fer et le nitrate de zinc. La seconde sol-gel est réalisée à partir de précurseurs nitrates de fer et de zinc dans l'acide citrique. L'ensemble des nanoparticules a été synthétisé et caractérisé

Les résultats de ces caractérisations confirment la présence des NPs de ZnFe_2O_4 en mélange avec d'oxyde de zinc ce dernier est connu aussi le pouvoir antibactérien (voir annexe B).

D'autre part, nous avons étudié la structure de la ferrite spinelle ZnFe_2O_4 est généralement décrite par la formule AB_2O_4 , dans laquelle A et B représentent des cations divalents et trivalents respectivement. Dans une structure spinelle normale, les ions O^{2-} forment un structure cubique à face centrée (groupe d'espace $\text{Fd}\bar{3}\text{-m}$) alors que tous les cations divalents occupent les sites tétraédriques, tandis que les cations trivalents occupent les interstices octaédriques. Toutefois, en cas d'inversement des structures spinelles, les cations trivalents occupent tous les sites tétraédriques et la moitié des sites octaédriques, tandis que la moitié restante des sites octaédriques sera occupée par les autres cations divalents. C'est un spinelle normal avec tous les ions Fe^{3+} dans les sites B et tous les ions Zn^{2+} dans les sites A.

Conclusion générale

L'évaluation de l'effet antibactérien des NPs sous forme de colloïdes à démontrer un effet antibactérien des ferrites métalliques de type MFe_2O_4 (M : Fe Co, Ni, ...) vis à vis des souches de bactéries à Gram-positif (*Staphylococcus aureus*). Ce travail était dédié à la synthèse de solutions colloïdales de $ZnFe_2O_4$ par deux méthodes. L'ensemble des nanoparticules a été synthétisé et caractérisé. Nous avons utilisé deux voies de synthèses ; la première la chimie du solide est réalisée à partir de l'oxyde de fer et le nitrate de zinc. La seconde sol-gel est réalisée à partir de précurseurs nitrates de fer et de zinc dans l'acide citrique. Les résultats de ces caractérisations confirment la présence des NPs de $ZnFe_2O_4$ en mélange avec d'oxyde de zinc ce dernier est connu aussi le pouvoir antibactérien, les tailles des particules ont été déterminés par deux méthodes Williamson Hall (94 nm et 61 nm) et Scherrer (78 et 69 nm) pour les méthodes solide et sol-gel respectivement. D'autre part nous avons étudié la structure, la ferrite spinelle $ZnFe_2O_4$ est généralement décrite par la formule AB_2O_4 , dans laquelle A et B représentent des cations divalents et trivalents respectivement. Dans une structure spinelle normale, les ions O^{2-} forment une structure cubique à face centré alors que tous les cations divalents occupent les sites tétraédriques, tandis que les cations trivalents occupent les interstices octaédriques. C'est un spinelle normal avec tous les ions Fe^{3+} dans les sites B et tous les ions Zn^{2+} dans les sites A. Comme perspective, les nanoparticules de ce composé sont importantes d'un point de vue pratique car elles ont aussi des propriétés magnétiques remarquables. La compréhension de ces propriétés requiert une analyse structurale poussée, la compréhension des couplages entre moments magnétiques des cations localisés en sites tétraédriques et en sites octaédriques, en particulier. Après avoir maîtrisé la synthèse des NPs $ZnFe_2O_4$, ce travail pourrait se poursuivre sur d'autres propriétés que biologiques. Les ferrites mixtes de la forme $ZnFe_2O_4$ est une ferrite magnétique qui jusqu'à présent est bien étudié pour leur propriétés physiques et chimiques. Le $ZnFe_2O_4$ a capté l'attention des chercheurs en raison de sa stabilité et de ses propriétés magnétiques importante par rapport à d'autres ferrites. La ferrite de zinc a habituellement une structure spinelle directe, donc est paramagnétique à température ambiante.

Références bibliographiques

- [1] M.E. Davey and G. A. O'Toole, « Microbial biofilms : from ecology to molecular genetics », *Microbiology and Molecular Biology Reviews*, vol. 64, no. 4, pp 847-867, 2000.
- [2] Baek Y.-W., An Y.-J. Microbial toxicity of metal oxide nanoparticles (CuO, NiO, ZnO, and Sb₂O₃) to *Escherichia coli*, *Bacillus subtilis*, and *Staphylococcus aureus*. *The Science of the Total Environment*. 2011 ; 409(8) :1603–1608
- [3] A.-P. Magiorakos, A. Srinivasan, R. B. Carey et al. « Multidrug-resistant, extensively drug-resistant and pandrug-resistant bacteria : an international expert proposal for interim standard definitions for acquired resistance, » *Clinical Microbiology and Infection*, vol. 18, no. 3, pp. 268–281, 2012.
- [4] Horan TC, Gaynes RP. Surveillance of nosocomial infections. In : Mayhall CG, editor. « Hospital epidemiology and infection control », Philadelphia : Lippincott Williams and Wilkins ; pp. 1659–702, 2004.
- [5] Grohskopf LA, Sinkowitz-Cochran RL, Garrett DO, Sohn AH, Levine GL, Siegel JD, et al. « A national point-prevalence survey of pediatric intensive care unit-acquired infections in the United States », *J Pediatr*. 140 :432–8, 2002.
- [6] Rosi NL, Mirkin CA. Nanostructures in biodiagnostics. *Chem Rev*. 2005 ; 105:1547-1562.
- [7] Raghupati KR, KOOdali RT, Manna AC. Size-dependent bacterial growth inhibition and mechanism of antibacterial activity of zinc oxide nanoparticles. *Langmuir*. 2011 ; 27: 4020-4028.
- [8] Lewis K, KlibanovAM. Surpassing nature : rational design of sterile-surface materials. *Trends Biotechnol*. 2005 ; 23:343-348. 147
- [9] Azam A, Ahmed AS, Oves M, Khan MS, Memic A. Size-dependent antimicrobial properties of CuO nanoparticles against Gram-positive and –negative bacterial strains. *Int J Nanomedicine*. 2012 ; 7:3527-3535.
- [10] Tran N, Mir A, Mallik D, Sinha A, Nayar S, Webster TJ. Bactericidal effects on iron oxide nanoparticles on *Staphylococcus aureus*. *Int J Nanomedicine*. 2010 ; 5:277-283.
- [11] Mahapatra O, Bhagat M, Gopalakrishnan C, Arunachalam KD. Ultrafine dispersed CuO nanoparticles and their antibacterial activity. *J ExpNanosci*. 2008 ; 3: 185-193.

- [12] Morais, D.O., Pancotti, A., de Souza, G.S. et al. Synthesis, characterization, and evaluation of antibacterial activity of transition metal oxide nanoparticles. *J Mater Sci : Mater Med* 32, 101 (2021). <https://doi.org/10.1007/s10856-021-06578-8>
- [13] M. Goutayer, « Nano-émulsions pour la vectorisation d'agents thérapeutiques diagnostiques ; étude de la biodistribution par imagerie de fluorescence in vivo », Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie. (2008).
- [14] S, Mimard, j. M. Synthesis of gold nanoparticle for biomolecular recognition probes. 2007. P35
- [15] Ared M. R and Rezaei-Zarchis S. Synthesis of zinc oxide nanoparticle and their effect on the compressive strength of molecular science (IJMS) 2012. 13(4) :4340-4350.
- [16] J. Gross, S. Sayle, A.R. Karow, U. Bakowsky, P. Garidel Nanoparticle tracking analysis of particle size and concentration detection in suspensions of polymer and protein samples: Influence of experimental and data evaluation parameters *Eur. J. Pharm. Biopharm.*, 104 (2016), pp. 30-4
- [17] C. Dhand, N. Dwivedi, X. J. Loh, A. N. J. Ying, N. K. Verma, R. W. Beuerman, R. Lakshminarayanan and S. Ramakrishna, Methods and strategies for the synthesis of diverse nanoparticles and their applications : à comprehensive overview, *RSC Adv.*, 2015,5, 105003-105037.
- [18] Mudshinge S R, Deore A B, Patil S and Bhalgat C M 2011 Nanoparticles: Emerging carriers for drug delivery *Saudi Pharm. J.* 19 129-41.
- [19] Gurunathan S, Han JW, Kwon DN, Kim JH. Enhanced antibacterial and anti-biofilm activities of silver nanoparticles against gram-negative and gram-positive bacteria. *Nanoscale Res Lett.* 2014 ; 9(1) : 373.
- [20] Hong X, Wen J, Xiong X, Hu Y. Shape effect on the antibacterial activity of silver nanoparticles synthesized via a microwave-assisted method. *Environ Sci Pollut Res Int.* 2016 ; 23(5) :4489–4497.
- [21] Rajakumar G, Rahuman AA, Roopan SM, et al. Fungus-mediated biosynthesis and characterization of TiO₂ nanoparticles and their activity against pathogenic bacteria. *Spectrochim Acta A Mol Biomol Spectrosc.* 2012 ; 91:23–29.

- [22] Sukhorukova IV, Sheveyko AN, Kiryukhantsev-Korneev PV, et al. Toward bioactive yet antibacterial surfaces. *Colloid Surface B*. 2015 ; 135:158–165.
- [23] Gao M, Sun L, Wang Z, Zhao Y. Controlled synthesis of Ag nanoparticles with different morphologies and their antibacterial properties. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl*. 2013 ; 33(1) :397–404.
- [24] Ben-Sasson M, Zodrow KR, Genggeng Q, Kang Y, Giannelis EP, Elimelech M. Surface functionalization of thin-film composite membranes with copper nanoparticles for antimicrobial surface properties. *Environ Sci Technol*. 2014 ; 48(1) :384–393.
- [25] E.E. Hafez, H.S. Hassan, M. Elkady, E. Salama, Assessment Of antibacterial activity for synthesized zinc oxide nanorods against plant pathogenic strains. *Int. J. Sci. Tech. Res. (IJSTR)*, 3(9), 318–324 (2014)
- [26] Çalışkan N, Bayram C, Erdal E, Karahaliloğlu Z, Denkbaş EB. Titania nanotubes with adjustable dimensions for drug reservoir sites and enhanced cell adhesion. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl*. 2014 ; 35:100–105.
- [27] M. Atif, S. Hasanain, and M. Nadeem. Magnetization of sol–gel prepared zinc ferrite nanoparticles : effects of inversion and particle size. *Solid State Communications*. 2006, Vol. 138, 8, pp. 416-421.
- [28] R. Rameshbabu, R. Ramesh, K. Samikannu, A. Karthigeyan, and S. Ponnusamy. Synthesis of superparamagnetic ZnFe₂O₄ nanoparticle by surfactant assisted hydrothermal method. *Journal of Materials Science : Materials in Electronics*. 2013, Vol. 24, 11, pp. 4279-4283.
- [29] X. Li, Y. Hou, Y. Zhao, and L. Wang. A general, one-step and template-free synthesis of sphere-like zinc ferrite nanostructures with enhanced photocatalytic activity for dye degradation. *Journal of colloid and interface science*. 2011, Vol. 358, 1, pp. 102-108
- [30] R.-R. Shahraki, M. Ebrahimi, S. Ebrahimi, and S.-S. Masoudpanah. Structural characterization and magnetic properties of superparamagnetic zinc ferrite nanoparticles synthesized by the coprecipitation method. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2012, Vol. 324, 22, pp. 3762-3765.
- [31] P.-A. Vinosha, L.-A. Mely, J.-E. Jeronsia, S. Krishnan, and S.-J. Das. Synthesis and properties of spinel ZnFe₂O₄ nanoparticles by facile co-precipitation route. *Optik*. 2017, Vol. 134, pp. 99-108.

[32] Aragon FH, Coaquira JAH, Villegas-Lelovsky L, da Silva SW, Cesar DF, Nagamine LCCM, et al. Evolution of the doping regimes in the Al-doped SnO₂ nanoparticles prepared by a polymer precursor method. *J Phys Condens Matter*. 2015 ; 27:095301.

[33] B. Issa, I. Obaidat, B.-A. Albiss, and Y. Haik. Magnetic nanoparticles : surface effects and properties related to biomedicine applications *International. Journal of molecular sciences*. 2013, Vol. 14, 11, pp. 21266-21305.

[34] D. Makovec, A. Kodre, I. Arčon, and M. Drogenik. Structure of manganese zinc ferrite spinel nanoparticles prepared with co-precipitation in reversed microemulsions. *Journal of Nanoparticle Research*. 2009, Vol. 11, 5, pp. 1145-1158.

Annexe A

Staphylococcus aureus :

Observés par Pasteur en 1879 dans un pus de furoncle, les staphylocoques doivent leur nom à OGSTON (1881) qui les a mis en évidence dans des abcès aigus et chroniques. Les bactéries du genre *Staphylococcus* sont des cocci à Gram positif, groupés en amas ayant la forme de grappe de raisin, immobiles, non sporulés, catalase positive et oxydase négative. Il existe 27 espèces du genre *Staphylococcus* actuellement répertoriées, dont *S. aureus* est la principale. *S. aureus* est un commensal de la peau et des muqueuses de l'homme et des animaux (rhino-pharynx, intestin). On le retrouve sur la muqueuse nasale d'un tiers environ des sujets normaux. Éliminé dans le milieu extérieur, cette bactérie peut survivre longtemps dans l'environnement. L'apparence microscopique du *S. aureus* est ronde et ressemble à celle d'une sphère (cocci). En raison de la manière dont les bactéries se divisent et se multiplient, elles apparaissent en grappes ou en tétrades. En grec, staphylococcus signifie "grappes de raisins". L'utilisation d'une coloration bactériologique courante, la coloration de Gram, aide à identifier *S. aureus*. L'organisme apparaît en violet avec cette technique de coloration et est appelé gram positif. Lorsqu'il est cultivé sur un milieu bactériologique, *Staphylococcus aureus* se présente sous la forme de grandes colonies blanches à dorée. La majorité du temps, la colonie de *Staphylococcus aureus* produit une zone d'hémolyse entourant la colonie sur milieu spécifique. Il n'est pas très fastidieux et se développe bien, que ce soit en aérobiose ou dans des conditions anaérobies et produit une bonne croissance en moins de 24 heures. Les staphylocoques sont des bactéries sphériques à Gram positif qui apparaissent dans des grappes microscopiques ressemblant à une structure semblable à celle du raisin. *S. aureus* est considérée comme la troisième cause de désordres d'origine alimentaire dans le monde.

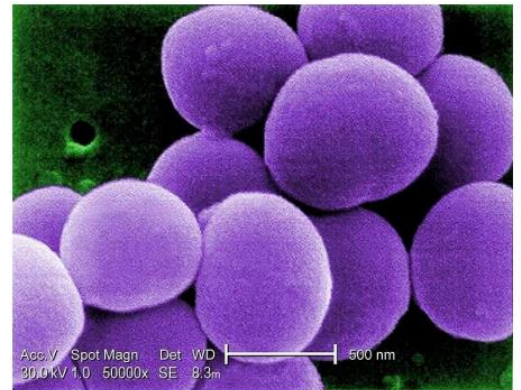


Figure A : Image microscopique de *S. aureus*

Annexe B

Dans la méthode de W-H, une ligne de base est d'abord retirée (il s'agit en général d'un polynôme d'ordre 5). Toutes les largeurs de raies mesurées β_{mat} (précédemment appelées FWHM) sont considérées comme des sommes de deux termes : un premier terme qui est dû à la taille des nanoparticules et un second qui introduit le paramètre de contrainte qui est généralement lié à la présence de défauts structuraux. Toutes les raies sont considérées de forme Lorentzienne. On a alors :

$$\beta_{\text{mat}} = \lambda / (L \cdot \cos(\theta)) + 4 \cdot \varepsilon (\tan(\theta))$$

$$\text{Soit : } \beta_{\text{mat}} \cos(\theta) = \lambda / L + 4 \cdot \varepsilon (\sin(\theta))$$

Cette équation est de la forme : $\beta_{\text{mat}} \cdot \cos(\theta) = A + B \cdot \sin(\theta)$ avec $A = \lambda / L$ et $B = 4\varepsilon$. Le premier terme correspond à la largeur à mi-hauteur du signal tel qu'on peut l'exprimer à partir de la relation de Scherrer. On trace ensuite $\beta_{\text{mat}} \cos(\theta)$ en fonction de $\sin(\theta)$ pour obtenir directement le taux de déformation ε (multiplié par 4, à partir de la pente B) et la taille moyenne des cristallites L (à partir de l'ordonnée à l'origine A). Sur cette courbe, chaque plan réticulaire, qui est indexé hkl est représenté par un point et chaque famille de plans par une droite qui peut être horizontale si il n'y a pas de contraintes (peu de défauts) ou inclinée avec une pente 4ε . L'allure des droites attendues pour trois types d'échantillons est illustrée à la figure C. La Figure C.a) correspond à un cristal avec une contrainte et une forme de particules isotropes, les familles de plans réticulaires donnent alors des droites obliques. La Figure C.b) est obtenue pour un cristal sans contrainte avec une forme de particules anisotropes, les familles de plans donnent des droites horizontales. La Figure C.c) correspond à un cristal avec des contraintes différentes sur plusieurs familles de plans réticulaires et avec une forme de particules anisotropes, les droites sont obliques et non parallèles. Ce type de traitement est décrit de façon détaillée dans le livre de Gravereau sur la diffraction des rayons X, à la page IX.II. Les schémas ci-dessous sont inspirés de ce livre.

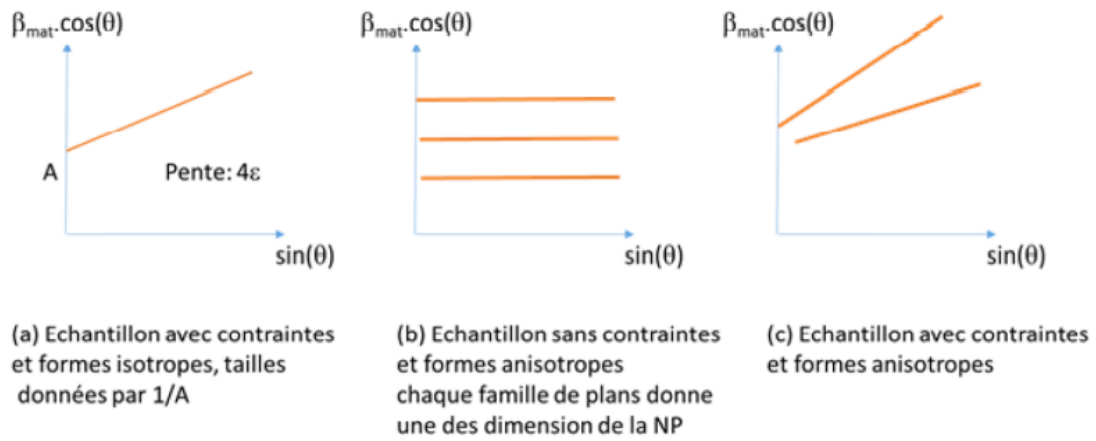


Figure C : Méthode Williamson-Hall appliquée à trois types d'échantillons : a) un échantillon avec contrainte et forme isotrope, b) un échantillon sans contrainte avec forme anisotrope, c) un échantillon avec contrainte et avec une forme anisotrope

Annexe C

Les nanoparticules de ZnO sont une excellente source d'ions pour la diminution des bactéries, puisqu'un test complémentaire avec cristal de ZnO de taille 1x1x0,1 cm³ n'a révélé aucune activité antibactérienne, par contre on observe aucune croissance bactérienne sur les géloses dans lesquelles les lames de couches minces de NPs ont été disposés, comme la montre les figure ci-dessous :

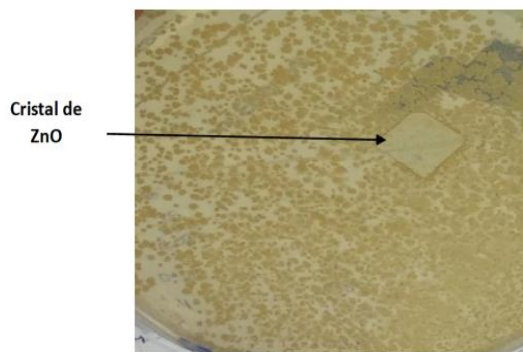


Figure B-1 : Test de l'efficacité antibactérienne d'un cristal de ZnO sur *S.aureus*

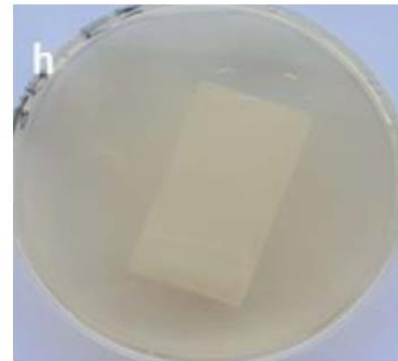


Figure B-2 : Résultats après 24h d'incubation à 37°C des lames de NPs en contact avec les bactéries aureus

Annexe D

Protocole expérimentale

Dans l'objectif de réaliser une activité antimicrobienne de certains produits de synthèse vous avez besoin du matériel suivant :

1. Milieu Muller Hinton Agar.
2. Agitateur, erlenmeyer, barreau magnétique.
3. Eau distillée.
4. Boîtes de pétri Stériles.
5. Tubes à essai.
6. Pipettes de pasteur stériles.
7. Ecouillons Stériles.
8. L'eau physiologie 0.9%.
9. Souches de références testé.
10. Bec besen.
11. Spectrophotomètre UV visible à 620 nm avec des cuves propres.

Dosages antibactériens, *staphylococcus aureus* ATCC 25923 est une bactérie à gram positif a été sélectionné comme souche de test pour évaluer l'activité antimicrobienne

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.

Mode opératoire :

Préparation milieu Muller Hinton Agar

On met 35 g de milieu déshydraté dans 1 litre d'eau fraîchement distillée. On porte à ébullition jusqu'à une dissolution complète. Ensuite on verse le produit dans des flacons stériles puis on les stérilise à l'autoclave à 120°C pendant 30 minutes.

Au moment de l'emploi, il faut 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. On sèche les boîtes 30 min à 37°C. Le volume de Mueller Hinton permettant d'obtenir exactement une épaisseur de 4 mm.

1. Préparation de l'inoculum

La colonie bien isolée avec une anse ou une aiguille d'inoculation et les transférer dans un tube de solution salée stérile et émulsionner une quantité suffisante de culture bactérienne dans la solution salée on a utilisé la spectroscopie UV la densité optique a été mesurée à 600 nm pour une concentration de 10^4 CFU/ml.

2. **Ensemencement dans la boîte de Pétri** (Contient le milieu de culture solide) : on a incorporé 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. Selon la figure 1)

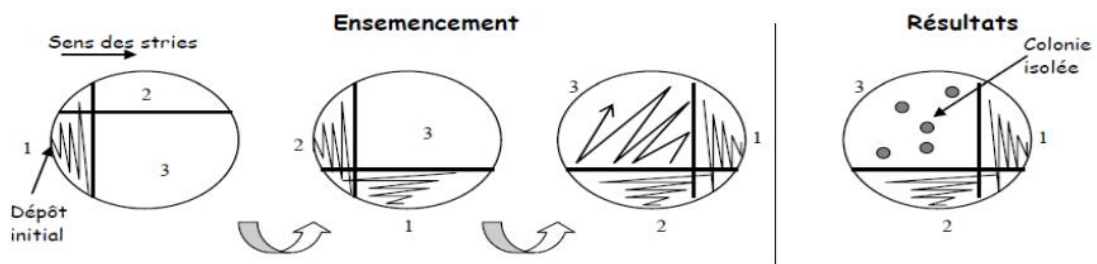


Figure 1 *Ensemencement dans la boîte de Pétri*

People's Democratic Republic of Algeria
Ministry of Higher Education and Scientific Research



University of Ghardaia
Faculty of science and technology



*Laboratory of Materials, Energy Systems Technology and
Environment, (MESTEL)*

CERTIFICATE OF PARTICIPATION

This is to certify that

Mrs Dina Benali (Université Amar Telidji, Laghouat)

For her participation to study day "Environment and water treatment" Held at 11 Mai 2022, at University of Ghardaia

Presenting a poster entitled: « Synthesis, Characterization and determining the size of antibacterial ZnFe₂O₄ nano-crystalline particles by Xray diffraction »

Co-authors : Zoulikha Hebboul ,Mebark Elhamel, and Sara Altaoui

President of the scientific day

رئيسة فرقة البحث
تتميم المومند الطبيعية والتعاليل
القبريالحة والكيميائية
رشرة بايا عمر

مختبر مواد
تكنولوجيا أنظمة
الطاقة والبيئة
مديرية البحث العلمي
بلصور عبد الرحمان

Synthesis, Characterization and determining the size of antibacterial ZnFe₂O₄ nano-crystalline particles by Xray diffraction.

Dina Benali ¹, Zoulikha Hebboul ^{1,2}, Mebark Elhamel ², et Sara Allaoui ².

¹ Département science de la matière , Université Amar Telidji de Laghouat, BP 37G, Laghouat 03000, Algeria

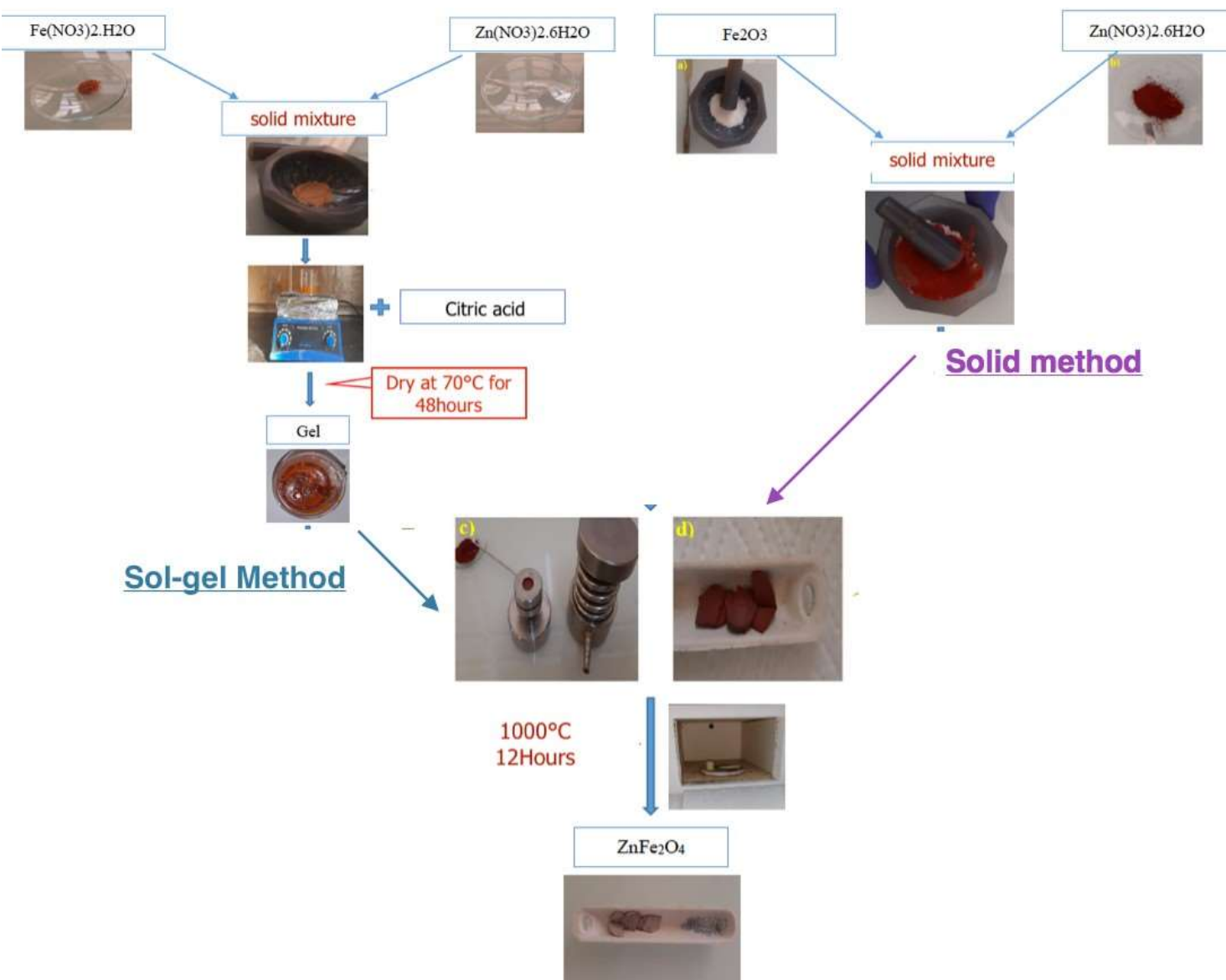
² Laboratoire Physico-Chimie des Matériaux (LPCM), Université Amar Telidji de Laghouat, BP 37G, Laghouat 03000, Algeria

ABSTRACT

Nanoparticles (NPs) have a wide range of applications in health as biomarkers [1-2], and antibacterials [3] applications. In this paper, the antibacterial ZnFe₂O₄ NPs was synthesized, and characterized and their antibacterial properties was tested. Two methods Sol-Gel and solid methods were used to synthesize the NPs. The X-ray diffraction technique is used for the identification and crystallite size determination of nano-crystalline prepared materials. The size of nanoparticles of ZnFe₂O₄ was calculated using two different techniques: the Williamson-Hall method and the Scherrer formula. The different absorption bands was characterized by Fourier Transform Infrared Spectroscopy Analysis (FTIR). It demonstrated that the Sol-Gel method was efficient to synthesize NPs with suitable sizes for antibacterial application.

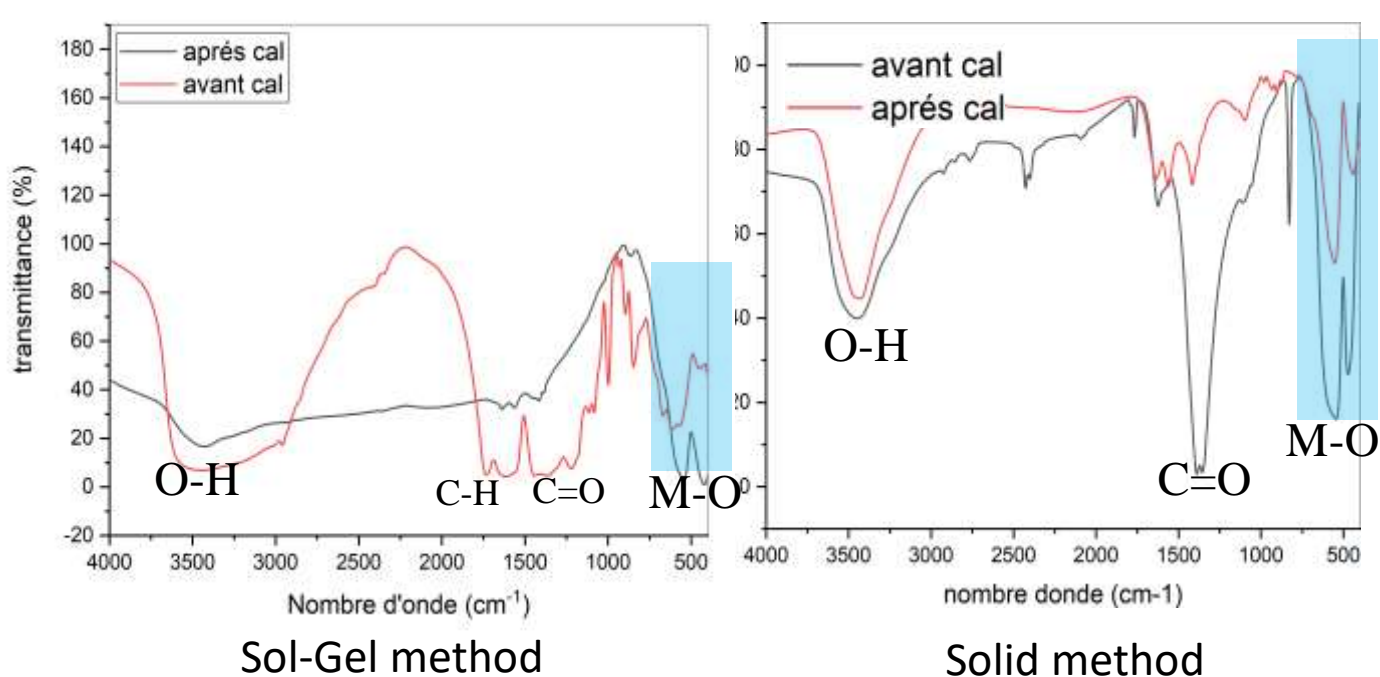
KEYWORDS : Nanoparticles; ZnFe₂O₄; XRD; FTIR .

MATERIALS AND METHODS

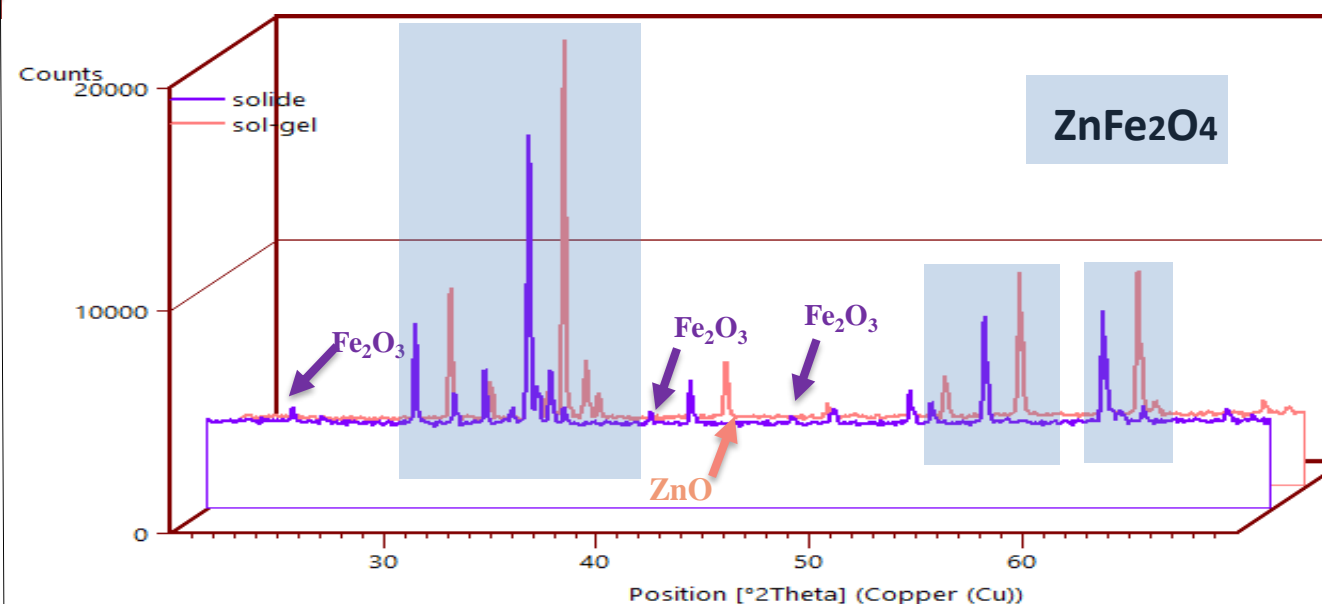


RESULT AND DISCUSSIONS

1-FTIR analysis



2-XRD- analysis :



3-Particle sizes :

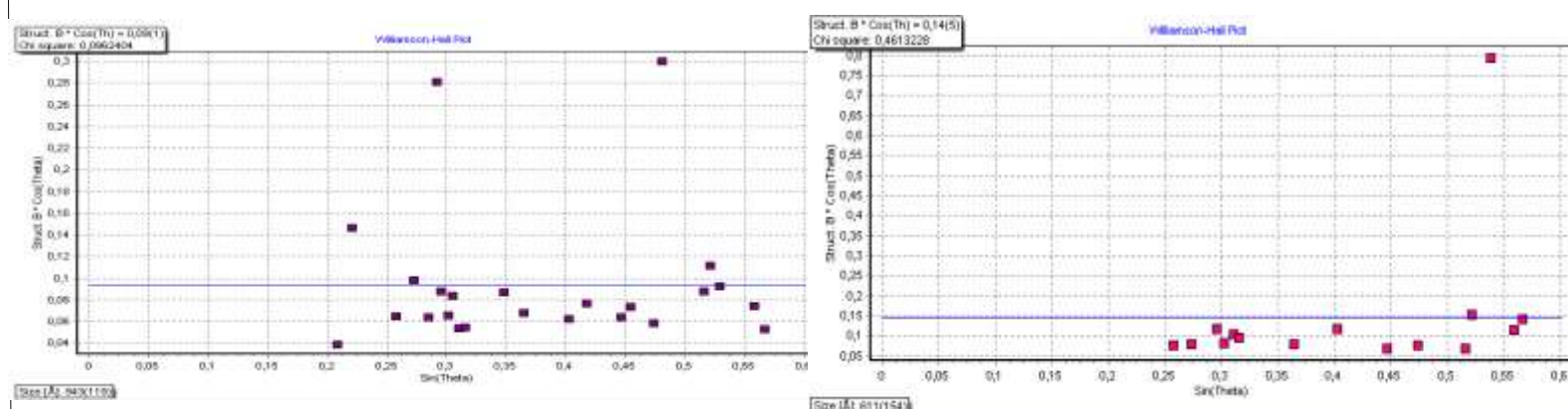
1- Scherrer formula :
$$Lc = \frac{K * \lambda}{H * \cos\theta}$$

λ : wavelength
 K : constant
 θ : Bragg's angle
 H : the width at half height of the diffraction lines

2 θ	Plan hkl	Solid method Size (nm)	Sol-Gel method Size (nm)
30°	(220)	76.1	72.1
35°	(311)	77.2	68.9
37°	(222)	82.9	64.4
43°	(400)	77.5	72.3

2- Williamson Hall:

$$\beta_{mat} = \lambda / (L \cdot \cos(\theta)) + 4 \cdot \epsilon \cdot (\tan(\theta))$$



CONCLUSION

This work was dedicated to the synthesis of colloidal solutions of ZnFe₂O₄ by two methods. All of the nanoparticles have been synthesized and characterized. We used two synthetic routes; the first solid-state chemistry is made from iron oxide and zinc nitrate. The second sol-gel is made from nitrate precursors of iron and zinc in citric acid. The results of these characterizations confirm the presence of ZnFe₂O₄ NPs mixed with zinc oxide, the latter is also known for its antibacterial power, the particle sizes were determined by two methods Williamson Hall (94 nm and 61 nm) and Scherrer (784 and 69) for solid and sol-gel methods respectively.

REFERENCES

- 1 Hebboul, Z.; Ghazlane, A.; Turnbull, R.; Benghia, A.; Allaoui, S.; Liang, A.; Errandonea, D.; Touhami, A.; Rahmani, A.; Lefkaier, I.K. Simple New Method for the Preparation of La(VO)₃ Nanoparticles. *Nanomaterials* 2020, 10, 2400, doi:10.3390/nano10122400.
- 2 R.Chikhaoui, Z.Hebboul, M.A.Fadla, K.Bredillet, A.Liang, D.Errandonea, S.Beauguis, A.Benghia, J.C.Marty, R. Le Dantec, Synthesis and Characterization of Novel Nanoparticles of Lithium Aluminum Iodate LiAl(VO)₃, and DFT Calculations of the Crystal Structure and Physical Properties. *Nanomaterials* (2021), 11, 3289. <https://doi.org/10.3390/nano11123289>.
- 3 Morais, D.O., Pancotti, A., de Souza, G.S. et al. Synthesis, characterization, and evaluation of antibacterial activity of transition metal oxide nanoparticles. *Mater Sci: Mater Med* 32, 101 (2021). <https://doi.org/10.1007/s10856-021-06578-8>

CONTACT :

BENALI Dina Master chimie inorganique. mail: dinabenali59@gmail.com
- Acknowledgments

The authors gratefully acknowledge the support of the Technical Platform of Physico-Chemical Analysis - Laghouat-Algeria. Finding This work was supported by the Algerian Ministry of Higher Education and Scientific Research and is part of " Projets de Recherche Formation-Universitaire " PRFU—PROJECT under contract B00L01UN030120220002.

ملخص

للجسيمات النانوية مجموعة واسعة من التطبيقات في مجال الصحة مثل المؤشرات الحيوية ومضادات الجراثيم، في هذا البحث تم تصنيع المضاد للبكتيريا أكسيد الزنك الحديدي وتم اختبار خصائصه المضادة للبكتيريا. تم استخدام طريقتين، طريقة الهلام المحلول الغرائي وطريقة الكيمياء الصلبة. تُستخدم تقنية حيود الأشعة السينية لتحديد وتقدير حجم البلورات للمواد المحضرة بالبلورات النانوية. تم حساب حجم الجسيمات النانوية لأكسيد الزنك الحديدي باستخدام طريقتين مختلفتين: طريقة ويليام سان هال وعن طريق معادلة شيرار تم تحليل الطبقات الممتصة من طرف جهاز التحول الطيفي بالأشعة تحت الحمراء. أثبت أن طريقة الهلام المحلول الغرائي كانت فعالة في تصنيع أكسيد الزنك الحديدي بأحجام مناسبة للتطبيق المضاد للبكتيريا.

الكلمات المفتاحية: جسيمات النانوية، أكسيد الزنك الحديدي، الأشعة تحت الحمراء، حيود الأشعة السينية

Abstract :

Nanoparticles (NPs) have a wide range of applications in health as biomarkers, and antibacterials applications. In this paper, the antibacterial ZnFe₂O₄ NPs was synthesized, and characterized and their antibacterial properties was tested. Two methods Sol-Gel and solid methods were used to synthesize the NPs. The X-ray diffraction technique is used for the identification and crystallite size determination of nano-crystalline prepared materials. The size of nanoparticles of ZnFe₂O₄ was calculated using two different techniques : the Williamson-Hall method and the Scherrer formula. The different absorption bands was characterized by Fourier Transform Infrared Spectroscopy Analysis (FTIR). It demonstrated that the Sol-Gel method was efficient to synthesize NPs with suitable sizes for antibacterial application.

KEYWORDS : Nanoparticles ; ZnFe₂O₄ ; XRD ; FTIR.

Résumé :

Les nanoparticules (NPs) ont un large éventail d'applications dans le domaine de la santé en tant que biomarqueurs et applications antibactériennes. Dans cet article, les NP ZnFe₂O₄ ont été synthétisées et caractérisées et leurs propriétés antibactériennes ont été testées. Deux méthodes Sol-Gel et des méthodes solides ont été utilisées pour synthétiser les NPs. La technique de diffraction des rayons X est utilisée pour l'identification et la détermination de la taille des cristallites des matériaux préparés nanocristallins. La taille des nanoparticules de ZnFe₂O₄ a été calculée à l'aide de deux techniques différentes : la méthode de Williamson-Hall et la formule de Scherrer. Les différentes bandes d'absorption ont été caractérisées par analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR). Il a démontré que la méthode Sol-Gel était efficace pour synthétiser des NP avec des tailles appropriées pour une application antibactérienne.

Mots clés : Nano particule / ZnFe₂O₄ / DRX / IR