الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

وزارة التعليـم العالـي والبحـث العلمـي

Université Sétif 1 Ferhat ABBAS
Faculté des Sciences
Département de Chimie

MEMOIRE DE MASTER

Domaine : Sciences de la Matière
Filière : Chimie
Spécialité : Chimie Pharmaceutique

Thème

Biosynthèse, caractérisation et activité antibactérienne de nanoparticules d'argent à base des plantes médicinales

Présenté par :

- BRAHMA Inssaf
- KORICHI Selsabil

Dirigé par :

Dr. Z. MESSASMA
Pr. D. AGGOUN

Date de soutenance :

Jury de Soutenance

Présidente du jury	Dr. DEBAB Houria	**Université Sétif 1 Ferhat ABBAS**
Encadreur	Dr. MESSASMA Zakia	**Université Sétif 1 Ferhat ABBAS**
Co- Encadreur	Pr. AGGOUN Djouhra	**Université Sétif 1 Ferhat ABBAS**
Examinatrice	Dr. MOUSSAOUI Naima	**Université Sétif 1 Ferhat ABBAS**

Promotion 2025-2026

ملخـــــص :

في هذا العمل، تم تحضير جسيمات الفضة النانوية (AgNPs) باستخدام مستخلصات نباتيتين طبيتين، وتحديداً الخنجلان والجعدة، وذلك عن طريق التوليف الأخضر كمنهجية صديقة للبيئة، تهدف إلى التقليل من استخدام المواد الكيميائية السامة في تحضير المواد النانوية .في البداية، يتم إعداد المستخلصات النباتية ثم خلطها مع محلول نترات الفضة للحصول على الجسيمات النانوية. تُشخَّص العينات المحضرة باستعمال عدة تقنيات مثل مطيافية الأشعة فوق البنفسجية-المرئية(UV-Vis) ، وتقنية الأشعة تحت الحمراء (FTIR)، وجهاز حيود الأشعة السينية .(DRX) وفي الأخير، تم تقييم فعالية الجسيمات النانوية كمضادات للبكتيريا ضد سلالات ممرضة، في حين تم توضيح سلوكها الكهرومغناطيسي المبتكر بواسطة الفولتاميتري الحلقية(VC) ، مما سلط الضوء على تفاعل شبه سريع محكوم بانتقال الشحنة بالنسبة لكل من (E_1) و (E_2)

الكلمات المفتاحية : جسيمات الفضة النانوية، التوليف الأخضر، الخنجلان، الجعدة، الحلقية، مضاد للبكتيريا

Résumé

Dans ce travail, la préparation de nanoparticules d'argent (***AgNPs***) à l'aide d'extraits de plantes médicinales, en particulier (*Alpinia officinarum* **E_1**) et (*Teucrium polium* **E_2**) a été étudiée par la synthèse verte en tant qu'approche respectueuse de l'environnement, visant à minimiser l'utilisation de produits chimiques toxiques dans la préparation de nanomatériaux. Dans un premier temps, des extraits de plantes sont préparés puis mélangés à une solution de nitrate d'argent pour obtenir des nanoparticules. Les échantillons préparés sont ensuite caractérisés à l'aide de plusieurs techniques telles que la spectroscopie UV-Vis., le FT-IR, et la diffraction des rayons X poudre (DRX). Enfin, l'efficacité des nanoparticules en tant qu'antibactérien a été évaluée contre des souches pathogènes, tandis que leur comportement électrochimique original a été élucidé par voltamétrie cyclique (VC), mettant en évidence un processus semi-rapide contrôlé par le transfert de charge pour les deux extraits (**E_1**) et (**E_2**).

Mots-clés: Nanoparticules d'argent, Synthèse verte, Antibactérien, *Alpinia officinarum*, *Teucrium polium.*

Abstract

In this work, the preparation of silver nanoparticles (AgNPs) using extracts of two medicinal plants, in particular *Alpinia officinarum* **(E_1)** and *Teucrium polium* **(E_2)**, has been investigated using green synthesis as an environmentally friendly approach, aiming to minimize the use of toxic chemicals in the preparation of nanomaterials. First, plant extracts are prepared and then mixed with a silver nitrate solution to obtain nanoparticles. The prepared samples are then characterized using several techniques such as UV-Vis. spectroscopy, FT-IR, and powder X-ray diffraction (XRD). Finally, the efficacy of the nanoparticles as antibacterial agents was evaluated against pathogenic strains, while their original electrochemical behavior was elucidated by cyclic voltammetry (CV), highlighting a charge transfer-controlled semi-fast process for the (**E_1**) and (**E_2**).

Keywords: Silver nanoparticles, Green synthesis, Antibacterial, *Alpinia officinarum*, *Teucrium polium.*

Liste des Tableaux

Chapitre I : Partie théorique

Page

Tableau I.1. Applications des nanoparticules d'argent dans des différents secteurs…… 8

Tableau I.2. Classification botanique de *Alpinia Officinarum Hance*……...……... 14

Tableau I.3. Classification botanique de *Teucrium polium*…….....……... 16

Chapitre III : Résultats et discussions

Page

Tableau III.1. Les résultats des rendement……... 37

Tableau III.2. Analyse sensorielle……..…….. 38

Tableau III.3. Principaux pics d'absorption FT-IR de l'échantillon (**E_1**) et leurs assignations……. 43

Tableau III.4. Principaux pics d'absorption FT-IR de l'échantillon (**E_2**) et leurs assignations……... 43

Tableau III.5. Principaux pics d'absorption FT-IR de l'échantillon (**E_1**+$AgNO_3$) et leurs assignations 45

Tableau III.6. Principaux pics d'absorption FTIR de l'échantillon (**E_2**+$AgNO_3$) et leurs assignations. 45

Tableau III.7. Diamètres d'inhibition en (mm)…….. 51

Tableau III.8. Diamètres d'inhibition en (mm)…….. 52

Tableau III.9. Diamètres d'inhibition en (mm)…….. 53

Tableau III.10. Valeurs caractéristiques des paramètres électrochimiques pour les nanoparticules préparées avec l'extrait **E_1** …… 57

Tableau III.11. Valeurs caractéristiques des paramètres électrochimiques pour les nanoparticules préparées avec l'extrait **E_2** …… 62

Liste des Figures

Chapitre I : Partie théorique

Page

Figure I.1. Nanoparticules en 3D…….. 1

Figure I.2. Exemples de matériaux naturels et biologiques…….. 2

Figure I.3. Synthèse par voie électrochimique…….. 4

Figure I.4. Stabilisation des nanoparticules…….. 5

Figure I.5. Équilibre chimique de l'acide polyacrylique…… 5

Figure I.6. Équilibre chimique du citrate…….. 6

Figure I.7. Forme générale des d'une nanoparticule d'argent……..…… 6

Figure I.8. Synthèse des nanomatériaux (NPs) via approches Top-down et Bottom-up…….. 9

Figure I.9. Voie écologique et bon marché pour la synthèse verte de nanoparticules à l'aide d'extraits de plantes ……. 11

Figure I.10. *Alpinia Officinarum Hance*……..…… 14

Figure I.11. Principe actif (galangine)……..…….. 15

Figure I.12. *Teucrium Polium*……..…… 16

Figure I.13. Principe actif (a) : apigénine et (b) : lutéoline……..….. 17

Chapitre II : Partie Expérimentale

Page

Figure II.1. Organigramme de procédure expérimentale……. 24

Figure II.2. Les étapes de préparation de l'extrait…… 25

Figure II.3. Synthèse de nanoparticules d'argent……. 26

Figure II.4. Spectre électromagnétique……. 27

Figure II.5. Spectroscopie UV-Vis…….. 28

Figure II.6. Schéma illustrant la loi de Bragg…….. 29

Figure II.7. Dispositif de diffraction des rayon*X*…… 30

Figure II.8. Principe de la spectroscopie Infra-Rouge (IR)……..... 31

Figure II.9. Spectromètre infrarouge à transformée de Fourier…… 31

Figure II.10. Grandeurs expérimentales mesurées par voltamétrie cyclique pour un processus réversible …….. …….. 33
Figure II.11. Montage utilisé en voltamétrie cyclique…….. 38

Chapitre III : Résultats et discussions

Page

Figure III.1. Aspect macroscopique des extraits aqueux secs obtenus après évaporation……... 37
Figure III.2. Nanoparticules d'argent en poudre……. 39
Figure III.3. Spectres FT-IR de (**E_1**), (**E_2**) et ($AgNO_3$)…… 39
Figure III.4. Spectres d'absorbance des AgNPs avec des extraits aqueuses (**E_1**) et (**E_2**)…….. 40
Figure III.5. Spectres FT-IR (a) : (**E_1**) et (b) : (**E_2**)……..…… 42
Figure III.6. Spectres FT-IR (a) : (**E_1**+Ag) et (b) : (**E_2**+Ag)……...……. 44
Figure III.7. Spectres DRX des extraits (a) : l'extrait (**E_1**) et (b) : l'extrait (**E_2**)……. 47
Figure III.8 : Spectre DRX des extraits d'argent synthétisés (a) : (**E_1**+Ag) et (b) : (**E_2**+Ag)……. 49
Figure III.9. Boîtes de Pétri de **E_1** et **E_2** (Avant et Après incubation)…… 50
Figure III.10. Boîtes de Pétri de **E_1** et **E_2** (Avant et Après incubation)…….. 52
Figure III.11. Boîtes de Pétri de **E_1** et **E_2** (Avant et Après incubation)…….. 53
Figure III.12. Voltamogramme cyclique des AgNPs avec l'extrait **E_1** enregistré entre -400 et +600 mV/ECS, à ν = 100 mV/s……..... 56
Figure III.13. Voltamogrammes cycliques des AgNPs avec l'extrait **E_1** enregistré entre -400 et +600 mV/ECS, à différentes vitesses de balayage …..... 57
Figure III.14. Représentations graphiques de la fonction Ipa et Ipc en fonction de $v^{1/2}$…….. 58
Figure III.15 Représentation graphique de la fonction Ep= f (Log v)…….. 59
Figure III.16. Voltamogramme cyclique des AgNPs avec l'extrait **E_2** enregistré entre -800 et +1500 mV/ECS, à ν = 100 mV/s…….……. 60
Figure III.17. Voltamogrammes cycliques des AgNPs avec l'extrait **E_2** enregistré entre -800 et +1500 mV/ECS, à différentes vitesses de balayage ……..….. 61
Figure III.18. Les tracés de la fonction Ip en fonction de $v^{1/2}$ et de la fonction Ep en fonction de Log v ……..……... 63

Liste des Abréviations

Ag : Argent

$AgNO_3$: Nitrate d'argent

AgNPs : Nanoparticules d'argent

BSA : Bovine Sérum Albumine

CO : Carbonyle

°C : Degré Celsius

Cm : Centimètre

DRX : Diffraction des rayons X

D_{hkl} : Distance réticulaire

FT-IR : Fourier Transform Infrared

JCPDS : Joint Committee on Powder Diffraction Standards

IR : Infrarouge

KBr : Bromure de potassium

L : Litre

LCD : Liquid Crystal Display

LED : Light Emitting Diode

mg L^{-1} : Milligramme par litre

M : Molaire

mM : Millimolaire

M_E : Masse d'extrait récupérée

M_v : Matière végétale

MH : Müller-Hinton

M_{ex} : Masse expérimentale

$M_{thé}$: Masse théorique

NP : Nanoparticule

NPsM : Nanoparticules Métalliques

nF : Nanofarade

nm : Nanomètre

NADH : Nicotinamide adénine

OH : Hydroxyle

OMS : Organisation mondiale de la santé

PGZ301: Voltalab

pH : Potentiel hydrogéné

PUF : Polyuréthane

pKa : Constant d'acidité

TiO_2 : Dioxyde de titane

tr/min : Tours par minute

UFC/ml: Unités formant colonies par millilitre

UV-Vis: Ultraviolet-Visible

ZnO : Oxyde de zinc

ɵ : Thêta

Sommaire

Sommaire

Dédicace ……..... I
Remerciements…….. III
Résumé……..... V
Liste des tableaux……..... VI
Liste des figures…… VII
Liste des abréviations…… IX
Introduction générale…… 1

Chapitre I : Partie théorique

Partie 1 : Les nanoparticules d'argent

Page

I.1. Définition…… 4
I.2. Source des nanoparticules …….. 5
I.2.1. Sources naturels…….. 5
I.2.2. Sources biologiques…… 5
I.2.3. Sources anthropiques ……... 6
I.3. Nanoparticules d'argent (AgNPs)……... 7
I.4. Stabilisation des nanoparticules d'argent (AgNPs)…… 7
I.5. Propriétés des nanoparticules d'argent……..…… 9
I.5.1. Propriétés chimiques……... 10
I.5.2. Propriétés physiques……..…….…… 10
I.5.3. Propriétés catalytiques……..……. 10
I.5.4. Propriétés biologiques……. 10
I.6. Application des nanoparticules……... 10
I.7. Synthèse des nanoparticules……..…… 11
I.7.1. Méthodes physiques et chimiques de synthèse……... 12
I.7.2. Méthodes biologiques (Synthèse verte)…….. 13

I.7.2.1. Les Plantes…… 13
I.7.2.2. Les Microorganismes…… 14
I.8.Mécanisme de formation des nanoparticules d'argent…… 14
I.8.1. Phase d'activation et de bio-réduction (Étape biochimique)…… 15
I.8.2. Phase de nucléation (Étape physique de transition)…… 15
I.8.3. Phase de croissance (Étape de structuration)…… 15

Partie II : Présentation des plantes étudies

II.1. Introduction…… 16
II.2. Les plantes médicinales étudiées…… 16
II.2.1. La plante *Alpinia Officinarum Hance*…… 16
II.2.2. La plante *Teucrium Polium* …… 18
Références Bibliographiques…… 21

Chapitre II : Partie Expérimentale

II.1. Plan de travail …… 27
II.2. Préparation des extraits aqueux des plantes …… 27
II.3. Biosynthèse des nanoparticules d'argent…… 29
II.4. Techniques de caractérisation…… 30
II.4.1. Spectroscopie UV-Visible…… 30
II.4.1.1. Principe…… 30
II.4.1.2. Appareillage …… 31
II.4.1.3. Mode opératoire…… 31
II.4.2. Diffraction des Rayons X (DRX)…… 31
II.4.2.1. Principe…… 32
II.4.2.2. Appareillage…… 33
II.4.3. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR) …… 33
II.4.3.1. Principe…… 33
II.4.3.2. Appareillage…… 34
II.5. Application biologique des extraits et de leurs nanoparticules d'argents…… 34

II.6. Voltamétrie cyclique (VC)……. 36
II.6.1. Appareillages et instrumentation ……..…….. 37
Références Bibliographiques……... 39

Chapitre III : Résultats et discussions

III.1. Caractérisation physico-chimique

III.1.1. Rendement d'extraction…… 40
III.1.2. Aspect macroscopique des extraits……...…… 40
III.1.3. Biosynthèse des nanoparticules d'argent ……. 41

III.2. Caractérisation spectrales des extraits et des nanoparticules d'argent

III.2.1. Etude spectrale Ultraviolet- visible……... 42
III.2.2. Etude Spectroscopie Infrarouge (FT-IR) ……. 44
III.2.3. Analyse par Diffraction des Rayons X (DRX)……. 49

III.3. Évaluation de l'Activité Antibactérienne

III.3.1. La bactérie N°1 : *Pseudmonase aeruginosa* (Gram-)……...…… 53
III.3.2. La bactérie N°2 : *Protéus Mirabilis*……..……. 33
III.3.3. La bactérie N°3 : *Staphylococus aureus*……...…… 56

III.4. Propriétés électrochimiques des nanoparticules d'argent formés avec deux extraits de plantes

III.4.1. La voltamétrie cyclique des AgNPs synthétisés……...…… 57
III.4.2. Etude des propriétés électrochimiques avec l'extrait $\mathbf{E_1}$…….. 58
III.4.2.1. Effet de la vitesse de balayage……...…… 59
III.4.3. Etude des propriétés électrochimiques avec l'extrait $\mathbf{E_2}$……... 62
Références Bibliographiques……..……... 69