

République Algérienne Démocratique Populaire
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
جامعة ابن خلدون - تيارت
Université Ibn Khaldoun – Tiaret



Faculté des Sciences de la Matière
كلية علوم المادة
Département de Chimie
قسم الكيمياء

Mémoire

Présenté par :
Melle BOUFATEH Zohra

Pour obtenir le diplôme de
Master II
Filière : Chimie
Spécialité: CHIMIE DES MATERIAUX

Sujet :

*Biosynthèse de nanoparticules d'oxydes métalliques par
la méthode du blanc d'œuf et leur application
antibactérienne*

Soutenu le: 02/07/2024
Devant le jury:

Dr. MOUMENE Taqiyeddine	Président (MCA)	UNIV .Tiaret
Dr. ALOUCHE Boualem	Examineur (MAB)	UNIV .Tiaret
Pr. BENHEBAL Hadj	Rapporteur (Prof)	UNIV .Tiaret
Dr. HENNI Meriem	Co-encadrant (MCA)	UNIV .Tiaret

Année Universitaire : 2023/2024

Remerciement

D'abord et avant tout, je remercie Dieu qu'il m'a donnée la force, la patience et la volonté pour accomplir ce travail.

Je remercie mon encadrant Pr. BENHEBAL Hadj et Co-encadrante Dr. HENNI Meriem qu'ils m'avaient fait bénéficier de leurs remarques et leurs aides.

Mon remerciement s'adresse aussi aux membres de jury, le Président Mr. MOUMENE Taqiyeddine et l'examineur Mr. ALOUCHE Boualem qui ont accepté de juger mon travail.

Un grand merci à mes amis IKRAM et FARIDA.

Merci à tous mes amis Promo 2023 – 2024

Graduation



Dédicace

Grâce à Dieu le Tout-Puissant, qui m'a donné la volonté et a tracé le chemin de ma vie, j'ai pu réaliser ce travail que je dédie :

À mes chers parents, qui ont tout sacrifié pour moi. Quoi que je dise ou fasse, je n'arriverai jamais à vous remercier comme il se doit. C'est grâce à vos encouragements, votre bienveillance et votre présence à mes côtés que je suis ici, et c'est grâce à vous que j'irai loin.

À mes sœurs Siham, Houria et Soundous, et à mes frères Mohamed, Tayeb, Sami et Youcef, pour leur soutien indéfectible et pour avoir toujours cru en moi. Leurs encouragements ont été mon refuge et ma motivation en tout temps.

À tous les membres de ma famille, en les remerciant pour leurs encouragements et leur aide sans cesse renouvelée.

À tous mes amis, mes camarades et mes collègues, pour leur collaboration et leurs encouragements, et en particulier à mes deux amies proches

Ikram et Farida.



SOMMAIRE

Résumé	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste d'abréviations	
Introduction générale.....	1
PARTIE I : FONDEMENT THEORIQUE	
I.1. Nanotechnologieet nanomatériaux	3
I.1.1. Introduction.....	3
I.1.2. Nanomatériaux	3
I.1.3. Nanomatériaux antibactériens	4
I.1.4 Production des nanomatériaux.....	5
I.1.4.1. Synthèse verte (Biosynthèse).....	6
I.1.5. Oxydes métalliques.....	7
a) L'oxyde de zinc (ZnO).....	7
1. Propriétés physico-chimiques.....	7
2. Structure cristalline.....	8
3. Domaines d'application	9
b) L'oxyde de nickel (NiO).....	9
1. Propriétés physico-chimiques.....	9
2. Structure cristalline.....	10
3. Domaines d'application	11
c) L'oxyde de cuivre (CuO).....	12
1. Propriétés physico-chimiques.....	12
2. Structure cristalline.....	12
3. Domaines d'application	13
d) L'oxyde de strontium (SrO).....	13
1. Propriétés physico-chimiques.....	13
2. Structure cristalline.....	14
3. Domaines d'application	14
I.2. Activité anti bactérienne	15
I.2.1. Bactéries	15
I.2.2. Effet antibactérien	16
I.2.3. Mécanismes d'action antibactérienne des Nanoparticules.....	16
I.2.4. Facteurs influençant sur l'activité antibactérienne des nanoparticules d'oxydes métalliques.....	17
PARTIE II : PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE.....	18
II.1. Matériel et méthode.....	19
II.1.1. Produits utilisées	19
II.1.2. Synthèse des oxydes.....	19
II.1.3. Activité antibactérienne	20
II.1.4. Techniques de mesure et de caractérisation	20
II.1.4.1. Diffractiondesrayons X(DRX).....	20

a) Principe	21
b) Appareillage	21
II. 1.4.2. Spectroscopie Infrarouge à TransforméedeFourier	21
a) Principe	22
b) Instrumentation	22
II.1.3.3. Spectroscopie UV-Visible.....	23
a) Principe	23
II.1.5. Synthèse des oxydes.....	24
a) Protocole de synthèse de NiO	24
b) Protocole de synthèse de SrO.....	25
c) Protocole de synthèse de ZnO.....	26
d) Protocole de synthèse de CuO	27
II.1.6. Evaluation de l'activité antibactérienne.....	28
1. Les souches bactériennes	28
2. Préparation des milieux de culture	29
Milieu gélose nutritif(G.N).....	29
Milieu Mueller Hinton(M.H)	29
3. Préparation de l'eau physiologique	29
4. Préparation solution des nanoparticules.....	29
5. Préparation de l'inoculum.....	29
PARTIE III : RESULTATSET DISCUSSIONS	30
III.1. Caractérisation des matériaux.....	31
III.1.1 Diffraction des rayonsX	31
a) Oxyde de zinc ZnO	31
b) Oxyde de nickel NiO.....	32
c) Oxyde de cuivre CuO.....	33
d) Oxyde de strontium SrO.....	33
e) Détermination de la taille des cristallites:.....	34
III.1.2. Spectroscopie infrarouge.....	34
a) L'oxyde de nickel NiO	35
b) L'oxyde de zinc ZnO.....	35
c) L'oxyde de cuivre CuO	36
d) L'oxyde de strontium SrO	37
III.2. Evaluation de l'activité anti bactérienne	37
Interprétations des résultats.....	38
IV. Conclusion	41
Références bibliographiques	45

Listes des figures

Figure-1: Domaines scientifiques couvrant la nanotechnologie	4
Figure-2 : Principales applications antimicrobiennes des nanomatériaux	6
Figure-3 : Méthodes de préparation des nanomatériaux	6
Figure-4 : Les principaux avantages de la synthèse verte	7
Figure-5: Structures cristallines de ZnO	9
Figures-6: Applications de ZnO	9
Figure-7: Structure cristalline de NiO	11
Figure-8: Applications de NiO	11
Figure-9: Structure cristalline de CuO	12
Figure-10: applications de CuO	13
Figure-11: Structure cristalline de SrO	14
Figure-12: applications de SrO	14
Figure-13: Diagramme schématique montrant les structures de la paroi cellulaire des bactéries Gram-positives et Gram-négatives.	15
Figure-14: Mécanisme de l'activité antibactérienne de ZnO	16
Figure-15: Différents facteurs affectant l'activité antibactérienne des NPs	17
Figure-16: Diffraction des rayons X par une structure cristalline	20
Figure-17: Diffractomètre de rayons X de marque Rigaku MINIFLEX 600.	21
Figure-18: Spectrophotomètre SHIMADZU FTIR-8400.	22
Figure-19: Schéma du principe de la spectroscopie UV-Vis	22
Figure-20 : Spectrophotomètre UV-Visible utilisé	23
Figure-21: préparation des milieux de culture	28

Figure-22: Préparation des cultures bactériennes	29
Figure-23: Diffractogramme DRX de NPs de ZnO	32
Figure-24: Diffractogramme DRX de NPs de NiO	32
Figure-25: Diffractogramme DRX de NPs de CuO	33
Figure-26: Diffractogramme DRX de NPs de SrO	34
Figure-27: Spectre infrarouge des NPs de NiO	35
Figure-28: Spectre infrarouge de NPs de ZnO	36
Figure-29: Spectre infrarouge de NPs de CuO	37
Figure-30: Spectre infrarouge de NPs de SrO	37
Figure-31: Protocole de l'activité antibactérienne	38
Figure-32: Activité antibactérienne des oxydes vis-à-vis Staphylococcus aureus	39
Figure-33: Activité antibactérienne des oxydes vis-à-vis Pseudomonas aeruginosa	39
Figure-34: Histogramme de comparaison des zones d'inhibition des films	40

Liste des tableaux

Tableau-1: Propriétés physico-chimiques de l'oxyde de zinc	8
Tableau-2: Propriétés physico-chimiques de l'oxyde de nickel	10
Tableau-3: Propriétés physico-chimiques de CuO	12
Tableau-4: Propriétés physico-chimiques de NPs de SrO	13
Tableau-5: Substances chimiques utilisées pour la synthèse des oxydes	19
Tableau-6: Substances chimiques utilisées pour l'activité antibactérienne	19
Tableau-7: Les différentes souches bactériennes testées	28
Tableau-8: Taille moyenne des cristallites des différents matériaux	34
Tableau-9: Diamètres des d'inhibition des nanoparticules	40

Abréviations

NPs : Nanoparticules

DRX : Diffraction des rayons X

JCPDS : Joint Committee on Powder Diffraction Standard

FTIR : Infrarouge a transformé de fourrier

pH : Le potentiel d'hydrogène

DMSO : diméthylsulfoxyde

GN : Milieu gélose nutritive

Introduction générale

Introduction générale

La nanotechnologie dont les applications se sont multipliées ces dernières années, s'occupe de la conception, la fabrication et l'application de matériaux ou de structures à l'échelle nanométrique, un milliardième de mètre (10^{-9} mètres) [1]. Les nanomatériaux regroupent entre autre; les nanométaux, les oxydes métalliques, les hydroxydes métalliques, les sels métalliques, et qui diffèrent selon les propriétés et les domaines d'application. Parmi les nanomatériaux inorganiques, les nanoparticules d'oxydes métalliques tels que ; ZnO, CuO, NiO, MgO, SrO, TiO₂, SnO₂, WO₃, etc, présentent un intérêt particulier. Ils se distinguent par une surface spécifique élevée, une petite taille, forme de particules et une stabilité chimique [2]. En conséquence, les oxydes métalliques sont utilisés dans plusieurs domaines technologiques, notamment; l'énergie, l'électronique, la mécanique, les travaux publics, la médecine, l'agriculture, la biotechnologie, le traitement de l'eau et l'environnement, etc [3-5]. Il existe plusieurs types de bactéries, virus, algues, champignons et protozoaires qui peuvent nuire à la qualité de l'eau. Parmi les problèmes les plus menaçants de la santé publique partout dans le monde est la contamination bactérienne [6]. La présence de contaminants microbiens dans les eaux est influencée par plusieurs facteurs, tels que le débordement et l'infiltration des eaux usées, le changement climatique, les pratiques de gestion de la flore et de la faune, le débit des cours d'eau, la température de l'eau [7]. Il est donc important de signaler que l'activité antimicrobienne est devenue un sujet de grand intérêt dans le domaine de la santé pour lutter contre les maladies associées à la présence de ces micro-organismes pathogènes dans les cours d'eau. Des travaux [8-10], consacrés à l'évaluation de l'activité antibactérienne des nanoparticules d'oxydes métalliques ont donné satisfaction en inhibant la croissance bactérienne. Nombreuses méthodes de synthèse efficaces ont été largement développées pour obtenir des nanomatériaux d'oxydes métalliques chimiquement et thermiquement stables avec une forme et une taille contrôlées et monodispersés [11]. Les méthodes générales d'obtention de nanoparticules peuvent être classées en méthodes ascendantes (méthodes chimiques), où un auto-assemblage d'atomes se produit pour former un nouveau noyau qui se développe à l'intérieur d'une particule à l'échelle nanométrique, et en méthodes descendantes (méthodes physiques) [12]. Cependant, la méthode dite « chimie verte » émerge comme une alternative aux méthodes chimiques. Aujourd'hui, le concept de « chimie verte » est devenu un sujet d'actualité car il constitue l'une des démarches à la fois économiques et respectueuses de l'environnement [13]. Cette méthode est basée sur

l'utilisation d'extraits naturels (plantes, micro-organismes, etc.) pour fabriquer des nanoparticules aux propriétés photocatalytiques, antimicrobiennes et aussi antioxydantes [14].

Le but de ce travail est d'évaluer l'activité antimicrobienne des nanoparticules biosynthétisées de ZnO, NiO, CuO et SrO. Les échantillons ont été caractérisés par diffraction des rayons X et infrarouge. Le mémoire est subdivisé en trois parties :

- la première rassemble des informations théoriques sur les oxydes métalliques et l'activité antibactérienne ;
- la deuxième partie présente les différents protocoles de synthèse, caractérisation et évaluation de l'activité antibactérienne.
- la troisième partie est consacrée aux résultats obtenus et les interprétations.

PARTIE I :
FONDEMENT THEORIQUE

I.1. Nanotechnologie et nanomatériaux

I.1.1. Introduction

Nanotechnologie est une science interdisciplinaire consacrée à l'étude, le contrôle et la confection de substances fonctionnelles aux dimensions nanométriques, qui trouvent utilisation dans différents domaines scientifiques tels que la physique, la chimie, la biologie, l'ingénierie, l'agronomie et la médecine (Figure-1) [15]. Un rapport économique publié en 2021 a confirmé que le marché mondial des nanotechnologies devrait atteindre 173,95 milliards de dollars d'ici 2025 [16].

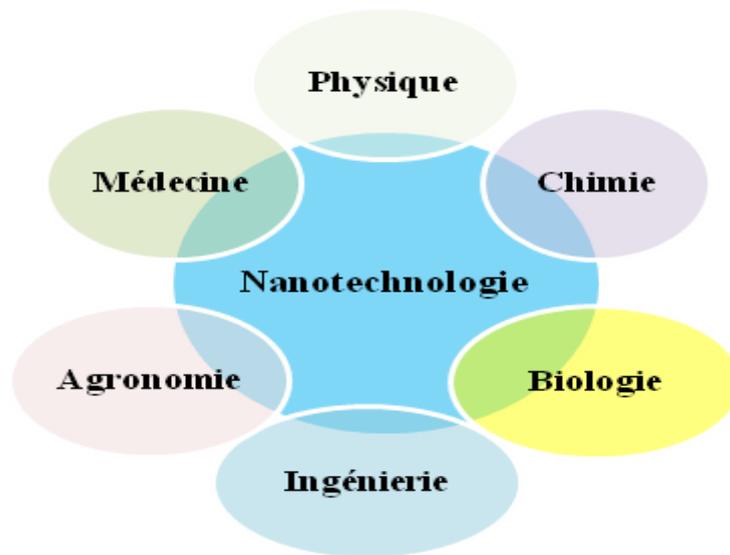


Figure-1: Domaines scientifiques couvrant la nanotechnologie [16].

I.1.2. Nanomatériaux

Les nanomatériaux sont généralement classés en fonction de leur nature, de leurs éléments constitutifs et de leur taille.

Selon la nature, il existe deux types de nanomatériaux ; naturels et synthétiques (manufacturés) [17].

- ✚ Les nanomatériaux naturels sont présents naturellement dans la nature.
- ✚ Les nanomatériaux synthétiques peuvent être synthétisés par des méthodes physiques, biologiques, chimiques ou hybrides.

En fonction de leurs éléments constitutifs, les nanomatériaux sont classés en matériaux, à base de carbone (organique), à base de métaux et d'oxydes métalliques (inorganiques) ou composites (hybrides) [18]:

- ❖ Les nanomatériaux à base de carbone sont des nanomatériaux généralement constitués de carbone, comme les fullerènes et les nanotubes de carbone, et peuvent se présenter sous forme de sphères, d'ellipsoïdes ou de tubes.
- ❖ Les nanomatériaux à base de métaux et d'oxydes métalliques comprennent des matériaux tels que l'argent, l'or, l'oxyde de zinc, l'oxyde de fer et des points quantiques qui mesurent quelques nanomètres.
- ❖ Les nanomatériaux composites constitués de plusieurs composants sont communément appelés nanocomposites. Ces nanomatériaux peuvent être formés avec des connexions organiques-organiques, organiques-inorganiques ou inorganiques-inorganiques

En fonction de leur taille, les nanomatériaux peuvent être divisés en [17,19,20] :

- Les nanomatériaux ayant toutes les dimensions externes à l'échelle nanométrique sont classés comme étant de dimension zéro. Dans les nanomatériaux de dimension zéro, l'électron reste dans un champ sans dimension. Les nanoparticules, les nanodots, les points quantiques sont un exemple de nanomatériaux de dimension zéro.
- Les nanomatériaux unidimensionnels (1D) ont deux dimensions à l'échelle nanométrique et une dimension en dehors de l'échelle nanométrique. Les électrons des nanoparticules unidimensionnelles se déplacent le long de l'axe des x. Des exemples de nanomatériaux unidimensionnels sont les nanotubes, les nanofils et les nanotiges. Les nanomatériaux bidimensionnels (2D) ont deux dimensions en dehors de la plage de taille nanométrique. Ses électrons se déplacent le long de l'axe xy. Les nanomatériaux de cette classe ont la forme de plaques. Le graphène, les nanofilms et les nanofeuilles appartiennent à cette classe.
- Les nanomatériaux tridimensionnels n'ont pas de dimension externe à l'échelle nanométrique et leurs électrons se déplacent le long des axes x, y et z. Les poudres en vrac, les nanotubes multiples et les nanotubes en sont des exemples.

I.1.3. Nanomatériaux antibactériens

L'émergence de nouveaux nanomatériaux tels que le métal, l'oxyde métallique, les nanoparticules à base de carbone et les nanocomposites constitue une alternative aux antimicrobiens conventionnels pour surmonter la multirésistance des microbes [21]. Leurs applications antimicrobiennes sont illimitées et sont présents dans un large éventail de domaines (figure-2).

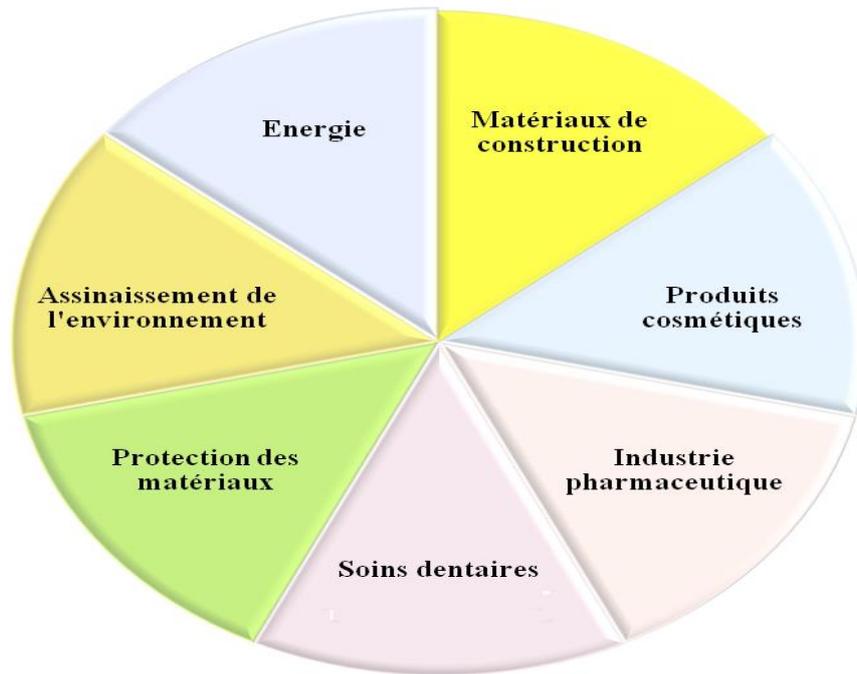


Figure-2 : Principales applications antimicrobiennes des nanomatériaux [22].

I.1.4. Production des nanomatériaux

La diversification des utilisations ainsi que les propriétés distinguées des nanomatériaux sont à l'origine des multiples approches de préparation développées ces dernières années.

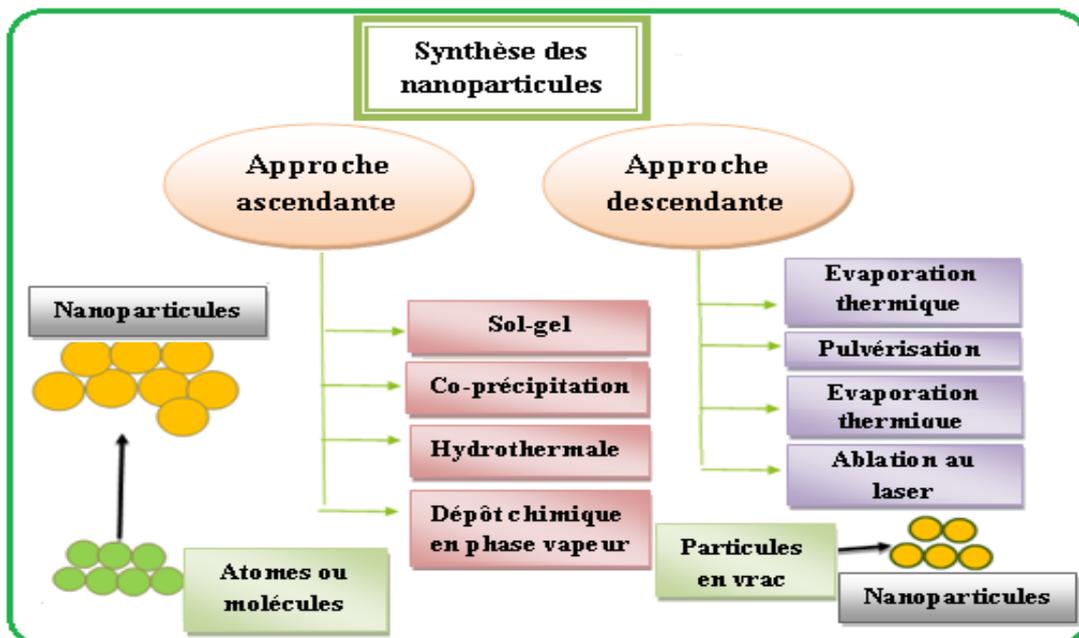


Figure-3 : Méthodes de préparation des nanomatériaux [23].

I.1.4.1. Synthèse verte (Biosynthèse)

Les recherches se sont orientées ces dernières années, vers le développement de méthodes de synthèse utilisant des agents naturels réducteurs, d'enrobage et stabilisants pour préparer des nanoparticules de morphologie et de taille souhaitées. Dans la synthèse verte des nanoparticules, les plantes, les champignons, les micro-organismes, les biomolécules et les polymères biodégradables sont utilisés comme sources d'agents réducteurs, coiffants et stabilisants [24]. La synthèse dite verte est fiables, efficaces, économiques rentable, respectueuse de l'environnement et permet en outre l'élaboration et le développement de nanomatériaux purs, durables et présentant des avantages potentiels pour l'environnement, [25-27]. L'objectif principal de la chimie verte est de minimiser la production de déchets ou de ne jamais permettre leur génération, plutôt que d'éliminer les déchets après leur apparition[28].

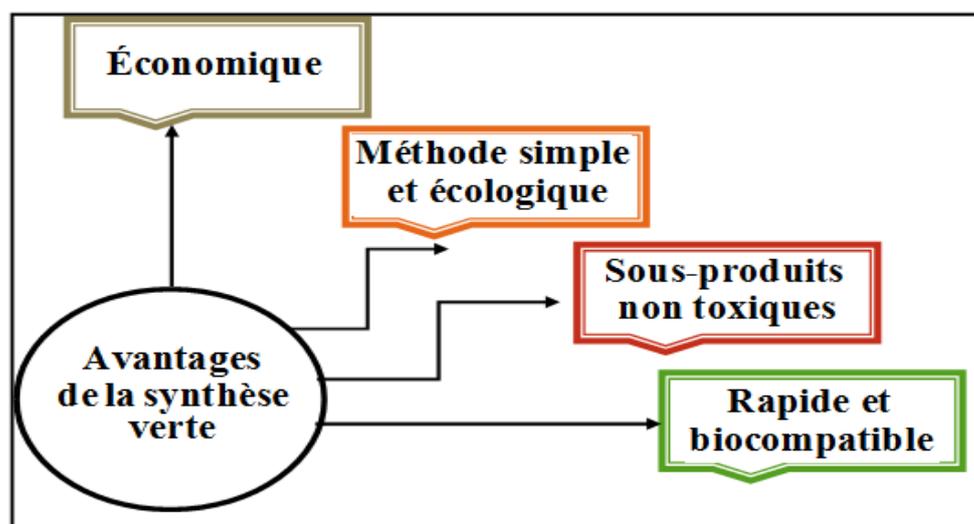


Figure-4 : Les principaux avantages de la synthèse verte [29]

I.1.5. Oxydes métalliques

Les oxydes métalliques sont des composés formés suite à la réaction des métaux avec l'oxygène comme le Na_2O , Ag_2O , ZnO , CuO , CaO , MgO , BaO , Fe_2O_3 , Co_3O_4 , etc.. Les solutions aqueuses d'oxydes métalliques sont basiques. C'est pourquoi les oxydes métalliques sont appelés oxydes basiques [30]. Les nanomatériaux à base d'oxyde métalliques sont employés dans; l'amélioration environnementale, la confection des cellules solaires, la production de l'énergie photovoltaïque, l'industrie nanoélectronique, la biologie et la médecine [31].

a) L'oxyde de zinc (ZnO)

Les nanoparticules d'oxyde de zinc (ZnO NPs) sont des nanoparticules d'oxyde métallique qui ouvrent de nouvelles opportunités pour les applications biomédicales allant du diagnostic au traitement. Les domaines de ces nanoparticules sont larges et diversifiés et incluent les effets provoqués par les propriétés antimicrobiennes, régénératrices et mécaniques[32].

1. Propriétés physico-chimiques

Les propriétés physico-chimiques de l'oxyde de zinc sont présentées dans le tableau 1.

Tableau-1: propriétés physico-chimiques de l'oxyde de zinc [33-35]

Propriété	Valeur
Formule chimique	ZnO
Longueur de liaison Zn–O	1,985 Å
État physique	Solide
Couleur	Blanc
Odeur	Inodore
Poids moléculaire	81,408 g/mol
Solubilité dans l'eau (30°C)	0,16 mg/100 ml
Densité	5,606 g/cm ³
Phase stable à 300K	Hexagonal, Wurtzite
Constantes de réseau	a=b=3,2458 Å, c=5,2006Å
Point de fusion	1975°C
Constante diélectrique	8,656
Indice de réfraction	2,008
Énergie de bande interdite	3.2 eV
Solubilité dans l'eau	0,16 mg/100 ml (30°C)
Point de fusion	1975 °C
Point d'ébullition	2360 °C
Indice de réfraction	2,0041
Constante diélectrique	~ 40
Enthalpie standard de formation	-384,9 KJ/mol
Toxicité	Biocompatible et non toxique

2. Structure cristalline

En raison de ses différentes formes allotropiques, l'oxyde de zinc adopte plusieurs structures cristallines à savoir; structure de type «NaCl», structure de type «blende» et la structure de type «wurtzite» qui est la structure la plus rencontrée (figure-5) [36-40].

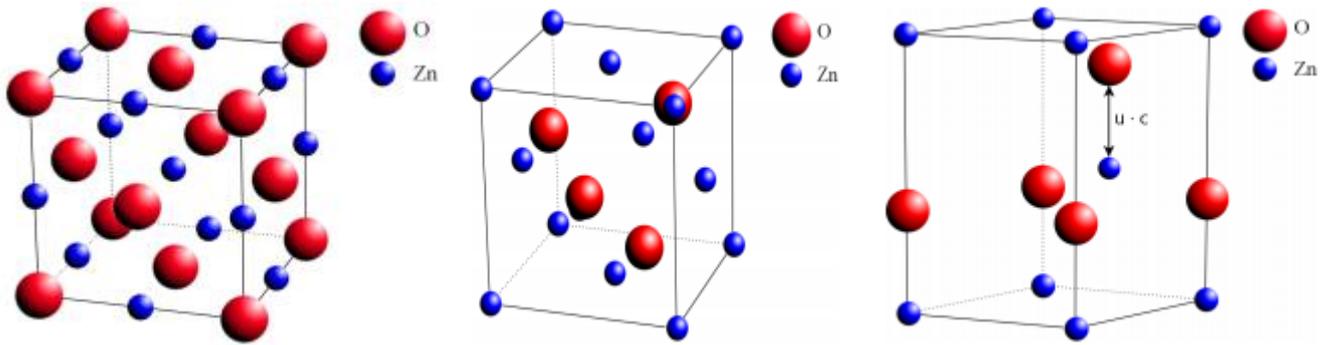
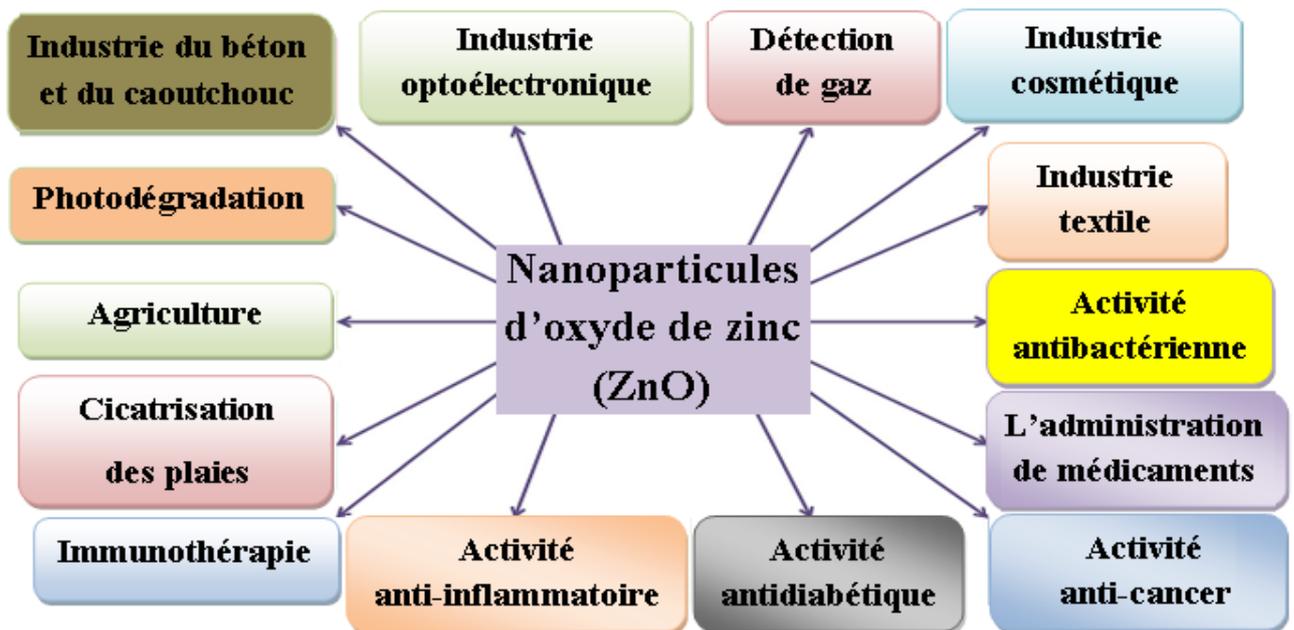


Figure-5: Structures cristallines de ZnO

3. Domaines d'application

L'oxyde de zinc est le deuxième oxyde métallique le plus abondant après l'oxyde de fer. Il est disponible, peut couteux et peut être préparé facilement sous différentes morphologies [41]. Les nanoparticules d'oxyde de zinc font partie des matériaux les plus étudiées en raison de leur capacité à être utilisées dans diverses applications (figure-6) [42].



Figures-6: Applications de ZnO [43]

b) L'oxyde de nickel (NiO)

1. Propriétés physico-chimiques

Les nanoparticules d'oxyde de nickel possèdent différentes propriétés physico-chimiques, dont les plus importantes sont présentées dans le tableau-2. [44-49].

Tableau-2: Propriétés physico-chimiques de l'oxyde de nickel

Propriété	Valeur
Formule chimique	NiO
État physique	Solide
Couleur	Vert foncé
Odeur	Inodore
Comportement acidi-basique	oxyde métallique basique.
Stabilité	Structure stable
Solubilité	insoluble dans les solutions aqueuses
Poids moléculaire	74,69 g/mol
Densité	6,67g/cm ³
Point de fusion	1900°C
point d'ébullition	3173 °C
Taille des particules (nm)	< 50 nm
Morphologie	Généralement sphérique
Type de conductivité	Semi-conducteur de type p.
Energie de bande interdite	3,6–4,0 eV
Énergie de liaison de l'exciton	50 meV
Indice de réfraction	2,82
Constante diélectrique	10,31
Température de Néel (TN)	523K
Structure cristalline	structure cristalline structure cubique à faces centrées a ~4,195Å.
Surface spécifique	130–150m ² /g
Toxicité	Faible

2. Structure cristalline

L'oxyde de nickel (NiO) est un composé inorganique cristallin de structure cubique. Les six nombres de coordination pour les atomes de nickel et d'oxygène font que le réseau cristallin de l'oxyde de nickel ressemble à celui de NaCl ou à la structure dite du sel gemme comme présenté sur la figure-7 [50].

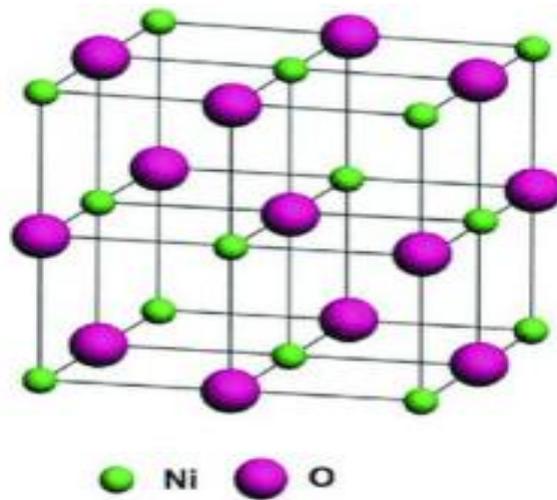


Figure-7: Structure cristalline de NiO [51].

3. Domaines d'application

Les nanoparticules de NiO (NPs) suscitent un grand intérêt en raison de leurs remarquables propriétés et de leur synthèse via des approches vertes. La littérature montre que les applications de ce matériau sont variées (figure-8) [52].

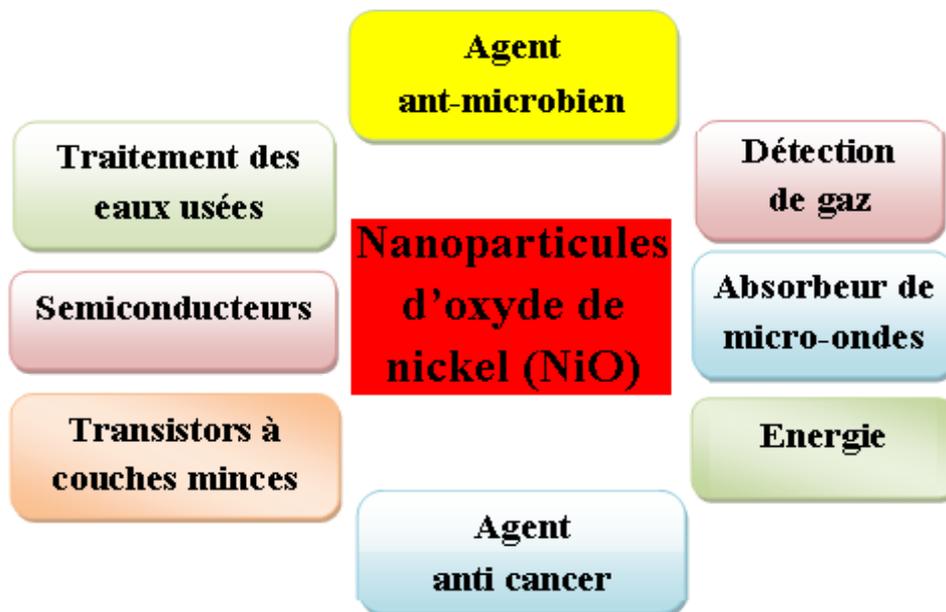


Figure-8: Applications de NiO [29].

c) L'oxyde de cuivre (CuO)

1. Propriétés physico-chimiques

Les nanoparticules d'oxyde de cuivre possèdent diverses propriétés physico-chimiques importantes (tableau-3) [53,54] :

Tableau-3: propriétés physico-chimiques de CuO

Propriété	Valeur
Formule moléculaire	CuO
Apparence	Couleur noire
Masse moléculaire	79,55 g/mole
Odeur	Sans odeur
Apparence (Forme)	Poudre solide
Structure	monoclinique
Densité	6,31 g/cm ³
Taille moyenne des particules	≤ 50 nm
Type de conductivité	Semi-conducteur de type p.
Energie de bande interdite	1,2–1,8 eV
Point de fusion	1201°C
Point d'ébullition	2000°C
Solubilité dans l'eau	Soluble
Conductivité thermique	76W/mk
Surface spécifique	25-40 m ² /g
Toxicité	Faible

2. *Structure cristalline*

L'oxyde de cuivre est un semiconducteur de type P qui cristallise dans une structure monoclinique comme illustré sur la figure-9 [55]. Les paramètres de maille a, b et c sont respectivement, 4,6837 Å, 3,4226 Å 5,1288 Å, tandis que l'angle $\beta = 99,54^\circ$ [56-58]

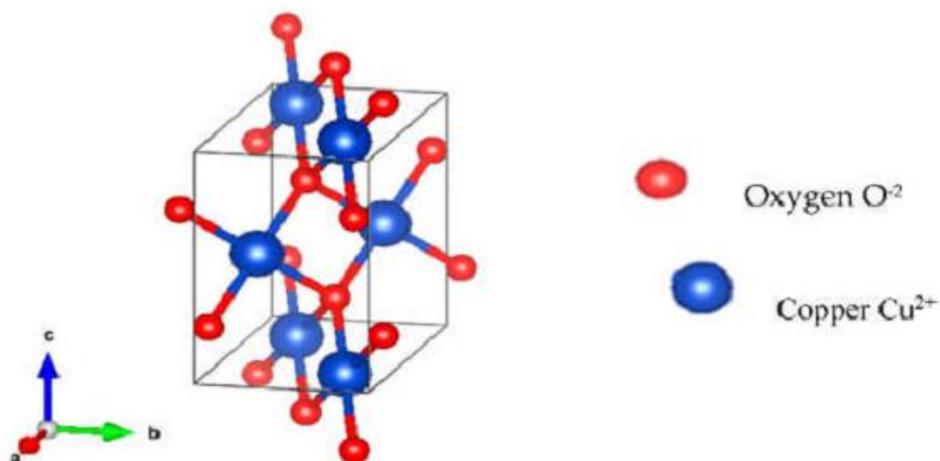


Figure-9: Structure cristalline de CuO [55]

3. *Domaines d'application*

Généralement connu sous le nom d'oxyde cuivrique, l'oxyde de cuivre (II) est utilisé dans plusieurs domaines, notamment les applications antimicrobiennes et antivirales [59].

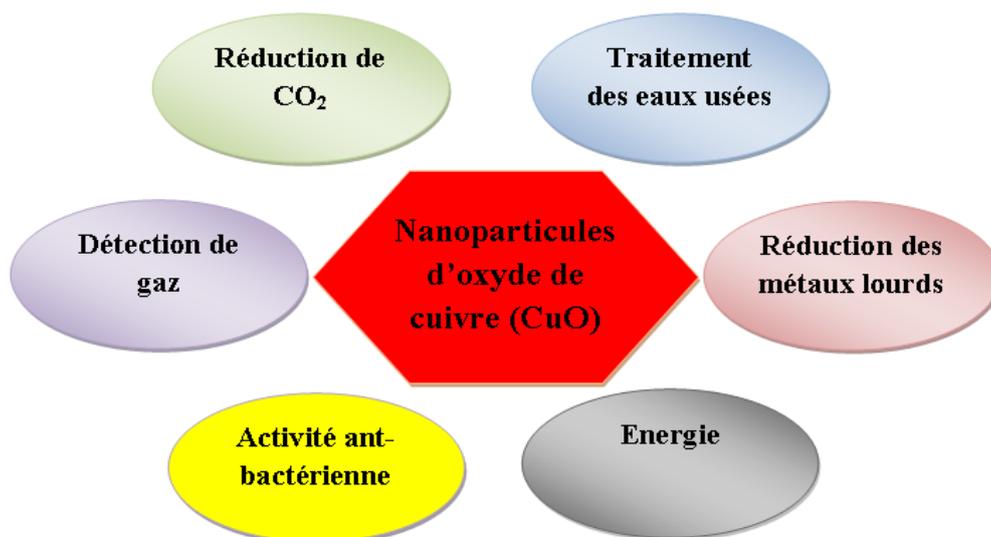


Figure-10: applications de CuO [60].

d) L'oxyde de strontium (SrO)

1. *Propriétés physico-chimiques*

L'oxyde de strontium est un matériau moins étudié par rapport aux autres oxydes, la littérature offre peu d'informations sur cet oxyde. Le tableau-4, présente quelques propriétés physico-chimiques de nanoparticules d'oxyde de strontium.

Tableau-4: propriétés physico-chimiques de NPs de SrO

Propriété	Valeur
Formule moléculaire	SrO
Apparence	Couleur blanche ou jaunâtre
Masse moléculaire	103,62 g/mol
Odeur	Sans odeur
Apparence (Forme)	Poudre solide
Structure	Cubique à faces centrées, $a=2.57 \text{ \AA}$
Densité	4,70 g/cm ³
Point de fusion	2 430 °C
Point d'ébullition	3600°C
Solubilité dans l'eau	4,8 g/L à 20 °C
Toxicité	Faible

2. *Structure cristalline*

Autant que solide inorganique, l'oxyde de strontium (SrO) cristallise sous une structure cubique à faces centrées (CFC), ou chaque atome de strontium est entouré de huit atomes d'oxygène (figure-11).

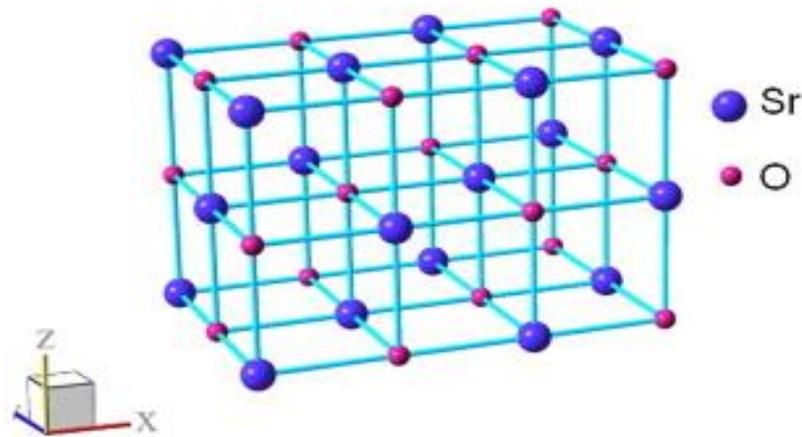


Figure-11: Structure cristalline de l'oxyde de strontium (SrO) [61].

3. Domaines d'application

En raison de ses propriétés luminescentes, l'oxyde de strontium est très précieux dans le développement de matériaux pour diverses applications technologiques (figure-12) [62].



Figure-12: applications de SrO [63]

I.2. Activité antibactérienne

Les micro-organismes (êtres vivants trop petits) regroupent les; bactéries, champignons, virus et algues. Dans leur quotidien, les gens sont exposés à de nombreux problèmes suite à la contamination bactérienne de l'air, l'eau ou d'autres installations. En effet, les maladies causées par les bactéries sont facilement transmissibles notamment dans les espaces communs et les endroits fermés comme c'était le cas en 2019 avec le Covid-19 (virus

Corona) dont les dégâts ont été catastrophiques dans presque toutes les régions du monde [64].

I.2.1. Bactéries

Les bactéries sont des micro-organismes procaryotes unicellulaires mesurant entre 0,1 et 10 μm de longueur. Il existe de nombreuses bactéries connues et inconnues dans la nature. Certaines de ces bactéries provoquent des maladies chez les humains, tandis que d'autres ne présentent aucun danger pour les humains. Lorsqu'on examine ses habitats, on sait qu'il peut vivre dans n'importe quel environnement, selon les études menées. Les classifications des bactéries varient selon leur forme, leur respiration, leur nutrition et leur coloration. Le type de classification le plus courant est basé sur la coloration. Il est divisé en deux : Gram positif et Gram négatif (figure-13). Observées au microscope et grâce à la discrimination des couleurs, il est facile de savoir de quelle bactérie il s'agit. Les bactéries à Gram positif donnent une couleur bleu-violet, tandis que les bactéries à Gram négatif donnent une couleur rose-rouge. [65].

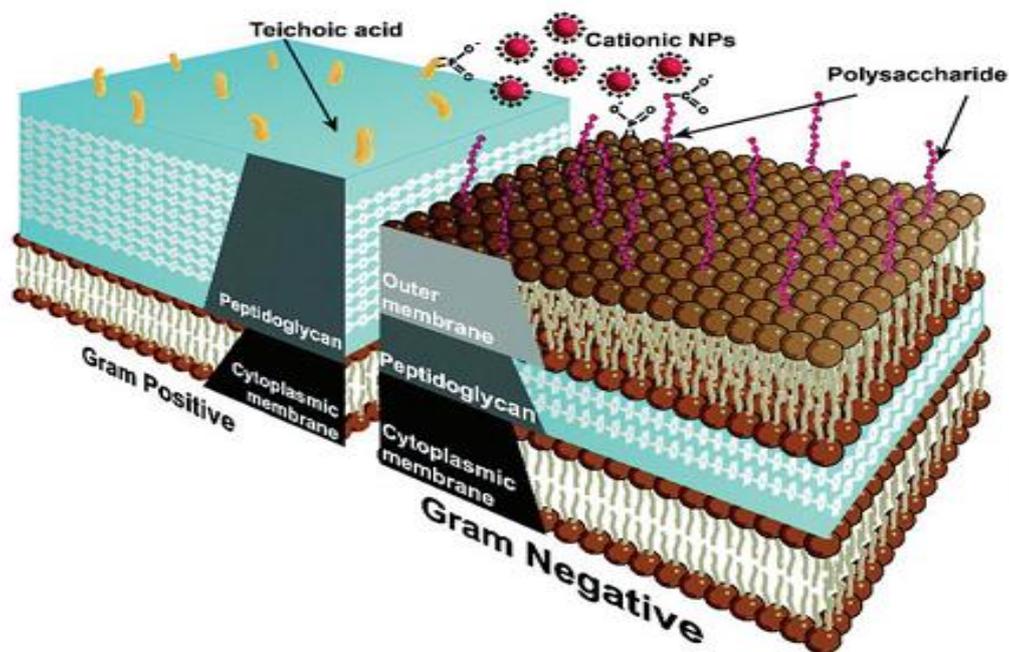


Figure-13: Diagramme schématisant les structures de la paroi cellulaire des bactéries Gram-positives et Gram-négatives. [66,67]

I.2.2. Effet antibactérien

Le premier traitement efficace et non couteux, appliqué et privilégié contre les infections bactériennes est l'utilisation des antibiotiques. Cependant, plusieurs souches bactériennes gagnent en résistance face à une utilisation généralisée des antibiotiques. Face à la prolifération des bactéries pathogène multirésistantes, les nanomatériaux de taille et de forme spécifiques, dotés d'une activité antibacterienne se présentent comme une nouvelle stratégie pour le traitement des eaux contaminées [68].

I.2.3. Mécanismes d'action antibactérienne des Nanoparticules

Les nanoparticules d'oxydes métalliques agissent de trois manières contre les bactéries (figure-14) [69,70]

- Les ions métalliques libérés par la surface nanoparticules interagissent avec la cellule bactérienne.
- La cellule bactérienne est endommagée en raison des espèces réactives de l'oxygène créées à l'interface des nanoparticules.
- Par contact direct des nanoparticules de l'oxyde métallique avec la membrane cellulaire.

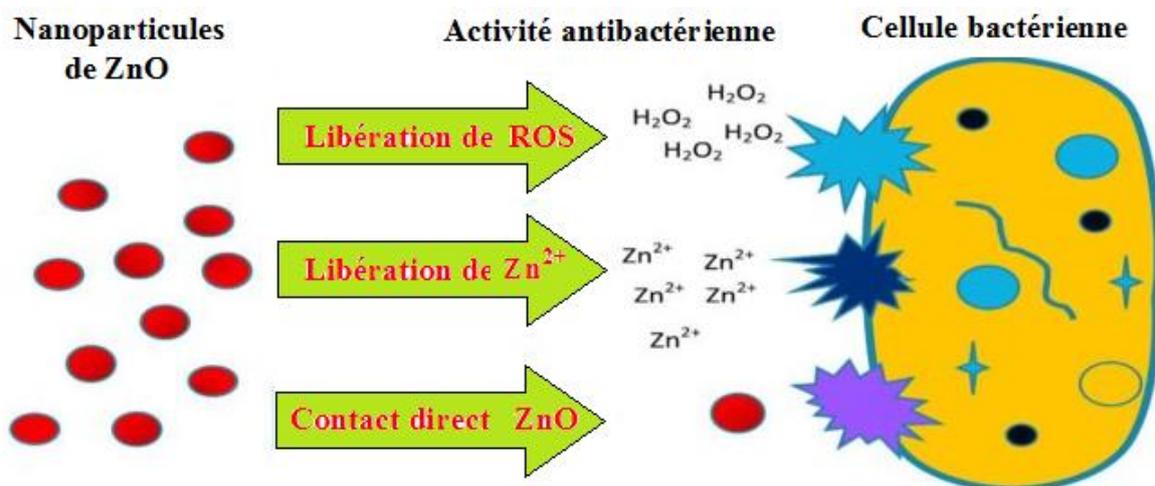


Figure-14: Mécanisme de l'activité antibactérienne de ZnO [69]

I.2.4. Facteurs influençant sur l'activité antibactérienne des nanoparticules d'oxydes métalliques :

L'activité antibactérienne des nanoparticules d'oxydes métalliques dépend de plusieurs facteurs qui peuvent être à la fois associés aux nanoparticules et aux souches bactériennes. Ces facteurs sont illustrés sur la figure-15 [71].

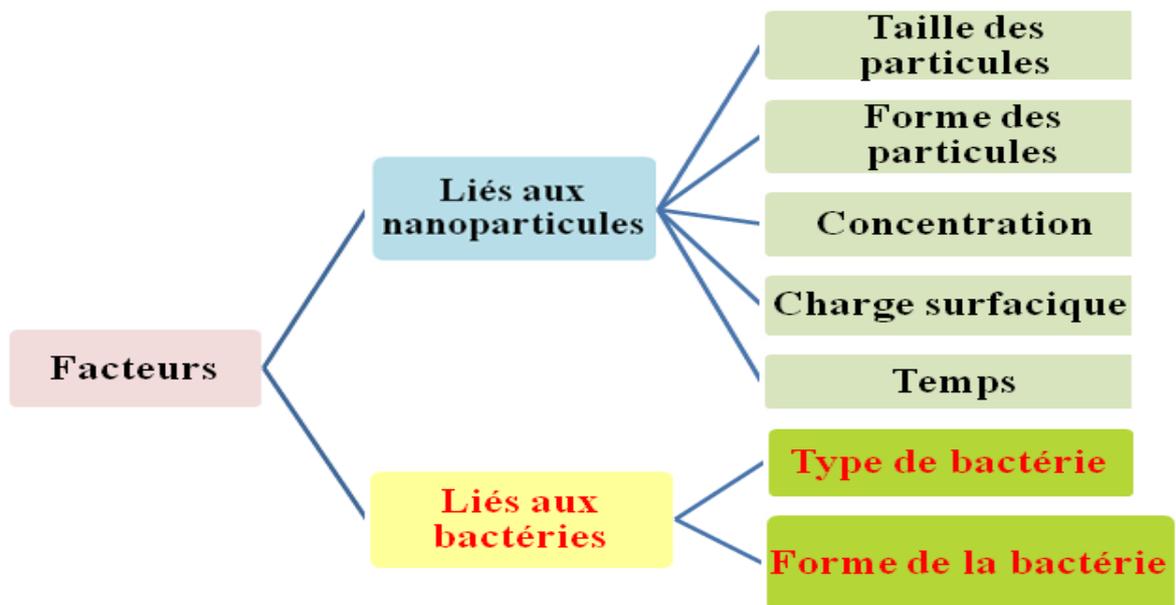


Figure-15: Différents facteurs affectant l'activité antibactérienne des nanoparticules [72]

PARTIE II :
PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE

II.1. Matériel et méthode

II.1.1. Produits utilisées

Les substances chimiques utilisées sans traitement préalable pour la synthèse et la purification des oxydes et dans les tests de l'activité antibactérienne sont présentées dans les deux tableaux suivants.

➤ Synthèse des oxydes

Tableau-5: substances chimiques utilisées pour la synthèse des oxydes

Produit	Formule chimique	La marque	Pureté %
Nitrate de cuivre trihydraté	$\text{Cu N}_2\text{O}_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	Panreac	98 -103%
Nitrate de nickel hexahydraté	$\text{Ni N}_2\text{O}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	Biochem Chemopharma	98%
Nitrate de strontium	$\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$	E.Merck Darmstadt	99%
Acétate de zinc di-hydraté	$\text{Zn} (\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	VWR BDH Chemicals	100%
Chlorure d'hydrogène	HCl	Biochem c Hemopharma	37%
Nitrate d'argent	Ag NO_3	Prolabo	99,5%

➤ Activité antibactérienne

Tableau-6: substances chimiques utilisées pour l'activité antibactérienne

Produit	Formule chimique	La marque	Pureté %
Gélose nutritive	/	Himedia	/
Gélose Müller Hinton	/	Tmmedia	/
Diméthylsulfoxyde	$(\text{CH}_3)_2 \text{SO}$	EMSURE	99,9%
Chlorure de sodium	NaCl	Honeywell Fluka	99,5%

II.1.2. Techniques de mesure et de caractérisation

II.1.2.1. Diffraction des rayons X(DRX) :

La diffraction des rayons X sur la surface du cristal a été découverte et clarifiée par Sir William H. Bragg et Sir W. Lawrence Bragg et a été nommée loi de Bragg. La forme la plus simple de la loi de Bragg est donnée par la formule ci-dessous [73]. C'est une méthode couramment utilisée pour la caractérisation structurale des matériaux. Elle permet de déterminer la structure et la phase cristalline des matériaux étudiés, ainsi que la taille et l'orientation de leurs grains. L'identification des phases cristallines présentes se fait à partir de la base de données JCPDS "Joint Committee of Powder Diffraction Standards".

a) Principe :

Lorsque des matériaux cristallins sont soumis aux rayons X, les rayons X sont en partie absorbés et en partie diffusés, le reste étant transmis. Le processus de diffusion est dû à l'interaction des rayons X avec les électrons du matériau. Les rayons X diffusés par différents électrons interfèrent de manière constructive ou destructrice les uns avec les autres et génèrent un diagramme de diffraction qui varie en fonction de l'angle de diffusion. La relation entre l'angle de diffusion et l'intensité d'interférence peut être obtenue par la loi de Bragg, comme le montre la figure-16 [74]:

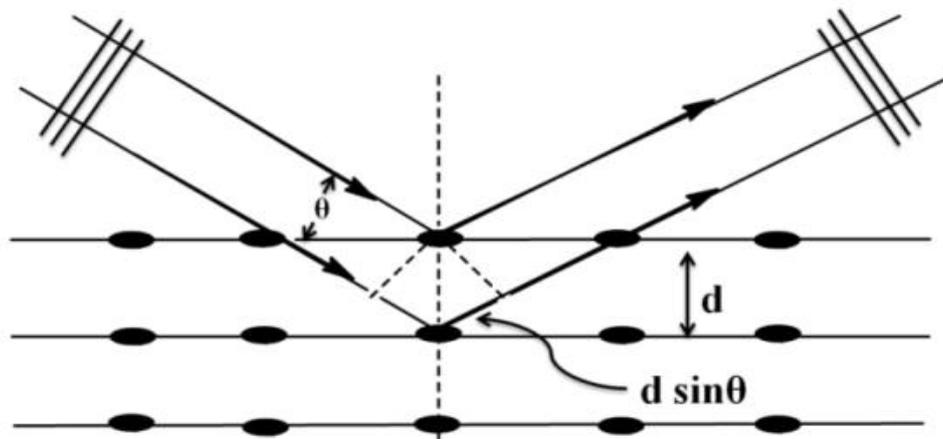


Figure-16: Diffraction des rayons X par une structure cristalline [75].

Les conditions de diffraction suivent la loi de Bragg:

$$2d_{hkl}(\theta_{hkl})=n\lambda \quad (1)$$

Où : ➤ d_{hkl} (Å): distance inter réticulaire du réseau cristallin.

➤ λ : longueur d'onde $K\alpha$ du cuivre (1,5406 Å).

➤ n : est l'ordre de diffraction.

➤ θ (°): l'angle d'incidence des RX par rapport à la surface de l'échantillon.

b) Appareillage :

Les analyses des échantillons par diffraction des rayons X ont été réalisées au Laboratoire de synthèse et catalyse au sein de la Faculté des Sciences de la Matière de l'université Ibn-Khaldoun de Tiaret. Le diffractomètre utilisé est un (Rigaku MiniFlex600) qui délivre un rayonnement X provenant de l'émission $K\alpha$ du cuivre, de longueur d'onde $\lambda=1.54056\text{Å}$ et il fonctionne sous une tension de 45 KV.



Figure-17: Diffractomètre de rayons X de marque Rigaku MINIFLEX 600.

II.1.2.2. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier :

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'identification basée sur l'absorption ou la réflexion, par l'échantillon, des radiations électromagnétiques. Cette technique peut donner des renseignements sur des particularités des structures puisque la fréquence de vibration cation oxygène dépend de la masse du cation, de la forme de la liaison cation oxygène et du paramètre de maille [76].

a) Principe :

Lorsque les rayonnements infrarouges traversent un matériau, celui-ci en absorbe une partie et transmet la proportion restante. Le spectre infrarouge montre une « empreinte digitale » (composition unique) d'un matériau avec des pics d'absorption, qui correspondent aux fréquences de vibration des liaisons chimiques qui composent le matériau. Il n'existe pas deux liaisons chimiques qui génèrent exactement le même spectre infrarouge, car les différents matériaux sont des liaisons chimiques combinées uniques. Par conséquent, la spectroscopie infrarouge peut nous fournir des informations sur la composition telles que les liaisons chimiques et les groupes fonctionnels du matériau [77].

b) Instrumentation:

Nous avons utilisé un spectromètre infrarouge SHIMADZU de type FTIR-8400, disponible au laboratoire de génie physique au sein de la Faculté des Sciences de la Matière - Université de Tiaret- dont la gamme spectrale est dans l'intervalle $[4000 \text{ cm}^{-1} - 400 \text{ cm}^{-1}]$. (Figure-18).



Figure-18: Spectrophotomètre SHIMADZU FTIR-8400.

II.1.2.3. Spectroscopie UV-Visible

a) Principe :

Le principe de cette technique repose sur l'interaction de la lumière émise avec l'échantillon à analyser. Une partie du faisceau incident sera absorbée ou transmise par l'échantillon. Lorsqu'une substance absorbe de la lumière dans le domaine de l'ultraviolet et du visible, l'énergie absorbée provoque des perturbations dans la structure électronique des atomes, ions ou molécules [7].

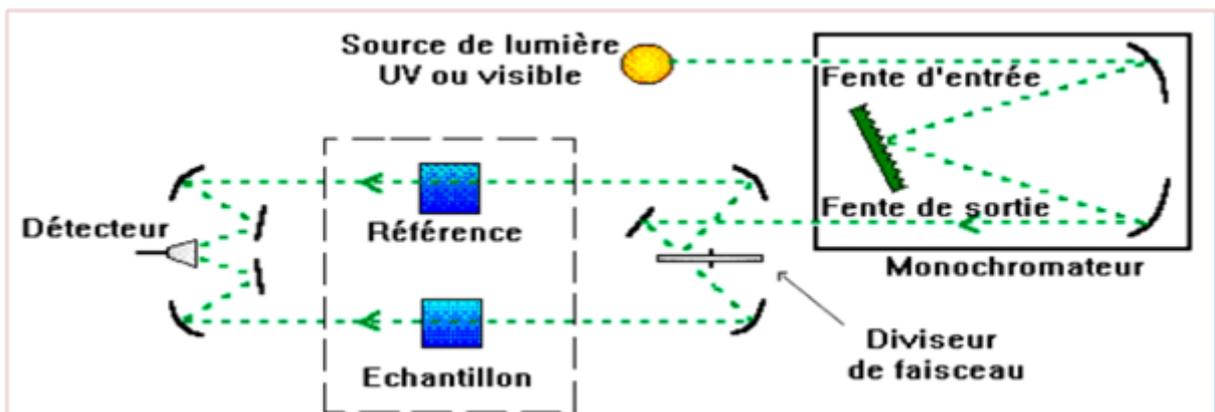


Figure-19: Schéma du principe de la spectroscopie UV-Vis [8].

Le spectrophotomètre UV-Visible employé dans ce contexte est un appareil de type UV-1650 PC SHIMADZU (Figure-20).



Figure-20 : Spectrophotomètre UV-Visible utilisé

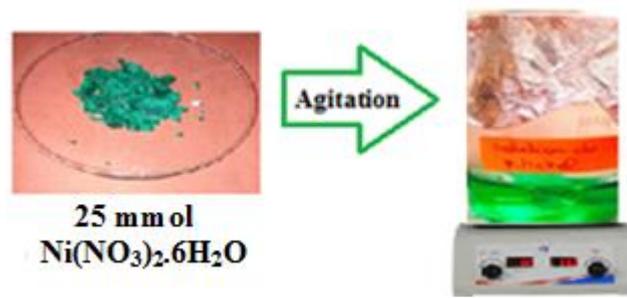
II.1.3. Synthèse des oxydes

La méthode de synthèse est considérée comme l'une des stratégies qui influe de façon significative sur l'activité antibactérienne des nanomatériaux parce que les principales propriétés des agents antibactériens en dépendent. Les nanoparticules d'oxyde de nickel, strontium, magnésium, zinc et cuivre ont été synthétisées par un procédé de synthèse verte le blanc d'œuf frais autant qu'agent stabilisant et réducteur. Ce processus est plus simple à gérer, rentable, respectueux de l'environnement et permet de développer des nanoparticules uniformément dispersées, stables et hautement efficaces. Le protocole suivi a été inspiré des travaux (Zahra Sabouri et al., 2020). Les réactifs de qualité analytique et tels que reçus ont été utilisés dans les expériences sans purification supplémentaire.

a) Protocole de synthèse de NiO:

Pour la préparation de nanoparticules d'oxyde de nickel (NiO), nitrate de Nickel ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) et le blanc d'œuf frais ont été utilisés comme précurseur du Ni et agent stabilisant, respectivement.

Dans un premier temps, 25 mmole de $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ a été dissous dans 50ml de H_2O distillée et après agitation pendant 30 mn une solution homogène de couleur verte a été obtenue.



En parallèle une suspension du blanc d'œuf a été préparée par dissolution de 50 ml du blanc d'œuf frais dans 30ml d'eau distillée et agitée pendant 10 minutes jusqu'à l'obtention d'une solution claire.



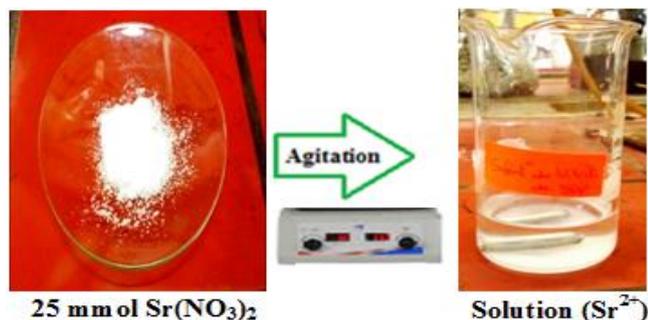
Les deux solutions ont été mélangées et la solution obtenue a été placée dans un bain marie à la température de 80°C ; au bout de 6 heures d'agitation et après évaporation du solvant, un gel vert est formé. Ensuite, le gel a été bien séché, broyé, traité par une solution acide (HCl, 3N) et enfin calciné à la température de 600°C pendant 4 heures pour donner une poudre bien cristallisée de NiO.



b) Protocole de synthèse de SrO:

Pour la préparation de nanoparticules d'oxyde de strontium (SrO), nitrate de strontium ($\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$) et le blanc d'œuf frais ont été utilisés comme précurseur de strontium et agent stabilisant, respectivement.

25 mmol de nitrates de strontium ($\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$) a été dissoute dans un volume de 50 ml d'eau distillée avec agitation pendant 30 mn pour donner une solution homogène.



En parallèle une suspension du blanc d'œuf a été préparée par dissolution de 50 ml du blanc d'œuf frais dans 30ml d'eau distillée et agitée pendant 10 minutes jusqu'à l'obtention d'une solution claire.

Les deux solutions ont été mélangées et la solution obtenue a été placée dans un bain marie à la température de 80°C ; au bout de 6 heures d'agitation et après évaporation du solvant, un gel vert est formé. Ensuite, le gel a été bien séché, broyé, traité par une solution acide (HCl , 3N) et enfin calciné à la température de 600°C pendant 4 heures pour donner une poudre bien cristallisée de SrO .



c) Protocole de synthèse de ZnO :

Pour la préparation de nanoparticules d'oxyde de magnésium (ZnO), acétates de zinc ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) et le blanc d'œuf frais ont été utilisés comme précurseur du zinc et agent stabilisant, respectivement.

Pour la production de $\text{ZnO}(\text{NPs})$, 25 mmol d'acétates de zinc dihydratés ($\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ont été dissoutes dans 50ml de H_2O distillée. Une solution claire et homogène est obtenue après agitation pendant 30min.



Au même temps une suspension du blanc d'œuf a été préparée par dissolution de 50 ml du blanc d'œuf frais dans 30ml d'eau distillée et agitée pendant 10 minutes jusqu'à l'obtention d'une solution claire.

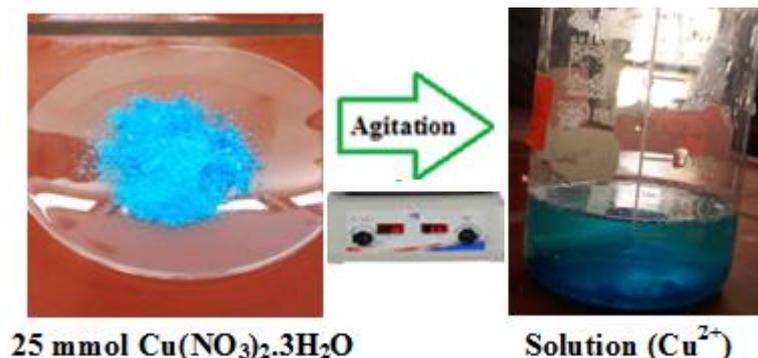
Les deux solutions ont été mélangées et la solution obtenue a été placée dans un bain marie à la température de 80°C ; au bout de 6 heures d'agitation et après évaporation du solvant, un gel blanc jaunâtre est formé. Ensuite, le gel a été bien séché, broyé, traité par une solution acide (HCl, 3N) et enfin calciné à la température de 600°C pendant 4 heures pour donner une poudre blanche bien cristallisée de ZnO.



d) Protocole de synthèse de CuO:

Pour la préparation de nanoparticules d'oxyde de magnésium (CuO), nitrates de cuivre ($\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) et le blanc d'œuf frais ont été utilisés comme précurseur du zinc et agent stabilisant, respectivement.

Dans un premier temps, 25 mmole de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ a été dissous dans 50ml de H_2O distillée et après agitation pendant 30 mn une solution homogène de couleur bleue a été obtenue.



En parallèle une suspension du blanc d'œuf a été préparée par dissolution de 50 ml du blanc d'œuf frais dans 30ml d'eau distillée et agitée pendant 10 minutes jusqu'à l'obtention d'une solution claire.

Les deux solutions ont été mélangées et la solution obtenue a été placée dans un bain marie à la température de 80°C. Au bout de 6 heures d'agitation et après évaporation du solvant, un gel bleu verdâtre est formé. Ensuite, le gel a été bien séché, broyé, traité par une solution acide (HCl, 3N) et enfin calciné à la température de 600°C pendant 4 heures pour donner une poudre bien cristallisée de CuO.



II.1.4. Evaluation de l'activité antibactérienne

L'évaluation de l'activité antimicrobienne des nanoparticules d'oxydes (NiO, SrO, ZnO et CuO) sur les trois bactéries a été faite par la méthode de diffusion en puits sur un milieu gélosé Mueller-Hinton. Le pouvoir antimicrobien est obtenu par la mesure des diamètres des zones d'inhibition (mm). Cette partie du travail a été réalisée, au niveau du laboratoire de microbiologie de la faculté des sciences de la nature et de la vie de l'université de Tiaret.

1. Les souches bactériennes

Les tests antibactériens ont été effectués sur des germes couramment responsables de diverses pathologies. Les microorganismes étudiés et leurs références sont rapportés dans le tableau suivant :

Tableau-7: Les différentes souches bactériennes testées

Nom de la souche	Gram	Référence
Escherchia Coli	-	ATTC25922
Pseudomonas aeruginosa	-	ATTC9027
Staphylococcus aureus	+	ATTC 6528

2. Préparation des milieux de culture

Milieu gélose nutritif (G.N)

On pèse une masse de 28 g de poudre de gélose nutritif puis on dissous dans un litre d'eau distillée. La solution obtenue est ensuite bouillir avec agitation jusqu'à dissolution complète, Le milieu GN est ensuite réparti dans des flacons stériles avant d'être autoclave pendant 20minutes à 121°C.

Milieu Mueller Hinton(M.H)

On pèse une masse de 38 g de poudre de gélose Muller Hinton puis on met dans un bécher additionné avec 1litre d'eau distillée. Le mélange est chauffé sous agitation continue jusqu' à l'ébullition. Ensuite, le milieu MH est réparti dans des flacons stériles, puis autoclave pendant 20min à 121°C.



Figure-21: préparation des milieux de culture

3. Préparation de l'eau physiologique

On prépare de solution de chlorure de sodium à 0,9%, pour ce la on pèse 1,8g de la poudre de NaCl, puis on la mies dans fiole de 250ml. La solution est homogénéise avec agitation. Ensuite la solution est répartir dans des tubes essai de volume 9 ml. Les tubes sont autoclaves pendant 15 minutes à 120°C.

4. Préparation solution des nanoparticules

Les nanoparticules ont été solubilisées dans le DMSO (diméthylsulfoxyde). On prend 0,05g des oxydes et on le dissout dans 5ml de DMSO dans des flacons stériles, pour obtenir la solution de concentration 10mg/ml.

5. Préparation de l'inoculum

2 à 3 colonies bactériennes bien isolées ont été prélevées à l'aide d'une pipette pasteur et déchargées dans 9ml d'eau physiologique stérile. La suspension bactérienne a été bien homogénéisée dans le vortex pendant quelques secondes. L'inoculum doit être standardisé pour obtenir des colonies justes confluentes et sa turbidité ajustée à 0.5Mc Farland, a été réalisée à l'aide d'un spectrophotomètre réglé sur une longueur d'onde de 625nm ce qui correspond à 1×10^8 UFC/ ml (D.O = 0.08 à 0.1) [79]. L'inoculum peut être ajusté soit en additionnant de la culture bactérienne s'il est faible ou d'eau physiologique s'il est trop fort.



Figure-22: Préparation des cultures bactériennes

PARTIE III :
RESULTATS ET DISCUSSIONS

III.1. Caractérisation des matériaux

III.1.1 Diffraction des rayons X

L'analyse par diffraction des rayons X (XRD) est une technique non destructive qui fournit des informations détaillées sur la structure cristallographique, la composition chimique et les propriétés physiques d'un matériau [80]. Elle est basée sur l'interférence constructive des rayons X monochromatiques et d'un échantillon cristallin. Donc, l'analyse structurale de matériaux sous forme massive, poudre ou couches minces fondée sur la diffraction des rayons X a pour objectif de déterminer, la cristallinité de la structure et l'orientation cristallographique. La caractérisation structurale par diffraction des RX est réalisée au niveau du Laboratoire Synthèse et Catalyse de l'Université Ibn-Khaldoun de Tiaret, à l'aide d'un diffractomètre RX: Rigaku MINIFLEX 600. La radiation X utilisée est la raie du cuivre de longueur d'onde égale à 1,5406 Å à une vitesse de balayage de 5°/min, alors que les spectres obtenus ont été identifiés par comparaison à la fiche JCPD correspondantes

a) Oxyde de zinc ZnO

La figure-23, montre le diffractogramme de l'analyse par DRX de nanoparticules de ZnO produites par la méthode verte du blanc d'œuf calcinées à la température de 600°C en utilisant une solution de départ de nitrate de zinc comme précurseur. On peut voir que toutes les nanoparticules de ZnO obtenues sont de nature cristalline. Lorsque les diagrammes de diffraction ont été examinés, il a été déterminé que la phase entière obtenue était dans la phase Zincite (ZnO) (JCPDS 36-1451) avec une structure cristalline de wurtzite hexagonale. Les pics caractéristiques 2θ de la phase ZnO à 31,63°, 34,31°, 36,11°, 47,41°, 56,39°, 62,71° et 67,79° sont respectivement (100), (002), (101), (102), (110), (103) et (112). La taille moyenne des nanoparticules de ZnO produites ont été calculée à l'aide de l'équation de Debye-Scherrer (tableau) [81,82].

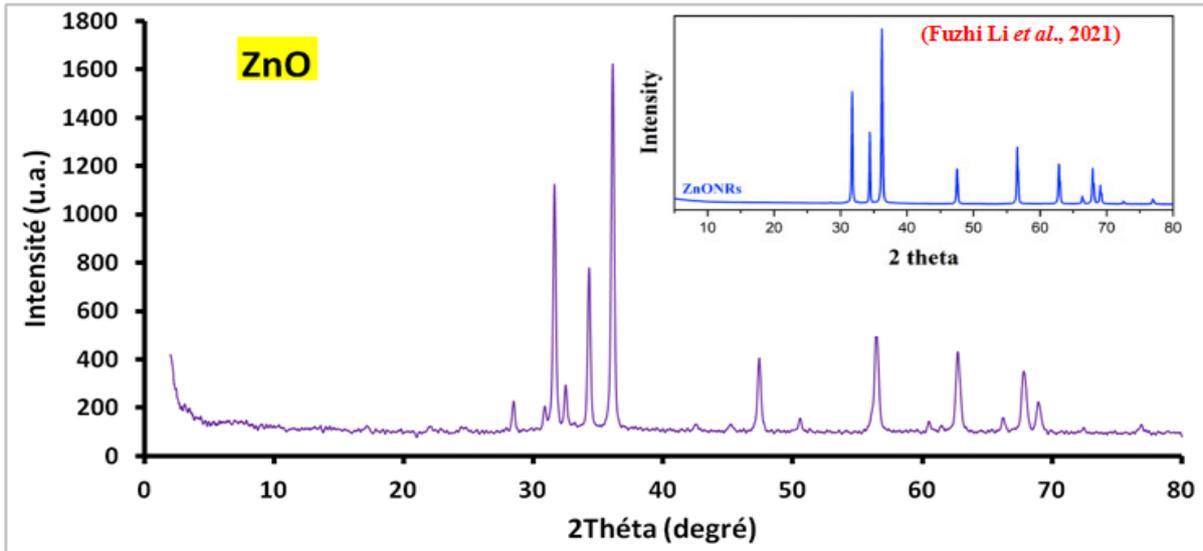


Figure-23: Diffractogramme DRX de NPs de ZnO

b) Oxyde de nickel NiO

La structure et la pureté de la phase cristalline de l'échantillon constitué de nanoparticules d'oxyde de nickel ont été caractérisées par diffraction aux rayons X. La figure-24 représente le motif DRX du produit biosynthétisé. Les réflexions DRX apparaissent à des angles (2θ) de $37,17^\circ$, $43,23^\circ$, $62,81^\circ$, $75,35^\circ$ et $79,23^\circ$ correspondant aux plans (111), (200), (220), (311) et (222), et très bonne conformité avec une structure cristalline NiO cubique à face centrée (CFC) (Carte JCPDS No: 78-0643; groupe spatial = Fm3/m). En plus, le diffractogramme n'affiche aucun autre pic correspondant à d'éventuelles impuretés [83-85].

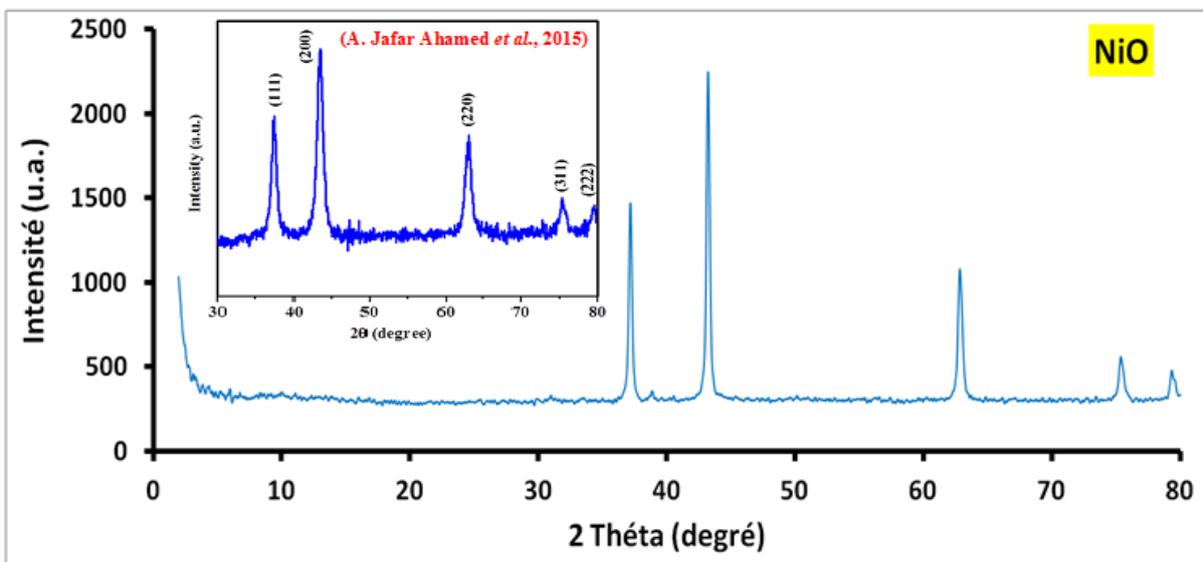


Figure-24: Diffractogramme DRX de NPs de NiO

c) Oxyde de cuivre CuO

La technique DRX a été utilisée pour déterminer et confirmer la structure cristalline des nanoparticules de l'oxyde de cuivre préparé par une méthode de synthèse verte. L'analyse par diffraction des rayons X a montré une série de pics de diffraction à 2θ de 32,61 ; 35,62 ; 38,83 ; 48,81 ; 53,57 ; 58,39 ; 61,61 et 66,31, qui ont été attribués aux plans (110), (111), (200), (-202) (020), (202), (-113) et (022) respectivement. Le spectre DRX confirme clairement la nature cristalline des NPs de CuO synthétisées à partir du blanc d'œuf. Les positions des pics présentaient la structure monoclinique de CuO (JCPDS 45-0397) et à l'exception de ces pics de CuO, aucun autre pic correspondant à Cu ou Cu₂O n'a été observé [86,87].

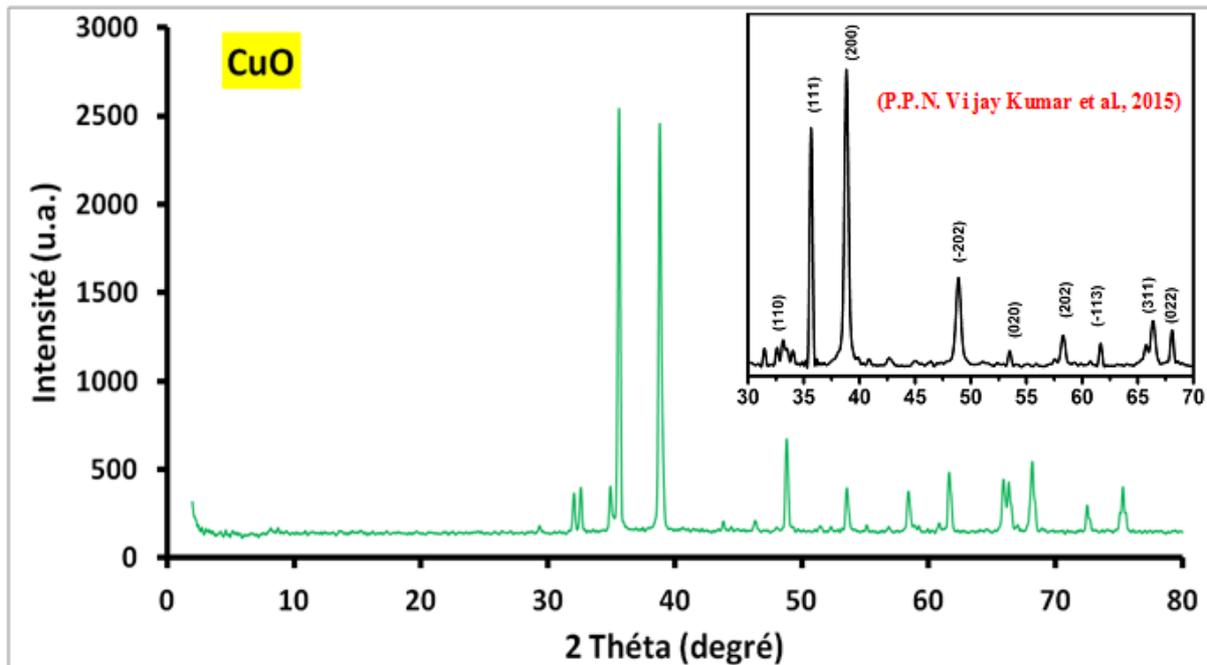


Figure-25: Diffractogramme DRX de NPs de CuO

d) Oxyde de strontium SrO

La structure cristalline et la pureté des nanopoudres de SrO élaborées ont été analysées par la technique de diffraction des rayons X sur poudre (XRD). La figure-26 présente le diffractogramme DRXP de la poudre calcinée à 600°C pendant 2 h. Les principales réflexions à $2\theta = 20.29^\circ$, 25.13° , 25.67° , 29.50° , 31.49° , 36.17° , 36.55° et 39.63° correspondent aux plans cristallins (110), (112), (202), (114), (213), (222), (310), and (312), respectivement (carte JCPDS no .01-076-1730, groupe d'espace P21/c) [88,89]. Une orientation préférentielle selon la direction de réflexion (202) confirme la nature polycristalline de l'échantillon calciné

[90]. Le diffractogramme montre que le matériau synthétisé n'est pas pure et d'autres phases comme celles du $\text{Sr}(\text{OH})_2$ et SrO_2 sont présentes [91].

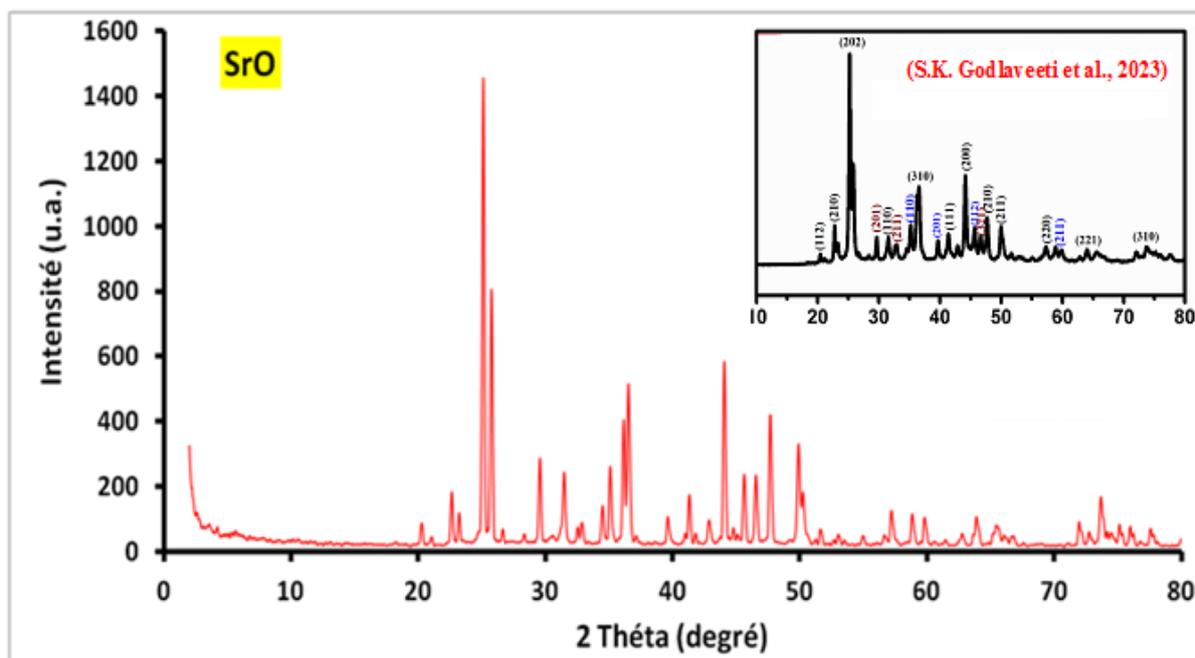


Figure-26: Diffractogramme DRX de NPs de SrO

e) Détermination de la taille moyenne des cristallites:

Les tailles moyennes des cristallites (D) des nanoparticules d'oxydes ZnO, NiO, CuO et SrO sont estimées à l'aide de l'équation de Debye Scherrer ($D=0,9\lambda/\beta\cos\theta$) [92], en mesurant l'élargissement à mi-hauteur (β) et le cosinus de l'angle de la ligne du pic le plus intense pour chaque diffractogramme. Les valeurs obtenues sont regroupées dans le tableau-8.

L'oxyde	ZnO	NiO	CuO	SrO
D (nm)	31,46	47,27	32,90	37,07

Tableau-8: Taille moyenne des cristallites des différents matériaux

III.1.2. Spectroscopie infrarouge

La spectroscopie IR a été réalisée pour identifier les groupes fonctionnels des échantillons préparés. La spectroscopie infrarouge (IR) pourrait fournir de nombreuses informations sur la structure moléculaire et la liaison chimique, ce qui permet la caractérisation et l'identification des espèces chimiques. Dans notre travail nous avons utilisé

un spectrophotomètre Infrarouge FTIR-8400 de type SGIMADZU, installé au niveau du Laboratoire de Génie Physique.

a) L'oxyde de nickel NiO

La figure-27, présente les résultats de l'analyse FTIR pour établir les groupes fonctionnels des NiO-NP synthétisés par l'utilisation du blanc d'œuf dans toute la région de 400 à 4 000 cm^{-1} . Des bandes principales ont été observées à 3450, 2362, 1556, 1413, 1030 et 445 cm^{-1} [93]. Les vibrations à 3450 et 1556 cm^{-1} peuvent être attribuées au mode de vibration (O–H) des molécules d'eau. Les bandes à 2362 et 1556 cm^{-1} sont associées respectivement aux vibrations d'étirement du CO_2 et du C=C [94]. Le pic figurant vers 1413 cm^{-1} représente la vibration d'étirement de N=O induite par une trace de nitrate. Le pic à 1030 cm^{-1} est associé à la vibration d'étirement de la liaison Ni–OH. [95] La large bande d'absorption comprise entre 420 et 500 cm^{-1} (vers 445 cm^{-1}) est attribuée aux d'étirement du Ni–O dans les NiO-NP [96,97].

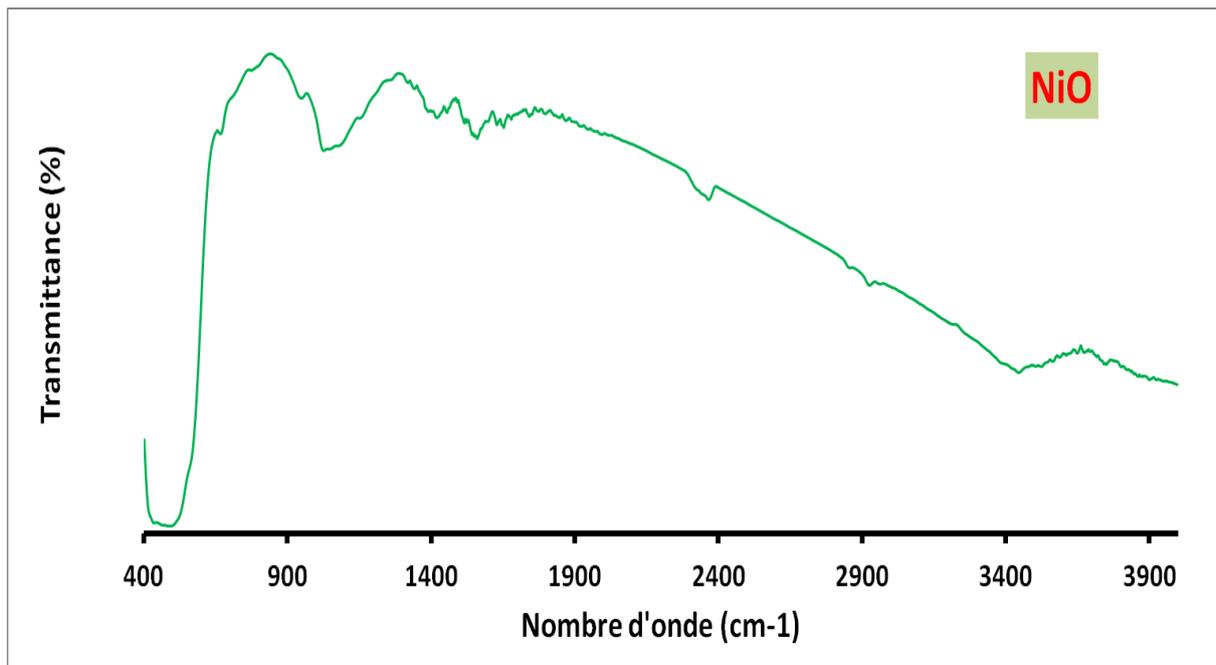


Figure-27: Spectre infrarouge des NPs de NiO

b) L'oxyde de zinc ZnO :

La présence de nanoparticules de ZnO a été confirmée par la bande à 460 cm^{-1} comme les montres la figure-28. Les autres pics observés sont attribués aux composants phytochimiques présents dans la solution du blanc d'œuf. La bande à 1100 cm^{-1} est attribuée

à l'étirement C-O des groupes carbonatés CO_3^{2-} [98]. Le pic à 1427 cm^{-1} correspond à la courbure O-H de l'acide carboxylique. [99]

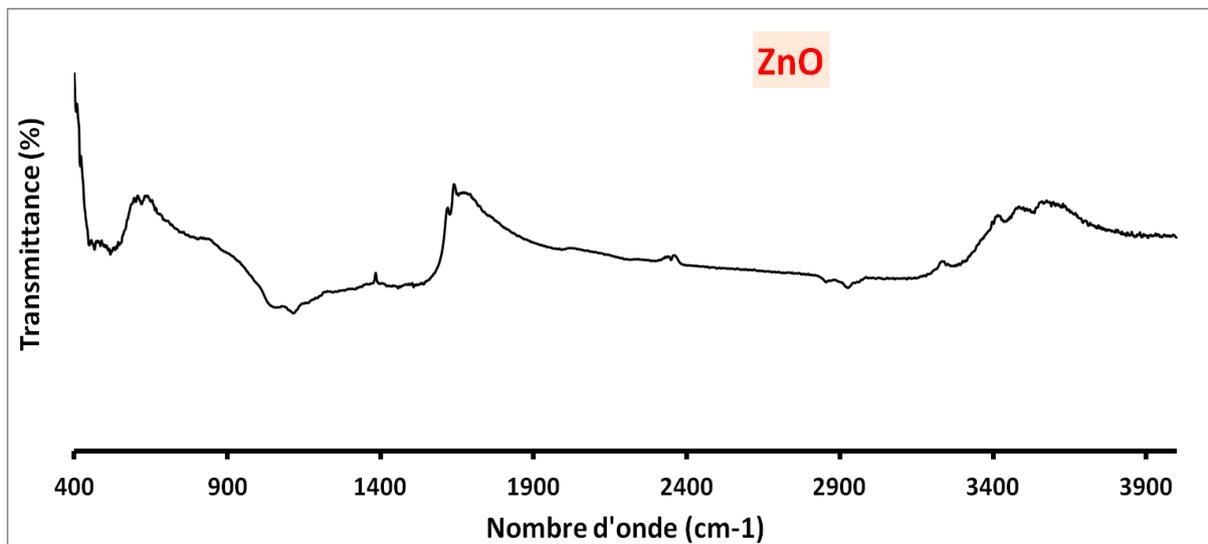


Figure-28: Spectre infrarouge de NPs de ZnO

c) L'oxyde de cuivre CuO :

Le spectre FTIR des nanoparticules d'oxyde de cuivre biosynthétisées est présenté à la figure-29. Les pics d'absorption à 3435 cm^{-1} et 1415 cm^{-1} correspondent à la vibration flexion HOH et au mode de d'étirement OH des molécules d'eau adsorbées, car les matériaux nanocristallins possèdent un rapport surface/volume élevé, ce qui facilite l'absorption de l'humidité dans le réseau. [100]. La bande d'absorption à 1043 cm^{-1} peut être attribuée à l'étirement C-O du phénol et des composés alcooliques. [101]. Une bande nette observée dans le spectre infrarouge aux basses fréquences entre 450 et 600 cm^{-1} correspond aux vibrations du Cu-O qui étaient conformes aux rapports antérieurs. [102].

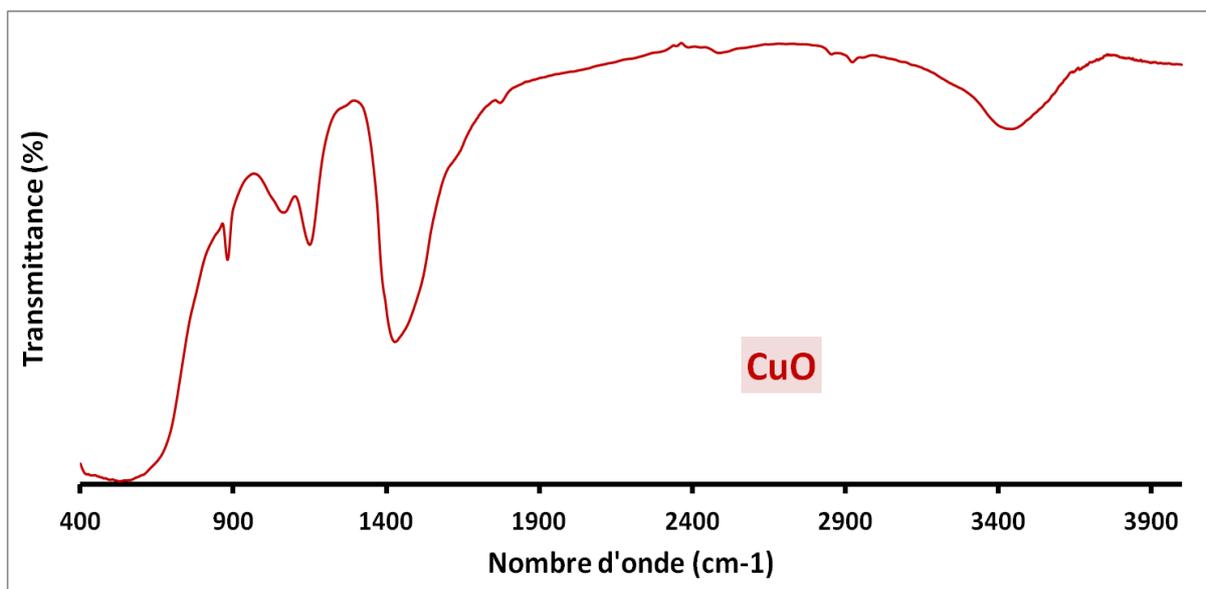


Figure-29: Spectre infrarouge de NPs de CuO

d) L'oxyde de strontium SrO

Le spectre IR présenté sur la figure, montre présence des pics à 3423, 2478, 1583, 1368, 1115, 867 et 619 cm^{-1} qui sont attribuent à la présence de O-H (étirement), $-\text{C}\equiv\text{C}-$ (étirement), $-\text{C}=\text{C}-$ (étirement), C-H (basculement), Sr-O-Sr (étirement), C-H et Sr=O (étirement). Les pics pragmatiques à 1115 et 619 cm^{-1} ont été notés pour l'arrangement de la liaison métal-oxyde (Sr=O) qui reconnaît la configuration du SrO NPs [103,104] , ce qui indique la formation des NPs de SrO.

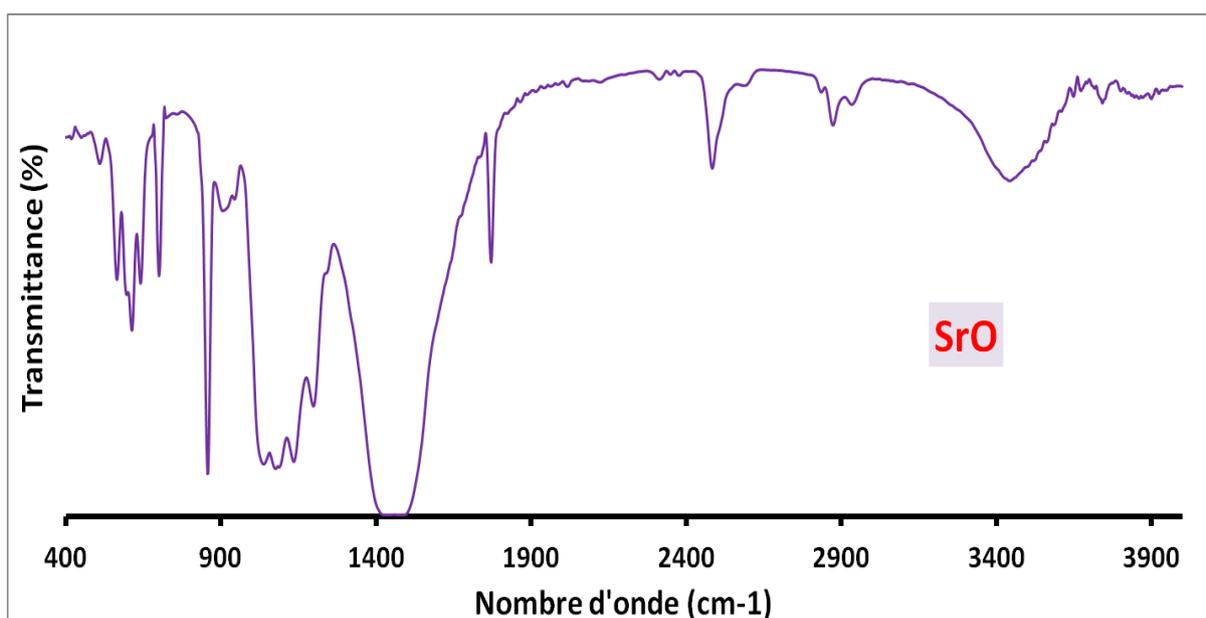


Figure-30: Spectre infrarouge de NPs de SrO

III.2. Evaluation de l'activité antibactérienne

L'évaluation de l'activité antibactérienne de diverses nanoparticules a été testé par la méthode de diffusion des puits selon le protocole décrit par le protocole de Magaldi et valgas [105,106] avec une petite modification 20ml de gélose Muller-Hinton a été versée dans des boîtes de Pétri et laissée se solidifier. 100µl des cultures bactériennes étaient réparties uniformément sur la surface de gélose et quatre puits de 8 mm de diamètre ont été réalisés dans chaque boîte de pétrie. 100 µL des solutions des nanoparticules (10 mg/ml) ont été ajoutés dans chaque puits ensuite laissées diffuser pendant 15 min à température ambiante De même un puits à été remplie avec 100µl de DMSO (témoin négatif) dans chaque boîte. Les plaques de gélose ont été incubées à 37°C pendant 24 h. le pouvoir antimicrobien est évalué en mesurant les zones d'inhibition de croissance en mm.

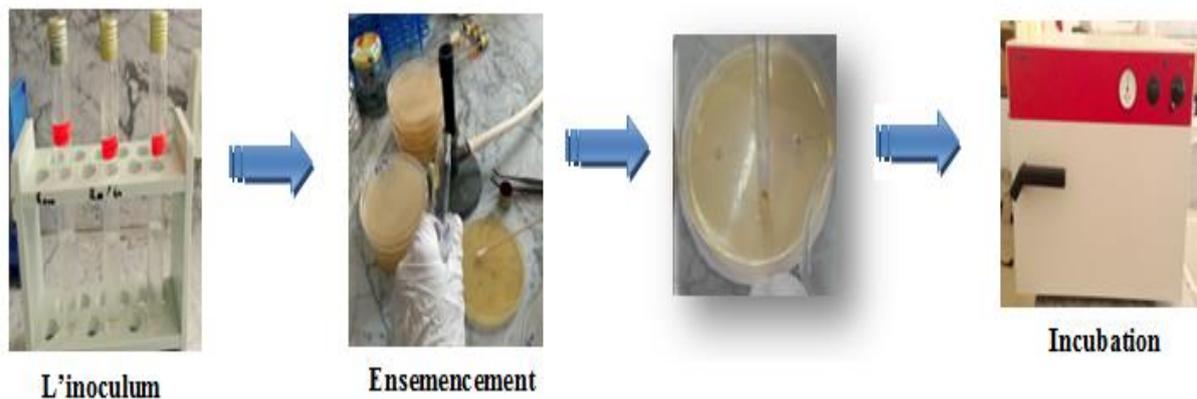


Figure-31: Protocole de l'activité antibactérienne

III.2.1. Interprétations des résultats

Les résultats de l'activité antibactérienne sont regroupés sur les figures ci-dessous

- Après incubation à 37°C pendant 24h, nous avons observées des zones d'inhibition autour des puits pour les deux souches testées.

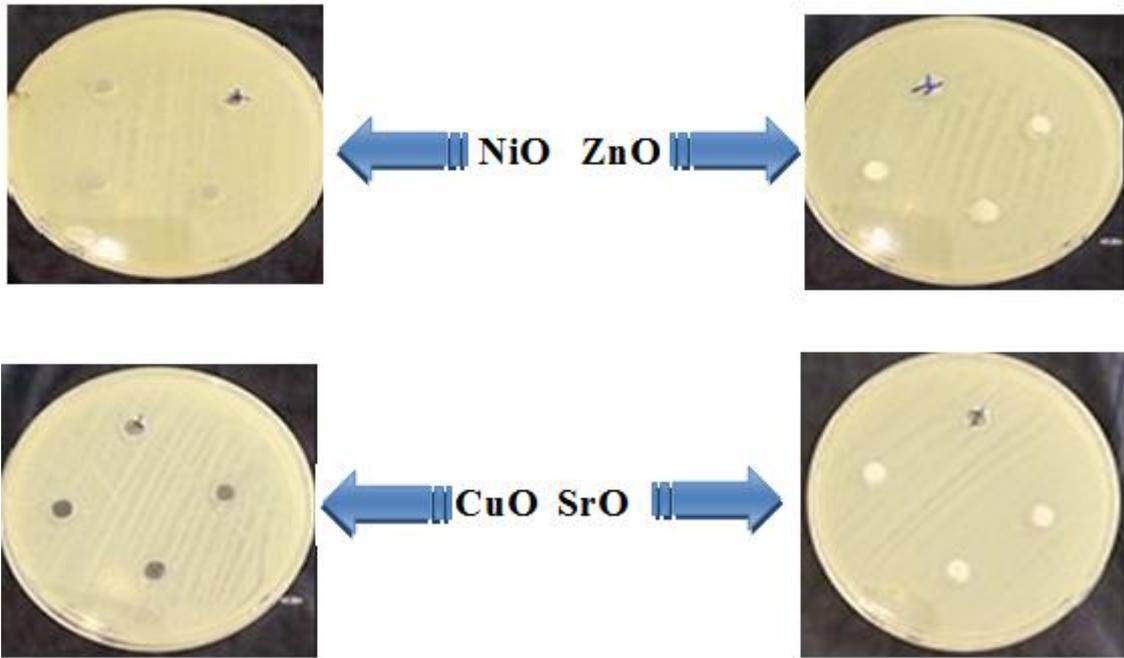


Figure-32: Activité antibactérienne des oxydes vis-à-vis *Staphylococcus aureus*

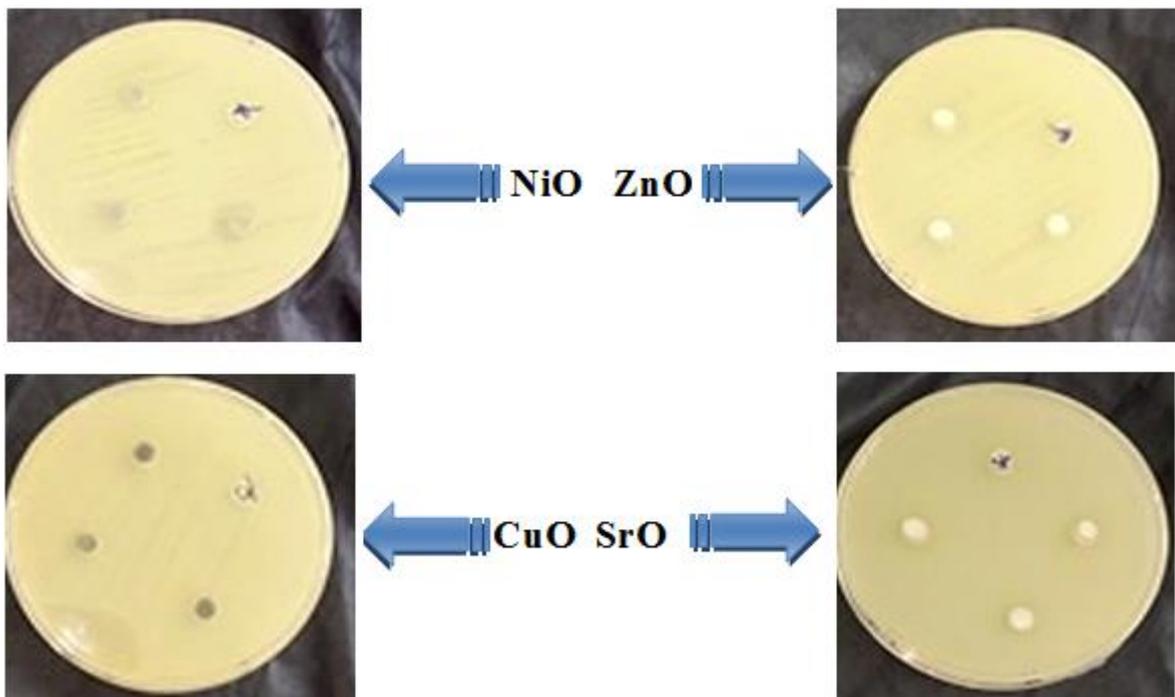


Figure-33: Activité antibactérienne des oxydes vis-à-vis *Pseudomonas aeruginosa*

- ✓ On constate que les nanoparticules n'exercent aucun effet positif sur la souche *Escherchia Coli*.
- ✓ Les nanoparticules synthétisés ont montré une activité antibactérienne significative contre les souches bactériennes pathogènes (*S. aureus* et *P aeruginosa*), comme le montrent les figure 32 et 33.

- ✓ Les tests d'activité antibactérienne ont permis de mettre en évidence la présence d'une activité significative de ces nanoparticules sur les différentes souches testées. Les zones d'inhibition et leurs diamètres sont présentés dans les tableaux et la figure ci-dessous.

Souches bactériennes	Témoin DMSO	NiO	ZnO	CuO	SrO
Pseudomonas aeruginosa	-	9,3±0,5 7	9,3±0,5 7	8,3±0,57	9,3±0,57
Staphylococcus aureus	-	9,3±0,5 7	9±0,57	10,6±0,5 7	9±1

Tableau-9: Diamètres des d'inhibition des nanoparticules

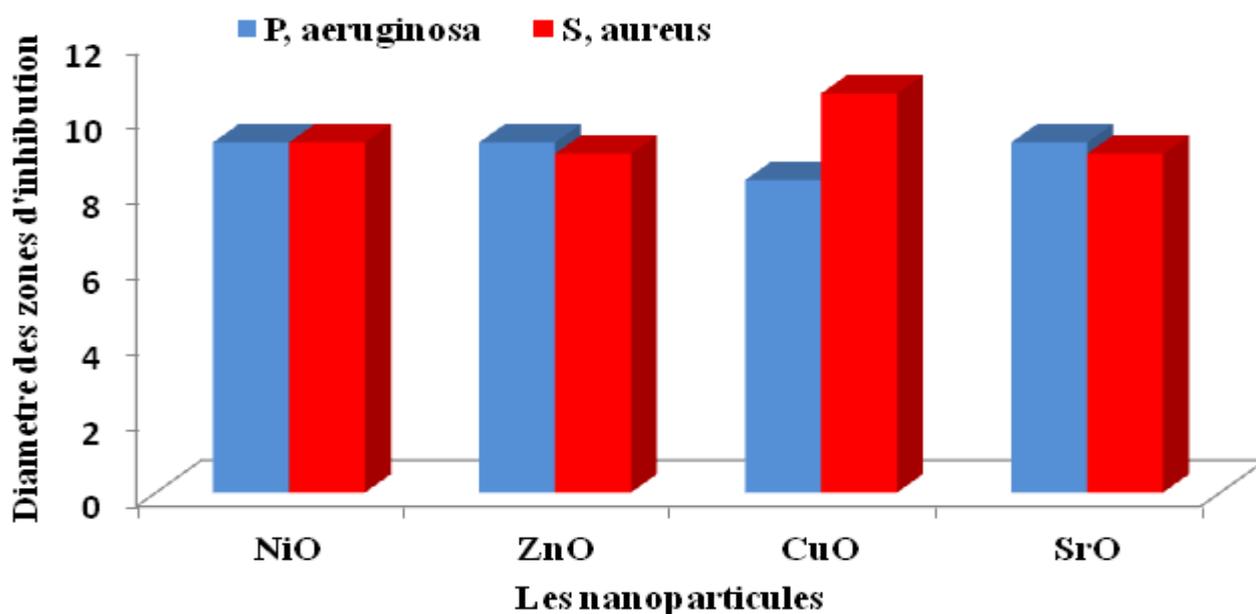


Figure-34: Histogramme de comparaison des zones d'inhibition des films

- ✓ L'examen d'histogramme obtenu révèle des zones d'inhibition similaire pour les nanoparticules synthétisée contre les deux souches avec des diamètres comprise entre 8 et 10mm.

On constate que la croissance de S. Aureus est plus facilement inhibée que celle de P. Aeruginosa. S. Aureus est une bactérie Gram-positive avec une teneur élevée en lipides dans

sa structure de paroi cellulaire, tandis que *P. Aeruginosa* est une bactérie Gram-négative qui a une teneur élevée en peptidoglycane dans sa structure de paroi cellulaire ; par conséquent, il est difficile d'inhiber la croissance *P. Aeruginosa* avec de telle efficacité.

IV. Conclusions

Les nanoparticules de ZnO, NiO, CuO et SrO ont été synthétisées de manière simple, respectueuse de l'environnement et à faible coût en utilisant le blanc d'œuf et les sels correspondants comme précurseurs.

Les matériaux synthétisés ont été caractérisés par diffraction des rayons X et spectroscopie infrarouge.

Les résultats de la diffraction des rayons X confirment la formation de phases cristallines avec une pureté acceptable et une taille nanométrique (D varie entre 31,46 nm et 47,27 nm), ce qui stipule que le traitement thermique proposé était plus ou moins suffisant.

Les résultats de l'analyse par infrarouge suggèrent que les acides aminés présents dans le blanc d'œuf sont responsables de la formation des oxydes à partir de son précurseur. L'interaction des groupements amines des acides aminés avec le sel métallique a réduit la valence du métal pour former des particules nanométriques d'hydroxydes métalliques.

Les tests de l'activité antibactérienne montrent que les nanoparticules synthétisés présentent une activité antibactérienne significative contre les souches bactériennes pathogènes (*S. Aureus* et *P. Aeruginosa*) et aucune activité sur la souche (*Escherchia Coli*).

Cette étude demeure incomplète à cause du manque de moyens de synthèse et de caractérisation. Mais cela ne diminue en aucun cas de la valeur des résultats obtenus qui seront sans doute exploités pour d'autres travaux dans l'avenir.

Références bibliographiques

- [1] K. Chamé and y Síntesis., Caracterización de Nanopartículas Magnéticas (Tesis de maestría). Centro de Investigaciones en Óptica, A. C., México. Páginas (2013)21.
- [2] N. Topnani, S. Kushwaha and T. Athar “Wet synthesis of copper oxide nanopowder”, *International Journal of Green Nanotechnology: Materials Science & Engineering*, 1(2010) M67-M73.
- [3] AK, Brys et al., “Nanotechnology-based strategies for combating toxicity and resistance in melanoma therapy”, *Biotechnology Advances*, 34(2016)565
- [4] J. Contreras, E. Rodriguez and J. Taha-Tijerina “Nanotechnology applications for electrical transformers—A review”, *Electric Power Systems Research*, 143: (2017) 573-584
- [5] D Emerich and GC Thanos “Nanotechnology and medicine”, *Expert Opinion on Biological Therapy*, 3(2003)655.
- [6] Y Tang et al., Transition metal oxide and chalcogenide-based nanomaterials for antibacterial activities: an overview. *Nanoscale*, 13(2021)6373.
- [7] P. V. Laxma Reddy, B. Kavitha, P. A. Kumar Reddy, and K. H. Kim, “TiO₂-based photocatalytic disinfection of microbes in aqueous media: A review,” *Environ. Res.*, vol. 154, pp. 296–303, 2017, doi: 10.1016/j.envres.2017.01.018.
- [8] Djurisic AB, Leung YH, Ng AM, Xu XY, Lee PK, N. Degger, et al. Toxicity of metal oxide nanoparticles: mechanisms, characterization, and avoiding experimental artefacts. *Small*.11(2015)26
- [9] SM. Dizaj, F. Lotfipour, M. Barzegar-Jalali, MH. Zarrintan, K. Adibkia. Antimicrobial activity of the metals and metal oxide nanoparticles. *Materials Science and Engineering*.; 44(2014)278
- [10] M. Horie et al. Association of the physical and chemical properties and the cytotoxicity of metal oxide nanoparticles: metal ion release, adsorption ability and specific surface area. *Metallomics: integrated biometal science*. 2012; 4(4):350–60
- [11] Hua M et al “Heavy metal removal from water wastewater by nanosized metal oxides”, *Journal of Hazardous materials*, 211- 212: (2012) 317-331

- [12] R. Zanella, Metodologías para la síntesis de nanopartículas: controlando forma y tamaño. *Mundo Nano*. Volumen 5 (1): 2012;Páginas 70-75.
- [13] Z. Gerçek, “Kimya’nın yeni rengi: yeşil kimya,” *Yükseköğretim ve Bilim Dergisi/Journal of Higher Education and Science*, c. 2, s. 1, ss. 50-53, 2012.
- [14] R. Mahendra, D. Nelson. *Metal Nanoparticles in Microbiology*, Editorial Springer Heidelberg Dordrecht London New York. 2011. Páginas 2-5.
- [15] Gürsel, İ., *Bilim ve Teknik Dergisi*, Nanobiyoteknolojide Yeni Ufuklar. (2006)12-14.
- [16] Tewari, D., 2021, Allied Market Research, Nanotechnology Market, Global Opportunity Analysis and Industry Forecast 2021-2030, 248, Report Code: A04928.
- [17] Jeevanandam, J., Barhoum, A., Chan, Y. S., Dufresne, A. ve Danquah, M. K. (2018). Review on nanoparticles and nanostructured materials: history, sources, toxicity and regulations. *Beilstein Journal of Nanotechnology*, 9(1): 1050-1074.
- [18] Y Küçükçobanoğlu and L Yildiz aktaş., Plants as a Nanocomposite Source and Field of Application. *Marmara Fen Bilimleri Dergisi*, 4(2018)429-436
- [19] Dolez, P. I. (2015). *Nanomaterials Definitions, Classifications, and Applications*. *Nanoengineering: Global Approaches to Health and Safety Issues* (1st ed.) (3-40). Elsevier.
- [20] Gleiter, H. (2000). *Nanostructured materials: basic concepts and microstructure*. *Acta Materialia*, 48(1): 1-29.
- [21] SSN Fernando et al., *Antimicrobial nanoparticles: applications and mechanisms of action* (2018).
- [22] C Ortega-Nieto., *Recent Advances on the Design and Applications of Antimicrobial Nanomaterials*. *Nanomaterials*, 13(2023)2406
- [23] J K Patra and K H Baek, *Green Nanobiotechnology: Factors Affecting Synthesis and Characterization Techniques*, *Journal of Nanomaterials* 2014(2014)12
- [24] Kharissova, O. V., Dias, H. R., Kharisov, B. I., Pérez, B. O., ve Pérez, V. M. J. (2013). The greener synthesis of nanoparticles. *Trends in Biotechnology*, 31(4): 240-248.

- [25] Ciambelli, P., La Guardia, G., Vitale, L., 2019, Nanotechnology for green materials and processes, catalysis, Green Chemistry and Sustainable Energy. DOI: 10.1016/B978-0-444-64337-7.00007-0.
- [26] Gul, K., Sohni, S., Waqar, M., Ahmad, N. A., Norulaini, N., Omar, A. K. M., , Functionalization of magnetic chitosan with graphene oxide for removal of cationic and anionic dyes from aqueous solution, Carbohydrate Polymers, 152 (2016)
- [27] Tuğçe Mutaf, Gülizar Çalışkan, Suphi Şurişvan Öncel and Murat Elibol., Green synthesis of metal nanoparticles by microalgae. Ege Journal of Fisheries and Aquatic Sciences, 40(2023)81-89
- [28] O. Sogut ve B. Çelebi, “Daha temiz analizler: yeşil kimya,” Düzce Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Dergisi, c. 8, s. 1, ss. 160-175, 2020.
- [29] WAhmadand A Rawat., New Frontiers in the Bio-inspired Green Synthesis of NiO NPs and Their Applications: An Overview. Nature Environment and Pollution Technology. 22(2023)1353
- [30] Hahn, L et al.,. Role of oxygen in the determination of oxideforming elements by electrothermal atomic absorption spectrometry. Part 1. Effect of oxygen on the reactions of thallium. Journal of Analytical Atomic Spectrometry, 8(1993)223-227
- [31] Khan, M., Tahir, M.N., Adil, S.F., Khan, H.U., Siddiqui, M.R.H., Al-warthan A.A., Tremel, W. 2015. Graphene based metal and metal oxide nanocomposites: synthesis, properties and their applications, Royal Society of Chemistry, 3: 18753-18808.
- [32] C Pushpalatha., Zinc Oxide Nanoparticles: A Review on Its Applications in Dentistry. Front. Bioeng. Biotechnol. 10(2022)917990.
- [33] S.K. Tripathia., Oxide Nanomaterials and their Applications as a Memristor. Solid State Phenomena. 222(2015)67-97
- [34] A N Ul Haq., Synthesis Approaches of Zinc Oxide Nanoparticles: The Dilemma of Ecotoxicity. Journal of Nanomaterials. 2017(2017).
- [35] J Wojnarowicz et al., A Review of Microwave Synthesis of Zinc Oxide Nanomaterials: Reactants, Process Parameters and Morphologies. Nanomaterials 2020, 10, 1086

- [36] K. Kusaba, Y. Syono and T. Kikegawa, Phase transition of ZnO under high pressure and temperature, Proceedings of the Japan Academy, Series B 75 (1999)1
- [37] F. Decremps, J. Zhang and R. C. Liebermann, New phase boundary and high-pressure thermoelasticity of ZnO, EPL (Europhysics Letters) 51(2000)268
- [38] Z. Xin-Yu, C. Zhou-Wen, Q. Yan-Peng, F. Yan, Z. Liang, Q. Li, M. Ming-Zhen, L. Ri-Ping and W. Wen-Kui, Ab Initio Comparative Study of Zincblende and Wurtzite ZnO, Chinese Physics Letters 24 (2007)1032
- [39] A. B. M. A. Ashrafi, A. Ueta, A. Avramescu, H. Kumano, I. Suemune, Y.-W. Ok and T.-Y. Seong, Growth and Characterization of Hypothetical Zinc-Blende ZnO Films on GaAs(001) Substrates with ZnS Buffer Layers, Applied Physics Letters 76(2000)550
- [40] S. L. King, J. G. E. Gardeniers and I. W. Boyd, Pulsed-laser deposited ZnO for device applications, Applied surface science 96 (1996)811
- [41] V N Kalpana et al., Biosynthesis of zinc oxide nanoparticles using culture filtrates of *Aspergillus niger*: Antimicrobial textiles and dye degradation studies. *OpenNano*. 3(2018)48
- [42] A C Mohana and B Renjanadevi., Preparation of Zinc Oxide Nanoparticles and its Characterization Using Scanning Electron Microscopy (SEM) and X-Ray Diffraction(XRD). *Procedia Technology*. 24(2016)761
- [43] S Raha and Md. Ahmaruzzaman., ZnO nanostructured materials and their potential applications: progress, challenges and perspectives. *Nanoscale Adv.*, 2022, 4,1868
- [44] Lide, D.R., 2000, Handbook of Chemistry and Physics. CRC Press: Florida
- [45] Hotovy, I., Huran ,J., Janik, J., and Kobzev, A.P., 1998, Deposition and properties of nickel oxide films produced by DC reactive magnetron sputtering. *Vacuum*, 51, 157-160.
- [46] Ando, M., Kobayashi, T., and Haruta, M., 1997, Combined effects of small gold particles on the optical gas sensing by transition metal oxide films
- [47] Toxicology and Carcinogenesis Studies of Nickel Oxide, 1996, U.S. Dept. of Health and Human Services, No 451.

- [48] S. Deya and N.S. Mehta., Oxidation of carbon monoxide over various nickel oxide catalysts in different conditions: A review. *Chemical Engineering Journal Advances* 1(2020)100008
- [49] K Kannan et al., Nanostructured metal oxides and its hybrids for photocatalytic and biomedical applications. *Advances in Colloid and Interface Science* 281 (2020) 102178
- [50] Santhoshkumar A, Kavitha Helen P, Suresh R. *J Adv Chem Sci* 2016;2(2):230–2.
- [51] D.P. Dubal, P. Gómez-Romero, B. Sankapal, R. Holze, Nickel cobaltite as an emerging material for supercapacitors: an overview, *Nano Energy* 11 (2014) 1–23.
- [52] W. Ahmad et al., A review on current trends in the green synthesis of nickel oxide nanoparticles, characterizations, and their applications, *Environ. Nanotechnol. Monit. Manag.* 18(2022)100674.
- [53] K Harika et al., Experimental Determination and Comparison of Heat Transfer Coefficient and Pressure Drop for Water and Copper Oxide Nano Fluid in Shell and Tube Heat Exchangers using Helical Baffles. *Inter. J Current Eng Tech*, 7(2017) 851
- [54] S T. Shakir and H Al-Tameemi ., Study the Effect of Copper Oxide Nanoparticles on Reduce Crude oil. *al-qadisiyah Journal for Engineering Sciences* 12 (2019) 167–171
- [55] S Aroussi et al., Characterization of Some Physical and Photocatalytic Properties of CuO Nanofilms Synthesized by a Gentle Chemical Technique. *Condens. Matter* 2022, 7, 37
- [56] Dhanasekaran, V.; Mahalingam, T.; Ganesan, V. SEM and AFM studies of dip-coated CuO nanofilms. *Microsc. Res. Tech.* 2013, 76,58–65
- [57] Fan, H.; Yang, L.; Hua, W.; Wu, X.; Wu, Z.; Xie, S.; Zou, B. Controlled synthesis of monodispersed CuO nanocrystals. *Nanotechnology* 2004, 15, 37–42
- [58] Marabelli, F.; Parravicini, G.B.; Salghetti-Drioli, F. Optical gap of CuO. *Phys. Rev. B* 1995, 52, 1433–1436
- [59] T Jayaramudu, and V Kokkarachedu., (2024). CuO Nanoparticles for Antimicrobial/Antiviral Applications. In: Kokkarachedu, V., Sadiku, R. (eds) *Nanoparticles in Modern Antimicrobial and Antiviral Applications. Nanotechnology in the Life Sciences.* Springer, Cham.

- [60] S Bonthula et al., Recent Advances in Copper-Based Materials for Environmental Remediation. *Environmental and Earth Sciences*.(2023)
- [61] D.R. Taikar, C.P. Joshi and S.V. Moharil., SrO:U⁶⁺ green light emitting phosphor. *J. Luminescence*. 153(2014)304-306
- [62] L.S. Manjunath et al., Strontium oxide–Barium oxide–Aluminium oxide ternary nanocomposite: Photoluminescence and electrochemical analysis for display and supercapacitor applications. *Materials Science & Engineering B*. 305(2024)117378.
- [63] S M. Abukattab et al., Fabrication and characterization of a novel strontium oxide-polythiophene core–shell nanocomposite for in-vitro electrochemical detection of antiplatelet cilostazol drug in formulation and human plasma. *Microchemical Journal*. 197(2024)109877
- [64] Morones, J. R. Elechiguerra, J. L., Camacho, A., Holt, K., Kouri, J.B., Ramirez, J. T., ve Yacaman, M. J. (2005). The Bacteriosidal Effect of Silver Nanoparticles, *Nanotechnology*, 16, 2346-2353
- [65] Virella G. (1997). *Mikrobiyoloji ve İnfeksiyon Hastalıkları*, Serter, D. (Çeviri Sürümü) Nobel Tıp kitapları, İstanbul ,46.
- [66] D. Ciumac, H. Gong, X. Hu and J. R. Lu, *J. Colloid Interface Sci.*, 2019, 537, 163–185
- [67] Y. Tang, Z. Qin, S. Yin and H. Sun., *Nanoscale*, 2021, 13, 6373
- [68] H. Kotrange et al., Metal and Metal Oxide Nanoparticle as a Novel Antibiotic Carrier for the Direct Delivery of Antibiotics. *Int. J. Mol. Sci.*, 22(2021)596.
- [69] Ijaz, M., Zafar, M., Islam, A. *et al.* A Review on Antibacterial Properties of Biologically Synthesized Zinc Oxide Nanostructures. *J Inorg Organomet Polym* 30(2020)2815
- [70] Gün İ., Ekinci F.Y., *Biyofimler: Yüzeyledeki Mikrobiyal Yaşam*, GIDA, 34(2009)165-173
- [71] N. Srividya et al., Antimicrobial nanotechnology: research implications and prospects in food safety. *Food preservation*. Chapter 4 (2017)
- [72] N. Fatima et al., Recent developments for antimicrobial applications of graphene-based polymeric composites: A review. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. 100(2021)40

- [73] Warren, B.E., (1990), X-Ray Diffraction, Dover Publications, New York.
- [74] R. Guinebretière.. X-Ray Diffraction by Polycrystalline Materials, Wiley. (2013)
- [75] He, B.B., (2009), Two-dimensional X-Ray Diffraction, John Wiley & Sons, Hoboken.
- [76] A. BEKKOUCHE, Mémoire de master, Synthèse, Caractérisation et Propriétés Photocatalytique de quelques Oxydes Mixtes de type Pérovskite, Université de Jijel (2022)..
- [77] F. A. Settle. (1997). Handbook of Instrumental Techniques for Analytical Chemistry, Prentice Hall PTR.
- [78] Zahra Sabouri et al., Egg white-mediated green synthesis of NiO nanoparticles and study of their cytotoxicity and photocatalytic activity. Polyhedron 178 (2020)114351
- [79] L. Gachkaret al., Chemical and biological characteristics of Cuminumcuminum and Rosmarinus officinalis essential oils. Food Chemistry 102 (2007)898.
- [80] P BothiRaja et al., Characterization of nanomaterial used in nanobioremediation. Nano-Bioremediation : Fundamentals and Applications, Micro and Nano Technologies. (2022)57
- [81] Fuzhi Li *et al.*, A simple and efficient voltammetric sensor for dopamine determination based on ZnO nanorods/electro-reduced graphene oxide composite . Surfaces and Interfaces. 26(2021)101375.
- [82] N. Funda AK Azem and Işıl Birlik., Sol-jel Yöntemi ile Hazırlanmış ZnO Nanopartiküllerin Optimizasyonu. J. Sci. Eng. 20(2018)121
- [83] A. Jafar Ahamed *et al.*, Wet chemical synthesis and characterization of NiO nanoparticles. Int. J. Nano. Corr. Sci. Engg. 2(5) (2015) 31-38
- [84] Suresh Sagadevan., Investigations on structural, optical, morphological and electrical properties of nickel oxide nanoparticles. Int. J. Nanoparticles. 8(2015)289
- [85] R Nayak *et al.*, Enhanced performance of graphite/NiO ink-based flexible thermoelectric generators via compositional gradient and annealing of NiO nanoparticles. J Mater Sci 58(2023)4901.
- [86] P.P.N.V Kumar *et al.*, Green Synthesis of Copper Oxide Nanoparticles Using *Aloe vera* Leaf Extract and Its Antibacterial Activity Against Fish Bacterial Pathogens. BioNanoSci. 5(2015)135.

- [87] N. P. S. Acharyulu et al., Green Synthesis of CuO Nanoparticles using Phyllanthus Amarus Leaf Extract and their Antibacterial Activity Against Multidrug Resistance Bacteria. IJERT. 3(2014)639
- [88] S. Deepthi et al., Sivashanmugam, R. Jayakumar, J. Mater. Chem. 4(2016)4092
- [89] V. Senthilkumar *et al.*, A Review on Strontium Oxide Nanoparticles. WNOFNS. 50(2023)147
- [90] K.B. Kusuma et al., Synthesis of strontium oxide nanoparticles by probe sonication method: Its photocatalytic activity and electrochemical sensor studies. Sensors International 4(2023)100231.
- [91] S.K. Godlaveeti et al., Efficient electrochemical performance of the RGO/SrO nanorods prepared by the hydrothermal method. Appl. Phys. A 129(2023)303.
- [92] Scherrer, P.; Nachr. Ges. Wiss. Goettingen, Math.-Phys. Kl. 1918, 2, 98.
- [93] Z. Sabouri et al., Plant-based synthesis of NiO nanoparticles using salvia macrosiphon Boiss extract and examination of their water treatment. Rare Met. 39(2020)1134
- [94] Patel KN, Deshpande M, Chauhan K, Rajput P, Gujarati VP, Pandya S, Sathe V, Chaki SH. Effect of Mn doping concentration on structural, vibrational and magnetic properties of NiO nanoparticles. Adv Powder Technol. 2018;29(10):2394.
- [95] R Kumar et al., Preparation and characterization of MgO nanoparticles by co-precipitation method. Int J Eng Appl Manag Sci Paradig 07(2013)66
- [96] P Vishnukumar et al., Synthesis and characterization of NiO/Ni₃V₂O₈ nanocomposite for supercapacitor applications. Mater Lett. 219(2018)114.
- [97] M Gondalet al., Synthesis of nickel oxide nanoparticles using pulsed laser ablation in liquids and their optical characterization. Appl Surf Sci.258(2012)6982
- [98] R.L. Frost, D.L. Wain, W.N. Martens, B. Jagannadha Reddy, The molecular structure of selected minerals of the rosasite group - An XRD, SEM and infrared spectroscopic study. Polyhedron 26, 275–283 (2007).

- [99] G A Kaningini et al., Green synthesis and characterization of zinc oxide nanoparticles using bush tea (*Athrixia phylicoides* DC) natural extract: assessment of the synthesis process. *F1000Research.*, 10(2022)1077.
- [100] Rao, C.N.R., *Chemical Applications of Infrared and Raman Spectroscopy*, 1st Edn., Academic Press, New York and London. 48 (1963) 683.
- [101] A Varughese et al. Green Synthesis and Characterization of Copper Oxide Nanoparticles Using *Psidium guajava* Leaf Extract. *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering.* 961(2020)012011.
- [102] P Kumari et al., Mechanistic insight to ROS and apoptosis regulated cytotoxicity inferred by green synthesized CuO nanoparticles from *Calotropis gigantea* to embryonic zebrafish. *Sci Rep.* 7(2017)16284.
- [103] M M. Rahman et al., A novel approach towards hydrazine sensor development using SrO/CNT nanocomposites. : *RSC Adv.* 6(2016)65338
- [104] F G-Correa and J B-Martinez Combustion synthesis process for the rapid preparation of high-purity SrO powders. *Mater Sci Pol* 32(2014)682,
- [105] S. Magaldi, S. Mata-Essayag, C. Hartung de Capriles, et al., Well diffusion for antifungal susceptibility testing, *Int. J. Infect. Dis.* 8(2004) 39–45
- [106] C. Valgas, S.M. DeSouza, E.F.A. Smânia, et al., Screening method to determine antibacterial activity of natural products, *Braz. J. Microbiol.* 38 (2007) 369–380

Résumé

Les domaines d'utilisation des nanomatériaux de différentes nature, morphologie et composition sont assez fréquents. Ces matériaux peuvent être obtenus par différentes méthodes de synthèse. Dans ce travail de mémoire de fin d'étude, des nanoparticules d'oxyde de zinc, d'oxyde de nickel, d'oxyde de cuivre et d'oxyde de strontium ont été obtenus par voie verte en utilisant le blanc d'œuf. Les nanoparticules obtenus à la suite de la synthèse ont été caractérisés par diffraction des rayons X et spectroscopie infrarouge. Une évaluation de leur activité antibactérienne a été réalisée sur trois souches bactériennes (*Escherchia Coli*, *Pseudomonas aeruginosa* et *Staphylococcus aureus*). Les résultats obtenus confirment d'une part la formation de structures cristallines pures et bonne activité antibactérienne d'autre part.

Mots clés: ZnO, NiO, CuO, SrO, Blanc d'œuf, Activité antibactérienne.

Abstract

The areas of use of nanomaterials of different nature, morphology and composition are quite common. These materials can be obtained by different synthesis methods. In this end-of-study dissertation work, nanoparticles of zinc oxide, nickel oxide, copper oxide and strontium oxide were obtained by the green route using egg white. The nanoparticles obtained following the synthesis were characterized by X-ray diffraction and infrared spectroscopy. An evaluation of their antibacterial activity was carried out on three bacterial strains (*Escherchia Coli*, *Pseudomonas aeruginosa* and *Staphylococcus aureus*). The results obtained confirm on the one hand the formation of pure crystalline structures and good antibacterial activity on the other hand.

Keywords: ZnO, NiO, CuO, SrO, Egg white, Antibacterial activity.

ملخص:

المجالات التي تستخدم فيها المواد النانوية ذات الطبيعة، الشكل والتكوين المختلف شائعة للغاية. يمكن الحصول على هذه المواد بطرق مختلفة من التركيب. في هذا العمل المخصص لمذكرة نهاية الدراسة، تم الحصول على جزيئات نانوية من أكسيد الزنك، أكسيد النيكل، أكسيد النحاس وأكسيد السترونشيوم بواسطة طريقة خضراء باستخدام بياض البيض. تمت دراسة الجزيئات النانوية المحصل عليها بعد التركيب بواسطة حيود الأشعة السينية والتحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء. تم تقييم نشاطها المضاد للبكتيريا على ثلاثة سلالات بكتيرية (الإشريكية القولونية، الزانفة الزنجارية والمكورات العنقودية الذهبية). النتائج التي تم الحصول عليها تؤكد من جهة تكوين هياكل بلورية نقية ومن جهة أخرى النشاط المضاد للبكتيريا الجيد.

الكلمات المفتاحية: ZnO، NiO، CuO، SrO، بياض البيض، النشاط المضاد للبكتيريا.