

République Algérienne Démocratique et Populaire
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE

Université de Constantine 3 - Salah Bounider

Faculté de Médecine

Département de Pharmacie



Mémoire de fin d'études En vue de l'obtention du diplôme
De Docteur En Pharmacie



Thème :

**Nanoparticules de l'oxyde de zinc : Synthèse
verte, caractérisation et évaluation de l'activité
antibactérienne**

Réalisé et présenté par :

- ✓ CHORFI Manar
- ✓ BOUSBA Oumaima
- ✓ GRIB Manar
- ✓ BOUAROUA Imane

Encadré par:

Dr. HACHOUF Abdeldjalil

Membres de jury :

Dr TEHAMI Soumia Maitre de conférences B en toxicologie

Dr MECHERI Imane Maitre assistante en toxicologie

Année Universitaire :2023-2024

Table des matières

<i>LISTE DES FIGURES</i>	xii
<i>LISTE DES TABLEAUX</i>	xvi
<i>LISTE DES ABREVIATIONS</i>	xvii
<i>LISTE DES ANNEXES</i>	xx
<i>Introduction</i>	1
PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE	3
Chapitre I : Généralités sur les nanoparticules	4
I.1 Historique	4
I.2 Définition	8
I.3 Classification des nanoparticules	9
I.3.1 Classification de nanoparticules en fonction de leurs sources	9
I.3.1.1 Naturelle	9
I.3.1.2 Anthropogénique	9
I.3.2 Classification de nanoparticules en fonction de leur dimensionalité, morphologie, composition, uniformité et agglomération	10
I.3.2.1 Une classification en fonction des dimensions des nanoparticules en quatre familles selon leurs formes d'utilisation	10
I.3.2.2 Morphologie des nanoparticules	11
I.3.2.3 Composition des nanoparticules	11
I.3.2.4 Uniformité et agglomération des nanoparticules	11
I.3.3 Classification des nanoparticules en fonction de leur composition chimique	12
I.3.3.1 Nanoparticules organiques	12
I.3.3.2 Nanoparticules inorganiques	12
I.3.3.2.1 À base de métal	13
I.3.3.2.2 À base d'oxydes métalliques	13

I.3.3.3 Nanoparticules à base de carbone	13
I.4 Synthèse de nanoparticules	14
I.4.1 Méthode top-down "descendante"	15
I.4.1.1 Le fraisage mécanique	15
I.4.1.2 La nanolithographie.....	15
I.4.1.3 Ablation par laser	16
I.4.1.4 La pulvérisation (sputtering)	16
I.4.1.5 La décomposition thermique	16
I.4.2 Méthode bottom-up "ascendante"	17
I.4.2.1 Sol-gel.....	17
I.4.2.2 Spinning	17
I.4.2.3 Le dépôt chimique en phase vapeur (CVD).....	18
I.4.2.4 La pyrolyse	18
I.4.2.5 La biosynthèse	18
Chapitre II : Les NPs de l'oxyde de zinc	20
II.1 Etat naturel.....	20
II.2 Propriétés physiques.....	21
II.2.1 Structure électronique	21
II.2.2 Propriétés cristallographiques	22
II.2.3 Propriétés optiques.....	22
II.3 Propriétés chimique et catalytiques	23
II.3.1 Propriétés chimiques	23
II.3.2 Propriétés catalytiques.....	23
II.4 ACTIVITES BIOMEDICALES	23
II.4.1 Activité antibactérienne	24
II.4.2 Activité antifongique	25
II.4.3 Activité antidiabétique	25

II.4.4	Activité anticancéreuse	25
II.4.5	Autres activités	26
II.5	La toxicité des NP de ZnO.....	27
II.5.1	Les facteurs influençant la toxicité des nanoparticules de ZnO	27
II.5.1.1	La Taille	27
II.5.1.2	Morphologie	27
II.5.1.3	Chimie des surfaces	27
II.5.1.4	Voie d'exposition	27
II.5.1.5	Effet de la concentration	28
II.5.1.6	Autres facteurs	28
II.5.2	Les effets indésirables des nanoparticules de ZnO	29
Chapitre III	: Synthèse verte des NPs de ZnO.....	31
III.1	Histoire et définition	31
III.2	Mécanisme de synthèse verte des nanoparticules par les extraits des plantes	32
III.2.1	L' étape primaire	33
III.2.2	La phase de croissance	34
III.2.3	L' étape finale	35
III.3	Avantages et inconvénients de l'utilisation de la chimie verte	36
<i>PARTIE PRATIQUE</i>	38
Chapitre I	: Synthèse et caractérisation des NPs de ZnO.....	40
I.1	Matériels et Méthodes	40
I.1.1	Matériels	40
I.1.1.1	Matériel végétale	40
	DESCRIPTION GENERALE DU LA MENTHE (<i>Mentha piperita</i> L.).....	40
	DESCRIPTION GENERALE DU PALMIER DATTIER (<i>Phoenix</i>	
	<i>Dactylifera</i>) :.....	41
I.1.1.2	Equipements	42

I.1.1.3 Réactifs	43
I.1.2 Méthodes	44
I.1.2.1 Synthèse verte de nanoparticules de ZnO à l'aide d'extrait de feuille de Phoenix Dactylifera.L	44
Préparation de L'extraits aqueux :.....	44
La Synthèse :	46
I.1.2.2 Synthèse verte de nanoparticules de ZnO à l'aide d'extrait de feuilles de Mentha Piperita	48
Préparation de L'extraits aqueux :.....	48
La synthèse :	50
I.1.2.3 Caractérisation des NPs d'oxyde de Zinc	51
I.1.2.3.1 Caractérisations optiques	51
<i>Spectromètre d'absorption UV-visible</i> :	51
<i>Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier</i> :	52
I.2-Résultats	54
I.2.1 Résultats de la synthèse	54
I.2.2 -Caractérisation des NPs d'oxyde de Zinc	55
I.2.2.1 Caractérisations optiques	55
I.2.2.1.1 <i>Spectromètre d'absorption UV-visible</i>	55
I.2.2.1.2 <i>Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier</i>	58
I.3 Discussion	64
Spectre UV-visible	64
Spectre IR	65
Chapitre II : L'activité antimicrobienne des NPs de ZnO	67
II.1 Matériels	67
II.1.1 Matériel biologique	67
II.1.1.1 Souches bactériennes	67
II.1.2 Matériel chimique	68

II.1.3 Réactifs	68
II.1.4 Equipements	68
II.2 Méthodes	68
II.2.1 Préparation des solutions de nanoparticules d'oxyde de zinc	68
II.2.2 Préparation de milieu de culture	69
II.2.3 Préparation de l'inoculum bactérien	70
II.2.4 Dépôt des spots bactériens	70
II.2.5 Incubation	71
II.3 Résultats	71
II.3.1 Résultats des NPs de ZnO synthétisées à partir de menthe poivrée (<i>Mentha piperita</i>)	72
II.3.1.1 Suspension de NPs de ZnO d'une concentration de 600 µg/ml	72
II.3.1.2 Suspension de NPs de ZnO d'une concentration de 1200 µg/ml	72
II.3.2 Résultats des NPs de ZnO synthétisées à partir de palmier dattier (<i>Phoenix dactylifera</i> L)	73
II.3.2.1 Suspension de NPs de ZnO d'une concentration de 600 µg/ml	73
II.3.2.2 Suspension de NPs de ZnO d'une concentration de 1200 µg/ml	73
II.4 Discussion	74
<i>Bibliographie</i>	81
<i>Annexes</i>	90

Résumé

TITRE : Nanoparticules de l'oxyde de zinc : Synthèse verte, caractérisation et évaluation de l'activité antibactérienne.

MOT(S) CLE(S) : Nanoparticules d'oxyde de zinc, synthèse verte, Mentha Piperita, Phoenix Dactylifera, caractérisation, activité antibactérienne Escherichia coli, Staphylococcus aureus, Pseudomonas aeruginosa.

Introduction :

Les nanoparticules d'oxyde de zinc, grâce à leurs propriétés remarquables, sont devenues un sujet de recherche scientifique important dans divers domaines .

L'objectif de ce travail est la synthèse verte de nanoparticules d'oxyde de zinc par un procédé de chimie verte, leur caractérisation par FTIR et UV-VIS puis évaluation de leur activité antibactérienne sur les souches : Escherichia coli (O157 :H7), Staphylococcus aureus (ATCC 25923) et Pseudomonas aeruginosa (PA01).

Matériels et méthodes :

Extraction liquide à partir de la poudre des feuilles de Mentha Piperita et de Phoenix Dactylifera broyées, suivie de l'ajout d'acétate de zinc comme précurseur. Un traitement thermique à basse température est appliqué aux deux solutions, avec une calcination supplémentaire uniquement pour la poudre de Phoenix Dactylifera. Deux méthodes de caractérisation spectroscopique sont utilisées : la spectroscopie infrarouge (FTIR) et la spectroscopie UV-visible. L'évaluation de l'activité antibactérienne est réalisée par dilution en gélose.

Résultats:

Deux poudres d'aspects différents ont été obtenues : une poudre présente une couleur plus terne et hétérogène pour M.P et une poudre blanche plus uniforme et brillante pour P.D. Dans les deux cas, un pic autour de 230 nm dans les spectres UV-Vis indique la présence de ZnO NPs. En FTIR, un pic aux alentours de 870 cm^{-1} est observé pour P.D, correspondant à la vibration Zn-O, tandis qu'un pic autour de 690 cm^{-1} apparaît pour M.P, en raison de la présence d'impuretés dues à un manque de calcination.

Effet manqué des poudres nanoparticulaires produites par la M.P sur les trois souches (Escherichia coli, Staphylococcus aureus et Pseudomonas aeruginosa) pour les concentrations choisies. Efficacité de son analogue des poudres produites par le P.D contre les deux souches : Escherichia coli et Staphylococcus aureus avec CMI égale à $1200\text{ }\mu\text{g/ml}$ mais effet manqué sur Pseudomonas aeruginosa.

Conclusion :

La synthèse verte est une méthode efficace pour l'élaboration des nanoparticules d'oxyde de zinc. Ces dernières ont prouvé une efficacité antimicrobienne considérable.

ABSTRACT

TITLE: Zinc Oxide Nanoparticles: Green Synthesis, Characterization, and Evaluation of antibacterial activity

KEYWORDS: Zinc oxide nanoparticles, green synthesis, Mentha Piperita, Phoenix Dactylifera, characterization, antibacterial activity, Escherichia coli, Staphylococcus aureus, Pseudomonas aeruginosa.

Introduction:

Zinc oxide nanoparticles (ZnO NPs) have become a significant topic of scientific research in various fields due to their remarkable properties. The objective of this work is the green synthesis of ZnO NPs by a green chemistry process, their characterization by FTIR and UV-VIS, and then evaluation of their antibacterial activity against the strains: Escherichia coli (O157: H7), Staphylococcus aureus (ATCC 25923) and Pseudomonas aeruginosa (PA01).

Materials and Methods:

Liquid extraction from the powder of Mentha Piperita and Phoenix Dactylifera leaves is followed by the addition of zinc acetate as a precursor. Low-temperature heat treatment is applied to both solutions, with calcination only for the Phoenix Dactylifera powder. Two spectroscopic characterization methods are used: FTIR and UV-visible spectroscopy. The evaluation of antibacterial activity is carried out by agar dilution.

Results :

Two powders with different appearances were obtained: one powder exhibits a duller and heterogeneous color for M.P, and a more uniform and shiny white powder for P.D. In both cases, a peak around 230 nm in the UV-Vis spectra indicates the presence of ZnO nanoparticles. In FTIR, a peak around 870 cm^{-1} is observed for P.D, corresponding to the Zn-O vibration, while a peak around 690 cm^{-1} appears for M.P, due to the presence of impurities resulting from insufficient calcination.

The nanoparticulate powders produced by M.P had a missed effect on the three strains (Escherichia coli, Staphylococcus aureus, and Pseudomonas aeruginosa) at the selected concentrations. The powders produced by P.D showed similar efficacy against two strains, Escherichia coli and Staphylococcus aureus, with an MIC of 1200 $\mu\text{g}/\text{ml}$, but did not affect Pseudomonas aeruginosa.

Conclusion:

Green synthesis is an effective method for the preparation of zinc oxide nanoparticles. These nanoparticles have demonstrated considerable antimicrobial efficacy.

ملخص

العنوان: نانوجزيئات أكسيد الزنك: تصنيعها الأخضر، فحصها الطيفي ونشاطها ضد البكتيريا

الكلمات المفتاحية: جزيئات النانو أكسيد الزنك، التصنيع الأخضر، النعناع الفلفلي، نخيل التمر، التحليل، النشاط المضاد للميكروبات، الإشريكية القولونية، مكورة عنقودية ذهبية، الزائفة الزنجارية.

مقدمة

أصبحت جزيئات نانو أكسيد الزنك موضوعا مهما للبحث العلمي في مختلف المجالات نظرا لخصائصها العديدة. الهدف من هذا العمل هو إنتاج نانوجزيئات أكسيد الزنك عن طريق التصنيع الأخضر، ثم فحصها الطيفي بالأشعة تحت الحمراء وفوق البنفسجية فضلا عن تقييم فعاليتها ضد ثلاث سلالات بكتيرية: الإشريكية القولونية، المكورات الذهبية والزائفة الزنجارية.

المواد والطرق

استخلاص سائل من مسحوق أوراق النعناع الفلفلي ومسحوق التمر المطحون، يتبعه إضافة خلات الزنك كمادة أولية. يتم تطبيق معالجة حرارية بدرجة حرارة منخفضة على المحلولين، مع تكليس إضافي فقط لمسحوق التمر. يتم استخدام طريقتين للتوصيف الطيفي: مطيافية الأشعة تحت الحمراء والمطيافية فوق البنفسجية-المرئية. يتم تقييم النشاط المضاد للميكروبات بواسطة طريقة التخفيف في الأغار.

النتائج

تم الحصول على مسحوقين بلونين مختلفين، مسحوق بلون باهت وغير متجانس النعناع الفلفلي ومسحوق أبيض أكثر انتظاماً ولمعاً لنخيل التمر، أظهر كل من المسحوقين ذروة عند حوالي 230 نانومتر في التصوير بالأشعة فوق البنفسجية والتي تتوافق مع اهتزاز رابطة أكسيد الزنك وكانت متماثلة في كلتا النبتتين. في التصوير بالأشعة تحت الحمراء أظهر مسحوق نخيل التمر ذروة عند حوالي 870 سم-1 أما مسحوق النعناع الفلفلي فقد أظهر ذروة عند حوالي 690 سم-1 بسبب الشوائب الموجودة لغياب التكليس.

عدم فعالية مسحوق النانوجزيئات المصنعة بواسطة النعناع الفلفلي ضد السلالات البكتيرية الثلاث (الإشريكية القولونية، المكورات الذهبية، الزائفة الزنجارية) من أجل التراكم المختارة. فعالية متماثلة للمساحيق المنتجة بواسطة نخيل التمر ضد سلالتين بكتيريتين الإشريكية القولونية والمكورات الذهبية حيث تركيز الحد الأدنى المثبط للنمو البكتيري يساوي 1200 ميكروغرام/مل لكنها لم تكن فعالة ضد الزائفة الزنجارية.

الخاتمة

التركيب الأخضر طريقة فعالة لإنتاج جسيمات نانوية لأكسيد الزنك، والتي أظهرت فعاليتها ضد البكتيري