

بسكرة في: 16/06/2025.....

جامعة محمد خيضر-بسكرة
كلية العلوم والتكنولوجيا
قسم الكيمياء الصناعية

إذن بإيداع مذكرة الماستر بعد التصحيحات

أنا الممضي أسفله الأستاذ.....: عجال فطيمة.....

الرتبة.....أستاذ.....

أستاذ مشرف على مذكرة ماستر-للطالب (ة): عماري ايناس.....

.....

الشعبة.....هندسة الطرائق.....

التخصص:..... هندسة الطرائق للبيئة.....

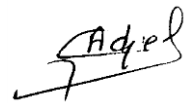
عنـوان: ... Synthèse verte et... caractérisation de nanoparticules d'argent à

l'aide d'un extrait de la plante Teucrium polium.....

أرخص بإيداع المذكرة المذكورة.

رئيس لجنة المناقشة

الأستاذ المشرف



ملحق القرار رقم: 939 المؤرخ في: 20 جويلية 2016

الذي يحدد القواعد المتعلقة بالوقاية من السرقة العلمية ومكافحتها

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

مؤسسة التعليم العالي:

نموذج التصريح الشرفي

خاص بالالتزام بقواعد النزاهة العلمية لانجاز بحث

أنا الممضي أدناه،

السيد: عبد المجيد بن عبد الحميد.....الصفة: طالب، أستاذ باحث، باحث دائم:.....هولاء السيد.....

الحامل لبطاقة التعريف الوطنية رقم: 24.10.11.1.2.....والصادرة بتاريخ: 24.11.2014.....

المسجل بكلية: العلوم والتكنولوجيا.....قسم: الكيمياء.....المعهد: عبيد.....

و المكلف بإنجاز أعمال بحث (مذكرة التخرج ، مذكرة ماستر ، مذكرة ماجستير ، أطروحة

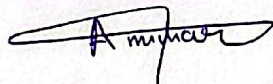
دكتوراه)، عنوانها: Verbe et caractérisant de nanoparticules.....

d'argent à l'aide d'un extrait de la plante de Teucrium polium

أصرح بشرفي أنني ألتزم بمراعاة المعايير العلمية والمنهجية ومعايير الأخلاقيات المهنية والنزاهة الأكاديمية المطلوبة في انجاز البحث المذكور أعلاه.

التاريخ: 2016/06/25

إمضاء المعني





Université Mohamed Khider de Biskra
Faculté des sciences et de la technologie
Département de chimie industrielle

MÉMOIRE DE MASTER

Domaine : Sciences et Technologies
Filière : Génie des procédés
Spécialité : Génie procède d'environnement

Réf. : Entrez la référence du document

Présenté et soutenu par :

Ines ammari

Le : 03/06 /2025

Synthèse verte et caractérisation de nanoparticules d'argent à
l'aide d'un extrait de la plante Teucrium polium

Jury :

Mme.	Adjel fatima	Pr	Université de Biskra	Encadreur
Mme.	Hamdi ines	Pr	Université de Biskra	Examine
Mme.	Almi sana	Dr	Université de Biskra	Président

Remerciement

*Je tiens tout d'abord à exprimer ma profonde gratitude à ma directrice de mémoire, **Madame Lajel Fatima**, pour son soutien précieux, ses orientations judicieuses, sa patience et son accompagnement tout au long de la réalisation de ce travail.*

*J'adresse également mes sincères remerciements à Madame **Inès Hamdi** et Madame **Sana Almi**, membres du jury, pour avoir accepté d'évaluer ce mémoire et pour leurs remarques enrichissantes qui ont grandement contribué à l'amélioration de ce travail.*

*Je remercie également l'ensemble des enseignants du département pour la qualité de l'enseignement et les connaissances transmises tout au long de ma formation. Mes remerciements vont également au **Laboratoire des Sciences et Technologies de l'Université Mohamed Khider de Biskra**, pour les conditions favorables, le soutien technique et matériel offerts, qui m'ont permis de réaliser la partie expérimentale de ce travail dans les meilleures conditions*

Dédicaces

À moi-même, Pour ma persévérance, mes nuits blanches, mes doutes et mes espoirs. Pour avoir cru en mes rêves, même quand tout semblait flou. Ce travail est le fruit d'un chemin semé de défis, et je suis fière de la femme que je deviens.

À ma chère mère, Ta présence est mon pilier, ton soutien ma force. Merci pour tes prières silencieuses, tes sacrifices visibles et invisibles, et ton cœur immense qui ne connaît pas de limites.

À mon père, Pour ta sagesse tranquille et ton regard plein de fierté. Même en silence, tu as toujours été un soutien pour moi.

*À mes frères et sœurs — [**Laid ,ayat ,sife ,IchraK,soujoud ,Idris**] Merci pour vos mots d'encouragement, votre simplicité sincère, et pour être ce refuge chaleureux qui m'apaise.*

*À mes deux compagnes de route, **Loubna** et **Linda**, Merci d'avoir été là dans les moments de joie comme dans les instants de panique. Votre présence a rendu ce parcours plus doux et plus authentique .vous êtes bien plus que des amies , vous êtes des sœurs de cœur.*

Et à toutes celles et ceux qui ont cru en moi ,ne serait-ce qu' un instant , ce travail vous appartient aussi.

Liste des abréviations

NPs	Les nanoparticules
Ag	Le métal d'argent .
AgNPs	Les nanoparticules d'argent
AgNO ₃	Nitrate d'argent.
Nm	Nanomètre (1nm = 10 ⁻⁹) .
UV-Vis	Ultra Violet- Visible
DRX	Diffraction des rayons X.
IR	Spectroscopie Infrarouge .
Ag	Argent matalique
AgCl	Chlorure d'argent
Ag	Argent alimentaire
Ag ⁺	ions d'argent

Liste des figures

<i>Figure</i>	<i>Titre</i>	<i>Page</i>
<i>I.1</i>	Aspect morphologique de <i>Teucrium polium</i> .	6
<i>II.1</i>	Photo représente les nanoparticules à la microscopie.	14
<i>II.2</i>	Différentes tailles de matière	14
<i>II.3</i>	Pépité d'argent	18
<i>III.1</i>	l'extrait de <i>Teucrium polium</i> .	26
<i>III.2</i>	Test de détection des flavonoïdes	27
<i>III.3</i>	Test de détection des glucides	28
<i>III.4</i>	Test Détection des composés phénoliques	.28
<i>III.5</i>	protocole de synthèse de nanoparticules d'argent	29
<i>III.7</i>	Image des Effet de la quantité d'extrait végétal	30
<i>III.8</i>	Image des Effet de la concentration du nitrate d'argent .	31
<i>IV.1</i>	Spectre UV-Visible des nanoparticules d'argent synthétisées par la méthode 1	36
<i>IV.2</i>	Spectre UV-Visible des nanoparticules d'argent synthétisées par la méthode 2	37
<i>IV.3</i>	Spectre FTIR des nanoparticules d'argent synthétisées par la méthode 1.	38
<i>IV.4</i>	Spectre FTIR des nanoparticules d'argent synthétisées par la méthode 2.	41
<i>IV.5</i>	Spectre DRX de l'échantillon synthétisé par la 1 ^{re} méthode	42
<i>IV.6</i>	Spectre DRX de l'échantillon synthétisé par la 2 ^e méthode	43
<i>IV.7</i>	Effet de la quantité d'extrait sur la biosynthèse des nanoparticules d'argent (AgNPs)	45
<i>IV.8</i>	Effet de la concentration de nitrate d'argent sur la formation d'AgNPs	46
<i>IV.9</i>	Effet du pH sur la biosynthèse des nanoparticules d'argent	47

Liste de tableau

Tableau	Titre	Page
<i>I.1</i>	Systématique de la plante <i>Teucrium polium</i>	7
<i>II.2</i>	Classification des nanoparticules en fonction de leur composition chimique	16
<i>II.3</i>	Domaines d'application en fonction du type de nanoparticules	17
<i>II.4</i>	Les différents utilisations des nanoparticules d'argent	19
<i>III.1</i>	Liste des réactifs, matériels de verrerie et appareils utilisés	25
<i>IV.1</i>	Résultats du criblage phytochimique qualitatif de l'extrait aqueux	34

sommaire

Dédicace

Remerciement

Liste d'abréviation

Liste de tableau

Liste des figures

Introduction générale.

Chapitre I : Présentation de la plante étudiée .

I .1.Introduction	4
I.2.Rappel sur la famille des labiées.....	4
I.3. Le genre Teucrium	4
I.4. Historique.....	5
I.5.présentation de la plante.....	5
I.5.1.Description de l'espace (<i>Teucrium polium</i>).....	5
I.5.2.Nom commun	6
I.5.3.Systématique.....	7
I.6.Composition chimique.....	7
I.7. Propriétés d'utilisation traditionnelles et médicales	7
I.8.Toxité	8

Chapitre II :Généralités sur les nanoparticules .

II.1.Introduction.....	11
II.2.La nanomonde.....	11
II.3.Nanoscience.....	11
II.4.Nanotechnologie.....	12
II.5.Nanomatériaux.....	12
II.6.Nanoparticules.....	13
II.7.différent types de nanoparticules.	13
II.7.1.Les liposomes.....	14

II.7.2 Nanoparticules lipidiques	14
II.7.3. Nanoparticules inorganiques	15
I.8.classification de nanoparticules.....	1
II.8.1.Classification de nanomatériaux selon leurs formes d'utilisation.....	15
II.8.1.1.Matériaux de dimension 0.....	15
II.8.1.2. Matériaux de dimension 1.....	15
II .8.1.3. Matériaux de dimension 2.....	15
II.8.1.4.Matériaux de dimension 3.....	15
II.8.2. Classification des nanomatériaux selon leur localisation au sein du composant / objet /produit considéré	16
II.8.3.Classification de nanoparticules en fonction de leurs sources.....	16
II.8.3.1.Origine naturelle.....	15
II.8.3.2Origine artificielles (industrielles ou manufacturée).....	16
II.8.3.2Origine accidentelles.....	17
II.9.Application des nanoparticules	17
II.10.Nanoparticules d'argent.....	18
II.10.1.présentations général d'argent	18
II.10.2Nanoparticules d'argent.....	18
II .11. propriétés des nanoparticules d'argent.....	18
II.11.1 Propriétés optiques.....	19
II.11.2.Chimie de surface.....	19
II.11.3Propriétés biologiques.....	19
II.12.application des nanoparticules d'agent.....	19
II.13.Synthèse Biologique des Nanoparticules d'argent.....	19
II.13.1 .Les bactéries.....	21
II.13.2 .les champignon.....	21
II.13.3. Les plantes	21

Chapitre III : Matériels et Méthodes.

III. 1.Matériels et méthodes	25
III.2.1 :Matériels utilisés.....	25

III.2. Méthodologie.....	26
III.2.1. Préparation de l'extrait aqueux de <i>Teucrium polium</i>	27
III.2.2. Criblage phytochimique.....	27
1) Test de détection des flavonoïdes.....	27
2) Test de détection des glucides.....	28
3) Détection des composés phénoliques.....	28
III.2.3. Préparation de la solution de nitrate d'argent	28
III.3. Biosynthèse des nanoparticules d'argent.....	28
III.3. 1. Optimisation des paramètres de synthèse.....	29
III.3. 1. 1. Effet de la quantité d'extrait végétal	29
III.3.2.2. Effet de la concentration du nitrate d'argent.....	30
III.3. 1.2. Effet du Ph.	31
III.4. Méthode de caractérisation des nanoparticules.....	32
III. 4. 1. Spectroscopie UV-visible	32
III. 4. 2. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier.....	32
III. 4. 3. Diffraction des rayons X (DRX).....	32

Chapitre IV: Résultats et Discussion.

IV. 1. Criblage phytochimique de l'extrait aqueux.....	34
IV.2. Caractérisations des AgNPs biosynthétisées.....	35
IV.2.1. Spectroscopie UV-Visible.....	35
IV.2.1.1. Analyse UV-Visible des nanoparticules d'argent synthétisées par la méthode 1.....	35
IV.2.1.2. Analyse UV-Visible des nanoparticules d'argent synthétisées par la méthode 2.....	36
IV. 2. 2. Analyse FTIR des bionanoparticules.....	36
IV. 2. 2. 1. Analyse FTIR des nanoparticules d'argent synthétisées par la méthode 1.....	38
IV. 2. 2. 1. Analyse FTIR des nanoparticules d'argent synthétisées par la méthode 2.....	40
IV. 2. 3. Analyse structurale par diffraction des rayons X (DRX).....	41
IV. 2. 3.1. Première méthode de synthèse.....	41
IV. 2. 3.2. Deuxième méthode de synthèse.....	42
IV. 2. 3.3. Analyse comparative des deux méthodes.....	42
IV. 3. Paramètres influençant la formation des nanoparticules d'argent.....	43
IV. 3. 1. Effet de la quantité d'extrait végétal sur la biosynthèse des nanoparticules d'argent .(AgNPs).....	44
IV. 3. 2. Influence de la concentration de nitrate d'argent.....	45

IV. 3. 3. Influence du pH sur la formation des nanoparticules	46
---	----

Introduction général

Introduction général

La nanotechnologie se concentre sur la création et la manipulation de matériaux et objets dont les dimensions sont à l'échelle nanométrique, c'est-à-dire en dessous de 100 nanomètres. Contrairement aux particules fines naturelles ou produites de manière accidentelle (comme celles issues de la combustion), ces nanomatériaux sont spécifiquement conçus et fabriqués.[1]

Que ce soit en métaux, en céramiques, en carbone, en polymères ou en silicates, les nanomatériaux ont des caractéristiques distinctives qui les séparent de leurs équivalents à l'échelle macroscopique. L'émergence de ces nouvelles propriétés physico-chimiques élargit considérablement les perspectives d'exploration, aussi bien dans la recherche fondamentale que dans les applications pratiques, un champ qu'on désigne sous le terme de nanosciences. Pour la synthèse des nanoparticules métalliques, on utilise fréquemment une variété de techniques chimiques et physiques. Cependant, ces méthodes de production sont fréquemment onéreuses, exigent un effort considérable et peuvent présenter des risques pour les organismes vivants et leur environnement.[2]

Les avancées dans le domaine de la science et de la technologie nanométriques ont entraîné importants efforts pour concevoir des stratégies novatrices, économiquement viables tout en étant sûres et écologiques, pour la fabrication de nanoparticules ayant les caractéristiques désirées.

La biosynthèse, aussi connue sous le nom de synthèse verte, est une technique durable, respectueuse de l'environnement et sécurisée pour la fabrication de nanoparticules. On la considère parmi les méthodes les plus prometteuses, grâce à sa cinétique modérée, sa facilité de mise en place et son aptitude à réguler la croissance cristalline, ce qui contribue à stabiliser efficacement les nanoparticules. Cette approche s'appuie sur l'exploitation de diverses ressources naturelles, notamment les extraits végétaux. L'attrait grandissant pour ces derniers peut être attribué à leur potentiel d'amélioration des caractéristiques chimiques, physiques et biologiques des particules produites par synthèse.[3]

L'objectif de ce travail est de synthétiser et de caractériser des nanoparticules d'argent par voie verte, en utilisant l'extrait aqueux des parties aériennes de *Teucrium polium*. La formation des nanoparticules a été confirmée par différentes techniques de caractérisation, notamment la diffraction des rayons X (DRX), la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) et la spectroscopie UV-Visible. Les principaux axes de ce travail de recherche sont organisés comme suit :

Le premier chapitre est dédié à la présentation de la plante *Teucrium polium*, en mettant en lumière son origine, ses propriétés ainsi que son intérêt dans le cadre de la synthèse verte.

Le deuxième chapitre porte sur les notions générales concernant les nanoparticules, en soulignant leurs propriétés, les différentes méthodes de synthèse disponibles, ainsi que leurs diverses applications.

Le troisième chapitre détaille le protocole expérimental adopté pour la synthèse des nanoparticules d'argent (AgNPs). Il propose également une présentation des techniques de caractérisation utilisées.

Le quatrième chapitre est consacré à l'analyse et à la discussion des résultats obtenus. Il présente de manière approfondie les données issues des différentes techniques de caractérisation, met en évidence les propriétés structurales, et optiques des nanoparticules synthétisées, et propose une interprétation critique des résultats en les confrontant aux données de la littérature.

1. GUERRAM A , (2022), Synthèse verte et caractérisation des nanoparticules de ZnO à l'aide d'extrait des feuilles de Phoenix dactylifera L et leur applications., thèse doctorat, Université Mohamed Khider – Biskra.

2 ATAOUAT S. BETTAYEB W, (2022) Biosynthèse des nanoparticules et leurs applications antibactériennes, UNIVERSITÉ KASDI MERBAH OUARGLA.

3 Hasnaoui I. , Synthèse par chimie verte d'un oxyde photocatalyseur ,mémoire master. Université Mohamed Khider de Biskra.

Chapitre I

Présentation de la plante étudiée

I.1.Introduction

Teucrium polium de la famille des lamiacées, est une plante vivace souvent pérenne, recouverte de poils laineux qui donnent une couleur grise bleutée. Le *Teucrium* est une plante à tige nombreuses et ramifiées, et à fleurs blanches ou jaunâtres en grappes denses au sommet des rameaux. Les feuilles ont une forme linéaire ou lancéolée à marge en générale révolutée, denticulée, crénelée. Cette espèce est très polymorphe, suivant le degré méditerranéen, commune dans l'Atlas saharien, elle pousse surtout dans les lits pierreux des oueds et dans les roches, en altitude entre 1200 et 2600 mètres . [4]

I.2.Rappel sur la famille des labiées :

La famille des Lamiaceae (Labiées) du Latin (Labia) lèvre signifiant que les fleurs ont une forme caractéristique à deux lèvres, Comprend environs 6970 espèces réparties en 240 genres dont 28 genres et 146 espèces se trouvent en Algérie Ce Sont généralement des plantes herbacées vivaces odorantes, à tiges quadrangulaires, feuilles en général opposées sans stipules. Le Plus souvent hermaphrodites, les fleurs pentamères réunies en cymes axillaires plus ou moins contractées simulant souvent des verticilles, ou encore condensées au sommet des tiges, et simulant des épis fruit constitué par 4 akènes plus ou moins soudés par leur face interne [5] .

Le *Teucrium*, également connu sous le nom de germandrées, comprend approximativement 260 espèces de végétaux herbacés ou de sous-arbrisseaux appartenant à la famille des Lamiacées. *Teucrium polium* est une espèce comprenant plusieurs sous-espèces, dont certaines ont récemment été classées en tant qu'espèces à part entière, comme *Teucrium polium* subsp. *aurasiacum* (Maire), *Teucrium polium* subsp. *capitatum* L., *Teucrium polium* subsp. *cylindricum* L., et *Teucrium polium* subs. *purpurascens*. [6]

I.3. Le genre *Teucrium*:

Le terme générique pour les germandrées, en latin appelé *teucrium* et en grec *teukpion* ou *teucros*, fait référence à un prince troyen censé avoir découvert les vertus médicinales de la plante.

Le genre *Teucrium*, qui comprend les germandrées, compte environ 260 espèces d'herbacées ou de sous-arbrisseaux appartenant à la famille des Lamiacées. On peut les trouver un peu partout dans le monde, mais leur présence est particulièrement notable dans la région méditerranéenne.

Il est possible de donner plusieurs exemples d'espèces qui appartiennent à ce genre : *Teucrium chamaedrys* L., *Teucrium cubense* Jacq., *Teucrium veronicoïdes* Maxim., *Teucrium scorodonia* L., *Teucrium flavum* L., *Teucrium fruticans*, et *Teucrium scordium* L. (aussi connue sous le nom de Germandrée d'eau) *Teucrium marum*, *Teucrium polium* L. et *Teucrium scordium* L. subsp sont des variantes de la plante *Teucrium*. *Teucrium polium* subsp. *bilion*, *Teucrium polium* subsp *capitatum*, et cetera. [7]

I.4.Historique :

Le terme scientifique du genre, *Teucrium*, dérive du grec : *Teucros*, qui était un prince troyen ayant prétendument découvert les vertus thérapeutiques de la plante. Le terme français Germendrée est une déformation du latin médiéval *calamendria*, qui pourrait être le résultat d'un croisement entre *Alamentum*, une variété de menthe, avec *camedria*, une latinisation du grec *chamaedrys* qui signifie littéralement (chêne à terre) (en référence à la germandrée petite – chêne). [8]

I.5.Présentations de la plante :

I.5.1. Description de l'espèce *Teucrium polium* :

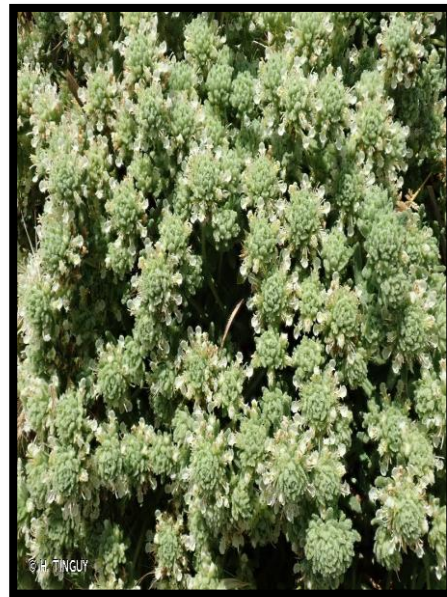
Le genre *Teucrium*, également appelé les germandrées, comprend environ 260 espèces de plantes herbacées ou de sous-arbrisseaux appartenant à la famille des Lamiacées. *Teucrium polium* est une espèce très variable, avec de nombreuses sous-espèces qui, dans certains cas, sont élevées au rang d'espèces distinctes .[9]

C'est une plante herbacée vivace dégageant une odeur poivrée lorsqu'on la frotte. Ses tiges, mesurant de 10 à 30 cm de hauteur, sont recouvertes d'un tomentum blanc et portent des feuilles opposées, sessiles, de forme linéaire-lancéolée ou oblongue. À la base, les feuilles sont entières et en forme de coin, tandis que leur partie supérieure présente des dents arrondies. Elles sont également recouvertes d'un tomentum blanc sur les deux faces et

possèdent des bords enroulés. Les fleurs se regroupent en inflorescences compactes, de forme globuleuse ou ovoïde .[10]



Fleur et feuilles



partie végétive

FigureI.1 :Aspect morphologique de Teucrium polium .

I.5.2.Nom commun :

Plusieurs noms sont donnés au T.polium L. ou la synonymie de l'espèce diffère en fonction de la région[11] :

en Arabe: Jàada /Jaadah , Gattaba , Khayatata / Khayatata lajrah (Algérie), Hamzoucha, Timzourin (Berbère-algerie), Takmazzut (Touaregs-Algerie) (Meguellati Jaaida (Maroc), Elgaslam Elhelal (Yémen),Hachichet elrih (linban) (جعيدة) .

En Français : Germander tomentteuse, Poulitot des montagnes.

En Anglais : Felty germander

I.5.3.Systématique :

Position systématique de *Teucrium polium* présenté dans le **tableau I.1**[12]

Tableau I.1 : Systématique de la plante *Teucrium polium* .

Embranchement	Angiospermes
Classe	Dicotylédones
Ordre	Tubiflorale
Famille	Labiées ou Lamiacées
Genre	<i>Teucrium</i>
Espèce	<i>Polium</i>
Sous espèce	Non identifié

I.6.Composition chimique

La composition chimique de *T. polium* a été analysée par divers chercheurs dans différentes zones géographiques. Un grand nombre de ces recherches, reposant sur l'examen des échantillons via les techniques chromatographiques en phase gazeuse, ont révélé la détection de divers composés dont principalement les flavonoïdes, les poly phénols, les iridoïdes, les tanins, les huiles essentielles et les alcaloïdes. ont signalé la détection de glycosides comme le verbascoside et le poliumoside (également appelés phénylethanoïde) au niveau des parties aériennes de l'organisme végétal. On a isolé plusieurs flavonoïdes, notamment : la lutéoline, l'apigénine, la diosmétine, la cirsimaritrine, le cirsilole, le cirsilène, le 5-hydroxy-6, 7,3',4'-tétraméthoxyflavone, la salvigenine, l'apigénine 5-galloylglucoside, l'apigénine-7-glucoside, la vicénine et lutéoline-7-glucoside

Teucrium polium est une source abondante en diterpènes, notamment les furano-néoclérodanés. Un de ces éléments clés est la teucrine A. [13]

I.7.Propriétés d'utilisation traditionnelles et médicales

Des espèces de *T. polium* ont été employées en tant qu'herbes médicinales pendant plus de 2000 années comme diurétique, inotropique et chronotropique, tonique, antipyrétique, cholagogue et anorexiques .

Le feuillage légèrement piquant du *T. polium* était fréquemment employé pour donner du goût aux salades ou aromatiser les fromages de chèvre. On consommait une infusion à base de feuilles et de fleurs comme boisson revitalisante.[14]

De nombreuses études ont révélé plusieurs effets pharmacologiques associés à l'utilisation de la Germandrée tomenteuse, parmi lesquels figurent ses propriétés antibactériennes, antifongiques, anti-inflammatoires, anti-ulcéreuses, analgésiques, antispasmodiques, antidiabétiques, diurétiques, hypolipidémiantes, antagonistes du calcium et cytotoxiques .[15]

I.8.Toxicité de la plante

Les chercheurs ont réussi à prouver par des expériences que l'extrait de Germandrée tomenteuse riche en diterpènes peut induire une nécrose hépatique. De plus, l'administration anticipée d'activateurs ou d'inhibiteurs du cytochrome P450 peut intensifier ou atténuer la toxicité.

Il semble donc que l'activation des furanonéoclérodanes soit une condition préalable nécessaire à l'effet toxique. Les diterpènes induisent une apoptose massive et rapide des cellules en amplifiant le calcium intracellulaire grâce à l'activation de diverses enzymes dépendantes du calcium (endonucléases, transglutaminase). Il n'est pas surprenant que le noyau furanique soit impliqué :

selon le mécanisme d'hépatotoxicité décrit par cytochrome P450 3A transforme les furano néoclérodanes de la germandrée tomenteuse en époxydes toxiques susceptibles d'être neutralisés grâce à une conjugaison avec le glutathion ; si ce n'est pas le cas, les époxydes entraînent une diminution du glutathion et des thioprotéines, interagissent avec les protéines hépatiques et conduisent à la destruction des cellules hépatiques par l'initiation de l'apoptose. [16]

Référence bibliographiques chapitre I

- [4] F.BELAICHE , *Etude phytochimique de la plante Teucrium polium*, mémoire master, Université Mohamed Khider de Biskra, 2021.
- [5] K . *Effet insecticide et fongicide de l'huile essentielle de Teucrium polium sur Tribolium castaneum et Fusarium oxysporum*, Mémoire master, Université M'HAMED BOUGUERA – Boumerdes .
- [6] R.FAIZA ,A.DHOHA, *Etude ethnobotanique et évaluation de quelques activités biologique de l'extrait aqueux et de l' huile essentielle de la partie aérienne de l'espèce :Teucrium polium L . « dj'aaida »* , mémoire master, universite de blida1 ,2017.
- [7] A. DRIDI, *Etude phytochimique et activité biologique des deux espèces: Teucrium polium L. et Pituranthus chloranthus Coss et Du r*, Doctoral dissertation, Université Badji Mokhtar-Annaba, 2018 .
- [8] H. YAHIA ,M. GOUTAL et R. LATMANE , *Étude phytochimique et évaluation de l'activité antibactérienne et anticoagulante de Punica granatum L. et Teucrium polium L* , Doctoral dissertation, university center of abdalhafid boussouf-MILA, 2022 .
- [9] :I . Krache , *Evaluation des effets toxiques des extraits méthanoliques de Tamus communis L. et Teucrium polium L. sur des rats blancs albino wistar* , Mémoire master, UNIVERSITE DEFARHATABBAS–SETIF ,2018.
- [10] : kahina, B.&Kenza,R , *Etude de l'effet protecteur de l'extrait aqueux de Teucrium polium contre la formation des foyers de cryptes aberrantes chez le rat* , Mémoire master, Université des frères mentouri constantine ,2019.
- [11] : A .Bassi ,A .Zebaidi , *Profile phénolique et activités biologiques de différents extraits de Teucrium polium L.* mémoire master , Université Mohamed Khider de Biskra .
- [12] : F . YOUNES, *Étude botanique, phytochimique et activités biologiques d'une espèce végétale utilisé au médecine traditionnelle Algérienne teucrium polium* , Mémoire master , Université Mohamed Khider de Biskra ,2020.
- [13] : K. Bachtarzi, &P. Hamdi , *Evaluation du potentiel pharmacologique et hépatotoxique du Teucrium polium L* , Doctoral dissertation, Université Frères Mentouri-Constantine 1), 2018.
- [14] : H .Boutaleb, *Evaluation des effets cicatrisants de Teucrium polium (Khayata) sudes plaies d'excision chez le rat* (Doctoral dissertation, Thèse de magister, université Constantine 1, Algérie), 2014.

[15] :S.DAGHBOUCHE ,I. BELLAA. *Effet cicatrisant et antibactérien des extraits de Teucrium polium (El-Khayata) de la région de Khenchela , Mémoire de Master. Université de Khenchela , (Juillet 2013) .*

[16] : H.NABETI ,A.CHEKKATI , *L'effet antibactérien de plantes médicinales (Teucrium polium et Thymus ciliatus) sur des souches isolées à partir du lait de vaches atteintes de mammites. Mémoir master, Université du 8 Mai 1945 de Guelma ,2013.*

Chapitre II :Généralités sur les nanoparticules .

II.1. Introduction

Les nanosciences et les nanotechnologies représentent l'un des développements les plus prometteurs des sciences de la matière. Le préfixe « nano », qui signifie très petit en grec, définit un domaine de tailles pour les objets étudiés entre un et quelques centaines de nanomètres. L'intérêt croissant porté à ces systèmes provient des propriétés physiques ou chimiques particulières opérant à cette échelle, très différentes de celles du même matériau à l'état massif ou à l'état atomique. Les nano particules relèvent de la nanotechnologie, qui est un domaine fortement exploré et étudié ces dernières années par la communauté scientifique, par son aspect multidisciplinaire qui inclut différents domaines dont : la physique, la chimie, la médecine, la biologie, etc[17].

II.2. Le nano monde :

Le domaine des nanosciences et des nanotechnologies, également appelé « nano monde », englobe les objets de dimension nanométrique, dont certains phénomènes et effets peuvent être surprenants. Ces particularités leur offrent une multitude d'applications, et bien que certaines soient déjà présentes dans notre environnement, Ils ont un potentiel de développement immense.[18]

II .3. La nanoscience :

Les nanosciences représentent l'examen, l'assimilation et la maîtrise de phénomènes et de manipulations de matière à l'échelle nanométrique. Elles se consacrent à l'univers des atomes, des molécules, des macromolécules ainsi que des assemblages macromoléculaires.

La nanoscience est une branche de la science qui se consacre à l'analyse de matériaux aux dimensions extrêmement réduites. C'est un domaine multidisciplinaire qui vise à développer des nanotechnologies avancées, en mettant l'accent sur la jonction à l'échelle nanométrique. On se forme sur des domaines tels que la physique, la biologie, l'ingénierie, la chimie et l'informatique .[19]

II.4. La nanotechnologie

Les rêves humains et l'imagination créent souvent une nouvelle science et technologie. La nanotechnologie, frontières au 21^e siècle, est née de ces rêves.[20]

Analyse les caractéristiques des systèmes dont la dimension varie de quelques angströms à environ une centaine de nanomètres. Les nanomatériaux ont instauré un domaine de recherche et développement qui implique l'application de procédés pour structurer la matière à l'échelle nanométrique. au niveau moléculaire ou atomique, avec des échelles caractéristiques allant de 1 à 100 nanomètres (nm).[21]

II.5.Nanomatériaux

Le terme nano tire son origine du grec « Nanos », signifiant « très petit ». Il a été reconnu comme une sous-unité du mètre dès 1956 et correspond à un milliardième de mètre ($1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$).

Les nanomatériaux sont caractérisés par leur composition qui repose sur un regroupement de particules à l'échelle nanométrique. Ils bénéficient de caractéristiques spécifiques, dues à une proportion extrêmement élevée d'atomes libres présents à la périphérie de leurs grains, ainsi qu'à leurs dimensions et structures nanométriques, ayant une taille inférieure à 100nm. La visualisation de la dimension des grains dans les nanomatériaux ne peut être réalisée que par l'emploi du microscope atomique, de la microscopie électronique à transmission ou encore de la diffraction des rayons X.[22]

Il existe deux grandes familles de nanomatériaux [23] :

- Les nano-objets
- Les matériaux nano-structurés

II.6. Nanoparticule

Les nanoparticules (NP) sont de petits assemblages moléculaires de l'ordre du nanomètre (taille de 1 à 100 nm) composés de centaines à des milliers d'atomes. La taille du nanomètre augmente la surface de contact entre les matériaux et améliore la réactivité.[24]

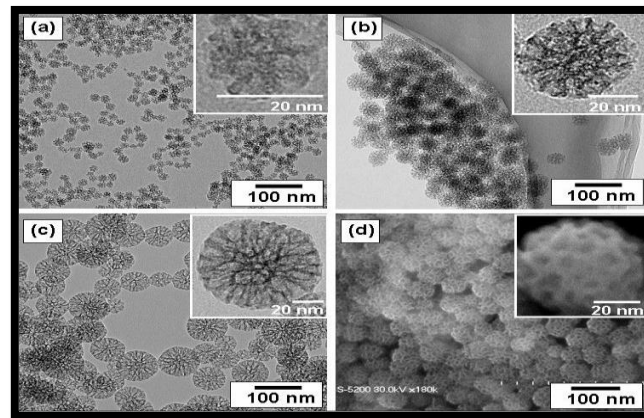


Figure II.1 : Photo représente les nanoparticules à la microscopie.

II.7. Différents types de nanoparticules

La composition du cœur des nanoparticules est très variée : il peut s'agir d'assemblages organiques ou inorganiques.

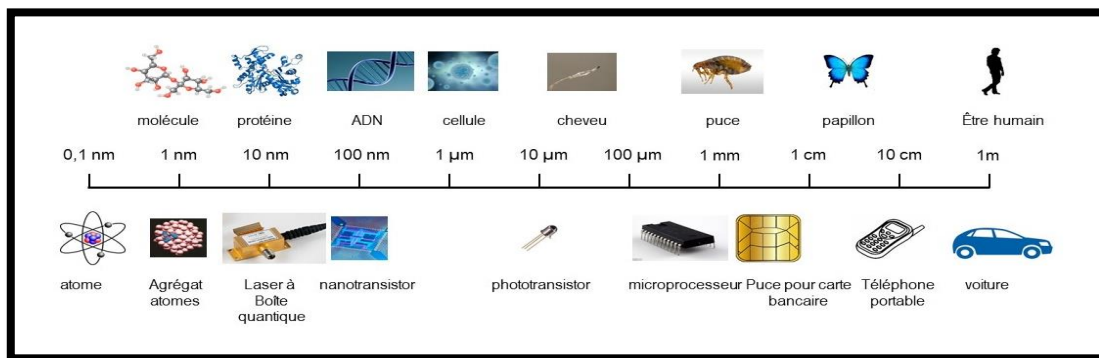


Figure II. 2: Différentes tailles de matière.[25]

II.7.1. Les liposomes

Les liposomes sont des structures vésiculaires formées de plusieurs doubles couches concentriques de phospholipides et de molécules de cholestérol, qui renferment un contenu. Les liposomes peuvent avoir une taille allant de 30 nm à plusieurs micromètres.[26]

II.7.2. Nanoparticules lipidiques

Ces NPs renferment un noyau lipidique, habituellement constitué de triglycérides biodégradables, et elles possèdent une matrice lipidique qui demeure solide à température ambiante. Cette matrice lipidique est partiellement cristallisée et est stabilisée par une Couche de surfactant.[26]

II.7.3. Nanoparticules inorganiques

Les nanoparticules inorganiques sont des particules qui ne contiennent pas de carbone. Les nanoparticules métalliques ainsi que celles constituées d'oxydes métalliques sont couramment classées dans la catégorie des nanoparticules inorganiques [27].

I.8.La classification de nanoparticule

II.8.1.Classification de nanomatériaux selon leurs formes d'utilisation

II.8.1.1.Matériaux de dimension 0

Des matériaux dispersés, aléatoires ou structurés, tels que ceux qu'on trouve dans les cristaux colloïdaux pour l'application en optique ou dans les fluides magnétiques.

II.8.1.2.Matériaux de dimension 1

Matériaux présentés sous forme de nanotubes ou de nano-fils.

II.8.1.3.Matériaux de dimension 2

Des matériaux en forme de mince couche, tels que les dépôts d'agrégats ou de revêtements épais réalisés par projection plasma ou via la méthode électrochimique.

II.8.1.4.Matériaux de dimension 3

Des matériaux en forme dense tels que ceux présents dans les céramiques et les métaux nanostructurés. [28]

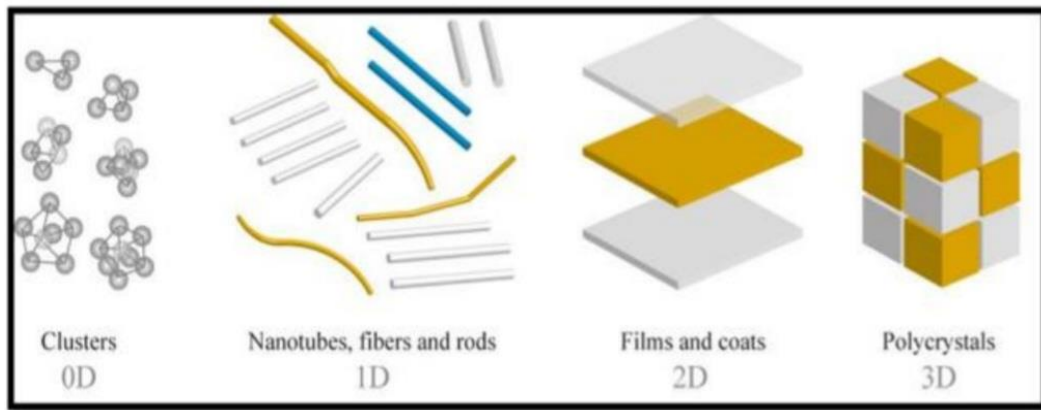


Figure II.2 : Différentes tailles de matière[29]

II.8.2. Classification des nanomatériaux selon leur localisation au sein du composant / objet /produit considéré

Tableau II.2 :Classification des nanoparticules en fonction de leur composition chimique .[30]

	Matériaux à base de métaux	Matériaux à base de carbone	Dendromètres	Matériaux opposites
Définitions	Des matériaux contenant un élément. Métallique et chimique	Des matériaux à base de carbone qui ont qu'il s'agisse d'une forme sphérique ou tubulaire	Polymères agencés de manière ramifiée. et autres cavités vides.	Matériaux issus d'un assemblage de nanoparticules et d'un autre composant à l'échelle nanométrique.

II.8.3.Classification de nanoparticules en fonction de leurs sources

II.8.3.1.Origine naturelle

Elles sont générées aussi bien à la suite de phénomènes naturels comme l'activité volcanique, les réactions de photosynthèse ou encore l'activité marine. On peut les trouver dans les particules désertiques. On observe également la présence de nanoparticules lors traite du phénomène de combustion[31]

II.8.3.2Origine artificielles (industrielles ou manufacturée)

Les NP fabriqués sont sur le marché depuis longtemps et étaient souvent utilisés dans les produits de sport, les additifs alimentaires, les cosmétiques, les engrais, pâte et les pigments de couleur.[31]

II.8.3.2 Origine accidentelles

Les particules ultrafines (PUF) atmosphériques particulièrement sont présentes dans cette classe avec 80 % d'entre eux provenant du milieu urbain et ayant pour source la combustion des carburants fossiles émises par les véhicules diesel, à essence et les chauffages urbains. Les autres particules sont retrouvées dans les fumées de soudage9.[32]

II.9. Application de nanoparticules

Le Tableau 3 rassemble différents types de nanoparticules et leurs domaines d'application

Tableau II.3: Domaines d'application en fonction du type de nanoparticules.[33]

Types de nanoparticules	Domaines d'application
Fullerènes Electronique	Piles, cellules solaires, stockage des données et des gaz, additifs dans les plastiques.
Graphènes	Télécommunication.
Nanotubes de carbone	Applications potentielles en composites polymériques, émetteurs d'électrons, blindage électromagnétique, stockage de gaz.
Nano-fibres	Additifs dans les polymères, support catalytique, stockage de gaz.
Noir de carbone	Pigments, agents de remplacement des caoutchoucs (pneus).
Métaux	Marqueurs pour diagnostic médical, agent de traitement anticancéreux (Au), propriétés antimicrobiennes (Ag), convertisseurs catalytiques (Pt, Pd, Rh), combustible (Al).
Oxydes métalliques	Plastics et caoutchoucs (SiO ₂), crème solaire (TiO ₂ , ZnO), pigments de peinture et cosmétiques (TiO ₂).

II.10 Nanoparticules d'argent

II.10.1. Présentation générale de l'argent

L'argent, représenté par le symbole chimique Ag se caractérise par sa teinte grisâtre. Il s'agit d'un métal précieux, ductile et malléable qui a été connu depuis l'Antiquité (ses débuts

remontent à environ 5000 avant notre ère) et se trouve dans le groupe 11 (Ib) ainsi que la période 5 du tableau périodique. Tableau des éléments chimiques. L'argent se trouve de manière répandue dans la nature. Cependant, sa présence dans la croûte terrestre est minimale (0,05 ppm) comparée aux autres métaux. Le numéro atomique de l'argent est 47 et son poids atomique s'élève à 107.880. Sa configuration électronique dans son état fondamental est $[\text{Kr}] 4d^{10} 5s^1$. Généralement, l'argent peut se présenter sous forme d'un mélange d'isotopes, ^{107}Ag et ^{109}Ag . L'Ag semble être un matériau diamagnétique, et sa susceptibilité magnétique demeure pratiquement constante indépendamment de la température ambiante, juste en dessous du point de fusion [34].



Figure II .3 : Pépité d'argent [35].

II.11.2.Nanoparticules d'argent

Les nanoparticules d'argent (Ag NPs), parmi les nanoparticules de métaux précieux, sont particulièrement reconnues pour leur utilisation polyvalente dans le secteur médical.

Les AgNPs, ou nanoparticules d'argent, sont des agents inorganiques et non nocifs. leur dimension varie entre 1 et 100 nm.[36]

II.12.Propriétés des nanoparticules d'argent

Les AgNPs possèdent des caractéristiques physico-chimiques particulières, dont une haute conductivité thermique et électrique, une stabilité chimique, un potentiel catalytique ainsi qu'un comportement optique non linéaire . Caractéristiques mécaniques et magnétiques concernant les matériaux en bulk dont :

II.12.1 Propriétés optiques

Les AgNPs sont particulièrement performants pour capter et disperser la lumière. À l'inverse de nombreux colorants et pigments, leur couleur varie en fonction de la taille et de la forme de la particule . [37]

II.12.2.Chimie de surface

Quand les nanoparticules sont en suspension, des molécules se lient à leur surface pour former une double couche de charge qui maintient la stabilité des particules et évite leur agglomération .[37]

II.12.3Propriétés biologiques

les composés d'argent sont prouvés efficaces contre les bactéries aérobies et anaérobies en faisant précipiter les protéines cellulaires bactériennes et en entravant le système respiratoire microbien. [37]

II.13.Applications médicales des nanoparticules d'argent

Les nanoparticules sont utilisées dans divers domaines industriels et se retrouvent dans de nombreux produits que nous utilisons quotidiennement. On peut distinguer la purification de l'eau, les textiles, les dispositifs médicaux, la préservation des aliments, les produits cosmétiques, les capteurs et produits pharmaceutiques. [38]

Tableau II.4 : Les différents utilisations des nanoparticules d'argent.

Utilisation	Intérêt	Remarque
Textiles, chaussures	Lutte contre les bactéries responsables des odeurs désagréables.	On introduit les AgNPs lors du processus de filage ou d'amélioration du textile.
Linge de maison Literie	Lutte contre les acariens	
Ustensiles de cuisine (planche à découper, couteau)	Hygiène	Les AgNPs se retrouvent dans les couches des ustensiles.
Biberons, tasses pour	Combattre la propagation des micro-organismes	

enfants, objets à mâcher	pathogènes.	
Boîtes de conservation	Combat contre la croissance des moisissures. Amélioration de la préservation des aliments	Les AgNPs sont mélangées au plastique
Réfrigérateurs	Combattre les bactéries responsables des odeurs désagréables. Amélioration de la préservation des aliments	Les AgNPs sont mélangées au plastique
Lave-linge	Meilleure désinfection du linge	Libération des ions Ag ⁺
Réservoirs d'aspirateurs sans sac	Combat contre les bactéries responsables des odeurs désagréables.	
Filtres de système de traitement de l'air	Combat contre les micro-organismes responsables des odeurs désagréables produites pendant l'opération.	Méthode accessible pour les résidences, les automobiles, les salles d'intervention et certains édifices recevant du public.
Traitement de l'eau	Amélioration de qualité du traitement si les AgNPs sont supportés sur les fibres de charbon actif Limitation de l'apparition d'un bio film sur	
Electronique (plastique des claviers, des souris informatiques...)	Restriction des multiplications de micro-organismes sur les surfaces.	

II.14.Synthèse Biologique des Nanoparticules d'argent

La synthèse verte des nanoparticules émerge progressivement comme une branche clé de la nanotechnologie dans laquelle les nanoparticules sont produites à l'aide d'entités biologiques :

II.14.1 Les bactéries

L'emploi de bactéries prend rapidement de l'ampleur grâce à son succès grandissant, sa facilité d'utilisation et son potentiel en génie génétique. Les nanoparticules d'argent ont été produites en utilisant à la fois des bactéries gram-positives et gram-négatives pour former ces nanoparticules d'argent, il est important de noter que certaines bactéries sont capables de générer des nanoparticules à l'intérieur de leurs cellules, tandis que d'autres produisent des nanoparticules d'Ag à l'extérieur. .[38]

II.14.2. Les champignons

L'utilisation de champignons pour la synthèse biologique de nanoparticules métalliques ou d'oxyde métallique est aussi une technique très efficace, donnant lieu à une morphologie clairement définie. Par rapport aux bactéries, les champignons ont la capacité de générer des quantités supérieures de nanoparticules. Ces derniers renferment et libèrent efficacement diverses enzymes et protéines qui sont capables de transformer les ions métalliques en nanoparticules, tout en stabilisant les nanoparticules qui en résultent.[40]

II.14.3 Les plantes

La production de nanoparticules d'argent (AgNPs) via l'assemblage végétal a gagné en popularité en raison de son protocole rapide, respectueux de l'environnement, non toxique et abordable. Cette technique de biosynthèse en une étape permet la réduction et la stabilisation des ions argent. Des biomolécules telles que les protéines, acides aminés, alcaloïdes, tanins, composés phénoliques, saponines, terpénoïdes et enzymes, naturellement présentes dans les extraits de plantes médicinales, agissent comme agents réducteurs et stabilisants. Ce procédé représente une approche innovante et écologique pour la synthèse d'AgNPs.[41]

Référence bibliographiques chapitre II

- [17] :H. KHELLOUFE, Z. HALIDADA , S YNTHESE ET ACTIVITE BIOLOGIQUE DE NANOPARTICULE D'ARGENT, UNIVERSITAIRE BELHADJ BOUCHAIB D'AÏN-TEMOUCHENT ,2019 .
- [18] : ch. MENNAD,L. BENGUELLA ,Synthèse biologique des nanoparticules,mémoir master, UNIVERSITE ABDELHAMID IBN BADIS – MOSTAGANEM,2022.
- [19] :S. ATAOUAT, W.BETTAYEB, Biosynthèse des nanoparticules et leurs applications antibactériennes, mémoir master, UNIVERSITÉ KASDI MERBAH OUARGLA,2022 .
- [20] :W. SAHRAOUI ,R. MEKHLOUFI, Synthèse vert et caractérisation des nanoparticules à base de CuO et leur application en photocatalyse (élimination de bleu de méthylène),Mémoir master, UNIVERSITE KASDI MERBAH OUARGLA .
- [21] : N.ZERROUKI, F.MOUSSI ,L'évaluation de quelques activités biologiques d'extrait aqueux et des nanoparticules à base d'extrait aqueux d'une plante médicinale (*Inula viscosa*) de la région de Ain Temouchent, Mémoir master, Université –Ain Temouchent- Belhadj Bouchaib ,2022.
- [22] : N. BAKRETI N ,N. ELARBI ,recyclage et synthèse rapide de nanocomposites CaO-AgNPs et leur application de réduction catalytique , Université –Ain Temouchent- Belhadj Bouchaib,2022.
- [23] :H. Metiaz ,A. Boudiba, SYNTHÈSE, CARACTÉRISATION DES NANOPARTICULES D'ARGENT A BASE D'EXTRAIT DES FEUILLES DE PLANTES ET EVALUATION DE LEUR ACTIVITE ANTIOXYDANTE ET ANTIMICROBIENNE, mémoire master, Université de Ghardaïa.
- [24] : S. Kerboussa, Synthèse extracellulaire de nanoparticules d'argent par une bactérie lactique (*Leuconostoc mesenteroides*) et leurs applications antimicrobiennes et photocatalytiques, mémoir master, UNIVERSITÉ KASDI MERBAH OUARGLA ,2021 .
- [25] : <https://www.lcmd.espci.fr/docs/goutayer.pdf>
- [26] : I. AMRANI ,F. SAHARI. , Synthèse verte, caractérisations et applications des micros et nanoparticules métalliques,mémoir master, Université Dr Yahia Farés de Médéa, (2023) .
- [27] : N.KOBBI &, S.BABAS ,synthèse de l'argent colloïdal let ses applications, Mémoir master, université ,de blida1.
- [28] : Y. BEN DOB, L.KHIDOURI ,Biosynthèse des nanoparticules à base des dattes (*Phoenix dactylifera* L),Mémoire master , UNIVERSITÉ KASDI MERBAH OUARGLA , 2022.

- [29] :https://www.researchgate.net/figure/Classification-of-nanomaterials-based-on-dimensions-toppanelfiguretakenfrom_fig2_350301093?__cf_chl_rt_tk=mLQYH9OURSHnbLntvwdXiLR60yEJJ86QECrsKqVB3nc17481975821.0.1.1OL3US9FzOU7gYr7S9QtZrUq8adWIXw46u9L2Z7lyD3.
- [30]: G.KHEMISSAT, M.ALLOUNE ,*Synthèse verte et caractérisation des nanoparticules à l'aide de d'extrait de menthe (Doctoral dissertation, Université KASDI-MRBAH Ouargla).*
- [31] :I. Bounekhla, *Synthèse Verte des Nanoparticules d'argent à partir d'extraits de plantes : Caractérisation Structurale et Application Catalytique ,Mémoir master, UNIVERSITE ABOU-BEKR BELKAID- TLEMCEEN ,2024.*
- [32] : S.BERRACHED, S.BELLOUATI, *Élaboration et application des nanoparticules d'argent ,mémoir master, UNIVERSITAIRE BELHADJ BOUCHAIB D'AÏN-TEMOUCHENT ,2022.*
- [33] : K.BOULKOU MANE,F. MOUISSI, *Synthèse des nanoparticules d'argent par méthode biologique pour des applications antibactériennes et photocatalytiques (Doctoral dissertation , NIVVRSITÉ KASDI MERBAH OUARGLA).*
- [34] : <https://www.alamyimages.fr/photo-image-pepite-d-argent-natif-du-liberia-isole-sur-fond-blanc-173494777.html>
- [35] : F. MOUSSI, N.ZERROUKI, *L'évaluation de quelques activités biologiques d'extrait aqueux et des nanoparticules à base d'extrait aqueux d'une plante médicinale (Inula viscosa) de la région de Ain Temouchent ,2022 .*
- [36] : R.BOUMARF ,S.KEMOUGUETTE ,*Biosynthèse des nanoparticules d'argent et applications ,Mémoir master , Université 8 Mai ,2020 .*
- [37] :S .Harsa ,*Étude de l'effet de l'ajout des nanoparticules (TiO₂) et (ZnO) préparées à l'aide des extraits de plantes sur l'activité biologique de certains antibiotiques.mémoir master, Université Kasdi Merbah Ouargla,2022 .*
- [38] : N.HADDAD , *Synthèse Verte Des Nanoparticules A Effet Antibactérien (Doctoral dissertation, Université Abdelhamid Ibn Badis-Mostaganem,2024*
- [39] : N.ZAARAT , I.SENOUCI, *Synthèse Verte et application de Nanocomposites silice argent, Université - Ain Témouchent - BELHADJ Bouchaib –(2022) .*
- [40] :S. MAHBOUB S, *Biosynthèse et application des nanoparticules (Ag, CuO et ZnO) à partir des plantes sahariennes, UNIVERSITE KASDI MARBAH OUARGLA ,2023.*

[41] : H.KHELLOUFE , Z. KH SYNTHÈSE ET ACTIVITÉ BIOLOGIQUE DE NANOPARTICULE D'ARGENT, UNIVERSITAIRE BELHADJ BOUCHAIB D'AÏN-TEMOUCHENT.

Chapitre III : Matériels et Méthodes.

L'objectif de cette section expérimentale est de décrire les différentes procédures utilisées pour synthétiser et caractériser des nanoparticules d'argent par une méthode verte utilisant un extrait aqueux de parties aériennes de *Teucrium polium*. Les matériaux et les conditions de préparation de l'extrait végétal sont d'abord présentés, puis le processus de biosynthèse des nanoparticules est décrit. Les techniques d'analyse appliquées, incluant la diffraction des rayons X (DRX), la spectroscopie infrarouge (FTIR) et la spectroscopie UV-visible, visent à déterminer les propriétés, la structure et la formation des nanoparticules obtenues. Enfin, afin d'optimiser le procédé, l'impact de divers paramètres (pH, quantité d'extrait, concentration de nitrate d'argent) sur l'efficacité de la synthèse est examiné.

III. 1. Matériels et méthodes

III.2.1 : Matériels utilisés

a) Matériel végétal

Dans le cadre de ce travail, les parties aériennes de la plante *Teucrium polium* ont été sélectionnées comme source végétale. Cette espèce médicinale est reconnue pour sa richesse en composés phytochimiques aux propriétés réductrices et antioxydantes.

b) Réactifs, matériel et équipements de laboratoire

Le tableau III.1 ci-dessous regroupe l'ensemble des réactifs chimiques, du matériel de verrerie et des appareils utilisés pour mener à bien les différentes étapes expérimentales de cette étude.

Tableau III.1 : Liste des réactifs, matériels de verrerie et appareils utilisés

Produits chimiques	Matériel	Appareils
Eau distillée	Béchers	Agitateur magnétique
Nitrate d'argent (AgNO_3)	Spatule	Étuve
Hydroxyde de potassium (KOH)	Entonnoir	Centrifugeuse
Hydroxyde de sodium (NaOH)	Erlenmeyer	Spectrophotomètre UV-Visible
Chlorure ferrique (FeCl_3)	Barreau magnétique	Diffractomètre à rayons X (DRX)
	Papier filtre	Spectrophotomètre infrarouge (FTIR)
	Ampoule à décanter	
	Fiole jaugée	
	Plaque chauffante	

III.2. Méthodologie

III.2.1. Préparation de l'extrait aqueux de *Teucrium polium*

Les parties aériennes de *Teucrium polium* ont été séchées à l'air libre, à l'abri de la lumière, pendant trois mois, puis broyées afin d'obtenir une poudre fine. Celle-ci a été conservée dans un flacon en verre hermétiquement fermé, à température ambiante.

L'extrait aqueux a été préparé en plaçant 100 g de poudre végétale dans 1000 ml d'eau distillée, dans un bécher. Le mélange a été porté à ébullition douce à 80 °C pendant une heure. Après refroidissement, la solution a été filtrée à l'aide d'un papier filtre pour éliminer les résidus solides. L'extrait obtenu a été utilisé d'une part pour la réalisation des tests phytochimiques, et d'autre part pour la synthèse des nanoparticules d'argent.



Figure III.1 : l'extrait de *Teucrium polium*.

III.2.2. Criblage phytochimique

Le criblage phytochimique a pour objectif d'identifier les principales familles de composés bioactifs présents dans l'extrait végétal utilisé. Ces tests reposent sur des réactions physico-chimiques simples permettant de révéler la présence de certaines classes de substances naturelles.

1) Test de détection des flavonoïdes

Un test qualitatif a été réalisé afin de mettre en évidence la présence de flavonoïdes dans l'extrait aqueux de *Teucrium polium* utilisé pour la synthèse verte des nanoparticules d'argent. Pour ce faire, une petite quantité d'extrait a été mélangée à quelques gouttes d'une solution de chlorure ferrique à 10 %. L'apparition d'un précipité de couleur verte indique la présence de flavonoïdes, lesquels interagissent avec les ions ferreux pour former des complexes colorés caractéristiques[1].



Figure III.2 : Test de détection des flavonoïdes.

2) Test de détection des glucides

La recherche de glucides dans l'extrait aqueux de *Teucrium polium* a été réalisée à l'aide d'un test de caractérisation simple. Une portion mesurée de l'extrait a été mise en contact avec 5mL de solution d'hydroxyde de potassium (KOH). Après mélange, une coloration grisâtre a été observée, traduisant une réaction chimique entre les composés présents dans l'extrait et la base forte[1]. Ce changement de couleur est interprété comme un indicateur de la présence potentielle de glucides, suggérant que ces composés sont bien représentés dans la matrice végétale analysée.



Figure III.3 : Test de détection des glucides .

3) Détection des composés phénoliques

Un test qualitatif a été effectué afin d'identifier la présence éventuelle de composés phénoliques dans l'extrait végétal. Pour cela, une portion de l'extrait a été mélangée avec quelques gouttes d'une solution de dichromate de potassium ($K_2Cr_2O_7$). L'apparition d'une

coloration foncée a été observée après l'ajout du réactif. Ce changement de couleur résulte d'une réaction d'oxydoréduction entre les composés phénoliques et l'agent oxydant, indiquant ainsi leur présence probable dans l'extrait analysé [2].

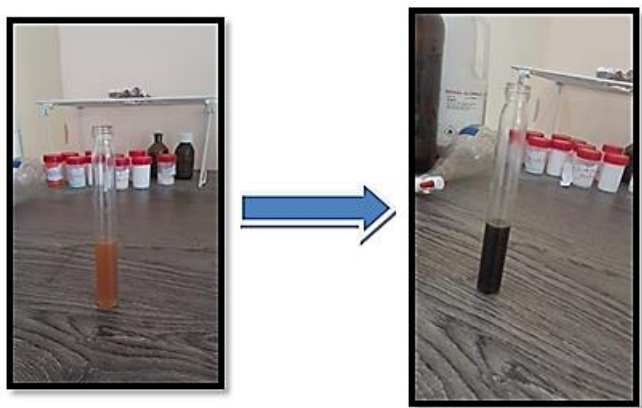


Figure III.4 : Test Détection des composés phénoliques.

III.2.3. Préparation de la solution de nitrate d'argent :

Une solution de nitrate d'argent à 10 mM a été préparée en dissolvant précisément 0,17 g de AgNO_3 dans 1000 ml d'eau distillée, sous agitation continue pendant 15 minutes afin d'assurer une dissolution homogène. En raison de la photosensibilité du nitrate d'argent, la solution obtenue a été conservée dans un flacon en verre ambré, à l'abri de la lumière, pour éviter toute dégradation liée à l'exposition lumineuse.

III.3. Biosynthèse des nanoparticules d'argent

La biosynthèse des nanoparticules d'argent est faite en ajoutant 20 ml d'extrait aqueux de *Teucrium polium* dans 90 ml d'une solution de nitrate d'argent AgNO_3 à 10 mM. Le mélange est agité à 85 °C pendant 1 heure. L'extrait de la plante de *Teucrium polium* sert d'agent réducteur et stabilisant. L'apparition de l'AgNPs est confirmée par un changement de couleur. Après 48 heures, la solution de nanoparticules d'argent (AgNPs) a été soumise à une centrifugation à 4000 tours par minute (tr/min) pendant 30 minutes [3]. Le protocole de synthèse est résumé dans la **Figure III. 5**.

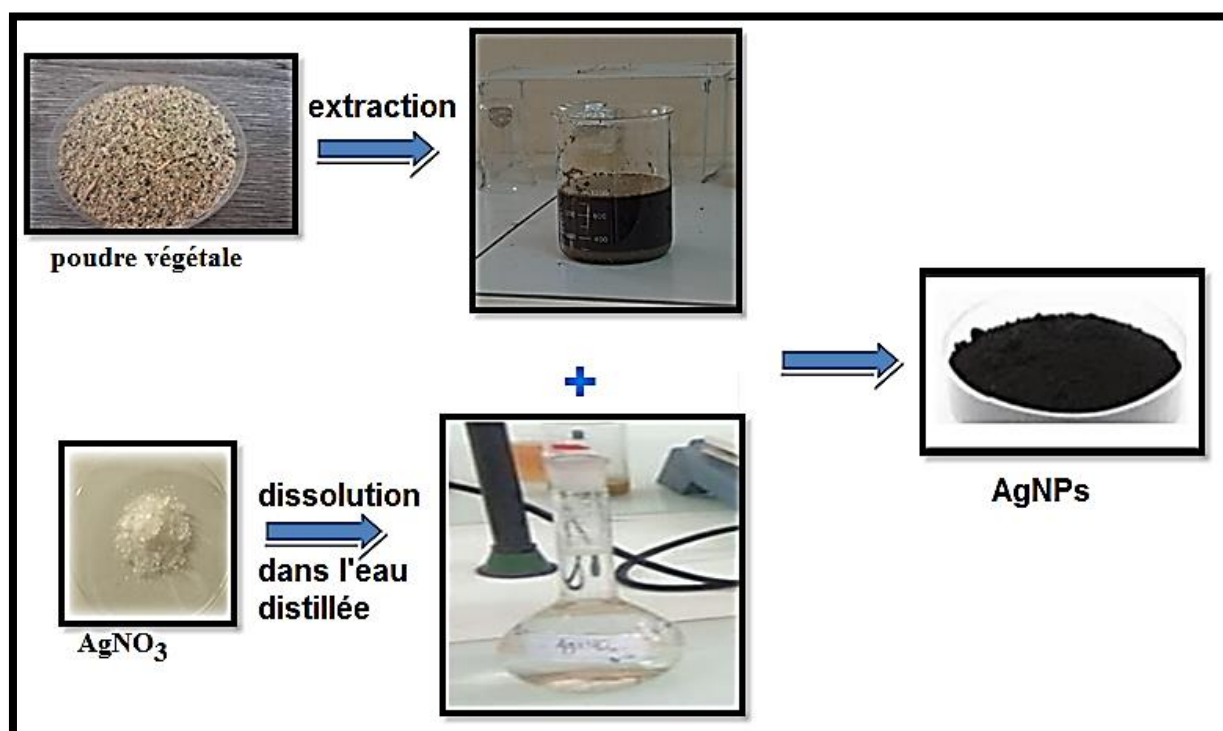


Figure IV. 5 : protocole de synthèse de nanoparticules d'argent .

III.3. 1. Optimisation des paramètres de synthèse

La synthèse des nanoparticules d'argent (AgNPs) à partir de l'extrait de *Teucrium polium* est influencée par plusieurs paramètres expérimentaux. Ces paramètres jouent un rôle clé dans le contrôle de la taille, de la forme et de la stabilité des nanoparticules obtenues.

Dans cette étude, nous avons examiné l'effet de différents facteurs : le pH, la concentration de la solution de nitrate d'argent (AgNO₃) et la quantité d'extrait végétal. Tous les essais ont été réalisés à une température constante de 85 °C.

III.3. 1. 1.Effet de la quantité d'extrait végétal

L'effet de la quantité d'extrait végétal sur la synthèse des nanoparticules d'argent (AgNPs) a été étudié en suivant le protocole décrit par Secario et al. [4]. Pour cela, différents volumes d'extrait (0,25 mL, 0,5 mL, 1 mL et 2 mL) ont été ajoutés à une solution de 9 mL de nitrate d'argent (AgNO₃).

Le mélange a été incubé pendant 48 heures, permettant ainsi la réaction de réduction des ions Ag^+ par les composés bioactifs présents dans l'extrait. Cette expérience visait à déterminer la quantité optimale d'extrait permettant une production maximale de nanoparticules.



Figure III.6 :Image des Effet de la quantité d'extrait végétal .

II.3.2.2. Effet de la concentration du nitrate d'argent

la concentration du nitrate d'argent (AgNPs) a été réalisée en suivant le protocole décrit par Yahaya et al. [5]. Pour cela, plusieurs concentrations d' AgNO_3 ont été testées : 1, 2, 4, 6, 8 et 10 mM. Les autres paramètres de la réaction ont été maintenus constants afin de ne faire varier que la concentration du précurseur métallique.

Lors de chaque expérience, 9 mL de la solution d' AgNO_3 (à la concentration choisie) ont été mélangés avec 2 mL d'extrait végétal. Le mélange a ensuite été incubé pendant 48 heures à température ambiante.



Figure III .7 :Image des Effet de la concentration du nitrate d'argent .

II.3. 1.2. Effet du pH

L'effet du pH sur la synthèse des nanoparticules d'argent a été étudié en suivant le protocole proposé par Khan et al. [6]. Pour cela, 2 mL de l'extrait ont été mélangés avec 9 mL de solution de nitrate d'argent (AgNO_3), puis incubés pendant 48 heures. L'expérience a été répétée à huit valeurs de pH différentes : 5, 7, 8, 9, 10, 11, 12 et 13. Le pH des mélanges a été ajusté à l'aide de solutions d'hydroxyde de sodium (NaOH). La formation des nanoparticules d'argent a été confirmée par spectroscopie UV-Visible, qui permet de détecter la présence des nanoparticules grâce à leur absorption caractéristique.



Figure III .8 :Image des effet de PH.

III.4. Méthode de caractérisation des nanoparticules

Compte tenu du caractère nanométrique et cristallin des matériaux synthétisés dans cette étude, l'utilisation de nombreuses méthodes expérimentales a été nécessaire. Pour connaître les propriétés et les applications de ces nanoparticules préparées, dont les plus importantes de ces méthodes approuvées sont :

III. 4. 1. Spectroscopie UV-visible

La caractérisation de l'extrait aqueux et le suivi de la formation des nanoparticules d'argent (AgNPs) ont été réalisés à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible (modèle SDR 6000 UV-VIS). Les spectres d'absorption ont été mesurés sur le milieu réactionnel, couvrant une gamme de longueurs d'onde de 200 à 800 nm, au sein du laboratoire de Génie civil,

Hydraulique, Développement Durable et Environnement "LARGHYDE" de l'Université de Biskra.

III. 4. 2. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier

Afin de confirmer l'interaction entre les ions Ag^+ et les composés phytochimiques présents dans l'extrait de plante étudié, une analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) a été réalisée. L'appareil utilisé était un spectromètre FTIR-8400S de marque Shimadzu, opérant dans une plage spectrale allant de 4000 à 400 cm^{-1} .

III. 4. 3. Diffraction des rayons X (DRX)

La caractérisation DRX des échantillons a été réalisée sur un diffractomètre D8 Advance-Bruker, équipé d'une source $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 0,1540 \text{ nm}$). Les données ont été acquises sur une plage de 2θ de 20 à 80°, avec un incrément de 0,02° et une vitesse de balayage de 2°/min.

Références

- [1] Audu SA, Mohammad I, Kaita HA. Phytochemical screening of the leaves of *Lophira lanceolata* (Ochanaceae). *Life Science Journal*. 2007; 4(4):75-79.
- [2] Kumar R, Sharma S, Devi L. Investigation of Total Phenolic, Flavonoid Contents and Antioxidant Activity from Extract of *Azadirachta indica* of Bundelkhand Region. *International Journal of Life Sciences and Scientific Reserch*. 2018, 4(4):1925-1933.
- [3] Mohammed, S. M., & Al-Niaame, A. E. (2021). Biosynthesis and characterization of silver nanop articles by using *Teucrium polium* L. flowers extract and its antibacterial activity against clinical isolates from burns and wounds. *Biochemical & Cellular Archives*, 21.
- [4] Secario, M. K., Truong, T. T. V., Chen, C. C., Lai, J. Y., & Lue, S. J. (2024). Size-dependent antibacterial efficacy of silver nanoparticles from a green synthesis method: Effects of extract quantity and origin. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 161, 105511
- [5] Yahaya, M. K., Sumaila, A., Abdulazeez, M. A., *et al.* Effect of Selected Parameters on the Biosynthesis of Silver Nanoparticles. *ATBU Journal of Science, Technology and Education*, 024, vol. 12, no 2, p. 541-550.
- [6] Khan, N. T., Jameel, N., & Rehman, S. U. A. (2016). Optimizing Physioculture Conditions for the Synthesis of Silver Nanoparticles from *Aspergillus niger*. *J Nanomed Nanotechnol*, 7(402), 2.

Conclusion général

Conclusion générale

Les nanoparticules d'argent (AgNPs) représentent aujourd'hui un champ d'intérêt majeur grâce à leurs propriétés physico-chimiques remarquables et à leur polyvalence d'application, notamment dans les domaines biomédical, environnemental et industriel. Toutefois, les méthodes de synthèse traditionnelles reposent sur l'utilisation de substances chimiques souvent toxiques, coûteuses et peu compatibles avec les principes du développement durable. En réponse à ces limites, la voie de la synthèse verte, qui repose sur l'utilisation de ressources naturelles comme les extraits végétaux, se présente comme une alternative prometteuse.

Dans le cadre de ce travail, nous avons étudié la possibilité de produire des nanoparticules d'argent par biosynthèse en utilisant l'extrait aqueux de *Teucrium polium*, une plante médicinale connue pour ses propriétés antioxydantes et antimicrobiennes. Cette plante, riche en composés secondaires, a été exploitée en tant qu'agent réducteur et stabilisant. L'un des objectifs principaux de cette étude était d'évaluer l'efficacité de cet extrait dans la formation des AgNPs, tout en analysant l'effet de différents paramètres opératoires sur leurs caractéristiques physico-chimiques.

Les résultats du criblage phytochimique ont révélé la présence de plusieurs familles de composés bioactifs, notamment les flavonoïdes, composés phénoliques, saponines, glycosides et sucres réducteurs. Ces biomolécules jouent un rôle crucial dans le processus de réduction des ions argent (Ag^+) en particules métalliques (Ag^0), tout en assurant leur stabilisation.

Les analyses par spectroscopie UV-Visible ont confirmé la formation des nanoparticules d'argent par l'apparition de bandes d'absorption spécifiques à la résonance plasmonique de surface (SPR). La première méthode de synthèse a produit un pic unique à 409 nm, suggérant une population relativement homogène de nanoparticules. En revanche, la deuxième méthode a généré plusieurs pics (à 412, 455 et 497 nm), indiquant une plus grande diversité de tailles et de formes.

L'étude des spectres FTIR a mis en évidence plusieurs bandes caractéristiques, notamment à 3430 cm^{-1} , 1638 cm^{-1} , 1383 cm^{-1} et 1040 cm^{-1} , associées à des fonctions chimiques impliquées dans la réduction et la stabilisation des AgNPs. Ces signaux traduisent la présence

de groupes hydroxyles, carbonyles et autres liaisons organiques propres aux métabolites de la plante.

Par ailleurs, la diffraction des rayons X (DRX) a permis de distinguer les phases cristallines des matériaux formés. La première méthode a largement favorisé la formation d'argent métallique avec un rapport Ag/AgCl estimé à 75/25, tandis que la deuxième méthode a conduit majoritairement à la formation de chlorure d'argent, avec un rapport inverse estimé à 95/5. Ce contraste suggère que les conditions opératoires influencent fortement le type de produit obtenu.

L'étude des paramètres de synthèse a mis en évidence que l'augmentation du volume d'extrait (jusqu'à 2 mL) renforce l'efficacité de la formation des nanoparticules. De plus, une concentration de nitrate d'argent comprise entre 6 et 10mM s'est révélée optimale. Enfin, le pH du milieu a montré un effet significatif sur la réaction : des rendements maximaux ont été obtenus à pH 5,59 et 10, alors qu'un milieu trop basique (pH 12) a freiné la formation ou favorisé l'agglomération des particules.

En conclusion, les résultats obtenus démontrent que *Teucrium polium* constitue un excellent agent bio-réducteur et stabilisant pour la synthèse verte des nanoparticules d'argent. Le procédé mis au point est à la fois simple, efficace et respectueux de l'environnement. Il offre une flexibilité de contrôle sur les propriétés des AgNPs, ce qui ouvre la voie à de nombreuses applications potentielles dans les domaines de la santé, de la dépollution et de la catalyse.

Résumé

Dans cette étude, une méthode de synthèse verte a été développée pour produire des nanoparticules d'argent (AgNPs) en utilisant l'extrait aqueux de *Teucrium polium* comme agent réducteur et stabilisant. L'analyse phytochimique de l'extrait a révélé la présence de composés bioactifs (flavonoïdes, phénols, saponines and glycosides) impliqués dans la réduction des ions Ag^+ en argent métallique (Ag^0) et dans la stabilisation des nanoparticules. Les AgNPs ont été caractérisées par spectroscopie UV-Visible, FTIR et diffraction des rayons X (DRX). Les résultats montrent que les paramètres de synthèse, notamment le volume d'extrait, la concentration en AgNO_3 (6–10 mM) et le pH (optimal à 5,59 et 10), influencent fortement la structure, la taille et la nature des nanoparticules obtenues. La synthèse peut ainsi être orientée vers la formation d'argent métallique ou de chlorure d'argent selon les conditions expérimentales.

Cette approche confirme l'efficacité de *Teucrium polium* comme alternative végétale durable pour la production de nanoparticules d'argent, ouvrant des perspectives prometteuses pour des applications dans les domaines médical, environnemental et catalytique.

Abstract

In this study, a green synthesis approach was developed to produce silver nanoparticles (AgNPs) using the aqueous extract of *Teucrium polium* as both a reducing and stabilizing agent. Phytochemical analysis of the extract revealed the presence of bioactive compounds (flavonoids, phenolic compounds, saponins, glycosides, and reducing sugars, which contributed to the reduction of Ag^+ ions into metallic silver (Ag^0) and ensured nanoparticle stabilization.

The synthesized AgNPs were characterized using UV-Visible spectroscopy, Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR), and X-ray diffraction (XRD). The results showed that synthesis parameters, particularly the volume of plant extract, silver nitrate concentration (optimal between 6 and 10 mM), and reaction pH (optimal at 5.59 and 10), significantly influence the structure, size and nature of the nanoparticles obtained. Depending on these conditions, the process favored the formation of either metallic silver or silver chloride.

This study highlights the potential of *Teucrium polium* as an efficient and eco-friendly biosynthetic agent for the production of silver nanoparticles. The developed method is simple,

cost-effective, and sustainable, offering promising opportunities for applications in biomedical, environmental, and catalytic fields.

الملخص

في هذه الدراسة، تم تطوير منهجية صديقة للبيئة من أجل تحضير جسيمات الفضة النانوية (AgNPs) باستخدام المستخلص المائي لنبات *Teucrium polium* بوصفه عاملاً مختزلاً ومثبتاً في آن واحد. وقد أظهرت التحاليل الفيتوكيميائية للمستخلص وجود مركبات نشطة بيولوجياً (مثل الفلافونويدات، والمركبات الفينولية، والصابونين، والكلوكوزيدات) التي ساهمت في اختزال أيونات الفضة (Ag^+) إلى الفضة المعدنية (Ag^0) وتثبيت الجسيمات الناتجة.

تم توصيف الجسيمات النانوية المحضرة باستخدام تقنيات الطيف فوق البنفسجي-المرئي (UV-Vis)، والتحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء (FTIR)، والحيود بالأشعة السينية (XRD). وقد بينت النتائج أن ظروف التفاعل، ولا سيما حجم المستخلص النباتي وتركيز نترات الفضة (بين 6 و 10 ملليمول) ودرجة الحموضة (pH) المتلى (5.59 و 10)، تؤثر بشكل كبير على البنية والشكل والطور البلوري للجسيمات الناتجة. وُجد أن هذه الظروف قد توجه التفاعل نحو تكوين الفضة المعدنية أو كلوريد الفضة.

تؤكد هذه الدراسة فعالية *Teucrium polium* كمصدر نباتي مستدام وفعال لتخليق جسيمات الفضة النانوية بطريقة خضراء، كما تبرز إمكانية استخدام هذه الجسيمات في تطبيقات واعدة في المجالات الطبية والبيئية والتحفيزية.