

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
République Algérienne Démocratique et Populaire  
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة غرداية  
Université de Ghardaïa

N° d'enregistrement



كلية العلوم والتكنولوجيا  
Faculté des Sciences et de la Technologie

قسم هندسة الطرائق

Département de Génie des Procédés

Mémoire de fin d'étude, en vue de l'obtention du diplôme

**Master**

Domaine: Sciences et Technologie

Filière: Génie des Procédés

Spécialité: Génie Chimique

**Thème**

**Biosynthèse et caractérisation des nanoparticules  
d'oxyde de magnésium par l'extrait des plantes**

Présenté par :  
Boudraa Marwa

Le jury composé de:

Prénom et nom	Grade	Université	Président
Dr. Boukhari Hamed	MCB	Université de Ghardaïa	Encadrant
Dr. KHANE Yasmina	MCB	Université de Ghardaïa	Co-encadrant
Dr. Touiti Farid	MCB	Université de Ghardaïa	Examineur
Dr. Hafsi Zolikha	MCB	Université de Ghardaïa	Examineur

Année universitaire 2021/2022



*Je dédie ce travail, qui est l'aboutissement de toutes les années d'études, qui ne se sont pas terminées sans votre amour et vos encouragements :*

*Je remercie Dieu Tout-Puissant de je avoir donné le courage, la patience et la volonté de faire ce travail.*

*Je dédie cet acte humble, en particulier à mes parents pour les encourager et les aider.*

*Pour ma Mère qui représente ma vie, Je te dédie ce travail en témoignage de mon profond amour. Puisse Dieu, le tout puissant, te préserver et t'accorder santé, longue vie et bonheur.*

*Pour mon père qui il y a Aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour, l'estime, le dévouement et le respect que j'ai toujours eu pour vous, Ce travail est le fruit de tes sacrifices que tu as consentis pour mon éducation et ma formation.*

*Merci de votre patience à nous accompagner toutes ces années.*

*À mon sœur: Safa et mes frères: Amer, Abdo Nouer et toute la famille pour leur présence constante et leurs encouragements.*

*À tous mes amis qui me connaisse de près ou de loin.*

*Et à ceux qui je suis chers et à ceux qui nous ont aidés dans l'accomplissement de ce travail.*





# Remerciements

*Avant toute, je remercie Dieu qui j'ai guidé tout le long de ce chemin afin de réalisation ce modeste travail.*

*Je souhaiterais tout d'abord remercier Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique ainsi que l'Université de Ghardaïa.*

*Je remercie **Dr. Boukhari Hamed** et **Dr. Khane Yasmine** qui a contribué au succès de mon stage .Grâce à leur bonté et leur gentillesse, Ils m'ont accordé une grande confiance en me proposant cette étude et en acceptant d'encadrer mon travail. Surtout en corrigeant ce manuscrit. Je remercie également **Mr. Zoukel Abdelhalim** directeur de Plateau Techniques d'Analyse Physico-Chimique CRAPC Pour son temps et d'avoir mis tous les caractérisations à notre disposition.*

*Un grand merci aux membres du jury, Merci à **Dr. Touiti Farid** et merci aussi à **Dr. Hafsi Zolikhha** qu'a accepté d'examiner ce travail à tous nos professeurs qui n'ont ménagé aucun effort pour nous transmettre leurs connaissances au cours de notre cursus universitaire. Je remercie également tous mes amis et collègues du lot génie chimique 2021/2022*

*Je remercie également à tous membres de laboratoire, chercheurs, techniciens et ingénieurs avec qui j'eus le plaisir de travailler.*

*Enfin, Je ne pourrie oublier de remercier du fond du cœur mon parents, mon sœur ,mes frères, toute ma famille et mes amis pour nous avoir toujours permis de suivre le chemin des études. Merci pour leurs soutiens, leurs encouragements et surtout leur amour qui a toujours été une source motivante.*

*Merci à tous et à toutes.*



## *Résumé*

Dans cette étude, des nanoparticules d'oxyde de magnésium ont été synthétisées écologiques, moins coûteux par une méthode sol-gel auto-combustion en utilisant deux types d'extraits des plantes différents, l'*Oxalis pes-caprae* et le *Pélargonium graveolens* du sud de l'Algérie (Ghardaïa) comme agent réducteur-stabilisant en raison de la présence de composés phytochimiques dans l'extrait de feuille, Utilisation de nature différente des extraits entre fraîche et sèche. La formation de nanoparticules de MgO et l'influence de différents paramètres sur la taille et la morphologie des nanoparticules ont été confirmées par des résultats de microscopie électronique à balayage (MEB) indiquant que les MgO-NP étaient principalement de forme sphérique et que les spectres EDX soutenaient également la formation de MgO-NP. La nature cristalline et les tailles des MgO-NPs ont été étudiées par diffraction des rayons X (XRD) et ont indiqué la structure cubique à faces centrées de tailles moyennes comprises entre 25,8 et 28,5 nm. De plus, les nanoparticules d'oxyde de magnésium ont également d'excellentes propriétés antioxydants.

**Mots clés :** nanoparticules d'Oxyde de magnésium, *Pélargonium graveolens*, *Oxalis pes-caprae*, propriétés d'antioxydants, sol-gel auto-combustion.

## *Abstract*

In this study, Magnesium oxide nanoparticles were synthesized through an eco-friendly sol-gel auto-combustion method using two different types of plant extracts: *Oxalis pes-caprae* and *Pelargonium graveolens* from southern Algeria (Ghardaia) as a reducing-stabilizing agent because of the presence of phytochemicals in the leaf extract and because the nature of the extracts differed between fresh and dry. The formation of MgO nanoparticles and the influence of different plant extracts on the size and morphology of nanoparticles were confirmed by scanning electron microscopy (SEM) results, indicating that MgO-NPs were mostly spherical in shape, and the EDX spectra also supported the formation of MgO-NPs. The crystalline nature and sizes of MgNPs were studied by X-ray diffraction (XRD) pattern and indicated the face-centered cubic structure of average sizes between 25.8 and 28.5nm. Additionally, magnesium oxide nanoparticles also have excellent antioxidant properties.

**Keywords:** magnesium oxide nanoparticles, *Pelargonium graveolens*, *Oxalis pes-caprae*, antioxidant properties, Sol - Gel auto-combustion.

## الملخص

في هذه الدراسة ، تم تصنيع الجسيمات النانوية لأكسيد المغنيسيوم من خلال طريقة الـسول-جل ذات الاحتراق التلقائي الصديقة للبيئة باستخدام نوعين مختلفين من المستخلصات النباتية من الحميض ( *Oxalis pes-caprae* ) و العطرشة (*Pelargonium Gravolens*) من جنوب الجزائر (غرداية) كعامل استقرار و اختزال لوجود مواد كيميائية نباتية في مستخلص الأوراق. وذلك باستخدام طبيعة مختلفة من المستخلصات بين طازج وجاف. تم تأكيد تكوين الجسيمات النانوية MgO وتأثير المعلمات المختلفة على حجم وشكل الجسيمات النانوية عن طريق مسح نتائج المجهر الإلكتروني (SEM) التي تشير إلى أن MgO-NPs كانت في الغالب كروية الشكل وأن أطياف EDX تدعم أيضًا تكوين MgO-NPs. تمت دراسة الطبيعة وأحجام MgO-NPs البلورية بواسطة نمط حيود الأشعة السينية (XRD) وأشارت إلى الهيكل المكعب متمركز الوجه بمتوسط أحجام تتراوح بين 25.8-28.5 نانومتر. بالإضافة إلى ذلك ، فإن الجسيمات النانوية من أكسيد المغنيسيوم لها أيضًا خصائص ممتازة مضادة للأكسدة.

**الكلمات المفتاحية :** الجسيمات النانوية لأكسيد المغنيسيوم ، العطرشة، الحميض ، الخواص المضادة للأكسدة ، سول - جل الاحتراق التلقائي.

# Liste des tableaux

Page

## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

<b>Tableau I. 1</b> : Exemples de champs d'application en fonction du type de nanoparticule	<b>19</b>
<b>Tableaux I. 2</b> : Trois grandes catégories des procédés de synthèse nanoparticules	<b>21</b>
<b>Tableau I. 3</b> : Différentes techniques de caractérisation des nanoparticules	<b>21</b>
<b>Tableaux I.4</b> : Positions des éléments dans la structure MgO	<b>23</b>
<b>Tableau I. 5</b> : D'exemples de synthèse de nanoparticules de MgO par méthodes de chimie verte.	<b>26</b>

## Chapitre II: Synthèse et caractérisation

<b>Tableau II.1</b> : Tableau des produits et Matériels	<b>39</b>
<b>Tableau II. 2</b> : Classification de Pelargonium graveolens	<b>40</b>
<b>Tableau II. 3</b> : Classification d'Oxalis pes- caprae	<b>43</b>

## Chapitre III : Résultats et Discussion

<b>Tableau III.1</b> : Extraction des composés phénoliques	<b>64</b>
<b>Tableau III.2</b> : Taille moyenne des cristallites de MgO	<b>69</b>
<b>Tableau III.3</b> : Surfaces spécifiques et le paramètre de maille, la masse volumique des nanomatériaux MgO	<b>71</b>
<b>Tableau III.4</b> : Compositions chimique de échantillon synthétisées avec de l'extrait aqueux de pélagonium graveolens fraîche	<b>75</b>
<b>Tableau III.5</b> : Compositions chimique de échantillon synthétisées avec de l'extrait aqueux de pélagonium graveolens sèche	<b>76</b>
<b>Tableau III.6</b> : Compositions chimique de échantillon synthétisées avec de l'extrait aqueux d'oxalis pes- caprae fraîche	<b>77</b>
<b>Tableau III.7</b> : Compositions chimique de échantillon synthétisées avec de l'extrait aqueux d'oxalis pes- caprae sèche	<b>77</b>
<b>Tableau III.8</b> : Compositions chimique de nanoparticule MgO avec des différent l'extraits	<b>78</b>
<b>Tableau III.9</b> : Pourcentage d'inhibition du radical DPPH et les valeurs de CE <sub>50</sub> des échantillons testés	<b>81</b>

# Liste des Figures

Page

## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

<b>Figure I. 1</b> : L'échelle nanoscopique dans le nano-monde	<b>6</b>
<b>Figure I. 2</b> : SEM images of the oil-soluble CdSe/ZnS quantum dots	<b>7</b>
<b>Figure I.3</b> : Observation par Microscopie Electronique à Balayage de nanoparticules d'or	<b>8</b>
<b>Figure I.4</b> : Image SEM de nanotubes d'or qui ont été brisés par sonication pour montrer leurs sections transversales. Les nanotubes d'or ont été préparés en réagissant des nanofils d'argent avec une solution aqueuse H <sub>2</sub> AuCl <sub>4</sub>	<b>8</b>
<b>Figure I. 5</b> : SEM image of Graphene oxide	<b>9</b>
<b>Figure I. 6</b> : Schéma explique les agrégats et agglomérats, particule isolée de nano-objet	<b>10</b>
<b>Figure I. 7</b> : Image MEB du nanocomposite Cu-TiO <sub>2</sub> synthétisé	<b>10</b>
<b>Figure I. 8</b> : Images MEB des films poreux de polymères conducteurs préparés à partir de différentes concentrations de solutions de polymères : a) 0,08 %; b) 0,1 %; c) 0,2 %; d) 0,4 %; dans lequel les nanoparticules de différentes tailles s'agglomèrent et sont attachées aux nanofibres interconnectées	<b>11</b>
<b>Figure I. 9</b> : Nanomatériaux avec une variété de morphologie	<b>11</b>
<b>Figure I. 10</b> : Schéma récapitulatif des différents types et applications de nanomatériaux	<b>12</b>
<b>Figure I. 11</b> : Formes allotropiques du carbone	<b>14</b>
<b>Figure I.12</b> : Schéma de l'approche descendante (top-down) et l'approche construction (bottom-up)	<b>20</b>
<b>Figure I. 13</b> : Schéma Rocksalt de MgO	<b>23</b>
<b>Figure I. 14</b> : Synthèse de nanoparticules MgO par la méthode de précipitation	<b>24</b>
<b>Figure I. 15</b> : Synthèse de nanoparticules MgO par la méthode de hydrothermale	<b>25</b>
<b>Figure I. 16</b> : Représentation schématique du processus sol-gel de synthèse des nanomatériaux	<b>28</b>
<b>Figure I.17</b> : Mécanisme de phytocatalyseur dans semi-conducteur par une énergie $h\nu \geq E_{BV}$	<b>30</b>
<b>Figure I. 18</b> : Applications environnementales des nanoparticules d'oxyde de magnésium	<b>34</b>

## Chapitre II: Synthèse et caractérisation

<b>Figure II.1</b> : Organigramme descriptif de la méthodologie de travail.	<b>38</b>
<b>Figure II.2</b> : Plante de Pélargonium graveolens.	<b>41</b>
<b>Figure II.3</b> : Plante d'Oxalis pes-caprae	<b>44</b>
<b>Figure II.4</b> : Géographie de la zone de prélèvement de plante de Pélargonium graveolens et d'Oxalis pes-caprae (google map, 2020)	<b>45</b>
<b>Figure II.5</b> : Préparation de l'extrait des plantes sèche et fraîche	<b>47</b>
<b>Figure II.6</b> : Ajoute de NH <sub>4</sub> OH dans la solution pour le PH=7	<b>47</b>
<b>Figure II.7</b> : Procédé d'auto-combustion grâce à l'existence de plante d'Oxalis pes-caprae	<b>48</b>
<b>Figure II.8</b> : Etape de préparation des produits	<b>48</b>
<b>Figure II.9</b> : Etape d'hydrolyse	<b>49</b>
<b>Figure II.10</b> : Etape de polycondensation	<b>49</b>
<b>Figure II.11</b> : Etape de vieillissement (Aging)	<b>50</b>
<b>Figure II.12</b> : Etape de séchage	<b>50</b>



<b>Figure II. 13:</b> Etape de traitement thermique(Calcination).	<b>50</b>
<b>Figure II.14 :</b> Synthèses de nanoparticules d'oxyde de magnésium par méthode sol gel auto-combustion	<b>51</b>
<b>Figure II. 15:</b> Schéma d'extraction solide-liquide dans méthanol	<b>52</b>
<b>Figure II. 16 :</b> Éliminations du méthanol avec rota vapeur	<b>53</b>
<b>Figure II.17 :</b> Mécanisme de réaction de chlorure d'aluminium avec les flavonoïdes	<b>55</b>
<b>Figure II.18 :</b> Solution contenant le radical DPPH avant et après l'ajout de l'échantillon de test	<b>57</b>
<b>Figure II. 19 :</b> Illustration de la loi de Bragg.	<b>59</b>
<b>Figure II.20 :</b> Diffractomètre « D2 PHASER »	<b>60</b>
<b>Figure II.21 :</b> Schéma de fonctionnement d'un MEB	<b>61</b>
<b>Figure II.22:</b> Appareille de MEB couplé à l'EDX «SU3500»	<b>62</b>
<b>Figure II.23:</b> Schéma de principe d'une spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie	<b>63</b>

### **Chapitre III : Résultats et Discussion**

<b>Figure III.1:</b> Analyse des nanoparticules MgO synthétisées avec de l'extrait aqueux d'Oxalis pes-caprae a) sèche et b) fraîche par DRX.	<b>68</b>
<b>Figure III.2:</b> Analyse des nanoparticules MgO synthétisées avec de l'extrait aqueux de Pélargonium graveolens a) sèche et b) fraîche par DRX.	<b>69</b>
<b>Figure III.3:</b> Images SEM des nanoparticules MgO synthétisées avec de l'extrait aqueux de Pélargonium graveolens fraîche(a) et sèche(b)	<b>73</b>
<b>Figure III.4:</b> Images SEM des nanoparticules MgO synthétisées avec de l'extrait aqueux d'oxalis pes-caprae fraîche (a) et sèche(b)	<b>73</b>
<b>Figure III.5 :</b> Spectre d'analyse EDX des nanoparticules MgO synthétisées avec de l'extrait aqueux de pélargonium graveolens fraîche	<b>75</b>
<b>Figure III.6 :</b> Spectre d'analyse EDX des nanoparticules MgO synthétisées avec de l'extrait aqueux de pélargonium graveolens sèche	<b>75</b>
<b>Figure III.7 :</b> Spectre d'analyse EDX des nanoparticules MgO synthétisées avec de l'extrait aqueux d'oxalis pes-caprae fraîche	<b>76</b>
<b>Figure III.8 :</b> Spectre d'analyse EDX des nanoparticules MgO synthétisées avec de l'extrait aqueux d'oxalis pes-caprae sèche	<b>77</b>
<b>Figure III.9 :</b> Une représentation schématique du mécanisme de synthèse des nanoparticules métalliques dans un extrait végétal	<b>79</b>
<b>Figure III.10 :</b> Test DPPH	<b>80</b>
<b>Figure III.11 :</b> Histogramme représente pourcentage de réduction du DPPH(%) par l'acide ascorbique, les extraits de Plante d'Oxalis pes-captae et de pélargonium graveolens, NPs d'MgO par les deux extraits.	<b>81</b>

## Liste des abréviations

<b>Abs</b>	Absorbance
<b>A°</b>	Angström
<b>CFC</b>	Cubique à faces centrées
<b>DPPH</b>	Diphenulpicrylhydrazine
<b>DRX</b>	Diffraction des rayons X
<b>EDX</b>	Spectroscopie dispersive de Rayons X
<b>Eq AA</b>	Equivalent d'acide ascorbique.
<b>Eq G</b>	Equivalent d'acide gallique
<b>IC50</b>	Concentration Efficace à 50%
<b>keV</b>	Kiloélectron-volt
<b>K</b>	Kelvin
<b>MEB</b>	Microscope électronique à balayage
<b>MgO NPs</b>	Nanoparticules d'oxyde de magnésium
<b>Mg(NO3)2.6H2O</b>	Nitrate de magnésium hexahydrate
<b>Nm</b>	Nanomètre
<b>Um</b>	Micromètre
<b>N</b>	Nombre d'Avogadro
<b>NH4OH</b>	Hydroxyde d'ammoniac
<b>NPs</b>	Nanoparticules
<b>pH</b>	Potentiel d'Hydrogène
<b>SA</b>	Surface spécifique
<b>S</b>	Siemens
<b>UV - vis</b>	Ultraviolet visible spectromètre
<b>UV</b>	Ultraviolet visible
<b>Pexp</b>	Masse volumique expérimentale
<b>θ</b>	Angle de Bragg
<b>(°)</b>	Degré
<b>%</b>	Pourcentage

# Sommaire

Page

Dédicace	
Remerciements	
Résumé	
Abstract	
ملخص	
Liste des tableaux	
Liste des figures	
Liste des abréviations	
Introduction général	1

## *Première Partie: Recherche Bibliographique*

### *Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules*

I .1. Introduction	5
I .2. Définitions	6
I .2.1. Nano monde	6
I .2.2. Nanosciences	6
I .2.3. Nanotechnologie	6
I .2.4. Nanomatériaux	7
I .3. Nanoparticules	12
I .3.1. Classification des nanoparticules	13
I .3.1.1. Classification des nanoparticules en fonction de leurs sources	13
I .3.1.1.1. Nanoparticules naturelles	13
I .3.1.1.2. Nanoparticules produites par l'homme de façon non intentionnelle	13
I .3.1.1.3. Nanoparticules produites par l'homme de façon intentionnelle	13
I .3.1.2. Classification des nanoparticules en fonction leurs composition chimique	14
I .3.1.2.1. Nanoparticules organiques	14
I .3.1.2.2. Nanoparticules inorganiques	14
I .4. Propriétés des nanoparticules	16
I .4.1. Propriétés de structurelle	16
I .4.2. Propriétés optiques	16
I .4.3. Propriétés électroniques	17
I .4.4. Propriétés mécaniques	17
I .4.5. Propriétés catalytique	18
I .4.6. Propriétés magnétique	18
I .5. Utilisation des nanoparticules	19
I .6. Méthode de synthèse de nanoparticule	20
I .7. Caractérisation des nanoparticules	21
I .8. Nanoparticules d'oxyde de magnésium	22
I .8.1. Généralités	22
I .8.2. Méthodes de synthèse des nanoparticule de MgO	24
I .8.2.1. Précipitation chimique	24
I .8.2.2. Hydrothermale	24
I .8.2.3. Biosynthèse des nanoparticules de MgO	25
I .8.2.4. Méthode sol-gel	26
I .8.2.5. Méthode sol-gel auto-combustion par utiliser la chimie verte	29

I.8.3. Propriétés des nanoparticules d'oxyde de magnésium	29
I.8.3.1. Propriétés phytocatalytique des Nps-MgO	29
I.8.3.2. Propriétés antimicrobien des Nps-MgO	31
I.8.3.3. Propriétés antioxydants des Nps-MgO	32
I.8.4. Applications des nanoparticules d'oxyde de magnésium	33
I.8.4.1. Industriel	33
I.8.4.2. Agriculture	33
I.8.4.3. Environnement	34
I.8.4.4. Clinique	35
I.9. Conclusion	35

## ***Deuxième Partie: Partie pratique***

### ***Chapitre II : Synthèse et caractérisation***

II.1. Introduction	37
II.2. Objective du travail:	37
II.3. Matériel utilisé :	39
II.3.1. Matériels et produits chimiques :	39
II.3.2. Matériel végétal:	39
II.3.2.1. Présentation des plantes	39
II.3.2.1. 1. plante de <i>Pelargonium graveolens</i> :	39
II.3.2.1. 2. plante d' <i>Oxalis pes-caprae</i> :	42
II.4. Récolte du Matériel végétale:	45
II.5. Préparation de l'extrait de d' <i>Oxalis pes-caprae</i> et de la plante de <i>Pelargonium graveolens</i>	45
II.5.1. Lavage	45
II.5.2. Séchage	45
II.5.3. Le broyage	46
II.6. Biosynthèse de nanoparticules de MgO	47
II.7. Caractérisation physico-chimique de la plante d' <i>Oxalis pes-caprae</i> et de la plante de <i>Pelargonium graveolens</i>	51
II.7.1.Extraction des composés phénoliques	51
II.7.2. Dosage des composés phénoliques	53
II.7.2.1. Dosage des poly phénols totaux	53
II.7.2.2. Dosage de la concentration en Ortho-diphénol	54
II.7.2.3. Dosage de la concentration en flavonoïde	54
II.8. Activité biologique	55
II.8.1. Activité antioxydant	55
II.8.1.1. Méthode de DPPH	55
II.9. Caractérisations des nanoparticules formées	57
II.9.1. Diffraction des rayons X(DRX)	57
II.9.2. Microscope électronique à balayage (MEB, SEM)	59
II.9.3. Spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDX)	61

### ***Chapitre III: Résultats et Discussion***

III.1. Introduction	64
III.2. Caractérisation physico-chimique de la plante d' <i>Oxalis pes-caprae</i> et de la plante de <i>Pelargonium graveolens</i>	64

<b>III .2.1. Extraction des composés phénoliques</b>	<b>64</b>
<b>III .2.1.1. Rendement de l'extrait méthanoïque</b>	<b>64</b>
	<b>65</b>
<b>III .2.2. Dosage des composés phénoliques</b>	
<b>III .2.2.1. Polyphénole totaux</b>	<b>65</b>
<b>III .2.2.2. Ortho-diphénols</b>	<b>66</b>
<b>III .2.2.3. Flavonoïdes</b>	<b>66</b>
<b>III .3. Caractérisation des nanoparticules de MgO</b>	<b>66</b>
<b>III .3.1. Diffraction des rayons X(DRX)</b>	<b>66</b>
<b>III .3.1.1. Surface spécifique des nanomatériaux de MgO</b>	<b>70</b>
<b>III .3.2. Microscope électronique à balayage (MEB, SEM)</b>	<b>72</b>
<b>III .3.3. Spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDX)</b>	<b>73</b>
<b>III .4. Mécanisme réactionnel</b>	<b>78</b>
<b>III .5. Résultats des activités biologiques</b>	<b>80</b>
<b>III .5.1. Évaluation de l'activité antioxydant avec piégeage des radicaux DPPH°</b>	<b>80</b>
<b>Conclusion générale</b>	<b>83</b>
<b>Références bibliographiques</b>	
<b>Annexe</b>	

# *Introduction*

## **Introduction Générale**

### **Introduction générale**

Les nanotechnologies représentent aujourd'hui un domaine scientifique et technique en plein essor, et agit comme un pilier pour la poursuite des recherches dans divers domaines [1]. Elle est définie comme la technologie impliquée dans la synthèse, la caractérisation et la génération d'applications à partir des matériaux conçus dont au moins une dimension se situe à l'échelle nanométrique ayant une dimension de 1 à 100 nm [2]. Les nanoparticules présentent de nouvelles propriétés matérielles, qui sont significativement différentes de celles de leurs homologues en vrac [3]. Un aspect important des nanosciences est lié à la conception de méthodes expérimentales pour la synthèse de nanoparticules (NPs) de nombreuses méthodologies incluant des voies physiques, chimiques ont été rapportées dans la littérature académique. Cependant, la plupart des méthodes physiques nécessitent des configurations expérimentales avec des valeurs de consommation d'énergie élevées, des conditions de travail extrêmes, des modèles compliqués, etc. L'approche chimique souffre des inconvénients tels que l'utilisation de solvants organiques nocifs [4] et d'agents réducteurs dangereux [5], la production de sous-produits nocifs et des installations électriques supplémentaires [6].

Pour ces raisons, des chercheurs ont tenté de trouver des méthodes biologiques de synthèse de nanoparticules qui seraient l'alternative aux méthodes chimiques ou physiques. Cette méthode utilise des extraits naturels de biomasse respectueux de l'environnement (tels que des plantes, des champignons, des bactéries et des algues) comme alternative aux produits chimiques nocifs utilisés. Les méthodes biologiques de production de NP sont considérées comme sûres et respectueuses de l'environnement, les étapes de synthèse simples et haute efficacité ; ils sont également rentables et assurent l'élimination complète des produits chimiques toxiques [7].

La synthèse verte de nanoparticules utilisant des extraits de plantes a été utilisée avec succès par des chercheurs du monde entier. [8][9] Cette méthode est pratique, facile à utiliser et produit des nanoparticules à plus grande échelle par rapport aux méthodes de préparation conventionnelles connues [10]. Cette espèce végétale contient divers composés phytochimiques, connus pour être responsables de son activité biologique. Les composés phytochimiques catalysent également la réduction des précurseurs métalliques en nanoparticules d'oxyde métallique et stabilisent les nanoparticules pendant la réaction redox [11].

## Introduction Générale

Cette étude présente une méthode biologique pour la synthèse des NPs MgO à l'aide de l'extrait de plante d'*Oxalis pes-caprae* et de plante de *Pélargonium graveolens* sèche et frais. Lorsque des études ont confirmé la présence de changements qualitatifs et quantitatifs dans la composition phytochimiques des plantes fraîches et séchées de même type [12].

Les nanoparticules d'oxyde de magnésium sont des oxydes métalliques nanoparticulaires hautement ioniques avec des surfaces extrêmement élevées et des morphologies cristallines inhabituelles [13]. Le MgO à l'échelle nanométrique possède des propriétés optiques, électroniques, magnétiques, thermiques, mécaniques et chimiques uniques en raison de ses structures caractéristiques [14]. Qui a été largement utilisé dans divers domaines, tels que médicament pour l'inhibition antibactérienne et antimicrobienne, ils sont également utilisés dans la sorption des ions uranium, la catalyse, et les supraconducteurs, les batteries lithium-ion et la conservation des déchets toxiques. Les nanoparticules d'oxydes métalliques jouent un rôle essentiel dans l'assainissement de l'environnement en traitant les eaux usées, les déchets industriels et domestiques, les sédiments du sol ainsi que la pollution atmosphérique [15].

Les nanoparticules d'oxyde de magnésium possèdent une excellente luminescence pour les applications photoniques, en raison de leurs propriétés thermiques uniques, de leur activité de biodégradabilité et de leur nature non toxique. Ils sont également utilisés dans la fabrication des peintures et de compléments alimentaires en raison de leurs énormes propriétés telles que la légèreté et la comestibilité [16] [17].

Dans la littérature, il existe plusieurs méthodes de synthèse de nanoparticules de MgO, notamment la méthode sol-gel, le dépôt chimique en phase gazeuse, la synthèse hydrothermale [18]. La technique sol-gel est une méthode de préparation d'oxydes ou d'autres matériaux nanométriques utilisant des matières métalliques comme matières premières. La microstructure du produit peut être mieux contrôlée au phase initial du procédé et la taille des particules est homogène. Récemment, la technique sol-gel a été progressivement associée à l'auto-combustion, qui a de nombreuses applications dans la synthèse de matériaux nanophasés, en particulier dans les oxydes à l'échelle nanométrique [19]. la technique sol-gel auto-combustion a été utilisée en chimie verte pour la fabrication des NPs MgO l'aide de matières végétales. Sur la base de la littérature, il existe quelques échantillons de la synthèse de NP MgO à l'aide de feuilles de Neem [20], de Parthenium [21], de citron [22] ou l'extrait dérivé des pelures de *Nephelium lappaceum* L. [23]. Sushma et al. (2016) [24] ont synthétisé



## Introduction Générale

des MgO-NP en utilisant l'extrait de *Clitoria ternatea* et ont signalé un potentiel antioxydant accru pour le système d'ingénierie. Suresh et al. (2018) [25] ont documenté un excellent potentiel pour l'activité antibactérienne et anticancéreuse des MgO-NPs synthétisés à l'aide de l'extrait de feuille de plante à insuline.

L'objectif de la recherche est de préparer de l'oxyde de nano-magnésium d'une manière simple, relativement peu coûteuse et respectueuse de l'environnement pour donner des nanoparticules de grande surface spécifique, en utilisant des extraits naturels de plantes telles que l'extrait de plante d'*Oxalis pes-caprae* et de plante de *Pélargonium graveolens* sèche et fraîche, pour étudier l'effet de la nature de l'extrait aqueux ( fraîche et sèche) de ces plantes pour formé les NPs d'MgO, comme ces plantes sont riches en acide citrique et les composantes phytochimiques (polyphénole, Flavonoïdes), qui interagit avec le nitrate de magnésium. Ils servent de carburant au processus de combustion qui produit des nanoparticules d'oxyde de magnésium.

Ce mémoire est composé de deux parties structurées comme suit :

➤ Synthèse bibliographique :

- Le premier chapitre pour but de présenter d'une étude bibliographique sur l'histoire des nanomatériaux ,des généralités sur les nanomatériaux et les nanoparticules, les principales méthodes de synthèse de nanoparticules en particulier la synthèse par la chimie verte de NPs-MgO à l'aide des différents modèles biologiques tels que les plantes , ainsi leurs applications médicales et environnementales , industriel et leurs activités biologiques les propriétés, les caractérisation .

➤ Partie expérimentale cette partie regroupe deux chapitres :

- Le deuxième chapitre décrit le matériel végétal et les produit utilisé, étude la caractérisation physico-chimique de plante d'*Oxalis pes-caprae* et de plante de *Pélargonium graveolens*. D'autre part, nous avons extrait les composantes photochimiques des plantes et réalisé une méthode sol-gel auto-combustion pour obtenir des nanoparticules de MgO de tailles et de cristallinité contrôlées. et en étudiant ses caractérisation(SEM ,DRX ,EDX), ainsi que les méthodes d'évaluations d'antioxydant, pour les déférents d'extraits des plantes sèche et frais et NPs de MgO formé à partir ces plantes .
- Le troisième chapitre présente les résultats d'analyse physico-chimique des plantes et les caractérisations de notre biosynthèse ainsi que leurs discussions.

## **Introduction Générale**

Enfin, nous concluons sur les principaux résultats significatifs marquants au cours de ce travail de mémoire et nous proposons des perspectives mises en relief afin de résumer l'originalité et l'intérêt du travail effectué.

# *Première partie*

*Recherche*

*Bibliographique*

# ***Chapitre I***

## ***Généralité sur les nanoparticules***

## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

### I .1. Introduction :

Les nanosciences et les nanotechnologies sont l'étude et l'utilisation de choses extrêmement petites, il s'agit des particules dont au moins une dimension est inférieure à 100 nm, et elles peuvent être appliquées dans n'importe quels autres domaines scientifiques, comme la chimie, la biologie, la physique, la science des matériaux et l'ingénierie[26].

Les idées et les concepts derrière, les nanosciences et les nanotechnologies ont commencé par une conférence en 1959, le physicien Richard Feynman déclare "Il y a plein des chambres en bas". Avec cette phrase, le physicien américain propose à la communauté scientifique d'explorer l'univers infiniment petit [E1]. Le terme nanotechnologie a été inventé en 1974 par feu Norio Taniguchi (Université de Tokyo) pour décrire la capacité de concevoir avec précision des matériaux à l'échelle du nanomètre. En réalité, c'est sa définition contemporaine ; Les «matériaux techniques» sont généralement considérés comme couvrant la conception, la caractérisation, la fabrication et l'application des matériaux, et le champ d'application a maintenant été élargi pour inclure les dispositifs et les systèmes ainsi que les matériaux. Ainsi, la nanotechnologie est définie comme la conception et la fabrication de matériaux, d'électronique et de systèmes avec un contrôle à l'échelle nanométrique. Par conséquent, le cœur de la nanotechnologie est la taille et le contrôle[27].

Dans les années 1980, avec la découverte de la microscopie à effet tunnel (STM) et de la microscopie à force atomique (AFM), le nanomonde ouvre véritablement ses portes aux chercheurs. De là, les scientifiques sont parvenus à manipuler les atomes un par un grâce à l'extrême précision de leurs outils. Des objets, des matériaux et des machines à l'échelle nanométrique peuvent alors être conçus, fabriqués et manipulés [E1].

Au cours des deux dernières décennies, les nanoparticules ont suscité un grand intérêt en raison de leurs applications technologiques potentielles. En fait, ils peuvent être utilisés comme matériaux de catalyse[28], capteurs [29], photocatalyse [30], diffusion Raman exaltée de surface (SERS) [31]...etc.

## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

### I.2. Définitions :

#### I.2.1. Nano monde :

Le « nanomonde » est un univers d'entités allant de 1 à 100 nanomètres, qu'elles soient naturelles ou synthétiques. C'est après la découverte de cet "univers infiniment petit" que la recherche en nanosciences et nanotechnologies a émergé[E2].

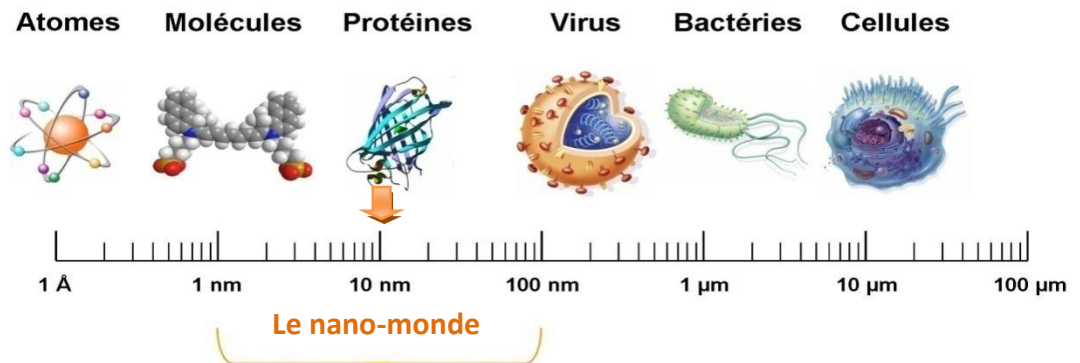


Figure I. 1 :Echelle nanoscopique dans le nano-monde[E3].

#### I.2.2. Nanosciences :

Une distinction est parfois faite entre la nanotechnologie et la nanoscience, cette dernière se concentrant sur l'observation et l'étude des phénomènes à l'échelle nanométrique, et les méthodes de manipulation de la matière à cette échelle, où de nombreuses propriétés de la matière diffèrent de celles à plus grande échelle. Cependant, cette distinction importe peu : la nanotechnologie devra observer, étudier et manipuler la matière au cours de son travail. Cependant, une telle théorie en est encore à ses balbutiements, et les nanotechniciens sont tout aussi susceptibles d'y contribuer que les nanoscientifiques[27].

#### I.2.3. Nanotechnologie :

Le terme nanotechnologie a été inventé pour la première fois en 1974 par le physicien Norio Taiguchi comme un développement prometteur dans la miniaturisation de la fabrication. Le domaine des nanotechnologies est défini comme le domaine pluridisciplinaire impliqué dans la conception et la fabrication aux échelles atomique et moléculaire de structures moléculaires comprenant au moins une dimension comprise entre 1 et 100 nanomètres (nm),aux propriétés physico-chimiques particulièrement exploitables, et pouvant faire l'objet d'actions et d'actions

## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

de contrôle. La nanotechnologie vise à exploiter au mieux les propriétés spécifiques que peuvent posséder les objets à l'échelle nanométrique, qui dans la plupart des cas diffèrent de celles qu'ils présentent à l'échelle macroscopique[E4].

### I.2.4. Nanomatériaux :

Les matériaux de taille nanométrique sont regroupés sous le terme « nanomatériaux ». Ils sont constitués de particules artificielles d'une taille inférieure à 100 nm. C'est un matériau aux propriétés particulières du fait de sa taille et de sa nanostructure.

Les nanomatériaux sont définis comme des matériaux composés ou composés d'objets à l'échelle nanométrique, comprenant au moins une des trois dimensions physiques, et ayant des propriétés spécifiques à l'échelle nanométrique. [32] Il existe deux grandes familles de nanomatériaux[E5].

- **Nano-objets** peuvent se présenter sous forme :
  - **Points quantiques**, C'est un nanomatériau de dimension zéro(les matériaux dont toutes les dimensions sont inférieures à une nanoéchelle (1-100nm) et dont aucune dimension ne dépasse 100nm) [33] , Ils sont des cristaux de taille nanométrique, présentant des propriétés de fluorescence(c'est la propriété de certains atomes et molécules qui leur permet d'absorber la lumière à une longueur d'onde particulière) très intéressantes dans le domaine de l'imagerie médicale. Ils sont utilisés pour la délivrance de drogues et pour l'imagerie ciblée, grâce à leur conjugaison avec des biomolécules[34].

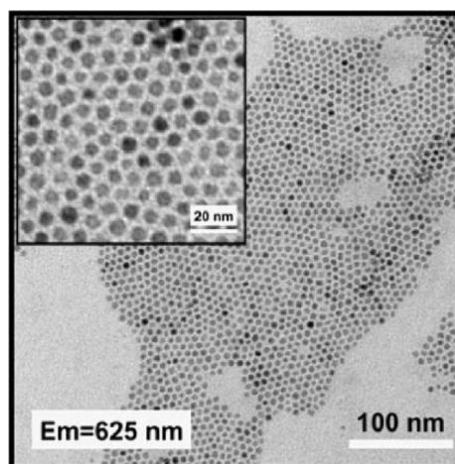
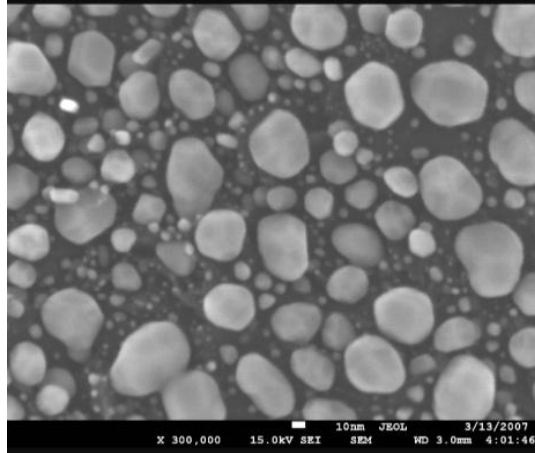


Figure I. 2: SEM images of the oil-soluble CdSe/ZnS quantum dots[35].

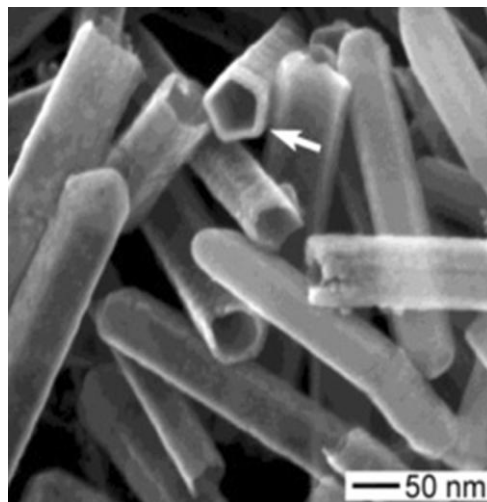
## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

- **Nanoparticule (nanopoudre et poudre ultrafine)**, C'est un nanomatériau de dimension zéro, Pour certaines utilisations, les nanoparticules ne nécessitent pas de structuration particulière et peuvent être utilisés directement.ils est utilisés tels que les pigments pour peintures, les dispersions en milieu Liquide [E4]



**Figure I.3:** Observation par Microscopie Electronique à Balayage de nanoparticules d'or [36].

- **Nanofibres, (les nanotubes, ,nanotiges, nanofiles )** : C'est un nanomatériau de une dimension, ( matériaux dont une dimension est en dehors de la portée d'une nanoéchelle (1-100nm))[13] Ces termes sont généralement, employés pour désigner des nano-objets longilignes dont les dimensions vont d'un à quelques dizaines de nanomètres pour la section et de 500 à 10 000 nanomètres pour la longueur[37].

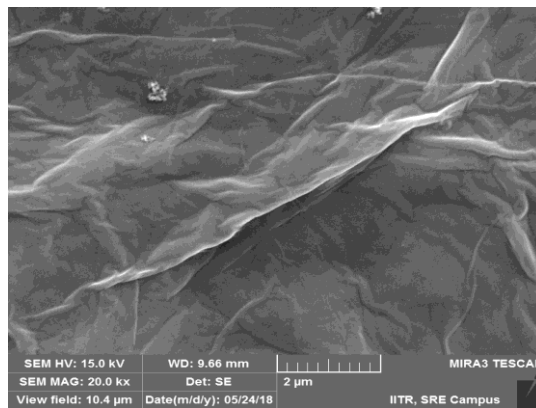


**Figure I.4 :** Image SEM de nanotubes d'or qui ont été brisés par sonication pour montrer leurs sections transversales. Les nanotubes d'or ont été préparés en réagissant des nanofils d'argent avec une solution aqueuse H<sub>Au</sub>Cl<sub>4</sub>[38].



## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

- **Nanofilms, les nanocouches et les nanorevêtements, nanofeuillets :** C'est un nanomatériau de deux dimension (ces matériaux lorsque deux dimensions sont en dehors de la plage nanométrique (1-100 nm) [38]. C'est un revêtement composé de nanomatériaux. Il peut être constitué d'une seule nanocouche ou de plusieurs nanocouches, conférant à sa surface des propriétés mécaniques, liées à l'eau (hydrophobe, hydrophile, non collant), des propriétés thermiques (résistance à la chaleur, isolation), des propriétés chimiques (résistance à la corrosion), des propriétés biologiques, électroniques, propriétés magnétiques ou optiques[37].



**Figure I. 5:**SEM image of Graphene oxide[E6].

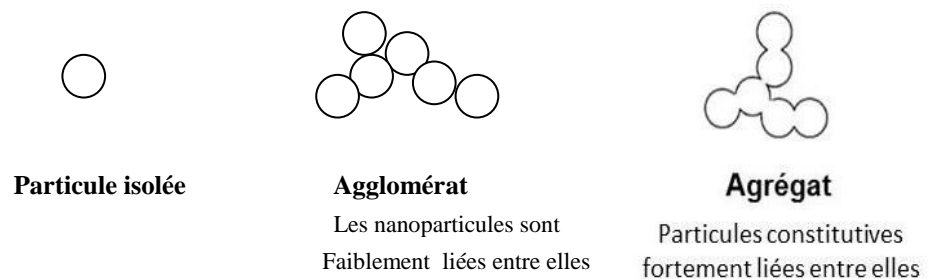
- **Matériaux nano-structurés :** Un matériau nanostructure comporte des nanoparticules dans sa structure, superficiellement (traitement de surface) ou dans tout son volume c.-à-d. qui a une structure interne ou de surface à l'échelle nanométrique. Ils est possible de distinguer plusieurs familles, parmi lesquelles [34] :

- **Agrégats et agglomérats de nano-objet :**

Les nano-objets peuvent se présenter soit sous forme individuelle (c'est-à-dire sous forme des particules primaires) ou soit sous forme d'agrégats ou d'agglomérats dont la taille est sensiblement supérieure à 100 nm[E5].

La différence entre les agglomérats et les agrégats provient principalement de la force qui maintient les particules ensemble. Dans le cas d'agrégats, ces forces seront de type covalent et très difficile voire impossibles à rompre dans la plupart des cas. Par contraire dans le cas des agglomérats, on peut séparer facilement[E7].

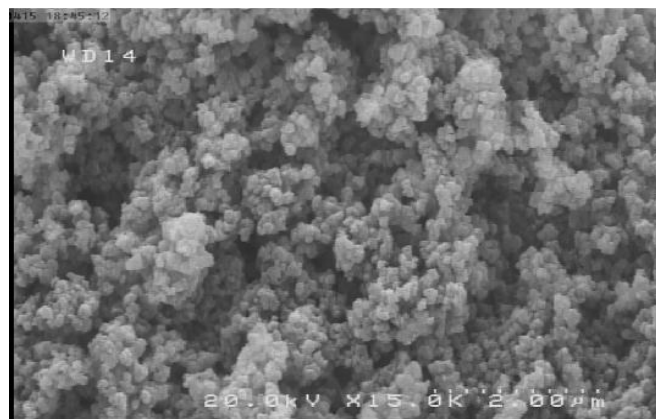
## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules



**Figure I. 6 :** Schéma explique les agrégats et agglomérats, particule isolée de nano-objet.

➤ **Nano-composites**, C'est un nanomatériau de troisième dimension, les matériaux qui ne sont pas liés à l'échelle nanométrique (1-100nm) dans n'importe quelle dimension. toutes les dimensions sont au-delà de l'échelle nanométrique [33] , Les nanocomposites sont des solides composés de deux matériaux ou plus qui ont des propriétés physiques uniques (optiques, diélectriques, etc.) et sont de plus grande surface d'échange. Les nanoparticules peuvent être contenues ou fabriquées dans des matrices pour ajouter de nouvelles fonctionnalités ou modifier des propriétés mécaniques, optiques, magnétiques ou thermiques. Les nanocomposites peuvent être classés selon le type de matrice[37] :

- Les composites à matrice organique ;
- Les composites à matrice polymère (polyamide, polyester, polystyrène, Polycarbonate, etc.) ;
- Les composites à matrice métallique ; les particules de seconde phase peuvent être des oxydes, borures, carbures ou nitrures.
- Les composites à matrice céramique pour les hautes températures, [37]

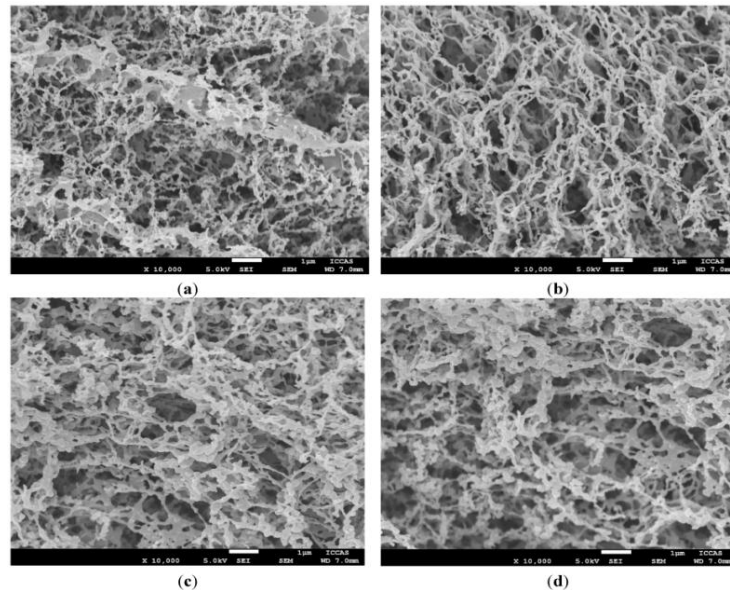


**Figure I. 7 :** Image MEB du nanocomposite Cu-TiO<sub>2</sub> synthétisé[39].

## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

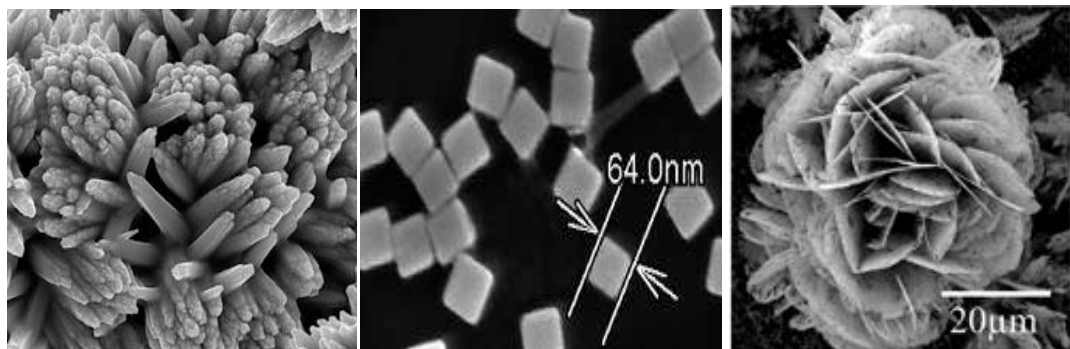
### ➤ Matériaux nano-poreux :

Les matériaux nanoporeux sont des solides avec des nanopores. Les nanopores sont des cavités qui ont au moins une dimension nanométrique et sont capables de contenir des gaz ou des liquides. Le principal avantage de ces composés poreux est qu'ils peuvent être utilisés dans la séparation des gaz, la catalyse et le tamisage moléculaire, mais ils sont également très prometteurs en tant que structures hôtes avec une optique non linéaire ou des molécules magnétiques[40].



**Figure I. 8 :** Images MEB des films poreux de polymères conducteurs préparés à partir de différentes concentrations de solutions de polymères : a) 0,08 % ; b) 0,1 % ; c) 0,2 % ; d) 0,4 % ; dans lequel les nanoparticules de différentes tailles s'agglomèrent et sont attachées aux nanofibres interconnectées[41].

Exemple de nanomatériaux : les nanomatériaux ont des morphologies différentes comme les nanofleurs, les nanozigzags, les nanocubes, les nanoétoiles, les nanohielices, les nanoplaques..etc.



**Nanofleur de Titanium (3D)    nanocubes de Silver(0D)    Nanofleur de SnO<sub>2</sub>(3D)**

**Figure I. 9 :** Nanomatériaux avec une variété de morphologiste [42].

## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

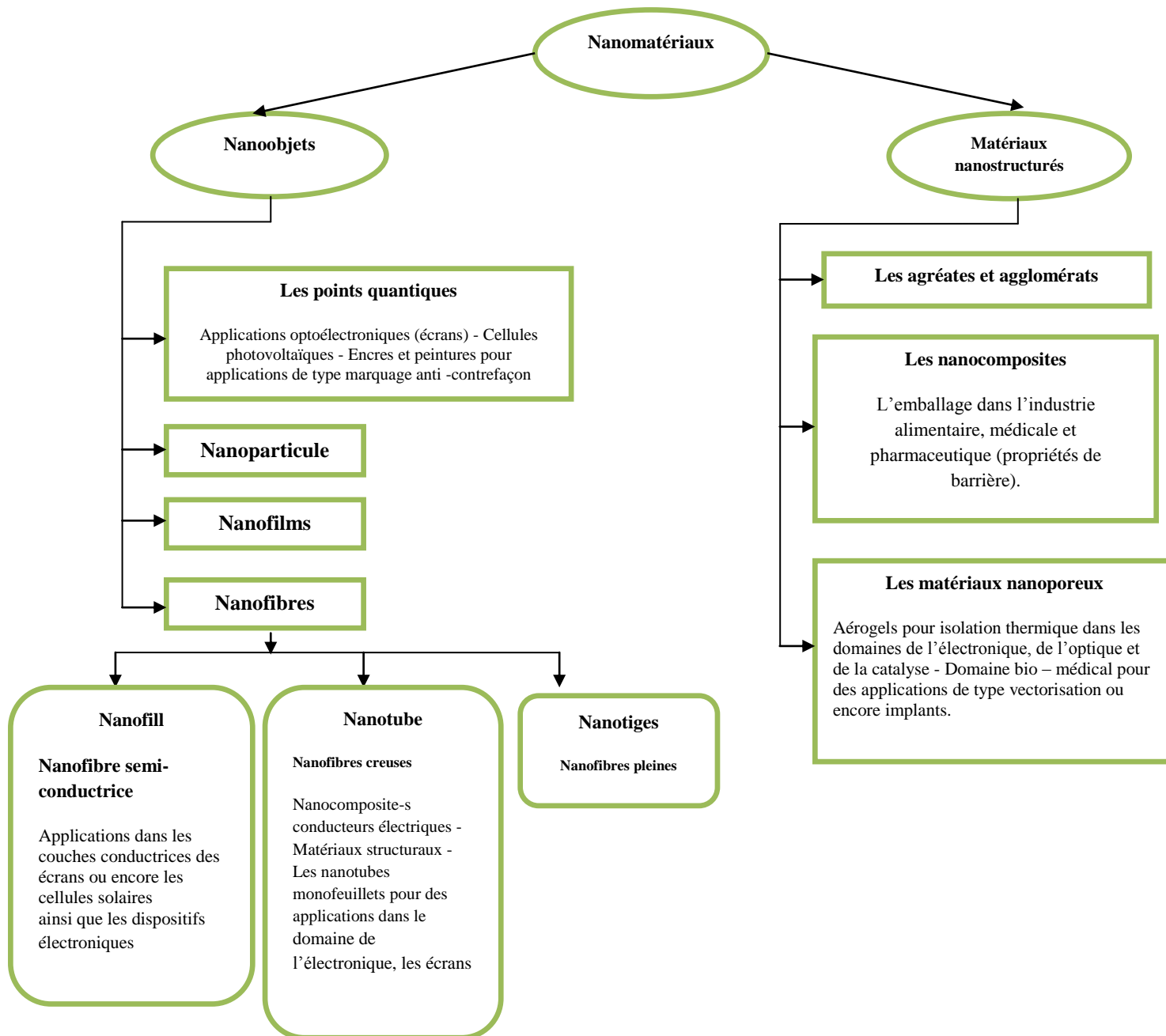


Figure I. 10 : Schéma récapitulatif des différents types et applications de nanomatériaux[31],[43].

### I .3. Nanoparticules :

Les nanoparticules (NPs) sont définies comme des particules dont la taille moyenne varie de 1 à 100 nm. L'unicité d'une nanoparticule vient du fait que la plupart des atomes qui la composent se trouvent en surface. Cela confère aux nanoparticules une très grande surface d'échange (surface spécifique), d'où des propriétés physiques et chimiques spécifiques[44].

## **Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules**

### **I .3.1. Classification des nanoparticules**

#### **I .3.1.1. Classification des nanoparticules selon leurs sources :**

##### **I .3.1.1.1. Nanoparticules naturelles :**

De grandes quantités de nanoparticules naturelles (poussières émises par la combustion ou les volcans, produites par les processus d'érosion) sont présentes dans l'environnement en grande quantité. Ceux-ci incluent l'imogolite et l'allophane, et les nanoparticules naturelles sont tubulaires (imogolite) ou sphériques (allophanes), mais leur structure est inconnue (allophanes). Les imoglites et l'allophanes sont des aluminosilicates à courte portée formés par l'altération des verres et des cendres volcaniques[34].

##### **I .3.1.1.2. Nanoparticules produites par l'homme de façon non intentionnelle (ou nanoparticules non manufacturées d'origine anthropique) :**

Les particules atmosphériques « ultrafines » (PUF les particules ultrafines) existent dans cette catégorie. L'exposition humaine aux PUF a été un problème majeur de santé publique ces dernières années, comme en témoignent les études sur la composition de la matière particulaire atmosphérique et ses effets biologiques. Les PUF peuvent être composés à plus de 80 % de fines (moins de 1 µm) et d'ultrafines issues de la combustion d'énergies fossiles en milieu urbain. Ces particules, émises principalement par les véhicules diesel, les véhicules à essence et les systèmes de chauffage urbain, ont rapidement été suspectées d'être à l'origine de morbidité et de mortalité cardiorespiratoire mises en évidence dans les études épidémiologiques sur les effets à long terme de la pollution de l'air[34].

##### **I.3.1.1.3. Nanoparticules produites par l'homme de façon intentionnelle (ou nanoparticules manufacturées) :**

Les progrès récents de la nanotechnologie, y compris toutes les techniques visant à concevoir, caractériser et produire des matériaux à l'échelle nanométrique, ont commencé à élargir les sources de nanoparticules avec l'augmentation de la production de nanomatériaux artificiels, y compris les nanoparticules artificielles (NPM). En raison des nouvelles propriétés des matériaux produits, la popularité des nanotechnologies a considérablement augmenté à l'échelle mondiale ces dernières années, avec des investissements accrus dans de plus en plus de pays[34].

## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

### I.3.1.2. Classification des nanoparticules selon leurs compositions chimiques :

#### I.3.1.2.1. Nanoparticules organiques :

Ces type des nanoparticules sont respectueuses de l'environnement car biodégradables et non toxiques, elles sont idéales pour les applications d'administration de médicaments en raison de leur grande stabilité, de leur biocompatibilité, de leur morphologie de surface, de leur capacité de transport de médicaments et de leur efficacité d'administration.

les NPs organiques est système micellaire /lipidique, NPs à base de polymères, NPs à base de carbone..etc[45].

#### ➤ Nanoparticules à base de carbone :

Les atomes de carbone forment des liaisons covalentes avec d'autres (trois ou quatre) carbons dans différentes hybridation ( $sp^2$  et  $sp^3$ ) pour former une variété de structures de petites molécules et de longues chaînes. C'est la nature diverse et unique de ces liaisons qui permettent au carbone de former certaines des nanostructures les plus intéressantes, en particulier les nanotubes de carbone. Ces nanotubes de carbone pourraient avoir plus de potentiel d'applications que toute autre nanostructure[26].

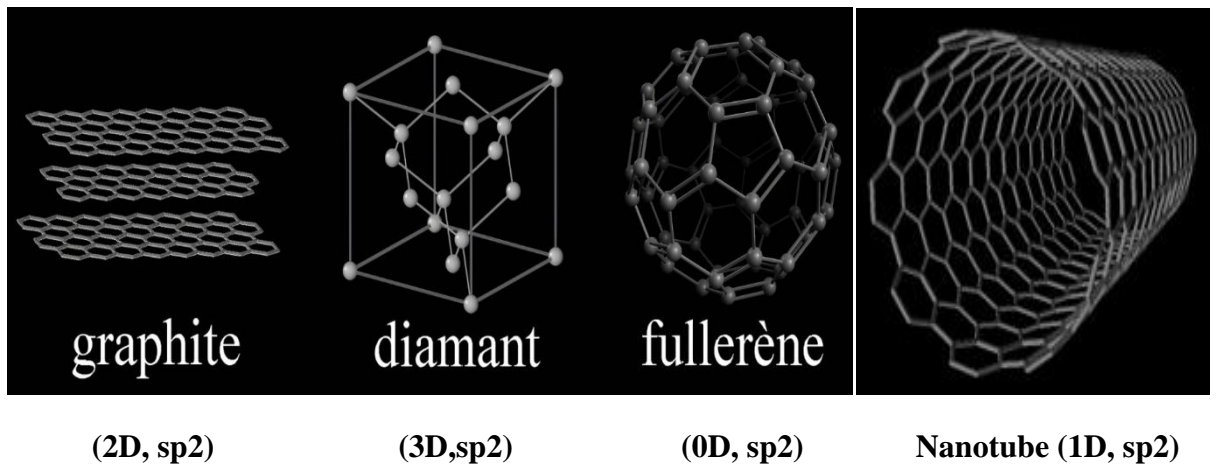


Figure I. 11 : Formes allotropiques du carbone[E8].

#### I.3.1.2.2. Nanoparticules inorganiques :

La synthèse chimique des nanomatériaux inorganiques a été poursuivie vigoureusement au cours des dernières années, il comprend des nanocristaux et des nanofils de métaux, d'oxydes et de pnictides. En outre, les nanotubes inorganiques et les nanomurs ont été examinés.

## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

Certains aspects des particules cœur-coquille(core-shell) donc les nanoparticules inorganiques peuvent être classés par [46]:

### ➤ Métaux :

Les plus populaires sont les nanoparticules métalliques d'or, qui ont des propriétés uniques, et les nanoparticules d'argent, qui ont des propriétés antimicrobiennes. Les nanoparticules de platine, de palladium et de rhodium sont utilisées dans les convertisseurs catalytiques ; le fer, le nickel et le cobalt sont utilisés comme catalyseurs, notamment pour la synthèse de nanomatériaux carbonés, le fer comme métal dopant et le cuivre électronique[47].

La réduction des sels métalliques en présence d'un agent de coiffage approprié tel que la polyvinylpyrrolidone (PVP) est une méthode courante génération de nanocristaux métalliques. Les conditions de réaction solvothermique et autres sont utilisées dans la synthèse pour contrôler la taille et la forme des nanocristaux[46]. .

**Exemple :** les nanofils de zinc, Le nanocristaux de palladium.

### ➤ Bimétaux :

Bimétaux qui existe souvent en tant que nanoparticules cœur-écorce (Core-shell nanoparticles) comme Au-Ag ( Morriss et Collins prépare Au-Ag nanocristaux en réduisant Au avec P par la méthode de Faraday et Ag avec hydroxylamine chlorhydrate)et nanofils de zinc et de cadmium obtenus par pyrolyse des acétates métalliques correspondants à 1173 K. [46].

### ➤ Oxydes métalliques:

Les oxydes métalliques sont considérés comme l'un des composés naturels les plus stables. Ils se forment lorsqu'un oxygène électronégatif réagit avec un métal électropositif. Ils ont des surfaces polaires en raison de la présence d'oxygène anionique et sont insolubles dans la plupart des solvants organiques en raison de la forte liaison entre le métal et l'oxygène. Ces nanoparticules ont des propriétés uniques par rapport à leurs homologues métalliques[48].

**Exemples :** l'oxyde de cérium (CeO<sub>2</sub>), l'oxyde de magnésium (MgO), l'oxyde de titane (TiO<sub>2</sub>), l'oxyde de zinc (ZnO) [46].

### ➤ Chalcogénures métalliques:

C'est interaction de métaux avec les éléments du groupe 16 dans tableaux périodique:Soufre S, Sélénium Se, Tellure Te.

## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

Ils peuvent être classés par :

- **Chalcogénures métalliques MX** : Séléniure de zinc ZnSe, Sulfure de zinc ZnS
- **Dichalcogénures métalliques MX<sub>2</sub>** : Disulfure de molybdène MoS<sub>2</sub>, Disulfide de titane TiS<sub>2</sub>.

Ils sont des semi-conducteurs d'application photonique et optoelectronique.

**Exemple :** Le nanocristaux séléniure de cadmium (CdSe), Le nanoparticules cœur-écorce séléniure de cadmium (CdSe-CdS), Le nanotiges de sulfure de zinc (ZnS), Le nanotubes d'oxyde de titane TiO<sub>2</sub>[46].

### I.4. Propriétés des nanoparticules :

#### I.4.1. Propriétés structurelles :

La grande surface spécifique des nanoparticules est une propriété importante liée à la réactivité, la solubilité, la performance de frittage, etc. et est également liée au transfert de masse et de chaleur entre les particules et leur environnement. En outre, la structure cristalline des particules peut changer avec la taille des particules dans la gamme nanométrique dans de nombreux cas. Ceci est attribué à la force de compression exercée sur les particules en raison de la tension superficielle de la particule elle-même. La taille critique des particules de la structure cristalline et l'effet de la taille diffèrent avec les matériaux[39].

#### I.4.2. Propriétés optiques :

Les applications fondées sur les propriétés optiques des nanomatériaux comprennent le détecteur optique, le laser, le capteur, l'imagerie, la cellule solaire, la photocatalyse, biomédecine...

Comme la taille des particules est réduite au nanomètre, selon le type de nanoparticules métalliques et la taille des particules, elles absorbent la lumière avec une longueur d'onde spécifique et grâce à la résonance plasmonique de surface, l'interaction du rayonnement électromagnétique et des électrons dans la conduction. Bande autour des nanoparticules, elles transmettent des couleurs différentes. Il est possible d'effectuer des analyses quantitatives et qualitatives de la taille des particules et des distributions et de la concentration des particules ainsi que de l'effet de la forme des particules comme conséquence des changements de spectre optique. Donc les nanoparticules ont des dimensions inférieures aux longueurs d'onde de la lumière visible (380 – 780 nm), ce qui permet d'améliorer les propriétés optiques du matériau. Les propriétés optiques des NPs sont déterminées par leur taille ; à mesure que la taille des



## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

particules diminue, la position spectral de la résonance du plasmon se déplace vers des longueurs d'onde plus courtes, ce qui est dû à un changement de l'écart la bande d'énergie optique[37].

### I.4.3. Propriétés électroniques :

L'introduction de nanoparticules et/ou de nanotubes peut grandement modifier la conductivité électrique d'un matériau appelé isolant. Lors de l'ajout de 15% de volume de nanotube de carbone, la conductivité atteint 3345 S/m de nanotubes de carbone type monofeuillet à matrice d'alumine (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), où la valeur initiale d'alumine Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pur est 10<sup>-12</sup> S/m [37].

Les particules métalliques de taille nanométrique (par exemple, l'or et l'argent) sont certaines d'être des éléments fondamentaux importants des futurs dispositifs électroniques et optiques à l'échelle nanométrique. De nouvelles méthodes d'assemblage des nanoparticules dans des réseaux d'ordre supérieur avec des fonctions électroniques plus complexes sont également nécessaires. Les études (McConnell et al) ont montré que les énergies de tunneling d'un seul électron peuvent être manipulées de manière prévisible via des changements de charge induits par le pH des ligands de coiffage thiol liés à la surface. Ces « molécules » de nanoparticules interagissent électromagnétiquement d'une manière qualitativement cohérente avec les modèles de couplage dipolaire[49].

### I.4.4. Propriétés mécaniques :

Différentes paramètres mécaniques sont étudiés pour connaître la nature mécanique exacte des NPs comme : le module élastique, la contrainte, la déformation, l'adhérence, la dureté et le frottement [50].

En ce qui concerne les propriétés mécaniques, l'influence de la nanostructure conduit à phénomène superplastique. Cet exemple montre un allongement extrêmement élevé (supérieur à 5 000 %) d'un matériau de cuivre nanocristallin obtenu par laminage à froid. Les nanomatériaux peuvent augmenter la résistance électrique des matériaux sans les affecter ductilité, car la taille des nanoparticules limite la concentration de contraintes[37].La probabilité des défauts est faible à l'échelle nanométrique ce qui offre aux nanoparticules une résistance élevé et ils sont caractérisés comme des matériaux très résistants et durs[50].

## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

### I.4.5. Propriétés catalytiques :

La taille extrême des nanoparticules (5-100nm), augmente la réactivité des matériaux en raison de leur grande surface, la taille des nanoparticules influe sur l'activité catalytique car la diminution de la taille des nanoparticules entraîne un rapport surface sur volume important qui présente un avantage prédominant sur les propriétés catalytiques, Cela en fait des candidats potentiels très prometteurs pour des applications de catalyse hétérogène. Les reflets de nanoparticules d'or d'un diamètre d'environ 3 nm catalysent activement l'oxydation du CO, alors qu'ils sont inactifs pour des tailles supérieures à 10 nm. En raison de ces observations, des efforts considérables ont été faits pour étudier l'effet de la taille des nanoparticules sur l'activité catalytique. L'oxydation catalytique du monoxyde de carbone (CO) augmente avec la taille des nanoparticules de ruthénium allant de 2 à 6 nm de diamètre. Il est important de noter que d'autres facteurs, tels que la forme, la composition ou l'état d'oxydation des nanoparticules, peuvent également jouer un rôle dans la réactivité des nanoparticules[51].

### I.4.6. Propriétés magnétiques :

L'étude des propriétés magnétiques suscite l'intérêt des chercheurs en raison de ses utilisations potentielles dans des domaines tels que la biotechnologie pour améliorer le contraste en imagerie par résonance magnétique (IRM), l'électronique de spin et l'hyperthermie magnétique pour le traitement du cancer[50].

Ce sont deux types de matériaux qui présentent un magnétisme sous forme nanométrique :

- nanomatériaux magnétiques qui sont magnétiques sous forme de matériau (des particules magnétiques avant et après leur conversion en nanoparticules) comme : le magnésium et le fer, le cobalt...etc.

**Exemple :**Le nanoparticule de cobalt (Co), et les nanoparticules FeRh et FeAu (c'est des bimétalliques de taille nanométrique) [52].

- les nanoparticules dont il montre le comportement magnétique uniquement sous forme nanométrique : comme les matériaux de l'or Au, le rhodium Ru..etc

**Exemple :**L'observation de propriétés magnétiques au sein de nanoparticules d'or, montre que à l'existence de courants permanents[53].

## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

### I .5. Les utilisations des nanoparticules :

La taille nanométrique, le rapport surface/volume élevé, la complexité chimique, les propriétés et l'expansion des surfaces minérales des nanoparticules confèrent le magnétisme, la résistance mécanique, la réactivité chimique et la conductivité thermique, conduisant à de nombreuses applications dans un large éventail de domaines. Le textile, la cosmétique, l'alimentation, l'imagerie médicale, la vectorisation des médicaments, l'environnement, l'électronique, la chimie et la biotechnologie utilisent tous les nanotechnologies. Tableau inclut quelques exemples d'application[34].

Tableau I. 1 :Exemples de champs d'application en fonction du type de nanoparticule[34].

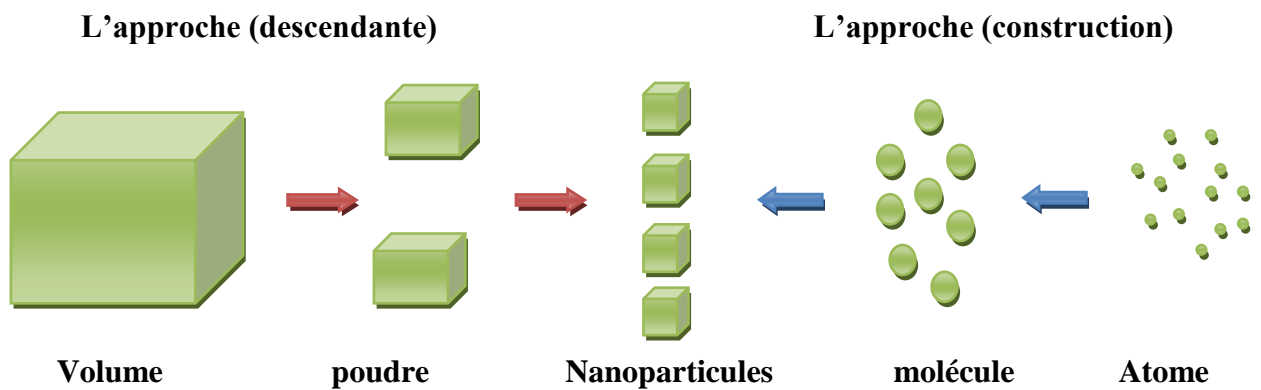
Champ d'application	Type de NPs	Propriétés
Transports Revêtements Energie Vectorisation de médicaments Imagerie	Nanotubes de carbone	Resistance mécanique (60 fois supérieure aux meilleurs aciers) Légèreté Dissipation électrostatique
Industrie électronique	Fullerènes	Supraconductivité
Cosmétique : crèmes solaires, laques Peintures	NPs dioxyde de titane	Filtre UV Photocatalytique
Pots d'échappement catalytiques – Accélérations des réactions chimiques dans l'industrie (oxydation du monoxyde de carbone)	NPs d'or	Catalytique
Textiles à usage clinique Pansements Traitement de surfaces	NPs d'argent	Antibactérien
Additif dans les carburants diesel	NPs de dioxyde de cérium	Catalytiques
Dépollution des eaux usées et des sols	NPs de fer, NPs d'aluminium	Membrane « filtrantes », nano-adsorbants
Additif alimentaire Pneumatiques	NPs de silices amorphes	Antiagglomérant Modificateur de viscosité
Revêtements voitures, produits d'entretien ménagers	NPs de silice, d'aluminium, zirconium	Propriétés antiabrasives et antiadhésives
Nano médecine : vecteurs d'antibiotique pour pathogènes	NPs-PLGA	Enrobage biocompatible et biodégradable
intracellulaires, imagerie et ciblage tumoral	NPs-super paramagnetic iron oxide	Propriété magnétique Passage des barrières biologiques

### I.6. Méthode de synthèse de nanoparticule :

Diverses méthodes de préparation ont été développées pour les nanoparticules (nanomatériaux). Deux méthodes de production de particules ultrafines sont reconnues depuis l'Antiquité. La première est la méthode de décomposition (descendante (top-down)), qui consiste à appliquer une force externe sur un solide pour le décomposer en particules plus petites. La deuxième approche est l'approche ascendante (construction (bottom-up)), qui génère des nanoparticules à partir d'atomes de gaz ou de liquide sur la base d'une transformation atomique ou d'une condensation moléculaire[38].

Les méthodes descendantes (top-down) sont des méthodes de décomposition de substances solides ; elles peuvent être subdivisées en méthodes de broyage par voie humide et sèche, mécano-chimiques et mécaniques[38].

Les méthodes ascendantes (bottom-up) sont grossièrement classées en méthodes en phase gazeuse et en méthodes en phase liquide. Pour le premier, le dépôt chimique en phase vapeur (CVD) implique des réactions chimiques, tandis que le dépôt physique en phase vapeur (PVD) utilise le refroidissement des matériaux en évaporation[38].



**Figure I. 12 :** Schéma de l'approche descendante (top-down) et l'approche construction (bottom-up)

Alors, Les procédés actuels permettant la fabrication de nanoparticules sont classés en trois grandes catégories:

## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

**Tableaux I. 2 :** Les trois grandes catégories des procédés de synthèse nanoparticules[37].

<b>Procédés par voie physique</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Evaporation / condensation sous pression partielle inerte ou réactive</li> <li>- Pyrolyse LASER</li> <li>- Flammes de combustion</li> <li>-Fluide supercritique (sans réaction chimique entre composants)</li> <li>- Micro-ondes</li> <li>- Irradiation ionique / électronique</li> <li>- Recuit à basse température de phases amorphes « massives »</li> <li>- Plasma thermique</li> <li>- Dépôt physique en phase vapeur(PVD)</li> </ul>
<b>Procédés par voie chimique</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Réactions en phase vapeur(CVD)</li> <li>-Réactions en milieu liquide : Co-précipitation chimique, hydrolysé, etc.</li> <li>- Réactions en milieu solide</li> <li>- Techniques sol-gel</li> <li>- Fluide supercritique avec réaction chimique</li> </ul>
<b>Procédés par voie biologique (Méthodes vertes)</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Utiliser des bactéries.</li> <li>-Utiliser des champignons.</li> <li>-Utiliser des plants et leurs extraits.</li> <li>-Utiliser de la levure.</li> <li>-Utilisation d'enzymes et de biomolécules.</li> <li>-Utiliser un micro-organisme</li> </ul>

### I.7. Caractérisation des nanoparticules :

L'application technique des nanoparticules dépend principalement de leur surface. Il est donc crucial pour le chimiste de contrôler la surface et donc les propriétés des particules.

Cependant, l'analyse qualitative et quantitative de la surface d'une seule nanoparticule ou d'un ensemble de nanoparticules est difficile. Où Après le biosynthèse ou le synthèse des nanoparticules, différentes techniques de caractérisation sont utilisées telles que la spectroscopie (UV Vis, IR, Raman, XPS, DRX, l'analyse thermo gravimétrique (ATG)) et la microscopie (MEB, MET, AFM) [46], [54] et des autre techniques classé dans le tableau I. 3.

**Tableau I. 3:** les déférentes techniques de caractérisation des nanoparticules[46].

<b>Objective</b>	<b>Technique</b>
<b>Surface spécifique et la taille de particule et la morphologie ,</b>	SEM ou MEB (La microscopie électronique à balayage)
	AFM (Le microscope à force atomique)
	TEM (La microscopie électronique à transmission)
	RS (La spectroscopie de RAMAN)

## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

<b>Type de structure et les liaisons</b>	XAS (La spectrométrie d'absorption des rayons X)
	FTIR (La spectroscopie infrarouge à transformée de fourrier)
	DRX (La diffraction des rayons X)
<b>Propriétés thermique</b>	DSC (La calorimétrie différentielle à balayage)
	TMA(L'analyse thermomécanique)
	TGA (L'analyse thermogravimétrique )
<b>Propriétés magnétiques</b>	EPR (La résonance paramagnétique électronique)
	SQUID (La dispositif supraconducteur d'interférence quantique)
	VSM (Un magnétomètre à échantillon vibrant)
<b>Composition élémentaire et minérale</b>	ASS (La spectrométrie d'absorption atomique)
	EDX (La spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie)
	XPS (Le spectrométrie photo électronique X)

### I.8. Nanoparticules d'oxyde de magnésium :

#### I.8.1. Généralités :

Il existe plusieurs oxydes métalliques tel que (ZnO, ZrO<sub>2</sub>, MgO, CaO, TiO<sub>2</sub>, CeO<sub>2</sub>) sont des matériaux solides pouvant être largement utilisés dans divers domaines, ces matériaux ont une largeur de bande interdite intéressante. Parmi la famille des oxydes métalliques, l'oxyde de magnésium a une stoechiométrie simple, une structure cristalline simple et a un bon caractère ionique ,l'oxyde de magnésium MgO représente un oxyde fortement ionique ,avec un grand gap de 7.8 eV ( $\lambda=0.16\mu\text{m}$ ), point d'ébullition = 3 870 K, point de fusion = 3 098 K, et la densité = 3,6 gm/cm<sup>3</sup>. Dans la nature, il se produit sous forme de périclase à partir de laquelle il est extrait en utilisant différents procédés métallurgiques, il est un matériau modèle des cristaux ionique car la faible électronégativité du magnésium , et la force électronégativité de l'oxygène font que la structure de l'oxyde de magnésium peut s'expliquer quasi uniquement grâce a des interactions entre des particules ponctuelles chargées( MgO est composé d'un réseau d'ions Mg<sup>2+</sup> et d'ions O<sup>2-</sup> et ces constituants sont maintenus ensemble par liaison ionique) [55].

## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

Les structures de bandes électroniques de l'oxygène et du magnésium sont :

**O** :  $1s^2 2s^2 2p^4$

**Mg**:  $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2$

Les états 2p de l'oxygène forment la bande de valence et les états 3s du magnésium constituent la bande de conduction du semi-conducteur MgO. Donc pour former une liaison ionique l'atome de magnésium doit céder ces deux électrons de l'orbitale 3s à un atome d'oxygène qui aura par la suite une orbitale 2p pleine à 6 électrons.

La réaction de formation (stoechiométrie) est la suivante :



Le composé binaire MgO se cristallise dans la structure Rocksalt à l'équilibre thermodynamique qui est la structure la plus stable. Le monoxyde de magnésium en Rocksalt (figure) a une structure de réseau cubique à faces centrées avec un seul paramètre de maille  $a=4.254 \text{ \AA}$  où la base est formée par un atome d'Oxygène O et un atome de Magnésium Mg séparés par une demi de diagonale de cube de sorte que chaque atome de Mg est entouré par six atomes de O et vice versa[56].

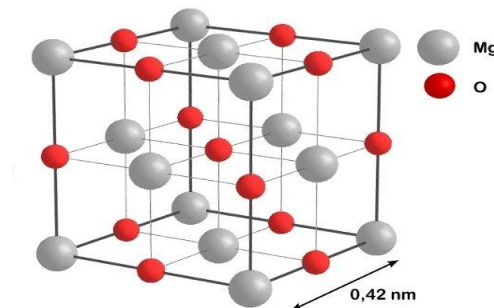


Figure I. 13 :Schéma Rocksalt de MgO [55].

L'oxyde de magnésium MgO est caractérisé par des propriétés basiques fortes il est d'un grand intérêt catalytique, soit comme support soit comme promoteur .il possède une structure comparable à celle du chlorure de sodium .la position des éléments dans la maille éléments est indiquée dans le tableau[55].

Tableaux I.4 : Positions des éléments dans la structure MgO [55].

<b>Mg</b>	(000)	(0 1/2 1/2)	(1/2 0 1/2)	(1/2 1/2 0)
<b>O</b>	(1/2 1/2 1/2)	(1/2 0 0)	(0 1/2 0)	(0 0 1/2)

## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

### I.8.2. Méthodes de synthèse des nanoparticules de MgO:

On a plusieurs méthodes de synthèse des nanoparticules de MgO, notamment la technique sol-gel[57], la méthode hydrothermale[58], la méthode de précipitation[59] et la synthèse assistée par micro-ondes[60] de nanoparticules de MgO. Ces techniques sont les méthodes les plus largement préférées car ce sont des techniques très rapides et sûres, notamment moins chronophages et non toxiques. L'utilisation généralisée de la méthode de synthèse verte [61] devrait être recommandée car il s'agit d'une technique qui n'implique pas l'utilisation de produits chimiques, ce qui en fait la technique de synthèse la plus sûre comme la méthode sol-gel auto combustion par utiliser la chimie verte [62].

#### I.8.2.1. Précipitation chimique :

Lors de la synthèse des nanoparticules inorganiques par la précipitation chimique, la cinétique de la nucléation et de la croissance des particules dans des solutions homogènes peut être ajustée par la libération contrôlée des anions et des cations. Un contrôle minutieux de la cinétique de précipitation peut entraîner des nanoparticules mono-dispersées. Il est donc important de contrôler les facteurs qui déterminent le processus de précipitation, tels que le pH et la concentration des réactifs et des ions. Les molécules organiques sont utilisées pour contrôler la libération des réactifs et des ions dans la solution pendant le processus de précipitation. La taille des particules est influencée par la concentration du réactif, le pH et la température. L'utilisation de la méthode de précipitation pour préparer les nanoparticules est très simple et directe[63]. Cette méthode est utilisée pour synthétiser des nanoparticules d'oxyde de magnésium (Figure I. 14).

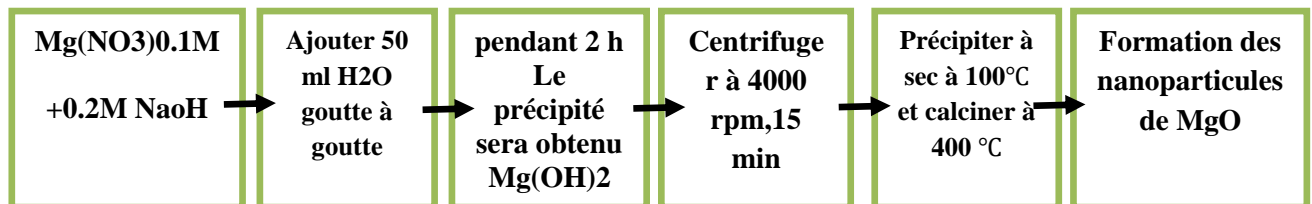


Figure I. 14 : Synthèse de nanoparticules MgO par La méthode de précipitation[59].

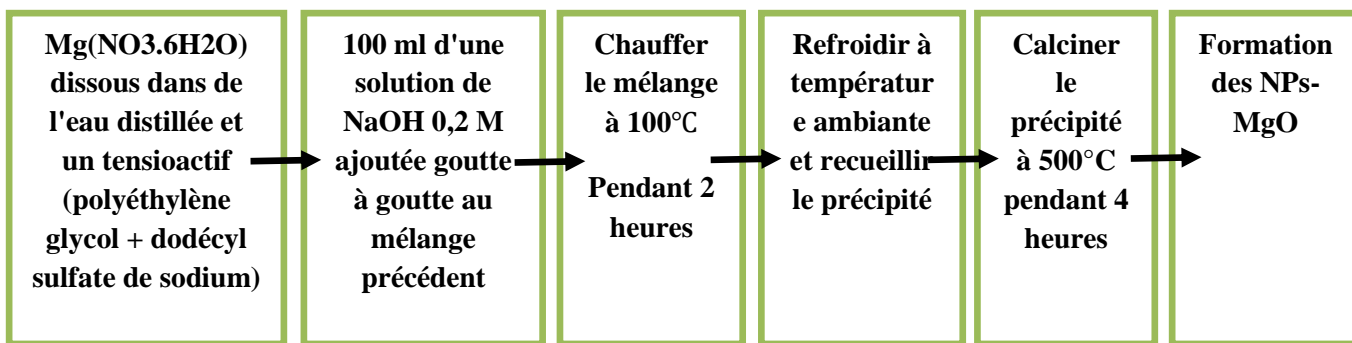
#### I.8.2.2. Hydrothermal :

C'est une méthode définie comme une réaction hétérogène des précurseurs solides mélangés dans l'eau et leur dissolution est réalisée sous pression dans un autoclave sous condition de pression et de température élevées. L'eau à des températures élevées joue un rôle essentiel



## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

dans la transformation du précurseur car la pression de vapeur est beaucoup plus élevée et la structure de l'eau à des températures élevées est différente de celle à la température ambiante. Les propriétés des réactifs, leur solubilité et leur réactivité, changent également à haute température. Pendant la synthèse des nanocristaux, des paramètres tels que la pression de l'eau, la température, le temps de réaction et le système de précurseur respectif peuvent être ajustés pour maintenir un taux de nucléation simultanée élevé et une bonne distribution de taille[63]. L'un des oxydes métalliques les plus largement utilisés pour cette méthode est les nanoparticules d'oxyde de magnésium (**Figure I. 15**).



**Figure I. 15** : Synthèse de nanoparticules MgO par La méthode de hydrothermale[58].

### I.8.2.3. Biosynthèse des nanoparticules de MgO:

La synthèse est très importante et mérite d'être soulignée. Il existe de nombreuses méthodes de synthèse des nanoparticules, qui varient d'un nanomatériau à l'autre, et différentes méthodes sont choisies, telles que la synthèse physique, la synthèse chimique ou la synthèse verte. En raison des effets néfastes des éléments toxiques présents dans les approches de synthèse chimiques et physiques, les méthodes respectueuses de l'environnement constituent une excellente alternative et peuvent également être préférées. Cette méthode de synthèse respectueuse de l'environnement peut être une synthèse verte ou une méthode biosynthétique, y compris des micro-organismes, des enzymes, des plantes et des extraits de plantes. La méthode de synthèse des nanoparticules peut entraîner des problèmes techniques et écologiques, donc pour éviter ces problèmes, des technologies alternatives doivent être utilisées pour produire des nanoparticules avec des déchets toxiques minimes/négligeables, cette méthode est la synthèse verte des nanoparticules[64], le tableau présente une liste d'exemples de biosynthèse de NPs de MgO par des extraits des plantes et de bactérie .

## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

Les plantes sont considérées comme une très bonne méthode pour la synthèse rapide des nanoparticules, la bioréduction à base des extraits de plantes consiste à mélanger la solution aqueuse de l'extrait de plante avec une solution aqueuse du sel métallique concerné. La réaction se produit à la température ambiante et elle est généralement complète dans quelques minutes. La transformation de la couleur pendant la réaction et la couleur finale de précipité indiquant la production du matériau désiré. Les extraits des plantes peuvent agir à la fois comme des agents réducteurs et stabilisants dans la synthèse des nanoparticules [65].

Il est bien connu que les caractéristiques des nanoparticules dépendent de la nature de l'extrait de la plante, de sa concentration, de la concentration du sel métallique, de pH, de la température et du temps de réaction.

Les biomolécules (Composants phytochimiques) présentes dans les plantes telles que les protéines, les acides aminés, les vitamines, les polyphénols, les polysaccharides, les terpénoïdes, les acides organiques, etc. sont responsables de la synthèse des nanoparticules [66].

**Tableau I. 5:** D'exemples de synthèse de nanoparticules de MgO par méthodes de chimie verte.

Plante	Taille	Reference
<i>Nephelium lappaceum L.</i>	60-70 nm	Suresh et al,2014[44]
<b>feuilles de Neem</b>	43 nm	Moorthy et al ,2015[50]
<i>Artemisia abrotanum</i> <i>Herba</i>	10 nm	Dobrucka,2016 [51]
<i>Swertia chirayaita.</i>	<20 nm	Sharma et al ,2016[52]
<i>Penicillium chrysogenum</i> <i>melanin pigment</i>	10.28 nm	El-Sayyad et al,2018[53, p.]
<i>Manihot esculenta leaf</i>	36.7 nm	Essien et al,2019[54]
<i>Euphorbia tirucalli</i>	Entre 1 µm and 100nm	Kgosiemang et al ,2020[55]
<i>Dalbergia sissoo</i>	42 nm	Khan et al ,2020 [56]

### I.8.2.4. Méthode sol-gel :

Le sol-gel est le processus par lequel des nanoparticules solides dispersées dans un liquide (sol) s'assemblent pour former un réseau tridimensionnel continu dans tout le liquide (gel). Ou une approche chimique, largement basée sur une approche ascendante, où les atomes sont assemblés en une distribution de nanoparticules de tailles variables.

## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

Le procédé sol-gel implique l'évolution de réseaux inorganiques en formant une suspension colloïdale (sol) et en gélifiant le sol pour former un réseau dans une phase liquide continue (gel). Les précurseurs pour la synthèse de ces colloïdes sont généralement constitués d'éléments métalliques ou métalloïdes entourés de divers ligands réactifs. Le matériau de départ est transformé en un oxyde dispersible et mis en contact avec de l'eau ou un acide dilué pour former un sol. L'élimination du liquide d'un sol produit un gel, et la transition sol/gel contrôle la taille et la forme des particules. La calcination du gel produit des oxydes, Il existe deux voies de synthèse sol-gel une voie inorganique ou colloïdale et une voie métallo-organique ou polymérique[42].

Dans l'une des recherches, le nitrate de magnésium et l'hydroxyde de sodium ont été utilisés comme matières premières pour préparer des nanoparticules d'oxyde de magnésium (MgO) via la technologie sol-gel, où la taille moyenne des cristaux était de 50-70 nm [57].

Les étapes de processus Sol-Gel est :

**1/ Hydrolyse (Hydrolysis) :** C'est une réaction chimique dans laquelle une molécule d'eau rompt une ou plusieurs liaisons chimiques, les alcoolates métalliques (métal alkoxides) subissent une hydrolyse dans l'eau ou l'alcool pour synthétiser des molécules de nanoparticules, l'oxygène est nécessaire pour former des oxydes métalliques, qui est alimenté par de l'eau ou des solvants organiques (alcool).

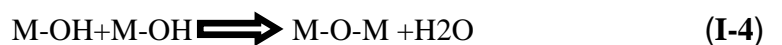


**2/ Réaction de polycondensation (Polycondensation) :** A ce d'étape, les particules se condensent les unes avec les autres, deux processus d'olation (olation) et d'oxydation se produisent.

- L'olation est le processus de formation d'un pont hydroxyle (-OH) entre deux centres métalliques (liaisons métal-hydroxy-métal).



- L'oxolation est le processus de formation d'un pont oxo (-O-) entre deux centres métalliques (liaisons métal-oxo-métal) (liaison M-O-M).



## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

**3/âge (Aging):** Au cours du vieillissement, la polycondensation se poursuit au sein de la solution locale tandis que le réseau de gel se reprécipite, ce qui réduit finalement la porosité et augmente l'épaisseur entre les particules colloïdales.

### 4/ Sécher(Drying) :

Il existe différents procédés de séchage : séchage thermique, séchage supercritique, lyophilisation, chacun ayant un effet différent sur la structure du réseau de gel.

### 5/ Décomposition thermique (Calcination) :

La décomposition thermique est effectuée pour chasser les résidus et les molécules d'eau pour former l'échantillon souhaité, et la température de calcination est importante pour contrôler la taille des pores et la densité du matériau.

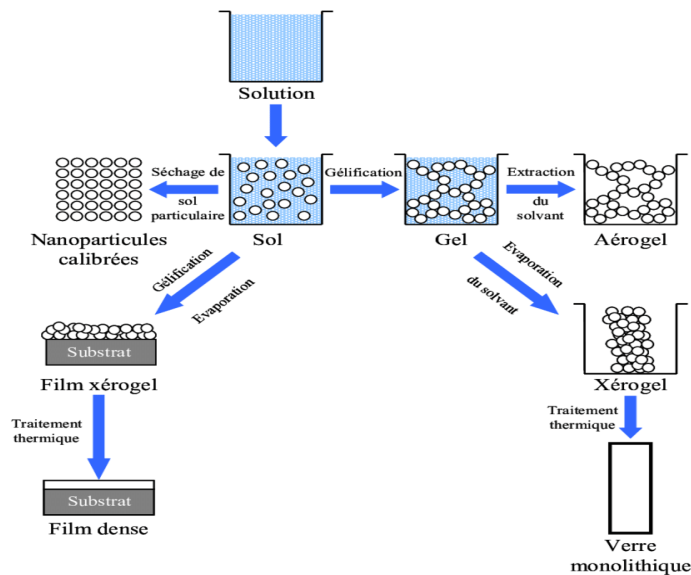


Figure I. 16 :Représentation schématique du processus sol-gel de synthèse des nanomatériaux[42].

### Les avantages du procédé Sol-Gel[74] :

- Fonctionnement à bas prix et à basse température.
- Peut produire des produits de haute pureté parce que la composition est très contrôlable.
- possibilité de réaliser des couches minces d'oxydes minéraux a basse température sur des supports sensibles à la chaleur.

## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

- Possibilité de réaliser des matériaux hybrides organo-minéraux (véritables nanocomposites dans lesquels les espèces minérales et organiques) sous forme de couches minces ou monolithique avec des propriétés spécifiques.
- Réalisation de dépôts multi-composants en une seule opération.

### Les limites du procédé Sol-Gel[74] :

- Coût des précurseurs alcoxydes élevé
- Maîtrise délicate du procédé et temps de processus longs
- la technique sol-gel n'atteint jamais son plein potentiel industriel en raison de certaines limites, par exemple, liaison faible (Le gel correspond à la formation d'un réseau tridimensionnel de liaisons de Van der Waals), faible résistance à l'usure, perméabilité élevée et contrôle difficile de la porosité.

### I.8.2.5. Méthode de sol-gel auto combustion par utiliser la chimie verte :

La méthode sol-gel auto-combustion est une forme modifiée de méthode sol-gel développée en 1993 [61], et a commencé à être utilisée de manière significative ces dernières années, la technique de sol-gel auto combustion est apparue comme une méthode attrayante pour produire des poudres d'oxyde cristallin de haute pureté, qui est basée sur un procédé chimique sol-gel combiné à un procédé de combustion ultérieur. La solution aqueuse contenant les sels métalliques et les combustibles organiques telles que l'acide citrique, l'urée, la glycine et le nitrate, souhaités forme un gel par un procédé sol-gel, puis enflamme le gel pour le brûler, ce qui donne un produit volumineux, pelucheux et de grande surface [74].

La combustion peut être considérée comme une réaction redox induite thermiquement. L'énergie générée par la réaction exothermique entre l'oxydant et le réducteur peut être suffisamment élevée pour former des nanoparticules qui se mélangent aux composés organiques décomposés à partir de la matière première et nécessitent un traitement thermique supplémentaire (dans 600°C)[75]. Il ya beaucoup de recherche dans le domaine de la chimie verte, y compris l'utilisation de feuilles *Neem*, qui agit comme un réducteur et le nitrate de magnésium comme un matériau de base pour l'oxyde de nanomagnésium[66], et des auteurs Tagreed et al[62] qui ont utilisé l'extrait de écorces d'orange et l'extrait de jus de citron, l'extrait de vinaigre Irakien, l'extrait de *Tamarind*, Là où ces extraits ont fourni de bons résultats dans la synthèse de nanoparticule MgO à haute pureté et surface spécifique.

Cette méthode présente plusieurs avantages par rapport aux autres méthodes de synthèse en raison de sa faible température de traitement et travail à de pression atmosphérique ( $P = 1$

## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

atm), et ce qui réduit les coûts de fabrication, de son homogénéité chimique élevée, de la possibilité de contrôler la taille et la morphologie des particules.

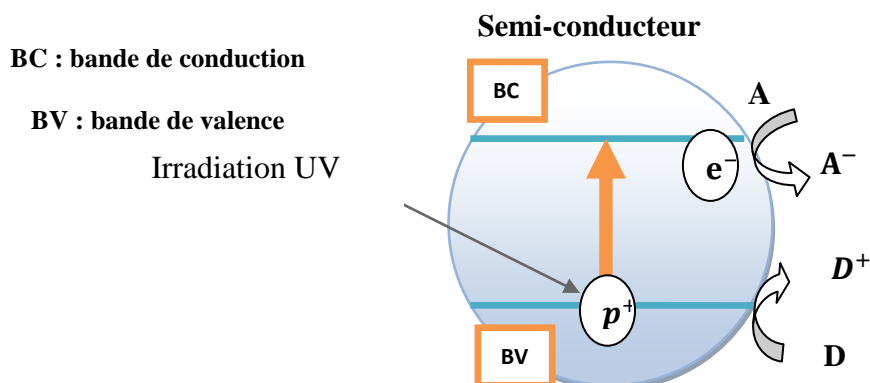
### I.8.3. Propriétés de nanoparticule d'oxyde de magnésium :

#### I.8.3.1. Propriétés photo-catalytique des NPs-MgO :

Étymologiquement, le terme photocatalyse est issu de trois mots grecs : photos (lumière), kata (Vers le bas ou l'arrière) et lysis (dissolution ou décomposition). Donc le terme activité photocatalytique décrit l'accélération d'une réaction catalytique. Elle est associée à la vitesse de la réaction.

La photocatalyse décrit le processus réactionnel lorsqu'un semi-conducteur est exposé à la lumière d'une énergie suffisante pour exciter le matériau et produire des espèces réactives oxydantes qui vont conduire à la dégradation des polluants organiques. Il existe de nombreuses applications industrielles de la photocatalyse, telles que la purification de l'air, la désodorisation, le nettoyage de surface, etc. Le processus de purification est appelé photocatalyse et les matériaux utilisés sont appelés photocatalyseurs.

Quand un catalyseur semi-conducteur (SC) est illuminé par des photons d'énergie égale ou supérieure à la largeur de bande interdite  $E_g$  ( $h\nu \geq E_g$ ), il y a absorption de ces photons et création de paires électron-trou qui se dissocient en photoélectrons libres dans la bande de conduction pour réduire un accepteur(A), et en photo-trous dans la bande de valence pour oxyder un donneur(D) (**Figure I.17**) [75] .



**Figure I.17:** Mécanisme de photocatalyseur dans semi-conducteur par une énergie  $h\nu \geq E_g$ .

## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

Certains oxydes métalliques sont également connus pour présenter des applications photocatalytiques améliorées. Études de dégradation de divers colorants dont le bleu de méthylène (MB), le rouge Congo, l'orange de méthyle, etc.

Dans le cas de nanoparticule d'oxyde de magnésium, le potentiel photocatalytique des MgO-NPs a été étudié par la réaction de dégradation du colorant bleu de méthylène (MB). Les MgO-NPs avec une valeur  $E_g$  de 4,1758 eV (l'énergie de la bande interdite des nanoparticules obtenues (4,1–6,2 eV) est inférieure à celle du MgO en vrac (7,8 eV) [58] ) sont considérés comme les MB les plus efficaces sous différentes conditions la dégradation photocatalytique [73].

### I.8.3.2. Propriétés antimicrobienne des NPs-MgO :

La recherche de nouvelles solutions s'est intensifiée ces dernières années, parmi lesquelles les meilleures alternatives sont les nanomatériaux semi-conducteurs, tels que les NPs MgO, largement étudiés en raison de leur forte activité photocatalytique. Ils sont utilisés pour décomposer les polluants organiques dans l'eau et l'air, et comme agents antibactériens [76].

L'activité antibactérienne des nanoparticules d'oxyde de magnésium contre trois bactéries pathogènes différentes, dont les bactéries Gram-positives [58] (*Staphylococcus aureus*), les bactéries Gram-négatives (*Pseudomonas aeruginosa* ; *Escherichia coli*) et les champignons pathogènes (*Candida albicans*) en utilisant la diffusion de disque méthodologie. Les résultats ont montré que ces MgNPs synthétiques présentaient des activités antibactériennes et antifongiques intéressantes contre ces pathogènes cliniques.

Lorsque que, les nanoparticules d'oxyde de magnésium ont montré la plus grande activité antibactérienne contre *Bacillus spp.* Par rapport à *Escherichia coli*. L'analyse par microscopie électronique à transmission des souches bactériennes traitées montre une distorsion morphologique augmentation de la destruction de la paroi cellulaire. L'analyse de l'activité antibactérienne des nanoparticules de MgO a montré une dose de  $6 \mu\text{g ml}^{-1}$  est suffisante pour tuer *Bacillus*. Et *E. coli* est de  $7,5 \mu\text{g ml}^{-1}$ . Ces doses peuvent être utilisées pour des applications médicales. Après des tests in vivo réussis, les nanoparticules de MgO peuvent être utilisées comme agents antibactériens [77].

L'activité antibactérienne des MgO-NPs a également été étudiée en utilisant la méthode de diffusion sur disque. Par rapport aux MgO-NPs avec une valeur  $E_g$  plus élevée, les MgO-NPs avec une valeur  $E_g$  plus faible ont montré un meilleur effet antibactérien. Un potentiel

## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

antibactérien accru contre *E. coli* a été observé, tandis qu'une activité modérée contre des souches de *R. solanacearum* a été observée[73].

En outre, plusieurs rapports ont attribué le mécanisme antibactérien des nanoparticules MgO à la formation d'espèces réactives d'oxygène (ROS) par exemple l'anion superoxyde ( $O_2^-$ ). En outre, l'augmentation de la surface des structures d'oxyde de magnésium à l'échelle nanométrique a entraîné l'augmentation de la concentration d' $O_2$  dans la solution et, par conséquent, l'annihilation efficace de la paroi cellulaire des bactéries et, finalement, la mort des micro-organismes[58].

### I.8.3.3. Propriété antioxydant des NPs-MgO :

Avec le début de la synthèse verte du MgO, les recherches d'un changement dans les propriétés de cette substance ou l'émergence de nouvelles propriétés lors de l'utilisation de la méthode de synthèse vert ont commencé.

L'activité antioxydante se manifeste par diverses actions, telles que le transfert d'un hydrogène, la chélation des métaux de transition, antioxydante est mesurée par plusieurs méthodes, généralement le plus utilisant est le radical DPPH.

Le potentiel de piégeage de la DPPH a été analysé pour déterminer le potentiel antioxydant des nanocristaux de MgO synthèse par la méthode de la chimie verte (par extrait aqueux de plant), une trempe dépendante de la dose est observée dans les nanocristaux de MgO, indiquant le potentiel d'être un antioxydant efficace[78].

Des études a déterminé l'activité antioxydant des nanoparticules MgO synthétisés par méthode de chimie verte. Les NP MgO ont montré de fortes propriétés antioxydantes lorsque La présence de nanoparticules MgO a entraîné une amélioration considérable de l'activité antioxydante de l'extrait d' *A. abrotanum* herb.les NPs synthétiques de MgO ont montré une activité de piégeage des radicaux libres jusqu'à la valeur IC50 de 4.73  $\mu\text{g/mL}$ [78].

Et autre étude détermine que les NPs MgO à médiation par *Phyllanthus emblica* peuvent être utilisés comme antioxydants tandis que L'activité antioxydante la plus élevée est attribuée à la présence de divers groupes bio-réducteurs de phytochimiques présents à la surface des MgONPs. la propriété de récupération des radicaux des MgONPs, comparée à l'acide ascorbique standard, montre que les MgONPs à médiation végétale ont le potentiel d'être utilisées comme antioxydantes, car elles ont un effet comparable à celui des antioxydants standard [78].



## **Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules**

### **I .8.4. Applications des nanoparticules d'oxyde de magnésium:**

#### **I .8.4.1. Industriel :**

De nos jours, il devient clair que les nanoparticules d'oxyde de magnésium ont une grande importance dans divers domaines en particulier dans le domaine industriel puisque la poudre d'oxyde de magnésium est traitées à partir de minerai de magnésie. L'oxyde de magnésium obtenu par calcination présente les avantages suivants: haute pureté, petite taille de particules, distribution uniforme, grande surface spécifique, une stabilité thermique et chimique élevée, NPs-MgO peut efficacement et économiquement produire et peut être utilisé pour produire des revêtements ignifuges ,l'oxyde de nano-magnésium a un bon effet ignifuge, et il peut être utilisé avec des copeaux de bois et des copeaux pour fabriquer des réfractaires et des céramiques métalliques comme le poids léger, isolation phonique, isolation thermique et panneau de fibres ignifuges. Pour les revêtements ignifuges, la quantité d'additif de 1% à 5% obtiendrait le meilleur effet. Il convient également au revêtement réfractaire du four et de la chaudière. Comparées à la taille des particules, les nanoparticules de MgO ont une surface spécifique plus grande. Cela le rend utile dans l'industrie de la construction. Les nanoparticules d'oxyde de magnésium ont été largement utilisées dans les domaines de l'électronique, de l'électricité et dans d'autres domaines en raison de leurs excellentes propriétés isolantes[79],poudre de nano-magnésie en raison d'un degré élevé de dispersion, peut être utilisé comme capteur d'humidité [80],peinture, papier et cosmétiques charges, matières plastiques et de caoutchouc et agents de renforcement[81].

La nano-magnésie est utilisée dans les céramiques hautes performances, elle a de bonnes performances de frittage, peut être frittée à basse température sans utiliser d'adjuvants de frittage et peut être transformée en céramiques à haute densité à grains fins ou en oxyde de magnésium multifonctionnel films. s'attendre à développer des matériaux de pointe dans des conditions sévères comme une température élevée et une forte corrosion;le matériau céramique peut être largement utilisé comme composant d'ingénierie à haute température et comme matériau réfractaire de haute qualité[82].

#### **I .8.4.2. Agricultural :**

Il a également été démontré que les nanoparticules d'oxyde de magnésium présentent de multiples avantages, notamment une faible phytotoxicité, une stabilité thermique, une non-génotoxicité et une toxicité abiotique pour l'homme pour d'excellentes applications phytosanitaires. Outre les caractéristiques susmentionnées, ces nanoparticules possèdent de

## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

nombreuses autres propriétés qui les rendent adaptées à une variété d'applications agricoles différentes. De plus, ces nanoparticules aident à augmenter les rendements agricoles des cacahuètes en favorisant la croissance des semis et des plantes et sont utilisées comme ingrédients alimentaires autorisés, compléments alimentaires, conservateurs de couleur, etc[64].

### I .8.4.3. Environnemental :

La pollution de l'environnement est un grave problème auquel sont confrontés les pays développés et en développement du monde entier. Il existe de nombreuses façons de lutter contre la pollution de l'environnement, mais l'inconvénient est que ces nettoyants peuvent avoir des effets secondaires lorsqu'ils commencent eux-mêmes à agir comme des polluants. Les nanoparticules sont devenues un bon substitut pour une variété de différentes méthodes de nettoyage de l'environnement. En raison des diverses propriétés des nanoparticules de MgO, elles ont démontré leur existence dans diverses applications environnementales Figure en peu de temps. En raison de leurs fortes propriétés absorbantes, de leur grande surface et de leur réactivité élevée, ces nanoparticules d'oxyde métallique sont considérées comme un absorbant possible de gaz nocifs tels que le dioxyde d'azote et dioxyde de soufre dans des conditions ambiantes. Les capacités d'adsorption saturée du MgO pour le dioxyde d'azote et le dioxyde de soufre sont respectivement de 174 mg/g et 160 mg/g, faisant des nanofeuilles de MgO un candidat prometteur pour le traitement des gaz toxiques[83].



Figure I. 18 : Applications environnementales des nanoparticules d'oxyde de magnésium[64].

## **Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules**

### **I .8.4.4. Clinique :**

La nanomédecine est définie comme l'application de la nanotechnologie pour traiter ou prévenir des maladies ou pour établir des diagnostics médicaux. Actuellement, la principale utilisation des nano-objets dans le domaine des soins est essentiellement vectorisation des médicaments, délivrance de gènes (thérapie génique), délivrance de vaccins [84], Imagerie Médecine et hyperthermie des tumeurs[85].

Les nanoparticules se développent également dans d'autres domaines de produits de santé tels que dispositifs médicaux (prothèses, pansements...), ingénierie tissulaire, réactifs de diagnostic in vitro et in vivo et cosmétiques [32].

La nanostructure de l'oxyde de magnésium a évolué récemment, ce qui leur offre une immobilisation de surface unique, une confirmation accrue et une activité biologique stable des biomolécules, ce qui rend les biocapteurs plus sensibles. Ces oxydes métalliques de nanostructure ont des propriétés uniques telles que les propriétés optiques, électriques, etc. qui en font le meilleur candidat pour l'utilisation dans les biocapteurs. Prévalence plus élevée de troubles liés au mode de vie comme le diabète, le cancer, l'hypertension, etc.

Comme indiqué par deux différents groupes de chercheurs A. Mahmoud et al., et R. Goyal et al., nanoparticules d'oxyde de magnésium sont connus pour acquérir une bonne activité anti-arthrite et anticancéreuse et oxyde de magnésium avec des particules de fer sont utiles dans l'imagerie par résonance magnétique, administration de médicaments, traitement du cancer ainsi que tri cellulaire et également utilisé comme agent de ciblage dans la cryoblessure . Des recherches ont suggéré que les nanoparticules d'oxyde de magnésium possèdent une excellente activité antibactérienne bien que ce mécanisme dépende de la liaison des nanoparticules à la surface de la bactérie[64].

### **I .9. Conclusion :**

Les nanotechnologies représentent un nouveau champ scientifique vaste et prometteur, cette nanomatériaux peut existe différentes sources (les nanoparticules naturelles, nanoparticules non manufacturées d'origine anthropique ou nanoparticules manufacturées) et différents types de nanoparticules (organique et inorganique) .avec des dimensions caractéristique peut représenter l'épaisseur d'une nanocouche, le diamètre d'une nanofibre ou la taille moyen d'une nanoparticule, ou la taille d'un nanograin dans un matériau massif dit nano structuré par utilisation de méthodes méthode chimique et physique, biologique et Leurs nombreuses applications dans un large éventail de domaines. Le textile, la cosmétique, l'alimentation,

## Chapitre I : Génialité sur les nanoparticules

l'imagerie médicale, la vectorisation des médicaments, l'environnement, l'électronique, la chimie et la biomédicales pour la recherche in vitro et in vivo chez l'animal apportent de nouveaux outils extrêmement utiles pour la compréhension des phénomènes biologiques et le développement de nouvelles méthodes thérapeutiques et diagnostiques[45].

À cour de ce chapitre nous avons donné un aperçu sur les méthodes les plus importantes et les plus utilisées pour l'élaboration de nanoparticules d'oxyde de magnésium, Nous intéresserons en particulier à en utilisant des méthodes nouvelles et améliorées, nous avons ensuite opté pour la méthode sol-gel auto-combustion par chimie verte utilisée dans notre travail avec des tailles et des formes bien contrôlées qui restent toujours un défi majeur. Dans ce contexte, nous cherchons à développer de nouvelles stratégies de synthèse simples, reproductibles en utilisant le minimum possible de réactifs chimiques non toxiques, afin de limiter les sous-produits de réactions et/ou ions résiduels qui risqueraient d'inhiber les propriétés intrinsèques du matériau final.

L'étude bibliographique menée sur l'oxyde de (MgO) a permis de donner une présentation de ses propriétés structurales, électriques et optiques afin de mieux comprendre les mécanismes responsables de ces propriétés. C'est pourquoi, il trouve des applications dans d'innombrables domaines. Son importance ne cesse de croître rivalisant ainsi avec les matériaux en course pour l'amélioration des nouvelles technologies.

# *Deuxième partie*

## *Partie Pratique*

# ***Chapitre II***

## ***Synthèse et caractérisation***

## Chapitre II: Synthèse et caractérisation

### II.1. Introduction

Ce chapitre représente une description des différents appareillages et produits chimiques et végétal utilisées ainsi que les techniques expérimentales, La partie expérimentale a été réalisée au niveau du laboratoire pédagogique de chimie 2 de la faculté des Sciences et Technologies de l'Université de Ghardaïa (Algérie).

### II.2. Objective du travail:

L'objectif recherché à travers ce travail est la synthèse des nanoparticules d'oxyde de magnésium (MgO NPs) à l'aide de l'extrait des plante d' *Oxalis pes-caprae* et des plante de *Pélargonium graveolens* par méthode sol-Gel auto-combustion (chimie verte) ,Cette méthode de synthèse permet d'obtenir des nanoparticules d' d'oxyde de magnésium, bien cristallisées, et des surface spécifique large. Nous détaillerons le procédé de biosynthèse en milieu aqueuse des extraits, appelé aussi « réaction vert » par la suite :

- La collecte de plante d' *Oxalis pes-caprae* et de plante de *Pélargonium graveolens*
- Extraction des extraits des plantes
- La biosynthèse des NPs-MgO en utilisant l'extrait des plantes comme agent réducteur.
- Caractérisation des NPs-MgO synthétisé avec différents techniques d'analyse (DRX, SEM et EDX).
- Et en fin, étudier l'activité antioxydant des NPs d'MgO obtenus.

## Chapitre II: Synthèse et caractérisation

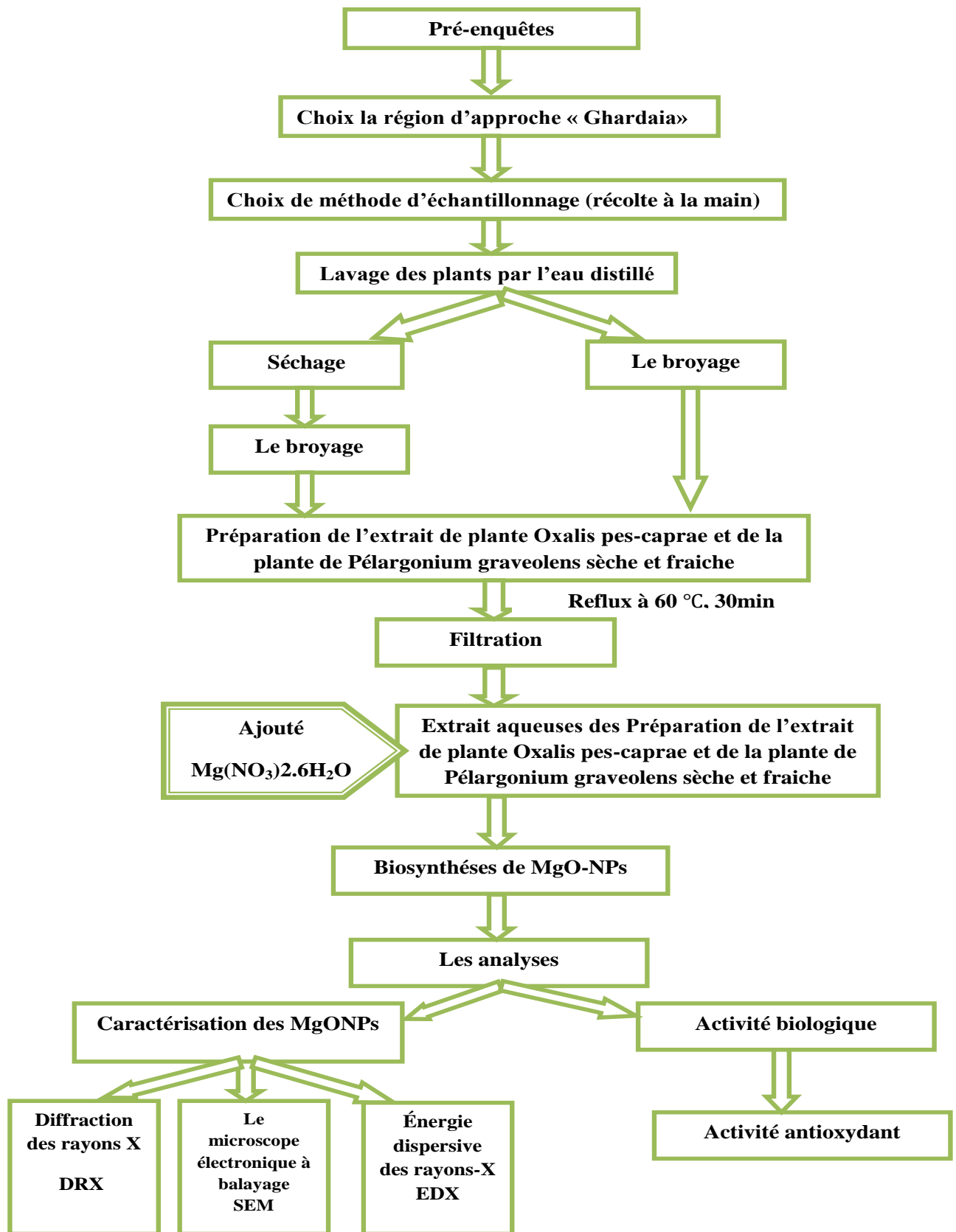


Figure II. 1 : Organigramme descriptif de la méthodologie de travail.



## Chapitre II: Synthèse et caractérisation

### II.3. Matériel utilisé :

#### II.3.1. Matériels et produits chimiques :

Le tableau suivant regroupe tous les produits chimiques et matériels utilisés dans notre étude.

Tableau II.1 : Tableau des produits et Matériels.

Produits	Matériels et verreries
<ul style="list-style-type: none"><li>• Nitrate de magnésium hexahydrate (<math>Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O</math>)(M=256.41g/mol, Densité 1.64g/cm<sup>3</sup>, Point d'ébullition 330°C, Point de fusion 89°C, soluble dans l'eau, Pureté 98 %)[E9].</li><li>• Hydroxyde d'ammoniac (NH<sub>4</sub>OH) (c'est un catalyseur alcalin qui aide à accélérer les réactions)</li><li>• Méthanol (CH<sub>3</sub>OH)</li><li>• 1,1-Diphényl-2-picrylhydrazyl (DPPH)</li><li>• Acide ascorbique</li><li>• L'eau distillée</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Un mortier</li><li>• Papier filtre</li><li>• une machine de broyage</li><li>• Becher</li><li>• Erlenmeyer</li><li>• Pincés</li><li>• Four</li><li>• éprouvette gradué</li><li>• Ecouvillon</li><li>• Rota vapeur</li><li>• Thermomètre</li><li>• Ballon (250 ml)</li><li>• Balance</li><li>• Barreau magnétique</li><li>• pH mètre (AD 130)</li><li>• Chauffe ballon avec agitation</li><li>• Entonnoir</li><li>• UV- visible (UVILIINE 9400C)</li><li>• Vortex(SA8)</li></ul>

#### II.3.2. Matériel végétal:

Le matériel végétal utilisé dans cette étude c'est la plante de *Pélargonium graveolens* et la plante d'*Oxalis pes-caprae*.

##### II.3.2.1. Présentation des plantes :

###### II.3.2.1.1. Plante de *Pélargonium graveolens* :

La famille des *Geraniaceae* (communément appelées *Géraniacées*) est une famille de plantes dicotylédones vraies qui comprennent 5–7 genres et 650–800 espèces. Cette famille est constituée d'arbustes, parfois à tiges lignées. Les genres *Géranium* et *Pélargonium* sont

## Chapitre II: Synthèse et caractérisation

classés dans la famille des *Geraniaceae* et possèdent un fruit allongé similaire, composé de 5 méricarpes, chacun contenant une seule graine[86].

***Pelargonium graveolens***: Le terme de latin scientifique *Géranium* est dérivé du grec geranion/ qui vient de geranos « grue », en raison des fruits allongés comme le bec des grues. *Pelargonium* vient de « pelargos » qui signifie cigogne, en raison d'un fruit en forme de bec de cigogne[86].

Le géranium rosat (de *Pelargonium graveolens*) est une plante aromatique appartenant à la famille des *Geraniaceae*, elle est originaire de l'Afrique australe et cultivée dans de nombreuses régions méditerranéennes et subtropicales .En Algérie, cette plante annuelle et spontanée est largement répandue. Cette espèce présente une apparence relativement courte et arbustive et peut atteindre une hauteur de 4.3 pieds (1.3 m) et une largeur de 3.3 pieds (1 mètre). Il est équipé de tiges épaisses et velues, très fermes et ressemblant à du bois. Les feuilles sont tapissées de poils fins, ce qui leur donne une texture douce. Contrairement à de nombreuses autres plantes, les feuilles du *Pélargonium graveolens* sont très ondulées et hérissées, leur donnant l'apparence de feuilles de laitue[86].

**Tableau II. 2:** Classification de *Pelargonium graveolens*[86].

<b>Règne</b>	Plantae (Plantes)
<b>Sous-règne</b>	<i>Tracheobionta (Trachéophytes)</i>
<b>Super division</b>	<i>Spermatophyta (plantes à graines)</i>
<b>Division</b>	<i>Magnoliophyta (ou angiospermes)</i>
<b>Classe</b>	<i>Magnoliopsida (ou dicotylédones)</i>
<b>Sous-classe</b>	<i>Rosidae</i>
<b>Ordre</b>	<i>Geraniales</i>
<b>Famille</b>	<i>Geraniaceae</i>
<b>Genre</b>	<i>Pelargonium</i>

## Chapitre II: Synthèse et caractérisation



**Figure II.2 :** La plante de *Pélarгонium graveolens*.

### **a- Composition chimique de *Pélarгонium graveolens* :**

Les études sur les espèces de *P. graveolens* se sont concentrées sur la composition chimique des huiles essentielles. Les trichomes des feuilles de Pélarгонium contiennent d'autres composés chimiques, notamment des flavonoïdes [86].

D'après les résultats des études précédents, l'analyse par chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse de la composition chimique de l'Huile essentielle(HE) montre l'existence de 40 composés correspondant à 96,86% par rapport à l'ensemble des constituants isolés[87]

- Le citronellol apparaît comme le constituant majoritaire de l'HE (19,22%),
- Le géraniole (14,03%)
- Le formiate decitronellyle (10,02%)
- Gamma (10-épi- $\gamma$ -eudesmol)(7,15%)
- L'acétate de géranyle (6,45%)
- Le linalol (5,6%)
- Le butyrate de géranyle(4,65%)
- Le longifolène(3,25%)
- L'isomenthone (3,08%)

## Chapitre II: Synthèse et caractérisation

Si résultats montre que l'extrait de *P. graveolens* est riches avec les molécules bioactives tels que les polyphénols, le citronellol, le géraniol,...etc.

### b- Utilisation de *Pélargonium graveolens* :

L'huile essentielle de ce *Pélargonium* possède des propriétés antibactérienne, antifongique, antioxydante, anti-leishmanienne, antiviral, anti-inflammatoire, insecticide ,et antimycobactérienne, anti-infectieuses, spasmolytiques, hémostatiques et cicatrisantes, et l'utilisation de l'huile essentielle de *Pelargonium graveolens* en agroalimentaire, en pratique médicale et en cosmétiques[87]. et elle a été utilisée pour le traitement des plaies et les brûlures superficielles, pour les massages, en cas de grande fatigue ou de stress et pour le soulagement des hémorroïdes, de l'inflammation et du cancer[86].

### II.3.2.1.2. Plante d'*Oxalis pes-caprae* :

Les *Oxalis* sont de petites plantes herbacées, souvent bulbeuses, et au port tapissant. Ils sont décoratifs par leur feuillage, rappelant celui des trèfles, et leur floraison étoilée. Les *Oxalis* rassemblent environ 500 espèces, qui peuvent être annuelles ou vivaces. Ils ont une très large aire de répartition au niveau mondial, mais on trouve la plus grande diversité d'espèces en Amérique du Sud et en Afrique du Sud et du nord, On l'observe actuellement sur tout le littoral algérien et même dans l'intérieur du pays[88].À l'état sauvage, les oxalis vivent dans des milieux ouverts ou en sous-bois, ce qui explique que certains se plaisent au soleil, et d'autres plutôt à l'ombre.

Les oxalis ne sont pas toujours très rustiques. Certains tolèrent jusqu'à -10°C, mais d'autres craignent lorsque les températures s'approchent de 0°C, et devront être rentrés sous abri pour l'hiver. L'*Oxalis triangularis*, par exemple, est couramment cultivé comme plante d'intérieur et peut passer toute l'année dans un appartement ou une maison.

Les *Oxalis* ont donné leur nom à la famille des *Oxalidacées*, dont ils représentent la grande majorité des espèces (500 sur 600). Hormis la ressemblance de leur feuillage, les oxalis n'ont donc rien à voir avec les trèfles (*Trifolium* sp), ces derniers appartenant à la famille des *Fabacées*. Leurs fleurs sont d'ailleurs très différentes[E10].

**Les familles d'*Oxalis* sont :** *Oxalis acetosella*, *Oxalis articulata*, *Oxalis corniculata* ,*Oxalis debilis*, *Oxalis fontana* ,*Oxalis floribunda* ,*Oxalis martiana*, *Oxalis stricta* ,*Oxalis pes-caprae*[89].

## Chapitre II: Synthèse et caractérisation

*Oxalis pes-caprae* : Le nom du genre «Oxalis» dérive de «acide » du a l'acide oxalique dans les feuilles et les racines. L'appellation pes-caprae ressemblant pied d'une chèvre , pes = pied et . caprae =chèvre ( en latin) [88].

*Oxalis pes-caprae* (buttercup oxalis, Bermuda buttercup, yellow oxalis) est une plante vivace à faible croissance (famille des *Oxalidaceae*) que l'on trouve dans les chaînes côtières. La *Oxalis pes-caprae* est présent dans les dunes côtières, les broussailles, les chênaies, les jardins, le gazon, les zones urbaines, les vergers et les champs agricoles. *Buttercup oxalis* a été introduite comme plante ornementale de paysage en Afrique du Sud. Bien que *Buttercup oxalis* ne produise pas de graines, il est difficile à contrôler en raison de sa capacité à former de nombreux bulbes persistants. La culture peut être un contrôle efficace si elle est effectuée lorsque les plantes commencent à peine à fleurir[E10].

**Tableau II. 3:** Classification d'*Oxalis pes- caprae*[88].

<b>Règne</b>	<b>Plantae (Plantes)</b>
<b>Domaine</b>	<i>Eucaryota</i>
<b>Embranchement</b>	<i>Spermatophyta (plantes à graines)</i>
<b>Sous-Embranchement</b>	<i>Angiosperms</i>
<b>Classe</b>	<i>Eudicotyledonae</i>
<b>Sous-classe</b>	<i>Rosidae</i>
<b>Ordre</b>	<i>Oxalidales</i>
<b>Famille</b>	<i>Oxalidaceae</i>
<b>Genre</b>	<i>Oxalis</i>

## Chapitre II: Synthèse et caractérisation



**Figure II.3 :** Le plant d'*Oxalis pes- caprae*.

### **a- Composition d'*Oxalis pes- caprae* :**

L'*oxalis* contient vitamine C (l'acide ascorbique) et B, et l'acide oxalique qui est toxique pour les grands herbivores (bétail) lorsqu'il est consommé en grandes quantités, qui par réaction avec le calcium et le magnésium sanguins, forme des oxalates insolubles. Ces *Oxalates* sont des poisons systémiques et corrosifs pour les reins. L'ingestion de quantités importantes d'*oxalis* entraîne une hypocalcémie sévère dépression du système nerveux central et la mort survient par un collapsus cardiovasculaire.

La teneur phénolique totale des extraits d'acétate d'éthyle, de méthanol et de n-butanol d'*Oxalis pes-caprae* a été déterminée à l'aide de la méthode Folin Ciocalteu. La teneur en phénolique des extraits d'*Oxalis pes-caprae* a diminué de l'acétate d'éthyle>méthanol>n-butanol[74],et le teneur en eau est 88.65%[89].

### **b- Utilisation d'*Oxalis pes- caprae* :**

Les feuilles sont acidulées, réfléchissantes, antiseptique antiscorbutiques et diurétique suite a l'acide oxalique qu'elles renferment, et les extraits d'*Oxalis pes- caprae* avaient une activité antioxydant importante[88].

### **Utilisation mondiale :**

- cultivé comme plante ornementale.
- utilisation des feuilles en infusion est détoxifiante, tonifiante et diurétique ; à fort dosage la plante peut devenir toxique.



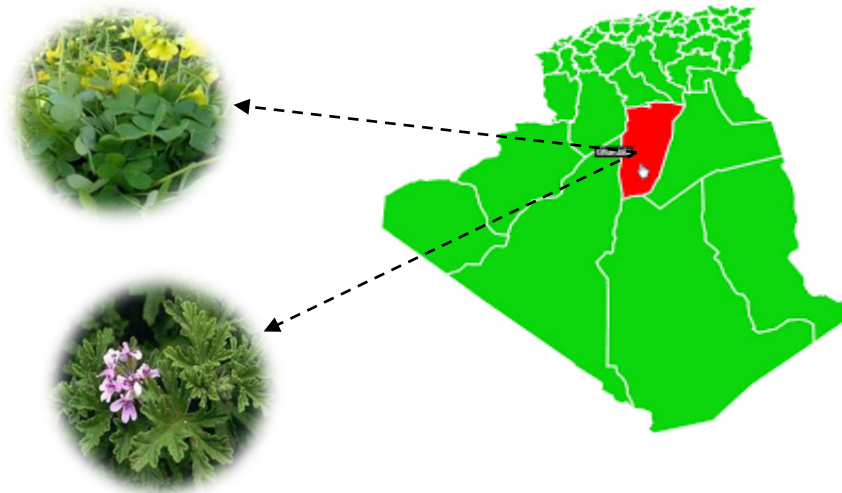
## Chapitre II: Synthèse et caractérisation

### Utilisation traditionnelle locale :

- Les feuilles fraîches mâchées en salade sont efficaces contre les ulcérations de bouche.
- Feuilles cuites en cataplasme sont utile contre les abcès froids.

### II.4. Récolte du Matériel végétale:

La plante *O. pes-caprae* et la plante de *P. graveolens* a été récolté dans la région de son habitat naturel durant le mois de février 2022. La récolte est effectuée dans la région Ghardaïa au sud-est d'Algérie (la **Figure II.4**). La récolte du matériel végétal a été collectée en début de matinée afin que le matériel végétal soit le plus frais possible.



**Figure II. 4:** Géographie de la zone de prélèvement de plante d'*O. pes-caprae* et de la plante de *P. graveolens* (google map, 2020).

### II.5. Préparation de l'extrait de *Oxalis pes-caprae* et de la plante de *Pelargonium graveolens* :

#### II.5.1. Lavage :

Lavage des plants par l'eau distillée ont été lavés plusieurs fois pour éliminer les impuretés et poussières.

#### II.5.2. Séchage :

Après le processus de lavage des plants d'*O. pes-caprae* et de la plante de *P. graveolens* par l'eau distillé vient le processus de séchage à l'ombre à température ambiante pendant 5 à 7 jours, qui est un processus destiné à réduire la teneur en humidité des plants Pour faciliter le processus de broyage.

## Chapitre II: Synthèse et caractérisation

### II.5.3. Le broyage :

Le broyage de plante d'*O. pes-caprae* et de la plante de *P. graveolens* nous permet d'avoir un substrat homogène et on obtient ainsi une poudre fine, l'opération est réalisée par un machine de broyage ce par le cas des plants séché mais le broyage dans le cas des plants fraiches est réalisé par un ciseau. Le but du broyage est d'augmenter sa surface spécifique et donc sa réactivité avec le solvant.

#### Cas des plants sèche :

Après, on fait le broyage pour obtenir une poudre fine. L'extrait a été préparé en mettant 100 g de la poudre avec 250 ml d'eau distillée dans un bécher en verre de 500 ml. Le mélange a été agité pendant 30 minutes à température 60°C. L'extrait était filtré avec un papier filtre et conservé dans une bouteille hermétique à 6 °C.

#### Cas des plants frais :

On fait une autre préparation de l'extrait des plants frais avec les mêmes conditions précédentes mais il n'y a pas un séchage, on peut utiliser les plants directement après lavage par l'eau distillé et le broyage pour obtenir des petits morceaux.

**Note :** La plante sèche (déshydratées) plus riche et concentrées en principes actifs (la composition phytochimicale ) que le plant frais.

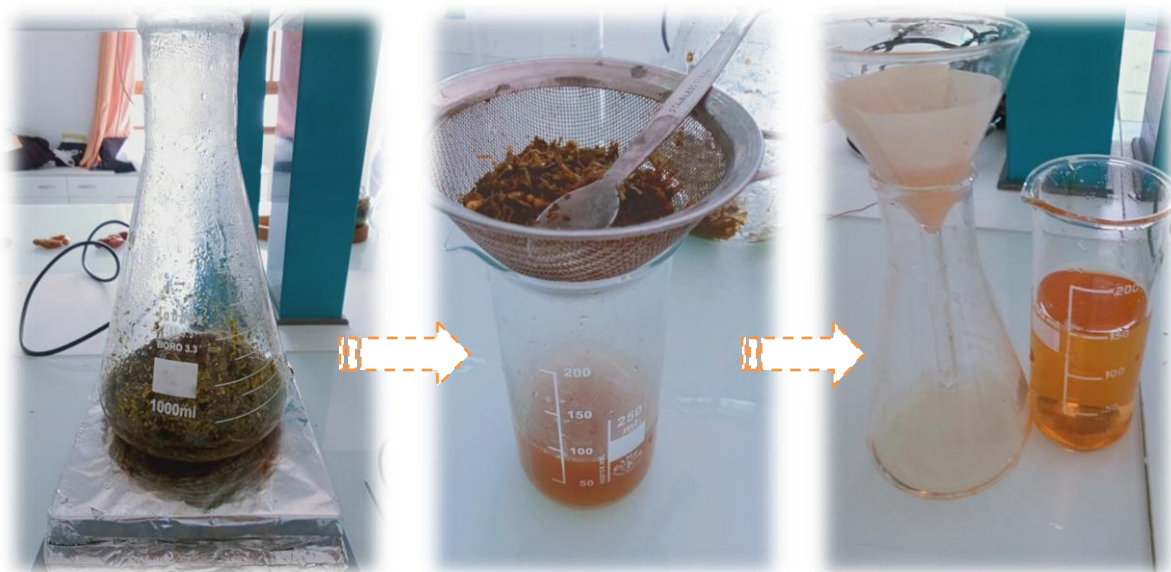


Figure II. 5 : Préparation de l'extrait des plants sèche et frais.



## Chapitre II: Synthèse et caractérisation

### II.6. Biosynthèse des nanoparticules de MgO :

Les nanoparticules d'oxyde de magnésium ont été synthétisées en utilisant le nitrate de magnésium hexahydrate ( $\text{MgNO}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) comme une matière source, Pour la procédure expérimentale typique; 10g de nitrate de magnésium a été dissous dans 30 ml d'extrait aqueux d'un extrait de la plante pélagonium graveolens frais dans un bécher en verre de 100 ml dans un système de chauffage avec agitation continue à 60 ° C.

Une solution d'Hydroxyde d'ammoniac ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) a été ajoutée goutte à goutte au mélange pour réglé Le pH des solutions, il était à 7(changement de colure d'une solution, **Figure II.6**).



**Figure II.6** : Ajoute de  $\text{NH}_4\text{OH}$  dans la solution pour le PH=7.

Le mélange de réaction a augmenté à 90° C et a été laissé pour devenir un gel, Après une période a augmenté la température (120° C) et a été laissé pour devenir un xerogel. Le processus d'combustion a eu lieu grâce à la présence d'un extrait de la plante pélagonium graveolens frais (bioréduction) qui retourne comme carburant pour le processus d'combustion comme indiqué dans la **figure II.7** .

## Chapitre II: Synthèse et caractérisation



**Figure II. 7 :** le procédé d'auto-combustion grâce à l'existence de plant *d'O. pes- caprae*.

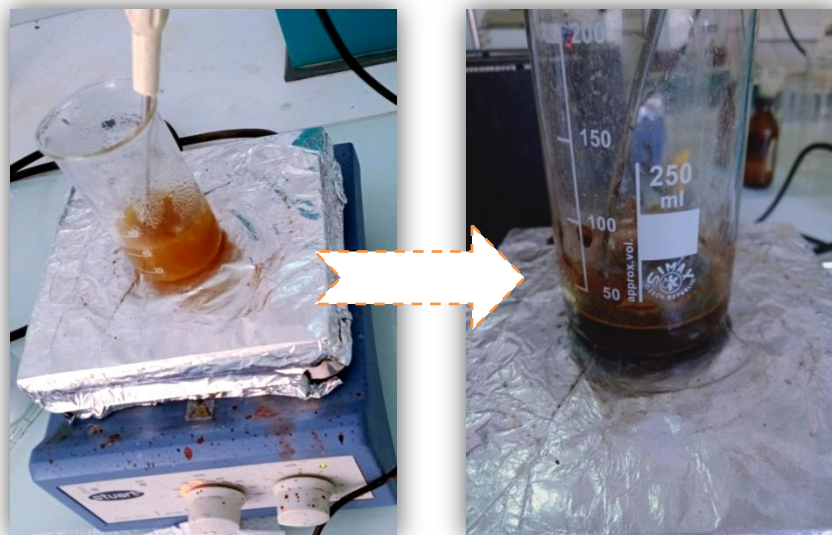
La poudre a été recueillie et placée dans le récipient en porcelaine et est entrée dans le four à une température de jusqu'à 600 ° C pendant 2 heures.

Les mêmes étapes ont été rétablies lors de l'utilisation de la plante de *P. graveolens* sèche et *d'O. pes- caprae* sèche et fraîche, La poudre de MgO-NPs, qui était sous forme de poudre blanche a été recueillie pour des analyses [62].et l'expérience de méthode sol-gel auto-combustion est passé par les étapes suivantes :

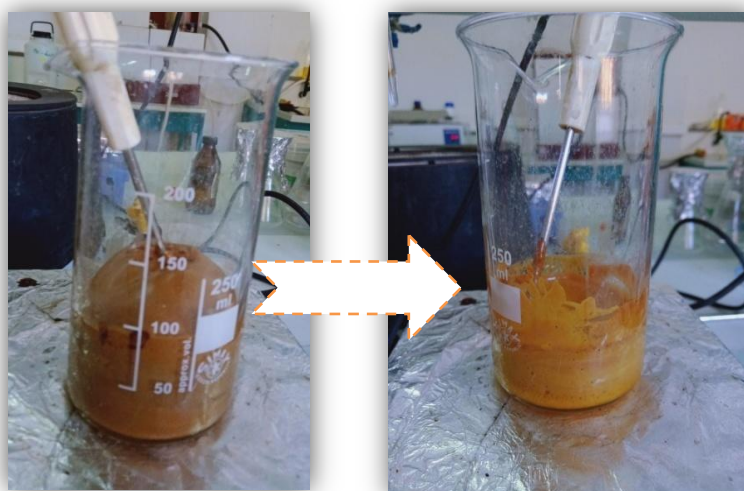


**Figure II.8 :** Etape de préparation des produits.

## Chapitre II: Synthèse et caractérisation

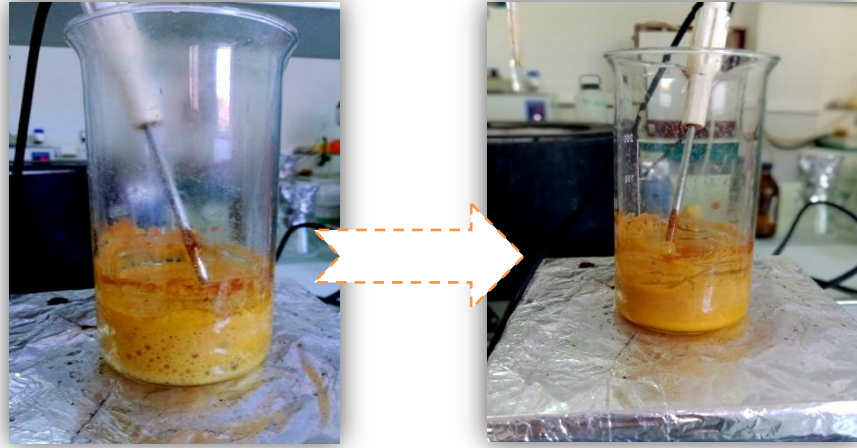


**Figure II.9 :** Etape d'hydrolyse.

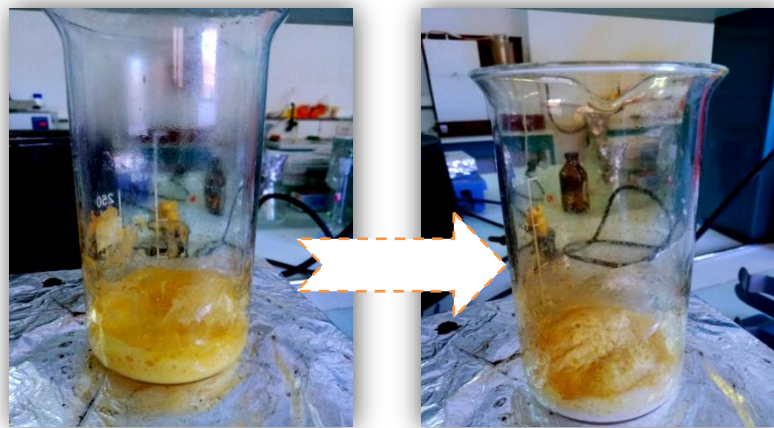


**Figure II.10:** Etape de polycondensation.

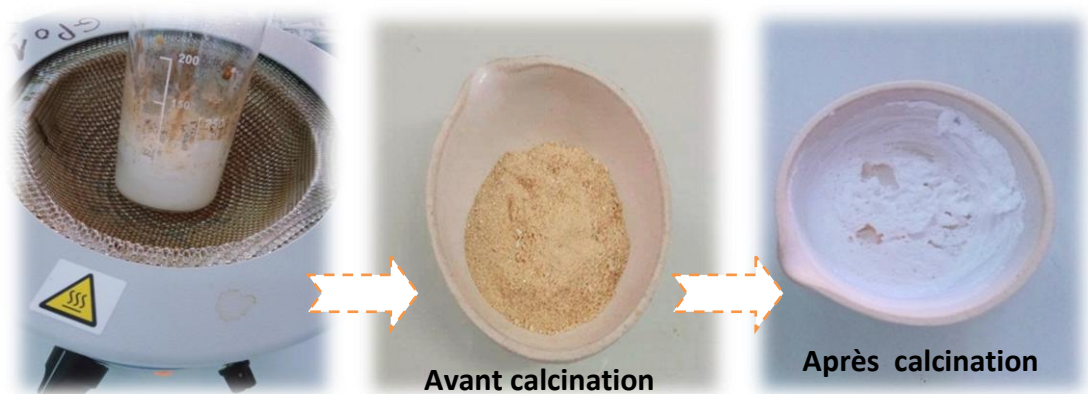
## Chapitre II: Synthèse et caractérisation



**Figure II.11:** Etape de vieillissement(Aging).



**Figure II. 12 :** Etape de séchage.



**Figure II. 13 :** Etape de traitement thermique(Calcination).

**Note :** L'étape de la combustion diffère d'une plante à l'autre : chez *O. pes-caprae* la combustion a eu lieu avant qu'il ne devienne xerogel et chez *P. graveolens* elle s'est produite lorsqu'il est devenu xerogel (le **Figure II. 7** et le **Figure II. 12**).



## Chapitre II: Synthèse et caractérisation

On peut résumer le protocole de méthode sol-gel auto-combustion par ce schéma :

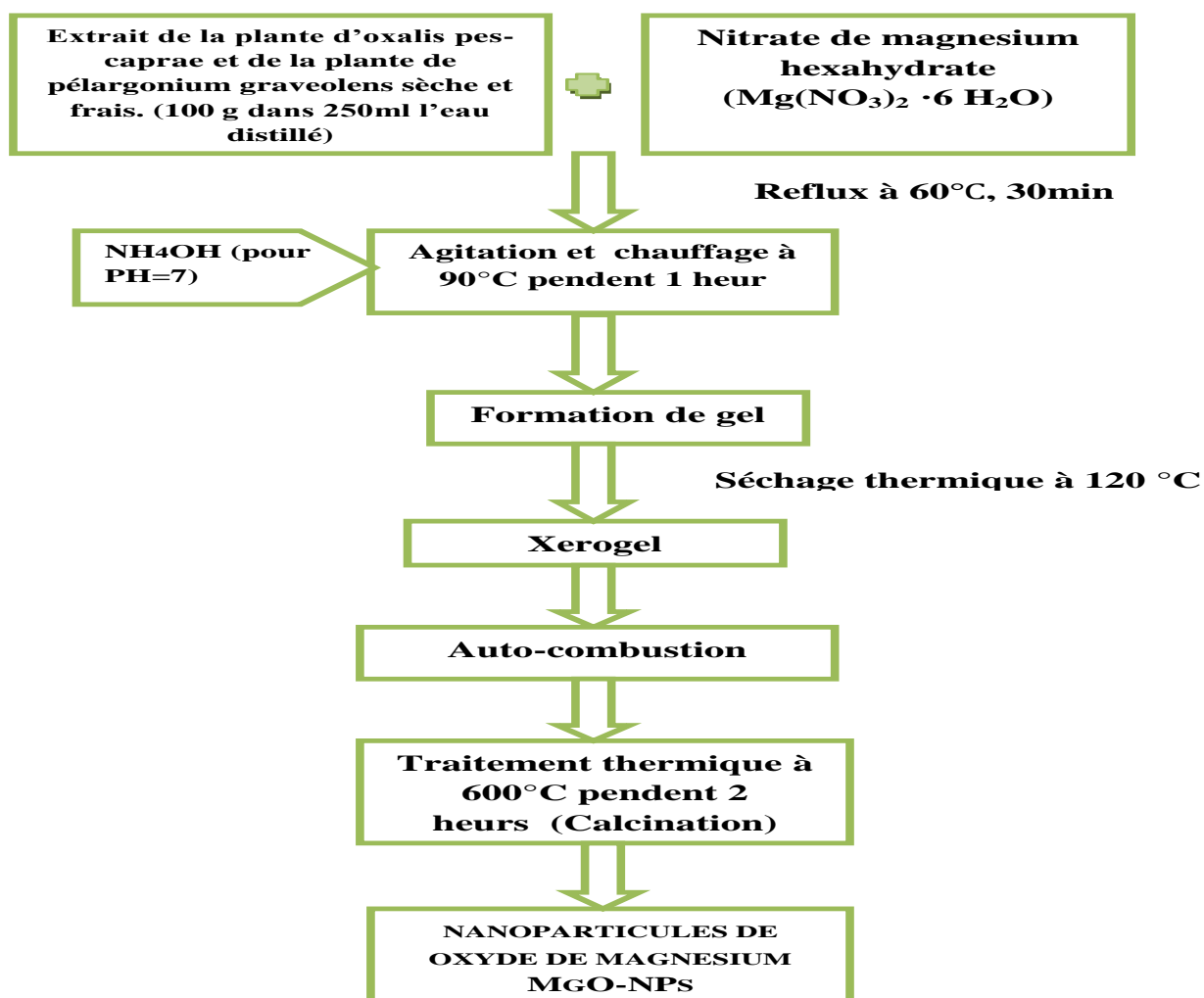


Figure II.14 : Synthèses de nanoparticules d'oxyde de magnésium par méthode sol gel auto-combustion

### II.7. Caractérisation physico-chimique de la plante d'*Oxalis pes-caprae* et de la plante de *Pélargonium graveolens* :

L'étude d'analyse quantitative permet de détecter les différentes familles chimiques présentes dans la plante d'*O. pes-caprae* sèche et fraîche et de la plante de *P. graveolens* [90].

#### II.7.1. Extraction des composés phénoliques :

##### ➤ Définition des composés phénolique :

Les polyphénols ou composés phénoliques sont des molécules propres au règne végétal. De haut poids moléculaire. Ces composés partagent tous un ou plusieurs cycles benzéniques avec un ou plusieurs groupes fonctionnels hydroxyle. Les structures des composés phénoliques naturels varient de molécules simples (acides phénoliques simples) à des molécules

## Chapitre II: Synthèse et caractérisation

hautement polymériques (tanins condensés), et plus de 8000 structures phénoliques ont été identifiées. Les polyphénols sont des métabolites secondaires qui contiennent un très grand groupe de produits chimiques qui peuvent être classés selon le nombre et la disposition de leurs atomes de carbone (C6-C1 Acides phénols, C6-C3-C6 Flavonoïdes). Ces molécules se trouvent souvent en conjonction avec des sucres et des acides organiques[91].

### ➤ Principe d'extraction :

La rupture des tissus végétaux et la diffusion a pour but de libérer les polyphénols de la matrice végétale.

### ➤ Préparation des extraits:

3g de la poudre sont extraits au moyen de 50 ml de méthanol sous agitation magnétique pendant 12 heures à température ambiante (25°C) et à l'abri de la lumière puis filtrés avec du papier filtre.

Les filtrats sont mis dans une évaporation dans un évaporateur rotatif sous vide à 40C°. Ce procédé est décrit par le schéma donné par la figure II. 16.



**Figure II. 15:** Schéma d'extraction solide-liquide dans méthanol.

## Chapitre II: Synthèse et caractérisation



**Figure II. 16 :** Éliminations du méthanol avec rota vapeur.

Les filtrats sont mis dans des béchers, ensuite, séchés à l'aide d'une étuve à 40°C jusqu'à l'obtention d'un poids stable. Les extraits sont pesés après l'évaporation pour estimer le rendement d'extraction comme suit [92] :

$$\text{Taux de la matière extraite (\%)} = (P_1 - P_0) / E \times 100 \quad (\text{II-1})$$

Avec :

$P_1$  : poids de bécher vide(g).

$P_0$  : poids de bécher après l'évaporation (g).

$E$  : Poids d'échantillon (g).

### II.7.2. Dosage des composés phénoliques :

#### II.7.2.1. Dosage des poly phénols totaux :

Le dosage des polyphénols totaux a été déterminé par spectrophotométrie, selon la méthode Colorimétrique utilisant le réactif de Folin-Ciocalteu. Ce dosage est basé sur la quantification de la concentration totale de groupements hydroxyles présents dans l'extrait. Le protocole utilisé est basé sur celui décrit par (Singleton et Ross, 1965) [93].

#### ➤ Principe :

Le réactif de Folin-Ciocalteu est un acide de couleur jaune constitué par un mélange d'acide phosphotungstique ( $H_3PW_{12}O_{40}$ ) et d'acide phosphomolybdique ( $H_3PMO_{12}O_{40}$ ). Il est réduit lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxydes bleu de tungstène et de molybdène (Ribéreau, 1968) [93]. La coloration produite, dont l'absorption maximum à environ 760-765

## Chapitre II: Synthèse et caractérisation

nm est proportionnelle aux taux des composés phénoliques oxydés présents dans les extraits végétaux.

### ➤ Mode opératoire :

Le dosage des polyphénols totaux est réalisé selon la méthode colorimétrique de Folin-Ciocalteu avec quelques modifications (Hayes et *al*, 2011) [94].pour réaliser ce dosage, Une quantité de 100 µl des échantillons sont mélangés avec 500 µl du réactif de Folin-Ciocalteu fraîchement préparé (dilué 10 fois) et incubées à température ambiante dans l'obscurité. Après 2min, 1,5 ml de carbonate de sodium Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (20%) sont ajoutés. Le mélange final subit une agitation à l'aide d'un vortex.

Un blanc, contenant tous les réactifs, excepté l'échantillon qui est remplacé par le méthanol, est préparé dans les mêmes conditions.

Après 2 heures d'incubation à l'obscurité, la lecture est réalisée à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible (**Annexe 01**) à une longueur d'onde de 760 nm.

La détermination de la concentration en polyphénols totaux est effectuée en se basant sur une courbe d'étalonnage  $y=ax+b$  réalisée en parallèle par l'acide gallique (C<sub>6</sub>H<sub>2</sub>(OH)<sub>3</sub>COOH), l'acide gallique est utilisé comme standard pour préparer une gamme étalon dans la marge de concentration 0-2 mg/ml, dans les mêmes conditions et les mêmes étapes du dosage. La teneur des polyphénols totaux ont été exprimés en mg d'équivalent d'acide gallique par gramme.

### II.7.2.2. Dosage de la concentration en Ortho-diphénol :

#### ➤ Définition et principe :

La méthode est basée sur la formation d'un complexe jaune entre les ortho-diphénols et les ions molybdates qui absorbent au voisinage de 370 nm. La concentration en ortho-diphénols des extraits méthanoïques est déterminée suivant le protocole de Mateos(2001). Cette méthode est basée sur la formation de complexes entre les ortho-diphénols et les ions molybdates Les concentrations en ortho-diphénols des échantillons sont déterminées à partir d'une courbe d'étalonnage réalisée avec l'acide caféique comme standard et les résultats sont exprimés en milligrammes d'équivalent d'acide caféique /Kg d'extrait (mg d'E.A.C./Kg) [95].



## Chapitre II: Synthèse et caractérisation

### ➤ Principe :

A 4 ml d'extrait méthanoïque, sont ajoutés 1 ml d'une solution de molybdate de sodium déshydraté à 5% dans l'éthanol-eau (v/v). Le mélange est agité vigoureusement et après 15 mn d'incubation à l'obscurité, l'absorbance des solutions phénoliques est mesurée à 370nm[95].

L'acide caféique est utilisé comme standard pour préparer une gamme étalon dans la marge de concentration 0 -100 mg L-1 ( $Y = aX+b$ ; X: concentration en acide caféique (mg L-1); Y: Densité optique à 350 nm). Les teneurs en ortho-diphénols des échantillons sont calculées à partir de l'équation de régression de la gamme d'étalonnage établie avec l'acide caféique.

### II.7.2.3. Dosage de la concentration en flavonoïde :

#### ➤ Définition :

La quantification des flavonoïdes a été effectuée par une méthode basée sur la formation d'un complexe très stable, entre le chlorure d'aluminium et les atomes d'oxygène présent sur les carbones 4 et 5 des flavonoïdes [92].

#### ➤ Principe :

Le dosage des flavonoïdes est basé sur la complexation des flavonoïdes (un test colorimétrique) par l'aluminium suite à la chélation de métaux ( $Al^{3+}$ ) utilisés sous forme de trichlorure d'aluminium ( $AlCl_3$ ), par les groupements OH. avec lequel ils forment des complexes acides stables[93].

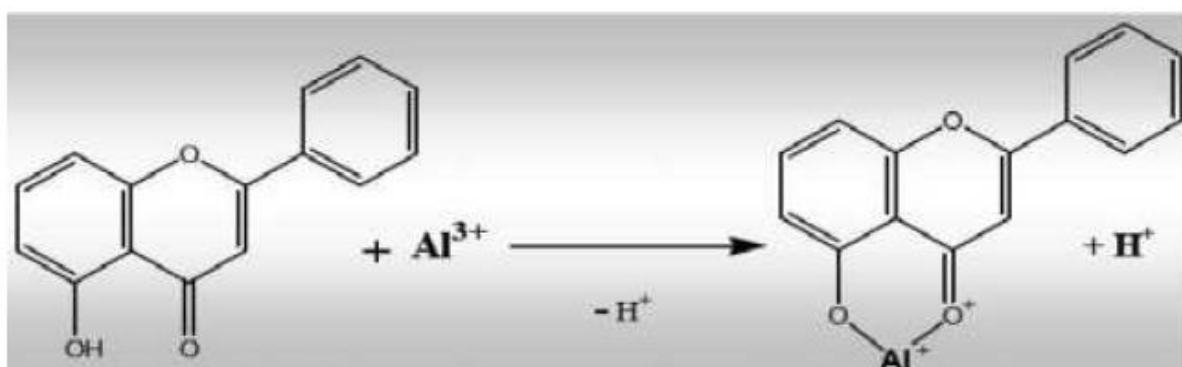


Figure II.17 : Mécanisme de réaction de chlorure d'aluminium avec les flavonoïdes[93].

## Chapitre II: Synthèse et caractérisation

### ➤ Mode opératoire :

2 ml de jus ou des extraits méthanoïques sont mélangés avec 2 ml de solution de chlorure d'aluminium ( $\text{Al Cl}_3, 6 \text{ H}_2\text{O}$ ) (2%). Puis homogénéiser et laisser au repos pendant 15 min à température ambiante à l'obscurité. Le blanc est préparé dans les mêmes conditions. Après 2 heures d'incubation à l'obscurité, la lecture est réalisée à l'aide d'un spectrophotomètre à une longueur d'onde de 760 nm[96].

La quantité de flavonoïdes contenue dans notre échantillon est calculée en se référant à une courbe d'étalonnage réalisée avec la quercitrine (1mg/ml). La quercitrine est utilisée comme standard pour préparer une gamme étalon dans la marge de concentration 0 - 250 mg L<sup>-1</sup>.

## II.8. Activité biologique :

### II.8.1. Activité antioxydant :

Des nombreuses méthodes sont utilisées pour l'évaluation de l'activité antioxydante des composés phénoliques purs ou des extraits, les nanoparticules. Ces méthodes sont basées sur la coloration ou la décoloration d'un réactif dans le milieu réactionnel.

L'activité antioxydant a été évaluée par la méthode de réduction de DPPH; en utilisant comme standard l'acide ascorbique (antioxydant secondaire).

#### II.8.1.1. Méthode de DPPH :

Le composé 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl ( $\alpha, \alpha$ -diphényl- $\beta$ -picrylhydrazyl) est l'un des premiers radicaux libres utilisés pour étudier la relation structurelle de l'activité antioxydant des composés phénoliques. Le DPPH prend une forte couleur violette en l'absence d'antioxydants, la couche électronique de ce radical libre se sature au contact des antioxydants, ce qui explique la disparition de la couleur violette, cette décoloration traduit la capacité de l'extrait végétal à capter sa base libre, d'où sa capacité antioxydant[97].

### ➤ Mode opératoire

L'activité anti radicalaire de DPPH· a été déterminée en se basant sur les essais décrits par Brand-Williams et al avec quelques modifications. Ainsi, dans un volume de 1 ml, on prépare différentes concentrations de l'extrait à tester dans le méthanol, on ajoute, ensuite 2 ml de la solution de DPPH· de concentration 0,1 mM. Après agitation vigoureuse, le mélange est

## Chapitre II: Synthèse et caractérisation

incubé pendant 1 heure à l'obscurité et à température ambiante, puis l'absorbance est mesurée à 515 nm par un spectrophotomètre UV- visible. Une solution contenant 1 ml méthanol et 2 ml de DPPH· considérée comme blanc analytique est préparée en parallèle.

L'estimation de l'activité anti radicalaire est exprimée par la valeur du pourcentage d'inhibition (%I) calculé à l'aide de la formule suivante [98] :

$$I \% = [(Abs_0 - Abs_1) / Abs_0] \times 100 \quad (\text{II-2})$$

**Abs<sub>0</sub>** : absorbance du blanc analytique.

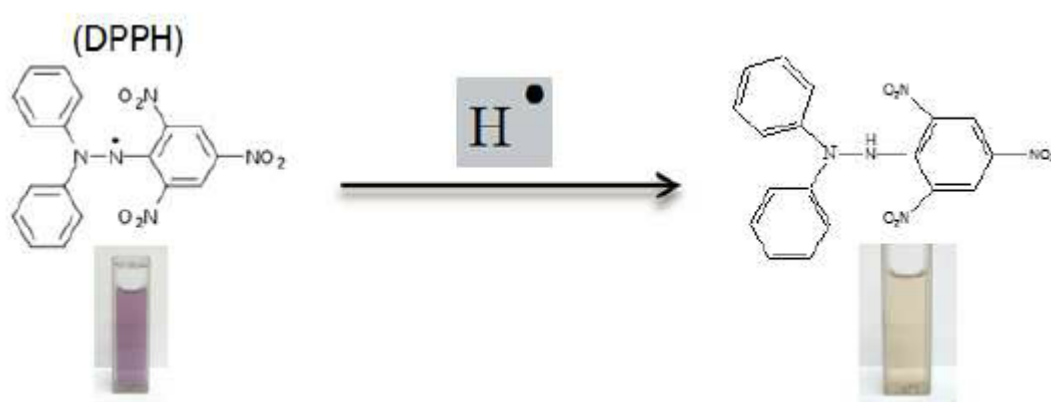
**Abs<sub>1</sub>** : absorbance de la solution en présence d'extrait.

La courbe donnant la variation du (%I) en fonction des différentes concentrations de l'extrait, permet de déterminer l'activité antiradicalaire ou EC<sub>50</sub> (Efficient Concentration 50%), définie comme étant la quantité d'extrait nécessaire pour diminuer de moitié la concentration initiale de DPPH. À titre d'indication, un standard : l'acide ascorbique connus pour leur effet anti-radicalaire contre le DPPH ont été testés en parallèle.

### ➤ Calcul des IC<sub>50</sub>:

L'IC<sub>50</sub> (concentration inhibitrice 50 %) est également appelée EC<sub>50</sub> (Efficient concentration 50), est la concentration de l'échantillon d'essai nécessaire pour réduire les radicaux libres DPPH de 50 %. Cette La IC<sub>50</sub> est calculée graphiquement en pourcentage d'inhibition, selon Différentes concentrations d'extrait testées[98].

De faibles valeurs IC<sub>50</sub> indiquent une activité antioxydant élevée[98].



**Figure II.18** : Solution contenant le radical DPPH avant et après l'ajout de l'échantillon de test[99].

## Chapitre II: Synthèse et caractérisation

### II.9. Caractérisations des nanoparticules formées :

#### II.9.1. Diffraction des rayons X(DRX) :

La diffraction des rayons X est une méthode couramment utilisée pour caractériser la structure des matériaux et identifier la nature des produits cristallisés, ainsi que pour identifier les matériaux inconnus. Cette technique permet d'obtenir des informations sur les nature cristallines (monocristallines, polycristallines, amorphes) lorsqu'elle est appliquée à des milieux cristallins avec des arrangements périodiques ordonnés. La phase cristalline présente peut être facilement identifiée par comparaison avec une base de données de plus de 69 500 composés répertoriés (Joint committee on powder diffraction standards (JCPDS)). Il peut également déterminer plusieurs paramètres structuraux, tels que les paramètres de maille, les positions cristallines des atomes, la taille et l'orientation des cristallites qui composent le matériau, les défauts, etc[65],[75].

##### ➤ Principe :

Les rayons X sont des rayonnements électromagnétiques de longueur d'onde comprise entre 0.01 et 10 Å. Mais le domaine utilisé pour la caractérisation des matériaux est 0.1-10Å (0.01 nm-1nm). La DRX est un phénomène de diffusion cohérente qui se produit lorsqu'ils interagissent avec la matière organisée. L'onde diffractée résulte de l'interférence des ondes diffusées par chaque atome. Elle dépend donc de la structure cristallographique. Lorsqu'un faisceau incident de rayons X monochromatiques est focalisé sur l'échantillon à caractériser, il interagit avec le nuage électronique des atomes. Si l'échantillon présente une structure cristalline il peut y avoir un phénomène de diffraction, lorsque les ondes associées aux rayons X sont en phase, donc, les diagrammes de diffraction des rayons X sont obtenus en mesurant les angles auxquels un faisceau de rayons X est diffracté par les phases cristallines de l'échantillon. L'équation de BRAGG rapporte la distance entre deux plans hkl ( $d$ ) et l'angle de diffraction ( $2\theta$ ) comme[74] :

$$n\lambda = 2 d \sin \theta$$

(II-3)

Où,

$d$ : la distance entre les plans (hkl )

$\lambda$  = longueur d'onde des rayons X (1.5406 Å)

$n$  = un nombre entier connu sous le nom d'ordre de réflexion

## Chapitre II: Synthèse et caractérisation

( $h$ ,  $k$  et  $l$  représentent les indices de Miller des plans respectifs).

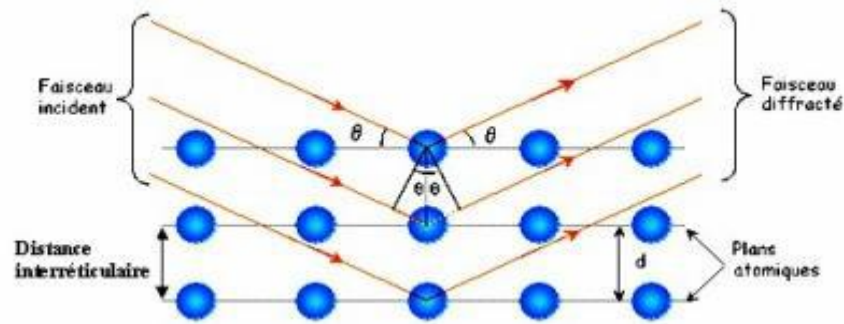


Figure II. 19 : Illustration de la loi de Bragg[73].

A partir des diagrammes de diffraction, on peut déterminer l'unicité de la structure des nanocristaux, la pureté de la phase, le degré de cristallinité et les paramètres des cellules unitaires des matériaux nanocristallins. La technique de DRX est non destructive et ne nécessite pas de préparation d'échantillons élaborée. L'analyse d'élargissement par DRX a été utilisée pour déterminer la taille des cristaux de matériaux à l'échelle nanométrique à partir de la largeur à mi-hauteur  $\beta$  (FWHM) du pic de diffraction enregistré en  $2\theta$ . La taille moyenne des nanoparticules peut être estimée en utilisant l'équation de Debye-Scherrer[39],[75] :

$$D = \frac{\lambda K}{\beta \cos \theta} \quad (\text{II-4})$$

Où

$D$  = la taille des cristaux

$k$  = Constante de Scherrer proche de 1 prend en général la valeur 0.9.

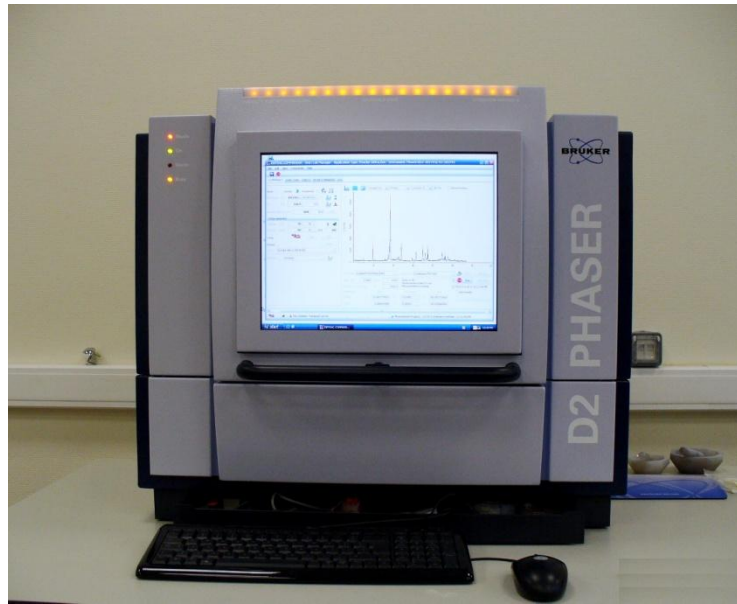
$\lambda$  = longueur d'onde des rayons X

$\beta$  = largeur à mi-hauteur de la réflexion à l'angle de Bragg  $2\theta$ . (FWHM( $\beta$ ) la largeur à mi-hauteur (en rad) du pic).

### ➤ Appareillage:

Le diffractomètre utilisé pour l'analyse de nos échantillons est de marque «D2 PHASER» (Figure II.). Les rayons X incidents proviennent de l'émission  $K\alpha$  d'une anticathode du cuivre, de longueur d'onde  $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$ .

## Chapitre II: Synthèse et caractérisation



**Figure II.20 :** Diffractomètre « D2 PHASER ».

### II.9.2. Microscope électronique à balayage (MEB, SEM) :

La microscopie électronique à balayage (MEB) ou Scanning Electron Microscopy (SEM) en anglais est une technique qui utilise les principes de l'interaction électron-matière pour produire des images haute résolution de la surface d'un échantillon. A l'aide d'un microscope électronique à balayage, on peut voir la surface d'un objet.

#### ➤ Principe :

La microscopie électronique à balayage permet de balayer une partie de la surface de l'échantillon à l'aide d'un faisceau électronique d'un diamètre de quelques nanomètres où elle est principalement utilisée pour déterminer la morphologie des particules ainsi que leurs tailles.

La MEB est une méthode qui permet l'observation d'un échantillon à des grossissements qu'on ne peut pas atteindre en microscopie de lumière visible (De 35 à 100 000), avec une profondeur de champ importante ce qui permet l'observation d'échantillons rugueux. La MEB repose sur l'irradiation de l'échantillon par un faisceau d'électrons focalisé d'énergie de quelques keV (5 à 20 keV) et la détection d'électrons réémis par l'échantillon. Dans un MEB le faisceau est focalisé de manière à obtenir une sonde de 1  $\mu\text{m}$  à 0,1  $\mu\text{m}$  de diamètre. Cette sonde balaye une surface carrée sur l'échantillon, le grandissement est donné par le rapport de la taille de l'image fournie par le microscope sur la taille de l'aire balayée. La résolution est déterminée par la taille de la sonde et par la taille du volume d'interaction qui dépend du

## Chapitre II: Synthèse et caractérisation

signal utilisé. Où les électrons primaires, issus du canon à électron, frappent la surface de l'échantillon. Certains électrons sont diffusés de manière élastique, ces sont les électrons dits rétrodiffusés. Les autres, au cours du choc, cèdent une partie de leur énergie cinétique aux atomes, provoquant l'ionisation de l'atome par éjection d'un électron dit secondaire. L'énergie de ces derniers est faible (de quelques dizaines d'eV) d'une profondeur limitée de l'ordre de 50 Å, donc seuls les électrons des couches superficielles ressortent de la matière. L'atome ainsi ionisé se désexcite. Un électron d'une couche supérieure descend pour occuper la place laissée vide, ce qui produit soit l'émission d'un photon X (émission secondaire), soit d'un électron Auger. Des électrons rétrodiffusés et des électrons secondaires émis par l'échantillon sont recueillis sélectivement par des détecteurs qui transmettent un signal à un écran cathodique. Le taux d'électrons arrivant au détecteur dépend de la morphologie de la surface (Figure II.36), où ils donnent des renseignements topographiques de la surface [100], [75], [39].

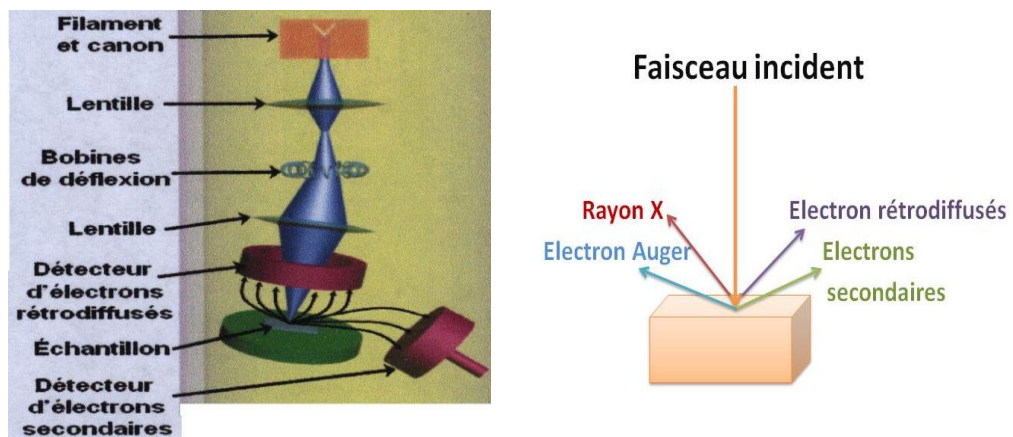


Figure II.21 : Schéma de fonctionnement d'un MEB[101].

### ➤ Appareillage:

Le MEB utilisé pour analyser nos échantillons est de marque "SU3500" (Fig. II.38), équipé d'un détecteur de rayons X et d'un dispositif énergétique couplé à l'EDX. Le détecteur peut déterminer la composition chimique de l'échantillon. Les échantillons ont été déposés sur des plots d'aluminium métallisés au carbone.

## Chapitre II: Synthèse et caractérisation



**Figure II.22:** Appareil de MEB couplé à l'EDX «SU3500».

### **II.9.3. Spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDX) :**

La spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie ou energy-dispersive X-ray spectroscopy ( EDS ou EDXS) en anglais est une spectroscopie des rayons X dans laquelle l'énergie des photons individuels est mesurée par un détecteur et utilisée pour construire un histogramme représentant la distribution des rayons X en fonction de l'énergie.

#### **➤ Principe :**

Les microscopes sont équipés d'un spectromètre à rayons X à énergie dispersive (EDX), pour étudier la composition chimique présentes au sein de l'échantillon.

De plus, La spectrométrie à dispersion des énergies a été utilisée conjointement au MEB pour identifier les éléments présents dans les principaux constituants microstructuraux[102].

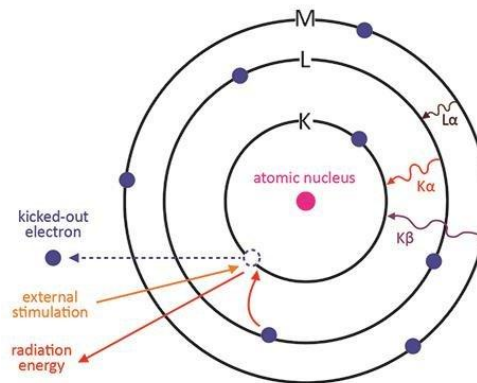
L'EDX est une technique analytique utilisée pour analyser les éléments afin de connaître leurs propriétés chimiques. Pour les échantillons, le principe de cette technique repose sur le fait que les rayons X, qui résultent de l'influence mutuelle entre des particules chargées telles qu'un faisceau d'électrons avec le matériau de l'échantillon, sont caractéristiques des éléments correspondants dans l'échantillon, de sorte que la composition peut être connue. En d'autres termes, puisque chaque élément a sa propre structure atomique distincte, il a un ensemble distinct de pics dans l' EDX. Pour obtenir les rayons X caractéristiques de la substance, les atomes doivent d'abord être excités. Cela se produit en bombardant le matériau avec un faisceau d'électrons, comme dans un MEB, ou avec un faisceau de rayons X, comme dans la fluorescence X. En conséquence, un électron est émis par les orbitales atomiques internes, et un processus d'agitation et d'instabilité se produit à la suite d'une vacance d'électrons, qui est



## Chapitre II: Synthèse et caractérisation

remplie par des orbitales atomiques supérieures. Lorsque les électrons se déplacent des orbitales atomiques supérieures vers les orbitales inférieures, ils émettent des rayons X dont l'énergie correspond à la différence d'énergie entre les orbitales atomiques. Cette différence d'énergie est caractéristique de chaque élément chimique (C'est transitions quantiques, sont symbolisées par  $K\alpha$ ,  $K\beta$ ,  $L\alpha$ ...) **Figure II. 37[102]**.

La technique EDX jumelée à la technique MEB est très utile puisqu'elle permet d'exécuter des microanalyses chimiques de régions ciblées [77].



**Figure II.23:** Schéma de principe d'une spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie.

# ***Chapitre III***

---

***Résultats et***

***Discussion***

## Chapitre III : Résultats et Discussion.

### III.1. Introduction

Ce chapitre est entièrement consacré à la présentation des résultats d'une biosynthèse et respectueuse de l'environnement de nanoparticules d'oxyde de magnésium utilisant des extraits de plantes d'*Oxalis pes-caprae* et de plantes de *Pélargonium graveolens* comme bioréducteurs.

Les NPs de oxyde de magnésium préparé ont été caractérisés en utilisant la Diffraction des rayons X et Le microscope électronique à balayage (MEB, SEM), Énergie dispersive des rayons-X (EDX) .De plus, la mise en évidence du pouvoir antioxydant de l'extrait de la plante d'*Oxalis pes-caprae* et de la plante de *Pélargonium graveolens* et le MgO-NPs a été réalisée par la technique de piégeage du radical libre DPPH.

### III.2. Caractérisation physico-chimique de la plante d'oxalis pes-caprae et de la plante de pelargonium graveolens:

#### III.2.1. Extraction des composés phénoliques :

Les composés phénoliques jouent un rôle très important pour la stabilité oxydative et l'activité antioxydant. Dans le **tableau III.1**, on résumé le résultat d'extraction des composés phénoliques de la plante d'*O.pes-caprae* et la plante de *P. graveolens*.

**Tableau III.1:** L'extraction des composés phénoliques.

Extrait des plantes	Plante d'oxalis pes-caprae	Plante de pelargonium graveolens
<b>Rendement de l'extraction (en %)</b>	<b>24.5%</b>	<b>30.96%</b>
<b>Polyphénols totaux (mg eq AG/100g MS)</b>	<b>182.87</b>	<b>114.88</b>
<b>Ortho-diphénols (mg éqCA/mg)</b>	<b>350.55</b>	<b>355.34</b>
<b>Flavonoïdes (mg éq Q/100g MS)</b>	<b>118.5</b>	<b>49.25</b>

#### III.2.1.1 Rendement de l'extrait méthanoïque :

La méthode d'extraction par macération en utilisant le méthanol pur comme solvant d'extraction et obtenu un extrait, nous calculons Rendement de l'extraction (en %), et l'extraction hydro-méthanoïque des polyphénols à partir la plante d'*O. pes-caprae* et de la

## Chapitre III : Résultats et Discussion.

plante de *P. graveolens* a permis d'obtenir des extraits riches aux différents composants biochimiques (composés phénoliques, flavonoïdes).

Selon le **tableau III.1**, la teneur en composants des extraits est reportée en pourcentage de la matière sèche.

Le taux d'extraction est noté pour la plante d'*O. pes-caprae* (**24.5 %**) et de la plante de *P. graveolens* (**30.96%**). L'extraction des composés phénoliques à partir de la matière végétale est influencée par leur nature chimique, la variété, la méthode d'extraction et les dimensions des particules de l'échantillon. Le meilleur rendement est obtenu pour la plante de *P. graveolens* avec une valeur **30.96%**.

### III.2.2. Dosage des composés phénoliques :

#### III.2.2.1. Polyphénole totaux (mg éq AG/100g MS) :

Les polyphénols sont des métabolites secondaires, ils attirent l'attention depuis quelques années à cause de leurs propriétés antioxydants, en effet, ils sont capables de piéger des radicaux libres, et d'inhiber la peroxydation lipidique en réduisant les radicaux hydroxyles, superoxyde et peroxyde[91].

Les teneurs en polyphénols totaux obtenus pour les extraits méthanoliques de plante d'*Oxalis pes-caprae* et de *Pélagonium graveolens* par l'utilisation de réactif de Folin Ciocalteu selon la méthode de Singleton et Rossi (1965) est rapportée en mg équivalent d'acide gallique par g du poids sec (mg Eq AG/100g MS) Des mesures de densité optique pour chaque extrait se sont réalisées à 360 nm, et en utilisant l'équation de la courbe d'étalonnage de l'acide gallique comme standard (**Annexe 02**). Grâce à la recherche, j'ai remarqué qu'il s'agissait d'un test plus utilisé et plus pratique dans les laboratoires de recherche.

Les résultats obtenus sont présentés dans le **tableau III.1**, On remarque que la teneur en polyphénols totaux pour la plante d'*O. pes-caprae* est de (**182.87 mg Eq AG/100g MS**) et de la plante de *P. graveolens* est de (**114.88 mg Eq AG/100g MS**), donc l'extraits des plantes contient une quantité appréciable de composés phénoliques.

## Chapitre III : Résultats et Discussion.

### III.2.2.2. Ortho-diphénols (mg éqCA/mg) :

La concentration en ortho-diphénol des échantillons a été déterminée à partir d'une courbe d'étalonnage (**Annexe 03**) utilisant l'acide caféique comme étalon et les résultats ont été exprimés en milligrammes d'équivalents d'acide caféique/mg d'extrait (mg E.A.C./mg).

En analysant nos résultats (**tableaux III.1**), on remarque que la teneur en ortho-diphénol pour la plante d'*O.pes- caprae* est de (**350.55 mg Eq AC/mg**) et de la plante de *P. graveolens* est de (**355.34 mg Eq AC/mg**).

Les ortho-diphénols présents dans l'extrait des plantes, tels que l'hydroxy-tyrosol, l'acide caféique et l'oleuropéine, sont considérés comme les antioxydants naturels les plus puissants, protégeant l'extrait de l'oxydation, lui conférant une meilleure stabilité au stockage, de l'amertume et du piquant [91].

### III.2.2.3. Flavonoïdes (mg éq Q/100 g MS):

La quantification des flavonoïdes a été réalisée par rapport à une courbe standard linéaire de la quercétine ( $y = ax$ ) réalisée par un standard de la quercitrine à différentes concentrations. Des mesures de densité optique ont été effectuées pour chaque extrait à 430 nm (**Annexe 04**).

Les flavonoïdes totaux sont exprimés en milligrammes (**mg**) équivalents à la quercétine pour 100 g de MS, les résultats illustrés dans le **tableau III.1** ont montré l'existence des teneurs en flavonoïdes dans la plante d'*O. pes- caprae* est de (**118.50 mg éq Q/100g MS**) et de la plante de *P. graveolens* est de (**49.25 mg éq Q/100g MS**).

Ces métabolites secondaires ont des domaines d'action importants et possèdent de nombreuses propriétés médicinales antioxydants. Certains flavonoïdes ont également des propriétés anti-inflammatoires et antivirales, ainsi que des effets protecteurs sur le foie[103].

## III. 3. Caractérisation des nanoparticules MgO:

### III. 3.1. Diffraction des rayons X(DRX) :

Nous avons caractérisé nos nanoparticules préparés par sol gel et auto-combustion par diffraction des rayons X (DRX), dans le but d'identifier la structure cristalline des phases formés présentés dans chaque échantillon.

### Chapitre III : Résultats et Discussion.

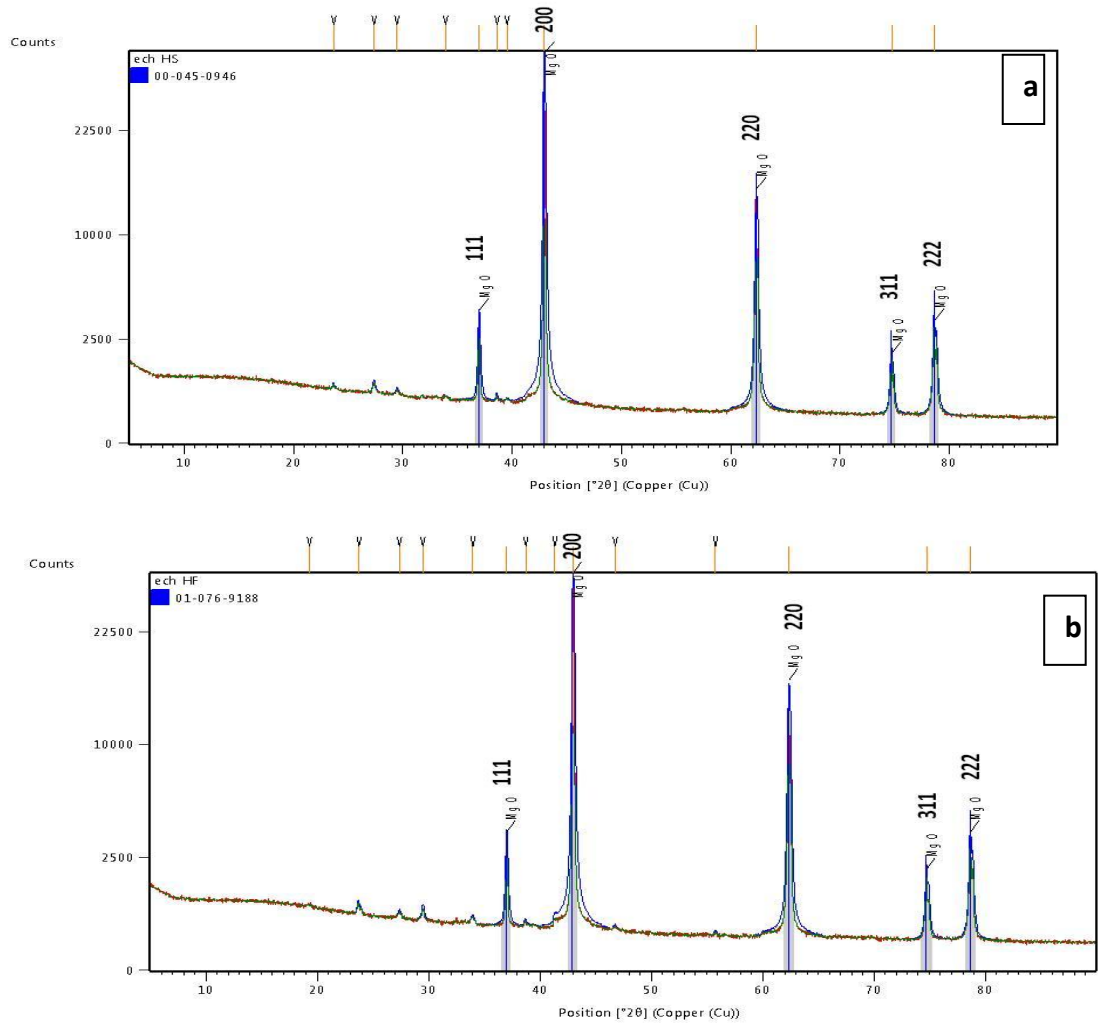
Les diffractogrammes des nanoparticules d'MgO synthétisé à partir de l'extrait d *O.pes-caprae* et de *P.graveolens* (sèche et fraîche) sont présentés sur la **Figure III.1** et la **Figure III.2**.

À partir des diagrammes de diffraction des rayons X des échantillons examinés qui ont été obtenus à l'aide d'un appareil de type D2 PHASER avec Paramètres du générateur (40 mA, 45 kV) et longueur d'onde (1.54060 Å), et une anticathode de cuivre Cu-K $\alpha$ . Présente les diagrammes de la diffraction des rayons X des échantillons obtenus. On constate la présence de cinq pics correspondant aux angles ( $2\theta$ ): 36.6° , 42.9° , 62.3° , 74.7° , 78.6° associés respectivement aux plans (hkl ) cristallins (111), (200), (220), (311), (222) indiquant la structure cubique à face centré (Le paramètre de la maille est  $a=b=c$  4.2 Å) de MgO rapporté dans la base de données JCPDS (N°. 01-078-0430 , et N°. 01-087-0653, N°. 01-076-9188, N°. 00-045-0946). Les pics forts et nets indiquent la cristallinité élevée du MgO préparé. et L'absence de tout pic supplémentaire autre que les pics de diffraction caractéristiques des MgO-NPs et que l'échantillon modifié ne contient pas non plus d'autre impureté incorporée dans sa structure cristalline.

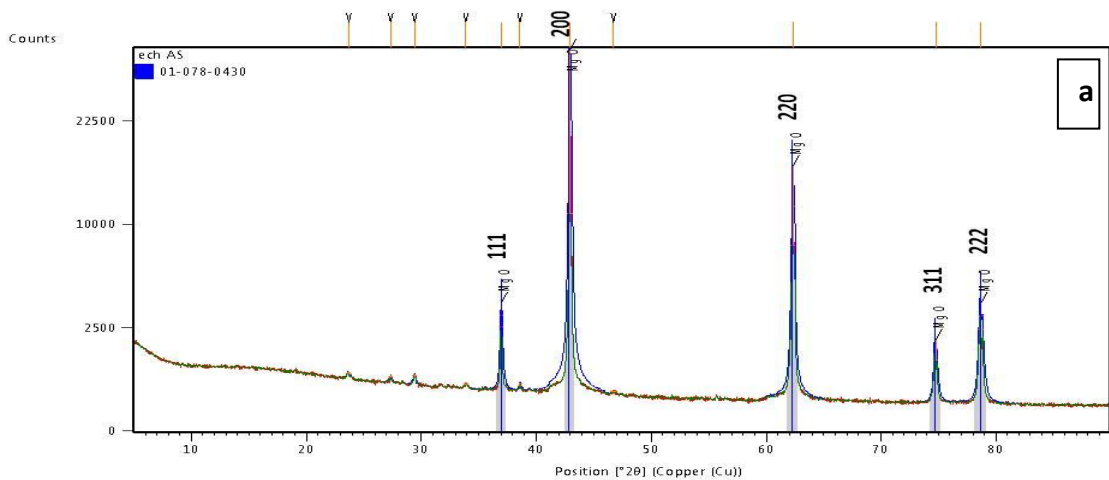
Concernant l'intensité des pics, on observe clairement sur les spectres que le pic le plus intense (100%) de MgO est situé à  $2\theta=42.9^\circ$  dans les quatre échantillons. Il correspond à la raie (200) ce qui montre que la majorité des cristallites de MgO sont orientées selon cette direction.

Nous pouvons observer clairement que l'intensité des pics de MgO synthétisé à partir de l'extrait de la plante d'*O.pes-caprae* fraîche est plus importante par rapport à celle obtenu par à l'autre plante. Ce qui traduit une excellente cristallinité de l'échantillon.

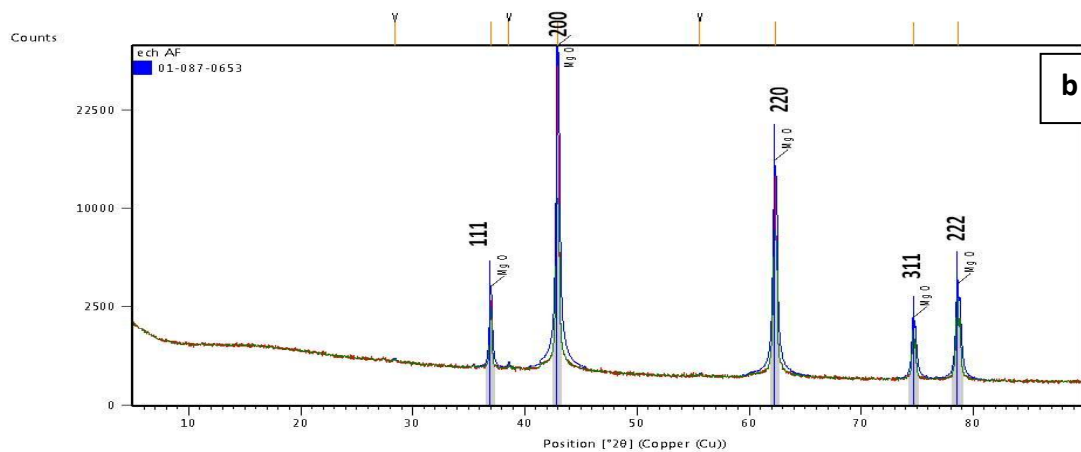
### Chapitre III : Résultats et Discussion.



**Figure III.1:** Analyse des nanoparticules MgO synthétisées avec de l'extrait aqueux d'*O. pes-caprae* a) sèche et b) fraîche par DRX.



### Chapitre III : Résultats et Discussion.



**Figure III. 2:** Analyse des nanoparticules MgO synthétisées avec de l'extrait aqueux de *P. graveolens* a) sèche et b) fraîche par DRX.

La taille moyenne des différents échantillons préparés (MgONPs) , est calculé par la relation de Debye-Scherrer[20],[58].Les résultats obtenus sont représentés dans le **tableau III.2**, nous avons utilisé la relation suivante :

$$D = \frac{\lambda K}{\beta \cos \theta} \quad \text{(III-1)}$$

Où

$D$  = la taille des cristaux (nm)

$\theta$ : est l'angle de diffraction

$k$  = Constante de Scherrer proche de 1 prend en général la valeur 0.9

$\lambda$  = longueur d'onde des rayons X ( $\lambda = 0.15406$  nm)

$\beta$  = largeur à mi-hauteur de la réflexion à l'angle de Bragg  $2\theta$ . (FWHM( $\beta$ )) la largeur à mi-hauteur (en rad) du pic)

**Tableau III.2:** Taille moyenne des cristallites de MgO.

Nanomatériaux	Taille moyen (nm)	Structure de la phase
Mgo NPs par l'extrait d' <i>O. pes-caprae</i> sèche	28.5	Cubique à face centré
Mgo NPs par l'extrait d' <i>O.pes-caprae</i> fraîche	26.7	Cubique à face centré
Mgo NPs par l'extrait de <i>P. graveolens</i> sèche	25.8	Cubique à face centré



### Chapitre III : Résultats et Discussion.

Mgo NPs par l'extrait de <i>P.graveolens</i> fraîche	26 .1	Cubique à face centré
--	-------	-----------------------

Le calcul de la taille moyenne des cristallites montre que les nanoparticules MgO synthétisé à partir de l'extrait d'*O.pes-caprae* et de *P.graveolens* ( sèche et fraîche) préparés par sol-gel auto-combustion présentent une faible taille des cristallites (25-28 nm), La faible taille des particules d'oxyde de magnésium MgO entraîne une augmentation de leurs surfaces spécifiques, ce qui rend la surface de ces nanomatériaux plus réactive.

#### III.3.1.1. Surface spécifique des nanomatériaux MgO :

La petite taille des particules à l'échelle nanométrique augmenté la surface spécifique par rapport à la taille totale, ce qui à son tour augmente l'efficacité chimique et provoque une modification significative de nombreuses propriétés physiques telles que la mécanique, l'optique, le point de fusion et autres. La surface des nanoparticules d'oxyde de magnésium préparées a été calculée à l'aide de la relation suivante [62] :

$$S.A (m^2/g) = \frac{6}{D * \rho_{exp}} \quad \text{(III-2)}$$

Où :

$\rho_{exp}$ : est la masse volumique expérimentale.

$D$  : taille des grains (nm).

La masse volumique théorique est donnée par la formule suivante:

$$\rho (g/m^3) = \frac{\text{masse de la maille}}{\text{volume de la maille}} = \frac{Z M}{N_A V} \quad (Z=4, \text{ cubique a face centré (Fcc)})$$

$$\rho (g/cm^3) = \frac{4M}{a^3 N_A} \quad \text{(III-3)}$$

Où :

$M$  : masse molaire (40,3044g/mol).

$N_A$  : nombre d'Avogadro ( $6.02214 \times 10^{23} mol^{-1}$ ).

$a$  : paramètre de maille.

Pour calculer  $a$  on a la loi : 
$$\sin^2 \theta = \frac{(h^2 + k^2 + l^2) \lambda^2}{4a^2}$$

### Chapitre III : Résultats et Discussion.

Ou  $a^2 = (h^2 + k^2 + l^2)d^2$ , tandis que  $d^2 = \frac{\lambda^2}{4\sin^2\theta}$

(h, k et l représentent les indices de Miller des plans respectifs).

On choisit le pic 200 (h=2, k=0, l=0) car elle a la plus forte intensité (100%) :

$$a^2 = \frac{(2^2+0^2+0^2)1.5406^2}{4\sin^2\theta} = \frac{1.5406^2}{\sin^2\theta} \quad \text{ou} \quad a^2 = 4d^2 \quad \text{donc} \quad a=2d$$

**Tableau III.3:** Surfaces spécifiques et le paramètre de maille, la masse volumique des nanomatériaux MgO.

Nanomatériaux	a (Å)	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )	S.A (m <sup>2</sup> /g)
Mgo NPs par l'extrait d' <i>O.pes- caprae</i> sèche	4,20912	3.58994	58.6434
Mgo NPs par l'extrait d' <i>O.pes- caprae</i> fraîche	4,20742	3.59430	62.5210
Mgo NPs par l'extrait de <i>P. graveolens</i> sèche	4,21162	3.58356	64.8958
Mgo NPs par l'extrait de <i>P. graveolens</i> fraîche	4,21218	3.58213	64.1755

D'après les résultats obtenus dans le **tableau III.3**, nous constatons que la surface spécifique des NPs préparés par la méthode sol gel autocombustion à partir de l'extrait de *P. graveolens* (sèche et fraîche) est grande que celle des NPs préparés par l'extrait d'*O.pes- caprae*. Comparant aux résultats des autres auteurs (Tagreed et al)[62] qui ont trouvé des surfaces spécifiques plus élevées (123.286 m<sup>2</sup>/g (l'extrait de écorces d'orange) et 106.753 m<sup>2</sup>/g (l'extrait de jus de citron), 122.361 m<sup>2</sup>/g (l'extrait de vinaigre Irakien), 147.056 m<sup>2</sup>/g (l'extrait de *Tamarind*)) que celles de nos résultats pour l'échantillon MgO dans la même méthode de synthèse mais avec un différent des extraits. Donc le type de source végétale utilisé dans la synthèse est très important car il contient une quantité de composant phytochimique qui aide à la synthèse d'éléments nanométriques avec une surface spécifique élevée. Ajouter que la surface spécifique varie selon le mode de préparation comme suit : 115 m<sup>2</sup>/g pour la méthode sol-gel et 126 m<sup>2</sup>/g pour la méthode hydrothermal pour synthèse MgONPs[83].

## Chapitre III : Résultats et Discussion.

### III.3.2. Microscope électronique à balayage (MEB, SEM) :

Pour étudier la morphologie des poudres préparées (MgONPs) en fonction de l'extrait de la plante d'*O. pes-caprae* et de *P. graveolens* sèche et fraîche, nous avons utilisé un microscope électronique à balayage (MEB) de type SU3500. La Figure III. 3, La Figure III.4, montre les images des échantillons obtenus avec agrandissement 500  $\mu\text{m}$ .

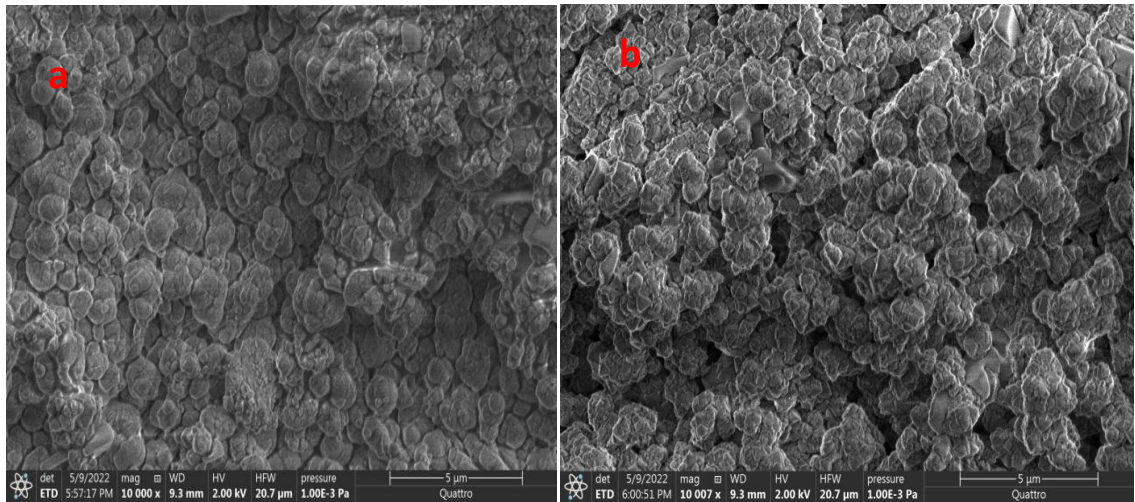
Il est bien clair, d'après les micrographies, la présence des morphologies avec différentes tailles de particules lors la déférent de l'extrait de plante sèche et fraîche (la plante d'*O. pes-caprae* et de *P.graveolens*). Pour l'extrait de plante de *P. graveolens* sèche, les nanoparticules de MgO préparés par sol-gel auto combustion, Ils présentent une structure similaires de la forme sphérique avec de forme d'agglomérat ( **Figure III.3**), la taille de ces particules est estimée de l'ordre de 25.8nm, de même plante, on utilisé l'extraits fraîche, une forme sphérique (**Figure III.3**) est obtenue avec une échelle de taille moyen de 26.1nm. Et pour l'autre extrais de plants (la plante d'*O. pes-caprae*) la micrographie MEB correspondante à la extrais fraîche présente des particules de forme sphérique (**Figure III.4**) avec une surface rugueuse et de taille moyen 26.7nm. En changement l'extraits d'*O.pes-caprae* fraîche à sèche, nous avons remarqué que les particules ont subi un changement pour se présenter ainsi en des formes sphériques avec de forme d'agglomérat (**Figure III.4**) de taille moyen 28.5 nm.

De plus, si on compare ces résultats on déduit que nous pouvons clairement voir des morphologies similaires de forme sphérique avec des agglomérées de taille nanométrique déférente, Cette agglomération est attribuée à la voie de synthèse adoptée et aux capacités d'incapacité biologique des composés phytochimiques présents dans l'extrait de plante.

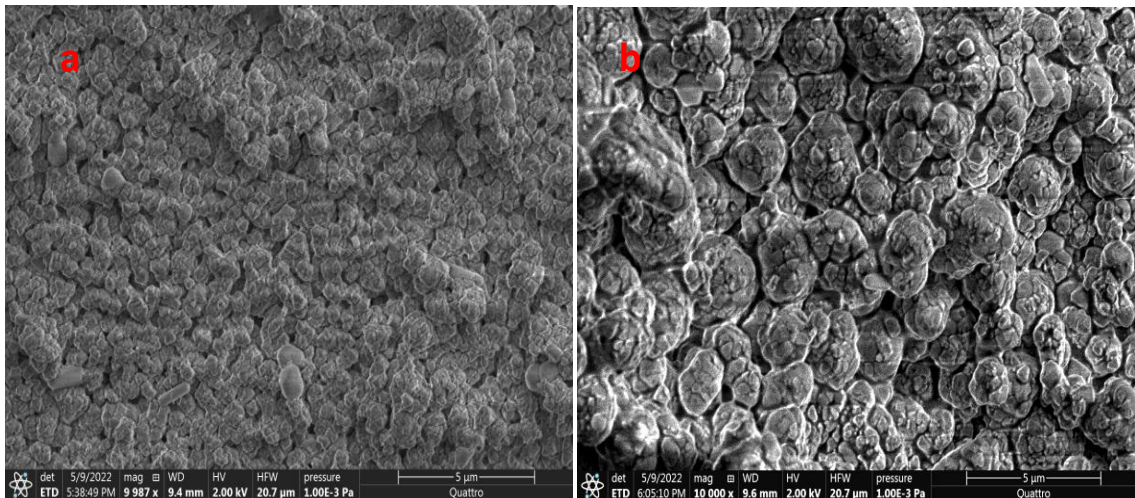
En résumé que, l'état fraîche de l'extrait des plantes (de *P.graveolens* ou de plante d'*O. pes-caprae*) conduit à la formation de nanoparticules sphériques et plus petites mais à l'état sec de l'extrait des plantes, il s'agit d'une forme sphérique avec des agglomérées en raison de le plante sèche (déshydratées) plus riche avec les compositions phytochimiques que le plant fraîche. Le même remarque a été mentionné par Lakhdari et al[12], la comparaison entre des huiles essentielles extraites de plantes fraîches et séchées ont montré des changements qualitatifs et quantitatifs dans les composants bioactives. Cette différence peut être attribuée à l'effet du séchage sur les composants volatils des huiles essentielles et les réactions chimique à l'effet de température qui conduit à formations des nouvelles compositions et changement

## Chapitre III : Résultats et Discussion.

des autres. En plus, la différence de composition entre extrait à l'autre de même plante peut être attribuée à la région géographique et à la saison[12].



**Figure III.3:** Images SEM des nanoparticules MgO synthétisées avec de l'extrait aqueux de *P. graveolens* fraîche(a) et sèche(b).



**Figure III.4:** Images SEM des nanoparticules MgO synthétisées avec de l'extrait aqueux d'*O. pes-caprae* fraîche (a) et sèche(b).

### III.3.3. Spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDX) :

Afin de vérifier la composition chimique de nos nanoparticules de MgO formées, un analyseur des rayons X énergie (EDX) est couplé avec le MEB. Il permet de déterminer la nature et l'abondance des différents éléments chimiques. Les résultats obtenus par EDX sont

### Chapitre III : Résultats et Discussion.

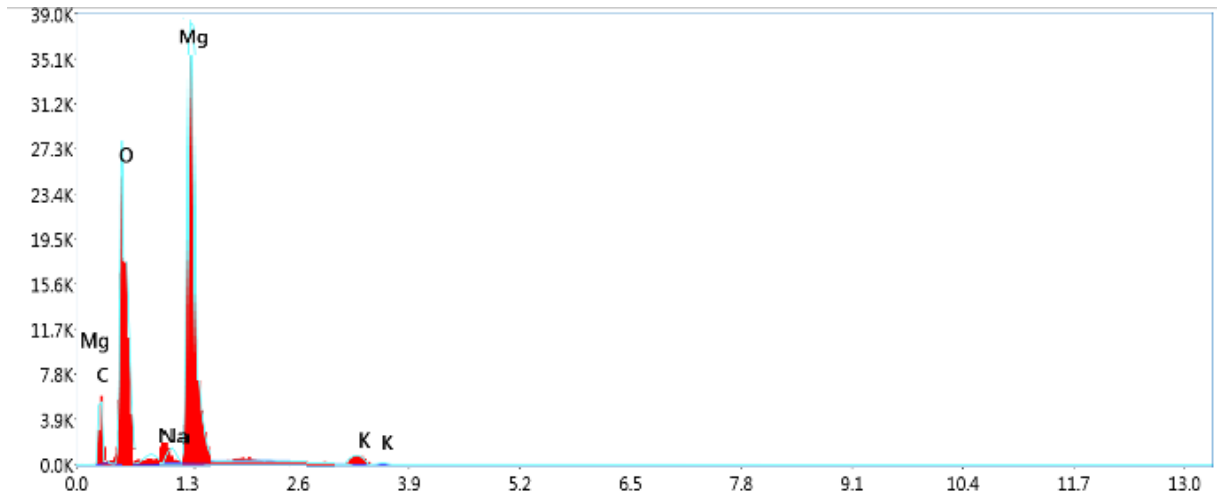
donnés sur la Figure III. 5, le Tableau III.4 et la Figure III. 6, le Tableau III.5 et la Figure III. 7, le Tableau III.6 et la Figure III.8, le Tableau III.7.

Le profilage EDX a démontré des pics de tous les nanocomposites obtenus après calcination pour quatre échantillons de MgO-NPs par déférente extrait de plants (La plante de *P.graveolens* et d'*O. pes- caprae*). Le premier spectre de MgO-NPs par plant de *P.graveolens* fraiche a révélé un pic caractéristique élevé, de magnésium suivi d'oxygène de carbone, d'aluminium, de calcium, de néon, de fer, de potassium. Les pourcentages élémentaires de composites présents dans les nanoparticules étaient de 50.93% de magnésium, 33.34% d'oxygène, et tous les autres composites étaient 15.73% (**Tableau III.4**), Où l'atome de carbone observé dans le spectre provient des différentes biomolécules organiques présentes dans l'extrait végétal qui ont agi comme agents réducteurs lors de la réaction pour former la nanoparticule MgO ou de l'impureté extérieure, et Le deuxième spectre de MgO-NPs par plant de *P. graveolens* sèche a révélé un pic caractéristique élevé de magnésium suivi d'oxygène, de carbone, de sodium, de potassium, de calcium, de soufre. Les pourcentages élémentaires de composites présents dans les nanoparticules étaient de 44.93 % d'oxygène, 46.51 % de magnésium et tous les autres composites étaient 8.56% (**Tableau III.5**).

Le troisième spectre de MgO-NPs par plant d'*O. pes- caprae* fraiche a révélé un pic caractéristique élevé d'oxygène suivi de magnésium, de carbone, de sodium, de potassium. Les pourcentages élémentaires de composites présents dans les nanoparticules étaient de 47.98 % d'oxygène, 45.04 % de magnésium et tous les autres composites étaient 6.98% (**Tableau III.6**), et Le quatrième spectre de MgO-NPs par plant d'*O. pes- caprae* sèche a révélé un pic caractéristique élevé d'oxygène suivi de magnésium, de potassium, de sodium, de carbone, de aluminium ,de nickle, de molybdène , de calcium. Les pourcentages élémentaires de composites présents dans les nanoparticules étaient de 49.17 % d'oxygène, 45.75 % de magnésium et tous les autres composites étaient 5.08% (**Tableau III.7**),

Les spectres présentés sur la Figure III.5et la Figure III.6, la Figure III.7, la Figure III.8.montrent une bonne résolution spectrale avec une petite quantité des impuretés < 15% Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par analyse DRX.

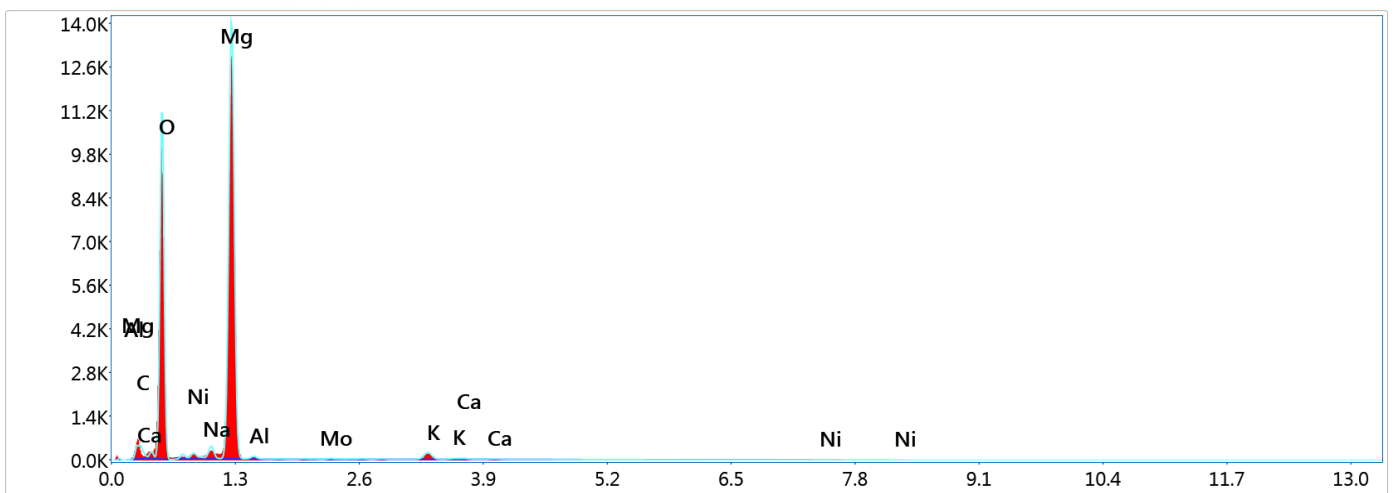
### Chapitre III : Résultats et Discussion.



**Figure III. 5 :** Spectre d’analyse EDX des nanoparticules MgO synthétisées avec de l’extrait aqueux de *P.graveolens* fraîche.

**Tableau III.4:** Les compositions chimique d’échantillon synthétisées avec de l’extrait aqueux de *P.graveolens* fraîche.

Element	massique%	Atomique %
Carbone C ( K)	8.47	7.23
Oxygène O (K)	33.34	30.08
Sodium Na( K)	4.83	2.58
Magnésium Mg( K)	50.93	60.21
Soufre S( K)	0.75	0.54
Potassium K (K)	0.16	0.06
Calcium Ca( K)	1.53	0.50

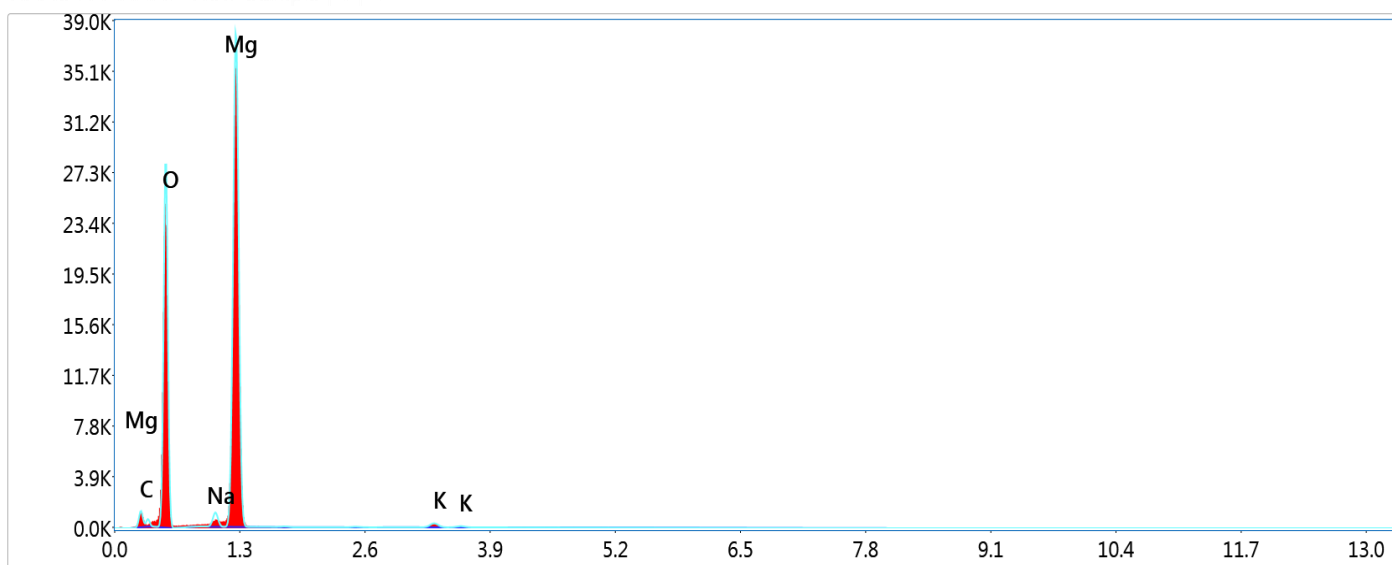


**Figure III. 6 :** Spectre d’analyse EDX des nanoparticules MgO synthétisées avec de l’extrait aqueux de *P.graveolens* sèche

### Chapitre III : Résultats et Discussion.

**Tableau III.5:** Les compositions chimique d'échantillon synthétisées avec de l'extrait aqueux de *P.graveolens* sèche.

Element	Massique %	Atomique %
Carbone C ( K)	5.33	8.41
Oxygène O (K)	44.93	53.16
Sodium Na( K)	1.86	1.53
MagnésiumMg(K)	46.51	36.22
Soufre S( K)	0.19	0.11
Potassium K (K)	0.75	0.36
Calcium Ca K	0.41	0.20



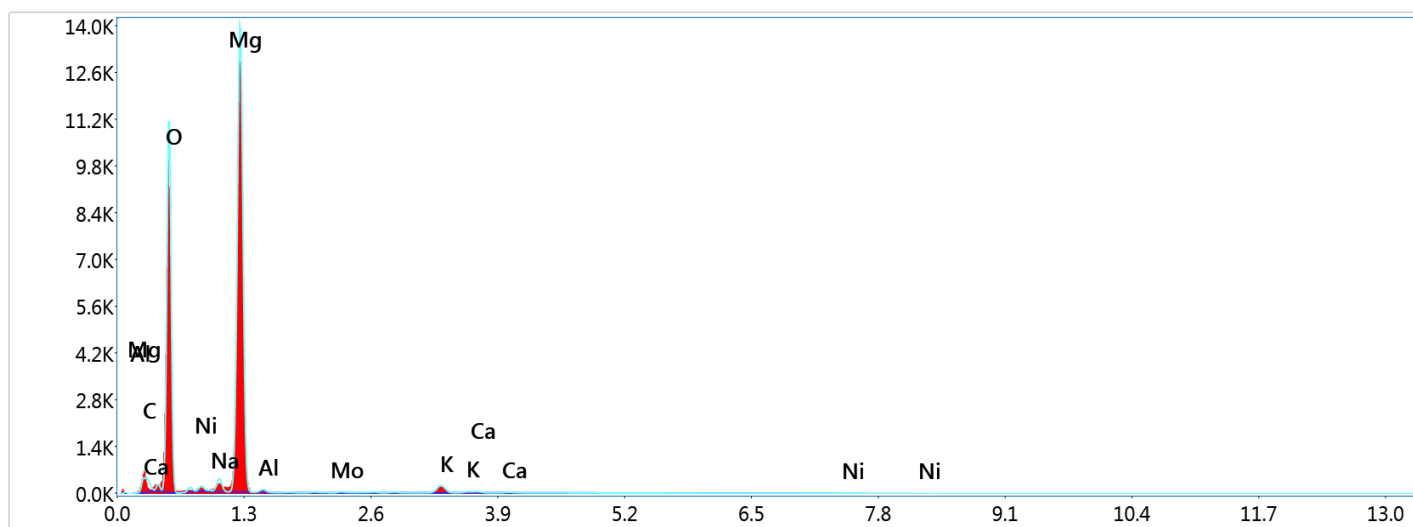
**Figure III. 7 :** Spectre d'analyse EDX des nanoparticules MgO synthétisées avec de l'extrait aqueux d'*O.pes- caprae* fraiche.

**Tableau III.6:** Les compositions chimique d'échantillon synthétisées avec de l'extrait aqueux d'*O.pes- caprae* fraiche.

Element	Massique %	Atomique %
Carbone C (K)	4.37	6.85
Oxygène O (K)	47.98	56.39
Sodium Na (K)	1.97	1.61
Magnésium Mg (K)	45.04	34.84
Potassium K( K)	0.64	0.31



### Chapitre III : Résultats et Discussion.



**Figure III.8 :** Spectre d'analyse EDX des nanoparticules MgO synthétisées avec de l'extrait aqueux d'*O.pes-caprae* sèche.

**Tableau III.7:** Les compositions chimique d'échantillon synthétisées avec de l'extrait aqueux d'*O.pes-caprae* sèche.

Element	Massique %	Atomique %
Carbone C (K)	0.66	1.06
Oxygène O (K)	49.17	59.59
Sodium Na (K)	1.97	1.66
Magnésium Mg (K)	45.75	36.49
Aluminium Al (K)	0.47	0.34
Potassium K (K)	1.22	0.60
Calcium Ca (K)	0.22	0.11
Nickle Ni (K)	0.27	0.09
Molybdène Mo (L)	0.26	0.05

**Tableau III.8:** Les compositions chimique de nanoparticule MgO avec des différent l'extraits.

	Magnésium (Mg)		Oxygène (O)		Total	
	Massique%	Atomique%	Massique%	Atomique%	Massique%	Atomique%
Mgo NPs par l'extrait d' <i>O.pes-caprae</i> sèche	45.75	36.49	49.17	59.59	94.92	96.08



### Chapitre III : Résultats et Discussion.

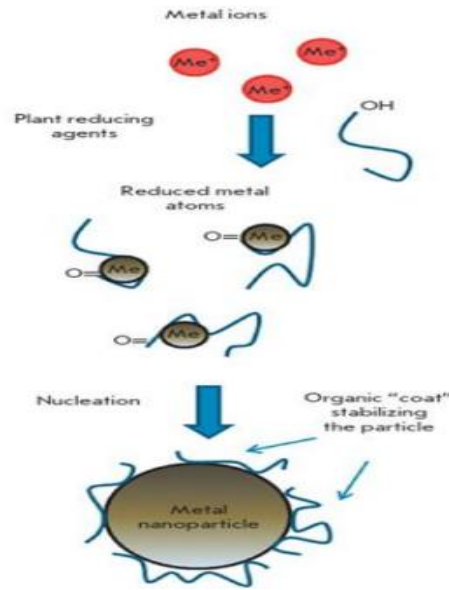
Mgo NPs par l'extrait d' <i>O.pes-caprae</i> frais	45.04	34.84	47.98	56.39	93.02	91.23
Mgo NPs par l'extrait de <i>P. graveolens</i> sèche	46.51	36.22	44.93	53.16	91.44	89.38
Mgo NPs par l'extrait de <i>P. graveolens</i> frais	50.93	59.01	33.34	30.08	84.27	89.07

Les résultats quantitatifs donnés en **tableau III.8** est le pourcentage massique total de nanoparticule MgO, montre que le meilleure resulta est de Mgo NPs par l'extrait de *d'Oxalis pes-caprae* sèche (94.92% ) puis de Mgo NPs par l'extrait *d'Oxalis pes-caprae* fraiche (93.02%) ,puis Mgo NPs par l'extrait de *Pélargonium graveolens* sèche (91.44%) et le moins pourcentage est de Mgo NPs par l'extrait de *Pélargonium graveolens* fraiche (84.27%) car la présence de les impuretés. cela indique que la préparation des échantillons MgO par la méthode sol-gel auto combustion et par utiliser la chimie verte (l'extrait des plants ) est donnée bonne resulta de formation de nanoparticule par méthode verte .

#### III.4. Mécanisme réactionnel :

Le mécanisme de formation des nanoparticules est tiré de la littérature en tenant compte du fait que l'extrait des plantes (de plante *P. graveolens* et de plante *d'O. pes- caprae*) est riche en polyphénols. Les ions métalliques se lient aux métabolites secondaires réducteurs aussi bien que aux agents stabilisants (enzyme et protéines, flavonoïde...etc.) Et sont réduits en atomes métalliques. Les complexes résultants d'ions métalliques et de métabolites interagissent avec des complexes similaires pour former de petites nanoparticules métalliques. La croissance et la coalescence des petites particules isolées en particules plus grosses se produisent ensuite pendant la mise à l'échelle. Ce processus se poursuit jusqu'à ce que les particules prennent une forme et une taille stables [39].

### Chapitre III : Résultats et Discussion.

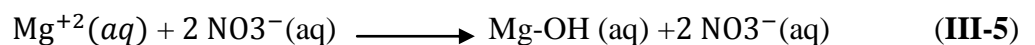
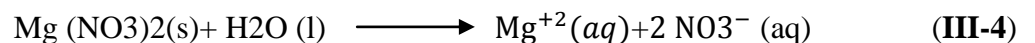


**Figure III.9 :** Une représentation schématique du mécanisme de synthèse des nanoparticules métalliques dans un extrait végétal[39].

Les réactions de formation MgO est :

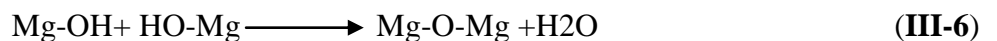
Autre étude indique que, après avoir été séché le mélange sol gel à 120 C, le gel est croustillant, poreux et a un caractère d'expansion évident en raison de l'eau et du polyphénole décomposés à partir de l'extrait des plantes (de plante *P.graveolens* et de plante d'*O.pescaprae*). Les pores obtenus dans ce procédé jouent un rôle dans la prévention de l'approche rapprochée des particules.

- Hydrolyse avec des composants phytochimique réducteur :



La formation d'agglomérats durs a été attribuée à des groupes hydroxyle non pontant qui pouvaient se lier à un ion métallique à la surface des particules. Une fois calcinée, une déshydratation supplémentaire a conduit à la formation d'une liaison chimique réelle (Mg-O-Mg) entre les particules de poudre en contact étroit [105].

- Polycondensation (Formation de nanoparticule MgO) :



## Chapitre III : Résultats et Discussion.

### III.5. Résultats des activités biologiques :

L'activité antioxydant des différents extraits issus des deux plantes étudiées a été évaluée in vitro et les nanoparticules par la méthode de piégeage du radical libre DPPH.

#### III.5.1. Evaluation de l'activité antioxydant avec Piégeage des radicaux DPPH° :

Le DPPH est utilisé dans le monde entier pour la quantification de la capacité d'élimination des radicaux (RSC). La capacité des réactifs biologiques à piéger le radical DPPH peut être exprimée par son ampleur de capacité antioxydant[106].

Pour nos extraits et nanoparticules, nous avons utilisé la méthode DPPH, qui a été évaluée avec un spectrophotomètre UV-Vis, et la solution d'alcool DPPH était violet foncé avec un pic d'absorption à 517 nm, qui disparaît avec la présence du piégeur de radicaux dans le système réactif et lorsque les électrons impairs de l'azote dans le DPPH sont appariés. Le taux de réactivité et la capacité du piégeur de radicaux dépendent du taux et de la valeur maximale de disparition du DPPH.

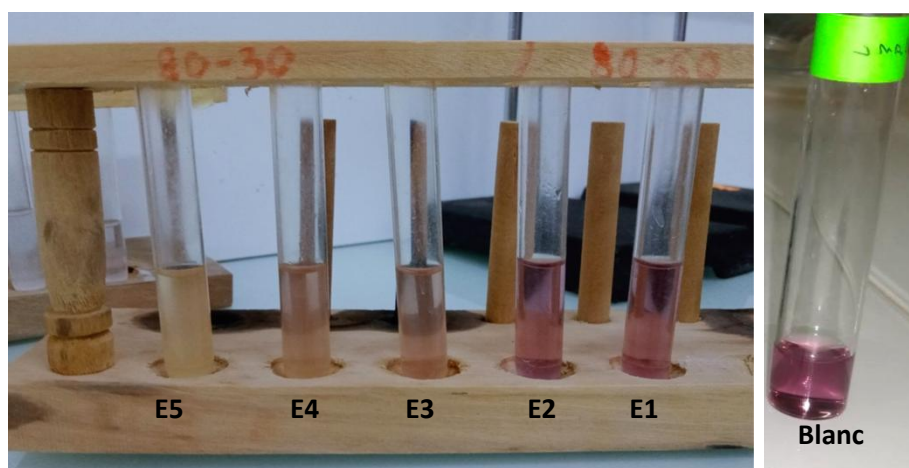
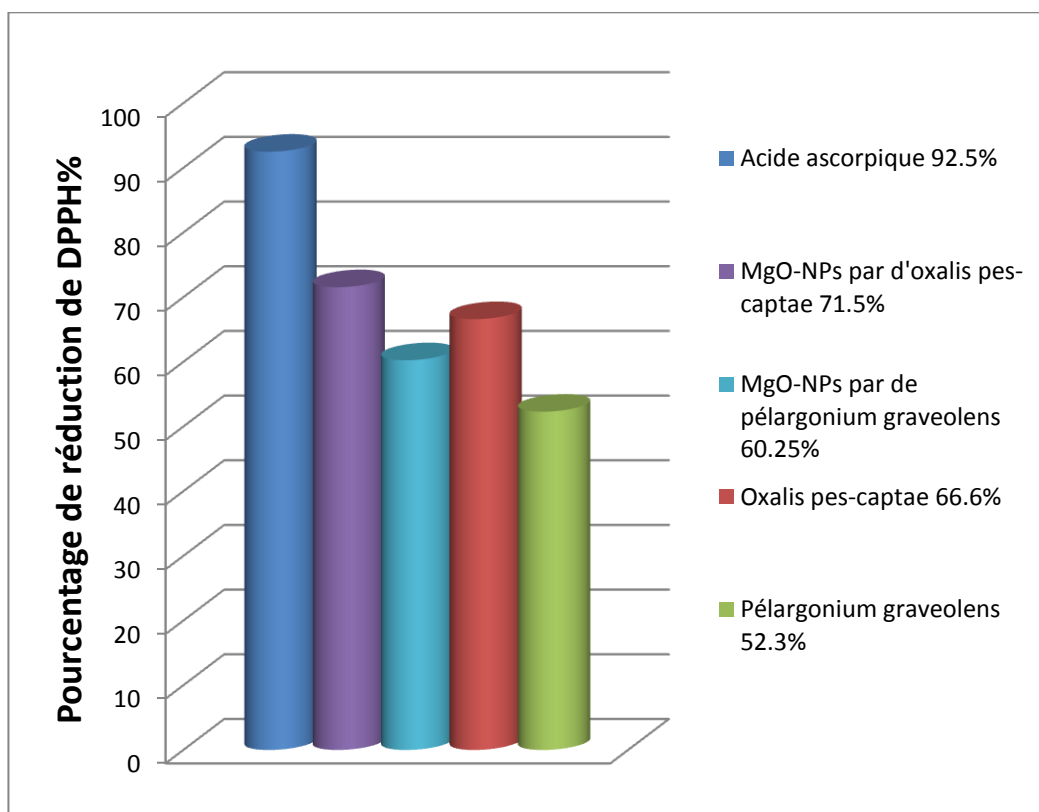


Figure III.10 : Test DPPH.

L'acide ascorbique est utilisé comme standard pour préparer la gamme d'étalonnage (Annexe 05).

Histogramme représente le taux d'inhibition maximal du DPPH avec différents extraits (Annexe 06):

### Chapitre III : Résultats et Discussion.



**Figure III.11 :** Histogramme représente pourcentage de réduction du DPPH(%) par l'acide ascorbique, les extraits de Plante d'*O. pes-captae* et de *P.graveolens*, NPs d'MgO par les deux extraits.

**Tableau III.9:** Pourcentage d'inhibition du radical DPPH et les valeurs de CE<sub>50</sub> des échantillons testés.

	NPs d'MgO par l'extrait de <i>P.graveolens</i>	NPs d'MgO par l'extrait d' <i>O. pes-captae</i>	l'extrait de <i>P.graveolens</i>	l'extrait d' <i>O. pes-captae</i>	Acide ascorbique
Pourcentage d'inhibition du radical DPPH (en%)	<b>60.25</b>	<b>71.5</b>	<b>52.3</b>	<b>66.6</b>	<b>92.5</b>
CE <sub>50</sub> (µg/ml)	<b>250.70</b>	<b>240.61</b>	<b>380.10</b>	<b>310.03</b>	<b>120.51</b>

Ces résultats montrent que, la capacité de piéger de radical libre DPPH° est classée dans l'ordre : acide ascorbique > NPs d'MgO par l'extrait d'*O.pes-captae* > l'extrait d'*O. pes-captae* > NPs d'MgO par l'extrait de *P. graveolens*> l'extrait de *P. graveolens*. D'après les résultats de l'évaluation de l'efficacité antioxydant ont montré que l'acide ascorbique avait une meilleure efficacité antioxydant par rapport les autres échantillons.

### Chapitre III : Résultats et Discussion.

Ces résultats montrent que les NP MgO synthétisées présentent une capacité de piéger le radical DPPH élevé par apport les extraits avec un pourcentage d'inhibition 60.25%, 71.54%, 66.6 % et 52.3% pour les NPs d' MgO de *P. graveolens*, NPs d' MgO d'*O. pes-captae*, l'extrait de d'*O. pes-captae* et *P. graveolens*, respectivement. Cet effet antioxydant est attribuée à la composition chimique de l'extrait qui contenus une concentration des composés phénoliques.

Généralement, L'extraits de parties aériennes de *P.graveolens* a montré plus faible activé comparé avec l'extrait d'*O. pes-captae* qui constitue une source de composés phénoliques avec des activités antioxydants appréciables.

Dans ce travail, nous avons déterminés la valeur IC<sub>50</sub> (**Tableau .III.9**).Ce paramètre détermine la capacité à piéger les radicaux libres. Plus La valeur IC<sub>50</sub> est basse, plus l'activité antioxydante du composé est élevée (réactif) [98].

Comme figurant dans le **tableau .III.9**, les Résultats de IC<sub>50</sub> montre que NP MgO possèdent une capacité de neutralisation de DPPH° supérieur à celui des extraits qui sont respectivement **250.70 µg/ml** pour NPs d' MgO de l'extrait d'*O.pes-captae* et **240.61µg/ml** pour NPs d' MgO de l'extrait de *P. graveolens*, **310.03µg/ml** pour l'extrait d'*O. pes-captae* et **380.10 µg/ml** pour l'extrait de *P. graveolens*. La présence de nanoparticules de MgO a conduit à une amélioration considérable de l'activité antioxydant des l'extraits.

*Conclusion*  
*générale*

## Conclusion générale

### Conclusion générale :

Ce travail de Mémoire a été consacré à la synthèse écologique, simple, moins coûteux et les caractérisations des nanoparticules de l'oxyde de magnésium.

Les nanoparticules d'oxyde de magnésium ont été biosynthétisé avec une méthode sol-gel auto-combustion par utilisant l'extrait d'*O.pes-caprae* et l'extrait de *P.graveolens* à de nature différente des extraits entre fraîche et sèche comme agent stabilisant pour la réduction du nitrate de magnésium, servent de carburant au processus de combustion par l'existence des composantes phytochimiques.

L'étude des compositions chimiques des extraits des plantes a été réalisée par mesurer la concentration des composés phénoliques. Les tests phytochimique a été montre les extraits aqueux éthanoliques de plante d'*O. pes-caprae* et de plante de *P. graveolens* contiennent des métabolites secondaires tels que les flavonoïdes, polyphénols et Ortho-diphénols. Les résultats montrent que l'extrait d'*O.pes-caprae* plus riche de ces métabolites secondaires par apport l'extrait de *P. graveolens*.

D'autre part, Les nanoparticules d'oxyde magnésium préparés sont caractérisées par diffraction des rayons X (DRX), microscope électronique à balayage (MEB) et Spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDX). afin d'obtenir des différentes informations sur la nature, la structure des phases formés, la taille des particules et la morphologie sont donnée comme,suit :

L'analyse de diffraction des rayons X des MgO-NPs montre la présence des phases de structure cubique à face-centré, La taille des particules moyenne de nos nanomatériaux calculés par la relation de Debye Scherer a révélé une faible taille moyenne des cristallites (26.7nm, 28.5nm, 26.1nm et 25.8nm), avec un surface spécifique (62.52m<sup>2</sup>/g,58.64 m<sup>2</sup>/g,64.17 m<sup>2</sup>/g,64.89 m<sup>2</sup>/g)pour MgO par l'extrait d'*O.pes-caprae* fraîche, d'*O. pes-caprae* sèche, de *P.graveolens* fraîche et de *P.graveolens* sèche, respectivement. On peut dire que le type et la nature (sèche et fraîche) des plantes ont un effet significatif sur la taille et la forme des particules du matériau préparé. Il est à noter que dans le cas de formation des nanoparticules d'MgO, il est nécessaire d'utiliser des techniques plus fiables comme la microscopie électronique à transmission (TEM) pour déterminer la taille exacte des particules. Les micrographies obtenus par microscopie électronique à balayage (MEB) montre une des morphologies similaires de forme sphérique avec des tailles nanométrique déférente, l'état

## Conclusion générale

fraîche de l'extrait des plantes (de *P. graveolens* ou de plante *d'O. pes-caprae*) conduit à la formation de nanoparticules sphériques et plus petites mais à l'état sec de l'extrait des plantes, il s'agit d'une forme sphérique avec des agglomérées en raison de la plante sèche (déshydratées) plus riche avec les compositions phytochimiques que la plante fraîche.

L'analyse (EDX) a confirmé la pureté de nos nanomatériaux (NPsMgO) avec un meilleur résultat de pourcentage massique des nanoparticules d'MgO par *d'O.pes-caprae* sèche (94.92%).

Pour l'évaluation de l'activité antioxydante des extraits avec la méthode du DPPH qui montre que la capacité de balayage de radical libre DPPH° est classée dans l'ordre : acide ascorbique > NPs d'MgO par l'extrait d'*O.pes-caprae* > l'extrait d'*O.pes-caprae* > NPs d'MgO par l'extrait de *P. graveolens* > l'extrait de *P. graveolens*. Donc l'extrait de parties aériennes de *P. graveolens* a montré plus faible activité comparé avec l'extrait d'*O. pes-caprae* à cause de la différence de compositions chimiques entre ces deux plantes. Le résultat a indiqué la présence de nanoparticules de MgO a conduit à une amélioration considérable de l'activité antioxydante des extraits.

Tous ces résultats suggèrent que les biocomposants présents dans les extraits de plantes peuvent synthétiser efficacement des nanoparticules d'MgO biologiquement, ce qui ouvre la possibilité de leur incorporation dans des compositions alimentaires et pharmaceutiques.

### Les propositions:

A travers cette étude, pour valoriser les systèmes nanométriques préparés par sol gel auto-combustion dans d'autres applications on peut faire:

- une étude de ses nanoparticules dans une des réactions catalytiques
- Tester ces nanomatériaux en photocatalyse.



*Références*

*Bibliographique*

## Référence

### Référence :

- [1] SK.Sahoo,S. Parveen ,JJ. Panda, «The present and future of nanotechnology in human health care». Nanomed NBM, vol: 3, p.20–31, 2007.
- [2]S,Laurent,D. Forge, M.Port, A. Roch, C. Robic, E.L.Vander,R.N. Muller, «Magnetic iron oxide nanoparticles: synthesis, stabilization, vectorization, physicochemical characterizations, and biological applications». Chem. Rev, vol.110, p.2574, 2010.
- [3] MR.Bindhu ,M. Umadevi ,MK. Micheal ,MV. Arasu ,NA. Al-Dhabi , « Structural, morphological and optical properties of MgO nanoparticles for antibacterial applications. » Mater Lett, vol.166, p.19–22, 2016.
- [4] SM.Hosseini ,MR. Safaei ,M. Goodarzi ,AA.Alrashed ,TK. Nguyen , «New temperature, interfacial shell dependent dimensionless model for thermal conductivity of nanofluids». Int J Heat Mass, vol.114,p.207–210,2017.
- [5] A.Karimipour ,SA. Bagherzadeh ,M. Goodarzi ,AA.Alnaqi,M.Bahiraei ,MR. Safaei ,MS.Shadloo , «Synthesized CuFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>/SiO<sub>2</sub> nanocomposites added to water/EG: evaluation of the thermophysical properties beside sensitivity analysis & EANN». Int J Heat Mass, vol.127,p.1169–1179,2018.
- [6] MR.Safaei ,G. Ahmadi ,MS. Goodarzi ,MS.Shadloo, HR.Goshayeshi ,M. Dahari, «Heat transfer and pressure drop in fully developed turbulent flows of graphene nanoplatelets–silver/water nanofluids», Fluids ,vol.1,p.20,2016.. <https://doi.org/10.3390/fluids1030020>
- [7] K.Okitsu ,Y. Mizukoshi ,TA. Yamamoto ,Y. Maeda ,Y. Nagata, « Sonochemical synthesis of gold nanoparticles on chitosa». Lett Mater 61,vol.16,p.3429–3431,2007.
- [8] M. Aminuzzaman, Ng, P. S.; W.S.Goh, S.Ogawa, A.Watanabe, «Value-Adding to Dragon Fruit ( Hylocereus Polyrhizus ) Peel Biowaste: green Synthesis of ZnO Nanoparticles and Their Characterization. »Inorg. Nano-Metal Chem, vol. 49, p.401–411.2019. DOI: [10.1080/24701556.2019.1661464](https://doi.org/10.1080/24701556.2019.1661464).
- [9] P.Rani Verma, F. Khan, «Green Approach for Biofabrication of CuO Nanoparticles from Prunus Amygdalus Pericarp Extract and Characterization. »Inorg. Nano-Metal Chem.,vol. 49, p.69–74,2019. DOI: [10.1080/24701556.2019.1601738](https://doi.org/10.1080/24701556.2019.1601738).
- [10] A.R.Shahverdi,S. Minaeian, H.R. Shahverdi, H. Jamalifar, A.A. Nohi, «Rapid Synthesis of Silver Nanoparticles Using Culture Supernatants of Enterobacteria: A Novel Biological Approach. » Process Biochem, vol.42,p. 919–923,2007. DOI:[10.1016/j.procbio.2007.02.005](https://doi.org/10.1016/j.procbio.2007.02.005).
- [11] M.Chandrasekhar, H Nagabhushana, S.C .Sharma, K.H. Sudheer Kumar, N.Dhananjaya, D.V,Sunitha, C. Shivakumara,B.M.Nagabhushana, «Particle Size, Morphology and Color

## Référence

- Tunable ZnO:Eu<sup>3+</sup> Nanophosphors via Plant Latex Mediated Green Combustion Synthesis. » *J. Alloys Compd*, vol.584, p.417–424, 2014. DOI: [10.1016/j.jallcom.2013.08.149](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2013.08.149).
- [12] A. Lakhdari, L. Sakhri, Y. Khane, A. Moulay Lakhdar, A. Kemassi, et N. Bouras, « Evaluation of the influence of drying on the Volatile composition of aerial parts of *Pituranthos Chloranthus* from Zelfana (Ghardaia), southern Algeria and their biological activities. », p. 19, 2019.
- [13] RV. Ravishankar, BA. Jamuna, « Nanoparticles and their potential application as antimicrobials. Science against microbial pathogens. Communicating current research and technological advances. » A. Méndez-Vilas (Ed.), p.197–209, 2011.
- [14] K.Ramanujam, M. Sundrarajan, « Antibacterial effects of biosynthesized MgO nanoparticles using ethanolic fruit extract of *Emblica officinalis*. » *J Photochem Photobiol*, vol.141, p.296–300, 2014.
- [15] M.M. Khin, A.S.Nair, V.J.Babu, R. Murugan, S. Ramakrishna, « Energy Environ ». *Sci*, vol.5, p.8075, 2012.
- [16] K.Ramanujam, M.Sundrarajan, *J. Photochem, B. « Photobiol: Biol »*, vol:141, p.296, 2014.
- [17] MR. Anilkumar, HP, Nagaswarupa, H. Nagabhushana, Sc.Sharma, YS.Vidya, KS, Anantharaju, SC. Prashantha, C. Shivakumara, K. Gurushantha, « *Spectrochim, Acta Part A Mol. Biomol. Spectrosc.* » p.149-703, 2015.
- [18] H.Mirzaei, A.Davoodnia, « Microwave assisted sol-gel synthesis of MgO nanoparticles and their catalytic activity in the synthesis of hantzsch 1, 4-dihydropyridines. » *Chin J Catal*, vol. 33, p.1502–1507, 2012.
- [19] Wang Shiin, Xu Zuxun, Fu Jin, « Synthesis of nano-material, Beijing: Chemical Industry Press. » p.97, 2002.
- [20] SK. Moorthy, CH. Ashok, K. Venkateswara Rao, C. Viswanathan.
- [21] D.Kumar, LS.Reddy Yadav, K.Lingaraju, K.Manjunath, D.Suresh, D.Prasad, H.Nagabhushana, SC.Sharma, H. Raja Naika, G.Nagaraju, « Combustion synthesis of MgO nanoparticles using plant extract: structural characterization and photoluminescence studies. » *AIP Conf Proc*, p.1665:050145, 2015.
- [22] Am. Awwad, AL.Ahmad, « Biosynthesis, characterization, and optical properties of magnesium hydroxide and oxide nanoflakes using Citrus limon leaf extract. » *Arab J Phys Chem*, p.66, 2014.
- [23] J .Suresh, R.Yuvakkumar, M.Sundrarajan, SI. Hong, « Green synthesis of magnesium oxide nanoparticles. » *Adv Mater Res*, vol.952, p.141–144, 2014.

## Référence

- [24] NJ. Sushma, D. Prathyusha, G. Swathi, T. Madhavi, BDP. Raju, K. Mallikarjuna, HS. Kim. «Facile approach to synthesize magnesium oxide nanoparticles by using Clitoria ternatea characterization», 2016.
- [25] J. Suresh, G. Pradheesh, V. Alexramani, M. Sundrarajan, SI. Hong. «Green synthesis and characterization of hexagonal shaped MgO nanoparticles using insulin plant (Costus pictus D. Don) leave extract and its antimicrobial as well as anticancer activity». *Adv Powder Technol* vol.29,p.1685–1694,2018.
- [26] C. P. Poole et F. J. Owens, *Introduction to nanotechnology*. Hoboken, NJ: J. Wiley, 2003.
- [27] J. J. Ramsden, «What is nanotechnology?», in *Nanotechnology*, Department of Advanced Materials, Cranfield University, Bedfordshire, UK: Elsevier, p. 1-18,2016.
- [28] S. Donck, «Catalyse supportée sur nanotubes de carbone », p. 205, janv. 2015.
- [29] A. J. Haes, S. Zou, G. C. Schatz, et R. P. Van Duyne, «Nanoscale Optical Biosensor: Short Range Distance Dependence of the Localized Surface Plasmon Resonance of Noble Metal Nanoparticles », *J. Phys. Chem. B*, vol. 108, n° 22, p. 6961-6968, 2004, doi: 10.1021/jp036261n.
- [30] E. Grabowska et al., «Modification of Titanium(IV) Dioxide with Small Silver Nanoparticles: Application in Photocatalysis », *J. Phys. Chem. C*, vol. 117, n° 4, p. 1955-1962, 2013, doi: 10.1021/jp3112183.
- [31] M. Espina Palanco, K. Bo Mogensen, M. Gühlke, Z. Heiner, J. Kneipp, et K. Kneipp, «Templated green synthesis of plasmonic silver nanoparticles in onion epidermal cells suitable for surface-enhanced Raman and hyper-Raman scattering », *Beilstein J. Nanotechnol.*, vol. 7, n° 1, p. 834-840, 2016, doi: 10.3762/bjnano.7.75.
- [32] E. Gaffet, «Nanomatériaux : différentes voies de synthèse, propriétés, applications et marchés », p. 7, 2008.
- [33] G. A. Baker, «Nanoparticles: From Theory to Application Edited by Günter Schmid », *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 126, n° 47, p. 15632-15633, 2004.
- [34] F. Greco et al., «Reprotoxicité des nanoparticules », *Gynécologie Obstétrique Fertil.*, vol. 43, n° 1, p. 49-55, janv. 2015, doi: 10.1016/j.gyobfe.2014.11.014.
- [35] H. Zhang, P. Wang, Q. Zhou, et Y. Wang, «A Novel Method for the Detection of Chlorpyrifos by Combining Quantum Dot Labeled Molecularly Imprinted Polymer with Flow Cytometry », *Anal. Lett.*, vol. 51, p. 921-934, août 2017.
- [36] Service de microscopie électronique, «nanoparticules d'or », université de Namur, Belgique, 2007.

## Référence

- [37] Afsset, « Les nanomatériaux : effets sur la santé de l'homme et sur l'environnement », 2006.
- [38] S. Horikoshi et N. Serpone, « Introduction to Nanoparticles », in *Microwaves in Nanoparticle Synthesis*, 1<sup>re</sup> éd., S. Horikoshi et N. Serpone, Éd. Wiley, 2013, p. 1-24. doi: 10.1002/9783527648122.ch1.
- [39] H. Yaghoobian, S. Jahani, H. Beitollahi, S. Tajik, R. Hosseinzadeh, et P. Biparva, « Voltammetric Determination of Droxidopa in the Presence of Tryptophan Using a Nanostructured Base Electrochemical Sensor », *J. Electrochem. Sci. Technol.*, vol. 9, p. 109-117, juin 2019, doi: 10.33961/JECST.2018.9.2.109.
- [40] GUERRICHA Maroua et SELMANE Sassia, « la synthèse verte des nanoparticules métallique de cuivre CuO par l'extrait Moringa », Université Echahid Hamma Lakhdar., El Oued, 2018.
- [41] Y. Teng, Y. Zhang, L. Heng, X. Meng, Q. Yang, et L. Jiang, « Conductive Polymer Porous Film with Tunable Wettability and Adhesion », *Materials*, vol. 8, n° 4, Art. n° 4, avr. 2015, doi: 10.3390/ma8041817.
- [42] A. Alagarasi, « INTRODUCTION TO NANOMATERIALS », Book Title, p. 76, déc. 2013.
- [43] S. Zhao, « Introduction to nanocomposites », p. 16.
- [44] S. Lanone et J. Boczkowski, « Les sources de nanoparticules », *Rev. Fr. Allergol.*, vol. 50, n° 3, p. 211-213, avr. 2010, doi: 10.1016/j.reval.2010.01.039.
- [45] G. Chuto et P. Chaumet-Riffaud, « Les nanoparticules », *Médecine Nucl.*, vol. 34, n° 6, p. 370-376, juin 2010, doi: 10.1016/j.mednuc.2010.03.003.
- [46] C. N. R. Rao, S. R. C. Vivekchand, K. Biswas, et A. Govindaraj, « Synthesis of inorganic nanomaterials », *Dalton Trans.*, n° 34, p. 3728, 2007, doi: 10.1039/b708342d.
- [47] S. Kendouli, « Préparation et fonctionnalisation de quelques nanostructures sous forme de nanofibres », *Mémoire de Magister*, Université Mentouri de Constantine, 2012.
- [48] N. Kumar et S. Sinha Ray, *Synthesis and functionalization of nanomaterials*, vol. 277. Springer International Publishing, p. 15-55, 2018.
- [49] W. P. McConnell, J. P. Novak, L. C. Brousseau, R. R. Fuierer, R. C. Tenent, et D. L. Feldheim, « Electronic and Optical Properties of Chemically Modified Metal Nanoparticles and Molecularly Bridged Nanoparticle Arrays », *J. Phys. Chem. B*, vol. 104, n° 38, p. 8925-8930, sept. 2000, doi: 10.1021/jp000926t.

## Référence

- [50] M. BOUMLID et S. KHELIFET, « Synthèse et Caractérisation des Nanoparticules à base de Nickel », Mémoire de fin d'études de master en chimie appliquée, Université Saad Dahleb, USDB, Blida, 2020.
- [51] TABAI Wissam, DJOUDI Djamel, et GOSSA Haithem, « Etude bibliographique sur la synthèse verte des nanoparticules métalliques », Mémoire de fin d'études de master, Université Echahid Hamma Lakhdar, EL OUED, 2021.
- [52] M. Arnaud HILLION, « Étude des propriétés magnétiques d'assemblées de nanoparticules de Co, FeRh et FeAu », These de doctorat, L'UNIVERSITE CLAUDE BERNARD LYON 1, 2012.
- [53] R. Greget, « Propriétés magnétiques de nanoparticules d'or fonctionnalisées », These de doctorat, Strasbourg, 2011. Consulté le: 5 avril 2022.
- [54] A. DHAHRI, « Synthèse et caractérisation de nanocomposites conducteurs à base de « graphène » et de polysaccharides », These de doctorat en chimie de matériaux, Université de Lyon, Tunisie, 2017.
- [55] Amraoui imene, « Etude theorique de depot de monoxyde de carbone sur la surface d'oxyde metallique (MgO) », Universite saad dahlab blida 1, blida, 2017.
- [56] L. Grenet, « Injection de spins dans les semi-conducteurs », Theses, Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2010. Consulté le: 9 avril 2022. [En ligne]. Disponible sur: <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00508923>
- [57] R. Wahab, S. G. Ansari, M. A. Dar, Y. S. Kim, et H. S. Shin, « Synthesis of Magnesium Oxide Nanoparticles by Sol-Gel Process », Mater. Sci. Forum, vol. 558-559, p. 983-986, oct. 2007, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.558-559.983.
- [58] S. Rukh, A. Hussain Sofi, M. A. Shah, et S. Yousuf, « Antibacterial activity of magnesium oxide nanostructures prepared by hydrothermal method », Asian J. Nanosci. Mater., vol. 2, n° 4, p. 6, 2019.
- [59] B. Vatsha, P. Tetyana, P. M. Shumbula, J. C. Ngila, L. M. Sikhwivhilu, et R. M. Moutloali, « Effects of Precipitation Temperature on Nanoparticle Surface Area and Antibacterial Behaviour of Mg(OH)<sub>2</sub> and MgO Nanoparticles », J. Biomater. Nanobiotechnology, vol. 04, n° 04, p. 365-373, 2013, doi: 10.4236/jbnb.2013.44046.
- [60] B. Shariatzadeh et O. Moradi, « Surface functionalization of multiwalled carbon nanotubes with chitosan and magnesium oxide nanoparticles by microwave-assisted

## Référence

- synthesis », *Polym. Compos.*, vol. 35, n° 10, p. 2050-2055, oct. 2014, doi: 10.1002/pc.22866.
- [61] J. Suresh, R. Yuvakkumar, M. Sundrarajan, et S. I. Hong, « Green Synthesis of Magnesium Oxide Nanoparticles », *Adv. Mater. Res.*, vol. 952, p. 141-144, mai 2014, doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.952.141.
- [62] M. A.-S. Tagreed, E. A.-O. Entisar, J. A.-K. Esam, A.-D. Tariq, et G. M. Samer, « Preparation and Characterization Particles of magnesium oxide nanoparticles using different plant extracts », p. 12, 2016.
- [63] H. Pan, C. Lin, U. Mohanty, et J. Chou, « Synthesis of Sn-3.5Ag Alloy Nanosolder by Chemical Reduction Method », *Mater. Sci. Appl.*, vol. 02, p. 1480-1484, janv. 2011, doi: 10.4236/msa.2011.210199.
- [64] M. Fernandes, K. Singh, T. Sarkar, P. Singh, et R. Singh, « Recent Applications Of Magnesium Oxide (MgO) Nanoparticles In Various Domains », *Adv. Mater. Lett.*, vol. 11, p. 20081543, juill. 2020, doi: 10.5185/amlett.2020.081543.
- [65] V. Kumar et S. K. Yadav, « Plant-mediated synthesis of silver and gold nanoparticles and their applications », *J. Chem. Technol. Biotechnol.*, vol. 84, n° 2, p. 151-157, 2009, doi: 10.1002/jctb.2023.
- [66] B. Kumar, K. Smita, L. Cumbal, A. Debut, et R. N. Pathak, « Sonochemical Synthesis of Silver Nanoparticles Using Starch: A Comparison », *Bioinorg. Chem. Appl.*, vol. 2014, p. e784268, janv. 2014, doi: 10.1155/2014/784268.
- [67] S. Moorthy, D. Chinthakuntla, K. Rao, et C. Viswanathan, « Synthesis and Characterization of Mgo Nanoparticles by Neem Leaves through Green Method », *Mater. Today Proc.*, vol. 2, p. 4360-4368, déc. 2015, doi: 10.1016/j.matpr.2015.10.027.
- [68] R. Dobrucka, « Synthesis of MgO Nanoparticles Using Artemisia abrotanum Herba Extract and Their Antioxidant and Photocatalytic Properties », *Iran. J. Sci. Technol. Trans. Sci.*, vol. 42, sept. 2016, doi: 10.1007/s40995-016-0076-x.
- [69] G. Sharma, R. Soni, et N. D. Jasuja, « Phytoassisted synthesis of magnesium oxide nanoparticles with Swertia chirayaita », *J. Taibah Univ. Sci.*, vol. 11, n° 3, p. 471-477, mai 2016, doi: 10.1016/j.jtusci.2016.09.004.
- [70] G. S. El-Sayyad, F. M. Mosallam, et A. I. El-Batal, « One-pot green synthesis of magnesium oxide nanoparticles using Penicillium chrysogenum melanin pigment and gamma rays with antimicrobial activity against multidrug-resistant microbes », *Adv. Powder Technol.*, vol. 29, n° 11, p. 2616-2625, nov. 2018, doi: 10.1016/j.appt.2018.07.009.

## Référence

- [71] E. R. Essien, V. N. Atasié, A. O. Okeafor, et D. O. Nwude, « Biogenic synthesis of magnesium oxide nanoparticles using *Manihot esculenta* (Crantz) leaf extract », *Int. Nano Lett.*, vol. 10, n° 1, p. 43-48, mars 2019, doi: 10.1007/s40089-019-00290-w.
- [72] I. K. Kgosiemang, R. Lefojane, P. Direko, Z. Madlanga, S. Mashele, et M. Sekhoacha, « Green synthesis of magnesium and cobalt oxide nanoparticles using *Euphorbia tirucalli* : Characterization and potential application for breast cancer inhibition », *Inorg. NanoMet.Chem.*, vol.50, n°11, p.10701080, nov.2020, doi:10.1080/24701556.2020.1735422.
- [73] M. I. Khan et al., « Green synthesis of magnesium oxide nanoparticles using *Dalbergia sissoo* extract for photocatalytic activity and antibacterial efficacy », *Appl. Nanosci.*, vol. 10, n° 7, p. 2351-2364, juill. 2020, doi: 10.1007/s13204-020-01414-x.
- [74] BENYAHIA El-Hachmi, « Caractérisation structurale et optique de couches minces formées par des agrégats des nanocristaux de ZnO », UNIVERSITE MENTOURI CONSTANTINE, CONSTANTINE.
- [75] K. Ahlem, « Synthèse écologique des nanoparticules des oxydes de cuivre et application photocatalytique. », Université des Frères Mentouri, CONSTANTINE, 2018.
- [76] Slimane. OUADFEUL, « Synthèse et caractérisation des nanoparticules de dioxyde de titane (TiO<sub>2</sub>) par un procédé de chimie verte. », these de Mester, Université Saâd Dahlab de Blida, Blida, 2020.
- [77] J. Maji, S. Pandey, et S. Basu, « Synthesis and evaluation of antibacterial properties of magnesium oxide nanoparticles », *Bull. Mater. Sci.*, vol. 43, n° 1, p. 25, déc. 2020, doi: 10.1007/s12034-019-1963-5.
- [78] I. Nasim et D. of C. D. and E. Professor and Head, « Antioxidant Anti Inflammatory Activity Of Magnesium Oxide Nanoparticles - An In vitro study », *Int. J. Dent. Oral Sci.*, p. 2913, 2021.
- [79] J. Zhang, Z. Du, W. Zou, H. Li, et C. Zhang, « MgO nanoparticles-decorated carbon fibers hybrid for improving thermal conductive and electrical insulating properties of Nylon 6 composite », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 148, p. 1-8, août 2017, doi: 10.1016/j.compscitech.2017.05.008.
- [80] S. K. Shukla et al., « Nano-like magnesium oxide films and its significance in optical fiber humidity sensor », *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 98, n° 1, p. 5-11, mars 2004, doi: 10.1016/j.snb.2003.05.001.



## Référence

- [81] P. Chéenne, « La maîtrise du risque « nano », enjeu majeur pour l'industrie européenne. Une approche d'entrepreneurs », *Ann. Mines - Realites Ind.*, vol. 2010, n° 1, p. 63-67, 2010.
- [82] I. NADIME et E. M. EL KHATAT, « Céramique dans l'électronique », Université HASSAN2, Maroc ,Casablanca., 2019.
- [83] T. H. Y. Duong et al., « Synthesis of Magnesium Oxide Nanoplates and Their Application in Nitrogen Dioxide and Sulfur Dioxide Adsorption », *J. Chem.*, vol. 2019, p. e4376429, mai 2019, doi: 10.1155/2019/4376429.
- [84] D. Pantarotto et al., « Immunization with Peptide-Functionalized Carbon Nanotubes Enhances Virus-Specific Neutralizing Antibody Responses », *Chem. Biol.*, vol. 10, n° 10, p. 961-966, oct. 2003, doi: 10.1016/j.chembiol.2003.09.011.
- [85] M. Shinkai et al., « Intracellular hyperthermia for cancer using magnetite cationic liposomes », *J. Magn. Mater.*, vol. 194, n° 1, p. 176-184, avr. 1999, doi: 10.1016/S0304-8853(98)00586-1.
- [86] D. Souaad et G. Sara, « Caractérisation des extraits bruts de *Pelargonium graveolens* cultivé au Maader (région de Hodna, Algérie) », Mémoire de fin d'études de master, UNIVERSITÉ MOHAMED BOUDIAF DE M'SILA, M'SILA, 2019.
- [87] A. Djahoudi et I. Atilia, « Composition chimique et activité antibactérienne de l'huile essentielle de géranium rosat », vol. 13, p. 156-162, 2015, doi: 10.1007/s10298-015-0950-2.
- [88] D. Aouissi, « Etude comparative entre l'*Oxalis pes-caprae* L (Oxalidaceae) sauvage et un autre forme stérile d'*Oxalis pes-caprae* L dans la zone de Blida », université Saad Dahlab Blida, Blida, 2018.
- [89] I. Güçlütürk, A. Detsi, E. K. Weiss, E. Ioannou, V. Roussis, et P. Kefalas, « Evaluation of Anti-oxidant Activity and Identification of Major Polyphenolics of the Invasive Weed *Oxalis pes-caprae*: Phytochemicals of *Oxalis Pes-Caprae* », *Phytochem. Anal.*, vol. 23, n° 6, p. 642-646, nov. 2012, doi: 10.1002/pca.2367.
- [90] K. Bouhadjra, « Etude de l'effet des antioxydants naturels et de synthèse sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge », thèse pour l'obtention du diplôme de magister, Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou, 2011. Consulté le: 29 avril 2022.
- [91] M. L. HAMEL et O. B. Sabrina, « Évaluation physico-chimique et l'activité biologique des extraits des grains de coton et leur utilisation dans la production de biodiesel et bioadsorbant », these de Mester, Université de Ghardaïa, Ghardaïa, 2021.

## Référence

- [92] F. Ali-RACHEDI, S. MERAGHNI, N. TOUAIBIA, et S. M., « Analyse quantitative des composés phénoliques d'une endémique algérienne *Scabiosa Atropurpurea* sub. *Maritima* L. », Bull. Société R. Sci. Liège, vol. 87, p. 13- 21, 2018.
- [93] RIBEREAU –GAYON P., « Les composés phénoliques des végétaux », Edition Dunod, Paris, 1968.
- [94] J. Hayes, P. Allen, N. Brunton, M. O'Grady, et J. Kerry, « Phenolic composition and in vitro antioxidant capacity of four commercial phytochemical products: Olive leaf extract (*Olea europaea* L.), lutein, sesamol and ellagic acid », vol. 126, p. 948- 955, 2011, doi: 10.1016/J.FOODCHEM.2010.11.092.
- [95] R. LARIBI, « Les compose phénolique de quelques variétés de l'huile d'olive algérienne : identification et propriétés », Thèse de doctorat en biochimie., Université Ferhat Abbas Sétif 1, Sétif, 2015.
- [96] E. BOUCHOUKA, « Extraction des polyphénols et étude des activités antioxydante et antibactérienne de quelques plantes Sahariennes », Thèse de doctorat en Phytochimie., Université Badji Mokhtar ANNABA, ANNABA, 2016.
- [97] B. BOUGHRARA, « Inventaire et étude ethnobotanique et chimique des plantes à intérêts thérapeutique et nutritif du Parc national El- kala », thèse de doctorat en science, Université Badji Mokhtar ANNABA, ANNABA, 2016.
- [98] K. Saffidine, « Etude analytique et biologique des flavonoïdes extraits de *carthamus caeruleus* L. et de *plantago major* L. », Thesis, Université Ferhat ABBAS - Sétif 1, Sétif, 2018. Consulté le: 30 avril 2022.
- [99] A. H. Cahyana, W. Wibowo, A. Pratama, et B. Ardiansah, « Synthesis, characterization and anti-oxidative properties of propolis-like compound prepared from prenylation of Indonesia's cinnamon (*Cinnamomum Burmannii*) essential oil using  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/NaOH/Na », p. 6, 2015.
- [100] H. M. Metiaz et A. Boudiba, « SYNTHÈSE, CARACTÉRISATION DES NANOPARTICULES D'ARGENT À BASE D'EXTRAIT DES FEUILLES DE PLANTES ET ÉVALUATION DE LEUR ACTIVITÉ ANTIOXYDANTE ET ANTIMICROBIENNE », these de Mester, Université de Ghardaïa, Ghardaïa, 2020.
- [101] C. Ahmed, « Elaboration et étude optique des nanocomposites à base de silicium poreux et des colorants lasers : Mise en évidence du transfert d'excitation par mémoire de polarisation », These de doctorat en physique, Faculte des sciences en Tunis, Tunis, 2009.

## Référence

- [102] B. Lazhar, « Contribution à l'étude des propriétés mécaniques de l'alliage Fe-Cu », These de doctoraten Sciences en mécanique, Université de Batna 2 – Mostefa Ben Boulaïd, Batna, 2018.
- [103] F. Amira et L. Hiba, « Etude phytochimique comparative des différents extraits de *Zygophyllum album* L de la région d'Ouargla et la région El Oued », these de Mester, Université Mohamed Khider de Biskra, Biskra, 2019.
- [104] H. Fang, B. Hu, L. Wang, R. Lu, et C. Yang, « Preparation of nanometer MgO by sol-gel auto-combustion », *Front. Chem. China*, vol. 3, n° 2, p. 193-197, juin 2008, doi: 10.1007/s11458-008-0037-9.
- [105] J. Deng, W. Cheng, et G. Yang, « A novel antioxidant activity index (AAU) for natural products using the DPPH assay », *Food Chem.*, vol. 125, n° 4, p. 1430- 1435, avr. 2011, doi: 10.1016/j.foodchem.2010.10.031.

### **Cite électronique :**

- [E1] <https://www.etudier.com/dissertations/l'Historique-Des-Nanotechnologies/388645.html>
- [E2] <https://tpenanotechnologies.wordpress.com/1-les-nst/>
- [E3] <https://c.21-bal.com/buhgalteriya/49/index.html?page=3>
- [E4] <https://www.inspq.qc.ca/bise/nanotechnologies-et-sante-que-sait-des-risques>
- [E5] <https://www.inrs.fr/risques/nanomateriaux/terminologie-definition.html>
- [E6] [https://www.researchgate.net/post/what\\_can\\_you\\_infer\\_from\\_this\\_SEM\\_image\\_of\\_Graphene\\_oxide](https://www.researchgate.net/post/what_can_you_infer_from_this_SEM_image_of_Graphene_oxide)
- [E7] <https://www.lne.fr/fr/focus-classification-substances-chimiques-nanomateriaux>
- [E8] <https://www.maxicours.com/se/cours/les-nanotubes-de-carbone/>
- [E9] <https://www.biochemopharma.fr/reagents/magnesium-nitrate-hexahydrate-ar-313140500.aspx>
- [E10] <https://www.promessedefleurs.com/conseil-plantes-jardin/fichefamille/oxalis-planter-cultiver-et-entretenir>
- [E11] <https://www.cal-ipc.org/plants/profile/oxalis-pes-caprae-profile/>

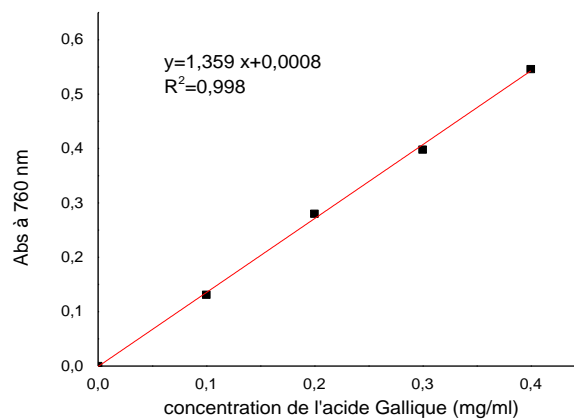
# *Annexe*

## Annexe

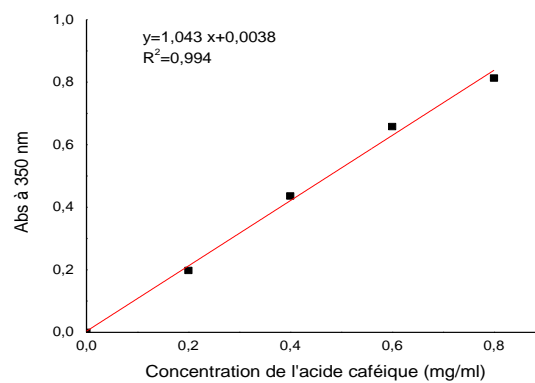
**Annexe01 :** Spectrophotomètre UV visible de type Thermo Fisher Scientific (UviLine 9400C).



**Annexe 02 :** Courbe d'étalonnage de l'acide gallique pour le dosage des composés phénoliques.

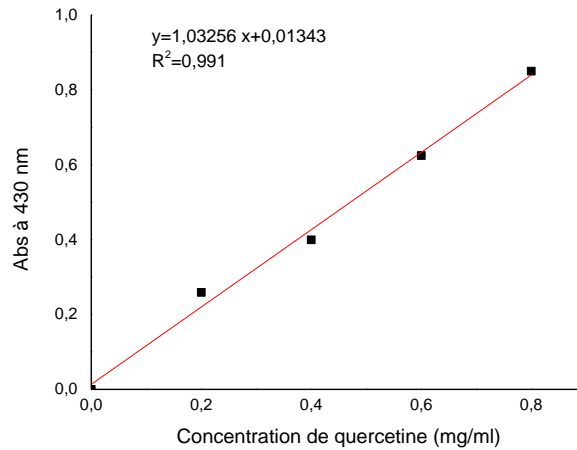


**Annexe 03 :** Courbe d'étalonnage de l'acide caféique pour le dosage des Dosage des Ortho-diphénol.

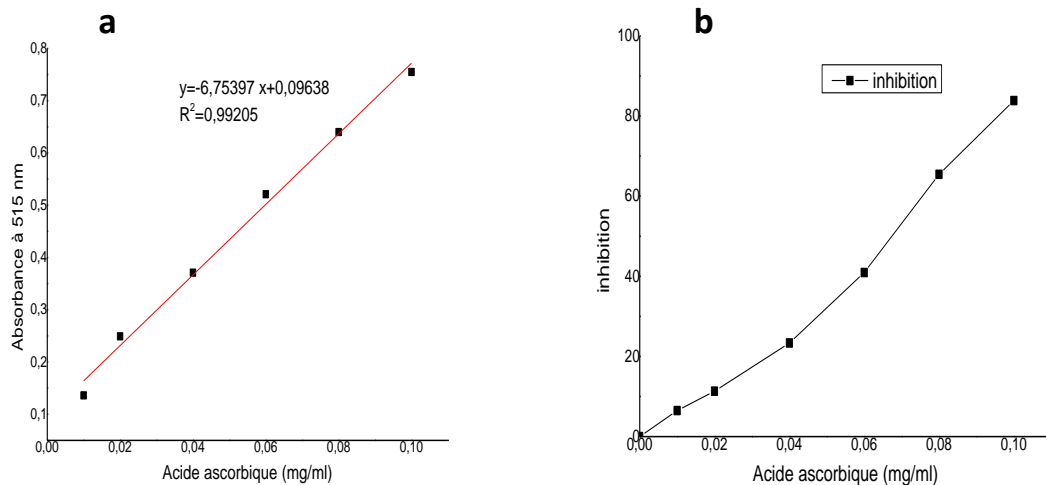


## Annexe

### Annexe 04 : Courbe d'étalonnage de la quercétine pour le dosage des flavonoïdes



### Annexe 05 : (a) Courbe d'étalonnage de l'acide ascorbique (b) Pourcentage d'inhibition du radical libre DPPH en fonction des concentrations de l'acide ascorbique.



## Annexe

### Annexe 06: Activité antioxydant

