

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة غرداية



حاضرة الأعمال لجامعة غرداية

كلية العلوم والتكنولوجيا

قسم هندسة الطرائق

مذكرة تخرج لنيل شهادة ماستر في هندسة الكيمائية في إطار القرار الوزاري 1275

شهادة تخرج - مؤسسة ناشئة / براءة اختراع

بعنوان:

**Alginate/Polyaniline/Graphène hydrogel
nanocomposite : préparation, caractérisation et application**

"انتاج مواد ذكية لمعالجة المياه بتقنية النانو"

من إعداد الطالبين:

جلود سهيلة

عكيف هديل

تحت إشراف:

رئيس	جامعة غرداية	MAA	محمد عقون
مشرف	جامعة غرداية	MCA	يسمينة خان
مشرف مساعد	جامعة غرداية	Doctorat	فارس فنيش
ممثلا عن الحاضرة	جامعة غرداية	MCA	فريد طويطي
ممتحن	جامعة غرداية	MCB	حامد بوخارى

الموسم الجامعي: 2023/2022



DÉDICACE

Je dédie cet humble travail A mon très cher père

« miloude »

A ma très chère mère : « Saliha »

A mes frères : Hamza , othmane , lamine

A mes sœurs : khadidja , Fatima

A mes très amis « Hadil ,safa , manel, selma »

Et toutes les familles Djelloude et Ben sania. Pour leur soutien et Encouragements .A toutes les personnes qui me connaissent de près ou de loin seulement pour leur existence. A tout mes enseignantes du Département des Ghinie chimie A tout le personnel de l'université de Ghardaïa





DÉDICACE

Je dédie cet humble travail A mon très cher père
« mohammed »

A ma très chère mère : « fatima »

A mon frère : yacine

A mes sœurs : Anfal rétajje roudina

A mes très amis « souhila ,safa , manel, baya, selma »

Et toutes les familles Akif et kouader Pour leur soutien et
Encouragements A mon fiancé lalmi . A mes amis écrivains et
auteurs. A toutes les personnes qui me connaissent de près ou
de loin seulement pour leur existence. A tout mes enseignantes
du Département des Ghinie chimie A tout le personnel de
l'université de Ghardaïa



Remerciements

Au terme de ce précieux travail

Nous tenons en premier lieu à remercier le

«BONDFEU» qui nous a donné la force et la

Patience pour terminer ce modeste travail dans

De bonnes conditions morales et matérielles.

Nous tenons à remercier vivement mon encadreur

Yasminakhane ET mon Co-encadreur

Fares FENACHE.

D'avoir pris en charge la direction de notre travail.

A tous les enseignants du Département génie des procédés

A tous nos collègues de la promotion 2023 de génie chimie

Nous tenons également à remercier, le président et les membres de jury qui ont accepté

d'examiner ce travail de fin d'étude.

Liste des abréviations

PDI	polydispersity Index des nanoparticules
ATTC	American Type Culture Collection
S.aureus	Staphylococcus aureus
E. coli	Escherichia coli
PANI	Polyaniline
ES	Sel émeraude
NMP	Méthyl-2-pyrrolidone
APS	Persulfated'ammonium
GO	Oxyde de graphène
rGO	Oxyde de graphène réduit
ABS	Absorption
MEB	Microscopie électronique à balayage
DRX	Diffraction des rayons X
UV-Vis	Spectroscopie d'absorption ultra-violette visible
SA	Alginate de sodium
NPs Fe₂O₃	Nanoparticules d'oxyde de fer
UFC	Unité formant colonie
MH	Mueller Hinton
MHB	Mueller Hinton Broth
MHA	Mueller Hinton Agar
ERO	Espèces réactives de l'oxygène

Liste des tableaux

Étude bibliographique

Tableau I.1	Principaux procédés de synthèse des nanomatériaux	07
Tableau I.2	Techniques de caractérisation des nanomatériaux	08
Tableau I.3	Domaines d'application en fonction du type de nanoparticules	09
Tableau I.4	Classification des hydrogels	11
Tableau I.5	Comparaison des caractéristiques principales des méthodes les plus courantes de synthèse des oxydes de fer	20

Dispositifs et techniques expérimentaux

Tableau II.1	Tableau descriptif des produits chimiques et matériels utilisés	26
Tableau II.2	Classification de génevrier	28
Tableau II.3	Propriétés de Bleu Coomassie	39
Tableau II.4	Généralités sur les souches bactériennes utilisées	42

Résultats et discussion

Tableau III.1	Les résultats de diffusion dynamique de la lumière (DLS) et potentiel zêta	50
Tableau III.2	Résultats de test antibactérien	56

Liste des figures

Étude bibliographique

FigureI.1	Échelle de taille en nanomètres comparant les nanostructures à des objets plus communs	04
FigureI.2	Classification des nanomatériaux	05
FigureI.3	Les voies de fabrication des nanomatériaux	06
FigureI.4	Principaux types de nanocomposites	10
FigureI.5	Schéma principale des hydrogels	11
FigureI.6	Diverses applications des hydrogels	13
FigureI.7	Principale structure de polyaniline ($n + m=1$), X= degré d'oxydation	14
FigureI.8	Méthode de polymérisation oxydative de la polyaniline	14
FigureI.9	Applications des matériaux nano et composites à base de PANI	15
FigureI.10	Le graphène (a) c'est le bloc de construction de toutes les formes graphitiques, il peut être empilé pour former le graphite (b), il peut être enroulé pour former des nanotubes (c) et enveloppé pour former des fullerènes (d)	16
FigureI.11	Structure de (a) graphène, (b) oxyde de graphène (GO) et (c) oxyde de graphène réduit (rGO)	17
FigureI.12	Techniques de synthèse du graphène "Top-down" et "bottom-up"	17
FigureI.13	Structure de l'hématite, α -Fe ₂ O ₃	19
Dispositifs et techniques expérimentaux		
FigureII.1	Plant de genévrier	26
FigureII.2	Géographie de la zone de prélèvement de plante genévrier	29
FigureII.3	Schéma descriptif de la biosynthèse des nanoparticules de Fe ₂ O ₃	30
FigureII.4	Schéma descriptif de la synthèse des nanocomposites PANI/G	31
FigureII.5	Préparation de l'extrait des plants sèche et frais	32
FigureII.6	Préparation de nanoparticules de NPsFe ₂ O ₃	32
FigureII.7	Poudre finale obtenue des NPs de Fe ₂ O ₃	33
FigureII.8	Les dispersions du graphène dans l'eau distillée et l'aérogel du CaCO ₃ respectivement	33

FigureII.9	Les étapes de préparation de la poudre PANI	34
FigureII.10	Les étapes de préparation de l'hydrogel	35
FigureII.11	Les étapes de préparation de l'éponge et les membranes de l'hydrogel	36
FigureII.12	Diffraction des rayons X(DRX)	37
FigureII.13	Représentation schématique d'une interaction de faisceau d'électrons	38
FigureII.14	Domaine spectrale de la lumière Visible	39
FigureII.15	Préparation de la solution mère et les solutions filles du bleu de Coomassie G250	40
FigureII.16	Montage dispositif (chambre noire) du processus de la photo-dégradation par les composites et les éponges	41
FigureII.17	Type des bactéries	42
FigureII.18	Les étapes de l'activité antibactérienne	46

Résultats et discussion

FigureIII.1	(a) Distribution de taille des particules des nanoparticules de Fe_2O_3 synthétisées ; (b) Analyse du potentiel zêta	49
FigureIII.2	Diffractogramme de rayons X des nanoparticules Fe_2O_3 synthétisées	50
FigureIII.3	Images MEB des nanoparticules Fe_2O_3 (a) et (b) le nanocomposite SA-PANI/ Fe_2O_3 sous forme éponge	51
FigureIII.4	Diffractogramme de rayons X de PANI	52
FigureIII.5	Image MEB de PANI sous forme poudre	53
FigureIII.6	Spectres d'absorption en fonction du temps du colorant bleu de Coomassie G-250 sous lumière avec les nanocomposites Fe_2O_3 /PANI et Fe_2O_3 /Graphène pendant 60 min	54
FigureIII.7	Evaluation de photodégradation (%) du bleu de Coomassie G-250 avec les nanocomposites Fe_2O_3 /PANI et Fe_2O_3 /Graphène	55

sommari

Liste d'abréviation

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction générale..... 1

Chapitre I. Etude bibliographique

I. Introduction.....4

I.1 Généralité sur les nanomatériaux4

I.1.1 Définition des nanomatériaux.....4

I.1.2 Classification des nanomatériaux5

I.1.3 Méthodes de synthèse pour les nanomatériaux6

I.1.4 Techniques de caractérisation des nanomatériaux.....7

I.1.5 Applications des nanomatériaux.....8

I.2 Nanocomposites9

I.2.1 Types de nanocomposites 10

I.2.2 Les hydrogels..... 11

I.3 Polyaniline..... 13

I.3.1 Méthodes de synthèse et préparation de polyaniline 14

I.3.2 Applications de la polyaniline 15

I.4 Graphène..... 15

I.4.1 Structure du graphène 16

I.4.2 Méthode de synthèse du graphène 17

I.4.3 Applications du graphène 18

I.5 Les oxydes de fer..... 19

I.5.1 Oxyde de fer Fe_2O_3 19

I.5.2 Méthode de synthèse de Fe_2O_3 20

I.6 Références 21

Chapitre II. Dispositifs et techniques expérimentaux

II.1 Objectif du travail 26

II.2 Produits chimiques et l'instrumentation utilisés.....	26
II.2.1 Matériels et produits chimiques	26
II.2.2 Présentation du Matériel végétaux	27
II.3 Description général de la méthodologie de travail.....	29
II.3.1 Préparation de l'extrait de genévrier et biosynthèse des nanoparticules de NPs Fe ₂ O ₃ .	31
II.3.2 Synthèse du composite PANI/G.....	33
II.4 Synthèse les composites a différent forme	35
II.4.1 Préparation de l'hydrogel.....	35
II.4.2 Préparation de l'éponge et les membranes	36
II.5 Méthodes de caractérisation	36
II.5.1 Diffraction des rayons X (DRX)	36
II.5.2 Microscopie électronique à balayage (MEB).....	37
II.5.3 Spectroscopie d'absorption ultra-violette visible (UV-Vis).....	38
II.6 Applications de photodégradation	39
II.6.1 Préparation de polluants modèles étudiés	39
II.6.2 Étude photodégradationdubleu de Coomassie	40
II.7 Évaluation de l'activité antimicrobienne.....	41
II.7.1 - Généralité sur les bactéries	41
II.8 Références.....	47

Chapitre III. Résultats et Discussion

III.1 Caractérisation des nanoparticules Fe₂O₃ et PANI	49
III.1.1 Analyse Fe ₂ O ₃ par DLS	49
III.1.2 Analyse Fe ₂ O ₃ par DRX	50
III.1.3 Analyse Fe ₂ O ₃ par MEB	51
III.1.4 Analyse PANI par DRX.....	52
III.1.5 Analyse PANI par MEB	52
III.2 L'activité photocatalytique de nanocomposites Fe₂O₃/PANI et Fe₂O₃/Graphène...53	53
III.3 L'activité antibactérienne de nanocomposites Fe₂O₃/PANI et Fe₂O₃/Graphène.....55	55
III.4 Références	57
Conclusion générale.....	58

Introduction générale

Introduction générale

Selon le dernier rapport de l'Organisation mondiale de la santé (OMS), environ 844 millions de personnes dans le monde n'ont pas accès à de l'eau potable [1]. Les pathogènes d'origine hydrique, sous forme de bactéries, de virus ou de protozoaires causant des maladies, propagent de nombreuses maladies, notamment le choléra, la fièvre typhoïde, l'hépatite, la giardiase et une bactérie à gram positif (*Staphylococcus aureus* ATCC 25923) et une bactérie à gram négatif (*Escherichia coli* ATCC 25922). [2].

Les polluants organiques présents dans les eaux usées peuvent être potentiellement nocifs pour tous les organismes vivants. Par conséquent, la remédiation des eaux usées et la recirculation de l'eau sont désormais les principaux axes de recherche. Les différents processus de traitement sont souvent coûteux et génèrent des résidus d'amines présents dans les boues après traitement. En revanche, des semi-conducteurs tels que l'oxyde de fer ont montré une excellente activité photo-catalytique. L'oxyde de fer est l'un des catalyseurs les plus utilisés dans l'industrie chimique, les matériaux capteurs de gaz, les pigments et les cellules photo-électrochimiques[3,4].

En général, la synthèse de cet oxyde métallique implique l'utilisation de modèles ou de produits chimiques coûteux qui ne sont potentiellement pas respectueux de l'environnement. Ainsi, l'utilisation de microorganismes ou d'extraits de plantes pourrait être une alternative aux méthodes chimiques et physiques[5].

Dans cette étude, des nanoparticules d'oxyde de fer sont synthétisées à l'aide d'un extrait des feuilles de genévrier. Récemment, la capacité photocatalytique a été améliorée en modifiant les surfaces des matériaux. Des systèmes composites ou couplés sont désormais utilisés pour les cellules solaires, l'optoélectronique, les capteurs bioélectrochimiques, l'électro-oxydation et la désinfection[6].

Dans cette étude, nous passons en revue les nanomatériaux polymères verts pour la dégradation photocatalytique des colorants, en mettant l'accent sur les développements récents, les biopolymères et les applications dans la remédiation des eaux usées.

Le présent manuscrit est divisé en trois chapitres déclinés comme suit :

Le premier chapitre porte sur une étude bibliographique en cinq parties. La première partie traite des nanomatériaux en général, leurs différentes méthodes de synthèse, et leurs

principales applications. Tandis que la deuxième partie concerne les nanocomposites, ainsi que la troisième partie indique le polymère polyaniline et leurs méthodes de synthèse et préparation. La cinquième partie concerne le Graphène en générale Et finalement, la dernière partie s'intéresse à la présentation d'oxydes de fer et leurs méthodes de synthèse.

Le deuxième chapitre est consacré aux méthodes et techniques expérimentales utilisées dans cette étude, et les différentes techniques de caractérisation en plus les protocoles de synthèse qui ont été utilisés.

Le troisième chapitre décrit les résultats associés à la préparation des nanocomposites, la dégradation des polluants organiques et les résultats de l'activité antibactérienne.

Enfin, cette mémoire s'achève par une conclusion générale qui récapitule l'essentiel et les principaux résultats obtenus au cours de cette étude.

Références

- [1] A. Wutich, A.Y. Rosinger, J. Stoler, W. Jepson, A. Brewis, Measuring human water needs, *Am. J. Hum. Biol.* 32 (2020) e23350.
- [2] V.K. Sharma, C. Jinadatha, E. Lichtfouse, Environmental chemistry is most relevant to study coronavirus pandemics, *Environ. Chem. Lett.* 18 (2020) 993–996.
- [3] P. Li, D.E. Miser, S. Rabiei, R.T. Yadav, M.R. Hajaligol, The removal of carbon monoxide by iron oxide nanoparticles, *Appl. Catal. B Environ.* 43 (2003) 151–162.
- [4] J. Chen, L. Xu, W. Li, X. Gou, α -Fe₂O₃ nanotubes in gas sensor and lithium-ion battery applications, *Adv. Mater.* 17 (2005) 582–586.
- [5] K. Leonard, B. Ahmmad, H. Okamura, J. Kurawaki, In situ green synthesis of biocompatible ginseng capped gold nanoparticles with remarkable stability, *Colloids Surfaces B Biointerfaces.* 82 (2011) 391–396.
- [6] H. Karimi-Maleh, F. Karimi, S. Malekmohammadi, N. Zakariae, R. Esmaeili, S. Rostamnia, M.L. Yola, N. Atar, S. Movaghgharnezhad, S. Rajendran, An amplified voltammetric sensor based on platinum nanoparticle/polyoxometalate/two-dimensional hexagonal boron nitride nanosheets composite and ionic liquid for determination of N-hydroxysuccinimide in water samples, *J. Mol. Liq.* 310 (2020) 113185.

Chapitre I. Étude bibliographique

I. Introduction

Les nanomatériaux sont des matériaux qui ont au moins une dimension à l'échelle nanométrique, généralement entre 1 et 100 nanomètres (nm). Ils présentent des propriétés physiques, chimiques et biologiques uniques. Les nanomatériaux et les nano-objets manufacturés représentent des domaines de la recherche scientifique et de l'industrie en pleine expansion. Ils sont d'ores et déjà une réalité industrielle et économique [1]. Ils ont des applications potentielles dans divers domaines tels que l'électronique, l'énergie, la médecine et l'assainissement de l'environnement. Tout comme pour les secteurs industriels, il convient de s'interroger sur l'introduction de ces nouveaux produits en termes d'effets potentiels de toxicité et d'écotoxicité, afin d'en mesurer et d'en contrôler les conséquences tant sociétales qu'environnementales et sanitaires.

I.1 Généralité sur les nanomatériaux

Dans ce chapitre, nous mentionnerons des informations générales sur les nanomatériaux, les méthodes de synthèse, les types et les domaines d'utilisation.

I.1.1 Définition des nanomatériaux

Les nanomatériaux font référence à des matériaux qui sont constitués de structures élémentaires dont au moins une dimension se situe généralement, mais pas exclusivement, entre 1 et 100 nanomètres (nm). Cette caractéristique dimensionnelle confère à ces matériaux des propriétés ou des comportements spécifiques, ce qui les rend particulièrement adaptés à de nouvelles applications technologiques [2]. (Figure I.1)

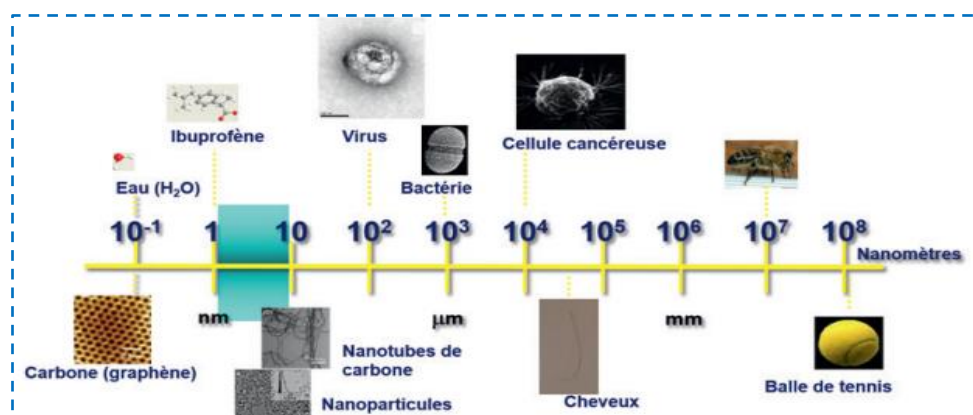


Figure I.1: Échelle de taille en nanomètres comparant les nanostructures à des objets plus communs [3].

I.1.2 Classification des nanomatériaux

Les nanomatériaux sont une famille de matériaux qui possèdent une structure interne ou de surface à l'échelle nanométrique. Cette famille englobe différents types de structures et de formes, dont voici quelques exemples [4]:

- **Les nano-objets**, qui sont des matériaux dont une, deux ou trois dimensions externes se situent à l'échelle nanométrique. Cette famille comprend trois catégories sont discernées :
 - Les nanoparticules, qui désignent des nano-objets dont les trois dimensions externes se situent à l'échelle nanométrique notamment le dioxyde de titane.
 - Les nanofibres, nanotubes, nanofilaments, nanotiges ou nanobâtonnets, qui se rapportent à des nano-objets dont deux dimensions externes similaires sont à l'échelle nanométrique telle que les nanotubes de carbone et dont la troisième dimension est significativement supérieure.
 - Les nanofeuillets, nanoplats ou nanoplaquettes, qui définissent des nano-objets dont une dimension externe se situe à l'échelle nanométrique notamment les nanofeuillets d'argile et dont les deux autres dimensions sont significativement plus grandes.
- **Les matériaux nanostructurés**, Ces matériaux sont caractérisés par leur structure interne ou de surface qui se trouve à l'échelle nanométrique. Ils regroupent diverses catégories, notamment les agrégats et agglomérats de nano-objets, les poudres nanostructurées, les nanocomposites, les nanomousses solides, les matériaux nanoporeux et les nanodispersions fluides [4].

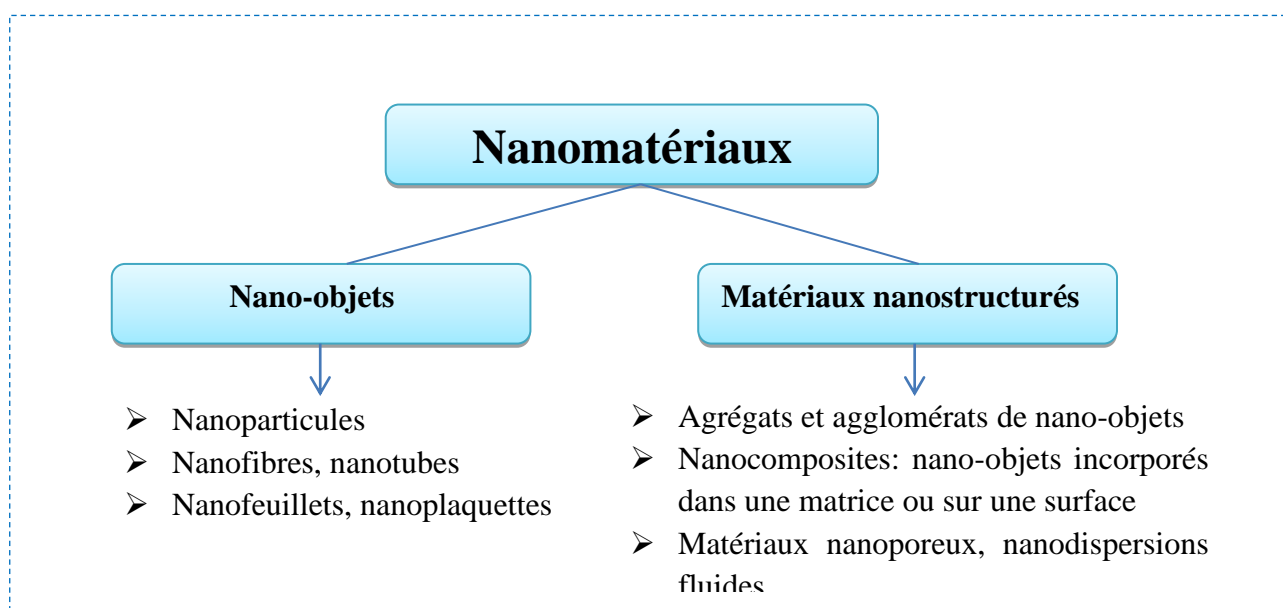
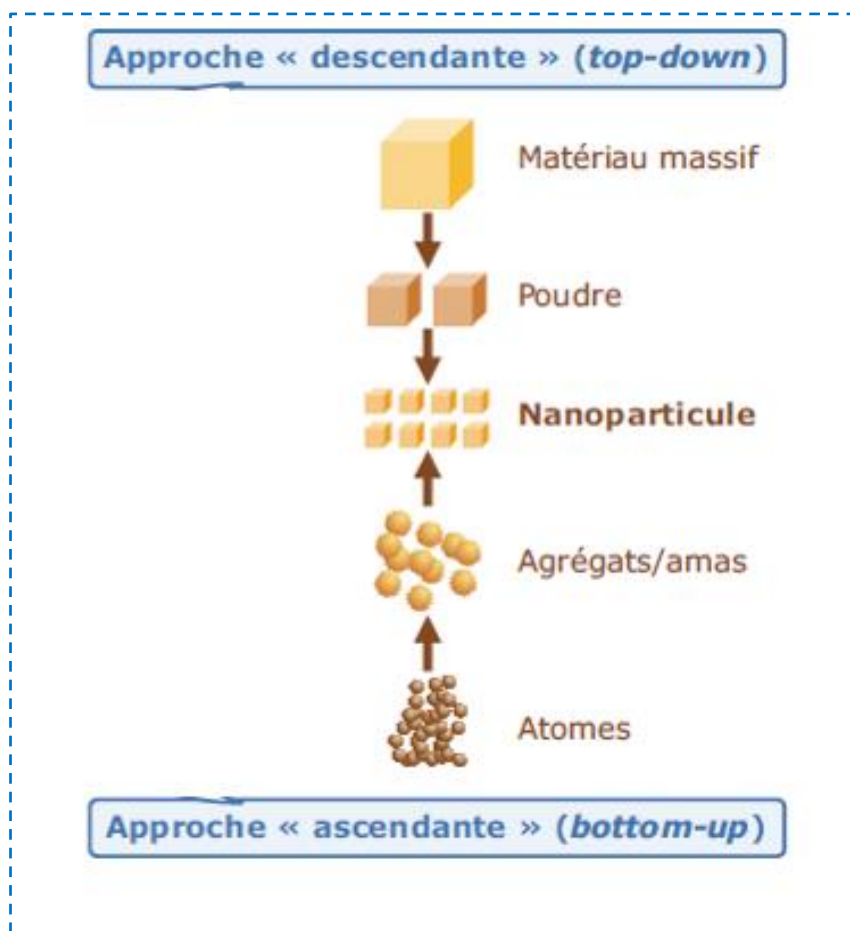


Figure I.2: *Classification des nanomatériaux*[5].

I.1.3 Méthodes de synthèse pour les nanomatériaux

Les nanomatériaux peuvent être synthétisés à l'aide de diverses méthodes telles que les approches **top-down**"descendante" et **bottom-up**"ascendante" (Figure I.3)[6]. L'approche "top-down" repose sur la réduction de taille, où un matériau est progressivement fractionné jusqu'à atteindre une taille nanométrique en utilisant les technologies industrielles existantes de manière optimale. Cette approche met principalement en œuvre des méthodes mécaniques telles que la mécano-synthèse et les fortes déformations.

En revanche, l'approche "bottom-up" implique l'assemblage d'atomes ou de molécules individuels pour former des structures à l'échelle nanométrique. Elle fait appel à des procédés d'élaboration chimiques tels que les techniques sol-gel et le dépôt chimique en phase vapeur, ainsi que des procédés physiques comme la pyrolyse laser et les micro-ondes.

**Figure I.3:** *Les voies de fabrication des nanomatériaux.*

Le [tableau I.1](#) présente les principaux procédés les plus connues de synthèse des nanomatériaux selon les deux approches.

Tableau I.1: Principaux procédés de synthèse des nanomatériaux [7,8].

Méthodes physiques	Méthodes chimiques	Méthodes mécaniques
*/ Evaporation / condensation */ Pyrolyse LASER */ Ablation LASER */ Décharge électrique */ Irradiation ionique ou électronique */ Décomposition catalytique */ Dépôts physiques en phase vapeur regroupés sous le terme de PVD (PhysicalVaporDeposition)	*/ Techniques sol-gel */ Fluide supercritique avec réaction chimique */ Réactions en milieu solide */ Réactions en milieu liquide : co-précipitation chimique, hydrolyse, etc., */ Réactions en phase vapeur regroupées sous le terme de CVD (ChemicalVaporDeposition)	*/ Mécano-synthèse et activation mécanique de procédés de la métallurgie des poudres (broyage à haute énergie) */ Consolidation et densification */ Techniques de forte déformation : torsion, friction, laminage, etc

I.1.4 Techniques de caractérisation des nanomatériaux

Les nanomatériaux présentent un rapport surface/volume considérablement plus élevé que les matériaux macroscopiques, avec des écarts significatifs en termes d'ordres de grandeur. La caractérisation des nanomatériaux fait référence à l'étude de leur composition, de leur structure et d'autres propriétés telles que les propriétés physiques, chimiques, électriques et magnétiques. Il existe de nombreuses techniques disponibles pour effectuer cette caractérisation, cependant, chaque technique comporte un degré d'incertitude [9,10]. Parmi les techniques de caractérisation les plus connues figurent celles répertoriées dans le [tableau I.2](#).

Tableau I.2: Techniques de caractérisation des nanomatériaux[11].

Techniques de caractérisation optiques et spectroscopiques	Techniques de caractérisation physicochimique	Technique de caractérisation thermogravimétrique
*/ Microscopie électronique à balayage */ Microscope confocal à balayage laser */ Microscopie optique en champ proche */ Microscopie à fluorescence à deux photons */ Microscopie électronique en transmission */ Diffusion dynamique de la lumière */ Microscopie à l'angle de Brewster */ Microscopie à force atomique */ Spectroscopie ultraviolet-visible */ Spectroscopie infrarouge */ Spectroscopie Raman	*/ Spectroscopie de corrélation de fluorescence */ Résonance magnétique nucléaire */ Spectrométrie de masse */ Zeta Sizer (Mesure de taille de particule) */ Potentiel zêta */ Diffraction des rayons X */ Mesure de surface spécifique et de porosité	*/ Analyse des gaz dégagés */ Calorimétrie différentielle à balayage */ Analyse thermo-différentielle */ Analyse thermogravimétrique

I.1.5 Applications des nanomatériaux

On a des nanoparticules partout, détailler les applications des nanomatériaux confine à l'impossible tellement elles sont nombreuses.

Le [tableau I.3](#) suivant indiquée domaines d'application en fonction du type de nanoparticules [12,13].

Tableau I.3: Domaines d'application en fonction du type de nanoparticules.

Types de nanomatériaux	Domaines d'application
Fullerènes Electronique	Piles, cellules solaires, stockage des données et des gaz, additifs dans les plastiques
Graphènes	Télécommunication
Nanotubes de carbone	Applications potentielles en composites polymériques, émetteurs d'électrons, blindage électromagnétique, stockage de gaz
Nanofibres	Additifs dans les polymères, support catalytique, stockage de gaz
Noir de carbone	Pigments, agents de remplacement des caoutchoucs(pneus)
Métaux	Marqueurs pour diagnostic médical, agent de traitement anticancéreux (Au), propriétés antimicrobiennes (Ag), convertisseurs catalytiques (Pt, Pd, Rh), combustible(Al)
Oxydes métalliques	Plastiques et caoutchoucs (SiO ₂), crème solaire (TiO ₂ , ZnO), pigments de peinture et cosmétiques (TiO ₂)
Polymères organiques et dendrimères	Applications potentielles : biomédecine (régénération tissulaire et osseuse)
Acheminement des médicaments, thérapies, agents de contraste Liposome	Applications médicales et pharmacologiques

I.2 Nanocomposites

Les nanocomposites sont des matériaux composés de deux ou plusieurs phases, dont au moins l'une d'entre elles est à l'échelle nanométrique. Ces matériaux combinent les propriétés des différents composants et peuvent présenter des propriétés améliorées ou nouvelles grâce à la présence de la phase nanométrique[4]. Les nanocomposites sont des matériaux qui se composent de nanoparticules dispersées dans une matrice polymère ou

métallique. Les nanoparticules peuvent être des particules métalliques, des oxydes métalliques, des nanotubes de carbone ou d'autres matériaux à l'échelle nanométrique [14]. Les nanomatériaux inclus dans les nanocomposites comprennent des nanoparticules, des nanofibres et des nanoargiles...etc.

I.2.1 Types de nanocomposites

Il existe plusieurs types de nanocomposites, qui diffèrent par la nature des nanoparticules et de la matrice polymère ou métallique utilisée.

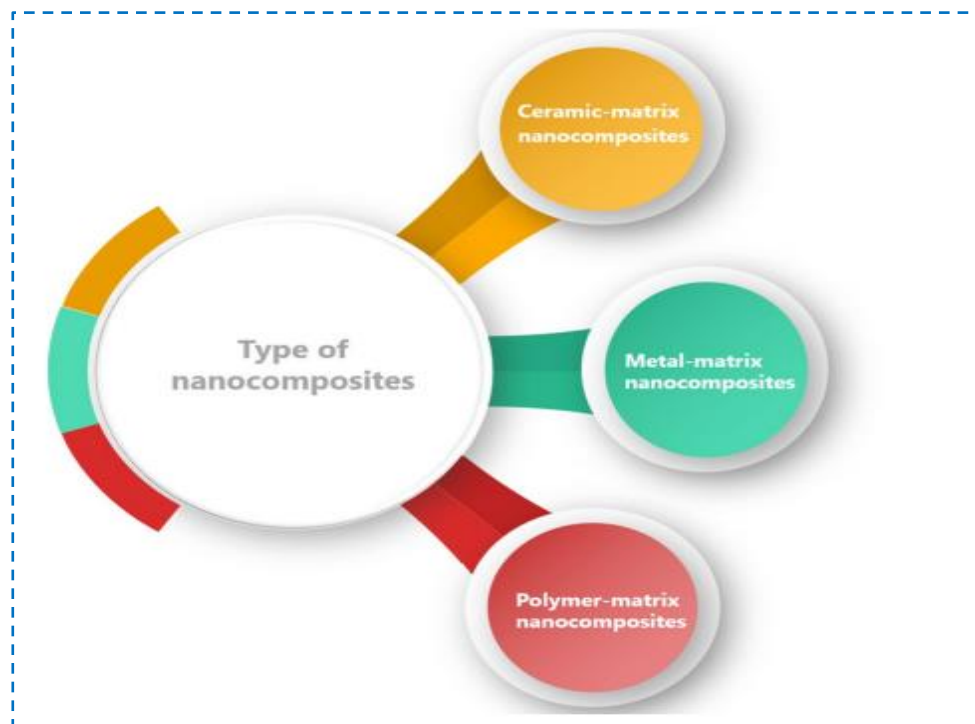


Figure I.4: Principaux types de nanocomposites

I.2.1.1 Nanocomposites à matrice polymère

Lorsqu'il s'agit d'appliquer correctement des nanoparticules sur une matrice polymère, leur efficacité peut être améliorée en tirant simplement parti de la nature et des propriétés d'une charge à l'échelle nanométrique [15]. Cette approche se révèle particulièrement réussie dans la production de composites hautement performants lorsque la charge est uniformément dispersée et présente des caractéristiques variables ou supérieures à celles de la matrice. L'uniformité de la distribution est obtenue grâce à la séparation thermodynamiquement guidée de la phase dans tous les nanocomposites[16].

I.2.2 Les hydrogels

Les hydrogels sont des réseaux polymères tridimensionnels qui ont la capacité de gonfler dans l'eau ou un liquide biologique tout en maintenant leur forme. En termes simples, les hydrogels sont des structures polymères réticulées qui peuvent être gonflées par l'eau. Ces matériaux présentent une stabilité physique, chimique et mécanique modérée lorsqu'ils sont dans leur état gonflé. Certains hydrogels réagissent aux variations des facteurs environnementaux en modifiant leur comportement de gonflement[17].

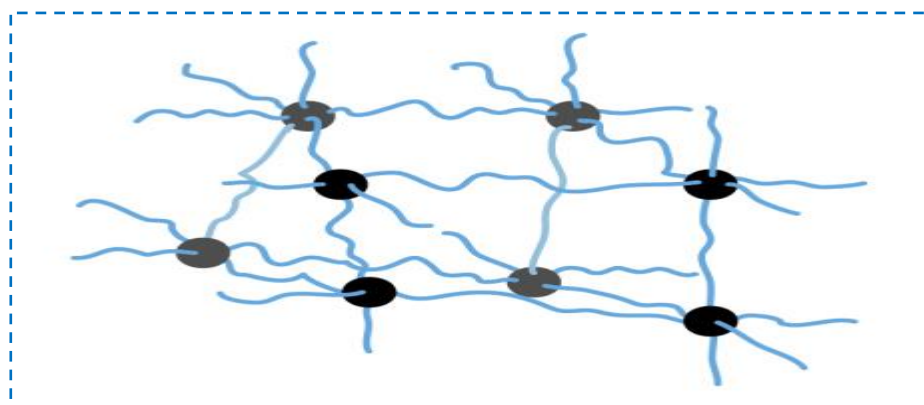


Figure I.5: Schéma principale des hydrogels.

I.2.2.1 Classification des hydrogels

La classification des hydrogels peut être effectuée sur plusieurs critères :

Tableau I.4: Classification des hydrogels.

Critère	Type d'hydrogel
Origine des éléments constitutifs	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Naturelle ➤ Synthétique ➤ Hybride
Type de réticulation du réseau	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Chimique ➤ Physique
Méthode de préparation	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Homopolymère ➤ Copolymère ➤ Multipolymère ➤ Hydrogels polymériques interpénétrés

Nature des groupes pendants	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Neutre ➤ Anionique ➤ Cationique ➤ Ampholytique
Caractéristiques mécaniques et structurales	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Réseaux affines ➤ Réseaux fantômes
Structure physique du réseau	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Amorphe ➤ Semi-cristalline ➤ Structure avec liaisons hydrogènes
Réponse aux stimuli extérieurs	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Conventionnelle ➤ Sensible aux stimuli

I.2.2.2 Méthode de synthèse des hydrogels

Les propriétés du réseau hydrogel sont étroitement liées aux conditions dans lesquelles les hydrogels sont synthétisés. Il y a plusieurs techniques et procédures utilisées pour la préparation des hydrogels. La méthode de synthèse des hydrogels est un processus utilisé pour créer ces matériaux spéciaux. Tout d'abord, des précurseurs de polymères sont mélangés dans une solution liquide. Ensuite, une réaction chimique ou un processus physique, tel que la réticulation, est utilisé pour former une structure en réseau tridimensionnelle. Cette structure permet aux hydrogels de retenir une grande quantité d'eau ou d'autres liquides. Une fois formés, les hydrogels peuvent être utilisés dans de nombreuses applications, notamment en médecine pour les pansements, les lentilles de contact ou même comme supports pour la libération contrôlée de médicaments [18].

I.2.2.3 Application des hydrogels

Grâce aux différentes technologies de classification et de préparation, il existe une grande variété d'hydrogels disponibles sur le marché, offrant d'excellentes caractéristiques et une grande polyvalence. Ces hydrogels sont utilisés dans de nombreuses applications, telles que les additifs alimentaires, les produits pharmaceutiques, les implants biomédicaux, l'ingénierie tissulaire, les médicaments régénératifs, les diagnostics, l'encapsulation cellulaire, la séparation des biomolécules ou des cellules, les matériaux barrières pour la régulation des adhésions biologiques, ainsi que les dispositifs microélectromécaniques biomédicaux [19]. La

Figure I.6 illustre les différentes applications des hydrogels dans divers domaines. En outre, ils sont utilisés dans d'autres applications variées, telles que la fabrication de muscles artificiels, l'administration contrôlée de médicaments, les lentilles de contact, les pansements et les hydrogels superabsorbants[20].

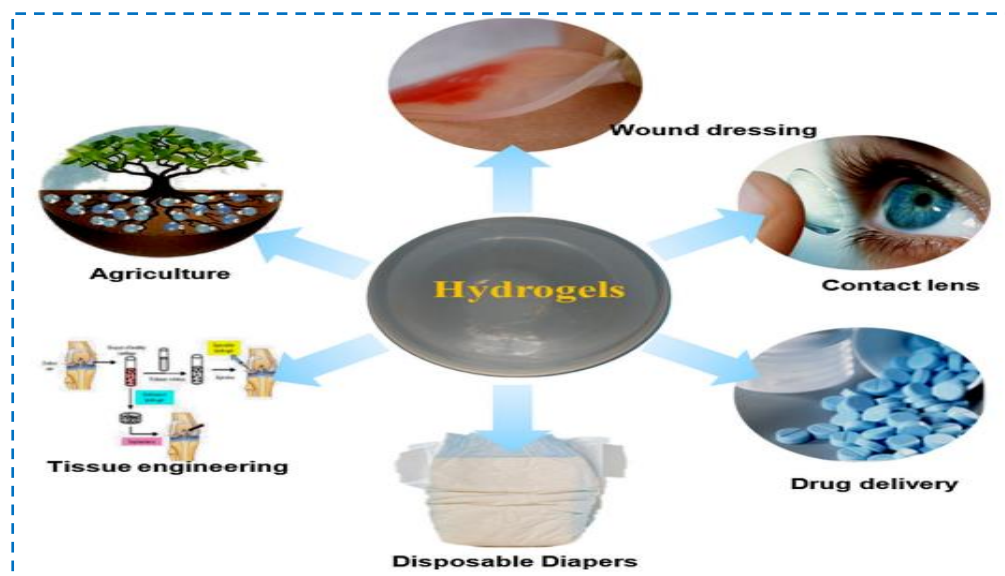


Figure I.6: Diverses applications des hydrogels[21].

I.3 Polyaniline

La polyaniline (PANI) est l'un des polymères conducteurs les plus étudiés en raison de sa rentabilité, de sa facilité de préparation et de dopage, ainsi que de ses propriétés électriques, optiques et électrochimiques remarquables qui en font un composé unique dans la famille des polymères conducteurs. La polyaniline est obtenue par polymérisation oxydative de l'aniline et peut être préparée à différents degrés d'oxydation, ce qui lui confère différentes formes avec des propriétés chimiques et physiques distinctes [22].

La structure de PANI décrite par la formule est représentée dans la figure I.7, le monomère d'aniline sous forme polymérisée peut être dans des états d'oxydation distincts de ($n= 1 \ \&m= 0$) à ($n =0 \ \&m =1$) dans lesquels ($n + m$) est toujours constant et égal à 1, à chaque degré d'oxydation X correspond une forme bien particulière de polyaniline, possédant des propriétés physiques et chimiques propres. Parmi elles, l'éméraldine ($n =0,5 \ \&m =0,5$), souvent appelée éméraldine base (EB) est la forme la plus utilisée en raison de sa grande stabilité à température ambiante par rapport aux autres formes.

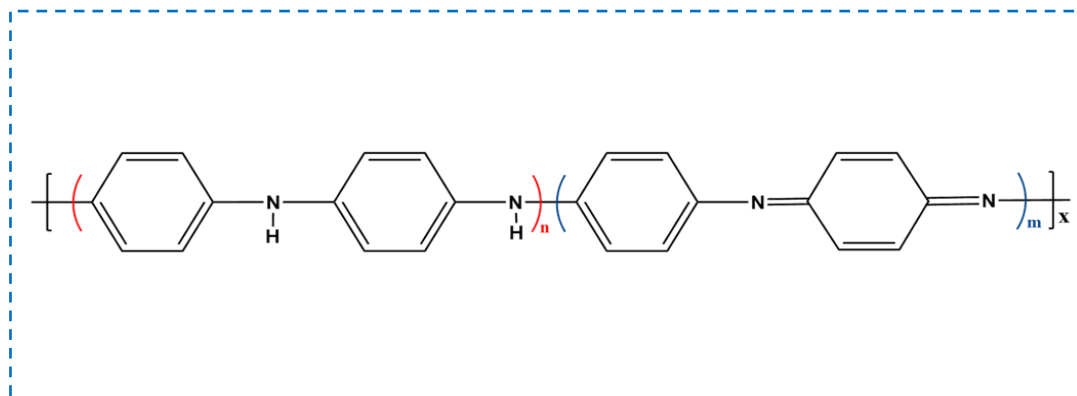


Figure I.7: Principale structure de polyaniline ($n + m = 1$), $X =$ degré d'oxydation.

I.3.1 Méthodes de synthèse et préparation de polyaniline

Le PANI peut être synthétisé par une méthode chimique ou électrochimique, les deux méthodes ont leurs propres avantages.

I.3.1.1 Synthèse par voie chimique

En synthèse chimique ou comme nous pouvons l'appeler : polymérisation par oxydation chimique, le PANI est synthétisé à partir de l'aniline ou ses dérivés en utilisant un acide comme l'acide chlorhydrique (HCl) ou l'acide sulfurique (H₂SO₄) [23] comme un dopant, et persulfate d'ammonium APS ((NH₄)₂S₂O₈) [24], persulfate de potassium KPS K₂S₂O₈ [25], comme un oxydant dans un milieu aqueuse. La figure I.8, présente la méthode la plus populaire pour la préparation de la polyaniline par la méthode chimique.

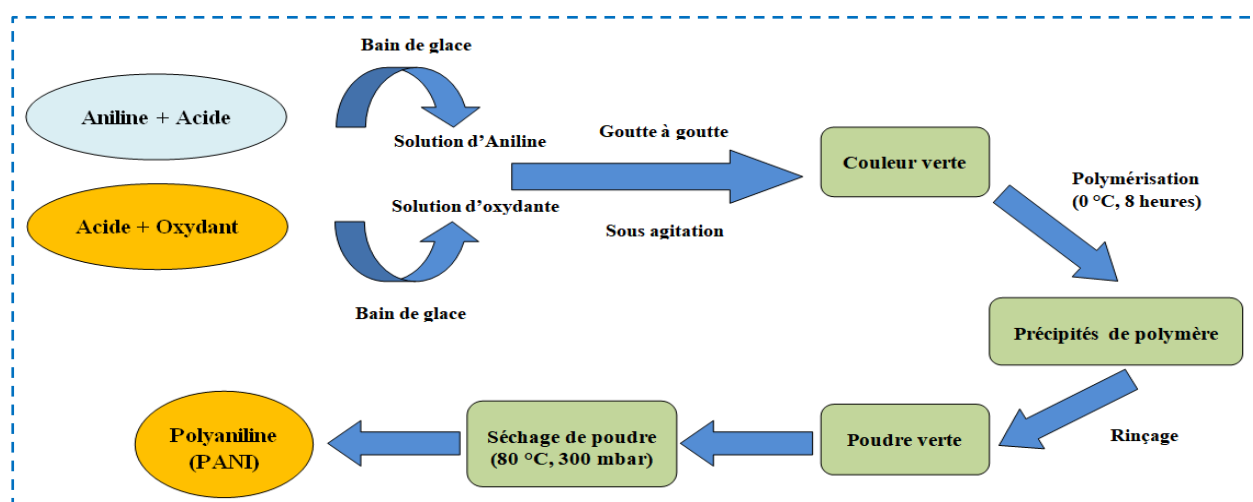


Figure I.8: Méthode de polymérisation oxydative de la polyaniline [26].

I.3.2 Applications de la polyaniline

Depuis de nombreuses années, PANI attire l'attention des chercheurs dans diverses applications en raison de la diversité des méthodes de synthèse, de sa morphologie accordable, d'un large éventail de propriétés électriques et électrochimiques et de son faible coût. L'effet synergique nano-confiné entre les composants du composite présente des propriétés multifonctionnelles et uniques supérieures pour différentes applications. Ces propriétés sont la réactivité pour la détection, le redox pour les catalyseurs, la surface pour la purification de l'eau et l'optique pour les dispositifs énergétiques. Une représentation picturale pour l'application de composites PANI nanostructurés est illustrée à la [figure I.9](#)[26,27].

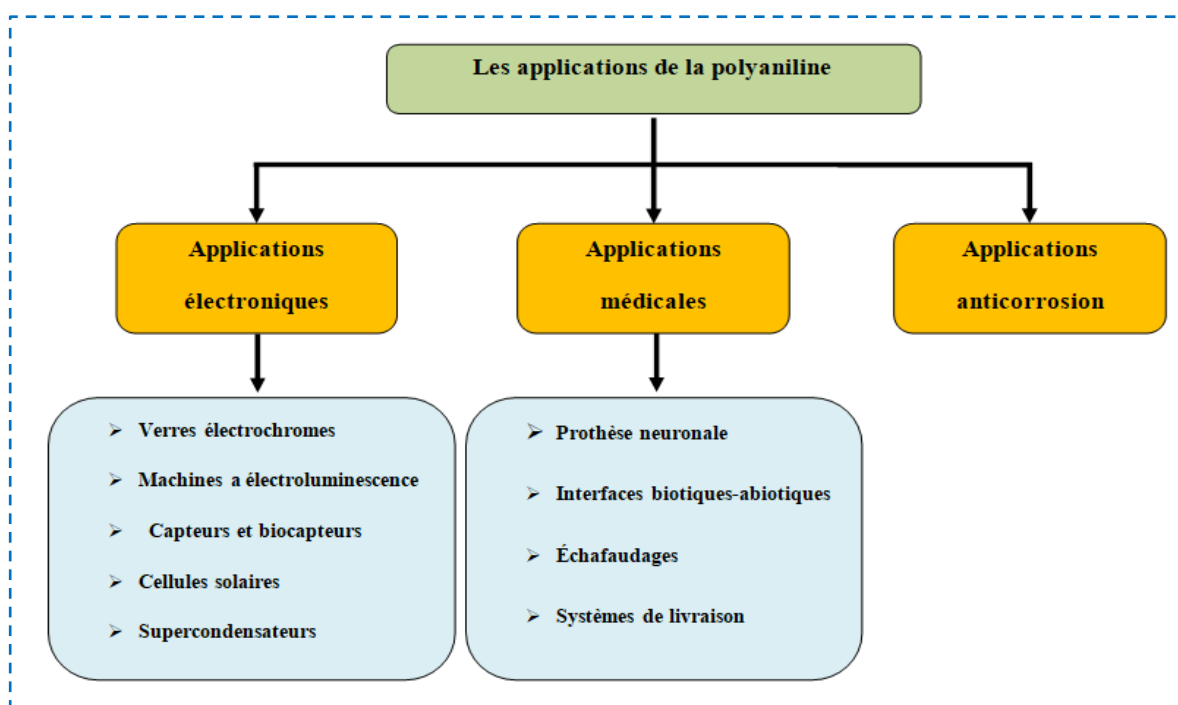


Figure I.9: Applications des matériaux nano et composites à base de PANI.

I.4 Graphène

Le graphène est un nanomatériau composé d'une couche bidimensionnelle d'atomes de carbone disposés dans une structure en réseau hexagonal, avec une hybridation sp^2 . Depuis sa découverte en tant qu'isolant en 2004, le graphène a révélé un large éventail de propriétés impressionnantes, notamment les suivantes : des mobilités électroniques élevées de plus de $200\,000\text{ cm}^2\text{ V}^{-1}\text{s}^{-1}$ à des densités d'électrons d'environ $2 \times 10^{11}\text{ cm}^{-2}$, une conductivité thermique élevée d'environ $5 \times 10^3\text{ W m}^{-1}\text{ K}^{-1}$, une imperméabilité aux gaz malgré son épaisseur atomique, un transport balistique des électrons, une absorption de 2% de la lumière

qui le traverse, et il est considéré comme "le matériau le plus résistant mesuré" avec un module de Young de TPa[28].

I.4.1 Structure du graphène

Le graphène est considéré comme un matériau à deux dimensions (2D), fullerènes à zéro dimension (0D), les nanotubes à une dimension (1D) et de graphite à trois dimensions (3D) (figure I.10) [29].

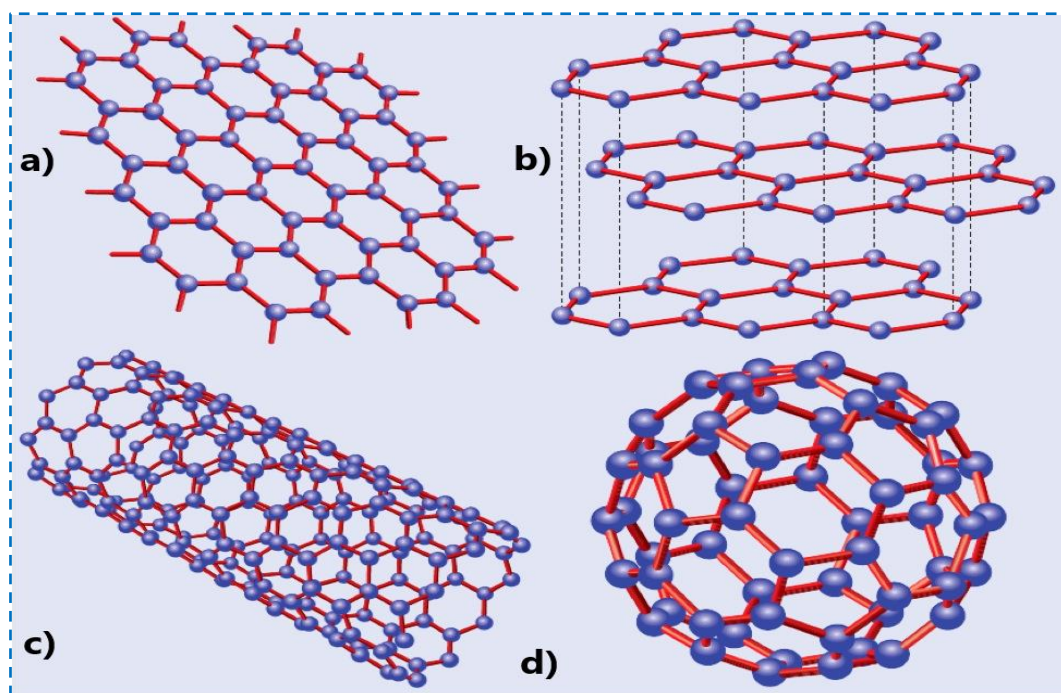


Figure I.10: Le graphène (a) c'est le bloc de construction de toutes les formes graphitiques, il peut être empilé pour former le graphite (b), il peut être enroulé pour former des nanotubes (c) et enveloppé pour former des fullerènes (d).

La figure I.11 [26] présente les dérivés du graphène qui incluent le graphène vierge, l'oxyde de graphène et l'oxyde de graphène réduit.

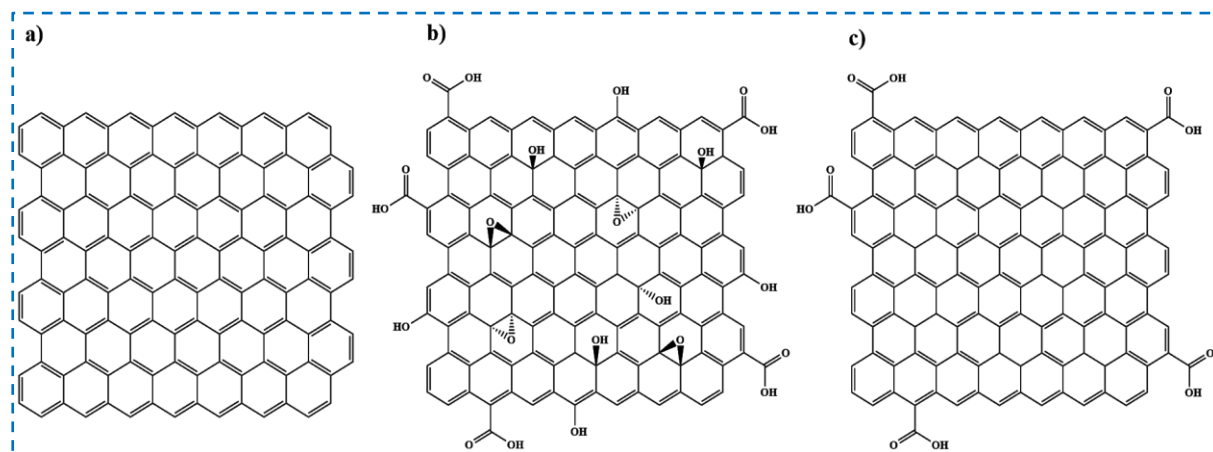


Figure I.11: Structure de (a) graphène, (b) oxyde de graphène (GO) et (c) oxyde de graphène réduit (rGO).

I.4.2 Méthode de synthèse du graphène

À ce jour, diverses méthodes de synthèse ont été développées pour la préparation du graphène et ses dérivés, non seulement pour obtenir un rendement de production élevé, mais également pour un traitement facile du matériau. En tant que nanomatériau de carbone 2D, ces méthodes de synthèse de graphène peuvent être divisées en approches « bottom-up » et « top-down » selon la classification de la méthode de synthèse des nanomatériaux (figure I.13)[30].

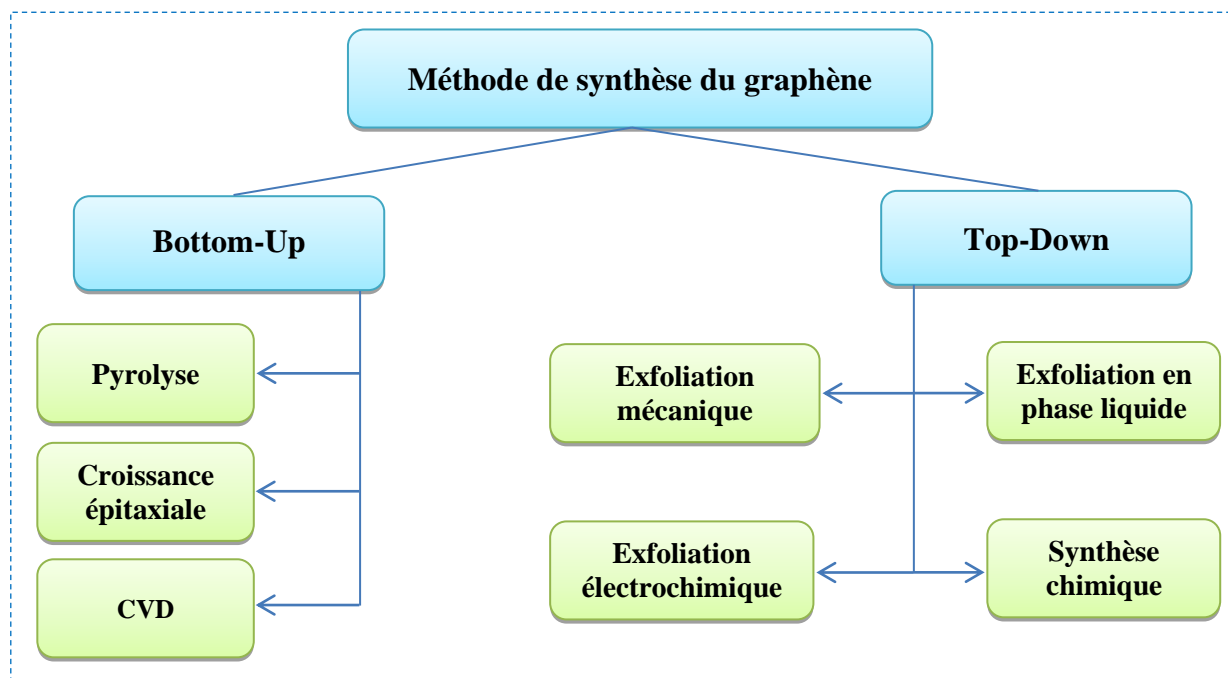


Figure I.12: Techniques de synthèse du graphène "Top-down" et "bottom-up"

I.4.3 Applications du graphène

Par les propriétés exceptionnelles du graphène, telles que la conductivité électrique et thermique élevée, la résistance mécanique élevée, la légèreté, la grande surface spécifique et la transparence. Ces propriétés ont conduit à de nombreuses applications potentielles du graphène dans différents domaines, notamment :

- Électronique : Le graphène peut être utilisé dans la fabrication de transistors, de circuits intégrés, de capteurs et de dispositifs électroniques plus rapides, plus efficaces et plus petits.
- Stockage d'énergie : Le graphène peut être utilisé comme matériau d'électrode dans les batteries, les supercondensateurs et les cellules photovoltaïques, ce qui permettrait d'obtenir une densité d'énergie plus élevée et une meilleure durabilité.
- Matériaux composites : Le graphène peut être ajouté à d'autres matériaux pour améliorer leur résistance mécanique, leur conductivité électrique et thermique, leur légèreté et leur durabilité.
- Médecine : Le graphène peut être utilisé comme matériau de support pour les médicaments, les dispositifs de diagnostic et les implants médicaux, grâce à sa biocompatibilité et à sa surface spécifique élevée.
- Revêtements : Le graphène peut être utilisé comme revêtement pour améliorer la résistance à l'usure, la conductivité thermique et électrique, la transparence et la résistance aux produits chimiques et à l'eau[31–33].

Ces applications potentielles du graphène sont encore en développement, mais de nombreuses recherches sont en cours pour exploiter pleinement les propriétés uniques de ce matériau prometteur.

I.5 Les oxydes de fer

Les oxydes de fer sont les matériaux magnétiques les plus connus et les plus étudiés, car ils sont omniprésents dans la nature, ils sont faciles à synthétiser et ont de faibles coûts. À ce jour, il existe 16 types différents d'oxydes/hydroxydes de fer. Les trois polymorphes les plus étudiés, sont la magnétite (Fe_3O_4) de structure spinelle inverse, la maghémite ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) de structure spinelle dérivé, et l'hématite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) de structure rhomboédrique. Un autre oxyde important est FeO de structure wurtzite.

D'autres variétés plus ou moins hydratées existent dans la nature comme la géothite ($\alpha\text{-FeOOH}$), l'akaganeite ($\beta\text{-FeOOH}$), la lepidocrocite ($\gamma\text{-FeOOH}$), la feroxyhyte ($\delta\text{-FeOOH}$), et la ferrihydrite ($\text{Fe}_5\text{HO}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)[34,35].

Parmi tous les types de nanomatériaux disponibles, notre étude s'est restreinte à une nanoparticule à savoir des nano-oxydes (Fe_2O_3) d'origine végétale pour leur importance dans le développement actuel des nanotechnologies.

I.5.1 Oxyde de fer Fe_2O_3

Fe_2O_3 est un composé inorganique dont le nom chimique est l'oxyde de fer (III). Il est également connu sous le nom d'hématite ou d'oxyde de fer rouge. Ce composé est naturellement présent dans les roches de tous âges. Il apparaît comme un solide rouge-brun. Il est inodore. Il a un pH de 7[36].

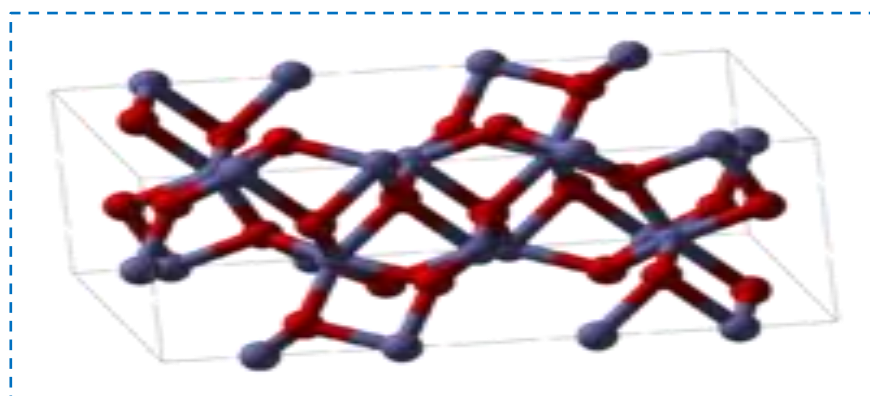


Figure I.13: Structure de l'hématite, $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ [37].

I.5.2 Méthode de synthèse de Fe₂O₃

De nombreuses méthodes ont été utilisées pour synthétiser des nanoparticules d'oxyde de fer. La méthode classique de la coprécipitation, consiste à faire précipiter en phase aqueuse un mélange stœchiométrique de Fe²⁺ et Fe³⁺ par une base. La taille des particules, comprise entre 5 et 20 nm[38].

Au début des années 2000, un certain nombre de techniques, basées sur la décomposition thermique d'un précurseur organométallique dans un solvant à haute température d'ébullition. Elles présentent l'avantage de former des particules beaucoup plus monodisperses que la coprécipitation, et d'être fonctionnalisées in situ, ce qui évite leur agrégation. Enfin de nombreuses techniques alternatives ont été utilisées, comme par exemple des méthodes hydrothermales, sol-gel ou polyol. Les avantages et inconvénients des différentes méthodes sont résumés dans le [tableau I.5](#)[39].

Tableau I.5: Comparaison des caractéristiques principales des méthodes les plus courantes de synthèse des oxydes de fer.

Méthode de synthèse	Condition de synthèse	T (°C)	Temps de réaction	Solvant	Taille (nm)
Coprécipitation	très simple	20-90	minutes	eau	< 20
Microémulsion	compliqué	20-50	dizaines de minutes	eau/ organique	<50
Milieu polyol	très simple	> 180	dizaines de minutes	organique	<10
Hydrothermale	simple haute pression	>200	heures	eau/éthanol	<1000
Décomposition thermique	compliqué	200- 350	heures	organique	<40

I.6 Références

- [1] E. Gaffet, Nanomatériaux: Une revue des définitions, des applications et des effets sur la santé. Comment implémenter un développement sûr, *Comptes Rendus Phys.* 12 (2011) 648–658.
- [2] S. Boudjadar, S. Mahmoudi, Etude des nanoparticules de dioxyde de titane élaborées par voies chimiques, (2017).
- [3] P. Rabu, Nanomatériaux, nanotechnologies: quel nanomonde pour le futur?, *Chim. Nanomatériaux Nanotechnologies.* (2019).
- [4] L. Chezeau, Étude au niveau pulmonaire du profil d'expression de gènes et de protéines chez le rat exposé par inhalation à un aérosol de particules nanostructurées de dioxyde de titane, (2018).
- [5] P.I. Dolez, Nanomaterials definitions, classifications, and applications, in: *Nanoengineering*, Elsevier, 2015: pp. 3–40.
- [6] N. Abid, A.M. Khan, S. Shujait, K. Chaudhary, M. Ikram, M. Imran, J. Haider, M. Khan, Q. Khan, M. Maqbool, Synthesis of nanomaterials using various top-down and bottom-up approaches, influencing factors, advantages, and disadvantages: A review, *Adv. Colloid Interface Sci.* 300 (2022) 102597.
- [7] M. Belaqziz, Association des procédés hydrothermal et CVD à courte distance pour l'élaboration de couches minces photovoltaïques à partir d'une source nanostructurée du composé Cu_2SnS_3 , (2018).
- [8] C. Ostiguy, B. Roberge, C. Woods, B. Soucy, Les nanoparticules de synthèse- Connaissances actuelles sur les risques et les mesures de prévention en SST-2e édition, (2010).
- [9] P.-C. Lin, S. Lin, P.C. Wang, R. Sridhar, Techniques for physicochemical characterization of nanomaterials, *Biotechnol. Adv.* 32 (2014) 711–726.
- [10] H.-J. Fecht, K. Brühne, P. Gluche, Carbon-based nanomaterials and hybrids, Pan Stanford, Hoboken. (2014).
- [11] P.S. Kumar, K.G. Pavithra, M. Naushad, Characterization techniques for

- nanomaterials, in: *Nanomater. Sol. Cell Appl.*, Elsevier, 2019: pp. 97–124.
- [12] E. Gaffet, *Nanomatériaux: différentes voies de synthèse, propriétés, applications et marchés*, *Actual. Doss. En Santé Publique*. 64 (2008) 183.
- [13] A. Alili, A. Belhout, *Synthèse des nanomatériaux d'oxydes métallique par la méthode solvothermale.*, (2020).
- [14] E. Omanović-Miklićanin, A. Badnjević, A. Kazlagić, M. Hajlovac, *Nanocomposites: A brief review*, *Health Technol. (Berl)*. 10 (2020) 51–59.
- [15] E. Manias, *Stiffer by design*, *Nat. Mater.* 6 (2007) 9–11.
- [16] T. Naseem, M. Waseem, *A comprehensive review on the role of some important nanocomposites for antimicrobial and wastewater applications*, *Int. J. Environ. Sci. Technol.* (2022) 1–26.
- [17] N.A. Peppas, *Biomedical applications of hydrogels handbook*, Springer Science & Business Media, 2010.
- [18] E.M. Ahmed, *Hydrogel: Preparation, characterization, and applications: A review*, *J. Adv. Res.* 6 (2015) 105–121.
- [19] W.A. Laftah, S. Hashim, A.N. Ibrahim, *Polymer hydrogels: A review*, *Polym. Plast. Technol. Eng.* 50 (2011) 1475–1486.
- [20] N. Sahiner, S. Demirci, *Conducting semi-interpenetrating polymeric composites via the preparation of poly (aniline), poly (thiophene), and poly (pyrrole) polymers within superporous poly (acrylic acid) cryogels*, *React. Funct. Polym.* 105 (2016) 60–65.
- [21] R.D. Pyarasani, T. Jayaramudu, A. John, *Polyaniline-based conducting hydrogels*, *J. Mater. Sci.* 54 (2019) 974–996.
- [22] F. Fenniche, Y. Khane, A. Henni, D. Aouf, D.E. Djafri, *Synthesis and characterization of PANI nanofibers high-performance thin films via electrochemical methods*, *Results Chem.* 4 (2022) 100596.
- [23] G. Ćirić-Marjanović, *Recent advances in polyaniline research: Polymerization mechanisms, structural aspects, properties and applications*, *Synth. Met.* 177 (2013) 1–

- 47.
- [24] J. Stejskal, M. Trchova, Aniline oligomers versus polyaniline, *Polym. Int.* 61 (2012) 240–251.
- [25] P.K. Prabhakar, S. Raj, P.R. Anuradha, S.N. Sawant, M. Doble, Biocompatibility studies on polyaniline and polyaniline–silver nanoparticle coated polyurethane composite, *Colloids Surfaces B Biointerfaces.* 86 (2011) 146–153.
- [26] F. FENNICHE, Synthèse et caractérisation de nanocomposites à base de polyaniline et rGO: activité photocatalytique et antibactérienne, (n.d.).
- [27] P. Singh, S.K. Shukla, Advances in polyaniline-based nanocomposites, *J. Mater. Sci.* 55 (2020) 1331–1365.
- [28] D.W. Johnson, B.P. Dobson, K.S. Coleman, A manufacturing perspective on graphene dispersions, *Curr. Opin. Colloid Interface Sci.* 20 (2015) 367–382. <https://doi.org/10.1016/j.cocis.2015.11.004>.
- [29] G. Yang, L. Li, W.B. Lee, M.C. Ng, Structure of graphene and its disorders: a review, *Sci. Technol. Adv. Mater.* 19 (2018) 613–648.
- [30] W. Huang, Graphene nanopapers, in: *Nanopapers*, Elsevier, 2018: pp. 27–58.
- [31] A.F. Carvalho, B. Kulyk, A.J.S. Fernandes, E. Fortunato, F.M. Costa, A review on the applications of graphene in mechanical transduction, *Adv. Mater.* 34 (2022) 2101326.
- [32] A. Jiříčková, O. Jankovský, Z. Sofer, D. Sedmidubský, Synthesis and applications of graphene oxide, *Materials (Basel).* 15 (2022) 920.
- [33] J. Liu, S. Bao, X. Wang, Applications of graphene-based materials in sensors: A review, *Micromachines.* 13 (2022) 184.
- [34] M. Auffan, Nanoparticules d'oxydes métalliques: relations entre la réactivité de surface et des réponses biologiques, (2007).
- [35] N. Tabaja, Nanoparticules d'oxydes de fer et de ferrites obtenues par nano-réplication: réactivité chimique et application en dépollution des eaux, (2015).
- [36] U. Schwertmann, R.M. Cornell, Iron oxides in the laboratory: preparation and

- characterization, John Wiley & Sons, 2008.
- [37] A. Mirzaei, B. Hashemi, K. Janghorban, α -Fe₂O₃ based nanomaterials as gas sensors, *J. Mater. Sci. Mater. Electron.* 27 (2016) 3109–3144.
- [38] R. Massart, Preparation of aqueous magnetic liquids in alkaline and acidic media, *IEEE Trans. Magn.* 17 (1981) 1247–1248.
- [39] M. Pauly, Structuration de nanoparticules magnétiques d'oxyde de fer en films et étude de leurs propriétés magnétiques et de magnéto-transport, (2010).

Chapitre II. Dispositifs et techniques expérimentaux

Deuxième Partie: Partie pratique

Dans ce chapitre, nous décrivons les conditions expérimentales et les méthodes de caractérisation utilisées pour ce travail de thèse, tel que les différents appareillages, les produits chimiques et végétaux utilisés avec les protocoles de synthèses. L'étude expérimentale a été menée au sein de du laboratoire pédagogique de génie des procédés 4 à Les expériences ont été réalisées à la Faculté des Sciences et Technologies de l'Université de Ghardaïa (Algérie).

II.1 Objectif du travail

L'objectif principal de cette étude est de générer/produire des nanoparticules d'oxyde de fer (NPs Fe_2O_3) à partir d'extrait de feuilles de genévrier par méthode vert, ainsi que la synthèse de composite PANI/GO par la polymérisation chimique de l'aniline en présence d'oxyde de graphène.

Nous expliquerons en détail les processus de synthèse et de biosynthèse dans le milieu aqueux des extraits.

II.2 Produits chimiques et l'instrumentation utilisés

Toutes les solutions aqueuses et réactions sont effectuées avec l'eau distillée (DI).Le tableau suivant regroupe tous les produits chimiques et matériels utilisés dans cette étude.

II.2.1 Matériels et produits chimiques

Tableau II.1: Tableau descriptif des produits chimiques et matériels utilisés.

Produits	
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Sulfate de fer (FeSO_4) : - Masse molaire : 151.908 g/mol, - Point de fusion: (70°C), - Point de d'ébullition (330°C). ➤ Chlorure de zinc (ZnCl_2) : - Masse molaire : 136 ,286 g/mol, - Point de fusion: (290°C), - Point de d'ébullition (732°C). 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Aniline ($\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2$) : - Masse molaire : 93, 13 g/mol. ➤ Ethylène glycol ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$) : - Masse molaire : 62,07g/mol, - Pointdefusion : (12 ,9°C), - Point d'ébullition (197°C), Densité :(1 ,11g/cm³). ➤ Alginate de Sodium

<ul style="list-style-type: none"> ➤ Hydroxyde de sodium (NaOH) : - Masse molaire : 39.997g/mol, - Point de fusion: (318°C), - Point de d'ébullition (1388°C). ➤ Acide chlorhydrique(HCl) : - Masse molaire : 36,456 g/mol. ➤ Carbonate de calcium (CaCO₃) - Masse molaire : 100,0869 g/mol. 	<ul style="list-style-type: none"> (C₆H₇NaO₆) : - Masse molaire : 198,105 g/mol. ➤ Le persulfate d'ammonium (APS) (NH₄)₂S₂O₈: - Masse molaire : 228.18 g/mol ➤ Graphène
Matériels et verreries	
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Four à moufle, 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Balance analytique,
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Etuve 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ pH mètre (AD 130),
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Centrifuge, 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Chauffe-ballon avec agitation,
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Sonde à ultrasons, 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ UV- visible (UVILINE 9400C),
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Thermomètre, 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Chambre noire.

II.2.2 Présentation du Matériel végétaux

Le spécimen végétal utilisé dans cette étude est la plante de genévrier collectée par la région saharienne locale de Ghardaïa.

A) La plante de genévrier

Les genévriers sont des Gymnospermes qui appartiennent à la famille des Cupressacées et au genre *Juniperus* qui compte environ 67 espèces et 37 variétés. À travers l'hémisphère nord, le genre *Juniperus* est un élément majeur des écosystèmes arborescents et arbustifs plutôt arides et semi-arides *Juniperus phoenicea* L appartient à la section *Sabina* comme le genévrier thurifère (*Juniperus thurifera* L) et le genévrier sabine (*Juniperus sabina* L)(Figure II.1)[1].



Figure II.1: *Plant de genévrier.(photo mobil)*

Tableau II.2: Classification de genévrier[2].

Règne	Plante
Embranchement	Spermaphytes
Sous embranchement	Gymnospermes
Classe	Conifères
Ordre	Coniférales
Famille	Cuprèssacées
Genre	Juniperus
Espèce	JuniperusOxycedrusL.1753

Le genévrier contient de l'huile volatile, de l'inuline, des substances sucrées, résineuses, mucilagineuses et cireuses au goût amer. Il contient de nombreux composés allant jusqu'à 80 composés, dont les plus importants sont le pinène, le lion bionique, le camphène, le cédral, la cédrine et la sescoterpine. Il contient également des alcaloïdes, du glucose

cardiaque, des acides organiques, en plus des sels de dont le plus important est le calcium. L'huile essentielle de genévrier contient également de la sabinien, de la thuyone et de la carine dans sa composition[3,4].

B) Collection du Matériel végétal

La plante de genévrier a été récoltée dans la région de son habitat naturel durant le mois de février 2023. La récolte est effectuée dans la région Ghardaïa au sud-est d'Algérie (Figure II.2). La récolte du matériel végétal a été collectée en début de matinée Dans le but d'obtenir un spécimen végétal le plus frais possible, des mesures ont été prises pour garantir sa fraîcheur optimale.i



Figure II.2: Géographie de la zone de prélèvement de plante genévrier.

II.3 Description général de la méthodologie de travail

Les trois schémas suivant présentent la description générale de la méthodologie de travail avec les techniques de caractérisation. La procédure de synthèse se résume selon les protocoles suivants:

- Protocole de biosynthèse des nanoparticules de Fe_2O_3 .
- Protocole de synthèse de composite PANI/G.
- Protocole de préparation de l'hydrogel.

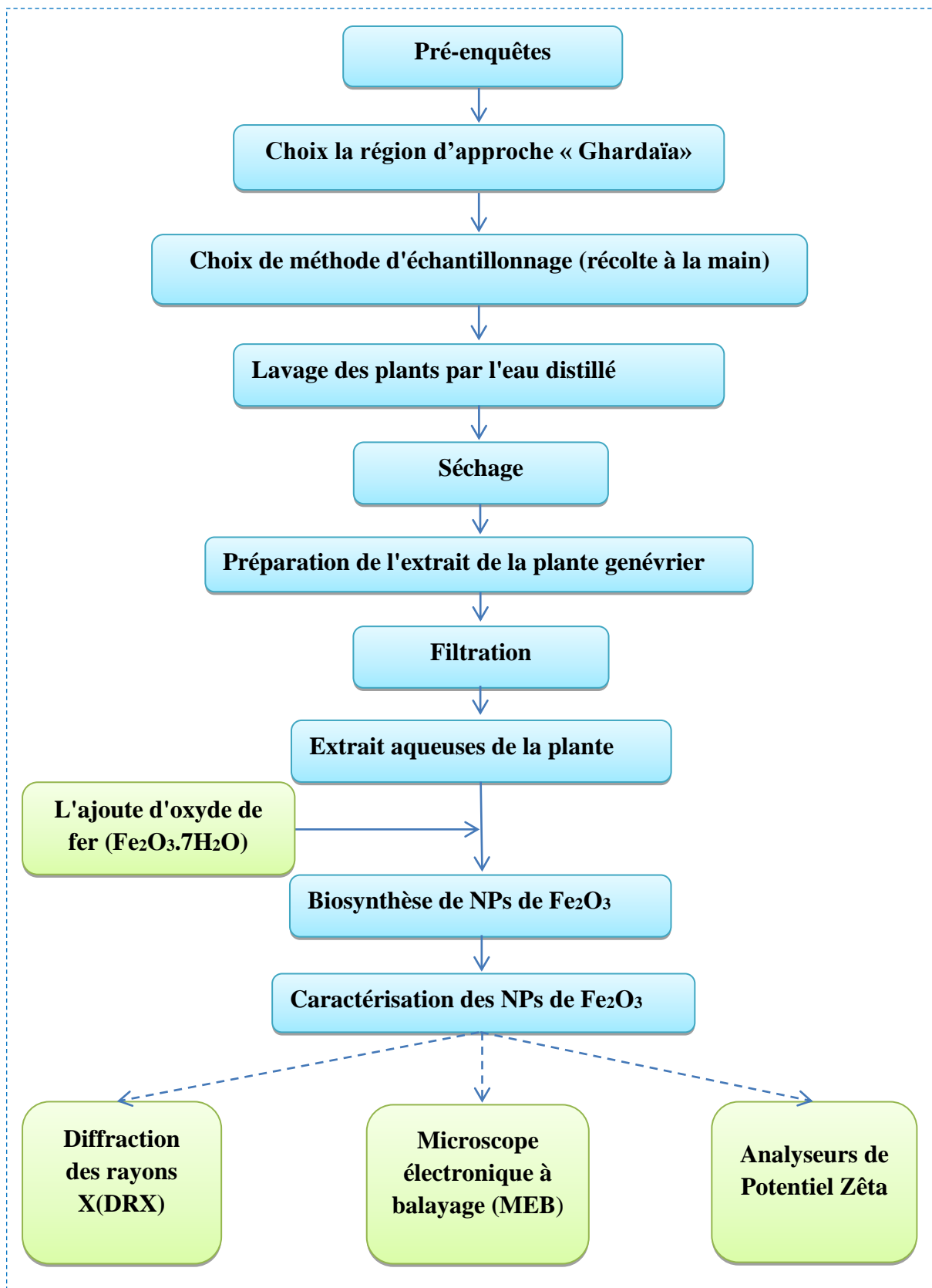
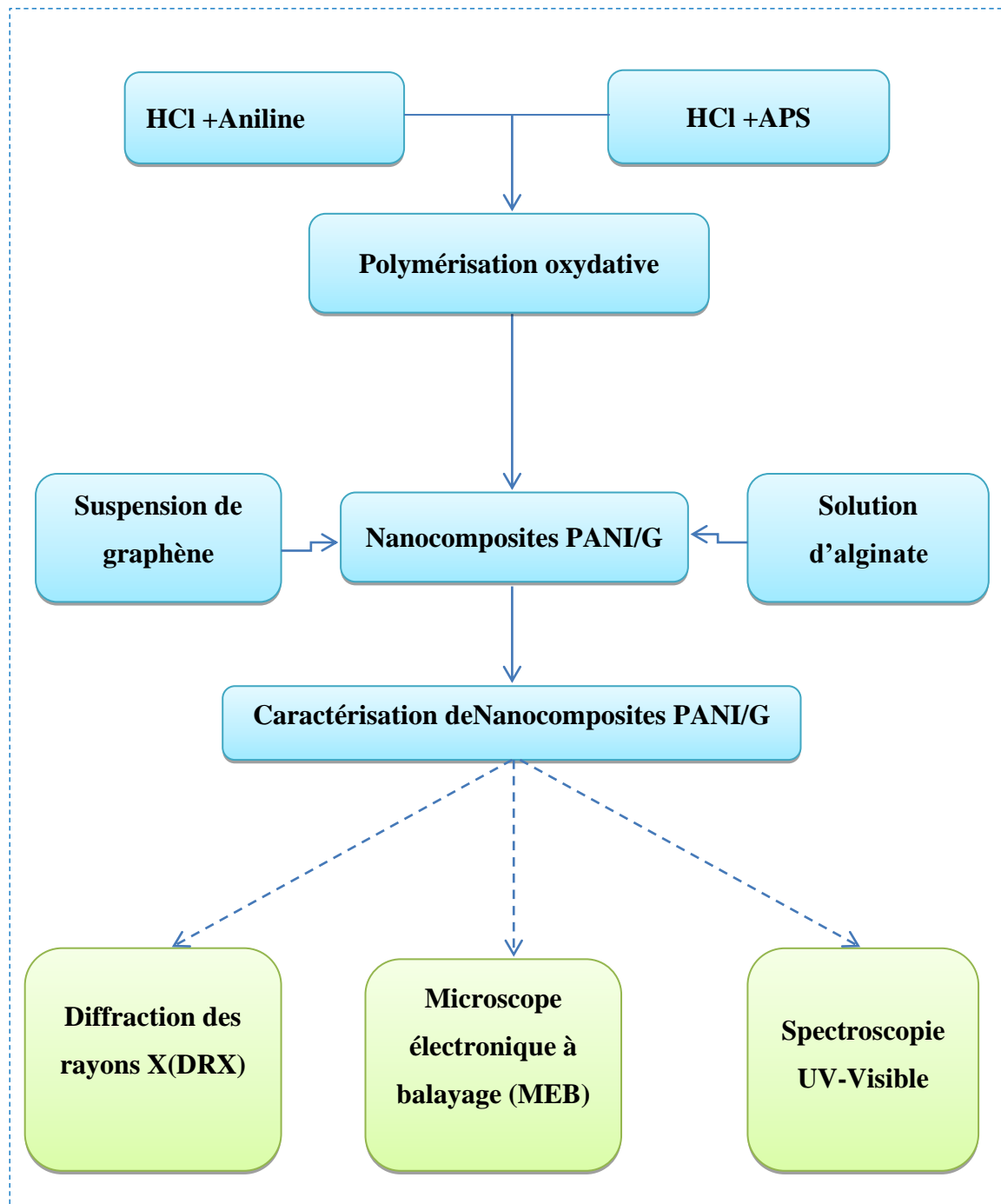


Figure II.3: Schéma descriptif de la biosynthèse des nanoparticules de Fe_2O_3 .**Figure II.4:** Schéma descriptif de la synthèse des nanocomposites PANI/G.

II.3.1 Préparation de l'extrait de genévrier biosynthèse des nanoparticules de NPsFe_2O_3

Afin d'obtenir de bons résultats, un protocole a été suivi, où les plantes de genévrier ont été lavées. Le spécimen a été lavé à plusieurs reprises avec de l'eau distillée afin d'éliminer toutes les impuretés présentes impuretés et la poussière.

Après le processus de lavage des plants de genévriers 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 de plant.

Ensuite, l'extrait a été préparé en plaçant 30 g de baies de genévrier dans 200 ml d'eau distillée dans un bécher. Le mélange a été agité pendant 1 heure à 60°C . L'extrait a été filtré avec du papier filtre et stocké dans une bouteille hermétique.

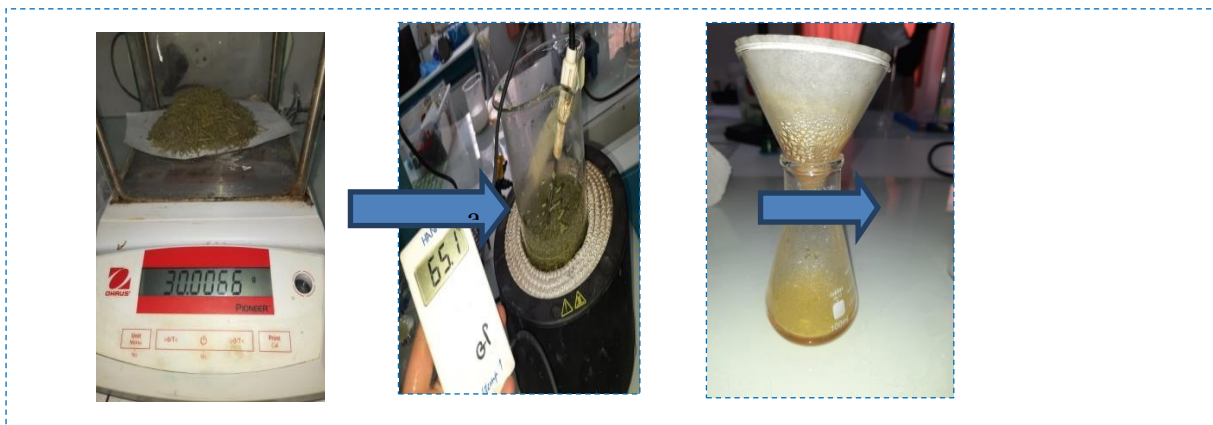


Figure II.5: Préparation de l'extrait des plants sèche et frais. (photo mobil)

Des nanoparticules ont été synthétisées à partir de $(\text{FeSO}_4, 7\text{H}_2\text{O})$ comme source pour la procédure expérimentale, où 6 g de (FeSO_4) ont été dissous dans 200 ml d'extrait aqueux d'extrait de genévrier dans Becher Le spécimen a été soumis à une température de 85°C pendant une durée de deux heures.

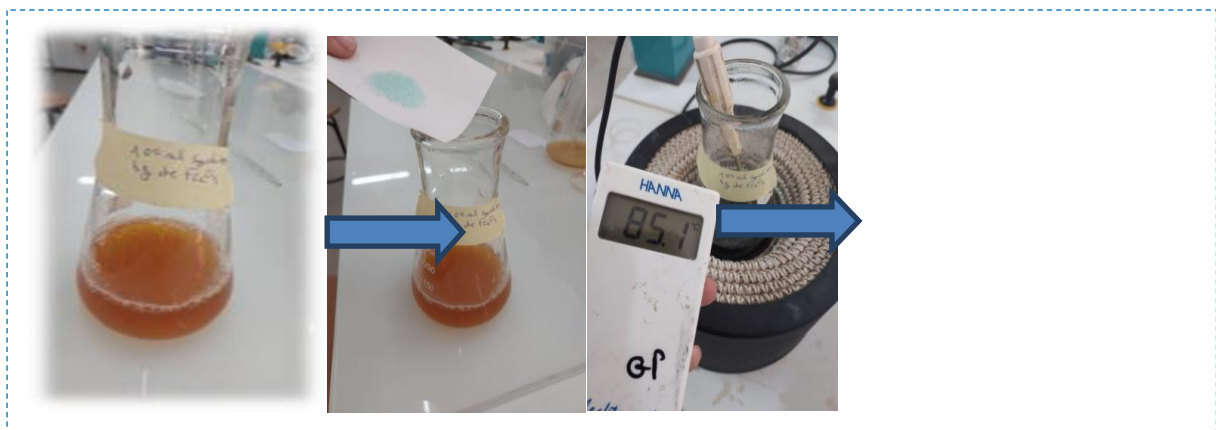


Figure II.6: Préparation de nanoparticules de $NPsFe_2O_3$. (photo mobil)

La solution a été filtrée et placée dans le four à 65°C pour sécher, puis a récupéré la poudre séchée, qui obtenue sous forme de poudre noire.



Figure II.7: Poudre finale obtenue des NPs de Fe_2O_3 . (photo mobil)

II.3.2 Synthèse du composite PANI/G

Afin d'arriver à la synthèse du composite PANI/G, nous préparons d'abord la suspension de graphène à partir du protocole suivant :

✓ **Mode opératoire**

- **Dispersion du graphène dans l'eau distillée :** On met 200 mg de graphène dans 100 ml d'eau distillée et laissée sous agitation toute la nuit puis dispersée sous ultrasons pendant 5 heures, afin d'obtenir une suspension de graphène a une concentration de 2 mg/ml.



Figure II.8: Les dispersions du graphène dans l'eau distillée et l'aérogel du CaCO_3 respectivement. (photo mobil)

- **Polymérisation de l'aniline** : Afin d'obtenir le polymère polyaniline (PANI), nous avons procédé à la polymérisation oxydative de l'aniline, à partir En utilisant une solution d'acide chlorhydrique de concentration déterminée 0.1M, et l'oxydant persulfate d'ammonium (APS) de concentration 0.05M selon les calculs suivants :
 - Dans une fiole jaugée (1000 ml), préparer 83 ml d'HCl et compléter avec l'eau distillée.
 - On prendra 400 ml de la solution d'HCl préparée et on ajoute 4.4 ml d'aniline (0.1 M).
 - On prendra un autre 400 ml de la solution d'HCl préparée et on ajoute 4,66 g d'APS (APS (0,05 M)).
 - La polymérisation a été effectuée par le titrage à l'aide des deux solutions, en utilisant l'agitation pendant 8 heures sans chauffage.

D'après, la solution obtenue a été filtrée et placée dans une étuve à 65°C pour sécher, puis nous avons finalement obtenu une poudre sèche sous forme de poudre vert-noir.

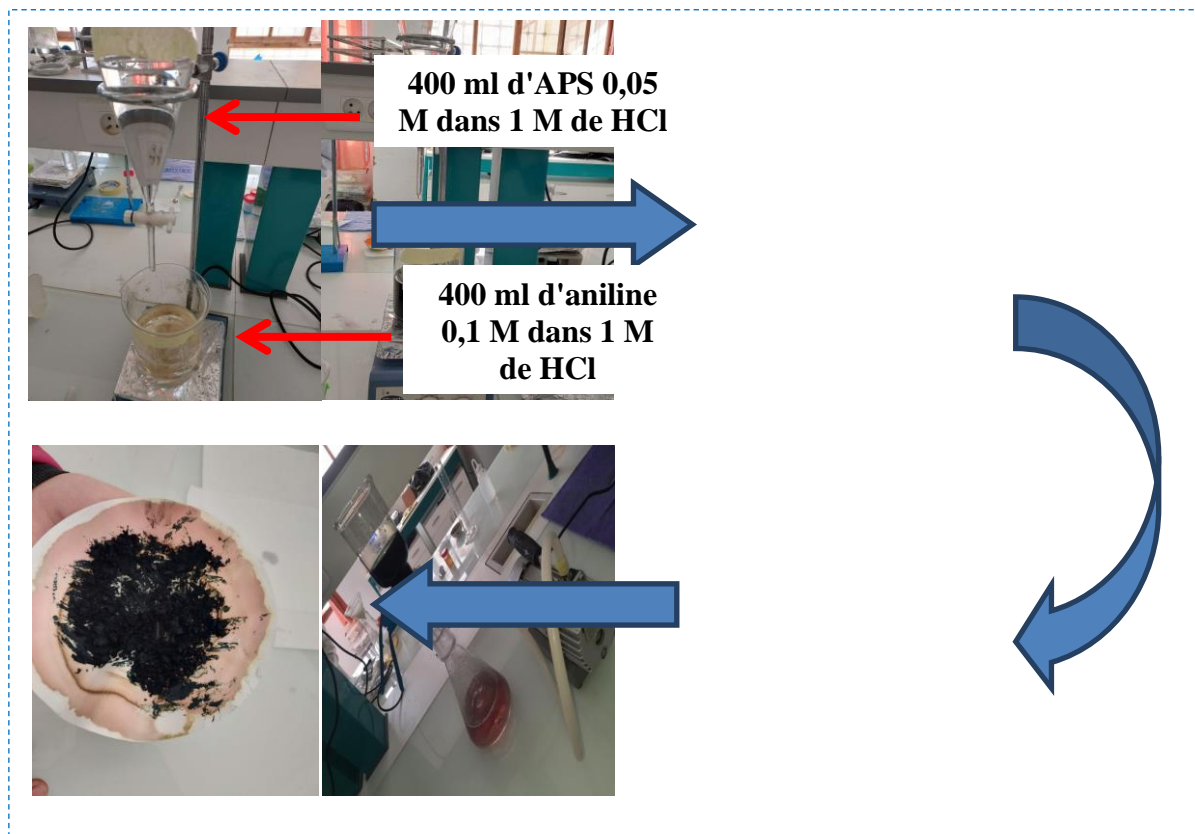


Figure II.9: Les étapes de préparation de la poudre PANI. (photo mobil)

Après l'obtention de la PANI, nous dissolvons cette dernière dans la suspension de graphène et la laissons. Le spécimen a été agité pendant 24 heures à une température de 30°C. pour obtenir le composite PANI/G.

II.4 Synthèse les composites a différent forme

II.4.1 Préparation de l'hydrogel

Avant de commencer à préparer l'hydrogel, on prépare d'abord une autre solution de l'alginate de sodium, en mettant 1 g d'alginate et en ajoutant 64 ml d'eau distillée, en remuant jusqu'à dissolution.

✓ Mode opératoire

- On met 20 ml d'alginate de sodium et on ajoute 1 ml de graphène, puis on laisse mélanger jusqu'à ce qu'il devienne une solution homogène.
- Une quantité de la solution est prélevée à l'aide d'une seringue pour former
- des fils à l'intérieur d'une solution de CaCl_2 à 5 %.

- On répète la même méthode avec les autres composites : SA-PANI/G, SA-PANI SA-Fe₂O₃, et SA-PANI/Fe₂O₃.

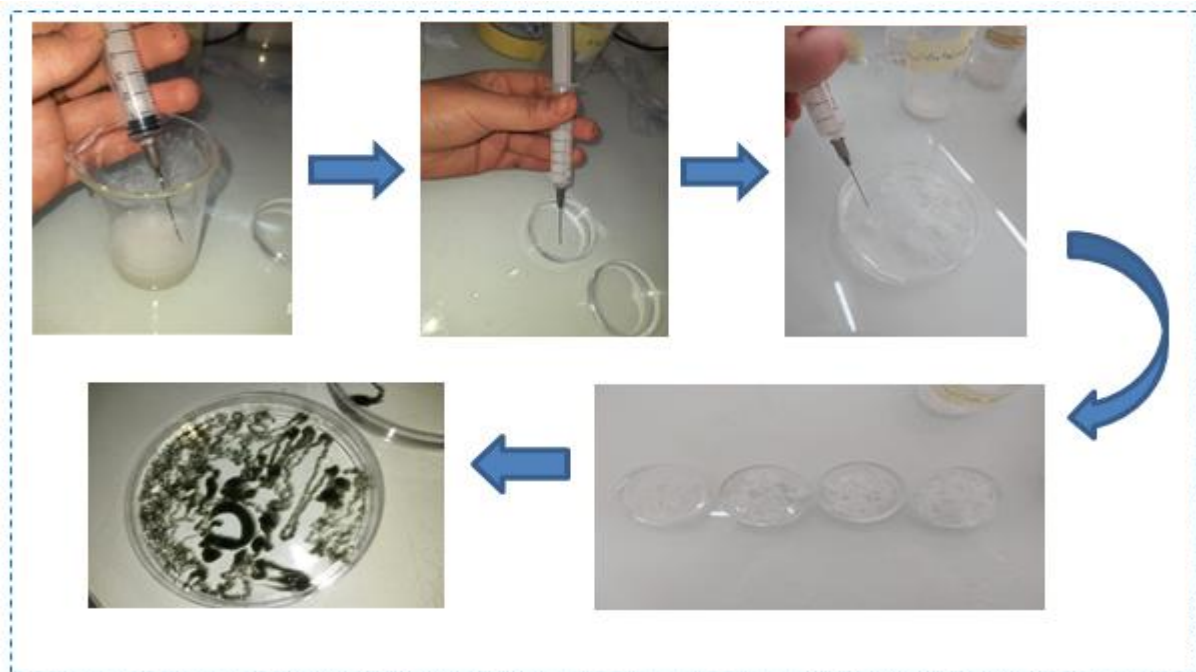


Figure II.10: Les étapes de préparation de l'hydrogel. (photo mobil)

II.4.2 Préparation de l'éponge et les membranes

Afin d'atteindre la synthèse de l'éponge et membrane de l'hydrogel à travers les composites que nous avons précédemment synthétisés, nous suivons le protocole suivant:

✓ Mode opératoire

- On met 20 ml d'alginate de sodium et on ajoute 1 ml de graphène, puis on laisse mélanger jusqu'à ce qu'il devienne une solution homogène.
- Après, on prélève une quantité de cette solution composite et la forme dans des moules, on utilise des petites boîtes pour les éponges et les boîtes à pétri pour les membranes puis les mettons à basse température jusqu'à ce qu'il colle bien.
- Après certain temps, on le laisse à température ambiante, puis on le ramène à une température plus basse, on répète la méthode trois fois, puis on le met dans une solution de CaCl₂ à 5% pour obtenir une éponge et membrane régulière et cohésive.

- On répète la même méthode avec les autres composites : SA-PANI/G, SA-PANI SA-Fe₂O₃, et SA-PANI/Fe₂O₃.

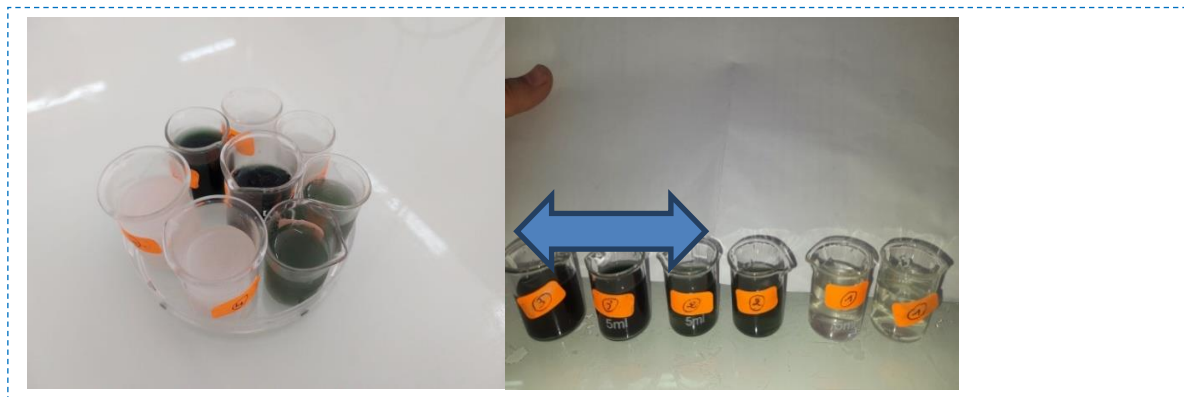


Figure II.11: Les étapes de préparation de l'éponge et les membranes de l'hydrogel.
(photo mobil)

II.5 Méthodes de caractérisation

II.5.1 Diffraction des rayons X (DRX)

La diffractométrie de rayons X est une méthode d'analyse physico-chimique utilisée pour effectuer des analyses qualitatives et quantitatives. Cette technique permet d'identifier les différentes phases cristallines présentes dans un échantillon et de déterminer la structure du système analysé, y compris les paramètres de maille et les positions atomiques.



Figure II.12: Diffraction des rayons X(DRX).

Principe :

Le principe de base de cette méthode consiste à exposer l'échantillon à des rayons X, puis à analyser l'intensité des rayons X qui sont diffusés dans différentes orientations spatiales. Les rayons X diffusés interagissent les uns avec les autres, ce qui conduit à des maxima d'intensité dans certaines directions, phénomène connu sous le nom de "diffraction". L'intensité détectée est enregistrée en fonction de l'angle de déviation 2θ du faisceau de rayons X. [5]

II.5.2 Microscopie électronique à balayage (MEB)

Le microscope électronique à balayage (MEB) est un instrument d'analyse qui permet d'obtenir rapidement des informations sur la morphologie et la composition chimique d'un échantillon solide. Le concept du MEB a été initialement proposé par KNOLL en 1935, et il a connu un développement rapide, devenant opérationnel vers 1939. Ce microscope offre un grossissement variable allant de quelques unités à 50000 ou 100000. Il est couramment utilisé dans divers domaines tels que la biologie, la chimie, la métallurgie, la médecine et la géologie[6].

Principe :

- ✓ Le fonctionnement du microscope électronique à balayage (MEB) peut être décrit en plusieurs étapes. Tout d'abord, des électrons sont produits par émission thermique à partir d'un filament chauffant en tungstène. Ces électrons sont ensuite accélérés grâce à une haute tension appliquée, pouvant atteindre 40 kV.
- ✓ Les électrons accélérés traversent le canal du vide du microscope et sont focalisés à l'aide d'un ensemble de lentilles électromagnétiques, permettant de contrôler leur direction. Des ouvertures situées le long du canal servent à réguler la largeur du faisceau d'électrons.
- ✓ À l'intérieur de la chambre du MEB, qui est maintenue sous vide, les électrons subissent des collisions avec la surface de l'échantillon. Cela entraîne l'émission d'électrons secondaires et d'électrons rétrodiffusés, permettant d'obtenir une image en trois dimensions de la surface de l'échantillon. De plus, des rayons X sont également produits lors de ces interactions, jouant un rôle crucial dans l'analyse qualitative et quantitative.

- ✓ Chaque signal sera détecté par un détecteur qui sera analysé et traité, et l'apparence de l'image pour les deux signaux (électrons secondaires et de diffusion des électrons) ou d'une spectrale avec les rayons X[7].

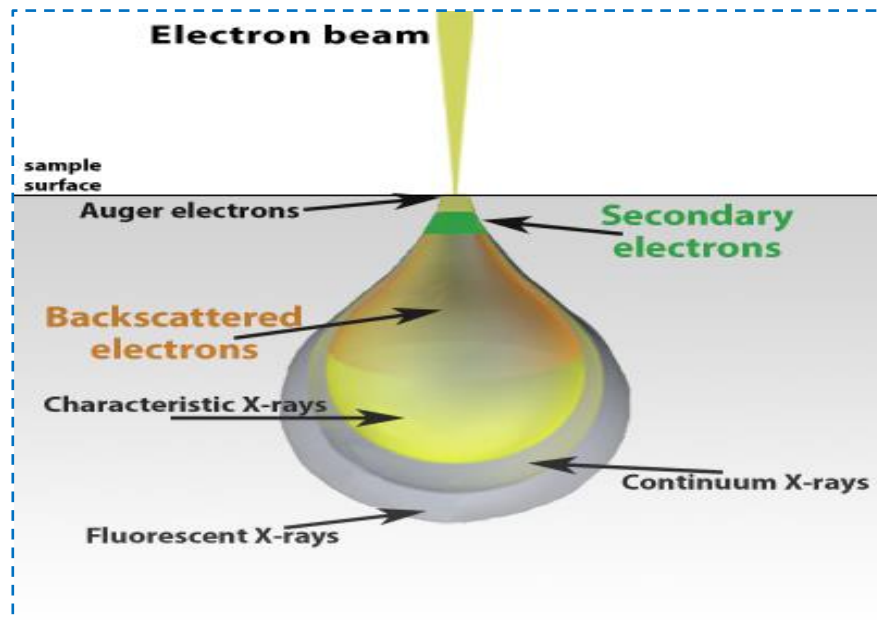


Figure II.13: Représentation schématique d'une interaction de faisceau d'électrons[5].

II.5.3 Spectroscopie d'absorption ultra-violette visible(UV-Vis)

La spectroscopie UV-visible est une méthode d'analyse de caractérisation utile pour caractériser l'absorption, la transmission et la réflectivité de différents types des composés et fournit des informations sur les liaisons électroniques dans les molécules. Lorsque ces molécules sont exposées à la lumière, les électrons π ou les électrons non liés absorbent. La spectroscopie UV-visible implique l'utilisation de photons dans la gamme de l'énergie lumineuse ultraviolette ou visible et passent de l'état fondamental à un état d'énergie plus élevée[8]. Le domaine de longueurs d'onde utilisé dans la région de l'ultraviolet et visible est généralement exprimé en nanomètre, varie entre 200 et 800 nm, soit de proche-UV jusqu'à visible rouge (figure II.12).

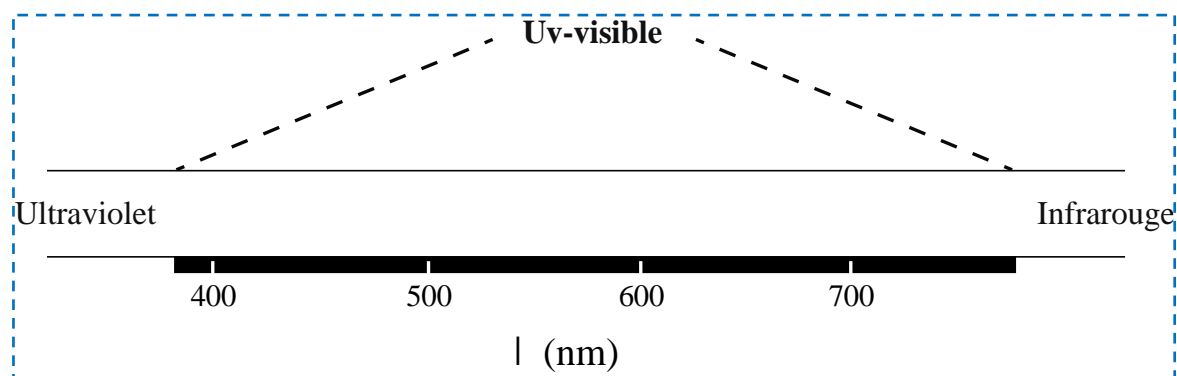


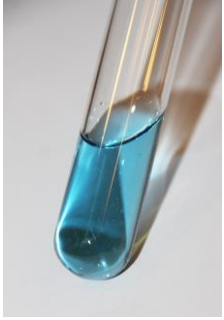
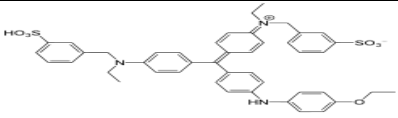
Figure II.14: *Domaine spectrale de la lumière Visible.*

II.6 Applications de photodégradation

II.6.1 Préparation de polluants modèles étudiés

Le bleu de Coomassie Le G250 est un colorant non spécifique qui a la capacité de se lier à toutes les protéines ayant un poids moléculaire supérieur à 3 kDa. À l'état libre, le G250 se présente sous une forme cationique, avec une couleur allant du rouge au marron, et son spectre d'absorbance maximal se situe entre 465 et 470 nm. Lorsque le colorant se lie aux protéines, sa forme cationique est convertie en une forme anionique, ce qui entraîne un changement de couleur vers le bleu. L'absorbance du colorant lié aux protéines est alors mesurée à une longueur d'onde de 595 nm[9].

Tableau II.3: Propriétés de Bleu Coomassie.

Colorant	Bleu de Coomassie brillantR-250	
Structure chimique		
Formule chimique	$C_{45}H_{44}N_3NaO_7S_2$	
Masse molaire (g/mol)	825.97	
Solubilité	Insoluble à froid, légèrement soluble à chaud (bleu rouge vif)	
Longueur d'onde maximale λ_{max} (nm)	595	
Charge	(-)	

Pour la préparation des solutions aqueuses, les colorants ont été utilisés tel qu'il a été fourni sans aucune purification préalable. Les solutions sont préparées en dissolvant des quantités appropriées du colorant dans de l'eau distillée Pour préparer des solutions aqueuses

.Afin d'obtenir la concentration la première étape consiste à préparer la solution mère. Pour cela, nous utilisons l'équation de dilution suivante : $C_1 V_1 = C_2 V_2$.

Dans cette équation :

- C_1 représente la concentration de la solution mère en milligrammes par litre (mg/L).
- V_1 correspond au volume de la solution mère à prélever, exprimé en litres (L).
- C_2 est la concentration souhaitée de la solution fille, également en mg/L.
- V_2 représente le volume de la solution fille à obtenir, mesuré en litres (L).

En utilisant cette équation de dilution, nous pouvons calculer les volumes nécessaires pour préparer la solution fille à partir de la solution mère, en fonction des concentrations souhaitées.



Figure II.15: *préparer des solutions aqueuses et les solutions filles du bleu de Coomassie G250. (photo mobil)*

II.6.2 Étude photodégradation du bleu de Coomassie

On introduit 0.5 g de chaque des nanoparticules synthétisées dans des béchers contenant la solution du bleu de Coomassie, Le mélange est maintenu sous agitation à température ambiante pendant un certain temps.

. Dans les essais de photodégradation du bleu de Coomassie, Pour préparer la solution mère, le montage est laissé sous agitation à température ambiante. Avant toute irradiation, la suspension est agitée dans l'obscurité pendant 30 minutes. Cette étape permet d'établir l'équilibre d'adsorption du colorant sur le matériau ou l'échantillon les composites synthétise.

Ensuite, les béchers sont mis dans une chambre noire contient deux lampes UV (vilbercompany, Germany 2012) avec longueur d'onde égale 360 nm et l'intensité de radiation 1 Mw/Cm². Les tests de photodégradation ont été réalisés à différents paramètres à savoir la concentration initiale en colorant, le volume, le temps de contact dans un intervalle connu (toutes les demi-heures jusqu'à l'atteint de l'équilibre).Les mesures de l'absorbance ont été effectuées à l'aide d'un spectrophotomètre à une longueur d'onde maximum d'absorption du bleu de Coomassie ($\lambda = 589$ nm). La concentration résiduelle est calculée à l'aide de la courbe d'étalonnage.

Le même principe a été utilisé avec l'éponge et les membranes .Nous prenons 20 ml de la solution colorée de différentes concentrations dans le pulvérisateur. Ensuite, nous avons mis une éponge dans chaque bécher et l'avons exposée à la lumière ultraviolette à l'intérieur de la chambre noire pendant 30 minutes, et les surnageants ont été examinés en mesurant leur absorbance par spectrophotométrie à une longueur d'onde de 589 nm.



Figure II.16: Montage dispositif (chambre noire) du processus de la photodégradation par les composites et les éponges. (photo mobil)

II.7 Évaluation de l'activité antimicrobienne

Pour évaluer l'activité antibactérienne, tous les matériaux synthétisés sont soumis à des tests sur différentes bactéries.

Abréviation :

- l'American Type Culture Collection (ATCC)
- *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*)
- *Escherichia coli* (*E. coli*).

II.7.1 - Généralité sur les bactéries

Les bactéries Ce sont des micro-organismes procaryotes caractérisés par l'absence de noyau et la présence d'un ADN chromosomique circulaire localisé dans le cytoplasme. Généralement, Il existe deux grands types de bactéries, à savoir les bactéries à Gram positif qui ont une paroi cellulaire épaisse composée de peptidoglycane mais sans membrane externe, et les bactéries à Gram négatif qui ont une paroi cellulaire plus mince mais qui sont dotées d'une membrane externe)[10].

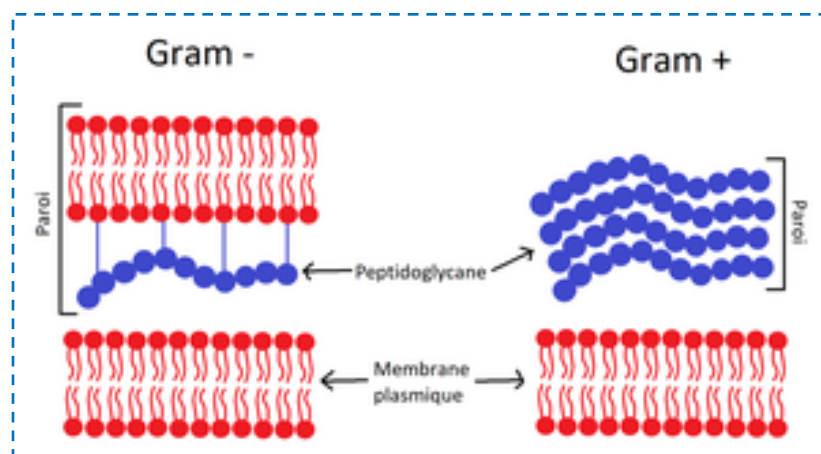




Figure II.17: Type des bactéries.

A) Les souches bactériennes pathogènes

Les souches bactériennes utilisées pour évaluer l'effet antibactérien de notre produit ont été fournies par le Laboratoire de Biologie de l'université d'Ouargla.

Les souches sélectionnées étaient une bactérie à Gram positif (*Staphylococcus aureus* ATCC 25923) et une bactérie à Gram négatif (*Escherichia coli* ATCC 25922).

Tableau II.4: Généralités sur les souches bactériennes utilisées.

Les souches testées	Caractères bactériologiques	Pouvoir pathogène
<p><i>Escherichia coli</i> ATCC 25922.</p>	<p>Gram –</p> 	<p><i>Escherichia coli</i> ATCC 25922 est une souche bactérienne couramment utilisée dans les tests d'analyse de l'eau. Cette souche spécifique d'<i>Escherichia coli</i> est souvent utilisée comme indicateur de contamination fécale dans les échantillons d'eau. La présence d'<i>E. coli</i> ATCC 25922 dans l'eau peut indiquer une contamination par des matières fécales d'origine humaine ou animale, ce qui peut présenter un risque pour la santé humaine. Les tests effectués sur cette souche bactérienne permettent de détecter et de quantifier la présence d'<i>E. coli</i> dans les sources d'eau et de prendre les mesures appropriées pour assurer la sécurité de l'eau potable. Les résultats des tests d'<i>E. coli</i> sont utilisés pour évaluer la qualité microbiologique de l'eau et pour vérifier si les normes de sécurité sont respectées[11].</p>
<p><i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 25923.</p>	<p>Gram +</p> 	<p>La présence de <i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 25923 dans l'eau peut signaler une contamination microbienne et présenter un risque pour la santé humaine. Des tests microbiologiques spécifiques sont utilisés pour détecter, quantifier et évaluer la sensibilité de</p>

		cette bactérie aux antibiotiques dans l'eau. La contamination de l'eau par <i>S. aureus</i> peut provenir de différentes sources, telles que des déversements de matières organiques ou des contaminations fécales. En cas de détection de <i>S. aureus</i> ATCC 25923 dans l'eau, des mesures de traitement et de désinfection appropriées doivent être mises en œuvre pour assurer la sécurité de l'eau potable[12].
--	--	--

Le milieu de culture solide pour les bactéries a été la gélose Mueller Hinton (**GMH**) (Sigma- Aldrich), Elle porte les caractéristiques suivantes :

- Infusion de viande de boeuf : 300,0 ml
- Peptone de caséine : 17,5 g
- Amidon de maïs : 1,5 g
- Agar : 17,0 g
- pH = 7,4.

Donc : 38g de poudre GMH dans un 1L d'eau distillé.

B) Méthodes de détermination de l'activité antibactérienne

Avant le début de l'activité, la zone de travail a été préalablement nettoyée en utilisant de l'eau de Javel, et l'emplacement se trouve à proximité d'un bec Bunsen.

Nous avons évalué in vitro l'activité antibactérienne de nos produits synthétisés en utilisant la méthode de diffusion en milieu solide, comme décrite par Hayes et Markovic[13], avec quelques modifications. Cette méthode consiste à mesurer le diamètre de la zone d'inhibition de croissance bactérienne qui se forme autour du puits contenant le produit actif au bien les disques des produits testés, afin de déterminer l'efficacité antibactérienne de nos produits sur différentes souches bactériennes.

- ✓ **Préparation de milieu de culture (Gélose Mueller-Hinton):** On utilise gélose nutritive Mueller Hinton pour l'étude de la sensibilité des souches bactériennes contre Nanoparticule et les membranes synthétisées.
- ✓ **Ensemencement des souches conservées :** Dans un environnement stérile, une culture de la souche conservée a été ensemencée sur des boîtes de Pétri contenant du milieu de culture Mueller-Hinton (MH). Les boîtes ont ensuite été incubées pendant 24 heures à une température de 37°C. Cette étape permet la croissance des bactéries et la formation de colonies distinctes sur la surface de la gélose, ce qui facilite les analyses ultérieures.
- ✓ **Préparation des suspensions bactériennes :** Un ansé contenant deux à trois colonies bien isolées est transféré dans un tube à vis contenant 10 mL de bouillon Muller-Hinton stérile. Le tube est ensuite incubé à une température de 37 °C pendant 18 heures afin de favoriser la croissance des bactéries. Cette étape permet d'obtenir une culture bactérienne en milieu liquide pour les tests ultérieurs.
- ✓ **Ajustements de la charge microbienne :** Après 18 heures d'incubation à 37 °C, une suspension de culture bactérienne a été préparée en utilisant du bouillon Muller-Hinton. La densité de la suspension a été ajustée et diluée pour chaque souche en mesurant la densité optique (DO) à l'aide d'un spectrophotomètre (type Thermo Fisher Scientific (UviLine 9400C)) à une longueur d'onde de 610 nm. Les valeurs de DO ont été ajustées dans la plage de 0,08 à 0,1, correspondant à une concentration d'environ 10⁶ UFC/ml (unité formant colonie par millilitre) selon les méthodes décrites par NCCLS (2001)[14]. Cette étape permet d'obtenir une densité bactérienne spécifique et standardisée pour les tests ultérieurs.

C) Test d'activité antibactérienne par diffusion en milieu solide

L'activité antibactérienne de nos échantillons a été étudiée pour chaque souche selon la technique de diffusion en milieu solide (à l'aide de puits ou de disques, selon la nature de chaque échantillon). À partir d'une culture de 18 heures (10⁶ UFC/mL), chaque boîte de Pétri est ensemencée avec la souche bactérienne spécifique sur la surface du milieu Mueller Hinton, préalablement versé dans les boîtes de Pétri à l'aide d'un écouvillon. Après une période de 15 minutes à température ambiante, permettant aux bactéries de se fixer à la

surface du milieu de culture, des puits sont créés en utilisant des pipettes Pasteur à l'extrémité épaisse de 6 mm. Le fond des puits est obturé avec une goutte de gélose Mueller Hinton afin de limiter la diffusion du produit sous la gélose. Ensuite, 20 mg de l'échantillon d'étude (poudre de Fe_2O_3 et PANI) sont distribués dans chaque puits, et des disques de 5 mm sont découpés à l'aide d'une pipette Pasteur, puis déposés directement sur la surface du milieu. Après une pré-diffusion des échantillons d'étude à température ambiante pendant 20 minutes, les boîtes sont incubées dans des étuves pendant 24 heures à une température de 37 °C. Après cette période, les zones d'inhibition sont mesurées en millimètres à l'aide d'un pied à coulisse.

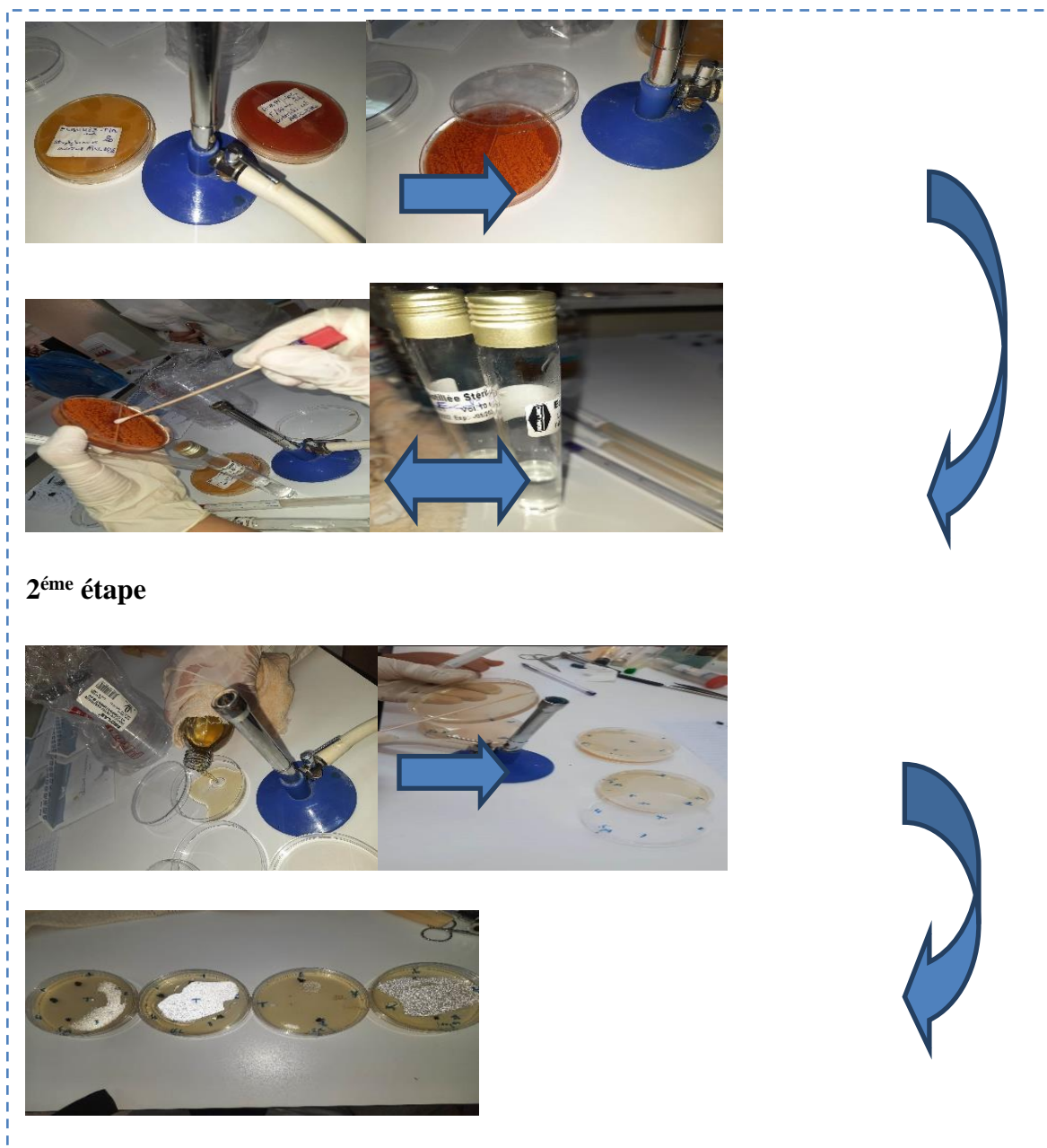


Figure II.18: *Les étapes de l'activité antibactérienne. (photo mobil)***II.8 Références**

- [1] C. Mathaux, Vivre dans des conditions difficiles en falaise: potentialités et longévité du genévrier de Phénicie (*Juniperus Phoenicea* L), (2017).
- [2] Z. BELKACEM, Contribution à l'étude du cortège floristique de l'espèce *Juniperus oxycedrus* (Cuprèssacées) dans la région de Tlemcen, (2014).
- [3] N. Mansouri, B. Satrani, M. Ghanmi, L. El Ghadraoui, A. Guedira, A. Aafi, Composition chimique, activité antimicrobienne et antioxydante de l'huile essentielle de *Juniperus communis* du Maroc, Bull. La Société R. Des Sci. Liège. (2011).
- [4] A. DRIS, M. SOUDANI, S. ZEMMAL, Effet larvicide de l'huile essentielle de *Juniperus phoenicea* chez *Culiseta longiareolata*, (2022).
- [5] F. FENNICHE, Synthèse et caractérisation de nanocomposites à base de polyaniline et rGO: activité photocatalytique et antibactérienne, (n.d.).
- [6] Z. GHEMOUDA, Effet de plasmas des ions d'argon (Ar^+) sur l'interaction entre des couches minces réfractaires et des substrats en acier: analyse par le rayonnement x, (n.d.).
- [7] Z. ZOUAOUI Selma, Synthèse par voie Sol-gel et caractérisation de l'oxyde $SrCo_{1-x}Fe_xO_3$ ($x= 0, 0.2, 0.3$), (n.d.).
- [8] M.S.H. Akash, K. Rehman, Ultraviolet-visible (UV-VIS) spectroscopy, in: Essentials Pharm. Anal., Springer, 2020: pp. 29–56.
- [9] A.E. Ghidouche, R. Meziani, Etude comparative des profils protéiques sanguins et urinaires des patients atteints de tumeurs cérébrales, (2015).
- [10] J.E. Hayes, P. Allen, N. Brunton, M.N. O'grady, J.P. Kerry, Phenolic composition and in vitro antioxidant capacity of four commercial phytochemical products: Olive leaf extract (*Olea europaea* L.), lutein, sesamol and ellagic acid, Food Chem. 126 (2011) 948–955.
- [11] S. Ram, P. Vajpayee, R. Shanker, Contamination of potable water distribution systems

- by multiantimicrobial-resistant enterohemorrhagic *Escherichia coli*, *Environ. Health Perspect.* 116 (2008) 448–452.
- [12] A.D. Tice, D. Pombo, J. Hui, M. Kurano, M.J. Bankowski, S.E. Seifried, Quantitation of *Staphylococcus aureus* in Seawater Using CHROMagar™ SA, *Hawaii Med. J.* 69 (2010) 8.
- [13] A.J. Hayes, B. Markovic, Toxicity of Australian essential oil *Backhousia citriodora* (Lemon myrtle). Part 1. Antimicrobial activity and in vitro cytotoxicity, *Food Chem. Toxicol.* 40 (2002) 535–543.
- [14] M.J. Ferraro, National committee for clinical laboratory standards, *Methods Dilution Antimicrob. Susceptibility Tests Bact. That Grow Aerob.* (2000).

Chapitre III. Résultats et Discussion

Troisième Partie: Partie résultats

Ce chapitre est entièrement consacré à la présentation des résultats de la biosynthèse de nanoparticules d'oxyde de fer (NPs Fe_2O_3) en utilisant des extraits botaniques de plantes de Genévrier comme biomatériaux.

Les nanoparticules d'oxyde de fer et PANI synthétisées ont été caractérisées par diffraction des rayons X (DRX), microscopie électronique à balayage (MEB), et la diffusion dynamique de la lumière (DLS) afin de déterminer la taille des particules.

III.1 Caractérisation des nanoparticules Fe_2O_3 et PANI

III.1.1 Analyse Fe_2O_3 par DLS

La diffusion dynamique de la lumière (DLS) a été utilisée comme méthode non destructive pour déterminer la taille des particules. La lumière dispersée par les particules en suspension change au fil du temps de manière inversement proportionnelle au diamètre des particules. La fréquence de la lumière dispersée par l'échantillon de fluide indiquait la taille des particules dans la plage de 13.2 à 68.95 nm (figures III.1 (a)).

La charge électrique de surface des nanoparticules a été mesurée à l'aide du dispositif DLS, ce qui indique que les particules ont une stabilité colloïdale avec un potentiel zêta de 10.1 mV [1](figures III.1 (b)). Les valeurs de PDI des nanoparticules de Fe_2O_3 synthétisées ont été calculées à 0,682. Une valeur de PDI inférieure à 0,7 indique une distribution de taille des particules monodispersée.

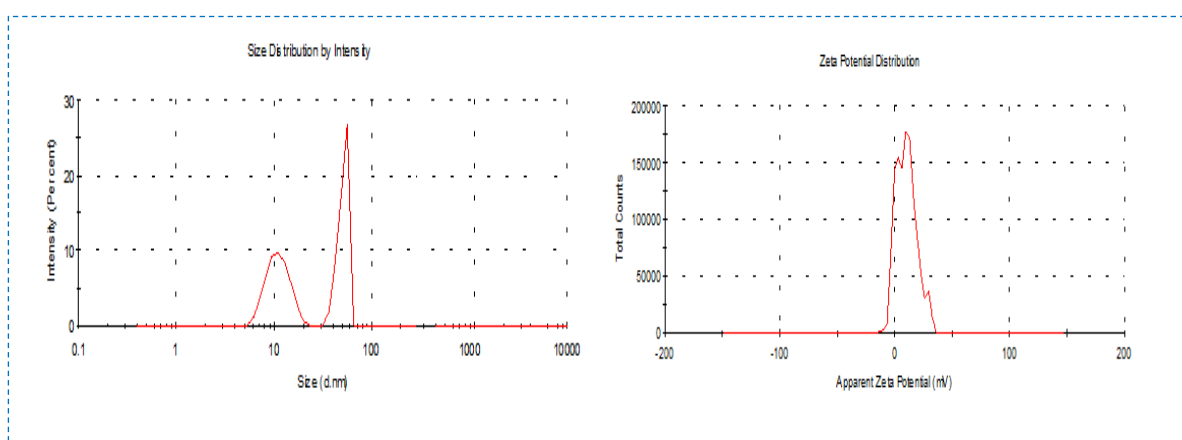


Figure III.1: (a) Distribution de taille des particules des nanoparticules de Fe_2O_3 synthétisées ; (b) Analyse du potentiel zêta.

Tableau III.1: Les résultats de diffusion dynamique de la lumière (DLS) et potentiel zêta.

T °C	Intensité %	Taille d.nm	Z-Average d.nm	PDI	ZP mV	Mob µm.cm/Vs	Cond mS/cm
25	50.7	13.2	40.057	0.682			
25	49.3	68.95			10.1	0.9722	2.05

III.1.2 Analyse Fe₂O₃ par DRX

La caractérisation par diffraction des rayons X (DRX) est une technique couramment utilisée pour déterminer la structure cristalline des nanoparticules de Fe₂O₃. Voilà ce que l'on peut généralement observer lors d'une analyse DRX de ces nanoparticules.

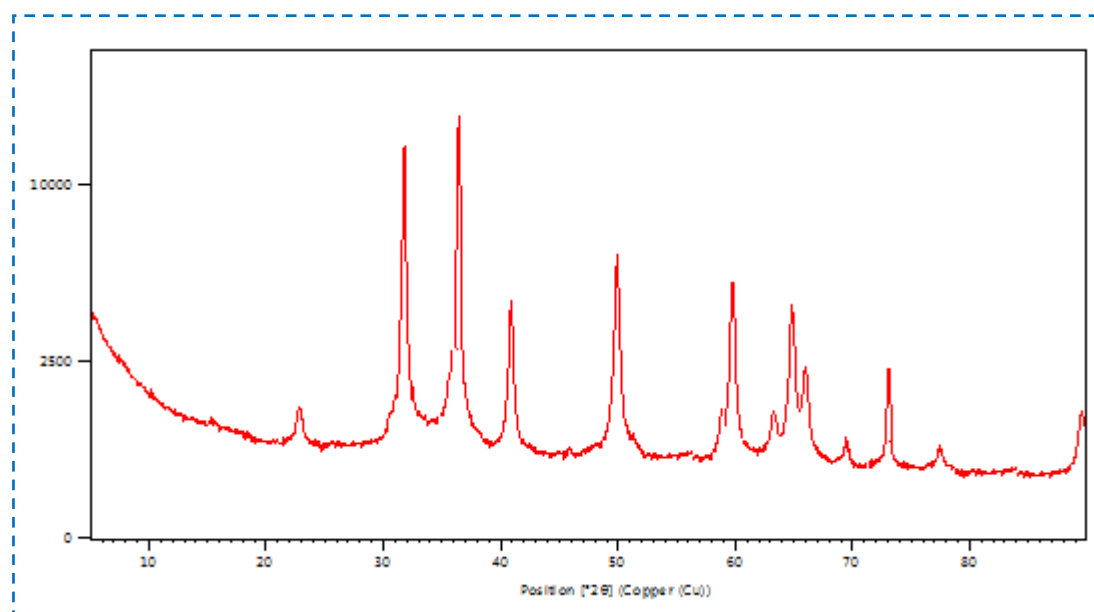


Figure III.2: *Diffractogramme de rayons X des nanoparticules Fe₂O₃ synthétisées.*

La structure et la phase cristalline des nanoparticules de Fe₂O₃ synthétisées ont été caractérisées par diffraction des rayons X (XRD). Un Diffractogramme typique de diffraction des rayons X est présenté dans la [figure III.2](#). Comme on peut le voir, les pics principaux se situent dans la plage des angles 2θ de 20 à 80° ; la [figure III.2](#) montre l'évolution du schéma de diffraction des rayons X pour les nanoparticules de Fe₂O₃.

Il est identifié que la phase principale est Fe_2O_3 aux positions d'angle de diffraction $2\theta = 27,92^\circ, 38,58^\circ, 41,42^\circ, 47,66^\circ, 57,98^\circ, 63,66^\circ, 67,54^\circ, 73,92^\circ$ et $76,93^\circ$. Sur la base des observations de diffraction des rayons X, on observe un phénomène d'élargissement des pics. En utilisant le calcul de Scherrer, la taille des cristallites est comprise entre 50 et 150 nm.

III.1.3 Analyse Fe_2O_3 par MEB

Les observations de microstructure ont été réalisées à l'aide d'un microscope électronique à balayage (SEM), comme le montre la [figure III.3](#) ci-dessous. Il est clair que les nanoparticules produites sont positionnées sous forme de sphères, comme le montre clairement la [figure III.3 \(a\)](#), tandis que la [figure III.3 \(b\)](#) montre l'éponge nanocomposite SA-PANI/ Fe_2O_3 synthétisée. Cependant, les nanoparticules de fer s'agglutinent tandis que l'éponge apparaît sous forme de réseaux interconnectés, et cela correspond à ce qui a été observé dans de plusieurs littératures.

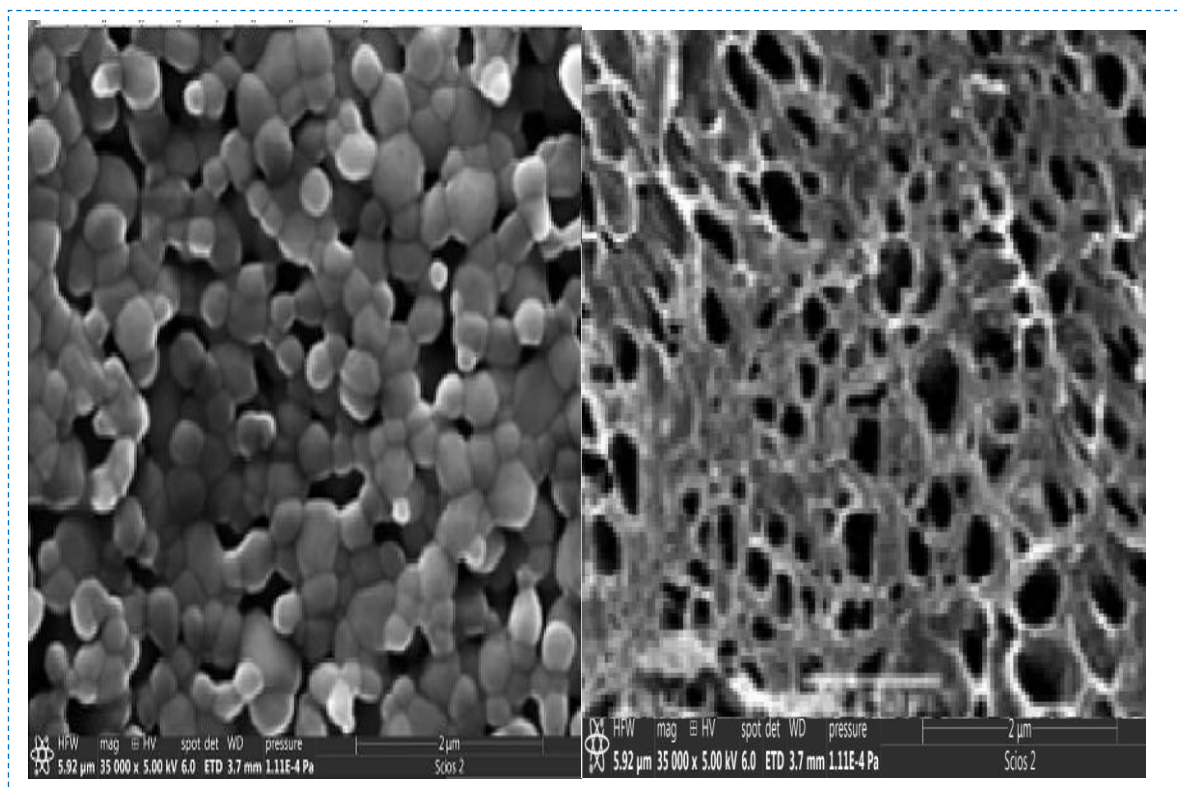


Figure III.3: Images MEB des nanoparticules Fe_2O_3 (a) et (b) le nanocomposite SA-PANI/ Fe_2O_3 sous forme éponge.

III.1.4 Analyse PANI par DRX

La PANI présente généralement un pic large et amorphe qui correspond à la structure amorphe du polymère. Cependant, des pics plus nets et plus intenses peuvent également apparaître, indiquant la présence de régions cristallines.

La [figure III.4](#) montre le profil de diffraction des rayons X (DRX) du PANI obtenu par polymérisation oxydative. Des bandes intenses observées approximativement à 2θ de $15,4^\circ$, $24,2^\circ$ et $25,1^\circ$ correspondent aux réflexions (001) et (110)[2] de PANI, et confirment la synthèse du sel émeraude (ES) du PANI, et cela correspond à ce qui a été observé dans de plusieurs littératures.

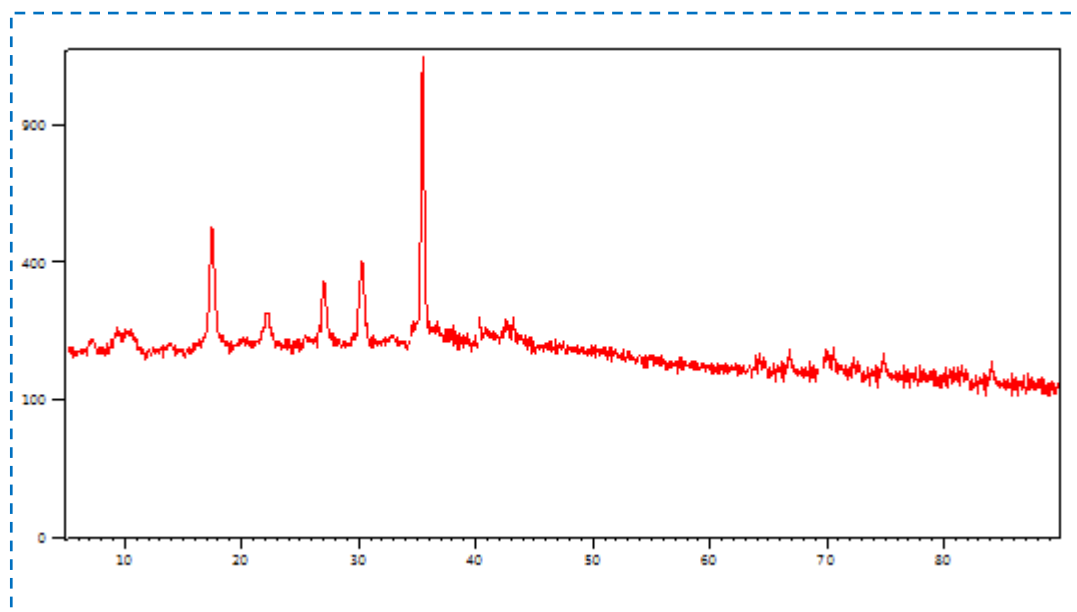


Figure III.4: *Diffractogramme des rayons X de PANI.*

III.1.5 Analyse PANI par MEB

La morphologie des NPs de PANI a été caractérisée par une analyse au MEB. L'image au MEB, [figure III.5](#), montrent clairement que les NPs sont solides et de forme sphérique. Les NPs ont un diamètre variant autour de 20 ± 5 nm. Il est évident que les NPs sont agrégées entre elles. Il est intéressant de noter que la surface des NPs est parfaitement lisse.

Le mécanisme des NPs de PANI utilisant un mélange rapide et un brassage peut être expliqué à partir de théories de nucléation et de croissance [3]. La formation de PANI a été

initiée par certains noyaux. Aux stades initiaux, des NPs de PANI avec des surfaces lisses et des tailles uniformes ont été formées dans le système réactionnel par nucléation homogène.

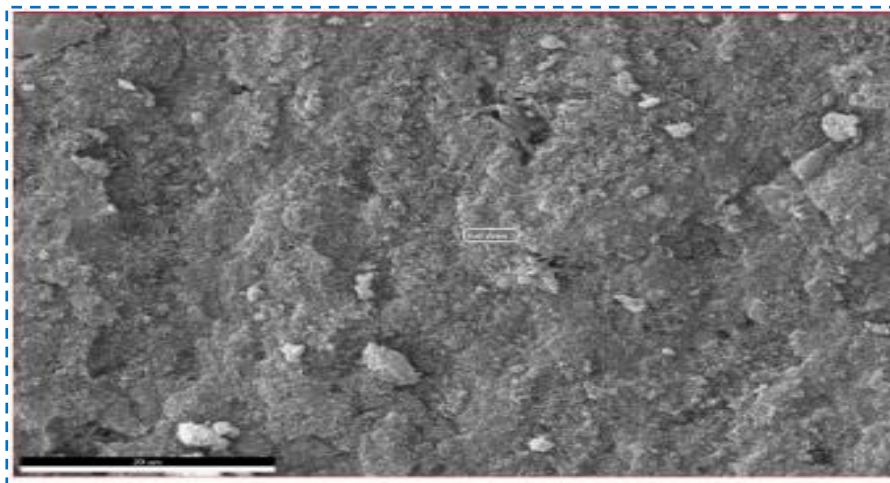


Figure III.5: Image MEB de PANI sous forme poudre.

III.2 L'activité photocatalytique de nanocomposites $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{PANI}$ et $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{Graphène}$

Les colorants synthétiques sont l'une des principales sources de pollution dans l'eau. En plus, plusieurs colorants sont toxiques et causent la destruction directe de plusieurs communautés aquatiques. Dans le contexte que nous avons mentionné, l'activité photocatalytique des nanocomposites a été évaluée en fonction de sa capacité à dégrader le bleu de Coomassie G-250.

La [figure III.6](#) montre les spectres d'absorption de chaque nanocomposite sont présentés avec un intervalle de temps. L'absorption UV-visible a été utilisée pour mesurer la fluctuation de la teneur en bleu de Coomassie G-250, une expérience en absence de photocatalyseur a été réalisée comme contrôle. Le colorant bleu de Coomassie G-250 montre un processus rapide après 15 min, ce qui peut être dû aux sites de liaison disponibles sur la surface du chaquenano-composites. Le taux de dégradation diminue progressivement après 30 min et la photodégradation devient lente jusqu'à atteindre l'équilibre après 45 min. La dégradation rapide du colorant bleu de Coomassie G-250 en 30 minutes confirme la haute performance des nanocomposites dans le traitement des colorants.

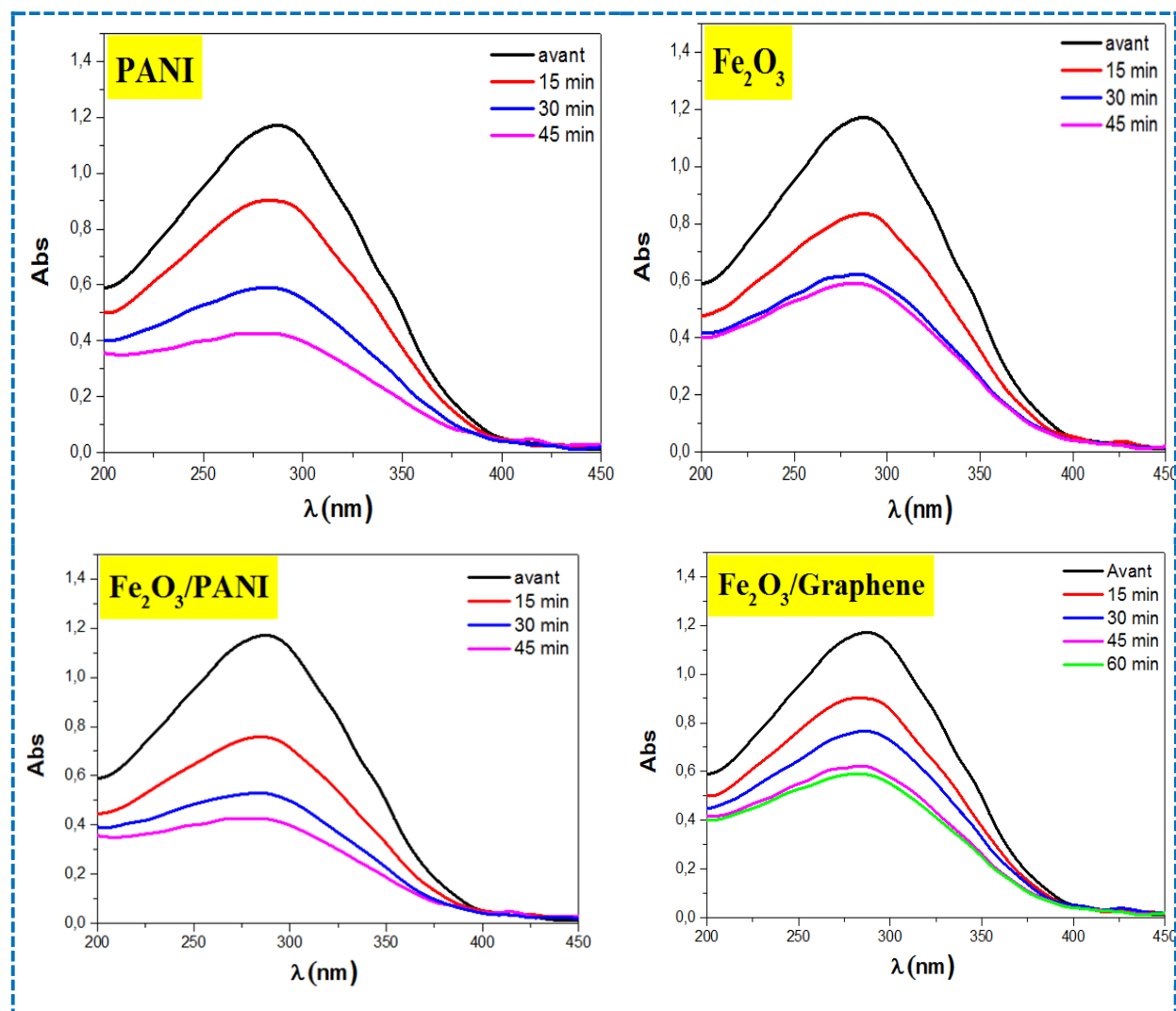


Figure III.6: Spectres d'absorption en fonction du temps du colorant bleu de Coomassie G-250 sous lumière avec les nanocomposites $Fe_2O_3/PANI$ et $Fe_2O_3/Graphène$ pendant 60 min.

On observe sur la figure III.7 pour $Fe_2O_3/PANI$ qu'après 30 minutes la dégradation du bleu de Coomassie G-250 d'environ 80 % par rapport à la nanocomposites $Fe_2O_3/Graphène$ d'environ 70 %. Quant à les nanoparticules de PANI et Fe_2O_3 , la dégradation du bleu de Coomassie atteint environ 50 % pour les deux.

Ensuite, après 60 min de photocatalyse, la dégradation du bleu de Coomassie G-250 aux toutes les nanocomposites était assez complètement stable, atteignant 92%, 85%, 75% et 70% pour $Fe_2O_3/PANI$, $Fe_2O_3/Graphène$, Fe_2O_3 et PANI respectivement.

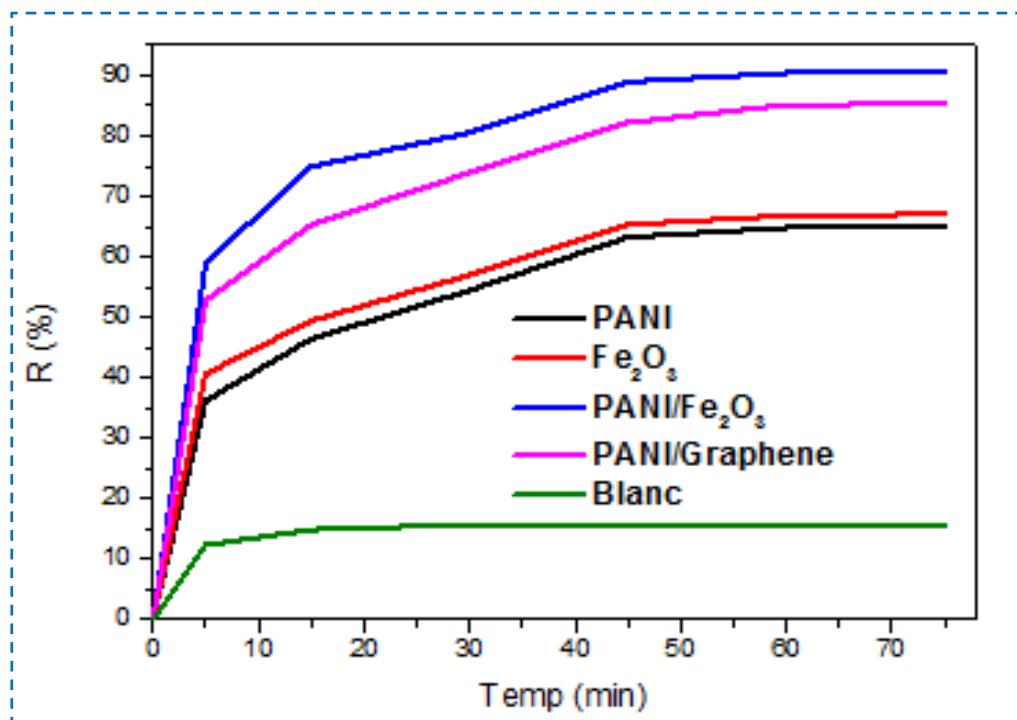


Figure III.7: Evaluation de photodégradation (%) du bleu de Coomassie G-250 avec les nanocomposites $Fe_2O_3/PANI$ et $Fe_2O_3/Graphène$.

III.3 L'activité antibactérienne de nanocomposites $Fe_2O_3/PANI$ et $Fe_2O_3/Graphène$

La courbe d'activité antibactérienne des nanoparticules de Fe_2O_3 est un sujet intéressant de recherche dans le domaine de la nanotechnologie et de la médecine. Les nanoparticules de Fe_2O_3 , ont montré des propriétés antibactériennes prometteuses en raison de leur petite taille et de leur grande surface spécifique. Les études ont démontré que les nanoparticules de Fe_2O_3 peuvent inhiber la croissance et la prolifération de diverses souches bactériennes pathogènes [4].

Dans ce travail, nous utilisons la méthode time-kill pour évaluer les activités antimicrobiennes des nanocomposites $Fe_2O_3/PANI$ et $Fe_2O_3/Graphène$ contre deux types différents de bactéries pathogènes qui sont les principales responsables des infections nosocomiales: une bactérie Gram-positive (*S. aureus* ATCC 25923), une bactérie Gram-négative (*E. coli* ATCC 25922).

Selon Ponce et al., (2003)[5], le diamètre des zones d'inhibition renseigne sur la sensibilité d'une bactérie, donc les résultats sont exprimés selon quatre niveaux d'activité :

- Souche résistante ($D < 8$ mm)
- Souche sensible ($9\text{mm} \leq D \leq 14\text{mm}$)
- Souche très sensible ($15\text{mm} \leq D \leq 19$ mm)
- Souche extrêmement sensible ($D > 20$ mm).

Tableau III.2: Résultats de test antibactérien.

	Les bactéries utilisées	
	Gram +	Gram -
	<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 25923	<i>E.coli</i> ATCC 25922
PANI	12	15
Fe₂O₃	15	20
PANI/ Fe₂O₃	18	25
PANI/graphène	14	18
6/ Eau	-	-

Les activités antibactériennes des nanoparticules composites d'oxyde de fer /poly aniline / Graphène ont été étudiées contre les bactéries Gram-positives (staphylocoques, aureus ATCC 25923) et bactéries Gram-négatives (E. coli ATCC 25923) en double par la méthode de diffusion sur disque.

Les nanoparticules d' α -Fe₂O₃ et de poly aniline ont produit de plus grandes zones d'inhibition de la croissance bactérienne contre toutes les bactéries. Les diamètres des zones d'inhibition produites par les échantillons testés contre toutes les bactéries sont tabulés dans le tableau 2. Enfin, sur la base des résultats obtenus dans le test de diffusion sur disque, la sensibilité des souches bactériennes contre les nanoparticules de Fe₂O₃ telles que préparées peut être résumée comme suit : E. coli / S. aureus .

Les nanocomposites d'oxyde de fer/poly aniline tels que préparés devraient présenter une propriété bactéricide en raison de l'effet synergique de l'hématite (α - Fe₂O₃) et des nanocristaux de poly aniline. Les nanocristaux d'hématite ont des propriétés antibactériennes, et la présence de nanoparticules de pani dans l'échantillon composite est susceptible

d'améliorer l'efficacité bactéricide de l'échantillon composite, peut-être en augmentant le nombre total de radicaux non oxygénés produits à la suite de l'interaction de l'eau cytoplasmique avec les échantillons composites à l'intérieur de la cellule bactérienne. L'efficacité bactéricide de tous les échantillons préparés a été évaluée contre deux souches bactériennes pathogènes : *S. aureus* et *E. coli*. [6]

Les résultats ont montré que $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{PANI}$ et les composés $\text{PANI}/\text{Fe}_2\text{O}_3$ et PANI/G contiennent des effets antibactériens, l'activité antibactérienne des lactobacilles $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{PANI}$ et $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{G}$ Les nanoparticules étaient significativement plus élevées que les nanoparticules Fe_2O_3 et PANI Juste. Cela conduit à une activité antibactérienne plus efficace en raison de D'où la présence de poly aniline à la surface des nanoparticules de Fe_2O_3 Donnant une plus grande efficacité antibactérienne contre les bactéries (*Staphylococcus aureus*). (*E. coli* ATCC) .Les bactéries Gram-négatives ne contiennent qu'une fine couche de peptidoglycane (environ 2-3 nm) entre la membrane cytoplasmique et la membrane externe La membrane, selon nous, est lorsqu'elle est dopée avec une poly aniline $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{PANI}$ Les nanoparticules ont été dispersées dans le milieu de croissance, [7] des atomes de poly aniline Contenus dans ces particules interagissent avec les cellules bactériennes et adhère aux parois des cellules bactériennes. Charge totale à la surface d'une cellule bactérienne au pH biologique négatif, en raison du nombre excessif de Groupes carboxyliques et autres groupes qui composent la cellule lors de la dissociation La surface négative de la bactérie contient des atomes de poly aniline Les nanoparticules ont des charges opposées et ces forces sont électrostatiques Cela peut être la raison de leur adhésion et de leur activité vitale.

III.4 Références

- [1] S. Arsalani, E.J. Guidelli, J.F.D.F. Araujo, A.C. Bruno, O. Baffa, Green synthesis and surface modification of iron oxide nanoparticles with enhanced magnetization using natural rubber latex, *ACS Sustain. Chem. Eng.* 6 (2018) 13756–13765.
- [2] J.P. Pouget, M.E. Jozefowicz, Aj. Epstein, X. Tang, A.G. MacDiarmid, X-ray structure of polyaniline, *Macromolecules.* 24 (1991) 779–789.
- [3] M. Ayad, G. El-Hefnawy, S. Zaghlol, Facile synthesis of polyaniline nanoparticles; its adsorption behavior, *Chem. Eng. J.* 217 (2013) 460–465.
- [4] S. Amutha, S. Sridhar, Green synthesis of magnetic iron oxide nanoparticle using leaves of *Glycosmis mauritiana* and their antibacterial activity against human pathogens, *J. Innov. Pharm. Biol. Sci.* 5 (2018) 22–26.
- [5] A.G. Ponce, R. Fritz, C. Del Valle, S.I. Roura, Antimicrobial activity of essential oils on the native microflora of organic Swiss chard, *LWT-Food Sci. Technol.* 36 (2003) 679–684.
- [6] M.Bhushan, Y. Kumar, L. Periyasamy, et al. Antibacterial applications of α -Fe₂O₃/Co₃O₄ nanocomposites and study of their structural, optical, magnetic and cytotoxic characteristics. *Appl Nanosci* 8, 137–153 (2018). doi.org/10.1007/s13204-018-0656-5
- [7] H. Kareem Zainab, H. K. Shareef, A. F. Alkaim, Evaluation of antibacterial activity of Fe₂O₃ nanoparticles against *Shigella dysenteriae*, *J. Pharm. Sci. & Res.* Vol. 10(8), 2018, 1980-1982



Conclusion générale

Conclusion générale

Le devenir à long terme des colorants textiles dans les sédiments des rivières et des mers n'est pas clair. Un rapport récent suggère que les amines aromatiques pourraient être naturellement dégradées en plus de 2 ans par la communauté bactérienne des sédiments.

Cependant, ce processus est lent et probablement jamais complet dans les environnements anaérobies naturels. Par conséquent, les eaux usées doivent être traitées pour éliminer tous les polluants avant le rejet des eaux résiduelles dans les rivières. Dans ce contexte, le succès actuel de la dégradation photocatalytique des colorants à l'aide de biopolymères est attribué au processus écologique, au dépôt uniforme des nanoparticules, à une cytotoxicité moindre et à leur caractère recyclable.

Un processus simple, efficace et peu coûteux de biosynthèse du Fe_2O_3 a été développé en utilisant les feuilles de genévrier qui a été utilisé pour former d'éponges et des membranes de nanohydrogèle alginate/PANI/ Fe_2O_3 . Le catalyseur a ensuite été utilisé pour la dégradation photocatalytique du colorant MR et des bactéries pathogènes. L'hydrogel alginate/PANI/ Fe_2O_3 s'est révélé efficace, très actif et pouvait être recyclé pour cinq cycles consécutifs sans perte significative d'activité photocatalytique.

إن المركب النانوي هيدروجيل الجينات / بوليأنيلين / الجرافين هو مادة متعددة الاستخدامات لمجموعة متنوعة من التطبيقات ، بما في ذلك التحلل الضوئي للأصباغ والنشاط البكتيري. تم تصنيع الهلاميات المائية القائمة على ألجينات الصوديوم (SA) كمصفوفة بوليمر في وجود الجرافين و البولي أنيلين كعامل ربط متشابك باستخدام طريقة sol gel بهدف دمج الخصائص الجوهرية لمكوناتها والحصول على مركب نانوي متكامل . تم توصيف المركب المتحصل عليه باستخدام جهاز المسح الإلكتروني ، و جهاز حيود الأشعة السينية لتأكيد أنه تم الحصول على الشبكات المستقرة والمترابطة للغاية من أوراق الجرافان المتناثرة في مصفوفات الألجينات التي تم دمجها بنجاح من خلال الربط مع كميات من الألياف النانوية للبولي أنيلين . تم التأكد من فعالية المركب المتحصل عليه من خلال التطبيق في عمليات التحلل الضوئي باستعمال جهاز الأشعة تحت البنفسجية . أظهرت النتائج قدرة وفعالية المركب الذي تم توليفه أثناء عمليات التحلل الضوئي للأصباغ كمحفز فعال في وقت تشييع قصير. تم تقييم المحفز الضوئي للهيدروجيل المتحصل عليه من خلال فعاليته العالية في تحلل صبغة كوماسي الأزرق في وجود الضوء ، وأظهرت النتائج أيضا أن المركب المتحصل عليه ذو كفاءة عالية ، مع تحلل يصل إلى 95٪ في وقت 30 دقيقة بالإضافة إلى الأداء العالي في تثبيط نمو البكتيريا. وهذا ما يؤكد على أن مركب الهيدروجيل الجينات / بوليأنيلين / الجرافين من الحلول الواعدة مستقبلا في مجالات حماية البيئة وتثبيط نمو ونشاط البكتيريا .

الكلمات الرئيسية: بولي أنيلين; ألجينات الصوديوم; التحفيز الضوئي; نشاط المضاد للبكتيريا; نشاط التحفيز الضوئي.

Abstract

The alginate, polyaniline, and graphene hydrogel nanocomposite is versatile for various applications, including the photodegradation of dyes and antibacterial activities. Sodium alginate (SA)-based hydrogels were synthesized as a polymer matrix in the presence of graphene and polyaniline as a crosslinking agent using the sol-gel method to incorporate the intrinsic properties of their components and obtain an integrated nanocomposite. The obtained nanocomposite was characterized using a scanning electron microscope and X-ray diffraction to confirm that the stable and highly interconnected networks were obtained with graphene nanosheets scattered in alginate matrices that were successfully combined by cross-linking with amounts of polyaniline nanofibers. The effectiveness of the obtained nanocomposite was confirmed through its application in photodegradation processes using a UV device. The results showed the performance and effectiveness of the nanocomposite synthesized during the photodegradation processes of dyes as an effective photocatalyst with a short irradiation time. The photocatalyst of the obtained hydrogel was evaluated by its high efficiency in the degradation of Coomassie blue dye in the presence of light, and the results also showed that the nanocomposite is highly efficient, with degradation of up to 95% in a time of 30 minutes in addition to its high performance in inhibiting the growth of bacteria. This confirms that the alginate/polyaniline/graphene hydrogel nanocomposite is one of the most promising future solutions in environmental protection and inhibition of the growth of bacteria and their activities.

Keywords: Polyaniline; Sodium alginate; Photocatalysis; Antibacterial activity; Photocatalytic activity.

Résumé

Le nanocomposite hydrogel d'alginate/ polyaniline /graphène est un polyvalent pour diverses applications, y compris la photodégradation des colorants et les activités antibactériennes. Le hydrogel à base d'alginate de sodium (SA) ont été synthétisés sous forme de matrice polymère en présence de graphène et polyaniline comme agent de réticulation en utilisant la méthode sol-gel pour incorporer les propriétés intrinsèques de leurs composants afin d'obtenir un nanocomposite intégré. Le nanocomposite obtenu a été caractérisé à l'aide d'un microscope électronique à balayage et par diffraction des rayons X pour confirmer que les réseaux stables et hautement interconnectés ont été obtenus avec des nanofeuilles de graphène dispersées dans des matrices d'alginate qui ont été combinées avec succès par réticulation avec des quantités de nanofibres de polyaniline. L'efficacité du nanocomposite obtenu a été confirmée par son application dans les procédés de photodégradation à l'aide d'un spectromètre UV. Les résultats ont montré la performance et l'efficacité du nanocomposite synthétisé lors des processus de photodégradation des colorants en tant que photocatalyseur efficace avec un temps d'irradiation court. Le photocatalyseur de l'hydrogel a été évalué par sa grande efficacité dans la dégradation du colorant bleu de Coomassie en présence de lumière, et les résultats ont également montré que le nanocomposite est très efficace, avec une dégradation allant jusqu'à 95 % en 30 minutes en plus de sa haute performance dans l'inhibition de la croissance des bactéries. Cela confirme que le nanocomposite hydrogel alginate/polyaniline/graphène est l'une des solutions futures les plus prometteuses en matière de protection de l'environnement et d'inhibition de la croissance des bactéries et leurs activités.

Mots-clés : Polyaniline ; Alginate de sodium; photocatalyse ; Activité antibactérienne; Activité photocatalytique.

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

جامعة غرداية

عنوان المشروع:

انتاج مواد ذكية لمعالجة المياه بتقنية النانو

{Env-Smrt-NM-water- purification}

مشروع لنيل شهادة مؤسسة ناشئة في إطار القرار الوزاري 1275

صورة العلامة التجارية



الاسم التجاري

Aqua WATER

السنة الجامعية

2023 _ 2022

بطاقة معلومات:

حول فريق الاشراف وفريق العمل

1- فريق الاشراف:

المشرف الرئيسي (01):	التخصص:
خان ياسمين	هندسة الطرائق
المشرف المساعد:	التخصص:
فنيش فارس	هندسة الطرائق

2- فريق العمل:

فريق المشروع	التخصص	الكلية
الطالبة: هديل عكيف	هندسة الطرائق	العلوم والتكنولوجيا
الطالبة: سهيلة جلود	هندسة الطرائق	العلوم والتكنولوجيا

عنوان المشروع: انتاج مواد ذكية لمعالجة المياه بتقنية النانو

فهرس المحتويات

المحور الأول: تقديم المشروع

المحور الثاني: الجوانب الابتكارية

المحور الثالث: التحليل الاستراتيجي للسوق

المحور الرابع: خطة الإنتاج والتنظيم

المحور الخامس: الخطة المالية

المحور السادس: النموذج الاولي التجريبي

المحور الأول: تقديم المشروع

العنوان الرئيسي: انتاج مواد معالجة المياه بتقنية النانو

{Env-Smrt-NM-Water- purification}

فكرة المشروع (الحل المقترح)

في ظل العولمة و ما بلغه العلم من تطور الا انه لم يصل لحد الان لإيجاد حلول ناجعة للعديد من الأوبئة من بينها تلوث المياه الذي يشكل خطرا على الحياة البشرية لوجود العديد من البكتيريا و الطفيليات و الفيروسات التي تنتقل من خلال المياه ومنه الى المحيط البشري. ولهذا أصبح من الضروري الهرولة نحو البحث عن استراتيجيات فعالة تزيل هذه التهديدات كي نضمن من خلالها السلامة الصحية و الراحة النفسية و النظافة الدائمة .

في وقتنا الحالي أثارت مواد الأنظمة النانوية اهتمام الباحثين و المختصين ، مما جعلهم يسعون الى تطبيقها على نطاق واسع في مجال معالجة المياه وفي المجال الطبي الحيوي، نظراً لخصائص سطحها وشكلها وحجمها الاستثنائي مقارنة بضخام, نظرائه.h. كما تكمن أهميته في تطوير وتصميم المواد المضادة للميكروبات و البكتيريا و المواد التحفيزية الضوئية في نفس الوقت دون ان تمس بالسلامة البيئية مما يجعلها صديقة للبيئة .

الهدف الرئيسي من هذا المشروع يركز على تطوير ملف جديد نظام المركبات النانوية (NCs) و استخدامها كمركبات أساسية لمنتجات تقوم بدورها بمعالجة المياه الملوثة من خلال عملية الفلترة والقضاء على البكتيريا ، نظراً لخصائصها الفيزيائية والكيميائية الجيدة واستقرارها. من بين هذه المواد النانوية نجد (Fe_2O_3) و الذي يستخدم على نطاق واسع كمادة تحفيزية ضوئية وعامل مضاد للبكتيريا ويعتبر ذو كفاءة و صديق للبيئة، نظرا لاستقراره الكيميائي الجيد، وناقليته الالكترونية ، غير سمي وسهل التحضير.

يتم انجاز ذلك من خلال انجاز وحدة إنتاجية تعتمد على أحدث التكنولوجيا في المجال، و بالاعتماد على مواد أولية (Fe2O3.polyaniline).

القيم المقترحة:

القيمة الإضافية التي سيقدمها المشروع:

✓ العمل المزدوج للمنتج يعتبر الأول في السوق و الأكثر فعالية و نجاعة من حيث استخدامه مع كافة أنواع المياه .

✓ يستخدم المنتج على نطاق واسع كمادة تحفيزية ضوئية وعامل مضاد للميكروبات و البكتيريا و صديقة للبيئة.

عنوان المشروع: انتاج مواد ذكية لمعالجة المياه بتقنية النانو

- ✓ يعتبر محرك للسوق الإنتاجية لأنه يعتبر منتج نصف مصنع مما يفتح باب التصنيع أمام الشركات الأخرى .
- ✓ المنتج قادر على فتح أسواق إنتاجية أخرى تتعدى معالجة المياه
- ✓ توفير المنتج وفق طلب واحتياج العميل (éponge ; Membrane nano filtre).
- ✓ تكلفة انتاج منخفضة من خلال الاعتماد على تكنولوجيا متطورة.
- ✓ تثمين و استغلال بقايا أوراق النباتات .
- ✓ توفير خدمة النقل والتوزيع و خدمة الطلب عبر الأنترنت (صفحات الشركة عبر مواقع التواصل الاجتماعي و الاشتراك في موقع LINKEDIN)
- ✓ سهولة التعامل مع المنتج و حرية استخدامه وفق متطلبات العميل و الشكل النهائي للمنتج الذي يريد تصنيعه.

1. فريق العمل

يتكون فريق المشروع من الاتي:

- ✓ الطالب 01: هديل عكيف ، تخصص: هندسة كيميائية. قام بدورات تكوينية في التسويق وفن التواصل و التفاوض و دورة في تطوير المنصات الرقمية.
- ✓ الطالب 02: سهيلة جلود , تخصص: هندسة كيميائية.
- ✓ يتمثل دور الطالب 01 في تسيير المشروع و البحث عن الأسواق و التسويق .
- ✓ يتمثل دور الطالب 02 في مراقبة الجودة و البحث و التطوير .

2. أهداف المشروع:1

- ✓ نسعى من خلال هذا المشروع الى ان نصبح المنتج رقم 1 على المستوى المحلي و الوطني في السنوات الثلاثة الأولى وافريقيا خلال السنوات 5 الأولى.
- ✓ والوصول الى تحقيق حصة سوقية تغطي 50 بالمئة من اجمالي الإنتاج الوطني.

3. جدول زمني لتحقيق المشروع:

عنوان المشروع: انتاج مواد ذكية لمعالجة المياه بتقنية النانو

7	6	5	4	3	2	1	الشهر
						✓	الدراسات الأولية: إختيار مقر الوحدة الإنتاجية, تجهيز الوثائق المطلوبة
			✓	✓	✓		طلب التجهيزات من الخارج
			✓	✓	✓		بناء مقر للإنتاج (المصنع)
		✓	✓	✓			تركيب المعدات
	✓						إقناء المواد الأولية
✓							بداية

المحور الثاني: الجوانب الابتكارية

تتمثل الجوانب الابتكارية في مشروعنا في كونه:

- ✓ أول شركة في الجزائر تستخدم تقنية الجسيمات النانوية في عملية انتاج (les membrane ,les éponges)
- ✓ معالجة المياه المستعملة , وإعادة استخدامها من جديد.
- ✓ معالجة المياه على اختلاف درجة تلوثها .
- ✓ تثمين بقايا النباتات .
- ✓ الحفاظ على الثروة المائية
- ✓ بيع الجسيمات النانوية كمنتج إضافي.

المحور الثالث: التحليل الاستراتيجي للسوق

1. عرض القطاع السوق:

- ✓ السوق المحتمل: الحمامات, أصحاب المساح الخاصة, المزارعون أصحاب تربية المائيات (الاسماك) محطات تنظيف السيارات .

عنوان المشروع: انتاج مواد ذكية لمعالجة المياه بتقنية النانو

✓ السوق المستهدف: محطة تصفية ومعالجة المياه, الشركات الصناعية .

2. قياس شدة المنافسة:

اهم المنافسين في السوق الجزائرية اغلبهم ينتجون منتج بمواد كيميائية خطرة عالية السمية:

✓ شركات التطهير، شركات تصنيع مواد التنظيف....

✓ نقاط القوة: استخدام مواد غير ملوثة لا تخلف ضرر بالبيئة تحقيق نتيجة في وقت وجيز .

✓ نقاط الضعف: حداثة العلامة التجارية .

3. الاستراتيجيات التسويقية:

نعتمد في تسويق منتجاتنا على استراتيجية تسويقية مع تحكنا في خطة تخفيض تكاليف الإنتاج باستعمالنا لتكنولوجيا جد متطورة، بالإضافة الى اعتمادنا على تطبيق الالكتروني لتوزيع المنتجات وإدارة وتنظيم الطلبات.

انشاء منصة وتسخير اشخاص يرافقون العملاء طيلة فترة التعامل و استقبال الاقتراحات المختلفة لتوطيد العلاقة بين الشركة و العميل و يجعله يشعر بالارتياح في التعامل مما يضمن الاستمرارية الإنتاجية و التسويقية و الحفاظ على سمعة الشركة.

المحور الرابع: خطة الإنتاج والتنظيم :

1- عملية الإنتاج :

صناعة المركبات النانوية والاسفنجيات حيث تمر عملية الإنتاج بعدة مراحل من اجل الحصول وضمان منتج نهائي بكفاءة كبيرة ذو أداء عالي، المراحل الرئيسية في عملية الإنتاج:

❖ اقتناء المواد الأولية: توفير كل المواد الأساسية وهي:

Aniline .

APS

HCl

Acide Acitique

عنوان المشروع: انتاج مواد ذكية لمعالجة المياه بتقنية النانو

Chitizene

Fe_2O_3

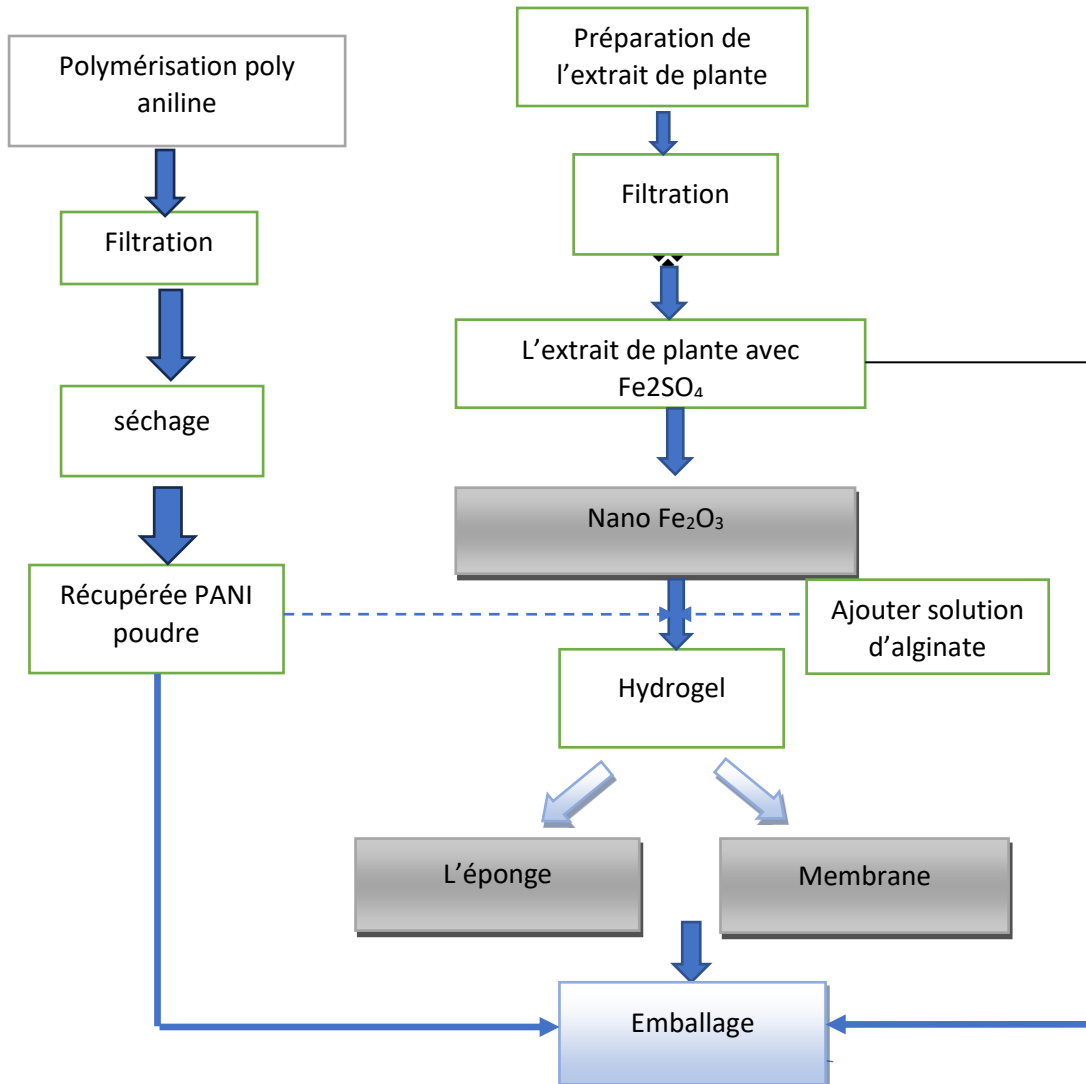
$CaCO_3$

SiO_2

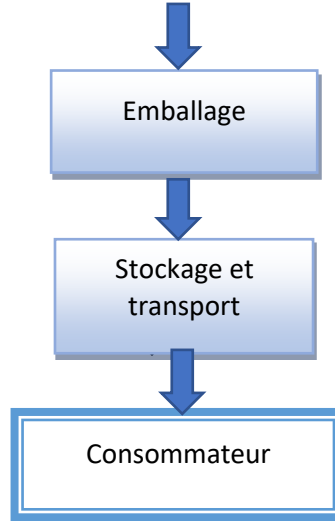
Graphane

Alginate

❖ ? التصنيع: بعد اقتناء المواد الأولية وبعد تجهيز المحل بكل المعدات نبدأ مرحلة تصنيع جزيئات النانو وذلك يتم عبر المخطط التالي:



عنوان المشروع: انتاج مواد ذكية لمعالجة المياه بتقنية النانو



❖ تكيف المنتج: نوفر ميزة بيع المنتج نهائي الصنع ونصف النهائي وهذا حسب طلب واحتياج العملاء وذلك ببيعه كمسحوق (جزيئات النانو) وكذا الاسفنجيات وهذا بعد تطبيقه على (substrats).

❖ التعبئة والتغليف: بعد نهاية التصنيع والتأكد من جودة المنتج نقوم بالتغليف والتعليب لتوجيه المنتج للتسويق والاستهلاك.

2- التمويين

سياسة الشراء: نتعامل في عملية الشراء مع أصحاب المصانع مباشرة وهذا ما يكسبنا ممولين دائمين بسعر قابل للتفاوض ومما يمكننا ايضا من ربط التزامات قوية مع المؤسسة الممولة بالتجهيزات المتطورة فيما يخص التكوين والصيانة.

اهم الموردين:

-شركات صناعة المواد الأولية.

-أصحاب المزارع.

-المستوردين.

طريقة الدفع

-الدفع بالنسبة للأجهزة والعتاد يكون كاملا

عنوان المشروع: إنتاج مواد ذكية لمعالجة المياه بتقنية النانو

-الدفع يكون على دفعات بالتسبيق وتكملة الباقي عند استلام الشحنة.

-الدفع عن طريق البطاقة البنكية .

اليد العاملة :

يلعب العامل البشري دورًا حاسمًا في مشروع إنتاج المواد لذكية بتقنية النانو .

يحتاج المشروع إلى فريق أصحاب كفاءة و لهم القدرة على تنفيذ العمليات المختلفة التي تشمل:

الإدارة و التخطيط:

-تحديد أهداف المشروع ووضع خطط لتحقيقها

-تنظيم وجدولة العمليات والموارد

-متابعة تقدم المشروع واتخاذ الإجراءات اللازمة للتحسين

فريق البحث :

-إجراء الدراسات والأبحاث لتحسين وتطوير المنتج .

-تحليل البيانات وتقييم كفاءة المواد وتأثيرها على المعالجة.

-تطوير تقنيات جديدة وابتكار حلول مبتكرة في مجال المعالجة.

الفنيون والمهندسون :

-تشغيل المعدات والأجهزة المستخدمة في عملية الإنتاج.

-صيانة المعدات وإجراء الإصلاحات اللازمة

-مراقبة شروط الإنتاج مثل درجة الحرارة والضغط وضمان سير العمل بشكل صحيح

العمال المهرة:

-تحضير المواد الخام وتنفيذ عمليات التحضير والإنتاج

-متابعة العمليات وضمان الجودة والكفاءة

-الالتزام بإجراءات السلامة والوقاية أثناء العمل

فريق الجودة ومراقبة الجودة:

عنوان المشروع: انتاج مواد ذكية لمعالجة المياه بتقنية النانو

-إجراء اختبارات الجودة للمنتجات والمواد المستخدمة

-مراقبة المعايير ومواصفات وضمان الامتثال لها

-تحليل البيانات وتقديم تقارير حول جودة المنتجات

فريق السلامة والبيئة:

-تطبيق إجراءات السلامة والوقاية لحماية العاملين

-تحديد أسباب الحوادث وتوفير تقارير حولها وتطبيق التحسينات اللازمة لتجنب تكرارها.

-تقديم توصيات لتحسين إجراءات السلامة والوقاية.

-توفير المعدات الواقية والأدوات المناسبة للعاملين.

-فحص وصيانة المعدات السلامة بشكل دوري.

فريق التسويق والمبيعات:

تحليل السوق واحتياجات العملاء في مجال معالجة المياه والزيوت المستعملة

- تطوير استراتيجيات التسويق والترويج لمنتجات الحبيبات النانو

-التفاوض وإبرام اتفاقيات البيع مع العملاء والشركاء

فريق الدعم الفني:

- تقديم الدعم الفني والاستشارات للعملاء في استخدام وتطبيق مسحوق حبيبات النانو

-حل المشكلات والاستجابة للاستفسارات الفنية.

-توفير التدريب والورش العملية للعملاء والشركاء.

فريق إدارة العلاقات :

- بناء وتعزيز العلاقات مع الموردين والشركاء التجاريين.

-التفاوض على شروط العقود وإدارة العلاقات التجارية.

-متابعة رضا العملاء والعمل على تلبية احتياجاتهم.

فريق البحث والتطوير:

عنوان المشروع: انتاج مواد ذكية لمعالجة المياه بتقنية النانو

-إجراء بحوث وتطويرات لتحسين تقنيات المعالجة وتطوير منتجات جديدة

-استكشاف التطورات العلمية والتقنية في مجال النانو تكنولوجي

-التعاون مع الجهات الأكاديمية والبحثية لتبادل المعرفة والابتكار.

الشراكات الرئيسية:-

أهم الشركاء الرئيسيون في مشروعنا هم موردو المواد الأولية وشركات المواد الكيميائية وايضا شركات التكنولوجيا ومخابر البحث والتطوير في تقنية النانو الجديدة وايضا الشركات المستخدمة في مجال التنقية.

الجهات الحكومية والمؤسسات ذات الصلة: قد تحتاج إلى التعاون والتواصل مع الجهات الحكومية المعنية بمجال التنقية والحفاظ على البيئة والموارد المائية.

المحور الخامس: الخطة المالية PLAN FINANCIER

1- التكاليف و الأعباء :

تكاليف إنتاج 12 قطعة membrane و6 قطع éponge خلال ثلاثة أيام

المواد الأولية	4880.688 دج
تكاليف الكهرباء، الغاز، الماء	1000 دج
استئجار مكان ومستلزمات العمل	2000 دج
أجور العمال	6300 دج
مجموع التكاليف	14180.688 دج

ب. طرق ومصادر التمويل:

الوصول إلى شراكة مع مستثمر خارجي: من أجل إمكانية تسويق المنتج خارج الوطن

عنوان المشروع: انتاج مواد ذكية لمعالجة المياه بتقنية النانو

يمكن أن يشمل ذلك الاستثمار في الأسهم أو غيرها من أشكال التعاون المالي

بيع المنتجات النهائية ونصف المصنعة: وذلك بتسويق منتجاتنا النصف مصنعة من أجل توليد الإيرادات من خلال تقديم منتجات عالية الجودة كما نهدف إلى جذب وبناء ولاء قوي للعملاء ، مما يضمن الاستمرارية الإنتاجية و الاستثمارية.

المحور السادس : النموذج الاولي التجريبي

النموذج الأولي التجريبي هو نسخة أولية تم صنعها من المنتج أو الخدمة والتي تستخدم كأساس في التطوير للوصول الى المنتج النهائي الذي سيطبق في السوق رسميا . عموماً، استخدام حبيبات النانو في معالجة المياه يتكون من عدة مراحل أساسية. يبدأ بتصميم الخصائص المطلوبة للحبيبات النانوية ويتبعه تحضيرها باستخدام تقنيات متعددة. يتم تطبيق هذه الحبيبات في عملية معالجة المياه ، وتتم مراقبة أدائها وتقييمها من خلال تحليلها وتوصيفها. إذا لم تفي بالمعايير المطلوبة، يتم تحسين العملية وتطويرها للوصول إلى نموذج نهائي يحقق الأداء المرجو. تستفيد حبيبات النانو في معالجة المياه من خلال قدرتها على الامتصاص والتبادل وتحسين عمليات إزالة الملوثات، مع تواجه بعض التحديات التقنية والاقتصادية. استخدام حبيبات النانو يعد مجالاً مبشراً لتحسين جودة الموارد الطبيعية والحفاظ على البيئة.

عنوان المشروع: انتاج مواد ذكية لمعالجة المياه بتقنية النانو



Membrane



Nano particule de Fe₂O₃

عنوان المشروع: انتاج مواد ذكية لمعالجة المياه بتقنية النانو



L'éponge

الملحق رقم 04: نموذج العمل التجاري

Business Model Canvas				
<p>الشركات الرئيسية</p> <ul style="list-style-type: none"> الموردين (المواد الخام) خبراء التسويق البائعين في الخارج 	<p>الانشطة الرئيسية</p> <ul style="list-style-type: none"> استيراد المواد الاولية تحضير المادة الرئيسية صنع المنتج تغليف المنتج توزيع المنتج <p>الموارد الرئيسية</p> <ul style="list-style-type: none"> مخبريين كيميائيين الالات الصناعية تعتمد على تكنولوجيا متطورة مركبات نقل المنتج مكان العمل مكتب الاستقبال 	<p>القيم المقترحة</p> <ul style="list-style-type: none"> سهولة الاستخدام الاستعمال لاكثر من مرة سعر جيد حجم مناسب و حسب الطلب معالجة كل انواع المياه صنع لأول مرة في الجزائر حرية التصنيع من طرف الشركات المستوردة تطبيق تقنية النانو على المنتج 	<p>العلاقة مع العملاء</p> <ul style="list-style-type: none"> عروض خاصة لمتعاملين تعيين فريق لمراقبة الزبون طيلة فترة المعاملة تحضير منصة للرد على الاستفسارات و استقبال الاقتراحات تحفيضات حملات ترويجية <p>القنوات</p> <p>B2B PDV</p> <ul style="list-style-type: none"> الاعلانات عبر مواقع التواصل الاجتماعي المشاركة في المؤتمرات الوطنية و الدولية الاشتراك في تطبيق Linkedine 	<p>شرائح العملاء</p> <ul style="list-style-type: none"> المنازل شركات المياه محطات تنقية المياه الشركات الطاقوية المساح المزارعين الحمامات
<p>هيكل التكاليف</p> <ul style="list-style-type: none"> راتب الموظفين رسوم الايجار تكاليف الات تكاليف المواد الخام تكاليف الكهرباء، الغاز، الماء تكاليف الصيانة تكاليف التأمين تكاليف النقل 		<p>مصادر الارادات</p> <ul style="list-style-type: none"> بيع المنتج بيع المادة الاولية (النانو) الموجهة للتصدير الاعلانات أموال المستثمرين دعم من الدولة 		

CERTIFICATE

Of

PARTICIPATION

Djelloude Souhila

has participated in 2nd International Conference on Engineering, Natural and Social Sciences ICENSOS
2023 on April 4 - 6, 2023 in Konya, Turkey

**PAPER
TITLE**

*Alginate/polyaniline/graphene hydrogel nanocomposite: preparation,
characterization and application.*

PRESENTATION TYPE

Oral



**ICENSOS 2023 CONFERENCE CHAIRMAN
Asst. Prof. Dr. Umut ÖZKAYA**

A blue ink signature of Umut Özkaya, written in a cursive style.

CERTIFICATE

Of

PARTICIPATION

Akif Hadil

has participated in 2nd International Conference on Engineering, Natural and Social Sciences ICENSOS
2023 on April 4 - 6, 2023 in Konya, Turkey

**PAPER
TITLE**

*Alginate/polyaniline/graphene hydrogel nanocomposite: preparation,
characterization and application.*

PRESENTATION TYPE

Oral



ICENSOS 2023 CONFERENCE CHAIRMAN
Asst. Prof. Dr. Umut ÖZKAYA

A blue ink signature of Umut Özkaya, written in a cursive style.



Autorisation d'impression finale d'un mémoire de master

	Nom et prénom	Signature
Examinateur 1	Boukhari Hamed	
Examinateur 2		
Encadreur	Khane Yasmina	
Co-encadreur	Fenniche Fares	

Soussigne Mr:arifmohamed

Président de jury des étudiant (s) :Djelloude Souhila

Akif Hadil

Filière :Génie des procédés Spécialité :Génie chimique

Thème :Alginate/ polyaniline / Graphène hydrogel nanocomposite :preparation , caractérisation et application .

Autorise le (s) étudiant (s) mentionné (s) ci-dessus à imprimer et déposer leur (s) manuscrit final au niveau du département.

Ghardaïa le: 12 05 2023

Le président de jury

Le chef de Filière

Le chef de département

