

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

REPUBLIQUE ALGERRIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de L'enseignement Supérieur et de la recherche scientifique

جامعة سعد دحلب البليدة

Université SAAD DAHLEB BLIDA



Faculté des sciences

Département de chimie

Mémoire

De fin d'étude en vue de l'obtention du diplôme de Master

Spécialité : Chimie Appliquée

Présenté par : **Affane Rania et Halidou Hamadou Leyla**

THEME

***Etude sur la préparation de nanoparticules d'argent
par voie chimique***

Soutenu publiquement le 11 /07/2021 devant le jury :

Mr.R.Belal

Université de Blida 1

Président

Mr.S.Hammani

Université de Blida 1

examineur

Mr.Y.Bal

Université de Blida 1

Promoteur

Juillet 2021

ملخص

في هذا المشروع نحن مهتمون بإعداد جزيئات الفضة النانوية وفقاً للطريقة الكيميائية (Turkevich & Brust) علاوة على ذلك، تصورنا تطبيق هذه المواد الدقيقة في المجالات التقنية والطبية. مكننا التوصيف الفيزيائي الكيميائي للمنتج باستخدام تقنيات مختلفة من إثبات، أولاً، فائدة المسار الكيميائي لهذا التحضير، لا سيما باستخدام التحليل الطيفي UV-Vis و RX ومن ناحية أخرى إظهار الجوانب المورفولوجية للجسيمات التي تم الحصول عليها والتي ظهرت على الشكل الكروي تقريباً وذات حجم مجهري إلى حد ما. في الواقع، عن طريق المجهر الإلكتروني (SEM)، لوحظت العديد من الجسيمات على نطاق الميكرن. في الخطوة الثانية، حاولنا تقييم الخصائص المضادة للبكتيريا والفطريات للمعلقات الغروانية لـ Ag التي تم الحصول عليها وذلك في حالتها الخامة. كانت بعض تلك النتائج حاسمة بالنسبة لنا لأنه فيما يتعلق ببعض الكائنات الحية الدقيقة كان التأثير كبيراً، لهذا تستحق الدراسة أن يتم التعمق فيها وإثباتها. **الكلمات المفتاحية:** جزيئات الفضة النانوية ، التحليل الطيفي UV-Vis و RX ، نانو تكنولوجيا.

Abstract

We are interested in this project in the preparation of silver nano- & micro particles according to a chemical route (Turkevich & Brust methods). The application of this material in this form is envisaged, further, in technical and medical fields.

The physicochemical characterization of the product using different techniques has enabled us to demonstrate, first, the usefulness of the chemical route for this preparation, in particular with the use of UV-Vis and RX spectroscopies and on the other hand the morphological aspects of the particles obtained which are almost spherical in shape and of rather microscopic size. Indeed, by electron microscopy (SEM), many particles at the micron scale were observed.

In a second step, we were interested in the evaluation of the antibacterial and antifungal properties of the colloidal suspensions of Ag that were obtained in the raw state. The results of this investigation were conclusive for us because with regard to certain microorganisms the effect was significant. This study deserves to be substantiated.

Keywords : Silver Nano-particles, UV-Vis and RX spectroscopies, Nano-Technology.

Résumé

Dans ce projet nous nous sommes intéressés à la préparation de nanoparticules et de microparticules d'argent selon des voies chimiques (méthodes de Turkevich & de Brust). L'application de ce matériau sous cette forme est envisagée dans des domaines techniques et médicaux.

La caractérisation physico-chimique du produit à l'aide de différentes techniques nous a permis de démontrer d'une part l'utilité de la voie chimique pour cette préparation notamment avec l'utilisation des spectroscopies UV-Vis et RX et d'autre part les aspects morphologiques des particules obtenues qui sont quasiment sphériques et de taille plutôt microscopique. En effet, par microscopie électronique (MEB), nous avons pu observer l'existence de beaucoup de particules se trouvant à l'échelle du micron.

Dans un second temps, nous nous sommes intéressés à l'évaluation des propriétés antibactérienne et antifongique des suspensions colloïdales d'Ag préparées à l'état brut. Les résultats de cette investigation ont été concluants pour nous car à l'égard de certains micro-organismes l'effet était significatif. Cette étude mérite d'être étayée.

Mots clés : Nanoparticules d'argent, Nanotechnologie, spectroscopies UV-Vis et RX

Remerciements

Nous remercions, avant tout, le **bon DIEU** de nous avoir donné la santé, le courage et la volonté pour finir ce travail.

Nos remerciements et notre gratitude vont à **nos familles** respectives qui ont assuré notre éducation et leur soutien tout au long de nos études.

Nous exprimons nos profonds remerciements à notre promoteur **Mr. Y. Bal** pour ses orientations et sa disponibilité constante, tout au long de notre travail.

Nos remerciements vont également aux **membres du jury** qui ont accepté d'évaluer notre travail.

Nos remerciements vont à **Mme Hamza. K** responsable de la spécialité chimie appliquée pour sa disponibilité et sa gentillesse au cours de nos deux années de master.

Nous remercions aussi tous nos professeurs au cours des cinq (5) années d'étude qui malgré les difficultés ont œuvré pour un enseignement de qualité avec la ferme détermination de nous conduire vers une réussite.

Nous tenons à remercier **Mme Kasmi** Directrice du laboratoire de recherche pour l'aide qu'elle nous a apportée tout au long des essais effectués au laboratoire.

Nous tenons aussi à remercier toutes les ingénieurs du labo pour leurs conseils judicieux.

Nous tenons à remercier tous nos amis et toutes les personnes qui nous ont apporté leurs aides de près ou de loin pour réaliser ce travail.

Dédicaces

Avec l'expression de ma reconnaissance, je dédie ce modeste travail à ceux qui, quels que soient les termes embrassés, je n'arriverais jamais à leur exprimer mon amour sincère

- ❖ A l'homme, mon précieux offre du dieu, qui doit ma vie, ma réussite et tout mon respect : Mon chère papa **Affane Khier**
- ❖ A la femme qui a souffert sans me laisser souffrir, qui n'a jamais dit non à mes exigences et qui n'a pas épargné Aucun effort pour me rendre heureuse : Mon adorable mère **Kadri Namira**
- ❖ A ma chère petite sœur **Rima Affane** et ma sœur adorée **Affane Amina** et **Feriel** qui n'ont pas cessée de me conseiller, encourager et soutenir tout au long de mes études. Que dieu les protège et leurs offre la chance et le bonheur.
- ❖ A ma chère sœur **Ahlem** et son mari **Abdenour** et leurs filles **Lina** et **Anfel** merci pour ses soutiens moral et leurs conseils précieux.
- ❖ A mon chère frère **Affane Hamza** et sa petite famille **Marwa et lyade** merci pour encouragements et aidé qui sont données dans les moments difficiles.
- ❖ A ma deuxième Maman « **Iwiza Nsari** » merci infiniment pour tu es dans ma vie et de m'encourager tout le temps au moment difficile.



Dédicaces

- ❖ A mon très cher fiancé **H.T** pour son soutien, son encouragement pendant toute la durée de ce travail.
 - ❖ A ma grand-mère **Fatma** et mon grand-père **Ismail** que son âme repose en paix.
 - ❖ A ma grande mère Malika et mes tantes « **Sabrina, Karima, Nesrine et Noura** » et mes chère petites cousines « **Yasmine, Elina, Mohamed et Sirine** »
 - ❖ A mon oncle « **Salah et sa femme Hava** » et mon oncle « **fateh Moussaoui** et sa femme et ses enfants » .Que dieu leur donne une longue et joyeuse vie.
 - ❖ A mes chères amies : **Imane, Sabrina, Abla, Fati, Nadia, Hamida** Je ne peux trouver les mots justes et sincères pour vous exprimer mon affection et mes pensées, vous êtes pour moi des frères et des amis sur qui je peux compter.
 - ❖ A ma tante **Dahbia** et son mari **Ahmed** et leurs enfants merci d'être là pour moi dans les moments difficiles et de prier pour moi.
- A mon binôme **Leyla**, merci de m'avoir supporté et épaulé *tout au long de ce projet.*



Dédicaces

Je dédie du profond de mon cœur ce mémoire :

A mon Père [Halidou Hamadou](#)

Aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour, l'estime, le dévouement et le respect que j'ai toujours eu pour vous. Merci pour l'affection, le soutien et la confiance. Puisse Dieu vous garde et vous permettre de jouir du produit de vos efforts.

A ma chère mère [Fatouma Kio](#)

Qui par ses sacrifices et son affection profonde m'a toujours guidé sur la voie du succès, que ce travail soit le témoignage de mon grand amour et qu'il fasse l'objet de ta fierté.

A ma sœur aînée [Mariama H.H](#)

Pour le soutien, l'écoute, En témoignage de l'attachement, de l'amour et de l'affection que je porte pour vous.



Dédicaces

A mon oncle et ma tante Mme et Mr. [Ibrahim Issoufou. D](#)

Pour leur soutien moral et encouragement qu'ils m'ont toujours apportés durant mes études. Merci d'avoir contribué à ma réussite.

A mes très chers [frères & sœurs](#)

Je vous souhaite un avenir plein de joie, de bonheur, de réussite et de sérénité.

Je vous exprime à travers ce travail mes sentiments de fraternité et d'amour.

A mon cher fiancé [Ousmane. A](#) pour son amour, son soutien, sa compréhension et son encouragement pendant toute la durée de ce travail.

A mon binôme [Rania](#)

Pour son soutien moral, sa patience et sa compréhension tout au long de ce projet.

A [Blida girls](#)

Pour tous les instants inoubliables que j'ai passé avec vous. Je vous souhaite le succès dans vos vies.

A mes [amis](#) et à tous ceux qui m'aiment.

Qu'ils trouvent dans ce travail l'expression de mon affection et ma grande admiration.



Sommaire

I-Etude bibliographique

I.1 Introduction :.....	4
1.2 Les nanomatériaux	4
1.2.1 Les nanoparticules :	4
1.2.2 Classification des nanoparticules	5
I.3 Caractéristiques des Nanoparticules.....	6
I.3.1 La taille	6
I.3.2 La forme	7
I.3.3 L'agrégation et l'agglomération	7
I.4 Domaines d'application des Nps :	7
I.4.1 La cosmétologie:	8
I.4.2 Le textile :	8
I.4.3 Le domaine de la santé :	8
I.5 Synthèses des nanoparticules d'argent et de leurs propriétés.....	8
I.5.1 Approche physique :	8
I.5.2 Approche chimique :	9
I.5.3 Approche photochimique :	10
1.6 Propriétés des nanoparticules d'argent.....	11
I.7 Utilisation des nanoparticules d'argent	12

II-Partie Expérimentale

2.1/ Introduction.....	14
2.2/ Réactifs utilisés :	15
2.3/ Préparation des nanoparticules d'argent par la méthode de réduction chimique (Méthode de Turkevich) :	16
2.4/ Présentation des résultats obtenus	18
2.5 Préparation des Ag-Nps selon la méthode Brust :	20
2.6 Présentation des résultats obtenus avec la méthode de Brust :	21

2.7 Caractérisation électrique des suspensions d'argent :.....	23
2.8 Caractérisation morphologique des particules d'Ag par MEB :	24
2.9 Analyse microbiologique	27
3 Conclusion générale	29

Table de figures

Figure 1: Illustration montrant quelques nanoparticules (origine organique et inorganique)	6
Figure 2: Different types de nanoparticules	6
Figure 3: Action des Ag-Nps sur la cellule bactérienne.....	12
Figure 4: Applications médicales des Ag-Nps	13
Figure 5: Echantillons des produits chargés en nanoparticules d'argent qui ont été préparés.	18
Figure 6: Spectres d'absorption dans l'UV-Vis des différentes solutions préparée.....	19
Figure 7: Les échantillons des produits chargés en nanoparticules d'argent avec la méthode au borhydrure de sodium (méthode de Brust).	21
Figure 8: Spectres d'absorption dans l'UV-Vis des Ag-NPs utilisant (a) 10 mL et (b) 5 mL d'AgNO ₃	22
Figure 9: Ag-NPs (a) fraîchement préparés et (b) après 1 semaine de la synthèse	23
Figure 10: Illustration microscopique des nanoparticules d'argent	25
Figure 11: Antibiogrammes obtenus avec une suspension de particules d'argent, avec respectivement <i>Candida albicans</i> , <i>Staphylococcus epidermidis</i> , <i>Pseudomonas</i> , <i>Bacillus subtilus</i> , <i>Escherichia coli</i> et <i>Salmonella</i> . (Tests effectués sur des échantillons issus des méthodes de Turkevich et de Brust à 5 & 10ml.)	27

Liste des Abréviations

NP : nanoparticules

Ag : argent

Na : sodium

Cl : chlore

H : hydrogène

C : carbone

O : oxygène

N : azote

NaCl : chlorure de sodium

AgNO₃ : nitrate d'argent

AgNP_s : nanoparticule d'argent

CaF₂ : fluorure de calcium

PVA : polyvinyle alcool

PVP : polyvinyle pyrrolidone

RMN : résonance magnétique nucléaire

UV : ultra-violet

NaBH₄ : borohydrure de sodium

MEB : Microscope électronique à balayage

EDX : Energie dispersive des rayons x

Introduction générale

Le domaine des nanosciences et des nanotechnologies présente actuellement des développements des plus prometteurs des sciences de la matière dans des secteurs aussi variés que la médecine, la pharmacie, l'électronique ou la biologie. Il est fondamentalement de nature interdisciplinaire[1].

Ce domaine important de la recherche moderne traite de la conception, de la synthèse et de la manipulation de la structure des particules allant de 1 à 100 nm environ. La croissance fulgurante de cette technologie émergente a ouvert de nouvelles frontières fondamentales et appliquées, y compris la synthèse de matériaux à l'échelle nanométrique et l'exploration ou l'utilisation de leurs propriétés physicochimiques et optoélectroniques exotiques. La nanotechnologie prend rapidement et réellement de l'importance dans un certain nombre de domaines tels que les soins de santé, les cosmétiques, les denrées alimentaires et les aliments pour animaux, l'environnement, la mécanique, l'optique, les sciences biomédicales, les industries chimiques, l'électronique, les industries spatiales, les sciences de l'énergie, l'optoélectronique et la catalyse.

Par définition, un nanomatériau étant un matériau composé ou constitué de nano-objets dont l'une, au moins, des trois dimensions physiques est comprise entre 1 et 100 nm et présentant de propriétés spécifiques à l'échelle nanométrique. Ces nano-objets qui se produisent dans une incroyable diversité de forme et de nature peuvent être répertoriés en termes de dimensions des nanostructures impliquées en trois catégories :

- **Nanoparticules** : sont des nano-objets dont les trois dimensions sont à l'échelle nanométrique, par exemple : oxyde de zinc.
- **Nanofibres, nanotube** : sont rapportés à des nano-objets dont deux dimensions se trouvent à l'échelle nanométrique.
- **Nano-feuillets** : qui définissent des nano-objets dont une dimension est à l'échelle nanométrique [2].

Les nanoparticules (Nps) peuvent être d'origine métallique (Ag, Au, ZnO, TiO₂), organique (C, polymères, biopolymères, ...etc.). En outre, en suspension, elles peuvent se présenter sous la forme de particules isolées ou d'agrégats, selon les conditions [3].

D'une manière générale, les caractéristiques des nanomatériaux, telles que la taille, la forme, la distribution des tailles, la surface, la forme, la solubilité, l'agrégation, etc. doivent être évaluées avant d'évaluer la toxicité ou la biocompatibilité pour une application quelconque [4]. De nombreuses techniques analytiques sont recommandées ici, notamment la spectroscopie ultraviolet visible, la diffractométrie des rayons X (XRD), la spectroscopie infrarouge (FTIR), la spectroscopie photo électronique à rayons X (XPS), la diffusion dynamique de la lumière (DLS), la microscopie électronique à balayage (MEB), la microscopie électronique à transmission (TEM), etc. En outre, souvent l'activité biologique des nanomatériaux en général dépend de facteurs tels que les propriétés de surface, la taille, la forme et la morphologie des particules, composition des particules, le taux de dissolution, la réactivité des particules en solution, etc.

Dans ce projet nos investigations sont destinées à la préparation et la caractérisation de nanoparticules d'argent en vue d'évaluer leur potentiel dans le domaine des antimicrobiens.

CHAPITRE I :

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1 Introduction :

Dans ce premier chapitre de notre étude, nous présentons quelques aspects directeurs sur les nanomatériaux et les nanotechnologies en restant exhaustifs sur tout ce qui a relation avec les nanoparticules métalliques et d'argent en particulier.

Comme nous l'avons déjà signalé en introduction générale, la nanoscience est l'étude des choses extrêmement petites et elle est de nature interdisciplinaire, comme dans le domaine de la chimie, de la biologie, de l'ingénierie, de la biotechnologie et des sciences des matériaux[1].

1.2 Les nanomatériaux

Un nanomatériau est comme un matériau composé ou constitué de nano-objets (dont l'une au moins des trois dimensions physiques est comprise entre 1 et 100 nm) et présentant de propriétés spécifiques de l'échelle nanométrique. Ces nano-objets peuvent être répertoriés en termes de dimensionnement des nanostructures impliqués sous trois catégories :

- Les nanoparticules : sont des nano-objets dont les trois dimensions sont à l'échelle nanométrique, par exemple : oxyde de zinc.
- Les nano fibres, nanotube : sont rapporté à des nano-objets dont deux dimensions sont à l'échelle nanométriques.
- Les nano-feuillets : qui définissent des nano-objets dont une dimension à l'échelle nanométrique [2].

1.2.1 Les nanoparticules :

Les nanoparticules synthétiques sont des particules solides dont une des dimensions au moins est inférieure à 100 nm (1 nano-mètre = 1 millionième de millimètre). Elles peuvent être fabriquées dans une incroyable diversité de forme et de nature (figures 1 et 2). Elles sont composées d'éléments métalliques ou d'oxydes métalliques (nanoparticules inorganiques comme celles d'argent ou de dioxyde de titane) ou encore de carbone (nanoparticules

organiques). Leur forme (tubulaire, sphérique, lamellaire, fibreuse) et leurs propriétés de surface (brute ou modifiée chimiquement) peuvent fortement varier. En suspension, elles peuvent d'autre part se présenter sous la forme de particules isolées ou d'agrégats, selon les conditions [3].

I.2.2 Classification des nanoparticules

Les nanoparticules sont globalement classées en quatre catégories différentes :

- 1) Nps OD : matériaux de dimension zéro mesurés dans la gamme des nano dans toutes les dimensions telles que certains amas, nano coques, etc.
- 2) Nps 1D : système unidimensionnel, les tailles sont comprises entre 1 et 100 nm et ont une seule couche, utilisées dans divers domaines comme les cellules solaires. Elles contribuent à de nombreuses applications techniques comme les bio-capteurs, les dispositifs de stockage d'énergie et les systèmes à fibre optique.
- 3) Nps 2D : par ex. nanotubes de carbone
- 4) Nps 3D : par ex. dendrimères, fullerènes C60, points quantiques, etc.[5]

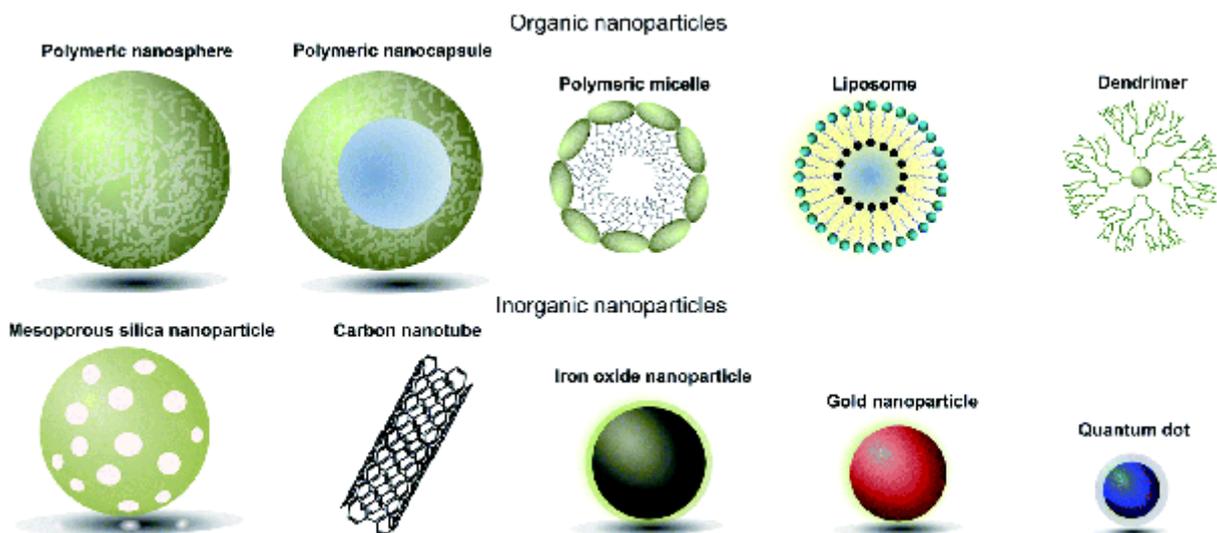


Figure 1: Illustration montrant quelques nanoparticules (origine organique et inorganique)

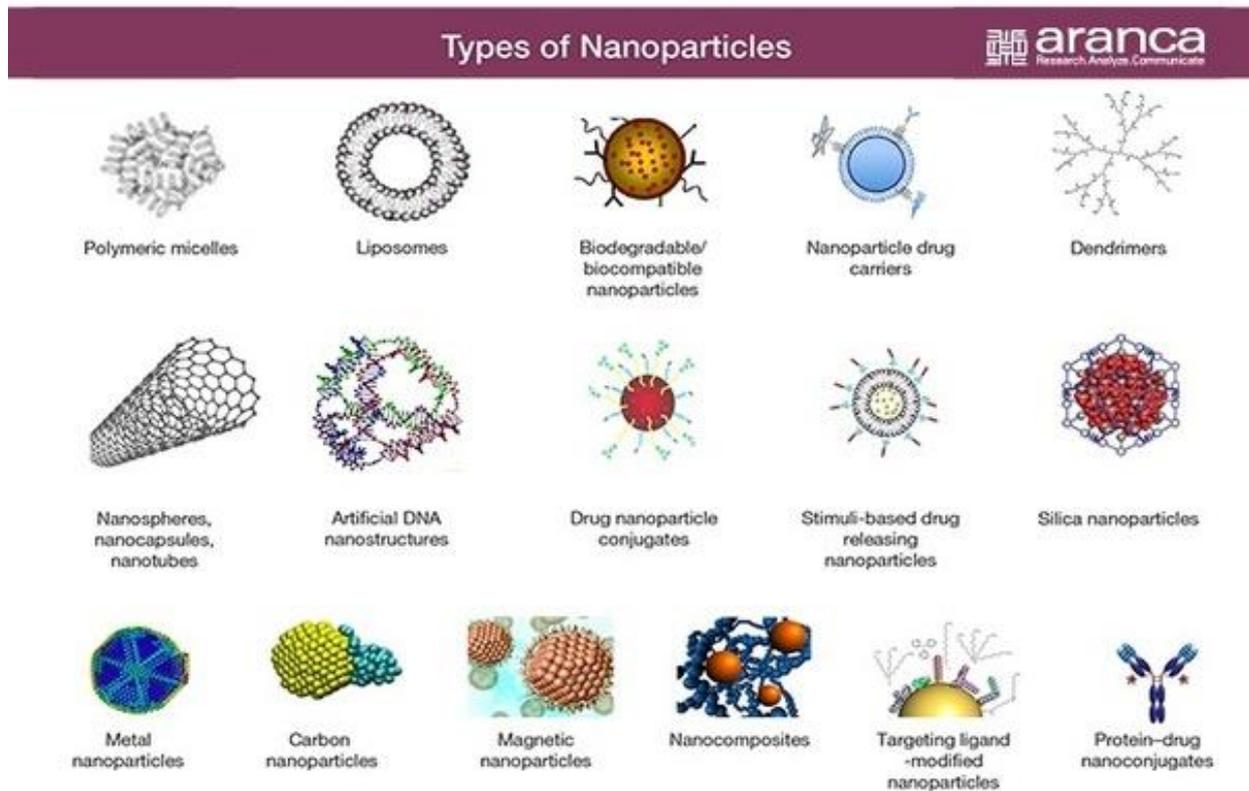


Figure 2: Different types de nanoparticules

I.3 Caractéristiques des Nanoparticules

Les Nanoparticules ont des caractéristiques très différentes de celles des atomes ou des autres matériaux. Elles leurs sont spécifiques, et nous permettent de les classer. Les principales caractéristiques des Nps sont :

I.3.1 La taille : La taille joue un rôle très important dans la réactivité des particules. Par exemple, pour les atomes d'Arsenic avec les particules d'oxyde de fer, plus le diamètre est petit, plus leur capacité dans la rétention des atomes d'Arsenic sera forte [6].

Grâce à leur taille infiniment petite, les Nps ont la particularité d'avoir deux types de dispersion :

- ❖ Monodispersion : constituée de particules ayant la même taille
- ❖ Polydispersion : constituée de particules ayant une gamme de plusieurs tailles plus ou moins importantes.

I.3.2 La forme : Les Nanoparticules sont caractérisées par leurs diverses formes (sphériques, tubes, plaques...), tellement nombreuses qu'il est difficile de les classer simplement.

I.3.3 L'agrégation et l'agglomération : Grâce à leur surface particulière et selon le milieu dans lequel elles se trouvent, les Nps peuvent se présenter en général sous trois formes :

- Nanoparticules primaires
- Agglomérats : ce sont des liaisons de Nps primaires par des liaisons très faibles telles que les liaisons de type Van Der Waals.
- Agrégats : ce sont des liaisons des Nps primaires par des liaisons chimiques très fortes telles que les liaisons de covalence.

I.3.4 La surface spécifique : On entend par « surface spécifique » la surface réelle totale d'une particule par unité de masse de produit par rapport à sa taille apparente. La particularité de la surface d'une Np réside dans le fait que la plupart de ces atomes se trouvent sur la surface ce qui va lui conférer une réactivité surprenante avec le milieu où elle se présente [5]. Grâce à cette caractéristique, plus la surface spécifique augmente, plus la taille des particules diminue, donc, plus leur réactivité chimique et biologique va augmenter. Les propriétés physico-chimiques particulières et souvent spectaculaires résultant des Nps ont permis la création de nouveaux produits et des applications nouvelles et cela dans plusieurs domaines d'activité. [7]

I.4 Domaines d'application des Nps :

De nos jours, l'utilisation des Nps est visible dans différents domaines, et cela grâce à leurs propriétés particulières. Parmi les plus importants domaines de leur utilisation, on peut citer :

I.4.1 La cosmétologie : De plus en plus des Nps sont exploitées en cosmétique. Aujourd'hui, on les trouve dans plusieurs produits; des crèmes anti-âge aux crèmes antisolaires, en passant par le maquillage, etc. On utilise le plus souvent des Nps lipophiles qui vont permettre la pénétration des principes actifs dans la peau pour tout ce qui est crème. Egalement dans certains dentifrices, on trouve des Nps de Fluorure de calcium (CaF_2).

I.4.2 Le textile : Le secteur du textile a connu une grande avancée ces dernières années. En effet, les industries du textile utilisent de plus en plus de Nps dans les tissus et produits textiles pour leurs diverses propriétés, pour améliorer leur performance ou pour leur conférer de nouvelles applications [8].

I.4.3 Le domaine de la santé : Les Nps n'ont pas seulement touché les secteurs industriels, agroalimentaires ou cosmétologiques, mais également le secteur de la santé. Suite aux nouveaux challenges de la santé, la nano-médecine se développe depuis des années. Elles sont utilisées dans les thérapies cliniques pour plusieurs maladies. Aujourd'hui, on trouve des Nps dans la plupart des dispositifs médicaux tels que les pansements, les implants, les prothèses, etc. Les pansements à base de Nps d'argent permettent une bonne cicatrisation des plaies dans des conditions parfaitement antiseptiques.

I.4.4 Dans le diagnostic : L'évolution des nanotechnologies dans le domaine médical a permis d'envisager une révolution dans le domaine du diagnostic des maladies et des analyses, et notamment en imagerie médicale pour la détection des cancers. Des nanoparticules sont, par exemple, utilisées dans les agents de contraste pour la RMN, en imagerie optique et en photothérapie.

I.5 Synthèses des nanoparticules d'argent et de leurs propriétés

I.5.1 Approche physique :

Dans cette approche, les Ag-Nps sont généralement préparées par processus de vaporisation ou de condensation, ce qui pourrait être possible en maintenant le tube du four à la pression atmosphérique. Les substances contenues dans un récipient fixe ont été évaporées dans le gaz vecteur dans le four. Les particules nanométriques de divers matériaux, à savoir Cu, Ag, Zn, Sn et Pb, le fullerène ont été synthétisées selon cette procédure. Par conséquent,

la génération de nanomatériaux à travers le four présente de nombreux inconvénients car une particule en forme de cylindre occupe un espace énorme, consomme une énorme quantité d'énergie, augmente la chaleur de l'environnement et il faut une longue période pour atteindre la stabilité thermique. Un four à cylindre distinctif nécessite une consommation d'énergie de plusieurs kilowatts, une période de chauffage de 10 min pour obtenir une température stable.

En outre, les Ag-Nps ont été produits à l'aide de l'ablation au laser des matériaux en vrac dans une solution. L'avantage de la méthode laser par rapport aux autres méthodes est qu'il n'y a pas de réactif chimique en solution et que des colloïdes purs peuvent être synthétisés. En général, la préparation physique des Ag-Nps utilise l'énergie physique. Ce type d'approche peut permettre la fabrication d'une grande quantité de produit en une seule opération et produire efficacement des Nps sous forme de cendres [9].

I.5.2 Approche chimique :

Outre les approches décrites ci-dessus, la réduction chimique est la méthode la plus courante en raison de sa commodité et de son équipement simple. Le contrôle de la croissance des Nps métalliques est nécessaire pour obtenir des particules de petite taille avec une forme sphérique et une distribution étroite en diamètre. Il est bien connu que les Nps d'argent peuvent être produites par réaction chimique à faible coût et avec un rendement élevé. Dans cette revue, nous décrivons plusieurs méthodes de synthèse chimique. Généralement, le processus de synthèse chimique des Ag-Nps en solution emploie habituellement (1) des précurseurs métalliques, (2) des agents réducteurs et (3) des agents stabilisants. La formation de solutions colloïdales à partir de la réduction des sels d'argent implique deux étapes de nucléation et de croissance ultérieure. Il est également montré que la taille et la forme des particules synthétisées dépendent fortement des conditions de ces étapes. En outre, pour la synthèse de Nps mono dispersées avec une distribution de taille uniforme, tous les noyaux doivent se former en même temps. Dans ce cas, ceux-ci sont susceptibles d'avoir la même taille ou une taille similaire, puis ils auront la même croissance ultérieure. La nucléation initiale et la croissance ultérieure des noyaux initiaux peuvent être contrôlées en ajustant les paramètres de réaction tels que la température, le pH, la nature et la concentration des précurseurs, les agents réducteurs (tels que NaBH_4 , l'éthylène glycol, le glucose, ...etc.) et les agents stabilisants (tels que le PVA, la PVP, l'oléate de sodium, ...etc.) [9].

I.5.3 Approche photochimique :

Les stratégies de synthèse photo-induites ont également été développées. Par exemple, Huang et Yang ont synthétisé des Ag-Nps via la photo-réduction d'une solution de AgNO_3 dans des suspensions d'argile inorganique en couches, ce dernier sert d'agent stabilisant empêchant l'agrégation des nanoparticules. L'irradiation a désintégré les Ag-Nps en une taille plus petite avec une distribution monomodale jusqu'à ce qu'une distribution de taille et de diamètre relativement stable soit obtenue [9]. Cependant, il semble que sur le plan expérimental, cette méthode s'avère coûteuse.

I.5.4 Approche biologique :

Récemment, les méthodes de biosynthèse utilisant des agents d'origine naturelle à pouvoir réducteur tels que les polysaccharides, les microorganismes tels que les bactéries et les champignons ou les extraits de plantes, sont apparues comme une alternative simple et viable aux procédures de synthèse chimique plus complexes pour obtenir des Ag-Nps. A titre d'exemple, il a été rapporté que l'extrait de thé vert (*Camellia sinensis*) utilisé comme agent réducteur et stabilisant pour produire des nanoparticules d'Ag en solution aqueuse dans des conditions ambiantes en présence d'un surnageant de culture de *Bacillus licheniformis* [10]. Les Ag-Nps synthétisées sont très stables et cette méthode présente des avantages par rapport aux autres méthodes car l'organisme utilisé ici est une bactérie non pathogène.

La méthode biologique fournit un large éventail de ressources pour la synthèse des Ag-Nps et cette méthode peut être considérée comme une méthode de synthèse de nanoparticules avec des avantages par rapport aux voies chimiques conventionnelles de synthèse et comme une approche respectueuse de l'environnement ainsi qu'une technique à faible coût. Cependant, il n'est pas facile d'en produire une grande quantité.

1.6 Propriétés des nanoparticules d'argent

Les nanoparticules d'argent comprennent des structures de taille nanométrique formées à partir d'atomes d'argent liés entre eux par voie métallique. Les particules présentent des propriétés physiques, optiques et chimiques différentes en raison de la dominance de la mécanique quantique. L'activité antibactérienne de l'argent est bien connue, attestée par son utilisation clinique actuelle dans le traitement des brûlures [11]. Il est admis que l'argent et les Nps en solution aqueuse libèrent des ions argent, qui sont biologiquement actifs et modifient en fait l'effet bactéricide [12]. Ce mécanisme n'a pas été entièrement élucidé, mais les observations d'études récentes ont mis en lumière les interactions impliquées [4]. On pense que les ions argent interagissent avec trois composants principaux de la cellule bactérienne pour produire l'effet bactéricide: la paroi cellulaire du peptidoglycane [13] et la plasmamembrane [14]; l'ADN bactérien (cytoplasmique) et des protéines bactériennes [13], en particulier des enzymes impliquées dans des processus cellulaires vitaux tels que la chaîne de transport d'électrons (Figure 1). Il existe des preuves substantielles montrant à la fois l'activité antibactérienne des Ag-Nps et la toxicité potentielle de celles-ci pour l'homme [15].

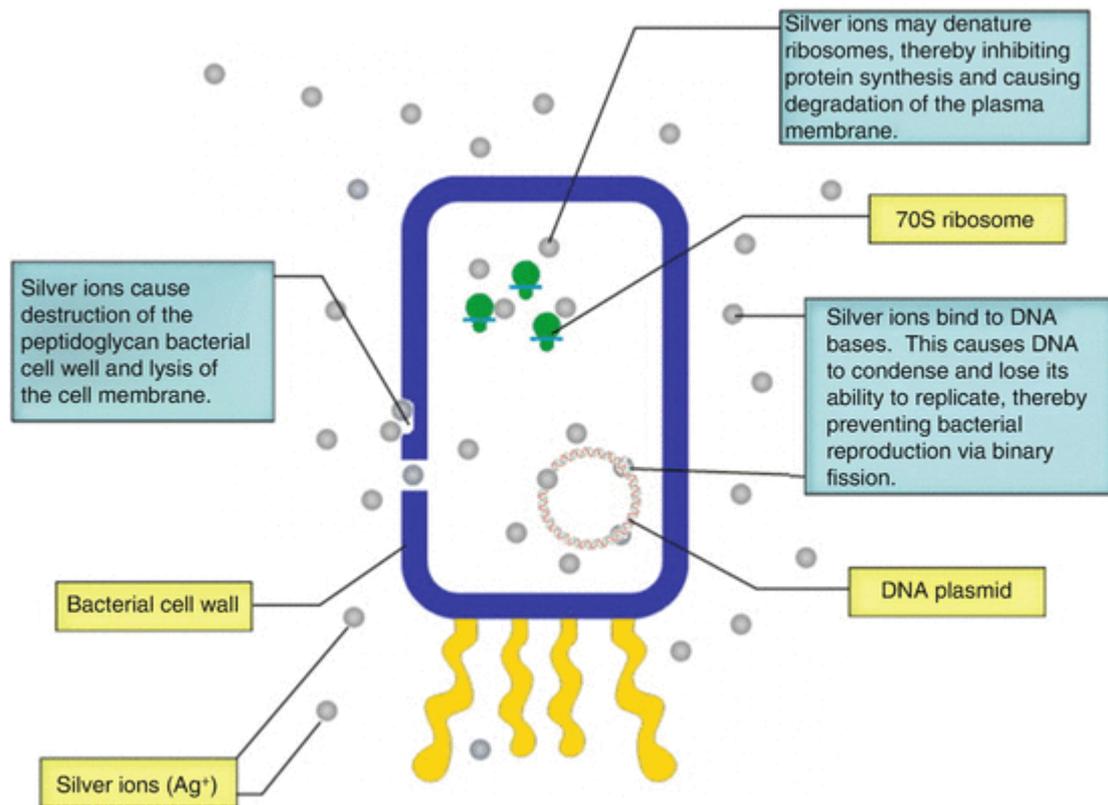


Figure 3: Action des Ag-Nps sur la cellule bactérienne (23)

I.7 Utilisation des nanoparticules d'argent

Les Ag-Nps émergent comme un agent antibactérien de nouvelle génération [16], augmentant l'action des antibiotiques et les désinfectants pour le revêtement des dispositifs médicaux. Les pansements à base de ces Nps sont déjà disponibles dans le commerce (ActicoatTM) et en usage clinique actuel [17]. Leur utilisation comme additif ou revêtement antibactérien dans une gamme de cathéters [17,18] et dans le ciment osseux [20] a été reportée. Elles peuvent également être utilisées dans les gels pour les mains [21] et les peintures [22] comme désinfectant antibactérien à effet prolongé.

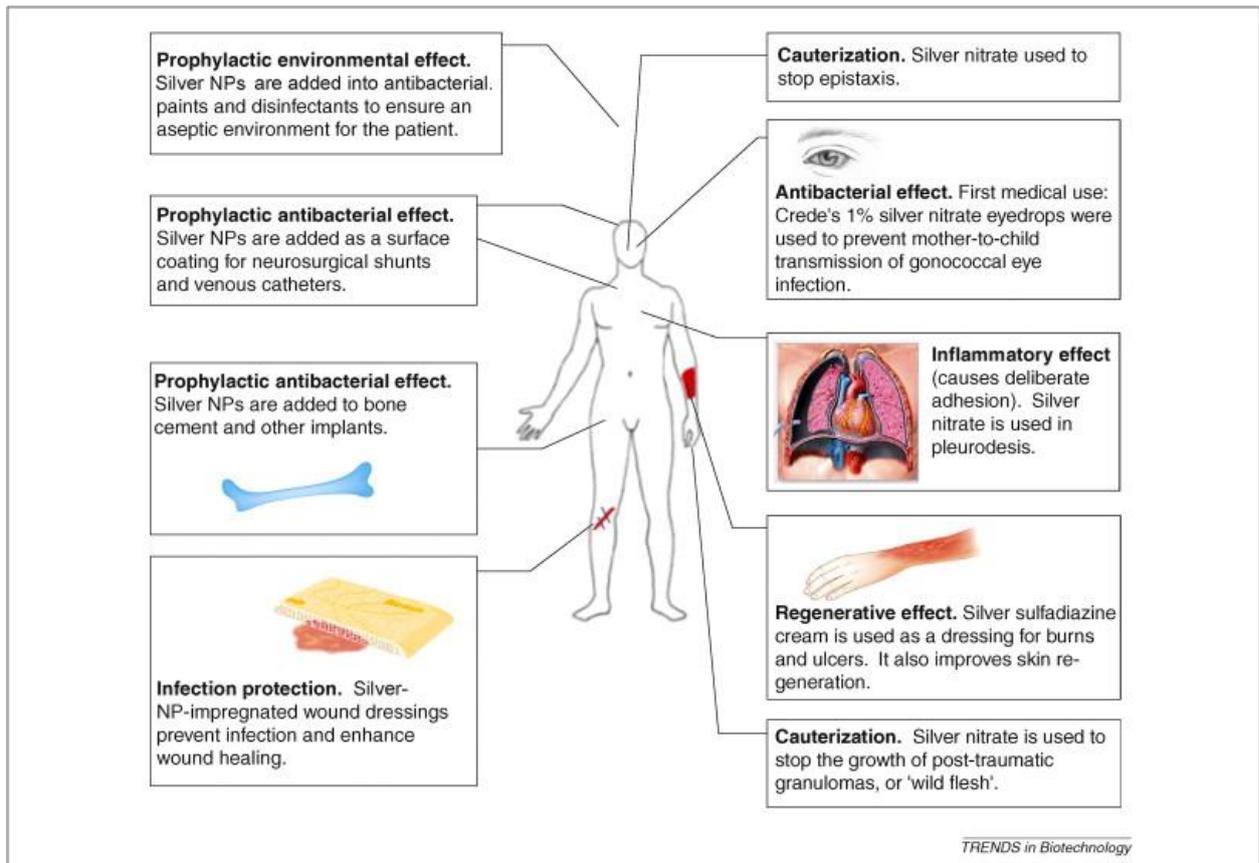


Figure 4: Applications médicales des Ag-Nps

CHAPITRE II :

PARTIE EXPÉRIMENTALE

2.1/ Introduction

Dans cette partie de notre étude nous allons décrire des procédures de synthèse chimique et de caractérisation des Nps d'argent que nous avons conduit au laboratoire. Les deux méthodes de synthèse les plus communes ont été suivies : la méthode de Turkevich (1951), dans laquelle le nitrate d'argent se trouve réduit par le citrate de sodium et la La méthode Brust (1994) dans laquelle le borohydrure de sodium, NaBH_4 , est l'agent réducteur.

Dans tous les cas, l'agent réducteur réduit les ions argent (Ag^+) ce qui conduit à la formation d'argent métallique (Ag^0), qui est suivie par une agglomération en amas oligomérique (cluster métallique), ensuite, de particules nanométriques d'argent colloïdal.

2.2/ Réactifs utilisés :

méthode de Turkevich	méthode Brust
<ul style="list-style-type: none">• nitrate d'argent (AgNO_3) <p>- acide citrique - chlorure de sodium (NaCl)</p>	<ul style="list-style-type: none">- nitrate d'argent (AgNO_3)- borohydrure de sodium (NaBH_4)

- ***Dosage volumétrique du nitrate d'argent selon la méthode de précipitation au chlorure de sodium :***

La concentration de la solution de nitrate d'argent préparée selon la procédure habituelle (pesée et dissolution) est vérifiée par titrage volumétrique selon la méthode de précipitation aux halogénures (dans ce cas le Cl^-).

- ***Préparation de la solution de NaCl (0.1N) :***

Une masse de 0.58g de chlorure de sodium sec est pesée à l'aide d'une balance de précision, ensuite dissoute dans une fiole jaugée à 100 ml.

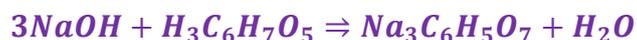
- ***Préparation de la solution d' AgNO_3 (0.1N) :***

Une masse de nitrate argent correspondant à 8.49g est dissoute dans 500 ml d'eau distillée. Un volume de 20 ml de la solution de NaCl préparée précédemment (prélevé à l'aide d'une

pipette) est dilué à 100ml, puis on rajoute 0.5ml d'indicateur coloré (chromate de potassium) et on titre par la solution de nitrate d'argent jusqu' au changement de couleur au jaune brun.

- *Préparation de la solution citrate de sodium :*

Par neutralisation de acide citrique ($H_3C_6H_7O_5$), acheté dans le commerce, par l'hydroxyde de sodium (NaOH).



A 2.33g de NaOH, on ajoute 5g d'acide citrique et l'ensemble est dissout dans 10ml d'eau distillée sous agitation et chauffage jusqu'à évaporation à 100 °C. La masse solide des cristaux de citrate de sodium est récupérée.

- *Nitrate d'argent (1mM) :*

On dissout 0.017g de nitrate d'argent dans 100ml d'eau distillée. La solution est conservée à l'abri de la lumière.

- *Citrate de sodium (10mM) :*

0.05g de citrate de sodium séché est dissoute dans 20ml d'eau distillée.

2.3/ Préparation des nanoparticules d'argent par la méthode de réduction chimique (Méthode de Turkevich) :

Dans cette préparation, plusieurs manipulations ont été effectuées afin d'observer notamment l'influence du temps et de la concentration comme il est montré dans le tableau suivant :

Manipulation 1	Manipulation 2	Manipulation 3
<ul style="list-style-type: none"> ▪ Une masse de 0,05g de citrate de sodium est dissoute dans 20ml d'eau distillée. ▪ une solution de nitrate d'argent (0,017g dans 100ml) est préparée. ▪ On chauffe à température 80°C 60ml de la solution aqueuse de nitrate d'argent pendant 15 minutes puis on rajoute lentement 6ml de la solution de citrate de sodium à raison d'une goutte par seconde sous agitation pendant une heure. 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ On pèse 1.2g hydroxyde de sodium. Cette quantité est ensuite dissoute dans 500ml d'eau ▪ Une masse de 2.58g d'acide citrique est dissoute dans 500 ml d'eau. ▪ Ensuite, on mélange les deux solutions avec agitation pour former la solution de citrate de sodium. ▪ On chauffe à 80°C 60ml de la solution de nitrate d'argent pendant 15 minutes puis on rajoute 6ml progressivement de la solution de citrate de sodium à raison d'une goutte par seconde sous agitation pendant une heure. 	<p>Procéder de la même façon que la deuxième manipulation en changeant uniquement le volume de la solution de nitrate d'argent (40ml).</p>

2.4/ Présentation des résultats obtenus

Le produit (suspension de nanoparticules) obtenu à la suite des trois manipulations décrites ci-dessus est présenté dans la figure suivante. Il est bien clair que ces produits présentent un certain trouble et une coloration brune qui indiquent que des nanoparticules d'argent ont été réellement produites.

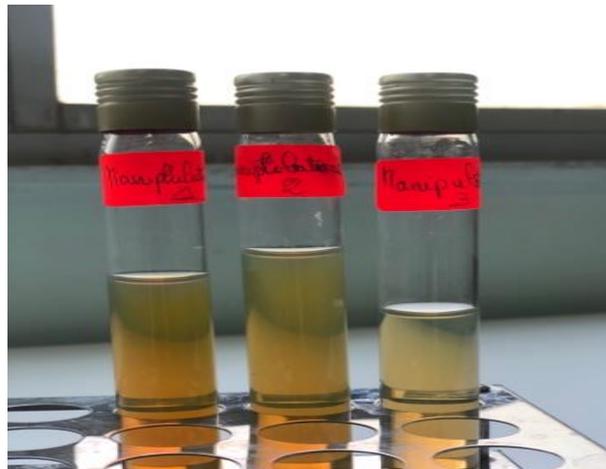


Figure 5: Echantillons des produits chargés en nanoparticules d'argent qui ont été préparés.

Des mesures spectroscopiques (UV-Vis et DRX) et électrique (conductibilité) ont été essayées sur les des échantillons des produits chargés en nanoparticules d'argent. Pour la DRX, il s'avérait que la quantité du solide obtenue (après filtration et séchage) n'était pas suffisante pour effectuer une mesure. Les mesures en UV-Vis (figure ci-dessous) confirment la formation de nanoparticules d'argent. En effet les spectres obtenus montrent un pic d'absorption maximale vers 460 nm qui est caractéristique.

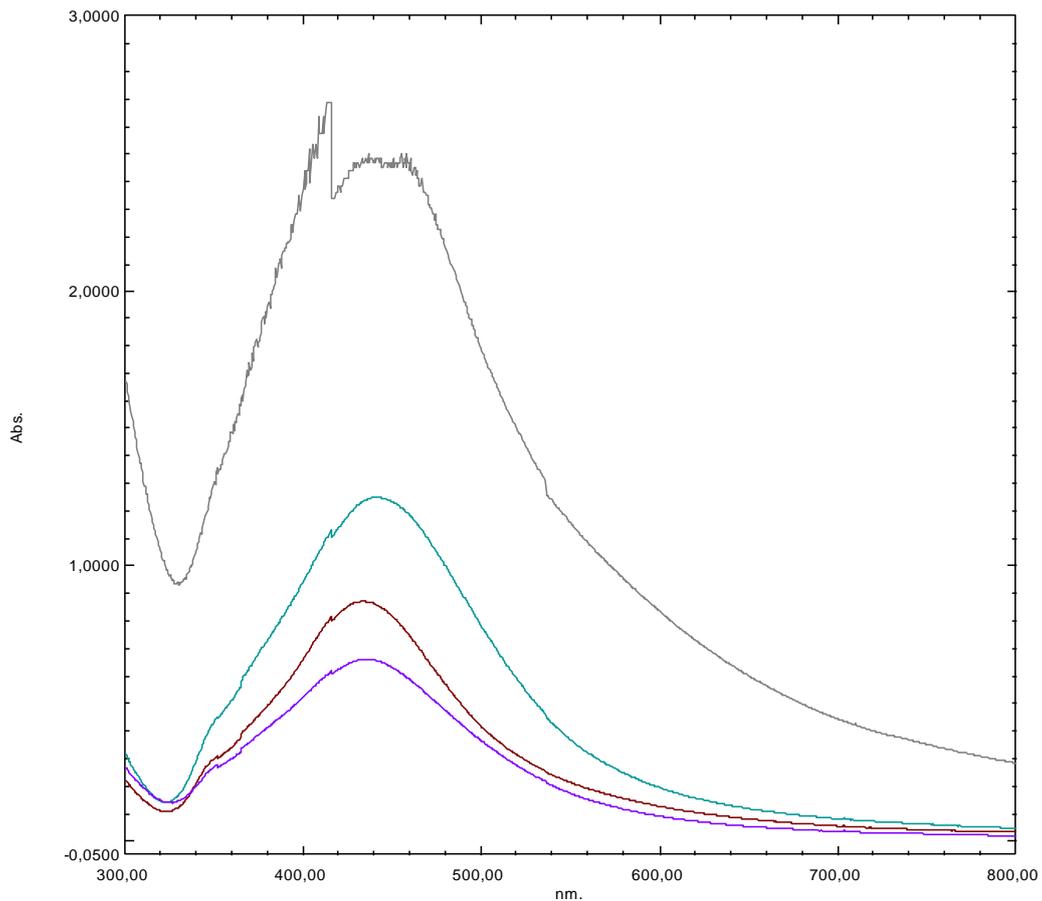
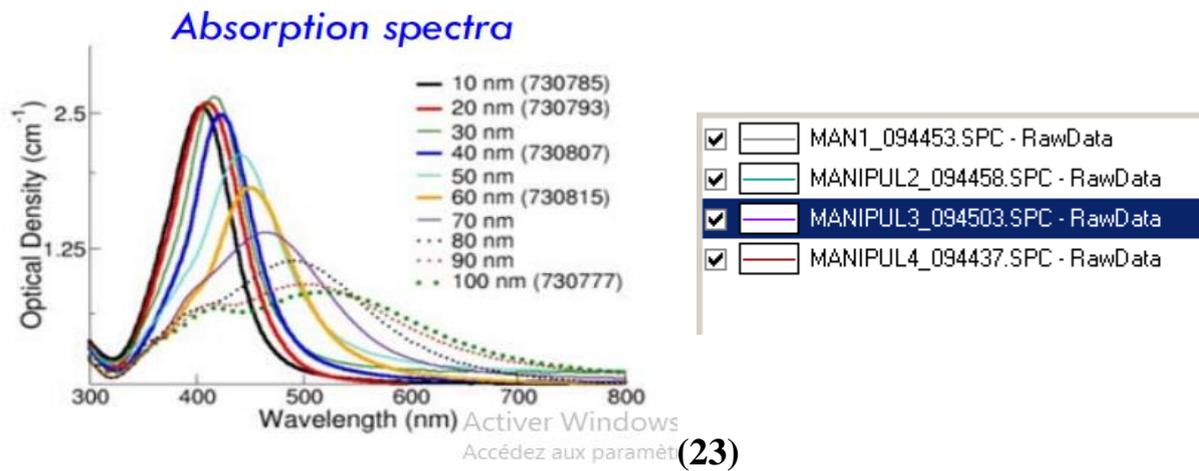


Figure 6: Spectres d'absorption dans l'UV-Vis des différentes solutions préparée



Nous remarquons un léger décalage (shift) vers la droite de l'ordre de 3 nm, entre les pics des deux courbes (rouge et violet). Ceci s'explique par le nombre croissant des nanoparticules d'argent (solution finale) qui évolue proportionnellement avec la concentration des solutions de départ et le changement de temps lors des différentes manipulations. Nous remarquons également un pic très important de la manipulation 1 (noir) qui nous informe sur la présence

des nanoparticules de taille relativement très petite d'environ 10-20nm. Ces observations, bien que simples, nous permettent de dire qu'effectivement la concentration et le temps sont des facteurs opérationnels importants dans la formation de particules d'argent de taille spécifique.

2.5 Préparation des Ag-Nps selon la méthode Brust :

Un grand excès de NaBH₄ était nécessaire pour réduire l'argent ionique et stabiliser les nanoparticules d'argent formées. Différents volumes de nitrate d'argent 0,001 M ont été ajoutés goutte à goutte (environ 1 goutte par seconde) à 30 ml d'une solution de borohydrure de sodium 0,002 M qui avait été refroidi dans un bain de glace. Le mélange réactionnel était agité vigoureusement sur un agitateur magnétique. La solution vire au jaune clair après l'ajout de 2 ml de nitrate d'argent et au jaune plus clair lorsque tout le volume du nitrate d'argent avait été ajouté.



L'ensemble du processus d'ajout a pris environ 3 minutes, après quoi l'agitation a été arrêtée.

Les différentes expériences effectuées selon cette méthode chimique sont décrites dans le tableau suivant :

Manipulation 1	Manipulation 2	
tout d'abord un volume de nitrate d'argent 10 ml est versé goutte à goutte dans une solution de borohydrure de sodium NaBH ₄ (30ml) sous agitation et chauffage jusqu'à changement de couleur, ensuite, il a été retiré de l'appareil de chauffage et agité jusqu'à ce qu'il refroidisse.	Procéder de la même façon que la première manipulation en changeant uniquement le volume de la solution nitrate d'argent 10 ml (5ml).	

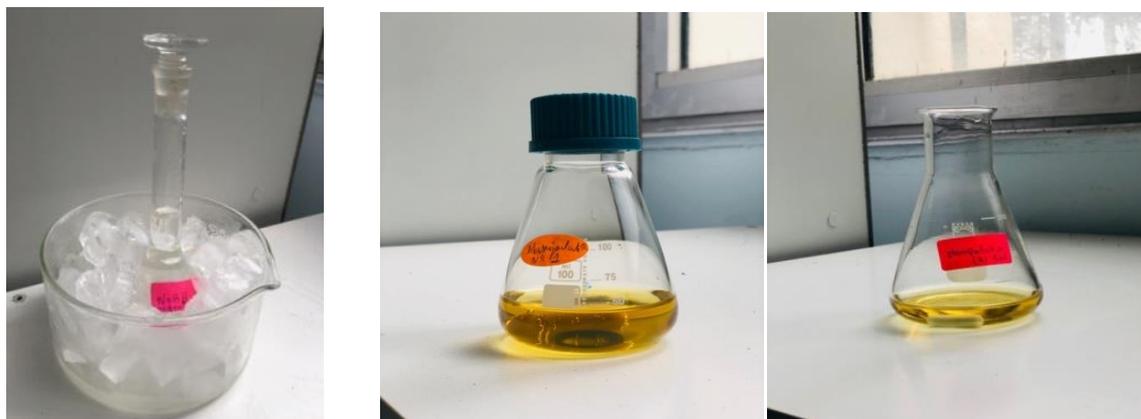


Figure 7: Les échantillons des produits chargés en nanoparticules d'argent avec la méthode au borohydrure de sodium (méthode de Brust).

2.6 Présentation des résultats obtenus avec la méthode de Brust :

Les spectres UV-Vis de la solution colloïdale de nanoparticules d'Ag utilisant 10 ml et 5 ml d'AgNO₃ (0,001 M) ont été enregistrés et présentés dans la figure suivante (figure 8).

Les deux spectres présentent une bande d'absorption à ~ 400 nm qui est caractéristique des nanoparticules d'argent. De telles bandes de plasmon sont des propriétés physiques uniques des nanoparticules elles-mêmes. Lorsqu'un champ électromagnétique externe tel que la lumière est appliqué à un métal, les électrons de conduction se déplacent collectivement de manière à masquer la distribution de charge perturbée appelée plasma localisée près de la surface du métal. En utilisant 10 ml de solution d'AgNO₃ dans 30 ml de NaBH₄ (0,002 M), l'absorbance est égale environ à 2,2 à la longueur d'onde de 388 nm et en utilisant 5 ml de solution d'AgNO₃ dans 30 ml de NaBH₄ (0,002 M), elle est de l'ordre de 1,4 à la longueur d'onde de 388 nm.

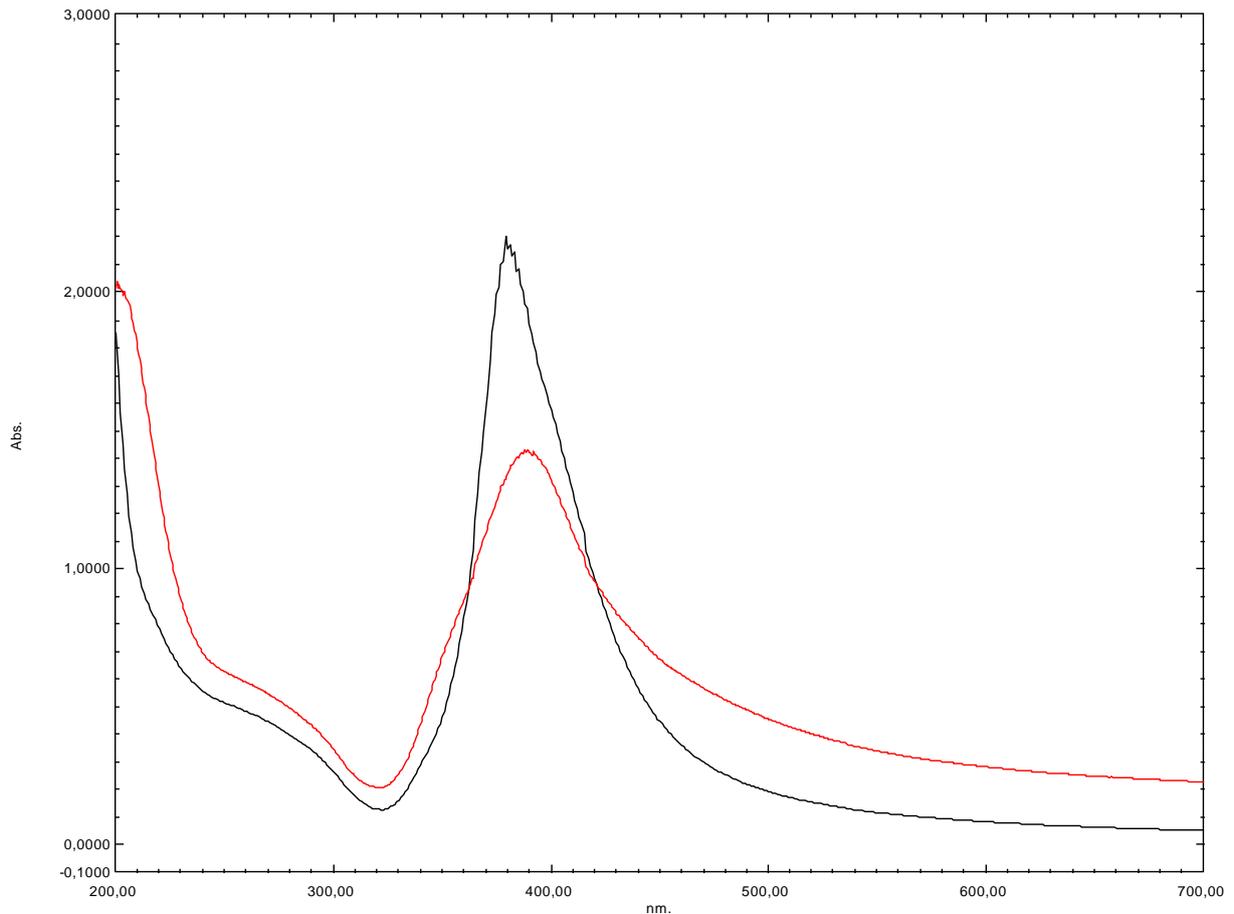


Figure 8: Spectres d'absorption dans l'UV-Vis des Ag-NPs utilisant (a) 10 mL et (b) 5 mL d'AgNO₃.

L'absorbance d'une solution de nano-colloïde d'Ag fraîchement préparée utilisant 5 ml d'AgNO₃ a donné une absorbance de 2,0 à une longueur d'onde de 388 nm (figure 9). Cependant, après une semaine, le spectre a montré un décalage vers le rouge (à environ 400 nm) avec la diminution de la valeur d'absorbance. L'absorbance s'est avérée être de 1,65. Le pic d'absorption est devenu plus large lorsque le spectre a été enregistré après une semaine de préparation. Cela indique qu'il y'a une évolution probable des Ag-Nps qui pourraient, par exemple, s'agréger dans le temps le temps. Bien évidemment un tel propos demande plus d'investigations et d'analyses.

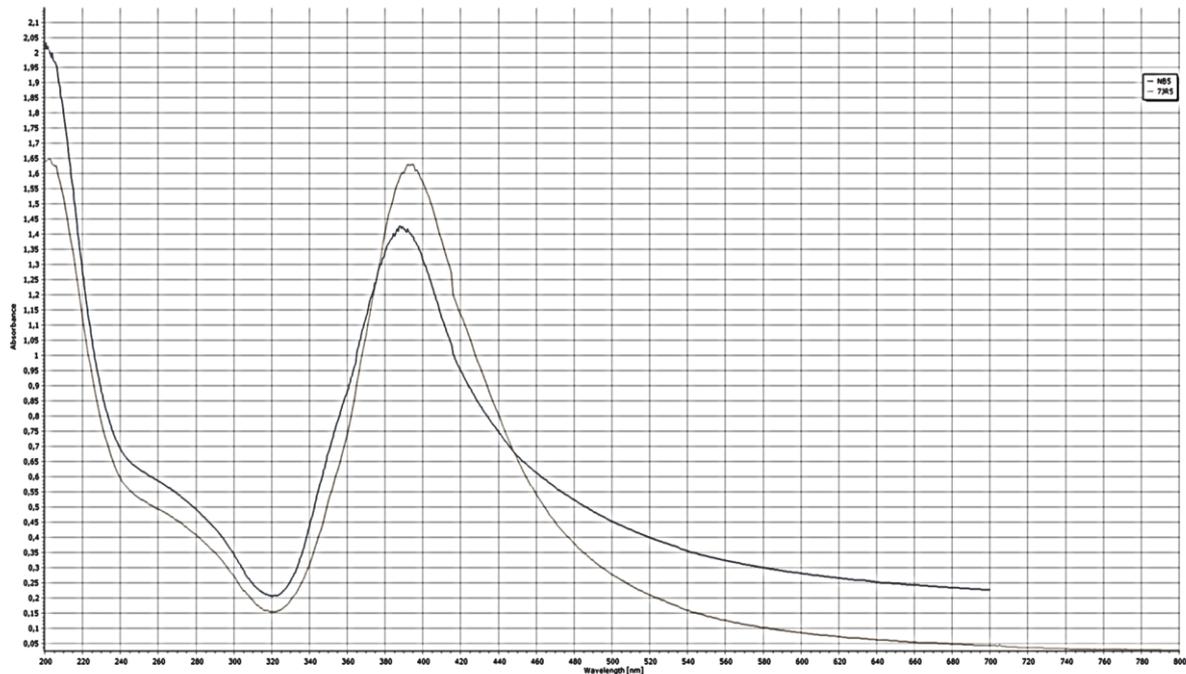


Figure 9: Ag-NPs (a) fraîchement préparés et (b) après 1 semaine de la synthèse

2.7 Caractérisation électrique des suspensions d'argent :

Des mesures conductimétriques ont été réalisées sur les produits à base de Ag-Nps préparés par voie chimique selon les procédures décrites précédemment. Les valeurs obtenues avec un appareil de marque Martini montrent bien que ces solutions colloïdales sont hautement conductrices. En effet, avec des valeurs de 156.9 (18.6°C), 158.7 (17.7°C), 146.3 μS (19.1°C) obtenues avec les manipulations 1, 2 et 3 de la méthode de Turkevich (voire en 2.3),

Comparaison entre la courbe des conductivités des nanoparticules d'argent et celle de l'argent ionique aqueux.

Nous constatons que l'allure des deux courbes est semblable et dans les deux cas les conductivités augmentent avec la concentration. Nous remarquons également un léger saut de 40-80 μS pour la première courbe et au niveau de 40-60 μS pour la deuxième. De ce fait, les mesures de conductivité électrique ont également été réalisées afin de démontrer la présence d'argent métallique hautement conducteur. Les figures ci-dessous représentent respectivement les courbes des nanoparticules d'argent et l'argent ionique sous forme de nitrate (AgNO_3).

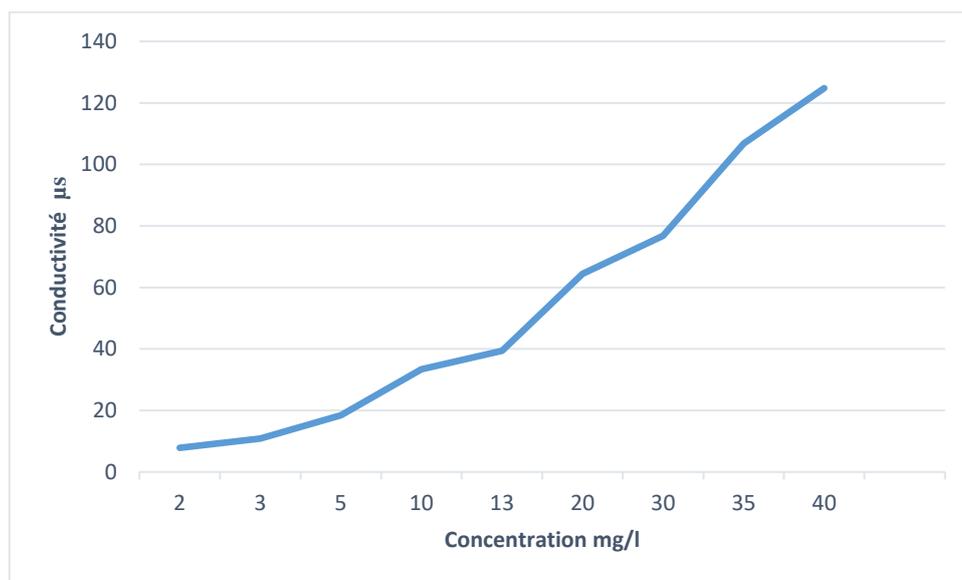
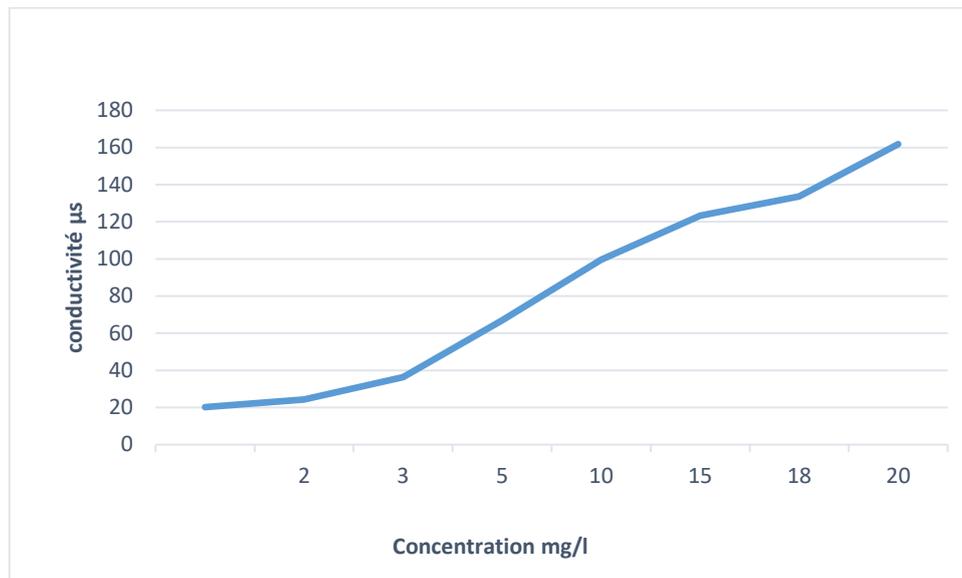


Figure 9A : la courbe des conductivités des nanoparticules d'argent et celle de l'argent ionique aqueux

2.8 Caractérisation morphologique des particules d'Ag par MEB :

Les échantillons de particules d'argent préparées selon les procédures décrites précédemment ont été observées au microscope électronique Philips Quanta 650 afin d'analyser leur aspect et leur forme. D'après les images obtenues, présentées ci-dessous, il apparaît clairement la formation de particules métalliques d'argent de forme quasiment

sphérique, cependant, la plupart d'entre elles se trouvent à l'échelle micrométrique (d= quelques microns) ce qui veut dire qu'il y a peu de particules nanométriques.

En fait, dû à des conditions expérimentales relativement pas très rigoureuses (absence d'outils de nanofiltration, quantité d'échantillon insuffisante, ...etc.), cette observation semble, pour nous, correcte et encourageante mais non suffisamment concluante par rapport à notre objectif principal qui se résume dans la préparation de particule de taille nanométrique et de préférence en distribution monomodale.

Une analyse chimique élémentaire par microsonde X sur le même appareil nous a permis de confirmer la présence de l'argent à l'état métallique dans les microparticules analysées.

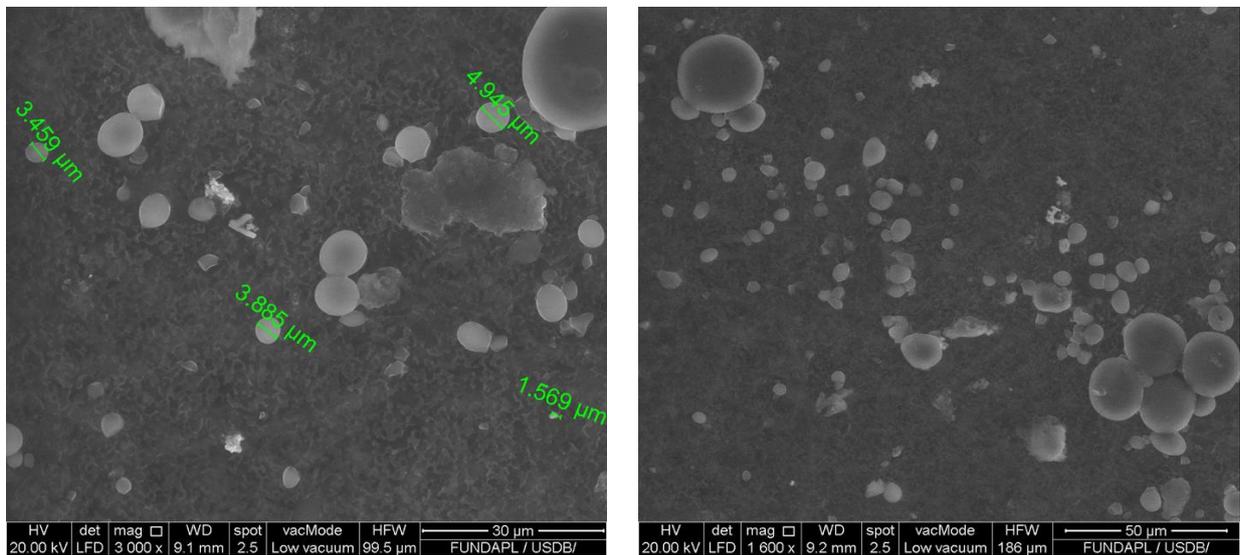
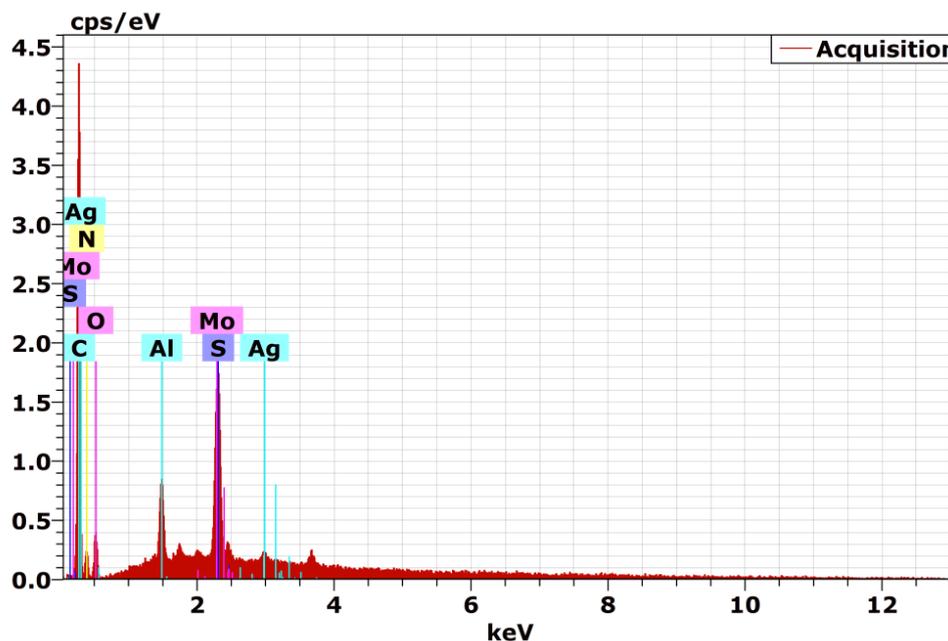


Figure 10: Illustration microscopique des nanoparticules d'argent



Spectrum: Acquisition

Element	Series	Net	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (3 Sigma) [wt.%]
carbone	K-series	8883	29.89	61.13	70.53	12.85
oxygène	K-series	953	5.89	12.04	10.42	4.13
soufre	K-series	5685	2.17	4.43	1.91	0.33
aluminium	K-series	2319	1.13	2.30	1.18	0.27
molybdène	L-series	2675	1.67	3.42	0.49	0.29
azote	K-series	552	7.56	15.47	15.30	6.21
argent	L-series	924	0.59	1.22	0.16	0.16
Total:			48.90	100.00	100.00	

2.9 Analyse microbiologique

Afin d'évaluer l'action antibiotique des particules d'argent préparées, un certain nombre d'analyses microbiologiques a été effectué selon la méthode de diffusion Kirby-Bauer sur des souches de micro-organismes standard au laboratoire de microbiologie du complexe pharmaceutique du groupe Sidal (Médéa). Des plaques jetables préalablement inoculées avec des bactéries de type Gram⁺ et Gram⁻, y compris des souches hautement multi-résistantes telles que *Staphylococcus aureus* (résistant à la méthicilline à une concentration de 10⁵ à 10⁶ UFC/mL) ont été utilisées pour les tests. Les zones d'inhibition ont été mesurées après 24 h d'incubation à 35 °C et des mesures comparatives ont été faites avec l'oxacilline et la ciprofloxacine en tant qu'antibiotiques de référence.

Les résultats obtenus étaient probants bien que réalisés avec des échantillons préparés à l'état brut, c-à-d sans traitement particulier. Ces résultats montrent bien que l'action est réelle comme le montre les figures ci-dessous.

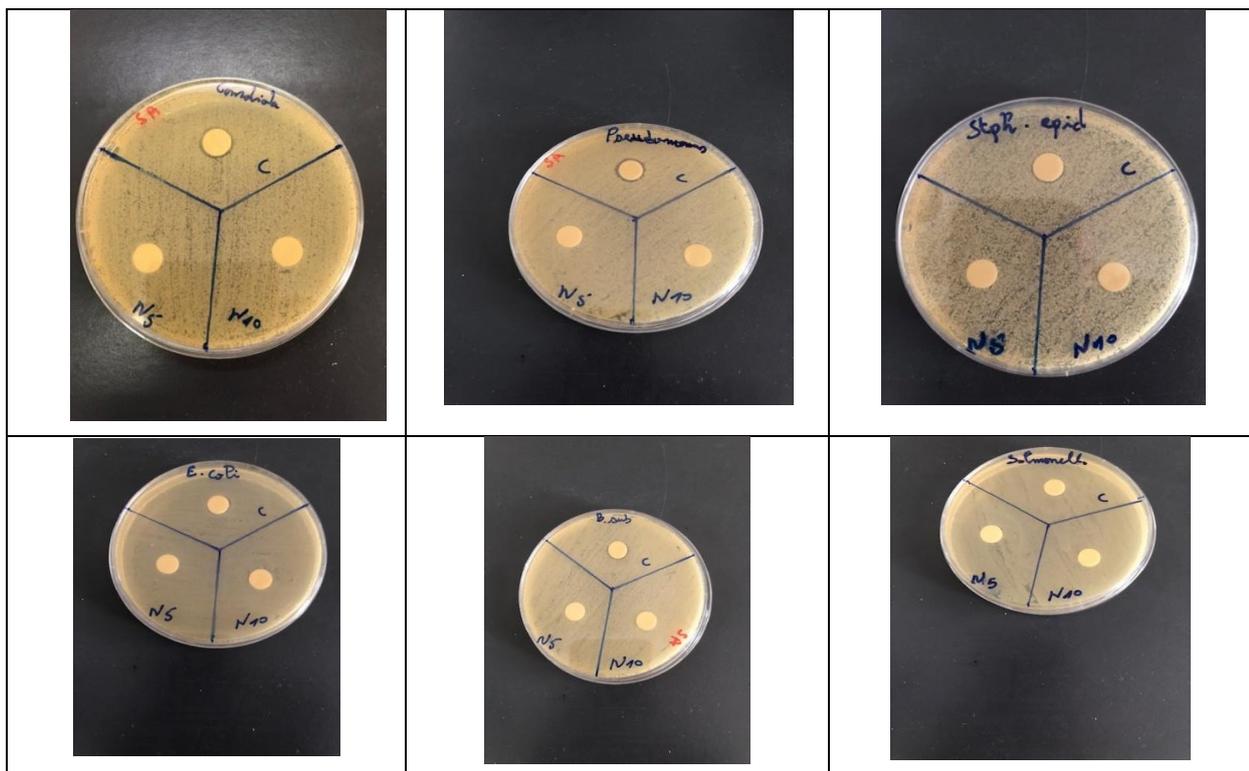


Figure 11:Antibiogrammes obtenus avec une suspension de particules d'argent, avec respectivement *Candida albicans*, *Staphylococcus epidermidis*, *Pseudomonas*, *Bacillus subtilis*, *Escherichia coli* et *Salmonella*. (Tests effectués sur des échantillons issus des méthodes de Turkevich et de Burst à 5 & 10µl.)

La figure 11 montre des plaques sur lesquelles une suspension bactérienne (environ 10⁶ CFU/ml) a été appliquée. La présence de nanoparticules à un certain niveau a inhibé la croissance bactérienne de plus de 90 %. Le diamètre des zones d'inhibition (en millimètres) autour des différents sols de nanoparticules d'argent avec la contre-souche d'essai sont présentés dans le tableau ci-dessous. La diminution de la taille des particules de nanoparticules d'argent montre une sensibilité plus faible. Cependant, il est nécessaire de déterminer la concentration minimale inhibitrice de CMI de chaque échantillon.

Les activités antimicrobiennes des sols colloïdaux d'argent synthétisés ont été évaluées à l'aide de la micro-méthode de dilution standard, déterminant la concentration minimale inhibitrice (CMI) conduisant à l'inhibition de la croissance bactérienne (Comité national des normes de laboratoire clinique. Normes de performance pour les tests de sensibilité aux antimicrobiens. Les sols d'argent ont été dilués 2 à 8 fois avec 100 µl de bouillon Mueller-Hinton inoculés avec les bactéries testées à une concentration de 10⁵ à 10⁶ UFC/mL. La concentration minimale inhibitrice (CMI) a été lue après 24 h d'incubation à 37 °C. La CMI a été déterminée comme la concentration la plus faible qui a inhibé la croissance visible de la bactérie utilisée. Les sols d'argent étaient utilisés tels qu'ils avaient été préparés. Par conséquent, des tests bactéricides de contrôle des solutions contenant tous les composants de la réaction à l'exception du nitrate d'argent et des agents réducteurs ont été effectués.

(Bactéries)	<i>Candida alb</i>	<i>Staphylococcus epid.</i>	<i>Pseudomonas</i>	<i>Bacillus sub</i>	<i>Escherichia coli</i>	<i>Salmonelle</i>
Diamètre d'inhibition (mm)	11,6	10,4	11,4	11	10,4	10,2

3. Conclusion générale

Les particules métalliques suscitent actuellement un énorme intérêt dans un large domaine d'applications comme l'électronique, l'informatique, le domaine de la santé, ...etc. En effet, dans cette modeste étude nous avons essayé de préparer des particules d'argent afin de s'investir dans l'investigation d'applications nouvelles.

Expérimentalement parlant, nous avons pu constater qu'il était possible de préparer ces particules par des voies chimiques qui semblent maintenant classiques. Par réduction des ions Ag^+ par des réactifs appropriés, des particules métalliques peuvent se former dans des conditions appropriées (temps de réaction, concentrations des réactifs, température, ...etc.). D'après nos résultats obtenus avec différentes techniques analytiques (UV-Vis, microscopie électronique) il semble bien clair que justement la bonne maîtrise de l'influence de l'ensemble de ces facteurs est la clé pour réussir une bonne préparation des particules d'argent en terme de quantité, de forme et de taille, notamment.

Pour enrichir nos connaissances, et à titre de valorisation pratique des particules préparées, l'analyse microbiologique réalisée nous a confirmé l'aptitude des Ag-Nps d'avoir des propriétés bactéricides et fongicides qu'il faudrait étudier et évaluer d'une manière plus précise et plus approfondie ultérieurement.

Références bibliographiques:

- [1] A. A. Yaqoob, K. Umar, and M. N. M. Ibrahim, “Silver nanoparticles: various methods of synthesis, size affecting factors and their potential applications—a review,” *Appl. Nanosci.*, vol. 10, no. 5, pp. 1369–1378, 2020, doi: 10.1007/s13204-020-01318-w.
- [2] Gaffet Eric, “NanoMatériaux : Différentes voies de synthèse, propriétés, applications et marchés ,” *ADSP Actual. Doss. en Santé Publique* , vol. 64, pp. 18 – 23, 2008.
- [3] G. Chuto and P. Chaumet-Riffaud, “Les nanoparticules,” *Med. Nucl.*, vol. 34, no. 6, pp. 370–376, 2010, doi: 10.1016/j.mednuc.2010.03.003.
- [4] A. S. Gurav, T. T. Kodas, L. M. Wang, E. I. Kauppinen, and J. Joutsensaari, “Generation of nanometer-size fullerene particles via vapor condensation,” *Chem. Phys. Lett.*, vol. 218, no. 4, pp. 304–308, 1994, doi: 10.1016/0009-2614(93)E1491-X.
- [5] A. A. Yaqoob, K. Umar, and M. N. M. Ibrahim, “Silver nanoparticles: various methods of synthesis, size affecting factors and their potential applications—a review,” *Appl. Nanosci.*, vol. 10, no. 5, pp. 1369–1378, May 2020, doi: 10.1007/s13204-020-01318-w.
- [6] Y. Badri, “L’industrie des Nanoparticules dans le domaine de la santé,” 2018.
- [7] F. Prosie, F. X. Lesage, and F. Deschamps, “Nanoparticules : structures, utilisations et effets sur la santé,” *Press. Medicale*, vol. 37, no. 10, pp. 1431–1437, 2008, doi: 10.1016/j.lpm.2008.04.003.
- [8] I. Canada, *Les nanomatériaux et leur utilisation dans les textiles - Normes Normalisation interne pour les fabricants et les importateurs canadiens et développements internationaux en matière de normalisation Les nanomatériaux et leur utilisation dans les textiles - . .*
- [9] J. Natsuki, “A Review of Silver Nanoparticles: Synthesis Methods, Properties and Applications,” *Int. J. Mater. Sci. Appl.*, vol. 4, no. 5, p. 325, 2015, doi: 10.11648/j.ijmsa.20150405.17.
- [10] K. Kalishwaralal, V. Deepak, S. Ramkumarpandian, H. Nellaiah, and G. Sangiliyandi, “Extracellular biosynthesis of silver nanoparticles by the culture supernatant of

- Bacillus licheniformis,” *Mater. Lett.*, vol. 62, no. 29, pp. 4411–4413, 2008, doi: 10.1016/j.matlet.2008.06.051.
- [11] Y. Bu and S. Lee, “Influence of dopamine concentration and surface coverage of Au shell on the optical properties of Au, Ag, and Ag coreAu shell nanoparticles,” *ACS Appl. Mater. Interfaces*, vol. 4, no. 8, pp. 3923–3931, 2012, doi: 10.1021/am300750s.
- [12] K. M. M. Abou El-Nour, A. Eftaiha, A. Al-Warthan, and R. A. A. Ammar, “Synthesis and applications of silver nanoparticles,” *Arab. J. Chem.*, vol. 3, no. 3, pp. 135–140, 2010, doi: 10.1016/j.arabjc.2010.04.008.
- [13] F. E. Kmis, H. Fissan, and B. Rellinghaus, “Sintering and evaporation characteristics of gas-phase synthesis of size-selected PbS nanoparticles,” *Mater. Sci. Eng. B Solid-State Mater. Adv. Technol.*, vol. 69, pp. 329–334, 2000, doi: 10.1016/S0921-5107(99)00298-6.
- [14] M. H. Magnusson, K. Deppert, J. Malm, J. Bovin, and L. Samuelson, “<JNanopartRes_1999_v1_n2_p243-251_Magnusson.pdf>,” pp. 243–251, 1999.
- [15] B. C. Gates, “Supported Metal Clusters: Synthesis, Structure, and Catalysis,” *Chem. Rev.*, vol. 95, no. 3, pp. 511–522, 1995, doi: 10.1021/cr00035a003.
- [16] S. Y. Yeo, H. J. Lee, and S. H. Jeong, “Preparation of nanocomposite fibers for permanent antibacterial effect,” *J. Mater. Sci.*, vol. 38, no. 10, pp. 2143–2147, 2003, doi: 10.1023/A:1023767828656.
- [17] G. Gravante, R. Caruso, R. Sorge, ... F. N.-A. of plastic, and undefined 2009, “Nanocrystalline silver: a systematic review of randomized trials conducted on burned patients and an evidence-based assessment of potential advantages over older,” *journals.lww.com*, Accessed: Apr. 17, 2021. [Online]. Available: https://journals.lww.com/annalsplasticsurgery/Fulltext/2009/08000/Nanocrystalline_Silver__A_Systematic_Review_of.22.aspx.
- [18] U. Samuel and J. . Guggenbichler, “Prevention of catheter-related infections: the potential of a new nano-silver impregnated catheter,” *Int. J. Antimicrob. Agents*, vol. 23, no. SUPPL. 1, pp. 75–78, Mar. 2004, doi: 10.1016/j.ijantimicag.2003.12.004.
- [19] R. Bayston, W. Ashraf, and L. Fisher, “Prevention of infection in neurosurgery: role of ‘antimicrobial’ catheters,” *J. Hosp. Infect.*, vol. 65, no. SUPPL. 2, pp. 39–42, Jun.

2007, doi: 10.1016/S0195-6701(07)60013-9.

- [20] P. Sanpui, A. Murugadoss, ... P. P.-I. journal of, and undefined 2008, "The antibacterial properties of a novel chitosan–Ag-nanoparticle composite," *Elsevier*, Accessed: Apr. 17, 2021. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0168160508001219>.
- [21] J. Jain, S. Arora, J. M. Rajwade, P. Omray, S. Khandelwal, and K. M. Paknikar, "Silver nanoparticles in therapeutics: Development of an antimicrobial gel formulation for topical use," in *Molecular Pharmaceutics*, Oct. 2009, vol. 6, no. 5, pp. 1388–1401, doi: 10.1021/mp900056g.
- [22] A. Kumar, P. Vemula, P. Ajayan, G. J.-N. materials, and undefined 2008, "Silver-nanoparticle-embedded antimicrobial paints based on vegetable oil," *nature.com*, Accessed: Apr. 17, 2021. [Online]. Available: <https://www.nature.com/articles/nmat2099>.
- [23] <http://www.sigmaaldrich.com/materials-science/nanomaterials/silver-nanoparticles.html>

Annexe



Appareil spectroscopie UV-visible



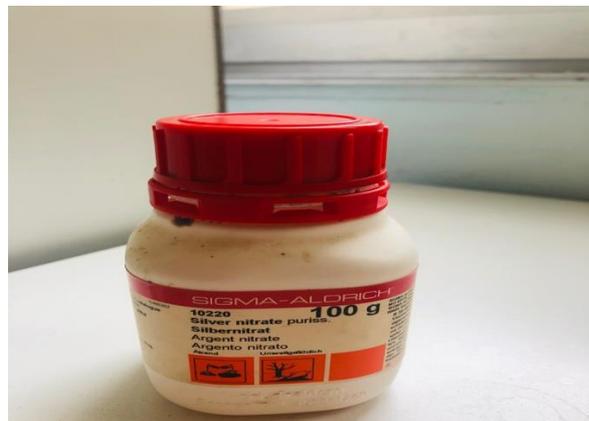
Centrifugeuse



Micro-onde



Balance



Membrane utilisée pour la filtration

Nitrate d'argent



Borohydrure de sodium

Citrate de sodium



Appareil de mesure de diamètre d'inhibition