

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche

Scientifique

Université Kasdi Merbah Ouargla

Faculté des Sciences et des mathématiques

Département de Chimie

Mémoire de Fin d'Etude

En vue de l'obtention du diplôme de

MASTER ACADEMIQUE

Spécialité : Chimie des Produits Naturels

Présenté par : Harsa Sabrina

Thème :

دراسة تأثير اضافة الجسيمات النانوية (ZnO) و (TiO₂) المحضرة باستخدام مستخلصات نباتية على النشاط البيولوجي لبعض المضادات الحيوية

Étude de l'effet de l'ajout des nanoparticules (TiO₂) et (ZnO) préparées à l'aide des extraits de plantes sur l'activité biologique de certains antibiotiques.

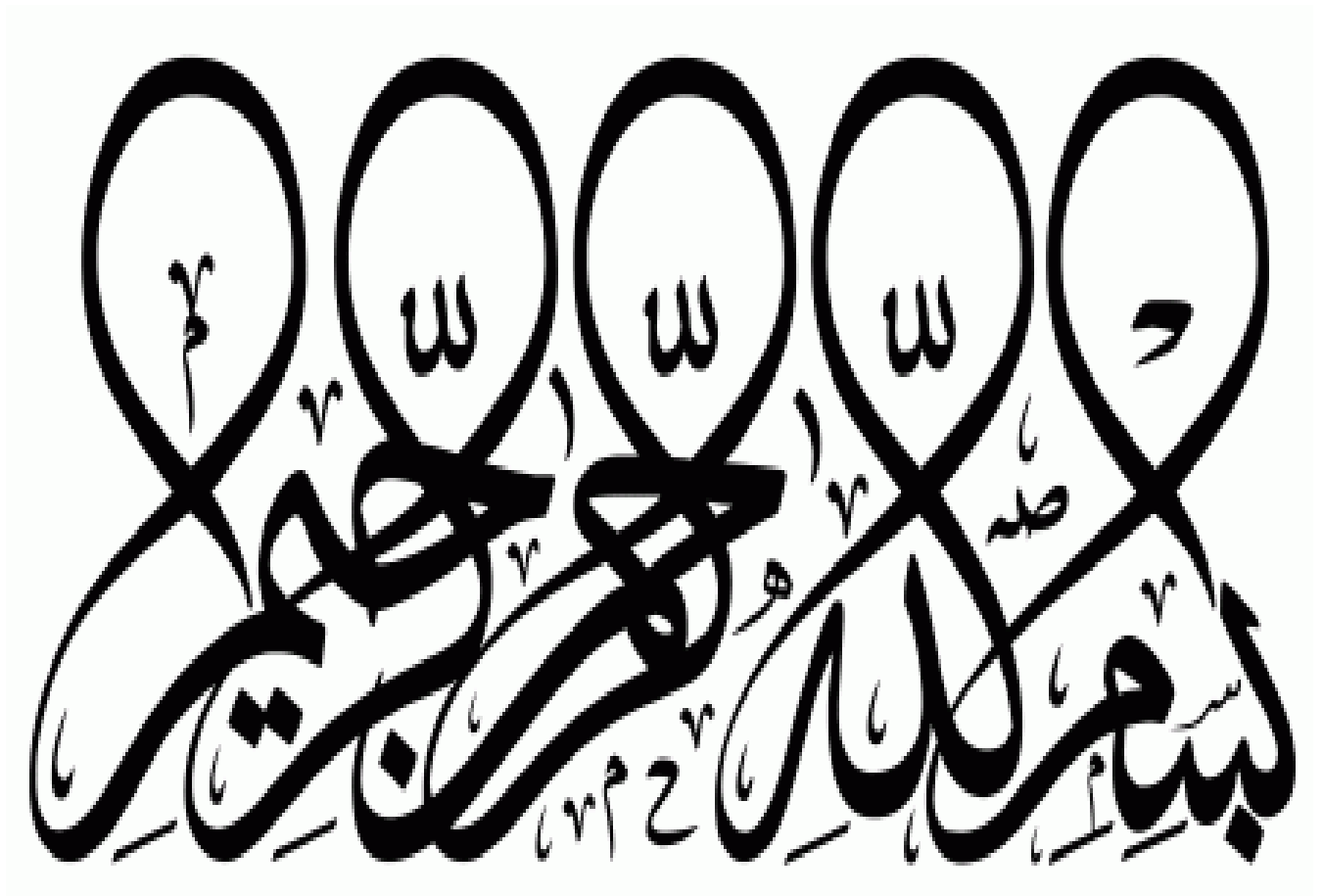
Membres de jury :

Présidente	Dr. Zerouki Hayat	Univ. Ouargla
Examinatrice	Dr. Zenkhri Louisa	Univ. Ouargla
Encadreur	Dr. Nedjimi Mohammed Saïd	Univ. Ouargla
Co-encadreur	Prof. Belfar Mohammed Elakhder	Univ. Ouargla

Année Universitaire : 2022/2023

وَفِي الصَّبْرِ ۖ مُشَقَّةً يَعْقِبُهَا فَرْجٌ جَمِيلٌ

« Et avec la patience, les difficultés sont suivies d'un beau soulagement »





À la mémoire de mon très cher père

Qu'Allah lui accorde le plus haut de son paradis

À ma très chère mère, que j'aime le plus au monde, qu'elle trouve à travers ce modeste travail l'expression de mes sincères reconnaissances et ma profonde gratitude pour son soutien et ses sacrifices tout au long de mes études

À ma sœur Bouchra

Une dédicace spéciale à l'époux de ma sœur « Abd el Moutalib »

À mes très chères sœurs Yousra et Wissal

À mon petit ange Taïba

À tout ma famille Mekkiou

Et particulièrement ma tante Professeur « Ratiba Mekkiou »

À mes collègues de travail

À mon employeur, le pharmacien « Salhi Oualid »

À mes amies d'enfance

A mes chères amies que j'ai eu le plaisir de rencontrer cette année

« Amani, Roumaïssa, Ikram »

À mon maitresse à l'école primaire, Mme. « Derar Noura »

Merci du fond du cœur pour votre amour, votre encouragement et votre soutien. C'est grâce à vous tous que je suis arrivée là où je suis aujourd'hui.

H.Sabrina



Remerciements

Tout d'abord, nous remercions Dieu Tout-Puissant de nous avoir donné.

La volonté, la santé et le courage de faire ce travail.

*Mon encadreur, le docteur (**NEDJIMI Mohammed Saïd**) pour tous ses précieux conseils, pour son écoute active, sa disponibilité. En effet, Commencer un TER et finir la totalité du mémoire en si peu de temps, n'a pas été une tâche facile, et je n'aurais pas tant réussi si je n'avais pas reçu ses conseils, ainsi que sa force de persuasion.*

*J'adresse mes sincères remerciements à Monsieur le Professeur **BELFAR Mohammed elakhder**, qui me fait l'honneur de me Co-encadrer dans ce mémoire, pour son suivi, ses conseils judicieux et ses discussions qui m'ont beaucoup aidé au cours de mes recherches.*

*Je remercie également Mme **ZEROUKI Hayet**, docteur à l'université d'Ouargla, d'avoir accepté de se joindre à ce jury comme présidente.*

*Je tiens également à présenter mes remerciements à Mme **ZENKHRI Louisa**, Docteur à l'Université d'Ouargla, d'avoir accepté d'être examinatrice et membre de ce jury.*

*À Monsieur le Dr **BELKHALFA Hakim** directeur du CRAPC, trouve ici mes plus grands remerciements pour avoir accepté dans son laboratoire.*

À mes parents et mes proches, qui m'ont soutenu durant les moments de doute et d'abandon, qui ont plus cru en moi.

*À Ma tante le professeur **MEKKIOU Ratiba** a l'Université de Constantine, pour l'aide précieuse et la patience dont il a fait preuve, lors du déroulement de ce mémoire.*

Tous les enseignants qui ont contribué à notre formation trouvent ici l'expression de nos estimés, de nos reconnaissances et de nos gratitude.

Un merci spécial est adressé à tous les camarades de notre promotion.

On remercie vivement les membres de laboratoire pédagogique de la faculté des sciences de la matière l'Université Kasdi Merbah- à Ouargla.

*On remercie vivement les membres de Centre de Recherche Scientifique et Technique en Analyses Physico-chimiques (**CRAPC**).*

*Remerciements particuliers au Centre de recherche scientifique et technique des zones sèches Touggourt (**CRSTRA**).*

Liste des abréviations :

NPs	Nanoparticules
Zn NPs	Nanoparticules de zinc
Ti NPs	Nanoparticules de titane
DRX	Diffraction des rayons X
UV – vis	Ultraviolet visible spectromètre
MEB	Microscopie électronique à balayage
EDX	Spectroscopie dispersive en énergie des rayons X.
CMI	concentration minimale inhibitrice de la croissance bactérienne
MBC	concentration bactéricide minimale de survivants inférieure ou égale à 0,01 de l'inoculum bactérien initial
ATB	Antibiotique
BL	β -lactamases
P	Pénicilline G
R	Résistance
RAM	Résistance aux antimicrobiens.
IR	Spectromètre infrarouge
FTIR	Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

Liste des tableaux :

Tableau 1: Domaines d'application en fonction du type de nanoparticules.....	10
Tableau 2 : Quelques caractéristiques cristallographiques des différentes phases du dioxyde de titane. (Bouhadoun, Mesguich ,2015 2014).	14
Tableau 3 Classification systématique de Raphanus sativus (Grubben et Denton., 2004)	19
Tableau 4 Exigences de la culture de Raphanus sativus L. (ITCMI, 2010).....	21
Tableau 5 Protection phytosanitaire de Raphanus sativus L. (ITCMI, 2010).....	21
Tableau 6: Eléments nutritifs de Raphanus sativus L. (BDNFF, 2011).....	22
Tableau 7: Principes actifs de Raphanus sativus L.....	23
Tableau 8: Activités biologiques de Raphanus sativus L.	24
Tableau 9 Antibiotiques et leurs effets sur les bactéries	29
Tableau 10 Pathogénicité des souches testées.	42
Tableau 11 résume les résultats des Rt des NPs Zn et NPs Ti	49
Tableau 12 Résultats antibactériens pour les nanoparticules de ZnO (Harsa.S ; 2023)..	54
Tableau 13 Résultats antibactériens pour les nanoparticules de TiO2 (Harsa.S ; 2023) .	55

Liste des figures :

Figure 1 : Gamme de tailles des nanoparticules comparées à celles des principales structures chimiques et biologiques. (Belfennache, 2012).	7
Figure 2 : Différents formes des nanoparticules (Agostini , et al., 2002).	8
Figure 3: Les deux principales voies de préparation des nanoparticules métalliques.	9
Figure 4 : Oxyde de zinc (ZnO) : (a, b) sous forme naturelle et (c) sous forme artificielle (Muhammad, 2016).	11
Figure 5 : Oxyde de titane (A, B) sous forme naturelle et (C) sous forme artificielle.	13
Figure 6 DRX BRUKER D2 PHASER	37
Figure 7 Spectromètre infrarouge SHIMADZU FTIR-8900	38
Figure 8 Spectrophotomètre SHIMADZU UV-1201	39
Figure 9 le radis roses (Raphanus sativus L) (Harsa.S, 2023).	17
Figure 10 Plante de Raphanus sativus L. (Neggaz, 2017)	18
Figure 11 Cycle végétatif de Raphanus Sativus L. (Maria Flaya, 2018).	20
Figure 12 Chronologie de la découverte des principales classes d'antibiotiques.	27
Figure 13 : Schéma d'une bactérie. (Wikipédia).	34
Figure 14 feuilles de radis Raphanus sativus L (H.Sabrina, 2023)	41
Figure 15 Schéma illustrant le protocole de préparation de NPs Zn et Ti avec l'extrait des feuilles du radis (Harsa.S, 2023).	44
Figure 16 Un bec Bunsen (Harsa.S 2023)	45
Figure 17 étapes de formation de NPs Zn.....	48
Figure 18 étapes de formation de NPs Ti.....	48
Figure 19 UV-visible spectre de NPs ZnO	49
Figure 20 UV-visible spectre de NPs TiO ₂	50
Figure 21 Spectres IR des nanostructures de ZnO dans la région 500-4000 cm ⁻¹	51
Figure 22 Spectres ATR des nanostructures de TiO ₂ dans la région cm ⁻¹	52
Figure 23 Teste antibactérienne de nanoparticules de (A) ZnO (pénicilline + KP) et (pénicilline +Staph) (B) TiO ₂ (pénicilline + Staph) et (pénicilline + KP) (Harsa.S ; 2023)	53
Figure 24 teste antibactérienne de nanoparticules de (A) TiO ₂ (Gentamycine+ Staph) et (Gentamycine120mg + KP) (B) ZnO (Gentamycine120mg+ Staph) et (Gentamycine+KP) (Harsa.S ; 2023)	54
Figure 25 diffraction des rayons X des nanoparticules ZnO	56
Figure 26 Diffraction des rayons X des nanoparticules TiO ₂	57

Dédicace

Remerciement

Liste d'abréviation

Liste de tableau

Liste des figures

Table Des Matières

Introduction général	1
Chapitre 01 Etude bibliographique	4
I. Introduction.....	5
II. Historique.....	5
2 Qu'est-ce que le nanomètre.....	6
III. Définition des nanoparticules	6
1) Nano monde.....	7
2) Nanotechnologie	7
3) Nanoscience.....	7
4) Nanomatériaux.....	7
IV. Classification des nanoparticules.....	7
5) Classification des nanoparticules par source.....	8
1. Origine Naturelle.....	8
2. Origine humaine	8
6) Différentes formes de nanoparticules	8
7) Synthèse de nanoparticules métalliques.....	8
8) Toxicité des nanoparticules	9
9) Applications des nanoparticules	10
V. Nanoparticules d'oxyde de zinc (ZnO).....	11

10) Informations générales sur l'oxyde de zinc	11
VI. Le dioxyde de titane.....	13
1) Introduction	13
2) Propriétés Générales Du TiO ₂	14
3) Stabilité chimique	14
4) Résistance aux UV.....	15
5) Conductivité électrique	15
6) Applications variées.....	15
7) Synthèse de NP TiO ₂	15
1.1 Généralités sur la plante du radis.....	17
1.2 Présentation des plantes	17
1.3 Description	18
1.4 Origine.....	19
1.5 Différents types de radis.....	19
1.6 Classification botanique	19
1.7 Propriétés culturelles.....	20
1.7.1 Calendrier de culture	20
1.7.2 Cycle végétatif	20
1.7.3 Exigences de culture.....	21
1.7.4 Protection phytosanitaire	21
1.8 Composition.....	22
1.8.1 Valeur nutritive	22
1.8.2 Principes actifs	22
1.9 Activité biologique.....	23
1.9.1 Protection du sol.....	23
1.9.2 Herbicides biologiques	23
1.9.3 Activité antioxydants.....	24

1.9.4	Autres activités biologiques	24
1	Les antibiotiques.....	25
1.	Définition	25
2	Histoire.....	25
3	Classification des antibiotiques	27
4	Spectre Activités.....	29
5	Toxicité et effet indésirable des antibiotiques.....	30
6	Résistances aux antibiotiques.....	31
	Chapitre 02 Matériel et Méthodes	37
02	Techniques d'analyse	38
2.1	Diffraction des rayons X (DRX).....	37
2.2	Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).....	38
2.3	Spectroscopie UV-visible.....	39
2.4	Composition chimique élémentaire par spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDS combiné avec MEB	40
B.	Le matériel végétal :.....	41
C.	Produits chimiques.....	41
D.	Les appareils.....	41
E.	Les verreries	41
F.	Matériel biologique.....	42
1.	Souche bactérienne	42
VII.	Mode opératoire.....	42
A.	Préparation des NPs Zn et NPs Ti	43
B.	Evaluation de l'activité antibactérienne	44
1.	Préparation des souches	44
2.	L'antibiogramme	45
2.4.1	Ensemencement.....	45

2.4.2	Application de plateaux antibiotique.....	46
2.4.3	Pour la préparation des solutions de ZnO et TiO ₂	46
3	Résultat et discussions.....	49
a.	Synthèse des nanoparticules.....	50
b.	Caractérisations par UV-visible.....	50
c.	Spectroscopie infrarouge (ATR).....	52
d.	Résultats de l'activité antibactérienne des nanoparticules	53
e.	Diffraction des rayons X (DRX).....	56
	Conclusion général	59
	Références bibliographiques	
	Résumé	
	Abstract	

ملخص



Introduction générale

En raison de la demande croissante de nanoparticules, les différentes applications des nanoparticules dans de nombreux domaines tels que les cosmétiques (**Nardello-Rataj, 2008**), les produits pharmaceutiques (**Fall, 2010**), les catalyseurs (**Rosset, 2017**), les agents antibactériens (**Bouakkaz et al, 2020**), les nanoparticules sont actuellement les plus recherchées. Excitant important domaine de recherche. . Industrie alimentaire (**Bensmain, 2015**).

L'utilisation de micro-organismes et de plantes pour synthétiser des nanoparticules grâce à la technologie de synthèse verte est bio sûre, rentable et respectueuse de l'environnement. De part leurs propriétés physiques et chimiques, les nanoparticules de ZnO et TiO₂ sont des matériaux aux multiples avantages. Ce matériau à une large bande interdite d'énergie (3,37 eV) et une énergie de liaison élevée (60 MV) à température ambiante, et à une excellente stabilité chimique, il est donc très important de concevoir des nanostructures de ZnO et TiO₂ de différentes formes et tailles.

L'activité antibactérienne des nanoparticules d'oxyde de zinc et dioxyde de titane a reçu une grande attention dans le monde entier. De nombreux micro-organismes existent dans la gamme des centaines de nanomètres à des dizaines de micromètres. Les ZnONPs présentent des propriétés antibactériennes attrayantes en raison de l'augmentation de la surface spécifique due à la taille réduite des particules, ce qui entraîne une augmentation des interactions entre les particules (**Bouakkaz et al, 2020**).

Dans ce cadre, l'objectif global de cette étude consiste à examiner la faisabilité de la synthèse de nanoparticules de zinc (ZnNPs) et de (TiNPs) à l'aide d'un extrait aqueux et d'extraits de substances bioactives d'une plante algérienne, *Raphanus sativus* L. Ensuite, les nanoparticules seront caractérisées à l'aide de plusieurs méthodes telles que la diffraction des rayons X (DRX), la Spectroscopie UV-visible. Ces manuscrit commence par une introduction générale qui donne une vue d'ensemble du sujet et comportera quatre chapitres répartis comme suit.

Un premier chapitre consacré à une étude bibliographique portant d'une part un aperçu sur les méthodes couramment utilisées par la synthèse de nanoparticules de Zn et Ti et les méthodes d'analyse et leurs applications dans différents domaines. D'autre part une synthèse bibliographique sur le radis d'une manière générale et l'espèce *Raphanus sativus* L en particulier, et en dernier lieu un aperçu bibliographique sur les antibiotiques et les bactéries.

INTRODUCTION GENERALE

Le chapitre 2 présente les différentes méthodes d'analyses utilisées au cours de ce travail.

Le troisième chapitre comporte les travaux personnels à savoir la préparation des extraits de radis et la synthèse des nanoparticules de Zn et Ti également l'évaluation de leurs activités antibactériennes.

Le dernier chapitre comporte la discussion des résultats obtenus.

L'étude se termine par une conclusion générale résumant les principaux résultats de cette étude et la présentation de quelques perspectives de recherche.



**Chapitre 01 Etude
bibliographique**

1) Fabrication de nanoparticules et méthodes d'analyse

I. Introduction

Ce chapitre vise à présenter les différentes méthodes de fabrication de nanoparticules, ainsi que les techniques d'analyse et les applications potentielles dans différents domaines tels que la médecine, l'électronique et l'environnement. Les nanoparticules ont des propriétés uniques qui leur confèrent des avantages considérables dans ces domaines, mais leur production et leur utilisation soulèvent également des préoccupations en matière de sécurité et d'impact environnemental.

Nous explorerons les différentes méthodes de fabrication de nanoparticules, telles que la synthèse chimique, la lithographie, la méthode des gaz en phase et bien d'autres, ainsi que les techniques d'analyse telles que la microscopie électronique et la spectroscopie de masse. Nous examinerons également les applications potentielles des nanoparticules dans des domaines tels que la thérapie médicamenteuse ciblée, les capteurs environnementaux et la production d'énergie verte. (Salata, 2004 ; Sachindri, 2013).

II. Historique

La fin du XXe siècle a été marquée par des évolutions scientifiques et technologiques majeures dont les conséquences n'ont été que récemment apparentes. Trois facteurs sont à l'origine de cette évolution : une bonne compréhension des propriétés de la matière à l'échelle atomique, des avancées basées sur des méthodes moléculaires par lesquelles les organismes peuvent également fonctionner, et le développement des processus d'information. Ces facteurs ont conduit à une unification croissante à l'échelle nanométrique de diverses disciplines scientifiques, notamment la physique, la chimie et la biologie.

La nanotechnologie est un domaine émergent de recherche et de technologie qui implique la fabrication et l'ingénierie de matériaux, de structures et de systèmes à l'échelle nanométrique (au moins une dimension) (Timp, 2004).

Les origines de ce mouvement remontent généralement à la fin de 1959, avec le discours fondateur de Richard Feynman "Il y a beaucoup de place en bas" (Feynman, 1960) lors de la réunion annuelle de l'American (Physical Society au Californie Institute of Technology). Le terme "nanotechnologie" a été inventé pour la première fois en 1974 par Norio Taniguchi, professeur à l'Université des sciences de Tokyo (Schmid, 2004).

La nanotechnologie est considérée comme une technologie habilitante grâce à laquelle les matériaux existants, presque tous les matériaux et systèmes artificiels, peuvent acquérir différentes propriétés qui les rendent adaptés à de nombreuses nouvelles applications. (Heath, 1995).

1 Qu'est-ce que le nanomètre

Le préfixe "nano" vient du grec et signifie "très petit". Le nanomètre vaut 1 Unité de mesure égale à un milliardième de mètre ou à un millionième de millimètre. C'est environ 1/30 000 de l'épaisseur d'un cheveu humain et 1/100 de l'épaisseur d'une molécule d'ADN.

En termes de taille, la Terre est comparable à une pomme, et une pomme à une nanoparticule de 1 nm. Lorsqu'il s'agit de "l'échelle nanométrique", on s'intéresse soit à des objets dont la taille varie d'un nanomètre à des centaines de nanomètres, soit des effets propres aux dimensions nanométriques. (Taniguchi, 1974)

III. Définition des nanoparticules

Les nanoparticules (NP) sont de petits assemblages moléculaires de l'ordre du nanomètre (taille de 1 à 100 nm) composés de centaines à des milliers d'atomes. La taille du nanomètre augmente la surface de contact entre les matériaux et améliore la réactivité (Delay, and. Frimmel 2012).

Ce sont des agrégats de millions d'atomes formant des molécules de tailles comprises entre 5 et 200 nm (Faraji et Wipf 2009) ou plus communément inférieures à 1 µm. Les nanoparticules ont donc la même taille que les protéines et les virus (Figure 01) (Belfennache, 2012).

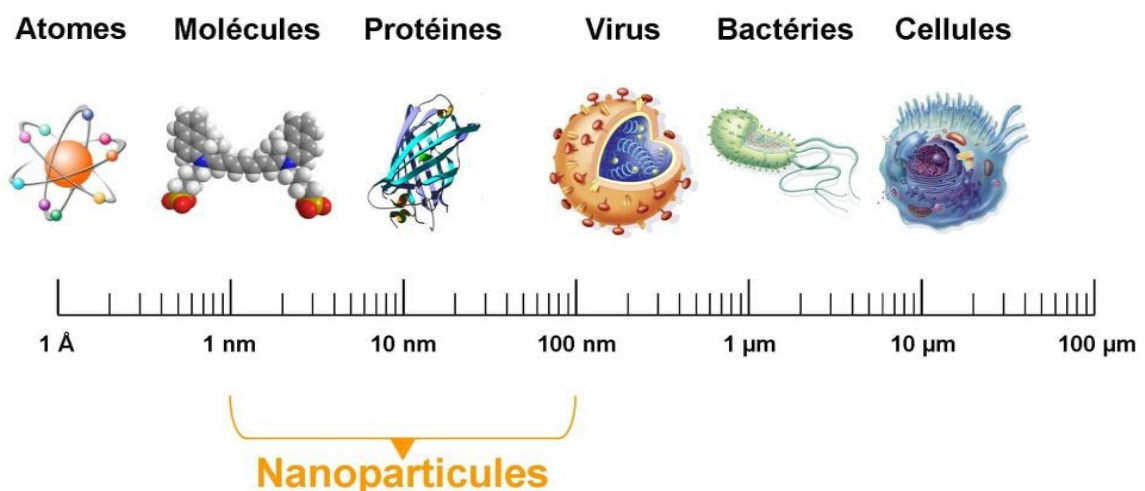


Figure 1 : Gamme de tailles des nanoparticules comparées à celles des principales structures chimiques et biologiques. (Belfennache, 2012).

1) Nano monde

Le "nano monde" contient des objets de taille nanométrique, et en leur sein, il y a des phénomènes et des effets inattendus. Ces particularités permettent un large éventail d'applications, dont certaines sont déjà autour de nous, mais le potentiel de développement est considérable (Stéphanie george, 2014).

2) Nanotechnologie

La « nanotechnologie » est un terme générique qui décrit des applications dans de nombreux domaines scientifiques, mais implique généralement l'étude de principes et de propriétés à l'échelle du nanomètre. L'objectif de la nanotechnologie est de créer des objets et des matériaux de taille inférieure à 100 nanomètres. En d'autres termes, le contrôle de la forme et de la taille à l'échelle du nanomètre intègre tout ce qui concerne la conception, la caractérisation, la fabrication et l'application des structures, des dispositifs et des systèmes. La nanotechnologie appartient à la recherche appliquée. Les applications en question ont un grand potentiel économique dans de nombreux domaines tels que la médecine, la chimie, l'énergie, l'économie des ressources et l'environnement. (Stéphanie george, 2014).

3) Nanoscience

Est l'étude des phénomènes et la manipulation des matériaux aux échelles atomique, moléculaire et macromoléculaire, où les propriétés diffèrent significativement de celles à plus grande échelle. (Stéphanie george, 2014).

4) Nanomatériaux

L'origine du mot nano est dérivée du mot grec « Nanos », qui est un mot grec signifiant nain, signifiant tout ce qui est petit et dans le domaine de la science signifie une partie d'un milliard, Une nanoparticule est définie comme étant une particule dont au moins une direction de l'espace a une dimension inférieure à 100 nm. La particularité d'une nanoparticule réside dans le fait que la majorité des atomes qui la constituent se trouve en surface. Cela confère à la nanoparticule une surface d'échanges (surface spécifique) très importante résultant des propriétés physiques et chimiques particulières. Ces propriétés peuvent entraîner des effets biologiques propres. (Belfennache, 2012).

IV. Classification des nanoparticules

5) Classification des nanoparticules par source

1. Origine Naturelle

- a) **Organique** : Contenant de l'ADN - de l'ordre de 2,5 nm de diamètre, certaines bactéries - 30 nm à 10 µm, certains virus 10 à 60 nm).
- b) **Minéral ou environnemental** : Grains fins de sable du désert, fumeroles dues à l'activité volcanique et aux incendies de forêt, et certaines poussières atmosphériques.

2. Origine humaine

"Nanoparticules d'ingénierie" ou nanoparticules d'ingénierie. Nanomatériaux fabriqués pour des applications. Particules ultrafines d'oxyde de titane, particules métalliques ultrafines, pigments colorants, etc. "Nanoparticules en vrac" : Suie, fumée de silice, fumée d'huile, "smog", particules diesel, etc. (Prosie et al., 2008).

6) Différentes formes de nanoparticules

Par définition, les nanoparticules sont des nano-objets dont le domaine tridimensionnel va de 1 à 100 nanomètres. (Figure 02) Ils peuvent prendre la forme de nano sphères, de nano prismes, de nano fibres, de nano fils, de nano bâtonnets, de nanotubes ou de nano feuillets... (Agostini , et al., 2002).

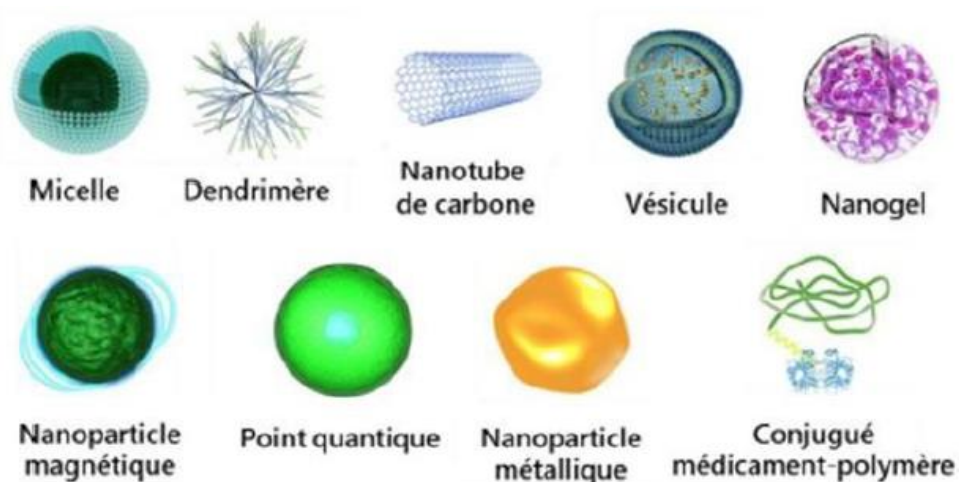


Figure 2 : Différents formes des nanoparticules (Agostini , et al., 2002).

7) Synthèse de nanoparticules métalliques

De nombreuses techniques différentes ont été développées pour produire des nanoparticules métalliques. Il existe deux stratégies générales pour obtenir des matériaux à l'échelle nanométrique (Shenhar et al., 2003). L'un est par voie physique et l'autre par voie

chimique.(figure 03)

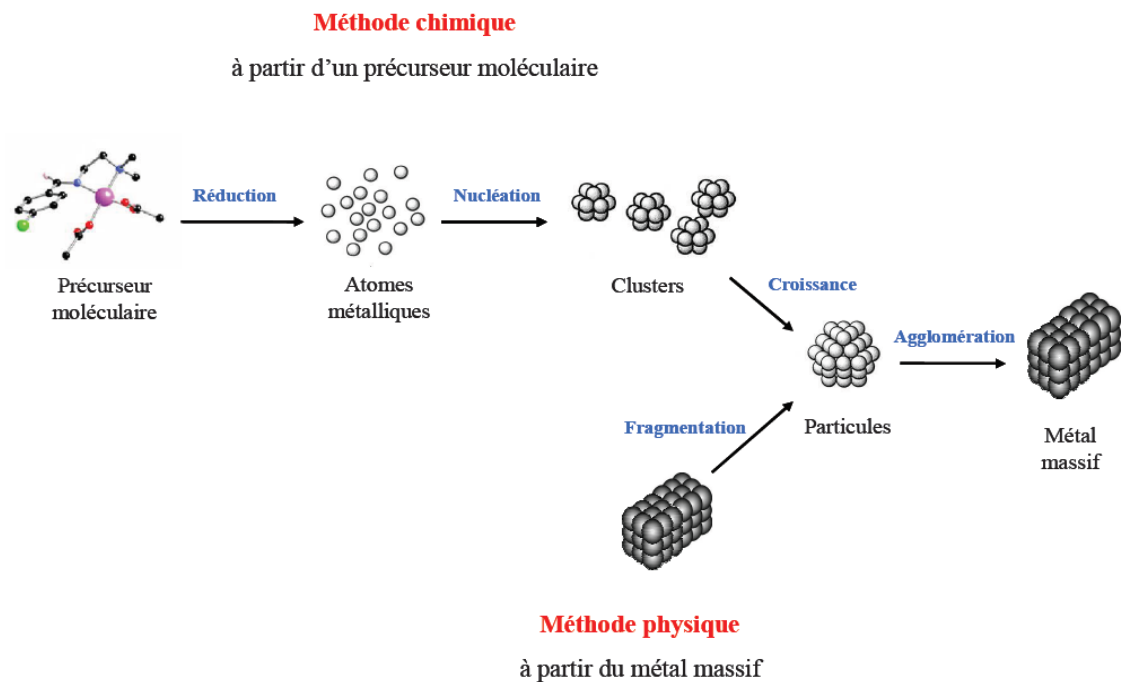


Figure 3: Les deux principales voies de préparation des nanoparticules métalliques.

Un chemin dit physique descendant. Le problème avec les techniques descendantes est qu'elles nécessitent l'enlèvement d'une grande quantité de matière. Cela comprend la fragmentation de l'or en vrac à l'aide de techniques physiques telles que l'ablation au laser (**J. Belloni, et al., 1998**), et l'irradiation par faisceau d'ions (**D.T. Nguyen et al., 2011**) qui permet le développement d'un large éventail de processus de nanoparticules.

Les voies chimiques d'association ascendante pour l'assemblage d'atomes en nanoparticules générées par réduction d'ions comprennent des techniques chimiques de réduction des précurseurs d'or telles que la réduction chimique, la sono chimie et l'électrochimie.

Parmi elles, la réduction chimique est la méthode la plus largement utilisée pour synthétiser les nanoparticules. La taille et la morphologie des nanoparticules peuvent être mieux contrôlées. Opposément d'un large éventail de processus de nanoparticules.

8) Toxicité des nanoparticules

La toxicité des nanoparticules dépend de plusieurs paramètres physico-chimiques.

Composition chimique, taille, forme, structure... et chaque nanoparticule à un profil de toxicité

unique. Des études épidémiologiques et des tests sur l'homme dans des conditions contrôlées d'exposition à ce type de particules suggèrent que des effets respiratoires et cardiovasculaires peuvent survenir, en particulier chez les personnes vulnérables. Ces effets sont probablement dus à l'exposition à certains nanomatériaux manufacturés. (P. Mohanpuria, et al., 2008)

9) Applications des nanoparticules

Le Tableau 1 rassemble différents types de nanoparticules et leurs domaines d'application

Tableau 1: Domaines d'application en fonction du type de nanoparticules.

Types de nanoparticules	Domaines d'application
Fullerènes Electronique	Piles, cellules solaires, stockage des données et des gaz, additifs dans les plastiques.
Graphènes	Télécommunication.
Nanotubes de carbone	Applications potentielles en composites polymériques, émetteurs d'électrons, blindage électromagnétique, stockage de gaz.
Nano-fibres	Additifs dans les polymères, support catalytique, stockage de gaz.
Noir de carbone	Pigments, agents de remplacement des caoutchoucs (pneus).
Métaux	Marqueurs pour diagnostic médical, agent de traitement anticancéreux (Au), propriétés antimicrobiennes (Ag), convertisseurs catalytiques (Pt, Pd, Rh), combustible (Al).
Oxydes métalliques	Plastics et caoutchoucs (SiO₂), crème solaire (TiO₂, ZnO), pigments de peinture et cosmétiques (TiO₂).
Polymères organiques et dendrimères.	Applications potentielles : biomédecine
Acheminement des médicaments, thérapies, agents de contraste liposomes	(régénération tissulaire et osseuse), Applications médicales et pharmacologiques

V. Nanoparticules d'oxyde de zinc (ZnO)

Le ZnO est un matériau polyvalent grâce à diverses propriétés chimiques et physiques uniques telles qu'une stabilité chimique et thermique élevée, une longue durabilité, une sélectivité élevée et un coefficient de couplage élevé (**Rokbani, 2018**).

Il possède des propriétés optiques, électriques et thermiques spécifiques qui le rendent attrayant pour une variété d'applications. Par exemple, son indice de réfraction élevé (1,95-2,10) se prête aux applications pigmentaires, lorsqu'il est correctement dopé, il devient conducteur et est thermiquement stable à très haute température (environ 1800 °C) (**Fan, 2005**).

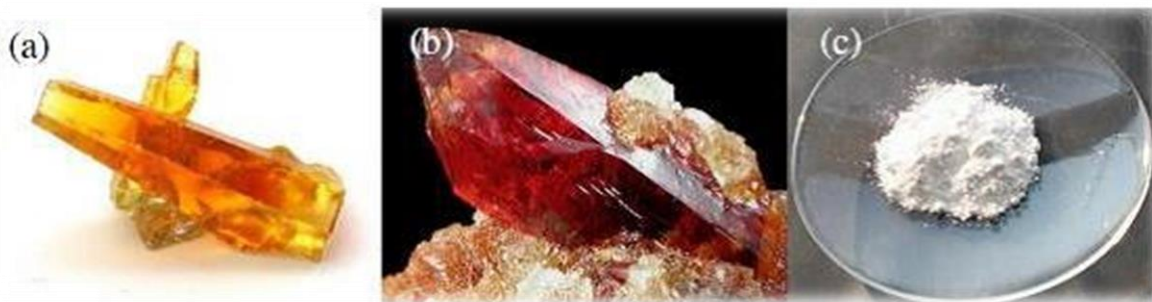


Figure 4 : Oxyde de zinc (ZnO) : (a, b) sous forme naturelle et (c) sous forme artificielle (Muhammad, 2016).

10) Informations générales sur l'oxyde de zinc

L'oxyde de zinc (ZnO) est un composé chimique inorganique largement répandu et utilisé dans divers domaines. Voici quelques informations générales sur l'oxyde de zinc :

1. Structure

L'oxyde de zinc cristallise dans une structure cristalline de type blende, dans laquelle les ions zinc (Zn^{2+}) sont coordonnés à quatre ions oxyde (O^{2-}) formant un réseau tridimensionnel. (**E. Poirel 2017**).

2. Propriétés de ZnO

➤ Propriétés physiques

L'oxyde de zinc se présente sous la forme d'une poudre cristalline blanche. Il a un point de fusion élevé d'environ 1 975 °C (3 587 °F) et une densité d'environ 5,6 g/cm³. Il est insoluble dans l'eau, mais soluble dans les acides et les bases. (**Vaseem 2010**).

➤ Propriétés catalytiques

L'oxyde de zinc est un catalyseur polyvalent. Il est utilisé dans de nombreuses réactions chimiques, notamment dans la production de produits chimiques organiques, la synthèse du méthanol, la désulfuration des gaz d'échappement et la production d'huiles comestibles. (**Barani 2020**).

➤ **Propriétés antibactériennes**

L'oxyde de zinc possède des propriétés antibactériennes et est utilisé dans les produits pharmaceutiques, les pansements et les produits de soins personnels pour aider à prévenir les infections. (**V. Nardello-Rataj 2008**).

3. Application de ZnO

✓ **Applications industrielles**

L'oxyde de zinc a de nombreuses applications dans divers secteurs. Il est utilisé comme pigment dans les peintures, les encres, les plastiques et les cosmétiques, en raison de sa blancheur et de son opacité. Il est également utilisé comme agent de protection solaire dans les crèmes et les lotions. (**P. Mohanpuria 2008**).

✓ **Applications électroniques**

En raison de ses propriétés semi-conductrices, l'oxyde de zinc est utilisé dans la fabrication de dispositifs électroniques tels que les diodes électroluminescentes (LED), les détecteurs de gaz et les cellules solaires. (**Adams et al., 2006**).

4. Synthèse des NP ZnO

Il existe différentes méthodes qui peuvent être utilisées pour synthétiser des nanoparticules d'oxyde de zinc. Ces méthodes peuvent être divisées en deux types :

❖ **Méthode physique**

La méthode physique est la méthode dite « top-down ». Habituellement, ils vont des matériaux gigantesques aux plus petites tailles. Ces méthodes nécessitent l'utilisation de températures élevées et de lourdes implémentations d'infrastructures (**P. Mohanpuria. 2008**).

❖ **Méthode chimique**

Les méthodes chimiques, quant à elles, sont dites « Botton-up ». En effet, nous partons de molécules et utilisons des atomes métalliques comme blocs de construction de particules, ce qui a l'avantage d'être facile à mettre en œuvre (**P. Mohanpuria. 2008**).

VI. Le dioxyde de titane

1) Introduction

Prologue Considérant l'importance des propriétés électroniques, optiques et photo catalytiques du TiO_2 , Purs et dopés et leurs utilisations dans diverses applications. Dans ce qui suit, nous passons en revue diverses études menées à cet égard, en nous concentrant sur les propriétés nano poudré/nanoparticule du titane et de ses dioxydes. Le titane (Ti) est la quatrième structure métallique la plus abondante dans la croûte terrestre (~0,5 %) (**F.H. Froes 2015**).

D'autres estimations suggèrent que le titane est le neuvième élément le plus abondant de la croûte terrestre, avec une teneur moyenne d'environ 0,63 % (**J. Wang 2014**).

La combinaison de ces propriétés physiques, chimiques (résistance à la corrosion, faible bio réactivité) et mécaniques les rend attractifs pour de nombreuses applications dans les domaines aérospatiaux, médicaux, industriels et autres (**F.H. Froes 2015**).

La première production industrielle de TiO_2 a commencé en Norvège en 1918. États-Unis et Allemagne (**G. Alimansoori et al., 2012**).

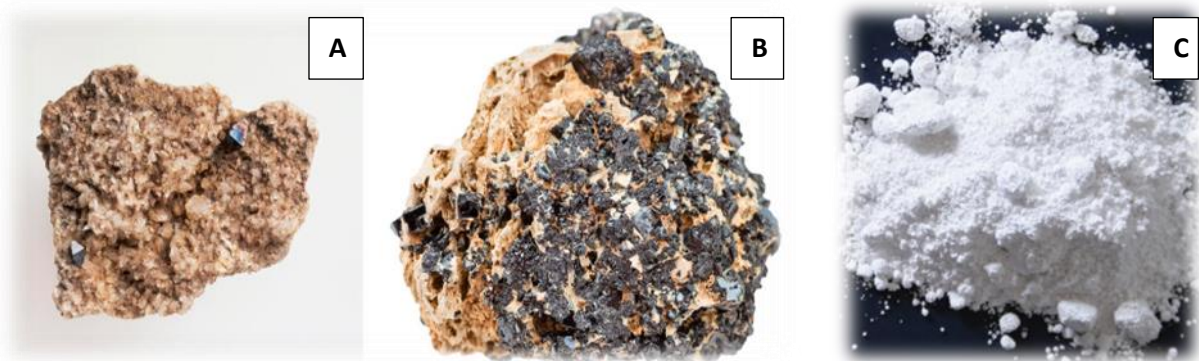


Figure 5 : Oxyde de titane (A, B) sous forme naturelle et (C) sous forme artificielle.

Le dioxyde de titane représente 70 % de la production mondiale totale En tant que pigment, il est largement utilisé comme azurant et opacifiant dans des produits tels que les peintures, les plastiques, le papier, les encres et les aliments (**Haya, 2009**).

La majeure partie de la production minière de titane (environ 94 %) est utilisée pour la production de titane. Dioxyde de titane en 2012, la capacité de production mondiale était d'environ 7,2 millions de tonnes/an (**Wang 2014**).

Le TiO₂ se présente sous trois formes allotropiques majeures. Rutile, anatase, brookite. Il est très stable grâce à la liaison très forte entre le cation Ti⁴⁺ (tétravalent) et l'anion O²⁻ (divalent). Par conséquent, il est chimiquement très inerte (**Mahmoudi 2014**).

Tableau 2 : Quelques caractéristiques cristallographiques des différentes phases du dioxyde de titane. (Bouhadoun, Mesguich ,2015 2014).

Phase cristalline	Système	Groupe d'espace	Paramètres de maille (nm)
Rutile	Quadratique	P_{m}^{42}	a=b=0.4587, c=0.2954
Anatase	Quadratique	I_{a}^{41}	a=b=0.3782, c=0.9514
Brookite	Orthorhombique	Pbca	a=0.9184, b=0.5447, c=0.5145

2) Propriétés Générales Du TiO₂

Le dioxyde de titane (TiO₂) est un composé chimique inorganique largement étudié et utilisé dans divers domaines. Voici quelques propriétés générales du dioxyde de titane :

(1) Propriétés optiques

Le dioxyde de titane est un pigment blanc extrêmement réfléchissant et opacifiant. Il a une grande capacité à disperser la lumière, ce qui lui confère une couleur blanche caractéristique. Il est utilisé comme pigment dans les peintures, les encres, les plastiques et les cosmétiques. (**R. Azouani 2009**).

(2) Propriétés photocatalytiques

Le TiO₂ possède des propriétés photocatalytiques uniques, ce qui signifie qu'il peut catalyser certaines réactions chimiques lorsqu'il est exposé à la lumière. Cela est dû à sa capacité à générer des paires électron-trou lorsqu'il absorbe des photons d'énergie suffisante. Cette propriété est utilisée dans des applications telles que la dégradation de polluants organiques et la purification de l'air et de l'eau. (**P. Simon., 2011**).

3) Stabilité chimique

Le dioxyde de titane est chimiquement stable et résistant à la plupart des agents chimiques courants, tels que les acides dilués, les bases et les solvants organiques. Cependant, il peut être

réactif à des températures élevées et en présence de certains agents oxydants forts. (J. Gervasi., 2018).

4) Résistance aux UV

Le TiO_2 est un bon absorbeur d'ultraviolets (UV). Il est couramment utilisé dans les produits de protection solaire, tels que les crèmes solaires, en raison de sa capacité à absorber les rayons UV nocifs du soleil. (X.H. Wang et al., 2006).

5) Conductivité électrique

Le TiO_2 est un matériau semi-conducteur. Il présente des propriétés électriques particulières, telles que la conductivité électronique ou la résistance à la conductivité en fonction des conditions de dopage et de la structure cristalline. (J.F. Zhu, et al., 2006).

6) Applications variées

Le dioxyde de titane est utilisé dans de nombreux domaines. Outre les applications mentionnées précédemment, il est également utilisé dans la fabrication de céramiques, de revêtements de verre autonettoyants, de catalyseurs, de matériaux photovoltaïques, de cellules solaires et d'électrodes dans les batteries. (S. Mahmoudi., S. Kebaili, et al., 2014 2015).

7) Synthèse de NP TiO_2

La synthèse de nanoparticules de dioxyde de titane (TiO_2) peut être réalisée de différentes manières, mais voici deux méthodes couramment utilisées :

a. Méthode de précipitation

Préparation de la solution de précurseur

Dissoudre un sel de titane, tel que le tétrachlorure de titane (TiCl_4), dans un solvant approprié, comme l'éthanol, pour obtenir une solution de précurseur.

Précipitation

Ajouter la solution de précurseur à une solution d'un agent précipitant, tel que l'ammoniaque (NH_3), tout en agitant vigoureusement. Cela provoque la formation de précipités de TiO_2 .

Lavage et séchage

Les précipités de TiO_2 sont généralement lavés plusieurs fois avec un solvant approprié, comme l'eau ou l'éthanol, pour éliminer les impuretés. Ensuite, les précipités sont séchés, par exemple, en les plaçant dans un four à basse température.

Calcination

Les précipités de TiO₂ séchés sont ensuite soumis à une calcination à haute température (généralement entre 400 et 800 °C) pendant une période de temps donnée. La calcination permet de favoriser la cristallisation des nanoparticules de TiO₂ et d'améliorer leurs propriétés.

b. Méthode de synthèse hydrothermique

✚ Préparation de la solution de précurseur :

Dissoudre un sel de titane, tel que le tétrabutylate de titane (Ti(OC₄H₉)₄), dans un solvant approprié, comme l'éthanol, pour obtenir une solution de précurseur.

✚ Ajout d'un agent de stabilisation

Ajouter un agent de stabilisation, tel que l'acide acétique ou l'acide citrique, à la solution de précurseur pour contrôler la croissance des nanoparticules de TiO₂.

✚ Réaction hydrothermique

Transférer la solution de précurseur dans un réacteur scellé et chauffer à une température élevée (généralement entre 100 et 200 °C) pendant une période de temps donnée. Cette réaction hydrothermique favorise la formation et la croissance contrôlée des nanoparticules de TiO₂.

✚ Lavage et séchage

Après la réaction hydrothermique, les nanoparticules de TiO₂ sont généralement récupérées par centrifugation ou filtration, puis lavées plusieurs fois avec un solvant approprié. Ensuite, elles sont séchées, par exemple, en les plaçant dans un four à basse température (**C. M. Tehand et al., K.I. Okamoto et al., 2011 2020**).

(3) Présentation de plante

1.1 Généralités sur la plante du radis

1.2 Présentation des plantes

Le radis, *Raphanus sativus L.*, est une plante potagère bisannuelle de la famille des Brassicacées cultivée depuis très longtemps pour ses hypocotyles charnus et consommée crue comme légume, la partie comestible se présentant sous diverses formes de racine pivotante (long, rond).) À chair rouge, blanche, noire ou blanc rosé (l'espèce utilisée dans notre travail) est la partie souterraine enflée de la tige, juste au-dessus de la racine.

Le radis (*Raphanus sativus L.*) peut être un descendant de ces type radis (*Raphanus rostratus* ou *Raphanus segetum*), plantes d'une culture très ancienne (**Moquin et Tanton, 1866**).

Le radis (*Raphanus sativus L.*) est une racine sphérique, charnue et gonflée à la peau blanc rosé. Tissu doux ou ferme. Feuilles velues directement au-dessus, plus ou moins grandes, à tiges profondes, à longs lobes dentés, dont les extrémités sont plus grandes que les autres feuilles et très rugueuses. Les radis développent des tiges ramifiées, hautes de 4 à 8 décimètres, aux fleurs blanches assez petites, à quatre pétales dressés sur la tige, et produisent des fruits courts et gonflés en forme de haricot mungo (gousses). L'intérieur est spongieux et contient des graines rouges aplaties, chacune logée dans une dépression unique et arrondie (**Moquin et Tanton, 1866**).



Figure 6 le radis roses (*Raphanus sativus L.*) (Harsa.S, 2023).

1.3 Description

Le radis (*Raphanus sativus* L.) appartient à la famille des crucifères comme le chou. Aujourd'hui, la famille est connue sous le nom de famille des crucifères, un nom dérivé de Brassica, qui signifie chou. Cela signifie que ses fleurs ont quatre pétales disposés en croix, ce qui est une forme typique des Brassicacées (**Figure. 10**) (Schippers, 2004).

Le radis est à racine pivotante, trapu, de taille variable, modérément vigoureux, sphérique, à chair renflée et à croûte blanc rosé ; tissu ou morphologie tendre (**Figure. 10**) (Hayes et al., 2005).

Les semis de radis sont cultivés en rosettes et allongés pour produire des pédoncules pouvant atteindre une hauteur de 50 à 100 cm (Hayes et al., 2005b).

Les fleurs du radis sont blanches, très petites, à 4 pétales dressés, portant des fruits courts et renflés en forme de haricot mungo (siliques), oblongs-lancéolés, renflés à la base, sans joints, L'intérieur est spongieux et contient des graines rouges plates, chacune située dans une dépression circulaire spécifique (BDNFF, 2011).

C'est une espèce qui résiste aux gelées précoces mais qui est endommagée par les températures hivernales normales (Hayes et al., 2005b).



Figure 7 Plante de *Raphanus sativus* L. (Neggaz, 2017)

1.4 Origine

Les radis sont cultivés depuis des milliers d'années, leurs origines exactes sont donc inconnues. On pense que les radis sont originaires de la Méditerranée orientale et étaient cultivés en Europe à l'époque préromaine (**Lim, 2015**).

Des études de séquences d'ADN de divers organites réalisés par (**Yang et al., (2000)**) ont suggéré que *Raphanus sativus L.* est un hybride entre *B. rapa* / *B. oleracea* et *B. nigra*, comme il a été signalé aussi par (**Song et al, (1990)**).

1.5 Différents types de radis

Il existe plusieurs types de radis.

- ✓ Demi-longueur rouge avec pointe blanche :

L'habituel. Il a deux aspects : petit à petit Dentelle blanche et grosse dentelle blanche.

- ✓ Rond rouge :

Moins labouré, plus de risque d'éclatement, plus de feuillage court.

- ✓ D'autres espèces peuvent également être cultivées.

Cercle rouge à pointe blanche (national), cercle rose, Chapeau haut de forme rose (Gaudry).

- ✓ Radis d'hiver : Un radis noir très long et volumineux. (**Mazollier, 2009**).

1.6 Classification botanique

La classification systématique des radis dans le règne végétal est présentée dans le tableau suivant.

Tableau 3 Classification systématique de *Raphanus sativus* (Grubben et Denton., 2004)

Règne	Végétal
Sous-règne	Trachéophytes
Embranchement	Spermaphytes
Sous Embranchement	Angiospermes
Classe	Dicotylédones
Sous-classe	Dialypétales
Ordre	Brassicales
Famille	Brassicacées
Genre	<i>Raphanus</i>
Espèce	<i>Sativus</i>

1.7 Propriétés culturales

1.7.1 Calendrier de culture

La culture du radis est rapide et délicate, et sa durée de vie varie de 20 à 70 jours selon la saison.

1.7.2 Cycle végétatif

Le premier stade de croissance de *Raphanus sativus L.* est la germination (**Figure. 08 "01"**). La radicule émerge de la graine. Les hypocotyles et les cotylédons se développent à travers le tégument jusqu'à la surface du sol, et les cotylédons se développent à travers la surface aérienne.

La deuxième étape montre la croissance du remblai (**Figure. 11 "02"**). Les cotylédons sont entièrement déployés, les premières feuilles émergentes, puis les bourgeons latéraux et les tiges s'allongent.

La troisième étape du cycle végétatif de *Raphanus sativus L.* La floraison (**Figure. 11 "03"**) commence avec l'apparition de l'inflorescence. Ou, si les bourgeons sont présents mais encore entourés de feuilles, les premiers pétales apparaîtront puis les fleurs s'ouvriront. Après la floraison, la plupart des pétales tombent, marquant le début de la phase finale du cycle végétatif de *Raphanus sativus L.*

Le développement du fruit (**Figure. 11 "04"**) représente le stade de pré maturation de *Raphanus sativus L.* A ce stade, toutes les gousses à graines vertes apparaissent et atteignent leur taille définitive. C'est le début de la maturation. Lorsque les gousses sont mûres et que les graines sont noires et dures, la maturation est considérée comme terminée et le cycle végétatif est terminé. (**Maria Flaya, 2018**).

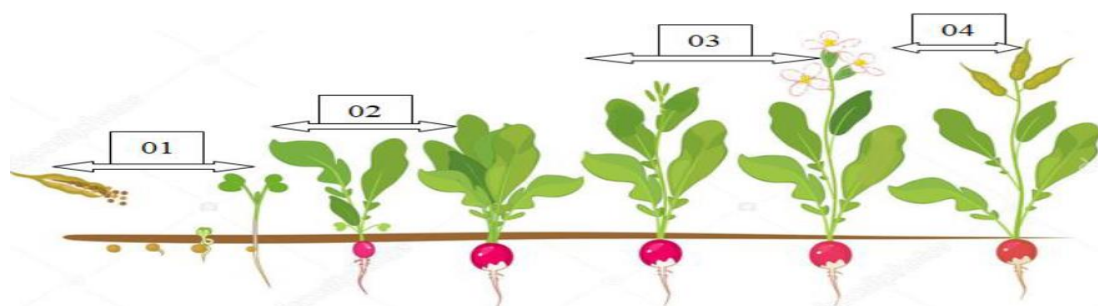


Figure 8 Cycle végétatif de Raphanus Sativus L. (Maria Flaya, 2018).

1.7.3 Exigences de culture

Comme toutes les cultures, les radis nécessitent des conditions et des exigences de croissance pour assurer une meilleure production et des rendements élevés. Le tableau suivant (Tab.04) montre les principales exigences pour la culture du radis.

Tableau 4 Exigences de la culture de *Raphanus sativus* L. (ITCMI, 2010).

Exigences	Caractéristiques
Sol	Terres meubles, riches en humus et en matière nutritives, sablo argileux
Climat	Climat doux et humide et redoute la sécheresse
Température	16°C, très exigeante en lumière et en humidité.
Ph du sol	5 à 6,8
Salinité	Sensible à la salinité du sol 2 à 3 mmhos /cm-1.
Irrigation	Les besoins sont estimés de 3500 m ³ à 4000 m ³
Zone de production	Littoral, sublittoral et hauts plateaux

1.7.4 Protection phytosanitaire

Les radis ont un cycle végétatif court avec peu ou pas de traitement des cultures. Les principaux problèmes rencontrés dans la culture du radis sont présentés dans le tableau suivant (Tab.05).

Tableau 5 Protection phytosanitaire de *Raphanus sativus* L. (ITCMI, 2010)

Ennemis	Symptômes
Le mildiou	Tâches noires sur les racines et tâches jaunes à brunes sur le feuillage avec parfois présence d'un feutrage blanc sur la face inférieure des feuilles.
La mouche du chou	Des galeries sinueuses entraînant la pourriture des racines
Le phoma	Pourriture de la racine.
L'altise des crucifères	Les cotylédons, les feuilles et le pétiole sont perforés par de petits insectes sauteurs.

1.8 Composition

Le radis sont une bonne espèce végétale pour la recherche car ils ont une valeur économique et nutritionnelle et sont une riche source de composés actifs (Curtis, 2003).

1.8.1 Valeur nutritive

Le principal composant des radis est le sucre, qui représente la plupart des calories. Ils sont principalement composés de sucres simples (glucose et fructose). Les protéines et les lipides (graisses) ne sont présents qu'en quantités infimes dans les radis, ce qui en fait l'un des aliments les moins caloriques. Les radis contiennent également une forte densité de minéraux et d'oligo-éléments, ce qui leur confère des propriétés reminéralisantes intéressantes. Il est également considéré comme une bonne source de vitamine C. (BDNFF, 2011).

Le tableau (06) indique la quantité de ces différents ingrédients dans 100 grammes de radis et 100 calories.

Tableau 6: Eléments nutritifs de *Raphanus sativus* L. (BDNFF, 2011).

Elément	Quantité
Energie	15 Kcalories / 100 g de radis
Protéines et lipides	Des traces / 100 g de radis
Glucides	2.5 à 3.5 g / 100 g de radis
Potassium	1620 mg / 100 calories
Calcium	133 mg / 100 calories
Magnésium	47 mg / 100 calories
Fer	5.3 mg / 100 calories
Vitamine C	23 mg / 100 calories

1.8.2 Principes actifs

Des études sur la composition chimique des radis ont montré que les radis sont très riches en principes actifs et en composés ayant des effets thérapeutiques importants. Certaines classes

de ces substances actives présentes dans les radis sont répertoriées dans le tableau ci-dessous (Tab.07).

Tableau 7: Principes actifs de *Raphanus sativus L*

Principe actif	Référence
Acides phénoliques	Stöhr et Herrman (1975)
Alcaloïdes et flavonoïdes	Sham <i>et al.</i> , (2013)
Anthocyanines	Gao (2014)
Glucosinolates	Visentin (1992)
Isothiocyanates	Elivra et Tatiana (2012)
Nitriles	San Jaun (2012)

1.9 Activité biologique

Les ingrédients actifs ci-dessus varient dans leur composition chimique et jouent un rôle majeur dans l'activité biologique de cette plante, parmi lesquels :

1.9.1 Protection du sol

Les radis poussent très rapidement et protègent bien le sol de l'érosion éolienne ou hydrique, même en cas de sécheresse modérée. La décomposition de ses racines épaisses crée des pores dans le sol qui favorisent une bonne pénétration de l'eau, une bonne aération du sol et une activité microbienne accrue. (Ngouajio et Mutch, 2004).

Les carottes peuvent également être utilisées comme engrais vert. Par exemple, au Paraguay, le radis (*R. sativus L. var. oleiferous Metzg.*) est cultivé comme engrais vert à raison de 5 tonnes par hectare (Florentin et al., 2001).

1.9.2 Herbicides biologiques

Qu'ils soient plantés au printemps, à la fin de l'été ou au début de l'automne, les radis poussent rapidement et produisent une couverture végétale épaisse qui « tue » les mauvaises herbes (Ngouajio et Mutch, 2004).

L'efficacité des radis pour supprimer les mauvaises herbes repose également sur leur capacité à produire des produits chimiques appelés glucosinolates qui sont rejetés dans

l'environnement. Dans certains cas, les effets de ces substances sur les mauvaises herbes et les nématodes étaient comparables à ceux du fumigant commercial VapamR (**Brown et Morra, 1996**).

1.9.3 Activité antioxydants

Parce qu'il est très riche en antioxydants (anthocyanes, kaempférol, peroxydase, etc.), les chercheurs ont étudié les effets d'un mélange d'antioxydants du radis chez l'animal et ont découvert qu'il assurait une protection contre l'oxydation des lipides sanguins (effets bénéfiques sur la santé cardiovasculaire), les entérocytes lipides (effets positifs dans la prévention du cancer du côlon) et d'autres maladies liées à l'âge (**Aoumeur, 2012**).

1.9.4 Autres activités biologiques

Semblables aux activités biologiques ci-dessus du radis, d'autres activités ont été signalées par plusieurs auteurs et sont résumées dans le tableau ci-dessous.

Tableau 8: Activités biologiques de *Raphanus sativus L.*

Activité biologique	Référence
Antimicrobienne	Janjua <i>et al.</i> , (2013)
Antiviral	Prahoveanu et Esanu (1987)
Laxative	Dande <i>et al.</i> , (2014)
Anti-inflammatoire	Kim <i>et al.</i> , (2014)
Anticancéreux	Kim <i>et al.</i> , (2014)
Antidiabétique	Shukla <i>et al.</i> , (2011)
Antimutagène	Salah-Abbés <i>et al.</i> , (2009)

(4) Généralités sur les antibiotiques et les bactéries

1 Les antibiotiques

1. Définition

Les antibiotiques ont longtemps été nommés selon Salman Waksman, 1943.

"Une substance chimique produite par des micro-organismes qui peut inhiber leur développement et détruire les bactéries et autres micro-organismes"**(Philippon A. Antibiotique 1).**

Cette définition est aujourd'hui trop restrictive et doit être abandonnée car des molécules obtenues par synthèse ou modification chimique de molécules naturelles peuvent être dotées des mêmes propriétés. L'avènement de ces antibiotiques de synthèse a également conduit aux nouvelles définitions suivantes par TURPIN et VELU en 1957 :

« Des composés chimiques à haut indice chimio thérapeutique, soit produits par des organismes, soit produits par synthèse. Son activité thérapeutique est démontrée à très faibles doses et de manière spécifique en inhibant certains processus vitaux liés aux virus et aux micro-organismes. » Et certains organismes multicellulaires **(Cohen Y et al, 2008).**

Eh bien, les antibiotiques signifient :

« Terme général désignant les substances naturelles produites par des micro-organismes et leurs analogues synthétiques qui peuvent inhiber la croissance des bactéries (agents bactériostatiques) ou les détruire (agents bactéricides) **(Manvila L et al, 1995).**

2 Histoire

L'histoire des antibiotiques remonte à la fin du XIXe siècle et au début du XXe siècle, lorsque les scientifiques ont commencé à découvrir des substances capables de tuer ou d'inhiber la croissance de certaines bactéries. Voici une chronologie simplifiée des étapes clés de l'histoire des antibiotiques **(Queener.S).**

- 1877-1878 : Le médecin britannique Sir William Roberts observe que les bactéries du genre *Bacillus* inhibent la croissance d'autres bactéries.
- 1891 : Le chirurgien écossais Sir Alexander Fleming découvre le lysozyme, une enzyme capable de tuer certaines bactéries. Cependant, cette découverte ne fut pas immédiatement exploitée pour le développement d'antibiotiques.

- 1928 : Fleming fait la découverte accidentelle de la pénicilline. En étudiant une culture de bactéries, il remarque qu'un champignon du genre *Penicillium* a contaminé la culture et a tué les bactéries environnantes. Il isole ensuite l'agent antibactérien du champignon et le nomme pénicilline.
- 1939-1941 : Howard Florey et Ernst Chain, deux scientifiques britanniques, travaillent sur la purification et la production en grande quantité de la pénicilline. Ils réalisent des expériences sur des souris et des humains, démontrant l'efficacité de la pénicilline pour traiter les infections bactériennes.
- 1941 : Les premiers essais cliniques de la pénicilline sont réalisés avec succès sur des patients atteints de diverses infections.
- 1945 : La production en masse de la pénicilline est mise en place, ce qui permet de sauver de nombreuses vies pendant la Seconde Guerre mondiale.
- 1943-1944 : Des scientifiques américains découvrent la streptomycine, le premier antibiotique efficace contre la tuberculose.
- Années 1940-1950 : De nombreux autres antibiotiques sont découverts, tels que le chloramphénicol, l'érythromycine et la tétracycline.
- Années 1950-1970 : La recherche et le développement d'antibiotiques se multiplient, conduisant à la découverte de médicaments tels que les céphalosporines, les aminosides et les quinolones.
- Années 1980 : Les premiers signes de résistance aux antibiotiques apparaissent, suscitant des préoccupations quant à leur utilisation excessive et inappropriée. **(Figure 09)(Koné , 2006).**

Depuis lors, de nombreux autres antibiotiques ont été développés pour traiter un large éventail d'infections bactériennes. Cependant, l'augmentation de la résistance aux antibiotiques est devenue un problème majeur, nécessitant une utilisation prudente et responsable de ces médicaments pour préserver leur efficacité à long terme **(Medermott W et al., 1982).**

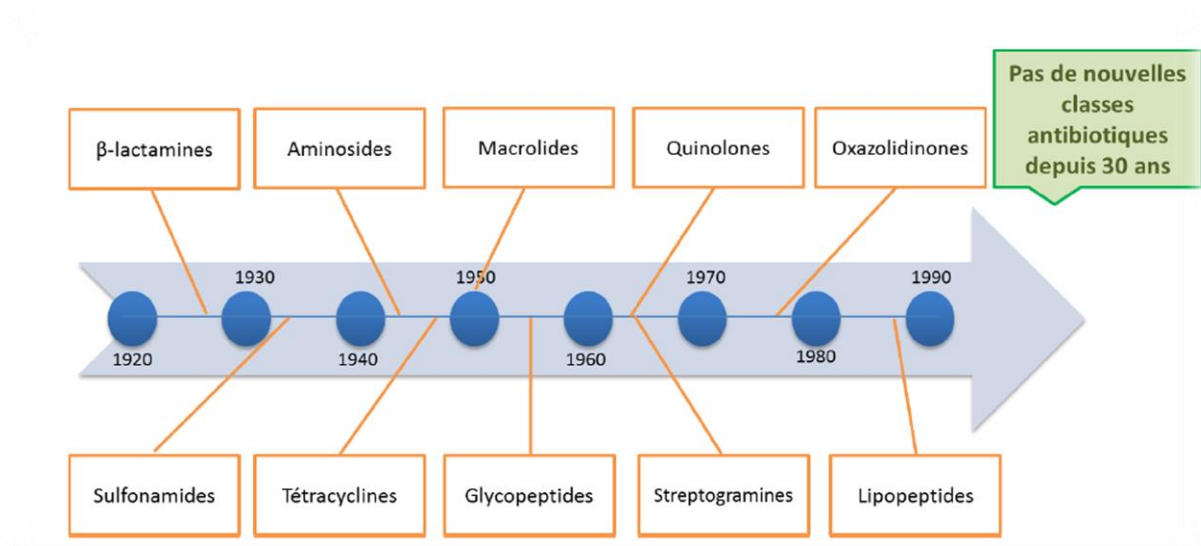


Figure 9 Chronologie de la découverte des principales classes d'antibiotiques.

3 Classification des antibiotiques

Voici une classification des antibiotiques en fonction de leur classe principale :

- 3.1.1 Pénicillines** : Ces antibiotiques sont dérivés de la pénicilline et agissent en inhibant la synthèse de la paroi cellulaire bactérienne. Exemples : *pénicilline G*, *ampicilline*, *amoxicilline*.
- 3.1.2 Céphalosporines** : Ces antibiotiques ont une structure chimique similaire à celle des pénicillines et agissent également en inhibant la synthèse de la paroi cellulaire bactérienne. Exemples : céfazoline, céfuroxime, céftriaxone.
- 3.1.3 Macrolides** : Ces antibiotiques agissent en inhibant la synthèse des protéines bactériennes. Exemples : érythromycine, azithromycine, clarithromycine.
- 3.1.4 Tétracyclines** : Ces antibiotiques agissent en inhibant la synthèse des protéines bactériennes. Exemples : tétracycline, doxycycline, minocycline.
- 3.1.5 Aminoglycosides** : Ces antibiotiques agissent en perturbant la synthèse des protéines bactériennes. Exemples : gentamicine, amikacine, streptomycine.
- 3.1.6 Quinolones** : Ces antibiotiques agissent en inhibant l'ADN gyrase bactérienne, un enzyme essentiel à la réplication de l'ADN. Exemples : ciprofloxacine, lévofloxacine, moxifloxacine.
- 3.1.7 Sulfamides** : Ces antibiotiques agissent en inhibant la synthèse de L'acide folique bactérien, nécessaire à la production de nouvelles cellules bactériennes. Exemples : sulfaméthoxazole, Triméthoprime, cotrimoxazole (association sulfaméthoxazole + Triméthoprime).
- 3.1.8 Glycopeptides** : Ces antibiotiques agissent en inhibant la synthèse de la paroi cellulaire bactérienne. Exemples : vancomycine, teicoplanine.
- 3.1.9 Carbapénèmes** : Ces antibiotiques agissent en inhibant la synthèse de la paroi cellulaire bactérienne. Exemples : imipénème, méropénème, doripénème.
- 3.1.10 Oxazolidinones** : Ces antibiotiques agissent en inhibant la synthèse des protéines bactériennes. Exemples : Linezolid, tedizolide (**Petit A, 2012**).

Il existe de nombreuses autres classes d'antibiotiques, mais cette liste comprend les principales classes utilisées en pratique clinique. Chaque classe d'antibiotiques a son propre mécanisme d'action et son spectre d'activité spécifique contre les bactéries. Il est important de noter que cette classification est une simplification générale et qu'il peut y avoir des variations et des chevauchements dans les mécanismes d'action entre les antibiotiques individuels au sein de chaque classe (**Koné MS, 2006**).

Tableau 9 Antibiotiques et leurs effets sur les bactéries

Effet bacteriostase	Effet bactéricide	
Macrolides	β-lactamines	
Sulfamides	Fluoroquinolones	
Tétracyclines	Aminoglycosides	
Lincosamides	5-Nitroimidazolés	
Nitrofurane	Glycopeptides	
Phénicolés	Polymixines	
Ethambutol	Synergistines	
Cyclosérine	Ansamicynes Isoniazides	Acide fusidique Pyrasinamide

4 Spectre Activités

Le spectre d'action d'un antibiotique est une liste des types de bactéries contre lesquelles l'antibiotique agit. Trois spectres sont décrits dans la littérature antibiotique. Ces différents types sont (**Cavallo J.D et al.**) :

✚ Spectre Large

C'est le cas lorsque les antibiotiques agissent sur la majorité des espèces pathogènes Gram-positives et Gram-négatives.

✚ Spectre limité

Son effet est plus limité. Exemple : Antibiotiques contre les bactéries Gram-positives, antibiotiques contre les bactéries Gram.

✚ Spectre étroit

Exemple : antibiotiques de la tuberculose

5. Spectres d'activités, traitement recommandé

a. Inhibiteurs de la synthèse des peptidoglycanes

Les antibiotiques qui agissent sur les parois cellulaires bactériennes comprennent : *β-lactamines, glycopeptides, fosfomycines.*

b. Inhibiteurs de la synthèse des protéines

c. Les antibiotiques actifs sur les enveloppes membranaires

d. Inhibiteurs d'acides nucléiques ce type d'antibiotique est les quinolones et

Fluoroquinolones, rifamycine, Nitrofurane, Novobiocine, Nitroimidazoles.

e. Les inhibiteurs de la synthèse des folates telle que les *Sulfamides, les Triméthoprime* et association.

f. Les Anti-mycobactéries : Les infections mycobactériennes se caractérisent par un début lent et insidieux et sont souvent diagnostiquées des mois après leur apparition. Cependant, ces infections créent un nouveau boom chez les patients immunodéprimés (**SIDA**) (**Van Bambeke F**).

Les stratégies de traitement antimycobactérien doivent tenir compte des facteurs suivants :

- ✚ Identification des mycobactéries pertinentes (*Mycobacterium tuberculosis, Mycobacterium leprae, atypique*).
- ✚ Sensibilité bactérienne aux antibiotiques disponibles. De plus, le traitement lui-même doit répondre aux critères suivants :
- ✚ Associations d'antibiotiques pour éviter le développement de résistances. Une durée de traitement plus longue est avantageuse.
- ✚ Activité sur la morphologie extracellulaire et intracellulaire
- ✚ Administration prolongée pour atteindre les lésions profondes et la morphologie intracellulaire.
- ✚ Doses élevées administrées en une seule fois en raison de la croissance lente des bactéries (> 20 heures).

5 Toxicité et effet indésirable des antibiotiques

La pharmacovigilance revêt un intérêt particulier à tous les stades du développement et de l'utilisation des médicaments, y compris les antibiotiques, et depuis 1984, la déclaration des effets indésirables des médicaments est obligatoire tant pour les professionnels de la santé que pour l'industrie pharmaceutique. Bien que les effets secondaires des antibiotiques soient relativement rares et rarement graves, ils doivent être signalés aux prescripteurs, pris en compte

lors de la prescription, pris en compte lors du suivi, identifiés et signalés lorsqu'ils surviennent.
(Adam Fet al., Goldstein F).

Il existe deux causes courantes d'accidents et d'incidents liés aux antibiotiques :

▪ **Les erreurs thérapeutiques**

Mauvaise dose, durée, voie d'administration, non-respect des contre-indications, automédication.

▪ **Les effets indésirables propres aux médicaments**

Effets pharmacodynamiques primaires, effets pharmacodynamiques secondaires et enfin associés à des conditions spécifiques du patient.

6 Résistances aux antibiotiques

Pour être efficace, un antibiotique doit parvenir au contact de la bactérie, puis pénétrer dans la cellule afin de se fixer à sa cible et perturber le fonctionnement du microorganisme, sans être détruit ni modifié. Les bactéries se défendent contre l'action des antibiotiques par plusieurs mécanismes. La même souche bactérienne peut cumuler plusieurs mécanismes :

- En se rendant imperméable à leur pénétration ;
- En produisant des enzymes capables de les inactiver (Les β -lactamases, Les céphalosporinases) (**Smaoui S. (2010)**).

I. Les Bactéries

Les bactéries sont des micro-organismes unicellulaires présents dans tous les types d'environnements, qu'il s'agisse de la terre, de l'eau, de l'air ou même du corps humain. Elles sont parmi les organismes les plus simples et les plus abondants sur Terre. Contrairement aux virus, qui doivent détourner la machinerie cellulaire pour se répliquer, ils peuvent se répliquer de manière autonome. Les bactéries ont une taille de 1 à 10 μm , pèsent environ 10 à 12 grammes, sont omniprésentes et comptent environ 8 000 espèces connues, mais on estime qu'elles sont 100 à 1 000 fois plus nombreuses.

Les bactéries se caractérisent par leur structure cellulaire relativement simple. Elles sont constituées d'une seule cellule, qui est entourée par une membrane cellulaire et un mur cellulaire rigide. À l'intérieur de la cellule, on trouve le matériel génétique sous forme d'ADN, ainsi que divers organites et structures nécessaires à leur fonctionnement.

Les bactéries peuvent avoir différentes formes, telles que des sphères (appelées Cocci), des bâtonnets (appelés bacilles) ou des spirales. Elles se reproduisent généralement par division cellulaire simple, ce qui leur permet de se multiplier rapidement et de coloniser de nouveaux environnements.

Les bactéries jouent un rôle essentiel dans de nombreux écosystèmes. Elles sont impliquées dans la décomposition de la matière organique, le recyclage des éléments nutritifs et la fixation de l'azote atmosphérique. Certaines bactéries sont également utilisées dans des processus industriels tels que la production d'aliments fermentés, la fabrication d'antibiotiques et la dégradation de substances toxiques. Bien que certaines bactéries soient responsables de maladies chez les plantes, les animaux et les humains, la majorité des bactéries sont inoffensives voire bénéfiques. Dans le corps humain, par exemple, certaines bactéries présentes dans l'intestin aident à la digestion et renforcent le système immunitaire.

En résumé, les bactéries sont des micro-organismes unicellulaires présents partout dans notre environnement. Elles jouent un rôle essentiel dans les écosystèmes, peuvent être bénéfiques ou nuisibles pour les humains, et ont une structure cellulaire relativement simple par rapport aux organismes plus complexes. **(Smith N.H., et al).**

II. Les différents types de bactéries

Il existe de nombreux types de bactéries qui se distinguent par leur morphologie, leur mode de vie, leur métabolisme et leur capacité à causer des maladies. Voici quelques-uns des types de bactéries les plus courants (Janin, 2018) :

❖ **Bactéries Gram-positives**

Ce type de bactéries a une paroi cellulaire épaisse qui retient le colorant violet-Gram lors de la coloration de Gram. Elles comprennent des genres tels que *Staphylococcus*, *Streptococcus*, *Clostridium* et *Listeria*.

❖ **Bactéries Gram-négatives**

Ces bactéries ont une paroi cellulaire moins épaisse et prennent une couleur rose lors de la coloration de Gram. Elles incluent des genres tels que l'*Escherichia coli*, *Salmonella*, *Pseudomonas* et *Klebsiella*.

❖ **Bactéries anaérobies**

Ces bactéries peuvent survivre et se multiplier en l'absence d'oxygène. Certaines sont bénéfiques, tandis que d'autres peuvent être pathogènes. Les genres *Bacteroides* et *Clostridium* sont des exemples d'espèces anaérobies.

❖ **Bactéries aérobies**

Ces bactéries ont besoin d'oxygène pour leur croissance et leur métabolisme. Des genres tels que *Mycobacterium* (responsable de la tuberculose) et *Neisseria* (responsable de la gonorrhée) sont des exemples de bactéries aérobies.

❖ **Bactéries acidophiles**

Ce sont des bactéries qui préfèrent les environnements acides, comme les sources chaudes acides. Des genres tels que l'*Acidithiobacillus* sont des exemples d'espèces acidophiles.

❖ **Bactéries thermophiles**

Ces bactéries sont capables de survivre et de se multiplier dans des environnements très chauds, tels que les sources chaudes et les volcans. Des genres tels que *Thermus* et *Thermotoga* sont des exemples de bactéries thermophiles.

❖ **Bactéries phototrophes**

Ce sont des bactéries capables de produire de l'énergie à partir de la lumière. Les cyanobactéries, également connues sous le nom d'algues bleues-vertes, sont des exemples de bactéries phototrophes.

Cette liste ne couvre qu'une petite partie de la diversité bactérienne. Il existe de nombreux autres types de bactéries avec des caractéristiques spécifiques et des adaptations uniques à leur environnement. (Le Minor L, Veron M)

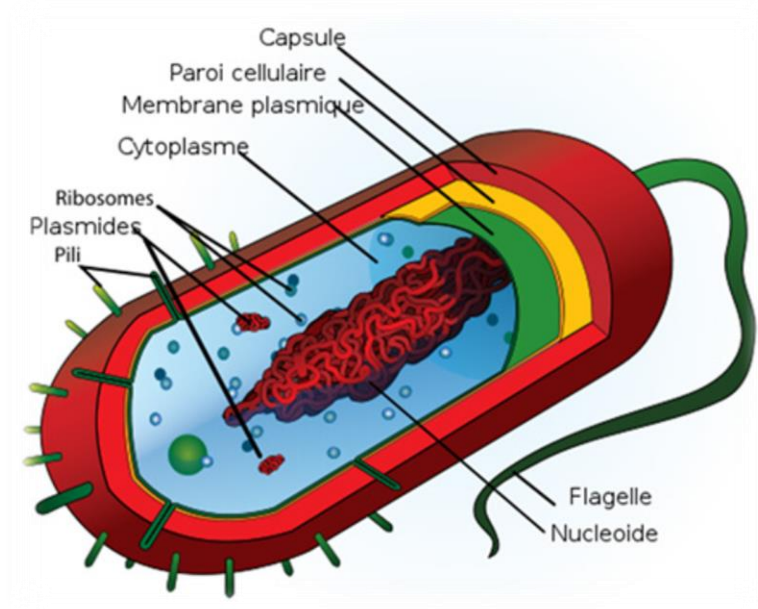


Figure 10 : Schéma d'une bactérie. (Wikipédia).

Staphylocoques (staph) et *Klebsiella pneumoniae (KP)*, sujet de notre étude, sont deux types de bactéries spécifiques qui peuvent être trouvées dans l'environnement et dans le tractus gastro-intestinal des humains et des animaux.

➤ *Staphylocoques (staph)*

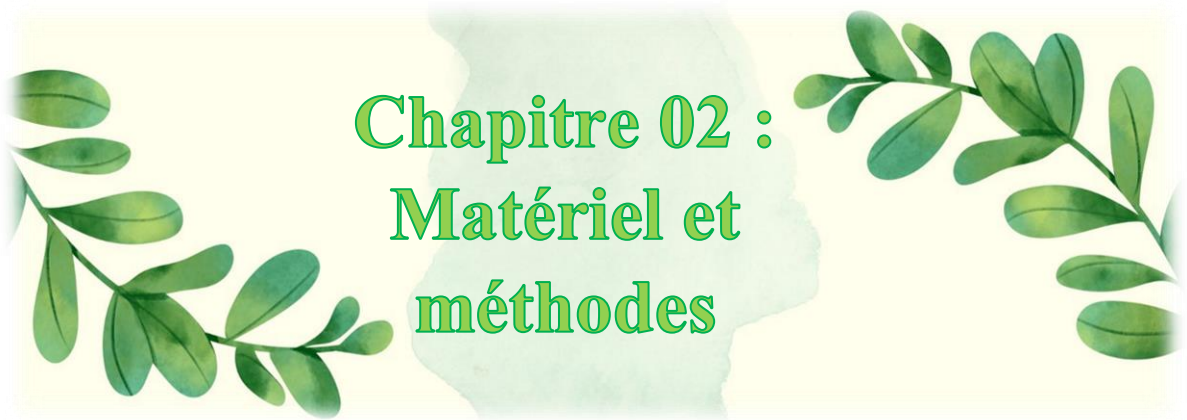
Les *staphylocoques* sont des bactéries Gram-positives qui font partie de la famille des *Staphylococcaceae*. Le genre le plus courant est *Staphylococcus*. Ces bactéries sont souvent présentes sur la peau et les muqueuses de l'homme, sans causer de maladie. Cependant, certaines souches de *staphylocoques* peuvent devenir pathogènes et provoquer diverses infections, allant des infections cutanées superficielles aux infections graves telles que la pneumonie, la méningite, les infections des os et des articulations, et les infections du sang (septicémie).

Le *Staphylococcus aureus* est l'espèce la plus connue, et certaines souches de cette bactérie sont résistantes à de nombreux antibiotiques, y compris à la méthicilline, ce qui les rend difficiles à traiter (Mezghani Maalej et al., 2006).

➤ ***Klebsiella pneumoniae* (KP)**

C'est une bactérie Gram-négative en forme de bâtonnet, également appartenant à la famille des Enterobacteriaceae. Elle peut être trouvée dans l'environnement, notamment dans le sol et l'eau, ainsi que dans le tractus respiratoire des humains. *KP* est souvent associée aux infections nosocomiales (infections contractées à l'hôpital) et peut causer des infections pulmonaires (comme la *pneumonie*), des infections des voies urinaires, des infections sanguines et d'autres infections graves. Certains types de *KP* ont acquis des résistances aux antibiotiques, ce qui rend leur traitement plus difficile (**Mezghani Maalej et al., 2006**).

Les informations fournies sont générales et qu'il existe de nombreuses souches et variétés différentes de bactéries *KP* et *staphylocoques*, chacune avec ses caractéristiques spécifiques.



**Chapitre 02 :
Matériel et
méthodes**

Ce chapitre est consacré à la description des différents matériaux et produits chimiques utilisés et décrit en détail les méthodes et les techniques expérimentales utilisées au cours de la réalisation de ce travail

Méthodes de caractérisation des nanoparticules formées

Les méthodes suivantes sont utilisées pour la caractérisation des nanoparticules :

1.1 Diffraction des rayons X (DRX)

Principe

Les techniques de diffraction des rayons X peuvent être utilisées pour déterminer l'état de cristallisation des sédiments et identifier les phases cristallines présentes dans l'échantillon. Cela comprend l'observation de l'interaction des rayons X et de la matière.

Lorsque les rayons X frappent la matière, ils émettent des ondes de même phase et longueur d'onde dans toutes les directions. Cette diffusion provoque des interférences entre les ondes cohérentes diffusant à partir de chaque plan atomique, produisant des ondes diffractées dont les propriétés dépendent de la structure cristalline du matériau. Les positions des faisceaux diffractés sont données par la loi de Bragg. (CHEBBI et al., 2018).

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

n = ordre de diffraction

$\lambda(\text{Å})$ = longueur d'onde des rayons X

d = distance inter réticulaire

θ (°) = angle de Bragg.



Figure 11 DRX BRUKER D2 PHASER

Le diffractogramme enregistré pour l'échantillon est comparé au diffractogramme des données de référence enregistré dans le fichier ASTM.

1.2 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

Le spectre le plus couramment utilisé en analyse fonctionnelle est le spectre infrarouge, qui correspond à des changements simultanés des énergies vibrationnelles et rotationnelles. Cette technique consiste à irradier l'échantillon avec une énergie proche de celle de la vibration et à provoquer une transition directe entre deux niveaux vibrationnels en absorbant l'énergie du rayonnement incident (**A. L. Patterson 1939**).

Les groupes fonctionnels sont généralement reconnus par la présence ou l'absence de bandes d'absorption enregistrées dans le spectre infrarouge. L'absorption du rayonnement infrarouge par ce matériau dépend de la nature de ses constituants et des liaisons qui les lient. Cette technique de spectroscopie hautement sélective est souvent utilisée pour l'identification de composés chimiques, mais elle peut également fournir des informations très importantes sur les interactions intermoléculaires et/ou intramoléculaires, la conformation moléculaire et l'organisation matérielle (**Servant L et al., 2011**).

Dans cette étude, FTIR est utilisé pour confirmer l'interaction entre le Zinc ou Titane et le bio réducteur. Les réactions entre les nanoparticules de Zinc et Titane et les biomolécules peuvent être identifiées par des décalages de bande caractéristiques attribués à divers groupes fonctionnels présents dans les biomolécules tels que les groupes carbonyle, hydroxyle et amine (**S. Lanone et al . 2010**).



Figure 12 Spectromètre infrarouge SHIMADZU FTIR-8900

1.3 Spectroscopie

UV-visible

La spectroscopie ultraviolet-visible, ou spectroscopie UV-visible, est une technique spectroscopique qui utilise des photons avec des longueurs d'onde dans l'ultraviolet (200-400 nm), le visible (400-750 nm) ou le proche infrarouge (750-1400 nm).

Lorsque des molécules, des ions ou des complexes sont exposés à un rayonnement dans cette gamme de longueurs d'onde, une ou plusieurs transitions électroniques peuvent se produire. La plupart des substrats analysés sont en solution, mais ils peuvent aussi être en phase gazeuse et, plus rarement, à l'état solide.

Principe

Quantifier la quantité de lumière UV ou visible absorbée par les composants en solution. Mesurer ensuite le rapport des intensités des deux rayons dans le domaine UV-visible (Rajeshkumar, .S 2017).

Les lois d'absorption s'appliquent au spectre d'absorption ultraviolet, visible et même infrarouge. Cette loi est donnée par la relation

$$A = \log I / I_0 = \epsilon \cdot L \cdot C$$

A : L'absorbance

I : Faisceau de lumière entrant

I₀ : Faisceau de lumière sortant

L : Epaisseur de la cuve d'analyse

ε : Constante de proportionnalité

C : Concentration de la substance absorbante.



Figure 13 Spectrophotomètre SHIMADZU UV-1201

1.4 Composition chimique élémentaire par spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDS combiné avec MEB)

Principe :

Les spectromètres à dispersion d'énergie utilisent le rayonnement X produit par un faisceau d'électrons incident sur un échantillon. Comme mentionné dans la section 2.1.1, l'interaction des faisceaux d'électrons avec la matière produit divers signaux, y compris des rayons X. Lorsqu'une interaction inélastique se produit entre le faisceau d'électrons et la surface de l'échantillon, les électrons émis provoquent l'ionisation et la désexcitation de l'atome en émettant des rayons X caractéristiques de cet atome (l'énergie du rayon X est le numéro atomique augmente avec Z).

Ces rayons X sont obtenus en microanalyse chimique (EDS) et utilisés pour connaître la composition atomique de l'échantillon.

1 L'objectif :

Il est nécessaire de développer une méthode de synthèse de nanoparticules métalliques respectueuses de l'environnement.

L'objectif de ce travail est d'utiliser des ressources biologiques naturelles pour produire des nanoparticules bon marché et non toxiques. Diverses méthodes chimiques et physiques sont utilisées pour synthétiser des nanoparticules. (**Sahu, D et al. ; 2013**). Cependant, ces méthodes sont à risque lors de l'utilisation de produits chimiques toxiques car elles ont des effets nocifs dans les applications médicales. Par conséquent, des extraits de plantes ont été utilisés pour la synthèse de nanoparticules de zinc à partir de feuilles de citron comme exemple (**Song et al., 2009**).

Notre but donc est de synthétiser des nanoparticules de zinc et de titane (ZnNPs) (TiNPs) en utilisant des extraits de feuilles de radis (*Raphanus sativus*) et d'évaluer leur pouvoir antibactérien. Le processus de synthèse en milieu aqueux est décrit en détail ci-dessous :

- ✓ Ramassez les feuilles de radis.
- ✓ Extraction des feuilles de radis.
- ✓ synthèse des NPs Zn et Ti à l'aide de l'extrait des feuilles de radis.
- ✓ Caractérisation des NPs Zn et Ti synthétisées par différentes techniques analytiques (UV, IR, MEB-EDS, DRX).
- ✓ Enfin, l'étude des propriétés biologiques des NP Zn et Ti obtenues.

Il est important de signaler que la partie expérimentale de cette étude a été réalisée au niveau du Laboratoire pédagogique de l'Enseignement de Chimie, Faculté de Mathématiques et Sciences de la Matière, Université de Ouargla (Algérie).

Le matériel et les méthodes utilisés seront présentés ci-dessous :

B. Le matériel végétal :

Notre choix a été fixé sur le radis (*Raphanus sativus L*) (figure 14) à cause de sa richesse en métabolites secondaires et de ses propriétés biologiques intéressantes.



Figure 14 feuilles de radis *Raphanus sativus L* (H.Sabrina, 2023)

C. Produits chimiques

- Acétate de zinc ($Zn(OOCCH_3)_2 \cdot 2H_2O$).
- Titanium trichlorure ($TiCl_3$).
- l'eau distillée.

D. Les appareils

- Moulin électronique.
- Agitateur magnétique.
- Papier filtre.
- Centrifugeuse.
- Thermomètre.
- Balance électronique.

E. Les verreries

- Tubes à essai verre
- Pipette

- Bécher
- Erlenmeyer
- Eprouvette graduée
- Evier
- Entonnoir - Spatule
- Verre de montre
- Pissette - Seringue
- Mortier et pilon

F. Matériel biologique

1. Souche bactérienne

Les souches bactériennes ont été obtenues auprès du laboratoire de l'hôpital bouguera boulaaras à Tébessa. Les souches ont été sous-cultivées sur de la gélose nutritive et conservées au réfrigérateur à 4°C pour des tests ultérieurs. Le Gram et la pathogénicité de ces micro-organismes sont répertoriés dans le tableau ci-dessous.

Tableau 10 Pathogénicité des souches testées.

Souche	Gram	Pouvoir pathogène
<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 29213	Gram+	Infections cutanées : furoncles, abcès Infections des plaies Infections urinaires. Infections ORL
<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 43300	Gram+	Voir <i>S. aureus</i>
<i>Klebsiella pneumoniae</i>	Gram -	Abcès pyogènes du foie Infections intestinales et urinaires Infections nosocomiales Infections respiratoires communautaires
<i>Klebsiella pneumoniae</i> <i>Carbapenemase</i>	Gram -	« super-bactérie » <i>Klebsiella pneumoniae</i>.

VII. Mode opératoire

A. Préparation des NPs Zn et NPs Ti

- Les feuilles de radis ont été récupérées du marché puis rincées avec de l'eau du robinet pour éliminer le sable, puis lavées avec l'eau distillée et séchées à température ambiante.
- Broyage des feuilles à l'aide du moulin électronique jusqu'à obtention d'une poudre fine, cette étape est nécessaire pour augmenter la surface de contact entre le matériel végétal et le solvant afin d'améliorer le rendement de l'extraction.
- Macération de 10g de cette poudre dans 400mL d'eau distillée avec agitation pendant 4 à 5h à une température de 60° à 70°C. le mélange est filtré à travers un papier filtre pour éliminer la matière solide. Une solution verte a été obtenue et stockée à 4-8°C.
- Afin de préparer les nanoparticules, 10g de chaque électrolyte AcO_2Zn et TiCl_3 a été dissoute dans 200ml d'eau distillée. Chaque solution a subi une agitation à l'aide d'un agitateur magnétique sous une température 60°C afin d'obtenir deux solutions aqueuses homogènes.
- Un volume de 200 ml de l'extrait de la plante est ajouté goutte à goutte à un volume égale de chaque solution de AcO_2Zn et TiCl_3 . Le mélange a été maintenu à une température comprise entre 70 et 80°C pendant un jour sous agitation magnétique continue. Un changement de couleur de la solution au jaune pour AcO_2Zn et au blanc trouble pour le TiCl_3 a été observé.
- Ces derniers ont été centrifugés à 15 000 rpm pendant 20 minutes Les culots ont été lavés plusieurs fois avec de l'eau distillée pour éliminer les impuretés puis sécher à 90°C pendant une heure pour éliminer l'eau.
- Enfin un traitement thermique a été effectué à 550 °C pendant 3 h (**Calcination**) pour obtenir de la poudre des NPs Zn et NPs Ti.
- La poudre obtenue a été caractérisée par les méthodes physico-chimiques telles qu'UV-visible, IR, DRX, MEB.

Ces étapes sont résumées dans l'organigramme présenté dans la **figure 15**

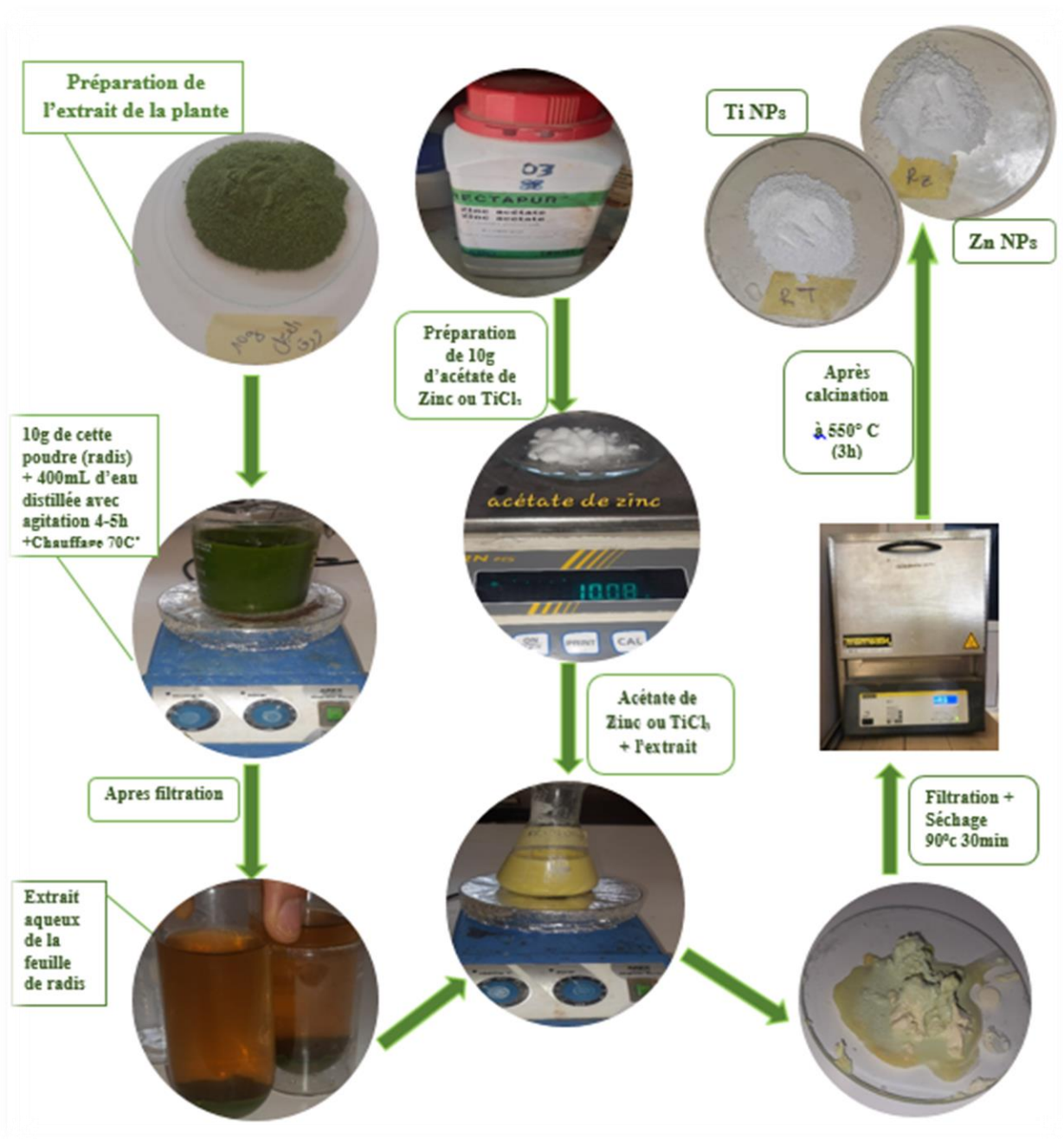


Figure 15 Schéma illustrant le protocole de préparation de NPs Zn et Ti avec l'extrait des feuilles du radis (Harsa.S, 2023).

B. Evaluation de l'activité antibactérienne

1. Préparation des souches

Pour chaque souche, un inoculum a été généré à partir du milieu mère sur bouillon nutritif, suivi d'une culture à 37 °C pendant 24 h. Après 24 heures d'incubation, les différentes souches ont été striées sur de la gélose nutritive et incubées dans une étuve à 37°C pendant 24 heures pour

obtenir des cultures de semis et des colonies bien séparées pour la préparation de tout inoculum bactérien.

2. L'antibiogramme

a) Principe

Il s'agit d'une technique qui permet de tester la sensibilité des souches bactériennes à un ou plusieurs antibiotiques, on applique la méthode classique d'étalement de disques antibiotiques sur gélose Muller Hinton (MH), qui est une culture standardisée pour toutes les bactéries de base, à l'exception de certaines souches capricieuses. La méthode consiste à placer des disques chargés avec des doses connues d'un ou plusieurs antibiotiques sur des souches standard pré-inoculées dans des boîtes de Pétri contenant de gélose MH, suivi d'une incubation à 37°C pendant 24 heures (Joffin et Leyral, 2003).

Prélever quelques colonies de cultures fraîches après 24 heures et les placer dans de l'eau physiologique stérile jusqu'à ce que la charge bactérienne atteigne un niveau de 0,5 Mc Ferland, ce qui correspond à une densité optique de 0,08 à 0,10 à la longueur d'onde 625 nm. L'inoculum est effectué dans un champ stérile près d'un bec Bunsen, et l'inoculum est préparé en 15 minutes comme le la **figure 16**



Figure 16 Un bec Bunsen (Harsa.S 2023)

1.4.1 Ensemencement

Le milieu Mueller-Hinton a été décongelé dans un bain-marie et amené à surfusion avant d'être versé dans des boîtes de Pétri.

Après solidification, un écouvillon stérile a été trempé dans la suspension et l'excès de liquide a été éliminé en faisant tourbillonner l'écouvillon contre la paroi du tube.

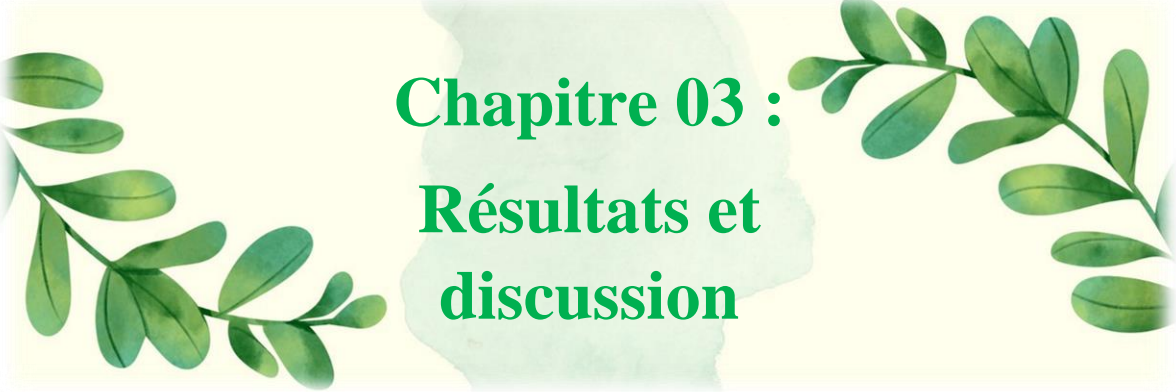
Un Frottement de toute la surface de la boîte de Pétri a été répété 3 fois, en faisant tourner la boîte de Pétri entre les bandes pour assurer une distribution uniforme.

1.4.2 Application de plateaux antibiotique

Les disques d'antibiotiques sélectionnés sont placés sur la gélose MH préalablement inoculée à l'aide de pinces stériles. Appliquer une légère pression avec une pince à épiler ou une aiguille stérile pour assurer un contact complet du disque avec la gélose. Retourner la boîte et incuber idéalement dans les 15 min suivant la mise en place du disque, pas plus de 30 min, puis incuber pendant 24 h à $35\pm 2^\circ\text{C}$ en conditions aérobies.

1.4.3 Pour la préparation des solutions de ZnO et TiO₂

- ✓ Peser la poudre de ZnO NPs et TiO₂ à l'aide d'une balance et diluer dans l'eau distillée pour obtenir des concentrations : 25, 75 et 100 µg/ml.
- ✓ Sur une boîte de Pétri semi-refroidie contenant du MH à une hauteur de 4 mm et un ensemencement avec la suspension bactérienne, déposer les disques d'antibiotiques de 8 mm de diamètre.
- ✓ Dans une autre part déposer des concentrations de NPs ZnO et TiO₂ et des contrôles positifs et négatifs.
- ✓ Incuber la boîte pendant 24 heures à 35°. Tous les tests ont été réalisés avec deux antibiotiques différents.



Chapitre 03 :
Résultats et
discussion

(1) Synthèse des nanoparticules

L'extrait aqueux de l'espèce *Raphanus sativus* a été additionné aux deux extraits aqueux préparés à partir de Acétate de zinc et chlorure de titane afin d'aboutir aux nanoparticules de Zn et Ti respectivement.

Le changement de couleur de la 1ère solution vers le jaune indique la formation des NPs Zn. La solution obtenue a été filtrée et le filtrat de masse 14,29g a subi une calcination pendant 3h à 550°C. Après refroidissement, la poudre a été broyée puis pesé pour donner une masse de 8,651g (figure 17). Le rendement de cette préparation est calculé par rapport à la masse de la poudre obtenu avant calcination en utilisant la formule suivante.

$$Rt = (\text{masse de la poudre après calcination} / \text{masse de la poudre avant calcination}) \times 100$$

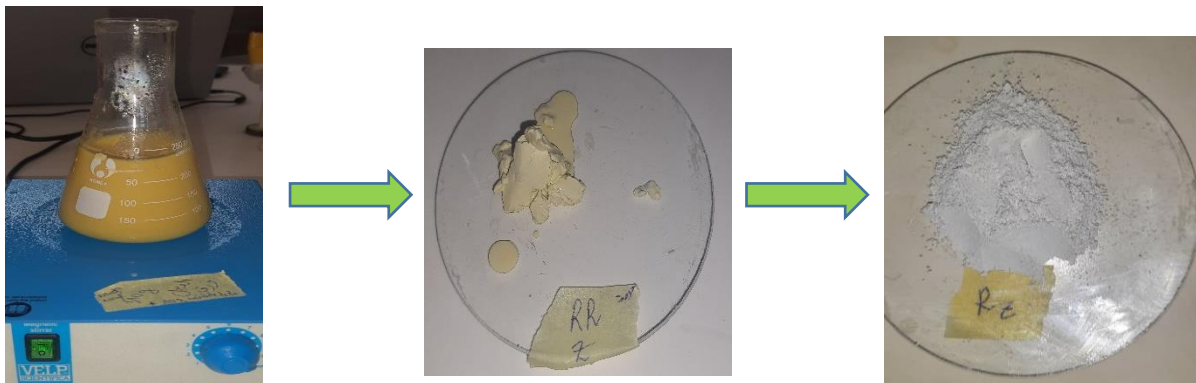


Figure 17 étapes de formation de NPs Zn

De même, le changement de couleur de la 2ème solution vers le blanc trouble est caractéristique de la formation des NPs Ti. La solution obtenue a été filtrée et le filtrat de masse 11,86g a subi une calcination pendant 3h à 550°C. Après refroidissement, la poudre a été broyée puis pesé pour donner une masse de 11,506g (figure 18). Le rendement a été calculé en utilisant la formule précédente.

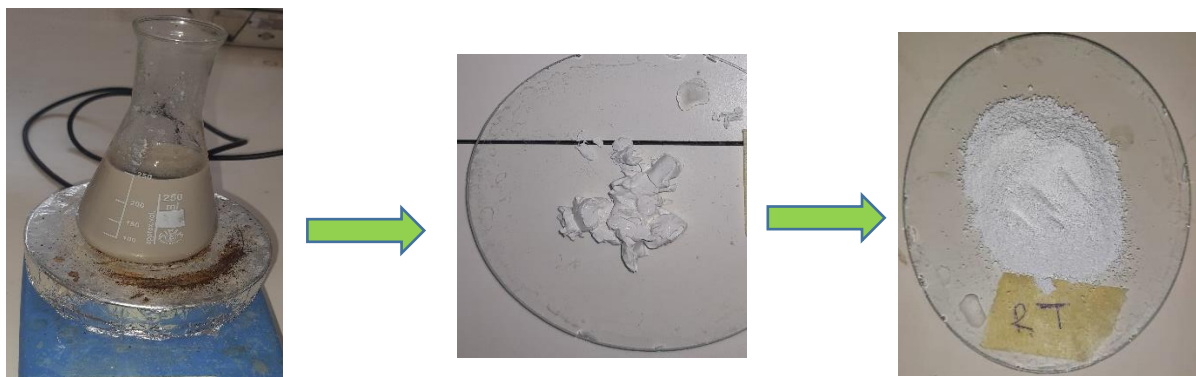


Figure 18 étapes de formation de NPs Ti

Le tableau suivant résume les résultats des Rt des NPs Zn et NPs Ti

Tableau 11 résume les résultats des Rt des NPs Zn et NPs Ti

Les échantillons	M (g) avant calcination	M (g) après calcination	Rt (%)
NPs Zn	14.29	8.651	60.54
NPs Ti	11.86	11.506	97.015

L'observation visuelle n'a pas confirmé la formation de nanoparticules, nous avons donc utilisé des techniques plus spécifiques telle que UV-visible, IR, DRX, MEB comme nous le verrons.

(2) Caractérisations par UV-visible

Les résultats d'absorption de la lumière UV-visible par les nanoparticules synthétisées à partir de la première solution d'AcO₂Zn et l'extrait de radis sont représentés par le spectre de la **figure (19)**.

Sample Name: RZ

Collection Time 03-May-23 4:02:17 PM

Peak Table
 Peak Style Peaks
 Peak Threshold 0.0100
 Range 800.00nm to 200.00nm

Wavelength (nm)	Abs
374.00	0.667
207.00	4.690
204.00	4.521
201.00	4.566

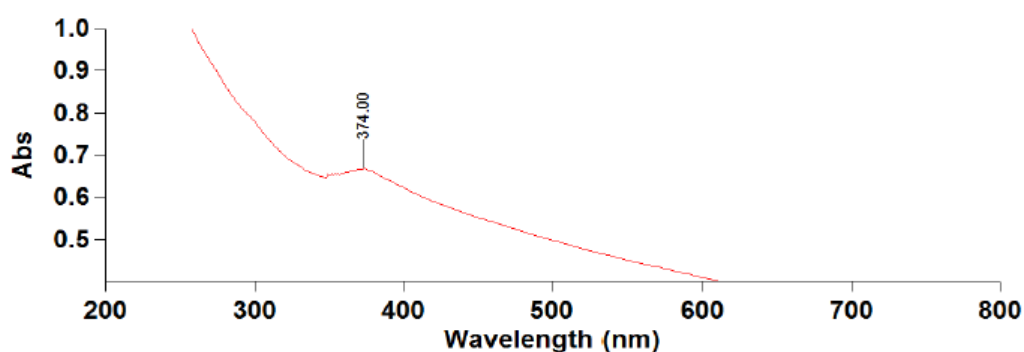


Figure 19 UV-visible spectre de NPs ZnO

Le pic d'absorption de la NPs ZnO dissout dans l'eau est centré à la longueur d'onde de 374 nm qui est le pic caractéristique de la forme hexagonale de ZnO. Cette valeur (374nm) étant en accorde avec les résultats de la littérature qui montre un pic d'absorption centré à 378nm de ZnO (Wooten, 2009).

Sample Name: Rt

Collection Time

04-Jun-23 4:39:01 PM

Peak Table

Peak Style

Peak Threshold

Range

Peaks

0.0100

800.00nm to 200.00nm

Wavelength (nm)	Abs
227.00	5.250
225.00	10.000

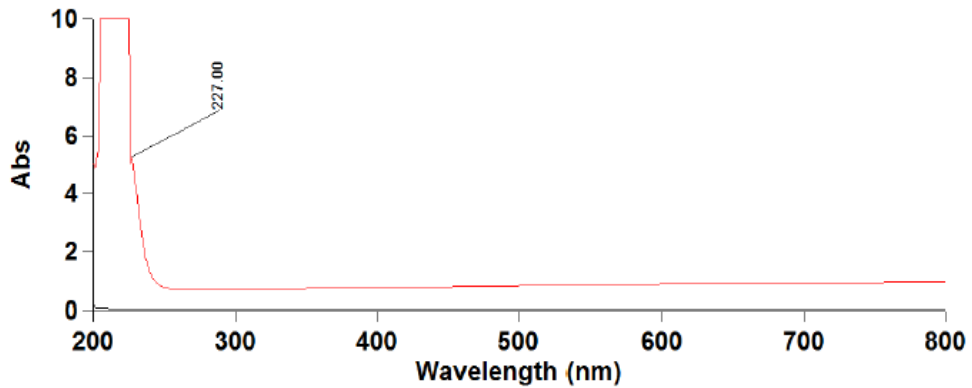


Figure 20 UV-visible spectre de NPs TiO₂

Le pic d'absorption de la NPs TiO₂ dissout dans l'eau est centré à la longueur d'onde de 227 nm qui est le pic caractéristique de TiO₂. Cette valeur (227 nm) étant une petite peut loin de celle reporté dans la littérature qui montre un pic d'absorption centré à 280 nm. Ces différences peuvent être attribuées à la sensibilité du spectre UV à de nombreux facteurs tels que la forme, la taille et l'agglomération des particules (**figure20**) (**Dobrucka, 2016**).

(3) Spectroscopie infrarouge (ATR)

Dans le spectre IR des NP ZnO, La bande était à l'environ de 1500 cm⁻¹ a été attribuée à l'étirement C-C dans l'anneau parfumé et à l'étirement C = O dans les phénols et à la liaison N-H dans les amines. La bande de 900 cm⁻¹ a été attribuée à la liaison C-H dans l'alcène et la liaison O-H dans les phénols. Le pic aigu observé entre 550 et 600 cm⁻¹ a été attribué au phonon vibratoire des NP ZnO. En comparaison avec d'autres études, on a observé un pic de 408 à 510 cm⁻¹, qui a été attribué à la vibration des NP ZnO. Ce résultat indique la production réussie de nanoparticules ZnO (**figure 21**) (**Khalifa., 2019**).

Sample ID:RZ
Sample Scans:16
Background Scans:8
Resolution:16
System Status:Good
File Location:C:\Users\Public\Documents\Agilent\MicroLab\Results\RZ_2023-05-14T09-43-25.a2r

Method Name:kennza
User:UNIV
Date/Time:05/14/2023 9:43:25 AM
Range:4000 - 400
Apodization:Happ-Genzel

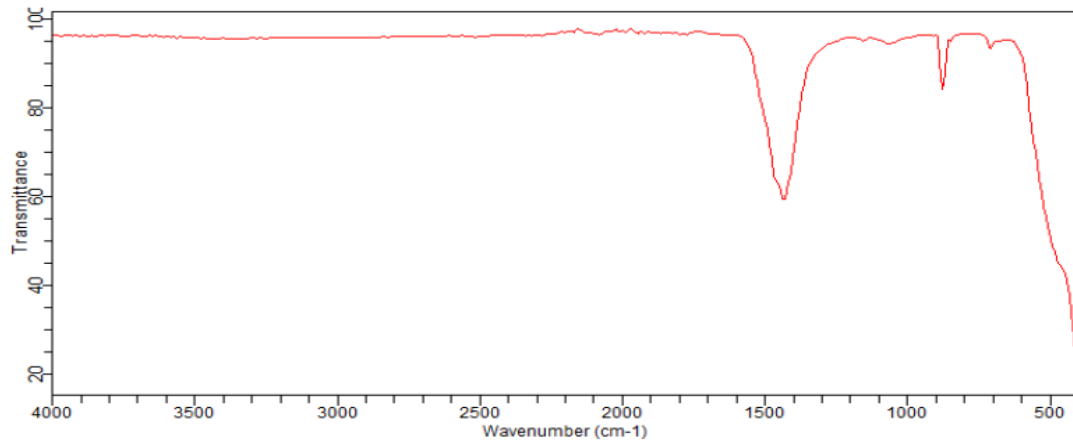


Figure 21 Spectres IR des nanostructures de ZnO dans la région 500-4000 cm⁻¹

Le spectre infrarouge des NP TiO₂ de base a montré une bande large dans l'intervalle 500-700 cm⁻¹ qui est caractéristique de la vibration Ti-O, ce qui confirme la formation de la bande métal-Oxygène (**figure22**) (**Bagheri et al., 2013**).

Sample ID:RT
Sample Scans:16
Background Scans:8
Resolution:16
System Status:Good
File Location:C:\Users\Public\Documents\Agilent\MicroLab\Results\RT_2023-05-14T09-40-49.a2r

Method Name:kennnza
User:UNIV
Date/Time:05/14/2023 9:40:49 AM
Range:4000 - 400
Apodization:Happ-Genzel

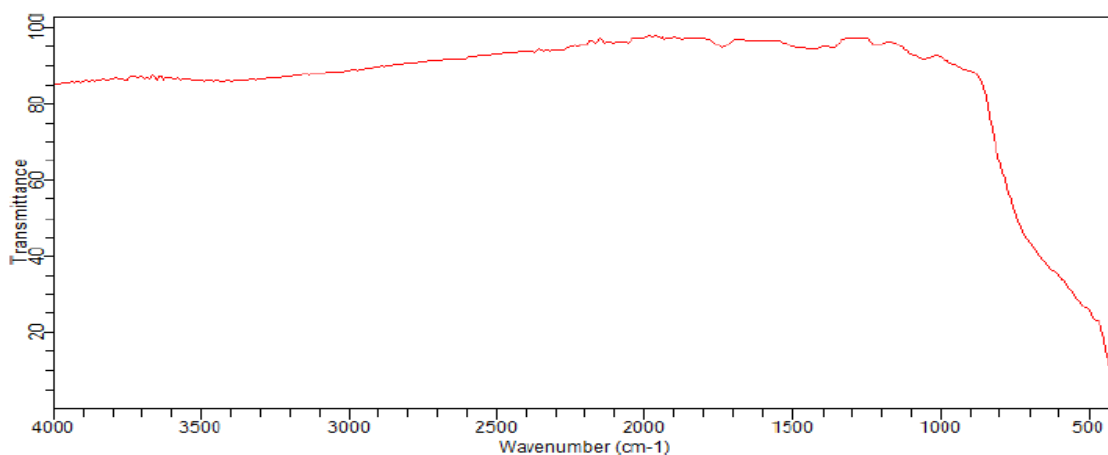


Figure 22 Spectres ATR des nanostructures de TiO₂ dans la région cm-1

(4) Résultats de l'activité antibactérienne des nanoparticules

Nos expérimentations réalisées dans le but de trouver un autre moyen de lutte contre la résistance bactérienne aux antibiotiques, montrent que les nanoparticules de ZnO et TiO₂ appliquées par la méthode de disque avec différentes concentrations de NPs en exercent un effet positif sur les souches sélectionnées. Les résultats de son présentés par les figures

Des zones d'inhibition caractéristiques de l'interaction de ces ATB avec des NPs ZnO et TiO₂ préparées sont apparues après 24 h d'incubation de cultures bactériennes en présence d'ATB et NPs sélectionnées selon la souche. Les mesures des diamètres de ces zones sont présentées dans **le tableau 12 et 13 et les figures 23 et 24**. Selon les recommandations du Comité du spectre antimicrobien de la Société française de microbiologie (CA-SFM), les bactéries peuvent être classées en un groupe appartenant aux catégories suivantes : Sensibles-Résistantes-Intermédiaires (**Joffin et Leyral, 2003**).

Selon **le tableau ci-dessous**, il y avait des différences dans les réponses des souches antibiotiques testées. Cependant, les espèces *Staphylococcus* et *KP* ont montré une résistance aux deux bactéries testés.

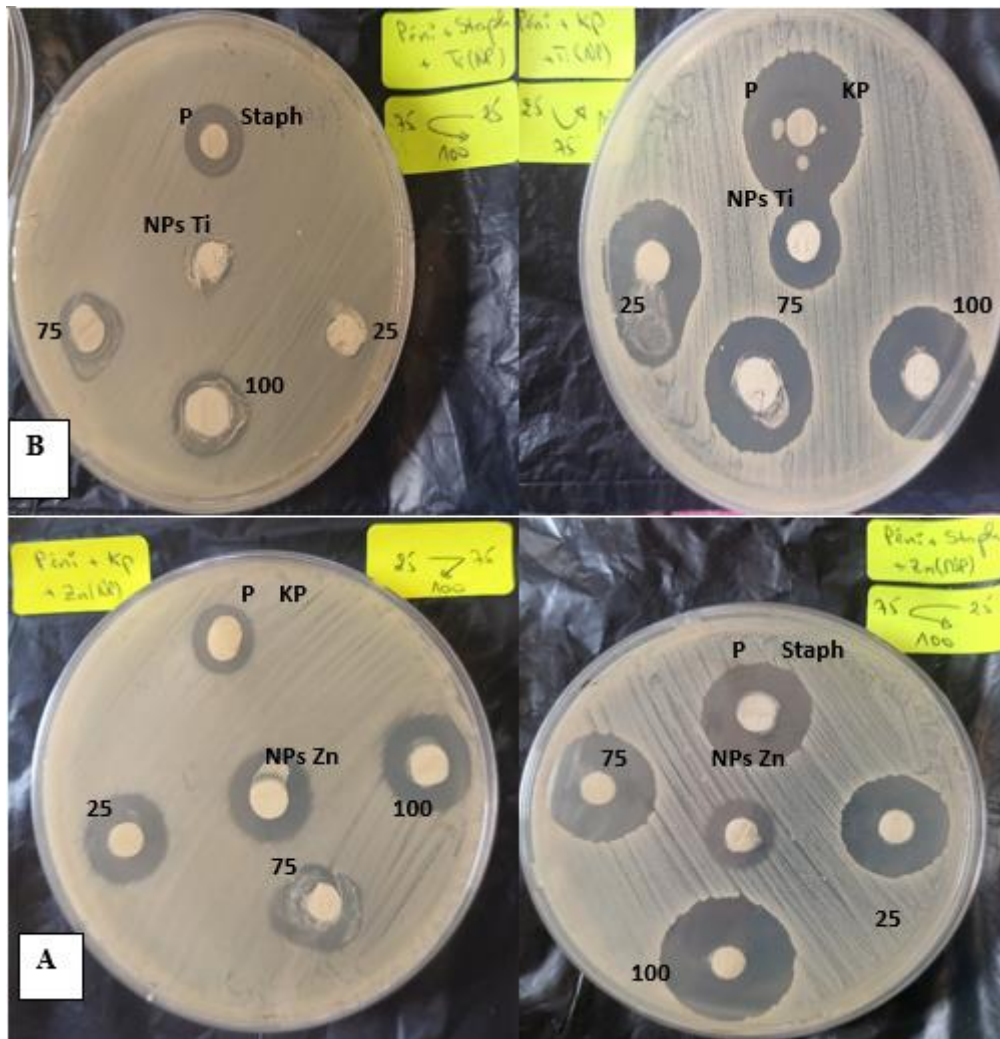


Figure 23 Teste antibactérienne de nanoparticules de (A) ZnO (pénicilline + KP) et (pénicilline +Staph) (B) TiO_2 (pénicilline + Staph) et (pénicilline + KP) (Harsa.S ; 2023)

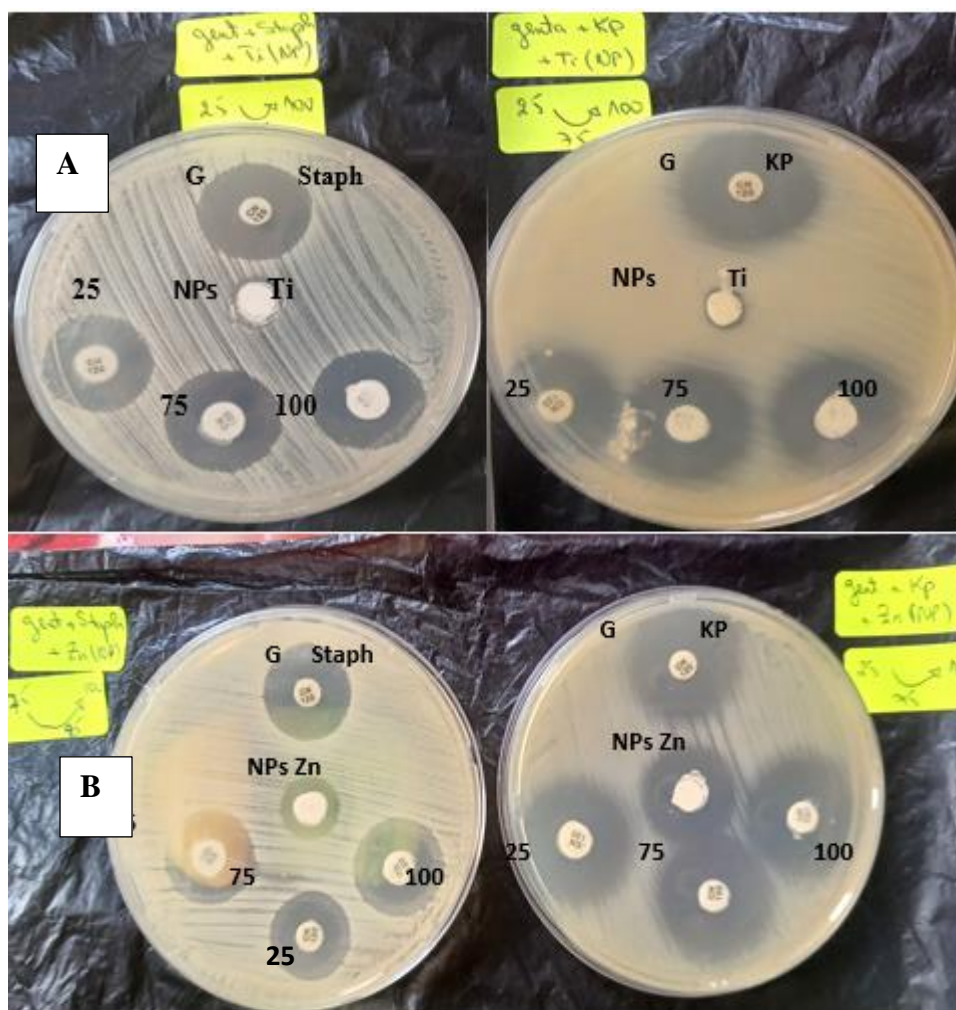


Figure 24 teste antibactérienne de nanoparticules de (A) TiO₂ (Gentamycine+ Staph) et (Gentamycine120mg + KP) (B) ZnO (Gentamycine120mg+ Staph) et (Gentamycine+KP) (Harsa.S ; 2023)

Le tableau 12 montre les zones d'inhibition pour la Gentamycine 120mg plus NPs ZnO et dans bactéries Gram-(+) de 20 mm (*Staphylococcus*) et 22 mm (*KP*). En comparant les zones d'inhibition des deux bactéries *KP* (22 mm) a montré une plus grande zone d'inhibition que *Staphylococcus* (20 mm).

Tableau 12 Résultats antibactériens pour les nanoparticules de ZnO (Harsa.S ; 2023)

Souche	antibiotique	Diamètre (mm)	Diamètre (mm)	Diamètre (mm)	Diamètre (mm)	Diamètre (mm)
		ATB + NPs à C 25%	ATB + NPs à C 75%	ATB + NPs à C 100%	ATB Seulement	NPs Seulement
<i>Staph</i>	Gentamycine	14	18	20	18	10
	Pénicilline	20	20	22	20	10
<i>KP</i>	Gentamycine	22	22	22	22	15
	Pénicilline	11	11	11	8	11

Le tableau 12 montre les zones d'inhibition pour la Gentamycine 120mg plus NPs TiO₂ et dans bactéries Gram-(+) de 18 mm (*Staphylococcus*) et 18 mm (*KP*) C'est le même. En comparant les zones d'inhibition pour pénicilline KP (16 mm) a montré une plus grande zone d'inhibition que *Staphylococcus* (10 mm).

Tableau 13 Résultats antibactériens pour les nanoparticules de TiO₂ (Harsa.S ; 2023)

Souche	antibiotique	Diamètre	Diamètre	Diamètre	Diamètre	Diamètre
		(mm) ATB + NPs à C 25%	(mm) ATB + NPs à C 75%	(mm) ATB + NPs à C 100%	(mm) ATB Seulement	(mm) NPs Seulement
<i>Staph</i>	Gentamycine	17	17	17	18	7
	Pénicilline	6	10	10	10	6
<i>KP</i>	Gentamycine	18	18	18	18	6
	Pénicilline	15	16	16	16	10

La zone d'inhibition reflète la sensibilité de l'espèce bactérienne à l'inhibiteur, et en fait, les souches sensibles aux agents antimicrobiens présentent des rayons d'inhibition plus grands que les souches plus résistantes.

Les résultats ont montré que les nanoparticules de ZnO et de TiO₂ avaient un effet antimicrobien en présence de zone d'inhibition. Les nanoparticules de TiO₂ n'ont inhibé les bactéries qu'à des concentrations suffisamment élevées, alors que le comportement antibactérien des nanoparticules de ZnO a commencé à des concentrations plus faibles. Les résultats ont également montré que tous les microbes testés présentaient une plus grande sensibilité à des concentrations plus élevées de nanoparticules. Sur la base de ces résultats, nous avons voulu étudier l'effet des nanoparticules sur l'activité antibactérienne. Par conséquent, nous n'avons étudié que les nanoparticules (ZnO et TiO₂) avec une activité antimicrobienne prouvée, en utilisant la méthode des disque.

(6) Diffraction des rayons X (DRX)

La structure et la taille des particules de ZnO ont été étudiées par la technique DRX à l'aide d'un diffractomètre à rayons X dans la plage d'angles 2θ.

La figure 25 montres les diagrammes DRX de NPs de ZnO synthétisées à partir d'extrait de feuille de radis avec l'acétate de zinc. On peut voir que les pics de diffraction sont affichés dans tout le spectre de l'échantillon. Il existe différents plans cristallins tels que (100), (002), (101), (102), (110), (103), (200), (112), (201), (004) et (202) Et a la structure hexagonale wurtzite ZnO. De plus, aucun pic d'autres impuretés n'a été observé dans le spectre XRD.

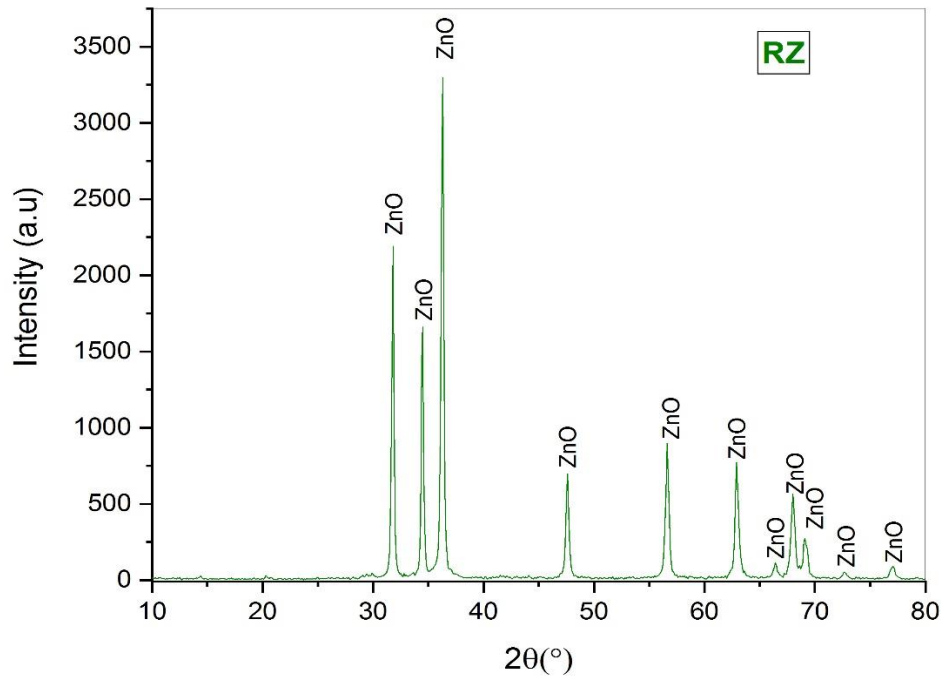


Figure 25 diffraction des rayons X des nanoparticules ZnO

La structure et la taille des particules de TiO₂ ont été étudiées par la technique DRX à l'aide d'un diffractomètre à rayons X dans la plage d'angles 2θ.

La figure 26 montre les diagrammes DRX de NPs de TiO₂ synthétisées à partir d'extrait de feuille de radis avec l'acétate de zinc. On peut voir que les pics de diffraction sont affichés dans tout le spectre de l'échantillon. Il existe différents plans cristallins tels que (101), (103), (004), (200), (105), (211), (204), (116), (220), (212) et (215) réflexions, respectivement et a confirmé la nature nanocristalline des particules synthétisées. L'échantillon DRX a montré un pic dominant à 2θ = 26,50 ° et 47 ° qui a prouvé le plan cristallographique (101) d'anatase et (105) forme rutile de NPs TiO₂ (figure 26) (Dubey, 2019).

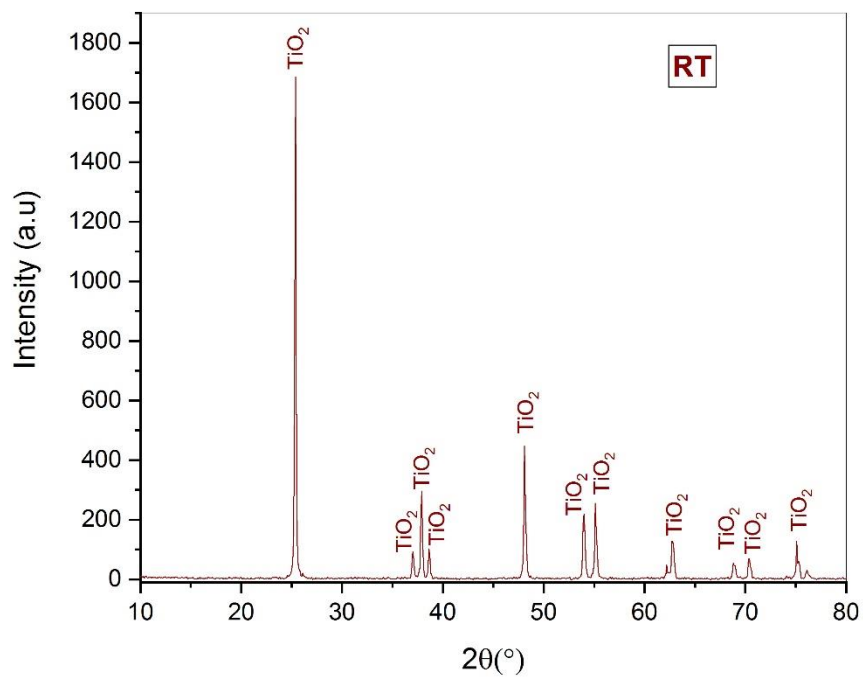


Figure 26 Diffraction des rayons X des nanoparticules TiO₂

Conclusion générale

Conclusion, cette étude se concentre sur la demande croissante de nanoparticules et explore leur utilisation dans divers domaines tels que les cosmétiques, les produits pharmaceutiques, les catalyseurs et les agents antibactériens. La synthèse de nanoparticules à partir de micro-organismes et de plantes, utilisant la technologie de synthèse verte, présente des avantages en termes de sécurité, de rentabilité et de respect de l'environnement.

Les nanoparticules de ZnO et de TiO₂ sont particulièrement intéressantes en raison de leurs propriétés physiques et chimiques uniques. Leur activité antibactérienne est d'un grand intérêt en raison de leur surface spécifique augmentée par la réduction de la taille des particules.

L'objectif principal de cette étude est d'examiner la faisabilité de la synthèse de nanoparticules de zinc et de titane à partir d'une plante algérienne appelée *Raphanus sativus* L. Les nanoparticules seront caractérisées à l'aide de techniques telles que la diffraction des rayons X et la spectroscopie UV-visible.

En conclusion, cette étude contribue à la recherche sur les nanoparticules en explorant la synthèse à partir de sources naturelles et en évaluant leur activité antibactérienne. Les résultats obtenus offriront des perspectives de recherche et des possibilités d'application dans divers domaines.

Références

- A. A. Ezhilarasi, J. J. Vijaya, K. Kaviyarasu, X. Zhang, and L. J. Kennedy**, "Green synthesis of nickel oxide nanoparticles using *Solanum trilobatum* extract for cytotoxicity, antibacterial and photocatalytic studies," *Surfaces and Interfaces*, vol. 20, p. 100553, 2020.
- A. CHEBBI and F. CHERIEF**, "Biosynthèse de nanoparticules a base d'extrait de plantes et la caractérisation de leurs activités biologiques," 2018.
- A. J. Wooten, D. J. Werder, D. J. Williams, J. L. Casson, and J. A. Hollingsworth** (2009). *J Am Chem Soc* [131](#), [16177](#).
- A. L. Patterson**, *PhysRev* 56, 978 (1939).
- A. Rosset**, Synthèse et caractérisation de nanoparticules catalytiques pour une application en photocatalyse solaire, in, Perpignan, 2017
- Adam F, Drouillard I.** Sulfamides et associations *Encyclo. Med. Chir. Maladies infectieuses*, 8-004-A-10, 2003 : page 9
- Agostini E., Hernández-Ruiz J., Arnao M.B., Milrad S.R., Tigier H.A. and Acosta M.** (2002). A peroxidase isoenzyme secreted by turnip (*Brassica napus*) hairy-root cultures: inactivation by hydrogen peroxide and application in diagnostic kits. *Biotechnol. Applied Biochemistry* 35: 1-7.
- Aoumeur, H. (2012).** L'effet stressant du plomb sur la croissance du radis (*Raphanus sativus* L.) réponses physiologiques, biochimiques et efficacité potentielle de phytoremédiation. Mémoire de magistère université oran algérie.
- Asadi Kapourchal, SO., Asadi Kapourchal, SA., Pazira, E., Homae, M. (2009).** Assessing radish (*Raphanus sativus* L.) potential for phytoremediation of lead-polluted soils resulting from air pollution. *Plant Soil Environ* **55(5)**, 202-206
- Bagheri, S., Shameli, K., and Abd Hamid, S. B.** 2013. Synthesis and Characterization of Anatase Titanium Dioxide Nanoparticles Using Egg White Solution via Sol-Gel Method. *Journal of Chemistry* Volume 2013, Article ID 848205. <http://dx.doi.org/10.1155/2013/848205>. Accessed 19 April 2019.
- Base de Données Nomenclature de la Flore de France. (2011).** Nomenclature, taxonomie, synonymie, correspondances. Contribution : membres du réseau Tela Botanica. BDNFF v4.02.
- Brown, PD., Morra, MJ. (1996).** Hydrolysis products of glucosinolates in *Brassica napus* tissues as inhibitors of seed germination. *Plant and soil* **181**, 307-316.

C. M. Tehand, A.R. Mohamed, Roles of titanium dioxide and ion-doped titanium dioxide on photocatalytic degradation of organic pollutants, *Journal of Alloys and Compounds* 509 (5):1648-1660 (2011).

Cavallo J.D., Merens A. Antibacterial spectrum of an antibiotic an clinical categorisation. *Pathol, Biol* 2008 ; 58 : 300 – 4.

Cohen Y, Jacquot C. Pharmacologie, 6ème édition. Paris: Masson, 2008.

Curtis, IS. (2003). The noble radish: past, present and future. *Trends in Plant Science* 8, 305–307.

D. BARANI, Optimisation des conditions opératoires de synthèse verte de nanoparticules de ZnO à l'aide d'extrait des feuilles de Phoenix Dactylifera. L, in, Université Mohamed Khider-Biskra, 2020.

D. Zhang, X.-l. Ma, Y. Gu, H. Huang, and G.-w. Zhang, "Green Synthesis of Metallic Nanoparticles and Their Potential Applications to Treat Cancer," *Frontiers in Chemistry*, vol. 8, 2020.

D.E. Belfennache, Elaboration et étude de nanoparticules Au/TiO₂ et Ag/TiO₂, Thèse de Doctorat, Département De Physique, Université MENTOURI, Constantine, 2012, pp.5-6.

D.T. Nguyen, D.J. Kim, K.S. Kim, Micron. 42 (2011) 207-227.

Delay, M. and F. H. Frimmel (2012). "Nanoparticles in aquatic systems.". 1 Delay, M. and F. H. Frimmel. la France : 1 Delay, M. and F. H. Frimmel (2012)., 2012. *Analytical and bioanalytical chemistry* 402(2): 583-592.

Dobrucka, R. 2017. Synthesis of titanium dioxide nanoparticles using *Echinacea purpurea* Herba. *Iran. J. Pharm. Res.* 16(2):756-762.

Dubey, R.S.; Krishnamurthy, K.V.; Singh, S. Experimental studies of TiO₂ nanoparticles synthesized by sol-gel and sol-vothermal routes for DSSCs application. *Results Phys.* 2019, 14, 102390.

E. Poirel, Bienfaits psychologiques de l'activité physique pour la santé mentale optimale, *Santé mentale au Québec*, 42 (2017) 147-164.

E.F. Khalfa, Z.H. Nafae, F.N. Abdullah, G.S. Bdair, R.M. Niema, H.D. Salman, F.H. Hussein, Synthesis and characterizations of Zinc oxide nanoparticles-loaded chloramphenicol for antibacterial applications, *Annals of Tropical Medicine and Health* 22 (2019) 165–176.

F. Bensmain, Etude théorique sur les applications actuelles du ZnO et les dopages possibles sur ce matériau, Soutenu le, 25 (2015).

F. Fan, Y. Feng, P. Tang, D. Li, Facile synthesis and photocatalytic performance of ZnO nanoparticles self-assembled spherical aggregates, *Materials Letters*, 158 (2015) 290-294.

F. Mesguich, Stratégie innovante pour la mise en forme de nanostructures TiO₂/Au à propriétés synergétiques pour le photovoltaïque, Thèse de Doctorat, Université Pierre et Marie Curie France, (2014).

F. Prosie, F.-X. Lesage, F. Deschamps, Nanoparticules : structures, utilisations et effets sur la santé, *La Presse Medicale*, 37 (2008), p.1432. structures, utilisations et effets sur la santé, *La Presse Medicale*. s.l : Presse Medicale, 37 (2008, 2008. p.1432..

F.H. Froes, Titanium physical metallurgy processing and applications, ASM International® Materials Park, Ohio 44073-0002, First printing, (2015), ISBN-13: 978-1-62708-079-8.

Feynman. R.P., *Eng. Sci.* 23, 22, 1960.

Florentin, MA., Penalva, M., Calegari, A., Derpsch, R. (2001). Abonos verdes y retacion de cultivos en siembra directa. Pequeñas propiedades. In : Proyecto conservacion de suelos magtz deag san lorenzo, Paraguay, pp. 36-37 (In Spanish)

Fondation prota, imp ponsen and looijen. pays-bas. isbn : 90-5782-149-4.

G. Alimansoori, A. Khataee, Nanostructured titanium dioxide materials. Properties, preparation and applications, by world scientific publishing co. pte.ltd, British library cataloguing-in-publication data (2012).

Goldstein F. Sulfamides et triméthoprimine In : *Antibiogramme COURVALAIN P, LECLERCQ L, BINGEN E* 2ème édition 2006 : page 341-348

Grubben G. et Denton O., 2004. Ressources végétales de l’Afrique tropicale 2(légumes), Fondation prota, imp ponsen and looijen. pays-bas. isbn : 90-5782-149-4.

H. Fall, Enjeux et perspectives de communication scientifique dans le partenariat de l’institut universitaire Européen de la mer : étude de cas avec l’IMROP (Mauritanie), in, 2010.

H. H. Eddine, “Synthèse de la CZTS en couches minces, étude de leurs propriétés optiques,” MOHAMED SEDDIK, 2020.

Hayes A, Verhallen A, Taylor T. (2005b). Cultures couvre-sol : Radis à graine oléagineuse.

Heath J. R., *Science*, 270, 1315, 1995.

International conference on production engineering. Tokyo, Part II, Japan Society of

ITCMI. (2010). Fiche techniques valorisée des cultures maraîchères et Industrielles « la culture de radis » Institut Technique des Cultures Maraîchères et Industrielles.

J. Belloni, M. Mostafavi, H. Remita, J.L. Marignier, M.O. Delcourt, New J. Chem. 22 (1998) 1239-1255.

J. Gervasi, Conception d'un procédé photo catalytique d'élimination de micropolluants organiques persistants (MOPS) en vue de l'application de potabilisation des eaux naturelles, Thèse de Doctorat, Université de Mons (2018).

J. Wang, Synthèse de nanoparticules à base d'oxyde de titane par pyrolyse laser, propriétés et application au photovoltaïque, Université Paris-sud (2014).

J.F. Zhu, Z.G. Deng, F. Chen, J.L. Zhang, J. Zhang, H.Chen, M.Anpo, J. Huang, L. Zhang, Hydrothermal doping method for preparation of Cr³⁺-TiO₂ photocatalysts with concentration gradient distribution of Cr³⁺, Journal of Appl. Catal B: environmental.62 p.329-335 (2006), <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2005.08.013>.

J.Y. Song, H.K. Jang, B.S. Kim, Process Biochemistry 44, 1133-1139. 2009.

K.I. Okamoto, Y. Yamamoto, H. Tanaka, M. Tanaka and A. Itaya, Heterogeneous

Koné MS. Evaluation de la prescription des antibiotiques en consultation externe au service de pédiatrie de l'hôpital Gabriel Touré [Thèse]. Bamako, Université des Sciences, des Techniques et des Technologies de Bamako, 2007.

Le Minor L, Veron M. Bactériologie médicale. in Flammarion : page 1107

Lim, TK. (2015). Edible Medicinal and Non-Medicinal Plants: Vol 9, Modified Stems, Roots, Bulbs. Springer Science+Business Media Dordrecht DOI 10.1007/978-94-017-9511-1_31

M. Vaseem, A. Umar, Y.-B. Hahn, ZnO nanoparticles: growth, properties, and applications, Metal oxide nanostructures and their applications, 5 (2010).

Manvila L, Manvila A, Nicolin N. Antibiotique. In: Quevauvillers, Jacques, Dictionnaire médical de poche. Paris : Masson, 1995.

Maria Flaya. (2018). Depositphotos.com. ID image : 211077894

Mazollier C. (2009). Juillet 2009 Refbio maraichage PACA-variétés radis.

Medermott W, Rogers DE. Social ramifications of control of microbial disease. Johns Hopkins Med J. 1982;

- Mezghani Maalej S., Kassis M., Mahjoubi Rhimi F., Damak J., Hammami A., (2006).** Bactériologie des méningites communautaires dans la région de Sfax, Tunisie (1993-2001). *Médecine et maladies infectieuses* 36: 105–110.
- Muhammad R.,** Sadaf I., Rafique M., et al., (2016). A Review on Green Synthesis of Silver Nanoparticles and Their Applications. *Artificial Cells, Nanomedicine, and Biotechnology An International Journal.* ; 45(7) :doi.org/10.1080/21691401.2016.1241792.
- N. Bouakkaz, Z. Karrai, L. Aouar,** Activité antimicrobienne des nanopoudres (NPs) d'oxyde de zinc (ZnO) contre les germes des infections nosocomiales, (2020).
- N. Sahu, D. Soni, B. Chandrasekhar,** B.K. Sarangi, D. Satpute, R.A. Pandey, *Bioprocess and Biosystems Engineering* 36, 999-1004. 2013.
- Neggaz, N. (2019).** Effet combiné de la salinité et de métaux lourds (Plomb, Cuivre, et Zinc) sur les paramètres chimiques, biochimiques et morpho-physiologiques chez le radis (*Raphanus sativus* L.). Thèse Doctorat, Univ. Mosta, 30 p.
- Ngouajio, M., Mutch, WK. (2004).** Oilseed radish: A new cover crop for Michigan. Department of Horticulture and W.K. Kellogg Biological Station, Hickory Corners, Mich., Michigan State University, Extension Bulletin E -2907, 4 p.
- P. Mohanpuria,** N. K. Rana, and S. K. Yadav, “Biosynthesis of nanoparticles: technological concepts and future applications”, *J. Nanopart. Res.*, vol. 10, pp. 507– 517, 2008.
- P. Simon,** Synthèse de nanoparticules d'oxydes de titane par pyrolyse laser – Etude des propriétés optiques et de la structure électronique, Thèse de Doctorat. Université Paris sud, Paris XI (2011).
- Petit A.** Cours de microbiologie. Cours présenté en 2012 ; Université François-Rabelais Tours. 7p. 2012.
- Philippon A. Antibiotique 1.** Cours présenté en 2001 ; Formation Médecine; Faculté de Médecine Cochin-Port-Royal, Université Paris V. 6p.
- Queener S.** Beta-lactam antibiotics for clinical use, 4ème édition. New York : Geillustreerd, 1986.
- R. Azouani,** Elaboration de nouveaux nanomatériaux photo catalytiques actifs sous rayonnement visible, Thèse de Doctorat, Université Paris-nord, Paris XIII (2009).
- R. Shenhar and V. M. Rotello,** *Acc. Chem. Res.*, **2003**, 36, 549–561.

- Rajeshkumar S.**, Bharath L.V., (2017). Mechanism of plant-mediated synthesis of silver nanoparticles – A review on biomolecules involved, characterisation and antibacterial activity. *Chemico-Biological Interactions Journal*.doi.org/10.1016/j.cbi.2017.06.019.
- S. Bouhadoun**, Synthèse de nanoparticules de dioxyde de titane par pyrolyse laser et leur application en photo catalyse, Thèse de Doctorat, Université Paris-Saclay (2015).
- S. Gazaout** et S. Djebabra, Etude photo catalytique des poudre nanométriques de TiO₂ pures et dopées par Ag préparées par sol-gel, Mémoire de Master, Université Larbi ben M'Hidi, Oum El Bouaghi (2018).
- S. Haya**, Elaboration d'un nanomatériau méso poreux de type nanorods à base de dioxyde de titane (TiO₂) et sa mise en oeuvre dans un procédé d'élimination photocatalytique des polluants organiques (PCP, MO, CV), Mémoire de Magister, Université Badji Mokhtar, Annaba (2009).
- S. Kebaili**, F. Bensouici, Effet de dopage à l'erbium sur les propriétés physiques et photo catalytiques de couches minces de TiO₂, Mémoire de Master, Université M'Hamed Bougara, Boumerdes (2017).
- S. Lanone, J. Boczkowski**, Applications utilisant les nanotechnologies, par secteur d'activité Questions de santé publique, France, (2010), pp. 1-4.
- S. Mahmoudi**, Etude des nanoparticules de dioxyde de titane élaborées par voies chimiques, Thèse de Doctorat, Université Constantine 1 (2014).
- Sachindri Rana** ; P. T. Kalaichelvan, «écotoxicité des nanoparticules,» pp.1-11, 2013.
- Salata O.**, « applications de nanoparticules en biologie et en médecine,» *J Nanobiotechnology*, 2004.
- Schippers, RR. (2004)**. *Raphanus sativus L.* Fiche de Protabase, Grubben, G.J.H et Denton, O.A. (Editeurs). PROTA (Plant Resources of Tropical Africa / Ressources végétales de l'Afrique tropicale), Pays Bas.
- Schmid. G**, Nanoparticles from Theory to Applications, Wiley-VCH, Weinheim, 2004.
- Servant L, Le Bourdon G, Buffeteau T.** "Comprendre la spectroscopie infrarouge : principes et mise en œuvre. *Photoniques*. 2011;(53):68–73
- Song, K., Osborn, TC., Williams, PH. (1990)**. Brassica taxonomy based on nuclear restriction fragment length polymorphisms (RFLPs):3. Genome relationships in : Song JM, Montelone BA, Siede W, Friedberg EC (1990) Effects of multiple yeast rad3 mutant alleles on UV sensitivity, mutability, and mitotic recombination. *J Bacteriol* **172(12)**, 6620-30

Stéphanie george, nicolas lamproye caractérisation des nano-objets technique de l'ingénieur
date de publication : 10 mai 2014.

Taniguchi. N., On the Basic Concept of 'Nano-Technology'. In: Proceedings of the

Timp G., Nanotechnology, Springer, New Jersey, 2004.

V. Nardello-Rataj, F. Bonte, Chimie et cosmétiques, l'actualité chimique, (2008) 10.

Van Bambeke F. Pharmacologie et pharmacothérapie anti infectieuse [en ligne]. Université catholique de Louvain, Bruxelles, 25/01/2008. PHARMACOLOGIE GENERALE DES ANTIBIOTIQUES. Disponible à l'adresse : <http://www.farm.ucl.ac.be/FARM2233/svallbus-antibiotiquesantifongiques2009.pdf>

Vanessa Janin., (2018). Evaluation de l'antibiothérapie au Centre Hospitalier de Neufchâteau (France) et à la Polyclinique du Sud de Marrakech (Maroc). (Thèse de doctorat, Université de Lorraine).

X.H. Wang, J.G. Li, H. Kamiyama, Y. Moriyoshi and T. Ishigaki, Wavelength- Sensitive Photocatalytic Degradation of Methyl Orange in Aqueous Suspension over Iron (III)doped TiO₂ Nanopowders under UV and Visible Light Irradiation, Journal of Phys.Chem. B 110, p. 6804-6809 (2006), <https://doi.org/10.1021/jp060082z>

Yala D, Merad AS, Mohamedi D, Ouar-Korichi MN. Médecine du Maghreb, 2001 ; 91 : 5-12.

Yang, YW., Tai, PY., Chen, Y. (2000). The origin of *Raphanus sativus* based on the DNA sequences from different organelles. Hort Science **35(3)**, 397.

Résumé :

L'utilisation accrue des antibiotiques a entraîné le développement de résistances chez de nombreux agents pathogènes, ce qui représente un défi majeur pour le traitement des infections. Dans cette étude, nous avons exploré la biodisponibilité de certains antibiotiques en présence de particules nanométriques de TiO_2 et de ZnO préparées à partir d'extraits de plantes. L'objectif était de déterminer si l'ajout de ces nanoparticules pouvait améliorer l'efficacité des antibiotiques existants. Les particules de TiO_2 et de ZnO sont synthétisées à partir d'extraits de plantes, ce qui les rend écologiquement durables et biocompatibles. Ces nanoparticules ont été caractérisées par différentes techniques, telles que la microscopie électronique à transmission et la diffraction des rayons X, pour évaluer leur taille, leur forme et leur structure cristalline.

Nous avons ensuite évalué la biodisponibilité de certains antibiotiques couramment utilisés en présence de ces nanoparticules. Des tests d'inhibition de la croissance bactérienne ont été effectués en utilisant des souches bactériennes sensibles à l'antibiotique sélectionné. Les résultats ont montré que l'efficacité des antibiotiques était significativement améliorée en présence de nanoparticules de TiO_2 et de ZnO .

De plus, nous avons étudié les interactions entre les nanoparticules et les bactéries à l'aide de techniques d'imagerie avancées telles que la microscopie électronique à balayage et la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier. Ces analyses ont montré que les nanoparticules interagissaient avec les bactéries, causant des dommages structurels et altérant leur métabolisme, augmentant ainsi leur sensibilité aux antibiotiques.

Mot clés : *Raphanus Sativus* L, Nanoparticules, biosynthèse, activité antibactérienne, ZnO , TiO_2 , extraits de plantes.

Abstract:

The increased use of antibiotics has led to the development of resistance in many pathogens, representing a major challenge for the treatment of infections. In this study, we explored the bioavailability of selected antibiotics in the presence of nanoscale TiO_2 and ZnO particles prepared from plant extracts. The aim was to determine whether the addition of these nanoparticles could improve the efficacy of existing antibiotics. TiO_2 and ZnO particles are

synthesized from plant extracts, making them ecologically sustainable and biocompatible. These nanoparticles were characterized by various techniques, such as transmission electron microscopy and X-ray diffraction, to assess their size, shape and crystal structure.

Then, we assessed the bioavailability of some commonly used antibiotics in the presence of these nanoparticles. Bacterial growth inhibition tests were carried out using bacterial strains sensitive to the selected antibiotic. The results showed that antibiotic efficacy was significantly enhanced in the presence of TiO₂ and ZnO nanoparticles.

In addition, we studied the interactions between nanoparticles and bacteria using advanced imaging techniques such as scanning electron microscopy and Fourier transform infrared spectroscopy. These analyses showed that nanoparticles interacted with bacteria, causing structural damage and altering their metabolism, thereby increasing their sensitivity to antibiotics.

Keyword: *Raphanus Sativus* L, Nanoparticles, biosynthesis, antibacterial activity, ZnO, TiO₂, plant extracts.

ملخص

أدت زيادة استخدام المضادات الحيوية إلى تطور المقاومة في العديد من مسببات الأمراض، مما يشكل تحديًا كبيرًا لعلاج الجسيمات النانوية ZnO وTiO₂ العدوى. في هذه الدراسة، استكشفنا التوافر الحيوي لبعض المضادات الحيوية في وجود المحضرة من المستخلصات النباتية. كان الهدف هو تحديد ما إذا كانت إضافة هذه الجسيمات النانوية يمكن أن تحسن فعالية من المستخلصات النباتية، مما يجعلها مستدامة ZnO وTiO₂ المضادات الحيوية الموجودة. يتم تصنيع الجسيمات النانوية بيئيًا ومتوافقة بيولوجيًا. تميزت هذه الجسيمات النانوية بتقنيات مختلفة، مثل المجهر الإلكتروني الناقل وحيود الأشعة السينية، لتقييم حجمها وشكلها وبنيتها البلورية.

ثم قمنا بتقييم التوافر الحيوي لبعض المضادات الحيوية الشائعة الاستخدام في وجود هذه الجسيمات النانوية. تم إجراء اختبارات تثبيط النمو البكتيري باستخدام سلالات بكتيرية حساسة للمضادات الحيوية المختارة. أظهرت النتائج أن فعالية الجسيمات النانوية ZnO وTiO₂ المضادات الحيوية تحسنت بشكل كبير في وجود

بالإضافة إلى ذلك، قمنا بدراسة التفاعلات بين الجسيمات النانوية والبكتيريا باستخدام تقنيات التصوير المتقدمة مثل الفحص المجهر الإلكتروني والتحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء. أظهرت هذه التحليلات أن الجسيمات النانوية تتفاعل مع البكتيريا، مما يتسبب في أضرار هيكلية ويغير عملية التمثيل الغذائي، مما يزيد من قابليتها للإصابة بالمضادات الحيوية

الكلمات الرئيسية

، الجسيمات النانوية، التركيب الحيوي، النشاط المضاد للبكتيريا. الجسيمات النانوية؛ Raphanus Sativus L
والتمثيل الحيوي؛ النباتات TiO_2, ZnO .

