

République Algérienne Démocratique et Populaire Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique Université Echahid Hamma Lakhdar.El Oued



Faculté de la Technologie

Département de génie des procédés et la pétrochimie

Mémoire de Fin d'Etude

En vue de l'obtention du diplôme de

MASTER ACADEMIQUE

Domaine: Sciences et Technologies Filière: Génie des Procédés Spécialité: Génie Chimique

> Présenté par: Mim Intessar Rehouma El Bahia Mebarki Lamia

Thème

Synthèse verte des nanoparticules de MgO « Etude Bibliographique »

Soutenule 13/06/2022

Devant le Jury:

Dr. BARANI Djamel

Dr. Ferhat M Fouad

Dr. Lami Nassima

Rapporteur Examinateur

Président

Université El Oued.

Université El Oued.

Université El Oued.

2021/2022



Résumé

Les approches de synthèse verte intéressent les chercheurs et suivent un processus moins risqué pour obtenir des nanoparticules. Les nanoparticules d'oxyde de magnésium (MgO) ont été efficacement produites par une synthèse verte qui est respectueuse de l'environnement et offre un large éventail d'opportunités pour la production à l'échelle nanométrique de ce matériau.

Le présent travail est une recherche bibliographique sur la synthèse verte de nanoparticules d'oxyde de magnésium par extrait les feuilles de différentes plantes telle que *Phyllanthus emblica, Trigonella foenum-graecum, Olea europaea, Costus pictus D. Don, Pisonia alba, Chromolaena odorata, Manihot esculenta, Ziziphus mauritiana.* Les propriétés de ces nanoparticules ont été étudiées par différentes techniques de caractérisation telles que DRX, FTIR, MEB et Uv-visible.

Mots-clés:

Synthèse vert, oxyde de magnésium, nanoparticules, extrait de plantes.

Abstract

Green synthesis approaches are of interest to researchers and follow a less risky process to obtain nanoparticles. Magnesium oxide (MgO) nanoparticles have been efficiently produced by green synthesis which is environmentally friendly and offers a wide range of opportunities for nanoscale production of this material. The present work is a bibliographic research on the green synthesis of magnesium oxide nanoparticles by extracting the leaves of different plants such as *Phyllanthus emblica*, *Trigonella foenum-graecum*, *Olea europaea*, *Costus pictus D. Don*, *Pisonia alba*, *Chromolaena odorata*, *Manihot esculenta*, *Ziziphus mauritiana*. The properties of these nanoparticles were studied by different characterization techniques such as XRD, FTIR, SEM and UV-visible.

Keywords

Green synthesis; magnesium oxide; nanoparticles; plant extract.

الملخص:

تحظى مناهج التوليف الأخضر باهتمام الباحثين وتتبع عملية أقل خطورة للحصول على الجسيمات النانوية.و قد تم إنتاج الجسيمات النانوية لأكسيد المغنيسيوم (MgO) بشكل فعال عن طريق التوليف الأخضر الذي يعتبر صديقًا للبيئة ولديه مجموعة واسعة من الفرص لإنتاج هذه المادة بالمقياس النانوي.

الكلمات المفتاحية:

التوليف الأخضر, أكسيد المغنزيوم, الجسيمات النانوية, النباتات.

Remerciements

Nous tenons à présenter nos remerciements au plan, à notre Dieu qui nous accompagner et nous a donné la force afin d'effectuer ce modeste travail.

Nous souhaiterions tout d'abord remercier Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique ainsi que **l'Université Echahid Hamma Lakhadar El-oued** qui nous ont offert l'apport unité d'effectuer ce travail de thème dans les meilleures conditions.

Nous voudrions témoigner toute notre reconnaissance à (Dr Lami Nassima) et à (Dr Ferhat Mohammed Fouad) d'avoir bien voulu faire partie de ce jury.

Nous aimerions exprimer notre admiration sans limite pour Monsieur le Docteur **Barani djamel,** directeur de ce thème. Grâce à sa bonté et sa gentillesse, et inoubliable. Sans lui, ce thème n'aurait jamais été. Il nous a fait une grande confiance en nous proposant cette étude et en acceptant d'encadrer notre travail. Nous lui sommes extrêmement reconnaissants pour nous avoir consacré du temps, surtout dans la correction de ce manuscrit.

Enfin, Nous ne pourrions oublier de remercier du fond du cœur nos parents pour nous avoir toujours permis de suivre le chemin des études. Merci pour leurs soutiens, leurs encouragements et surtout leur amour qui a toujours été une source motivante.

Après les nuages il y a de la pluie et qu'après la pluie il y a toujours un beau temps...

Dédicace

 \dot{A} nos très chers pères!

 \hat{A} cette source de tendresse, de patience et de générosité,

A nos mères!

 \grave{A} nos chers sœurs et frères!

A tous nos amis et collègues!

A tous ceux qui, par un mot, m'ont donné la force de continuer...

	page
Introduction générale	01
Réference	03
Chapitre I: Plantes et composés phénolique	
I. Plantes	04
1. Introduction	04
2. Présentation de plantes	04
2.1 Trigonella foenum-graecum	04
2.2 Phyllanthus emblica	04
2.3 Olea Europaea	05
2.4 Costus pictus D. Don	06
2.5 Pisonia alba	07
2.6 Chromolaena odorata	07
2.7 Manihot esculenta	08
2.8 Ziziphus mauritiana	08
II. Composés phénoliques	09
1. Généralités	09
2. Classification des composés phénoliques	10
2.1 Les composés non-flavonoïdes	11
2.2 Les composés flavonoïdes	12
3. propriétés physico-chimiques des composés phénoliques	15
4. Références	16
Chapitre II: Généralités et propriétés des nanoparticules de MgO	
1. Introduction	19
2. Nanoparticules de MgO	19
2.1 Définition	19
3. Propriétés des nanoparticules de MgO	19
3.1 Propriétés structurales	19
3.2 Propriétés optiques	20
3.3. Propriétés électriques et électroniques	20
4. Applications de nanoparticules de MgO	20
4.1 Agricole	20

Sommaire

Sommaire

4.2 Activité antimicrobienne	20
4.3 Enlèvement de colorant	21
4.4 Détection et élimination des ions de métaux lourds	21
4.5 Détection et élimination des toxines chimiques	21
5. Méthodes de synthèse des nanoparticules de MgO	21
5.1 Les méthodes physiques	22
5.2 Les méthodes chimiques	22
5.3 Synthèse verte	23
6. Mécanisme de la synthèse des nanoparticules de MgO	24
7. Références	25
Chapitre III: Techniques de caractérisation	
1. Introduction	27
2. Spectroscopie UV-visible	28
2.1 Définition	28
2.2. Principe	28
3. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)	29
3.1 Définition	29
3.2 Principe	29
3.3 Préparation des échantillons	30
4. Diffraction des rayons X (DRX)	30
4.1 Définition	30
4.2 Principe	31
5. Microscopie électronique à balayage (MEB)	32
5.1 Définition	32
5.2 Principe	32
5.2 Préparation des échantillons	33
6. Référence	33
Chapitre IV: Synthèse de nanoparticules de MgO	
1. Introduction	37
2. Synthèse verte de nanoparticules de MgO à l'aide de l'extrait de Trigonella	37
foenum-graecum	
2.1 Synthèse de nanoparticules de MgO	37
2.2 Résultats et caractérisation	37

Sommaire

3. Synthèse verte de nanoparticules de MgO à l'aide de l'extrait de <i>Phyllanthus</i>	40
emblica	
3.1 Synthèse de nanoparticules de MgO	40
3.2 Résultats et caractérisation	40
4. Synthèse verte de nanoparticules de MgO à l'aide de l'extrait de feuilles d'Olea	43
europaea	
4.1 Synthèse de nanoparticules de MgO	43
4.2 Résultats et caractérisation	44
5. Synthèse verte de nanoparticules de MgO à l'aide de l'extrait de feuille de	46
Costus pictus D. Don	
5.1 Synthèse de nanoparticules de MgO	46
5.2 Résultats et caractérisation	46
6. Synthèse de nanoparticules de MgO à l'aide de l'extrait de <i>Pisonia alba</i>	48
6.1 Synthèse de nanoparticules de MgO	48
6.2 Résultats et caractérisation	48
7. Synthèse verte de nanoparticules de MgO à l'aide de l'extrait de feuille	50
Chromolaena odorata	
7.1 Synthèse de nanoparticules de MgO	50
7.2 Résultats et caractérisation	51
8. Synthèse verte de nanoparticules de MgO à l'aide de l'extrait de <i>Manihot</i>	53
esculenta	
8.1 Synthèse de nanoparticules de MgO	53
8.2 résultats et discussion	53
9. Synthèse verte de nanoparticules de MgO à l'aide de l'extrait de Ziziphus	55
mauritiana	
9.1. Synthèse des MgO NPs	55
9.2. Résultats et caractérisation	55
10. Référence	58
Conclusion générale	60

Chapitre I: Plantes et composés phénolique		
Figure I.1 : Trigonella foenum-graecum	04	
Figure I.2: Phyllanthus emblica	05	
Figure I.3: Olea Europaea	06	
Figure I.4: Costus pictus D. Don	06	
Figure I.5: Pisonia alba	07	
Figure I.6: Chromolaena odorata	08	
Figure I.7: Manihot esculenta	08	
Figure I.8: Ziziphus mauritiana	09	
Figure I.9: Classification et structures chimiques des composés phénoliques	10	
Figure I.10: Squelette des acides phénoliques (a: acides hydroxybenzoïques, b:	11	
acides hydroxycinnamiques)		
Figure I.11 : Squelette des Stilbènes	12	
Figure I.12: Squelette des anthocyanes	12	
Figure I.13: Squelette des flavanols	13	
Figure I.14 : Squelette des flavonols	13	
Figure I.15 : Squelette des flavones	14	
Figure I.16: Squelette des flavanones	14	
Figure I.17 : Squelette des isoflavones	15	
Chapitre II: : Généralités et propriétés des nanoparticules de M	gO	
Figure II.1 : Gamme de tailles des nanoparticules comparées à celles des	10	
principales structures chimiques et biologiques	19	
Figure II.2: Approches physique/chimique d'élaborations des nanoparticules	23	
Chapitre III: Techniques de caractérisation		
Figure III.1: Appareil de Spectroscopie UV-visible	28	
Figure III.2: Appareil de Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier	29	
Figure III.3: Appareil de Diffraction des rayons X	31	
Figure III.4 : Schéma illustrant la loi de Bragg	31	
Figure III.5: Appareil de Microscopie électronique à balayage	32	
Figure III.6 : Particules émises lors de l'interaction électron-matière	33	
Chapitre IV: Synthèse de nanoparticules de MgO		
Figure IV.1 : Spectre UV-Visible des nanoparticules de MgO bio synthétisées par	38	
l'extrait de feuilles de Trigonella foenum-graecum		

Liste de figure

Figure IV.2 (a): spectre FTIR de Trigonella foenum-graecum	39
Figure IV.2 (b): spectre FTIR des nanoparticules de MgO bio synthétisées par	39
l'extrait de feuilles de Trigonella foenum-graecum	
Figure IV.3: spectre DRX des nanoparticules MgO bio synthétisées par l'extrait	40
de feuilles de Trigonella foenum-graecum	
Figure IV.4 : Image MEB des NPs MgO	40
Figure IV.5: Spectre UV-visible des nanoparticules de MgO bio synthétisées par	41
l'extrait de feuilles de Phyllanthus emblica	
Figure IV.6: Spectre FTIR des nanoparticules de MgO bio synthétisées par	42
l'extrait de feuilles de Phyllanthus emblica	
Figure IV.7: Spectre de DRX des nanoparticules de MgO bio synthétisées par	42
l'extrait de feuilles de Phyllanthus emblica	
Figure IV.8: Images MEB des nanoparticules de MgO bio synthétisées par	43
l'extrait de feuilles de Phyllanthus emblica	
Figure IV.9: Les spectres d'absorbance par spectroscopie UV-vis pour les NPs	44
MgO	
Figure IV.10. spectre FTIR des NPs MgO synthétisées par l'extrait d'Olea	45
europaea	
Figure IV.11. Spectre de diffraction des rayons X pour les NPs MgO	45
Figure IV.12 : Image MEB des NPs MgO	46
Figure IV.13: Image FTIR de nanoparticules de MgO	47
Figure IV.14: Spectre DRX de nanoparticules de MgO	47
Figure IV.15: Images MEB des nanoparticules de MgO bio synthétisées par	48
l'extrait de feuille de plante Costus pictus D. Don	
Figure IV 16: Spectre UV-vis de MgO NP synthétisés à l'aide de l'extrait de feuille	49
de P. alba	
Figure IV 17: Spectre FTIR des MgO NP synthétisés par l'extrait de feuille de <i>P</i> .	50
alba	
Figure IV 18: Spectre DRX des MgO NP synthétisés par l'extraits de feuilles de	50
P. alba	
Figure IV.19: Spectre UV-Vis de la solution colloïdale de l'extrait de feuille	51
Chromolaena odorata et MgSO4•6H2O	

Liste de figure

Figure IV.20: Spectre FTIR des MgO NPs synthétisés par l'extrait de feuille de M.	52
esculenta	
Figure IV .21: Spectre DRX des MgO NPs	52
Figure IV.22: Image MEB des MgO NPs	52
Figure IV.23: Spectre UV-Vis de la solution colloïdale de l'extrait de feuilles de	53
Manihot esculenta	
Figure IV .24: Spectre FTIR des MgO NPs synthétisés	54
Figure IV .25: spectre DRX des MgO NPs	54
Figure IV.26: Image MEB des MgO NPs	55
Figure IV 27: Spectre UV-Vis des nanoparticules de MgO (NPs)	56
Figure IV.28: Spectre FTIR de nanoparticules de MgO	56
Figure IV.29: Spectre DRX de nanoparticules de MgO synthétisées	57

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

Il ne fait aucun doute que beaucoup dans notre société ont traversé le terme (nano) et peuvent avoir une idée simplifiée de sa nature. Aujourd'hui, les scientifiques ont prenez soin des nanoparticules, car ils font l'objet de nombreuses études en raison de leur énorme potentiel d'application dans des domaines tels que en tant que transfert et stockage d'informations magnétiques, motivation, biotechnologie et diagnostic médical, ...etc. De plus, la complexité croissante de ces applications conduit à la conception de nouvelles nanoparticules et a donc inventé de nouvelles générations de nanomatériaux [1].

La synthèse des nanoparticules s'effectue habituellement par divers procédés physiques et chimiques, la plupart étant coûteux et où nécessitant l'utilisation de solvants toxiques. Récemment, de grands efforts sont faits pour utiliser des méthodes respectueuses de l'environnement pour la synthèse des nanoparticules de métaux. Ceci est principalement obtenu par l'utilisation de bio-organismes et des fruits ou d'extraits de plantes qui contiennent des composés organiques tels que des flavonoïdes, des cétones et des phénols, car ces substances jouent un rôle important dans la production de nanoparticules de manière facile, rapide et sans danger pour l'environnement. Ces méthodes vertes sont peu coûteuses, rapides, efficaces et conduisent généralement à la formation de nanoparticules cristallines avec une variété de formes (sphères, tiges, prismes, plaques, aiguilles, feuilles ou dendrites), avec des tailles comprises entre 1 et 100 nm. Ces caractéristiques dépendent principalement des paramètres du processus, tels que la nature de l'extrait végétal et les concentrations relatives de l'extrait et du sel métallique, le pH, la température et le temps de réaction, ainsi que le taux de mélange (extrait + sel métallique). Les nanoparticules à base de magnésium s'intéressent particulièrement à la recherche moderne de nanotechnologie en raison de ses propriétés uniques qui peuvent être intégrées à une large gamme d'applications étendues telles que : l'industrie des appareils électroniques et optiques, et est également utilisé comme facteur adjoint dans les réactions chimiques. Dans ce contexte, l'objectif global de ce travail est une recherche bibliographique sur la synthèse de nanoparticules d'oxyde de magnésium à l'aide d'extrait de plantes et leurs caractérisations par DRX, UV visible, FTIR. Le mémoire décrivant ce travail est entamé par cette introduction générale qui donne une idée sur l'importance du thème abordé tout en exposant clairement l'objectif visé [2].

- Le premier chapitre a été consacré à une description sur de diverses plantes, ainsi que les propriétés physico-chimiques des composés phénoliques et leur classification.
- Le deuxième chapitre présente des généralités et propriétés des nanoparticules de magnésium.

1

- > Le troisième chapitre est une description sur les différentes techniques de caractérisation.
- Le quatrième chapitre est une recherche bibliographique sur la synthèse verte de nanoparticules de MgO et leurs caractérisations.

En fin, une conclusion générale.

Référence:

- Parveen, S., R. Misra, and S.K. Sahoo, *Nanoparticles: a boon to drug delivery, therapeutics, diagnostics and imaging*. Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine, 2012. 8(2): p. 147-166.
- 2. Noruzi, M., et al., *Rapid green synthesis of gold nanoparticles using Rosa hybrida petal extract at room temperature.* Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 2011. **79**(5): p. 1461-1465.



CHAPITRE I *Plantes et composés phénolique*

I. Plantes

1. Introduction

Les plantes sont connues pour produire un grand nombre de composés de bas poids moléculaire dont les structures ont été reconnues récemment, bien qu'elles aient été exploitées et utilisées, depuis des temps immémoriaux, comme médicaments ou aliments. En raison du développement remarquable des méthodes d'analyse chimique (par exemple, la chromatographie en phase gazeuse et la chromatographie liquide à haute performance), il est devenu possible de distinguer même les composés secondaires trouvés dans les plantes.

Considérés classiquement comme des métabolites secondaires, ils sont présents dans toutes les plantes qui se caractérisent par une distribution qualitative et quantitative très inégale selon les espèces considérées mais aussi les organes et les têtes. Ils correspondent à une très large gamme de structures chimiques [1].

2. Présentation de plantes

2.1 Trigonella foenum-graecum

Trigonella foenum-graecum communément appelé fenugrec est une plante annuelle de la famille des Fabacées, avec des feuilles composée de trois petites folioles ovales à oblongues. Cette plante pousse n'importe où dans le monde et est un excellent médicament plante qui est utilisée pour produire des lipides sanguins et aide à diminuer les niveaux de sucre chez les patients diabétiques. Il a également activité antioxydantes et antibactérienne [2].



Figure I.1 : trigonella foenum-graecum [2]

2.2 Phyllanthus emblica

C'est un grand arbre aux branches arquées épaisses, de 18 à 32 m de haut, Ses feuilles alternes et pédonculées ont des feuilles papiers oblongs ou linéaires-oblongs, verts au-dessus, plus pâles en

dessous, rougeâtres ou brunâtres à sec, et de 5 à 12 cm sur 1,5 à 2,5 cm, Ses fleurs mesurent environ 3 mm de diamètre, sont blanches et poussent en grappes aux pousses terminales, originaire d'Inde et également présent au Sri Lanka, en Thaïlande, en Asie du Sud-Est et en Chine [3].



Figure I.2: Phyllanthus emblica[3]

2.3 Olea Europaea

L'olivier, emblème du paysage méditerranéen, vit dans les terrains rocailleux et secs de la Provence mais aussi de la Grèce, de l'Italie, de l'Espagne ainsi qu'en Afrique du Nord, en Asie, en Australie et Nouvelle-Zélande. C'est un arbre dont le tronc de couleur grise aime jouer les contorsionnistes, ce qui lui donne cette allure si originale. Résistant, son tempérament de sudiste l'empêche toutefois de survivre à des températures inférieures à -10°C. "Lentement mais sûrement" est la devise de l'olivier. En effet, si cet arbre massif a une croissance assez lente, il peut vivre en revanche jusqu'à 2 ou 3 millénaires. Symbole de sagesse et de paix, l'olivier était vénéré par les Grecs [4].



Figure I.3: Olea Europaea [4]

2.4 Costus pictus D. Don

Costus pictus est une plante médicinale rhizomateuse, communément appelée «plante à insuline», est un membre de Costaceae et une plante nouvellement introduite en Inde en provenance d'Amérique du Sud et d'Amérique centrale. C'est une plante vivace, dressée et étalée atteignant environ deux pieds de haut, avec des feuilles disposées en spirale et des fleurs attrayantes. Dans le sud de l'Inde, bien connue pour ses propriétés thérapeutiques, notamment antidiabétiques, antimicrobiennes et anticancéreuses [5].



Figure I.4: Costus pictus D. Don [5]

6

2.5 Pisonia alba

Pisonia alba est une plante à feuillage jaune verdâtre. Cette plante est utilisée dans le jardin où des plantes à feuillage foncé sont plantées pour éviter un aspect terne dans le jardin. Arbre tropical sempervirent de taille moyenne, jusqu'à 7 m de hauteur, au feuillage jaune verdâtre ou blanc jaune ressemblant à de la laitue, les limbes fins des feuilles lancéolés et ondulés de 10 à 30 cm de long, ondulés aux marges, des grappes de minuscules fleurs blanc verdâtre, et 2 cm fruit à long pédoncule des fleurs femelles. Les feuilles cuites sont consommées comme légume [6].



Figure I.5: Pisonia alba [6]

2.6 Chromolaena odorata

Chromolaena odorata est une plante vivace herbacée qui forme des buissons denses enchevêtrés de 1,5 à 2,0 m de hauteur. Il atteint occasionnellement sa hauteur maximale de 6m (comme grimpant sur d'autres plantes). Ses tiges se ramifient librement, avec des branches latérales se développant par paires à partir des bourgeons axillaires. Les tiges les plus âgées sont brunes et ligneuses près de la base ; les pointes et les jeunes pousses sont vertes et succulentes. Le système racinaire est fibreux et ne pénètre pas au-delà de 20 à 30 cm dans la plupart des sols. Les capitules sont portés en corymbes terminaux de 20 à 60 têtes sur toutes les tiges et branches. Les fleurs sont blanches ou bleu-lilas pâle, et forment des masses couvrant toute la surface du buisson Vivre en Asie du Sud et en Afrique de l'Ouest [7].

7



Figure I.6: chromolaena odorata [7]

2.7 Manihot esculenta

Le manioc, (*Manihot esculenta*), aussi appelé manioc, mandioca, ou yuca, plante tubéreuse comestible de la famille des euphorbes (Euphorbiaceae) des tropiques américains. Il est cultivé dans tout le monde tropical pour ses racines tubéreuses, dont sont dérivés la farine de manioc, les pains, le tapioca, un amidon de lessive et une boisson alcoolisée. Le manioc a probablement été cultivé pour la première fois par les Mayas au Yucatán [8].



Figure I.7: Manihot esculenta [8]

2.8 Ziziphus mauritiana

Z. mauritiana est un arbuste ou un arbre à croissance rapide, épineux et formant des fourrés, qui peut fructifier abondamment et disperser les graines sur une vaste zone en utilisant des vecteurs

mammifères et aviaires. Cependant, c'est aussi une culture fruitière commerciale précieuse dans son Asie natale, principalement en Inde et en Chine, et sa promotion en tant qu'espèce fruitière tolérante à la sécheresse signifie que d'autres introductions sont probables. C'est une mauvaise herbe déclarée nuisible dans trois États australiens et est considérée comme envahissante dans certaines parties de l'Afrique australe et sur un certain nombre d'îles de l'océan Pacifique et de l'océan Indien [9].



Figure I.8: Ziziphus mauritiana [9]

II. Composés phénoliques

1 Généralités

Les composés phénoliques, ou les polyphénols sont des molécules organiques qui sont spécifique au règne végétal et ils sont largement présents dans les tissus forestiers. Les polyphénols sont les métabolites secondaires les plus répandus dans les plantes contribuant principalement à leur mécanisme de survie [10]. Ces produits, à structure chimique souvent complexe, sont très dispersés et très différents selon les espèces [11]. les polyphénols présentent des rôles défensifs contre les rayons ultraviolets, le stress oxydatif, les agents pathogènes et d'autres facteurs de stress [12]. Ces molécules jouent un rôle majeur au niveau de la croissance des végétaux et dans la lutte contre des infections. Ils sont responsables de la coloration du bois par la présence de groupements chromophores capables d'absorber la lumière du visible et ils procurent à l'arbre et à l'écorce une senteur caractéristique. Les composés phénoliques, forment une immense famille de plus de 8000 composés naturels, sont divisés en plusieurs catégories: les flavonoïdes qui représentent plus de la moitié des polyphénols; les tanins qui sont des produits de la polymérisation des flavonoïdes; les acides phénoliques, les lignanes et d'autres classes existent en nombres considérables [13]. Les polyphénols constitués d'un noyau benzénique auquel sont directement liés un ou plusieurs groupements hydroxyles OH (phénol). Ces groupements hydroxyles peuvent être liés à d'autres fonctions chimiques ce qui conduit à une grande diversité de structure. Ces composés regroupent les polyphénols simples (un groupement phénolique) ou complexes qui sont composés d'une série de groupements phénoliques [14],[15].

2. Classification des composés phénoliques

Les composés phénoliques se caractérisent par une grande diversité sur le plan structurel, en fonction de la nature chimique des groupes fonctionnels, allant de molécules phénoliques simples de faible poids moléculaire (<100 g/mol) tels les acides phénoliques à des composés hautement polymérisés (>30 000 g/mol) comme les tanins [16].

Leur nomenclature est basée sur la distinction entre les composés non-flavonoïdes et les flavonoïdes (Figure I.9).



Figure I.9: Classification et structures chimiques des composés phénoliques [17]

2.1 Les composés non-flavonoïdes

Les composés non-flavonoïdes contenir les acides phénoliques, divisés en acides hydroxybenzoïques et acides hydroxycinnamiques, porteurs d'une chaîne latérale insaturée, mais également d'autres dérivés phénoliques comme les stilbènes dont la molécule la plus connue est le resveratrol [18].

2.1.1 Les acides phénoliques

Ils comportent deux groupes : les acides hydroxybenzoïques et les acides hydroxycinnamiques [18].

Les acides hydroxybenzoïques

Les acides hydroxybenzoïques (figure I.10 a) sont les acides phénoliques les plus simples trouvés dans la nature, Ils sont dérivés de l'acide benzoïque avec une structure de base de type (C_6-C_1) [18].

Les acides hydroxycinnamiques

Les acides hydroxycinnamiques (figure I.10 b) sont des composés aromatiques qui possèdent 9 atomes de carbone, Ils représentent une classe très importante dont la structure de base (C_6 - C_3) dérive de celle de l'acide hydroxycinnamique. Leurs structures de bases se différencient par les substituant du noyau aromatique [18].



Figure I.10: Squelette des acides phénoliques (a: acides hydroxybenzoïques, b: acides hydroxycinnamiques) [18]

2.1.2 Les stilbènes

Les stilbènes sont des composés phénoliques naturels, contenant au minimum deux noyaux aromatiques reliés par une double liaison (figure I.11). Cette particularité leur confère une grande

réactivité due à la résonance des électrons sur la totalité de la molécule. Ils sont présents dans de nombreuses familles de végétaux supérieurs [19].



Figure I.11: Squelette des Stilbènes [19]

2.2 Les composés flavonoïdes

Le terme flavonoïde provient du latin « *flavus* » signifiant jaune. C'est une grande famille constituée de plus de 4000 variétés de métabolites secondaires des végétaux [20].

Les composés flavonoïdes représentent la majorité des composés phénoliques dans les plantes. Ces molécules possèdent un même squelette de base à quinze atomes de carbones, constitué de deux unités aromatiques, ils ont une origine biosynthétique. La structure de l'hétérocycle central et son degré d'oxydation permettent de distinguer les différentes classes de flavonoïdes [21].

2.2.1 Les anthocyanes

Ces molécules (figure I.12) faisant partie de la famille des flavonoïdes et capables d'absorber la lumière visible. Les anthocyanes sont des pigments naturellement colorés et hydrophiles qui donnent ces couleurs allant du bleu, rouge, mauve, rose et orange aux végétaux. On trouve également les anthocyanes dans les racines, tiges, feuilles et graines, Leur structure de base est caractérisée par un noyau "*flavon*" généralement glycosylée [22].



Figure I. 12: Squelette des anthocyanes [22]

2.2.2 Les flavanols

Contrairement à d'autres classes de flavonoïdes, les flavanols (figure I.13) ne sont pas glycosylée dans les aliments. Les flavanols existent sous forme de monomères et sous une forme plus ou moins polymérisée appelée tanins condensés, sont des dimères, oligomères et polymères de catéchines qui sont reliés entre eux par des liaisons entre C_4 et C_8 (ou C_6). L'unité la plus simple des monomères est la catéchine qui est les flavanols principaux des fruits [23].



Figure I. 13: Squelette des flavanols [23]

2.2.3 Les flavonols

Les flavonols ce sont les flavonoïdes les plus présents dans les aliments et souvent ils se trouvent sous forme glycosylée (figure I.14). Ces composés possèdent un très fort pouvoir antioxydant en raison de leur structure chimique favorable au piégeage des radicaux libres [24].



Figure I.14: Squelette des flavonols [24]

2.2.4 Les flavones

Les flavones sont beaucoup moins abondantes que les flavonols dans les fruits et les légumes. Caractérisés par une structure C_6 - C_3 - C_6 (figure I.15), Certaines sont responsables de l'aspect blanc de certaines fleurs, comme les roses et les oeillets. Ils ont des activités physiologiques remarquables, notamment des propriétés antimicrobiennes et antivirales [25].



Figure I. 15 : Squelette des flavones [25]

2.2.5 Les Flavanones

Les flavanones (figure I.16) sont des composés que l'on retrouve dans les tomates, certaines plantes comme la menthe, et sont présents en grandes quantités dans les agrumes. Les flavanones ont une structure similaire à celle des flavones qui possèdent une saturation au niveau de l'hétérocycle [26].



Figure I. 16: Squelette des flavanones [26]

2.2.6 Les isoflavones

Ce sont des composés à 15 atomes de carbones comme les flavonoïdes (figure I.17), les isoflavones fait partie des iso flavonoïdes. Ces composés sont classés en fonction du degré d'oxydation et de l'existence ou non d'hétérocycles supplémentaires. Dans la nomenclature, on trouve aussi les isoflavones, les isoflavanones, les isoflavanols, les isoflavanes. Les isoflavones se retrouve dans les légumes et les produits dérivés du soja qui sont la principale source d'isoflavones dans l'alimentation [26].



Figure I.17: Squelette des isoflavones [26]

3. Propriétés physico-chimiques des composés phénoliques

Les composés phénoliques de formule moléculaire (C_6H_5OH) contiennent une grande variété de propriétés physiques et chimiques, qui sont directement liées à leurs propriétés bénéfiques pour les cellules animales et végétales. Les groupes hydroxyles des phénols déterminent leur acidité, tandis que le cycle benzénique détermine leur base. D'un point de vue physique et chimique, on peut dire que les phénols: Composés à bas point de fusion.Un solide cristallin incolore avec une odeur piquante. Ils contiennent également des groupes hydroxyle capables de participer à des liaisons hydrogène intermoléculaires plus fortes que ne peuvent se former d'autres alcools [27].

4. Références

- 1. Lhuillier, A., Contribution à l'étude phytochimique de quatre plantes malgaches: Agauria salicifolia Hook. f ex Oliver, Agauria polyphylla Baker (Ericaceae), Tambourissa trichophylla Baker (Monimiaceae) et Embelia concinna Baker (Myrsinaceae). 2007.
- 2. Srinivasan, K., *Fenugreek (Trigonella foenum-graecum): A review of health beneficial physiological effects.* Food reviews international, 2006. **22**(2): p. 203-224.
- Mirunalini, S. and M. Krishnaveni, *Therapeutic potential of Phyllanthus emblica (amla): the ayurvedic wonder*. Journal of basic and clinical physiology and pharmacology, 2010.
 21(1): p. 93-105.
- Lee, O.-H. and B.-Y. Lee, Antioxidant and antimicrobial activities of individual and combined phenolics in Olea europaea leaf extract. Bioresource technology, 2010. 101(10): p. 3751-3754.
- Suresh, J., et al., Green synthesis and characterization of zinc oxide nanoparticle using insulin plant (Costus pictus D. Don) and investigation of its antimicrobial as well as anticancer activities. Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology, 2018. 9(1): p. 015008.
- 6. Tamizhazhagan, V. and K. Pugazhendy, *Ethnobotanical and Phytopharmacological review of Pisonia alba Span*. Asian Journal of Pharmaceutical and Clinical Research, 2017: p. 69-71.
- Akinmoladun, A.C., E. Ibukun, and I. Dan-Ologe, *Phytochemical constituents and antioxidant properties of extracts from the leaves of Chromolaena odorata*. Scientific research and essays, 2007. 2(6): p. 191-194.
- Olsen, K.M. and B.A. Schaal, *Evidence on the origin of cassava: phylogeography of Manihot esculenta*. Proceedings of the National Academy of Sciences, 1999. 96(10): p. 5586-5591.
- Abalaka, M., S. Daniyan, and A. Mann, Evaluation of the antimicrobial activities of two Ziziphus species (Ziziphus mauritiana L. and Ziziphus spinachristi L.) on some microbial pathogens. African Journal of Pharmacy and Pharmacology, 2010. 4(4): p. 135-139.
- 10. Cheynier, V., et al., *Plant phenolics: recent advances on their biosynthesis, genetics, and ecophysiology*. Plant physiology and biochemistry, 2013. **72**: p. 1-20.
- 11. Cuendet, M., Recherche de nouveaux composés capteur de radicaux libres et antioxydants à partir d'une plante d'Indonésie: Fragraea blumei (Loganiaceae) et de

trois plantes d'altitude: Bartsia alpina (Scrophulariaceae), Loiseleuria procumbens (Ericaeae) et Campanula ba. 1999, Université de Lausanne, Faculté des sciences.

- 12. Bhattacharya, A., P. Sood, and V. Citovsky, *The roles of plant phenolics in defence and communication during Agrobacterium and Rhizobium infection*. Molecular plant pathology, 2010. **11**(5): p. 705-719.
- Dacosta, Y., Les phytonutriments bioactifs: 669 références bibliographiques. 2003: Ed. Yves Dacosta.
- 14. Bouras, M., *Etude comparative et optimisation de prétraitements des écorces de bois pour l'extraction des composés phénoliques*. 2015, Compiègne.
- 15. Glories, Y. Evolution des composés phénoliques au cours du vieillissement du vin. in Annales de la nutrition et de l'alimentation. 1978. JSTOR.
- Balasundram, N., K. Sundram, and S. Samman, *Phenolic compounds in plants and agriindustrial by-products: Antioxidant activity, occurrence, and potential uses.* Food chemistry, 2006. **99**(1): p. 191-203.
- BARANI, D., Optimisation des conditions opératoires de synthèse verte de nanoparticules de ZnO à l'aide d'extrait des feuilles de Phoenix Dactylifera. L. 2020, Université Mohamed Khider-Biskra.
- D Archivio, M., et al., *Polyphenols, dietary sources and bioavailability*. Annali-Istituto Superiore di Sanita, 2007. 43(4): p. 348.
- Rodriguez-Delgado, M., et al., Separation of phenolic compounds by high-performance liquid chromatography with absorbance and fluorimetric detection. Journal of Chromatography A, 2001. 912(2): p. 249-257.
- 20. Fang, F., et al., *Determination of red wine flavonoids by HPLC and effect of aging*. Food Chemistry, 2007. **101**(1): p. 428-433.
- 21. Kumar, S. and A.K. Pandey, *Chemistry and biological activities of flavonoids: an overview*. The scientific world journal, 2013. **2013**.
- 22. Barry, A., F. Garcia, and L. Thrupp, *An improved single-disk method for testing the antibiotic susceptibility of rapidly-growing pathogens*. American Journal of Clinical Pathology, 1970. **53**(2): p. 149-158.
- 23. Chacar, S., Effet des composés phénoliques sur le vieillissement cardiaque et rénal: étude expérimentale chez le rat. 2018, Université de Poitiers; Université Saint-Joseph (Beyrouth).
- 24. Liu, H., L. Zhang, and S. Lu, *Evaluation of antioxidant and immunity activities of quercetin in isoproterenol-treated rats*. Molecules, 2012. **17**(4): p. 4281-4291.

- 25. Stafford, H.A., Flavonoid metabolism. 1990.
- Hisayoshi, K., Y. Masashi, and S. Koichi, A novel cytotoxic prenylated flavonoid from the root of Morus alba. Journal of Insect Biotechnology and Sericology, 2004. 73(3): p. 113-116.
- 27. GLORIES, Y., Recherches sur la structure et les propriétés des composés phénoliques polymérisés des vins rouges. Œno One, 1974. **8**(1): p. 57-79.



CHAPITRE II

Généralités et propriétés de nanoparticules de MgO

1. Introduction

L'oxyde de magnésium MgO présente un ensemble des propriétés permettant son utilisation dans un certain nombre d'applications comme, par exemple : Cellules photovoltaïques, capteur piézoélectrique, capteurs de gaz, domaine pharmaceutique...etc.

A l'état nanométrique (le matériau est composé des quelques centaines d'atomes), ces propriétés sont beaucoup plus intéressantes que celles du massif. En effet, lorsqu'on diminue la taille d'un objet pour atteindre une taille nanométrique, les propriétés physiques de ces objets s'en trouvent modifiées [1]

2. Nanoparticules de MgO

2.1 Définition

Les nanoparticules sont un assemblage atomique ou moléculaire microscopique allant en nombre de quelques atomes (molécule) à un million d'atomes, et elles sont reliées les unes aux autres de manière quasi sphérique et avec un rayon de 1 à 100 nanomètres [2].



Figure II.1 : Gamme de tailles des nanoparticules comparées à celles des principales structures chimiques et biologiques [2]

3. Propriétés des nanoparticules de MgO

3.1 Propriétés structurales

La modification de la taille ou des dimensions des nanoparticules modifie les propriétés physiques du matériau en raison de l'effet de séquestration quantique provoqué par la diminution de volume. Le composé a une structure de réseau cubique à faces centrées CFC qui a un seul paramètre de réseau a = 4,254 Å. Où la base est constituée d'un atome d'oxygène O et d'un atome

de magnésium Mg séparés par un rayon cubique de sorte que chaque atome de Mg entouré de 6 atomes d'oxygène et vice versa [3].

3.2 Propriétés optiques

L'importance d'étudier les propriétés optiques des matériaux est due à l'obtention d'informations sur les valeurs des constantes optiques du matériau dans une large gamme de longueurs d'onde. L'oxyde de magnésium a une réflectance élevée dans les rayons visibles et proches de l'ultraviolet et présente un pic d'absorption distinctif à 589 nm, ce qui lui confère diverses utilisations dans les applications de dispositifs optiques. L'oxyde de magnésium de haute pureté est également utilisé dans les applications optiques. Des nanoparticules d'oxyde de magnésium ont été enregistrées par spectrométrie d'absorption UV-visible dans la gamme de longueurs d'onde 200-500 nm [4].

3.3. Propriétés électriques et électroniques

Les propriétés électriques et électroniques des nanoparticules d'oxyde de magnésium MgO dépendent de la taille, de la forme et de l'état de surface des nanomatériaux.

L'oxyde de magnésium a une capacité d'isolation électrique élevée qui le rend le plus largement utilisé dans la fabrication de tubes électriques et chauffants, et est utilisé pour la fabrication de conducteurs et d'autres applications électroniques [5].

4. Applications de nanoparticules de MgO

4.1 Agricole

Les nanoparticules d'oxyde de magnésium sont également connues pour comportent un certain nombre d'avantages tels que phyto toxicité, stabilité thermique, non génotoxicité ainsi comme non-biotoxicité pour l'homme, permettant de brillantes perspectives d'application pour la protection des végétaux. Celles-ci nanoparticules en dehors des propriétés mentionnées ci-dessus ont également diverses autres caractéristiques qui leur offrent application importante dans les divers autres produits agricoles perspectives. De plus ces nanoparticules contribuent également à accroître production d'arachide en favorisant le développement de la croissance des semis et des plantes ainsi que sont utilisés comme un additif alimentaire agréé, complément alimentaire, retentât de colorant [6].

4.2 Activité antimicrobienne

Les nanoparticules d'oxyde de magnésium possèdent des propriétés antibactériennes activité contre les pathogènes d'origine alimentaire tels que *E. coli* et *Salmonella enteritidis* en provoquant des fuites dans leur cellule membrane conduisant finalement à la mort de ces

microorganismes. La rayure brune bactérienne est une maladie connue pour se propager parmi le riz qui détruit complètement sa culture et est causé par *Acidovorax oryzae* souche bactérienne [7].

4.3 Enlèvement de colorant

Les nanoparticules d'oxyde de magnésium améliorent l'activité du ferrate VI qui oxyde le colorant bleu 203 ((colorant de contamination de l'eau du cuir et des cosmétiques industries) [8]. Plusieurs autres industries telles que le tissu et les industries du tissu utilisent également de nombreux colorants pour coloration des vêtements et parmi eux l'un des plus celui couramment utilisé est le carmin indigo qui est un effluent d'eau. Les nanoparticules d'oxyde de magnésium agi aussi comme photo catalyseur pour décoloration photo catalytique du carmin indigo [9].

4.4 Détection et élimination des ions de métaux lourds

Diverses industries et usines sont dessinées à différentes sources d'eau qui contiennent des matières toxiques sous forme de métaux lourds. Ces métaux lourds lorsque entrer dans les plantes, les animaux et les humains montre des effets négatifs de différentes manières. Il est démontré que les nanoparticules d'oxyde de magnésium peuvent être un nouveau candidat dans l'élimination des métaux lourds tels que le cadmium (Cd²⁺) et le plomb (Pb²⁺). Avec des nanoparticules, nano composites tels que l'oxyde de magnésium-oxyde de cuivre et les nano composites d'oxyde de magnésium-oxyde de magnésium-oxyde de cuivre et les nano composites d'oxyde de magnésies sont des adsorbants efficaces et ont montré propriété absorbante élevée envers les ions de métaux lourds tels que plomb, arsenic et mercure, ce qui en fait un concurrent des autres nanoparticules impliquées dans l'élimination des métaux lourds de l'eau [10].

4.5 Détection et élimination des toxines chimiques

La propriété des nanoparticules d'oxyde de magnésium en tant que l'agent de désintoxication est largement utilisée dans divers applications dont l'une est en détection et suppression des toxines chimiques. Bis (2-chloroéthyl) sulfure qui est communément connu sous le nom de moutarde au soufre (un produit hautement toxique chimique) qui est généralement utilisé comme agent de guerre biologique, peut être dégradé en produits non nocifs tels que le sulfure de divinyle, le sulfure de vinyle chloro-2 éthylique et thiodiglycol qui sont des produits de réaction d'élimination et de substitution nucléophile, respectivement, lorsque traité avec des nanoparticules d'oxyde de magnésium [11].

5. Méthodes de synthèse des nanoparticules de MgO

D'une manière générale, il existe dans la littérature deux types d'approches (Figure II.3) pour les procédés de synthèse d'oxydes de métaux nanostructurés (couches minces, nanofils, nanoparticules ...) [12].

5.1 Les méthodes physiques

Les méthodes physiques sont dites « Top-Down », car elles partent généralement du matériau massif pour aller vers les plus petites tailles. Les particules ainsi synthétisées présentent généralement une grande disparité en taille et en forme.

Beaucoup de travaux sur la synthèse d'Oxyde de manganèse par voie physique ont été publiés. Le principe d'élaboration des nanoparticules par voie physique est réalisé le plus souvent à partir d'une phase vapeur. Ces méthodes de synthèse demandent l'emploi de haute température et la mise en œuvre de lourdes infrastructures. Parmi ces méthodes de synthèse physiques on cite: La condensation de vapeur, les méthodes laser, la méthode de pyrolyse par jet [13].

5.2 Les méthodes chimiques

Les méthodes chimiques sont dites « Bottom-Up », car elles partent de molécules et utilisent les atomes métalliques comme des briques de construction des particules. Elles sont assez variées, généralement faciles à mettre en œuvre, moins couteuses et offrent un large éventail de paramètres permettant généralement un bon contrôle morphologique [14].

Les méthodes chimiques ont l'avantage d'être simple, peu coûteuse en termes d'instrumentations avec des températures de synthèse assez basse (<350°C) et présente la possibilité de dopages d'atomes ou ions étrangers lors de la synthèse. Ce sont des méthodes facilement industrialisables; une grande quantité des matériaux peut être obtenus à différentes tailles et formes [15]

Parmi ces méthodes de synthèse chimiques on cite: La méthode sol-gel, la méthode Solvothermale /hydrothermale, la méthode de précipitation.


Figure II.3: Approches physique/chimique d'élaborations des nanoparticules [14]

5.3 Synthèse verte

Le besoin de biosynthèse de nanoparticules a augmenté étant donné que les processus physiques et chimiques étaient coûteux. Pour réduire les coûts, les chercheures ont utilisé des extraits de plantes et des microorganismes pour la synthèse de nanoparticules. Les méthodes vertes encouragent les scientifiques à minimiser l'utilisation de produits chimiques toxiques et à réduire la production de déchets en effectuant des opérations en milieu aqueux.

La synthèse verte est une nouvelle approche pour lutter contre la pollution en prévenant les problèmes environnementaux. La synthèse des nanoparticules de MgO est dominée par diverses méthodes physiques et chimiques qui nécessitent de haute pression et température, En général, les méthodes physiques consomment de l'énergie supplémentaire et le vide poussé obligatoire, alors que les méthodes chimiques sont des méthodes de production de masse coûteuses et nuisibles. Ainsi, Les méthodes de synthèse chimique conduisent souvent à la présence de certaines espèces chimiques toxiques adsorbées sur la surface qui peuvent avoir des effets indésirables dans les applications médicales.

La synthèse verte des nanoparticules devance les autres méthodes car elle est simple, rentable et relativement reproductible et se traduit souvent par des matériaux plus stables. Les matériaux à base de plantes semblent être les meilleurs candidats. Ce sont des nanoparticules de production à grande échelle et des alternatives respectueuses de l'environnement aux méthodes physiques et chimiques.

Des techniques pourraient être envisagées pour la synthèse de nanoparticules de métal d'origine naturelle à l'aide de réactifs tels que des plantes (feuilles, racines, latex, graines et tiges) et des

microorganismes. L'utilisation des plantes pour synthétiser des nanoparticules a pour principal avantage de permettre leur disponibilité, de les manipuler en toute sécurité et d'avoir une grande capacité de transformation des métabolites lorsqu'elles peuvent contribuer à la réduction. La synthèse verte de nanoparticules est un type d'approche ascendante dans laquelle la réaction principale est la réduction / oxydation. Les phytochimiques végétaux antioxydants ou les enzymes microbiennes sont généralement responsables de la réduction des composés métalliques dans leurs propres nanoparticules.

L'agent actif primordial dans certaines de ces synthèses est les composés phénoliques. De nos jours, on s'intéresse de plus en plus à l'utilisation de précurseurs non toxiques et respectueux de l'environnement, l'abaissement de la température de réaction, l'absence de rejets de sous-produits non désirés et la pollution sont les principaux problèmes qui méritent une attention particulière dans une stratégie de synthèse verte [16].

6. Mécanisme de la synthèse des nanoparticules de MgO

En général, le mécanisme de la synthèse des nanoparticules métalliques dans les extraits de plantes comprend trois phases principales :

➤ La phase d'activation : Pendant cette période la réduction des ions métalliques et la nucléation des atomes métalliques réduits se produisent.

➤ La phase de croissance : Pendant cette période, de petites nanoparticules adjacentes fusionnent spontanément en particules plus grosses (forment directement des nanoparticules par nucléation et croissance hétérogènes et réduction supplémentaire des ions métalliques ; appelée maturation d'Ostwald), ce qui s'accompagne d'augmenter la stabilité thermodynamique des nanoparticules.

> La phase de terminaison : Le processus déterminant la forme finale des nanoparticules [17].

7. Références

- Prouteau, C., et al., Significant improvement of superconductivity of laser ablated "YBa2Cu3O7/MgO" thin films: introduction of a SrTiO3 buffer layer. Physica C: Superconductivity, 1995. 248(1-2): p. 108-118.
- 2. Benzakour, M., Étude structurale par spectroscopie d'absorption X des nanoparticules d'oxyde d'alcalinoterreux réactifs: application à la destruction de gaz polluants et toxiques. 2003, Paris 12.
- 3. Claveau, D., Activités antimicrobiennes de différentes préparations de ZnO, CaO et MgO et leur potentiel comme agents de conservation dans les jus de fruit. 2009.
- Fang, Z., et al., Blue luminescent center in ZnO films deposited on silicon substrates. Optical Materials, 2004. 26(3): p. 239-242.
- Raynal, R., Elaboration et étude des céramiques transparentes de type spinelle dans le système MgO-Al203. 1987, Limoges.
- 6. Ibrahim, M., Étude de la réactivité des acétylacétonates métalliques pour l'enrobage de nanoparticules magnétiques de cobalt. 2012, Toulouse 3.
- Jaouen, T., Isolant dans la limite ultra-mince: propriétés électroniques de barrières tunnel de MgO. 2012, Université Rennes 1.
- 8. Hanani, Z., Conception de composite flexible céramique sans plomb/biopolymère pour des applications de stockage et de récupération d'énergie. 2020, Bordeaux.
- 9. Dufay, T., Étude de couches minces piézoélectriques flexibles pour la récupération d'énergie vibratoire. 2017, Université de Nantes.
- Granon, A., Etude du frittage réactif dans le système Al2O3-AIN-MgO. Application à l'élaboration d'une céramique spinelle oxynitrurée transparente. 1994, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne.
- Soltani, R.D.C., M. Safari, and M. Mashayekhi, Sonocatalyzed decolorization of synthetic textile wastewater using sonochemically synthesized MgO nanostructures. Ultrasonics sonochemistry, 2016. 30: p. 123-131.
- 12. Landois, P., Synthèse, fonctionnalisation et impact sur l'environnement de nanotubes de carbone. 2008, Toulouse 3.
- Allal, O., Etude des propriétés structurales, électroniques, élastiques et optiques de l'Oxyde de Magnésium (MgO). 2010, Thèse de doctorat, universite Mohamed Bodiaf, Oran.

- Pousthomis, M., De la synthèse chimique de nanoparticules aux matériaux magnétiques nano-structurés: une approche pour des aimants permanents sans terre rare. 2016, INSA de Toulouse.
- 15. Muller, C. and G. Flamant, Energy storage through magnesia sulfatation in a fluidizedbed reactor. AI Ch. EJ;(United States), 1988. **34**(3).
- 16. BARANI, D., Optimisation des conditions opératoires de synthèse verte de nanoparticules de ZnO à l'aide d'extrait des feuilles de Phoenix Dactylifera. L. 2020, Université Mohamed Khider-Biskra.
- 17. Dadi, R., Synthèse de nanoparticules d 'oxydes métalliques et leur activité antibactérienne. 2019, Université Paris-Nord-Paris XIII.



1. Introduction

La caractérisation de nanoparticules synthétisées nécessite différents techniques de caractérisation généralement sont : la spectroscopie UV-Visible, la diffraction des rayons X (DRX), la microscopie électronique à balayage (MEB), la spectroscopie infrarouge a transformé de Fourier (FTIR), ces techniques sont décrites dans les paragraphes ci-dessous [1].

2. Spectroscopie UV-visible

2.1 Définition

Le spectrophotomètre d'adsorption dans le domaine visible ou l'ultraviolet est une technique d'analyse très utilisée pour les substances minérales et organique. Les matériaux absorbent la lumière différemment selon la longueur d'onde de la lumière. Ce phénomène est souvent responsable de la couleur des matériaux quand les absorptions concernent des longueurs d'onde du domaine visible [2].



Figure III.1: Appareil de Spectroscopie UV-visible [2]

2.2. Principe

La technique consiste à détecter et quantifier l'intensité du rayonnement dont la longueur d'onde varie entre 200 et 1400 nm, l'échantillon peut absorber, réfléchir ou transmettre les photons émis. Dans le cas des solutions, le spectre électronique est la fonction qui relie l'intensité lumineuse absorbée par l'échantillon analysé en fonction de la longueur d'onde. Dans le cas des échantillons solides (poudre) on doit faire appel à la mesure de la réflectance diffuse (figure III.1). Celle-ci mesure la lumière réfléchie sur la surface de l'échantillon dans toutes les directions [3] Les valeurs de la réflectance peuvent être reliées à l'absorbance du solide par la méthode de Kubelka-Munk avec l'expression [4] :

$$\alpha = (1 - R)/2R \tag{1}$$

Où α est le coefficient d'absorption. Pour un semi-conducteur à gap indirect tel que le MgO la valeur du gap (Eg) peut être obtenu à partir de α par la relation de Tauc.

$$\alpha h v = \beta (h - E) 2R \tag{2}$$

Où h est la constante de Planck, la fréquence de photon et B est une constante. L'analyse diffuse réflectance spectroscopie (DRS), permet de mesurer de façon indirecte l'absorption des photons des échantillons et de calculer leur gap optique [5].

3. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

3.1 Définition

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier permet d'obtenir sur la nature des liaisons chimiques et peut être employée pour l'identification de composés. En effet, cette technique caractérisent les transitions vibrationnelles au sein des molécules ou cristaux, produit des spectres comportant des bandes d'adsorption dont la position est caractéristique des liaisons de vibration du composé étudié. Il existe différents types de vibration : l'élongation (symétrique ou antisymétrique), la déformation angulaire, le balancement, le mouvement hors plan ou la torsion. Les plus fréquentes sont l'élongation, la déformation angulaire et le mouvement hors plan [6].



Figure III.2: Appareil de Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier [6]

3.2 Principe

Le spectre infrarouge d'un échantillon est établi en faisant passer un faisceau de lumière infrarouge au travers de cet échantillon. Le domaine infrarouge entre 4000 cm⁻¹et 400 cm⁻¹ correspond au domaine d'énergie de vibration des molécules. Lorsque la langueur d'onde du

faisceau émis est proche de l'énergie de vibration de la molécule, cette dernière absorbe le rayonnement et on enregistre une diminution de l'intensité réfléchie ou transmise. De ce fait, l'énergie du rayonnement IR se retrouve diminuée après interaction, conduisant à l'apparition d'une bande d'absorption à cette fréquence. Cette absorption n'est pas systématique ; elle dépend de la géométrie de la molécule ainsi que de sa symétrie. La position de ces bandes d'absorption va dépendre en particulier de la différence d'électronégativité des atomes et de leur masse. Par conséquent, cette technique a été utilisée afin d'identifier les fonctions de molécules présentes dans un échantillon ainsi que les molécules éliminées par le processus de synthèse comme dans notre cas [7].

3.3 Préparation des échantillons

Les échantillons peuvent être préparés de différentes méthodes :

I mg de l'échantillon est broyé avec 100 mg d'un agent liant souvent du KBr dans un mortier avec un broyeur, ensuite le mélange est comprimé sous forte pression afin de former une pastille [8].

✤ La méthode consiste à broyer finement une quantité de l'échantillon avec un sel purifié généralement du bromure de potassium afin de supprimer les effets de diffusion des gros cristaux. Ce mélange poudreux est ensuite comprimé dans une presse afin de fournir une pastille transparente au travers de laquelle un faisceau du spectromètre peut passer.

Une autre technique dite de déposition de film est principalement utilisée pour les matériaux polymères. L'échantillon est tout d'abord dissous dans un solvant non hygroscopique et adéquat. Une goutte de cette solution est déposée à la surface d'une cellule de KBr ou de NaCl. La solution est ensuite évaporée jusqu'à séchage complet et le film ainsi formé sur la cellule est analysé directement [9].

4. Diffraction des rayons X (DRX)

4.1 Définition

Les rayons X sont des ondes électromagnétiques invisibles de haute énergie et de courte longueur d'onde (0,01 nm à 10 nm)

Ces rayons ont déclenché une révolution dans le monde, car ils ont été utilisés dans divers domaines tels que la médecine et l'industrie [10].



Figure III.3: Appareil de Diffraction des rayons X [10]

4.2 Principe

Cette technique consiste à la diffraction des rayons x émis sur la surface d'un échantillon et la collecte d'un signal à partir des interférences des ondes diffusées par les plans atomiques pour nous informer sur la qualité et structure cristalline du matériau, L'orientation du faisceau diffracté est donnée par la loi de Bragg [11].



Figure III.4 : Schéma illustrant la loi de Bragg [11]

5. Microscopie électronique à balayage (MEB)

5.1 Définition

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique de microscopie permettant de produire des photographies de la surface des particules avec une résolution nanométrique supérieure à celle de la microscopie optique. Elle peut également donner des informations sur les particules. Dans le domaine des sciences des matériaux, il s'agit d'un outil puissant dans lequel l'état de surface présente un intérêt primordial. La technique permet de balayer la surface de l'échantillon à l'aide d'un faisceau d'électrons de quelques nanomètres de diamètre. Cette technique permet également un grossissement extrême et une profondeur de champ accrue pour représenter les caractéristiques morphologiques, et probablement leur examen chimique lorsqu'ils sont associés à un système d'analyse de rayons X (EDS : spectroscopie d'énergie dispersive). La microscopie électronique à balayage basée sur l'analyse des interactions entre électrons et matière [12].



Figure III.5: Appareil de Microscopie électronique à balayage [12]

5.2 Principe

Le principe de la microscopie électronique à balayage consiste à balayer la surface de l'échantillon étudié point par point. Le fonctionnement du MEB est basé sur l'émission d'électrons produits par une cathode d'énergie E_0 et la détection de signaux provenant de l'interaction entre ces électrons et un échantillon. Les plus utilisées en microscopie électronique à balayage sont : les électrons secondaires, les électrons rétrodiffusés et les rayons X (Figure III.6) [13].

➢ Les électrons secondaires ont une faible énergie cinétique et il est possible d'observer uniquement ceux obtenir sur la surface de l'échantillon. La topographie de l'échantillon est donnée aussi par ces électrons.

Les électrons rétrodiffusés sont des électrons incidents qui sont rentrés en collision avec des noyaux des atomes de l'échantillon. Ces électrons permettent d'obtenir une image de l'échantillon.

➤ Les rayons X, leur identification permet d'obtenir des données sur la composition moléculaire des matériaux à tester. La technique relative à la détection des rayons X est appelée spectroscopie d'énergie dispersive (EDS). Cette méthode permet d'obtenir une analyse qualitative et semi-quantitative des éléments chimiques présents dans l'échantillon [14].

Dans le cadre de notre étude, le MEB a principalement été utilisé afin d'obtenir deux types d'information : la taille et la morphologie des nanoparticules synthétisées d'une part ainsi que les éléments (nature et concentration relative) présents au sein de l'échantillon.



Figure III.6 : Particules émises lors de l'interaction électron-matière [14]

5.2 Préparation des échantillons

La préparation des échantillons a consisté à suspendre une faible quantité de poudre dans l'éthanol. Une goutte de la suspension a été prélevée et déposée sur l'adhésive carbonée double face et collé à un porte-échantillon en aluminium [15].

Référence:

- 1. Pajusco, P., N. Malhouroux-Gaffet, and Y. Chartois. Technique de caractérisation UWB doublement directionnel. in JNM 2009: XVIèmes journées nationales micro-ondes. 2009.
- 2. Macheroux, P., UV-visible spectroscopy as a tool to study flavoproteins, in Flavoprotein protocols. 1999, Springer. p. 1-7.
- 3. Cook, S., et al., Quantifying tropical peatland dissolved organic carbon (DOC) using UVvisible spectroscopy. Water Research, 2017. **115**: p. 229-235.
- Bailes, M. and F. Stone, CO clusters on MgO studied by low-temperature UV-visible diffuse reflectance spectroscopy. MateriaLs Chemistry and Physics, 1991. 29(1-4): p. 489-501.
- 5. Moorthy, S.K., et al., Synthesis and characterization of MgO nanoparticles by Neem leaves through green method. Materials Today: Proceedings, 2015. **2**(9): p. 4360-4368.
- Doumenq, P., et al., Approche méthodologique directe et continue du processus d'oxydation des bitumes par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier. Analytica chimica acta, 1991. 242: p. 137-141.
- Kister, J., et al., Analyse quantitative par spectroscopie infrarouge a transformee de Fourier de la partie minerale de charbons. Mise au point et application de la technique. International journal of environmental analytical chemistry, 1985. 22(3-4): p. 297-318.
- 8. MAMAD, A., DISCRIMINATION DES LAITS: APPLICATION DE LA SPECTROSCOPIE INFRAROUGE A TRANSFORMEE DE FOURIER COUPLEE AUX OUTILS CHIMIOMETRIQUES. 2021.
- 9. Lebon, M. and C. Falguères, Caractérisation par spectrométrie infrarouge à transformée de fourier des ossements chauffés en contexte archéologique: comparaison entre référentiel moderne et matériel fossile, implications diagénétiques. 2008, Paris, Muséum national d'histoire naturelle.
- Hecq, M., A. Dubois, and J. Van Cakenberghe, Étude par diffraction de rayons X de films à base d'oxydes d'étain et d'indium. Thin Solid Films, 1973. 18(1): p. 117-125.
- Taupin, D., Théorie dynamique de la diffraction des rayons X par les cristaux déformés.
 Bulletin de Minéralogie, 1964. 87(4): p. 469-511.
- Beaunier, L., et al., Etude electrochimique, et par microscopie electronique a balayage, du fer recouvert de peinture. Surface Technology, 1976. 4(3): p. 237-254.
- Doumalin, P., Microextensométrie locale par corrélation d'images numériques. Application aux études micromécaniques par microscopie électronique à balayage. 2000, Ecole Polytechnique X.

- Vicario, E., M. Pitaval, and G. Fontaine, Microscopie électronique à balayage. Bulletin de Minéralogie, 1971. 94(3): p. 195-203.
- Rousseau, M. and C. Le Gallo, Etude de la structure de l'Emmental au cours de la fabrication, par la technique de microscopie électronique à balayage. Le lait, 1990. 70(1): p. 55-66.



1. Introduction

La toxicité des produits chimiques utilisés pour synthétiser les nanoparticules conduit à des sousproduits qui peuvent avoir des effets nocifs sur l'environnement. La biosynthèse des nanoparticules est une méthode prometteuse qui utilise des extraits végétaux pour synthétiser des nanoparticules d'oxyde métallique. En effet, la biosynthèse s'est révélée être une technique écologique efficace pour synthétiser les nanoparticules d'oxyde métallique. Par conséquent, le présent travail est une étude bibliographique sur la synthèse de l'oxyde de MgO à partir de l'extrait aqueux de différentes plantes [1].

2. Synthèse verte de nanoparticules de MgO à l'aide de l'extrait de *Trigonella foenum-graecum*

La synthèse de nanoparticules de MgO à l'aide de *Trigonella foenum-graecum* est une méthode facile qui peut être facilement utilisé pour diverses applications biomédicales. Cette plante fonctionne comme un réducteur et agent stabilisant et le précurseur est le nitrate de magnésium [2].

2.1 Synthèse de nanoparticules de MgO

Les nanoparticules d'oxyde de magnésium préparées à partir de l'extrait de feuille de *Trigonella foenum-graecum*. 30 ml d'extrait de plante a été pris dans un bécher de 500 ml et 150 ml du mélange fraîchement une solution préparée de nitrate de magnésium de 5 mm a été ajoutée goutte à goutte à l'aide d'une burette et 1M de NaOH a également été ajouté goutte à goutte sous agitation continue pendant 2 heures à une température de 80 ^oC. Avec l'ajout d'une solution de nitrate de magnésium, un changement de couleur du vert pâle au brun a été observé confirmation de la formation de nanoparticules de Mg (OH) ₂. La solution a ensuite été centrifugée, le précipité a été lavé avec de l'éthanol plusieurs fois pour éliminer les impuretés et séché au four pendant 8 heures. Il est finalement calciné dans un four à 600 ^oC pendant 4 heures et MgO de couleur jaune pâle des nanoparticules ont été obtenues [2].

2.2 Résultats et caractérisation

2.2.1 Analyse UV-visible

Figure IV.1 montre la réponse d'absorption de MgO nanoparticule. Le pic d'absorption spécifique est observé à 267 nm qui se situent dans la gamme de 260 à 280 nm spécifique pour les nanoparticules d'oxyde de magnésium. La bande optique l'énergie d'écart du MgO NP bio synthétisé est calculée à partir de la formule :

$$E = hv = hc/\lambda \, 2R \tag{3}$$

Où h est la constante de Planck, c'est la vitesse de la lumière et λ est la longueur d'onde observée depuis la réponse UV-Visible. L'énergie de gap égale à 4,6 eV [2].



Figure IV.1 : Spectre UV-Visible des nanoparticules de MgO bio synthétisées par l'extrait de feuilles de Trigonella foenum-graecum [2]

2.2.2 Analyse par FTIR

La réponse FTIR a été portée par le nombre d'onde plage de 500 à 4000 cm⁻¹ en utilisant la méthode des granulés KBr à la pièce Température. Les figures IV.2 (a) et (b) montrent les spectres FTIR pour l'extrait de plante Trigonella foenum-graecum et MgO nanoparticules respectivement. Le spectre FTIR pour l'extrait de plante Trigonella foenum-graecum confirme la présence d'alcaloïdes, de groupes phénoliques, polysaccharides, flavones, acides aminés, terpénoïdes, flavonoïdes et stéroïdes. Les larges pics de la figure 3a et 3b dans le plus haut La région 3600-3400 cm⁻¹ est due à la présence d'alcoolisme ou Groupes phénoliques –OH. Les vibrations étirées fortes -OH représentés à 3439 cm⁻¹ sont dus aux molécules d'eau. UN Réduction de l'intensité maximale de la figure IV.2(b) par rapport à la figure IV.2(a) confirme que les molécules organiques ont été impliquées dans le Formation de nanoparticules de MgO. Pics dans la gamme entre 2100 -2500cm⁻¹ indique l'étirement des alcynes. Les pics à 1876 cm⁻¹, 1604cm⁻¹, 1460-1350 cm⁻¹ correspond à c = o étirement (liaisons amide), C = C étirement (alcènes) et -CH étirement (alcanes) respectivement. Il est également observé à partir de Figure IV.2 (b) qu'avec la formation de nanoparticules, intensité du pic à 3400 cm⁻¹ et 1600 cm⁻¹ correspondant à n-h Les étirements et les étirements C-N respectivement diminuer. Les pics dans la plage entre 450-560 cm⁻¹ attribué à des vibrations d'étirement Mg-O et à l'absence de pic à 694 cm^{-1} confirme l'absence de Mg (OH)₂ [2].



Figure IV.2 (a): spectre FTIR de Trigonella foenum-graecum[2]



Figure IV.2 (b): spectre FTIR des nanoparticules de MgO bio synthétisées par l'extrait de feuilles de Trigonella foenum-graecum[2]

2.2.3 Analyse par DRX

La figure IV.3 montre que les pics sont apparus à 20 allant de 28,34°, 40,58°, 42.87°, 50,20°, 62.35° qui correspond à la présence de nanoparticules de MgO et l'emplacement des pics dans le spectre est en bon accord avec le rapport de la littérature. Il est également clair à partir de le spectre DRX de MgO NPs est de nature cristalline. La taille moyenne cristalline de la biosynthèse nanoparticules calculés en utilisant la formule de Debye Scherrer [2].



Figure IV.3: spectre DRX des nanoparticules MgO bio synthétisées par l'extrait de feuilles de Trigonella foenum-graecum[2]

2.2.4 Analyse par MEB

L'image MEB de la figure IV.4 montre que le MgO bio synthétisé consistait en un mélange de structures sphériques fines. Ses dimensions se sont révélées dans la gamme entre 36,7 et 69,6 nm et de forme sphérique [2].



Figure IV.4 : Image MEB des NPs MgO[2]

3. Synthèse verte de nanoparticules de MgO à l'aide de l'extrait de *Phyllanthus emblica*

La présente étude rapporte la synthèse de nanoparticules de MgO nommées MGN1, MGN2, MGN3, et MGN4 avec différents ratios de l'extrait de plante en utilisant le jus de fruit de *Phyllanthus emblica* populairement connu sous le nom de groseille à maquereau indienne [3].

3.1 Synthèse de nanoparticules de MgO

2,5 g de nitrate de magnésium ont été traités avec quatre volumes distincts de jus de groseille, à savoir 10 ml, 15 ml, 20 ml et 25 ml chacun. Ensuite, il est dilué avec 10 ml d'eau distillée et placé sous agitation constante pendant environ 10 min pour obtenir un mélange de solution homogène. Le mélange de solutions a ensuite été exposé à un traitement thermique à 120 C sur une plaque chauffante pour obtenir un gel. En outre, le gel obtenu a été placé dans un four à moufle à ~ 400 C, et les nanoparticules de MgO ont été recueillies en 4-5 min. Finalement, la substance obtenue a été calcinée, et les MGN1, MGN2, MGN3, et MGN4 ont été préparés par un rapport nitrate de magnésium/carburant de 1:4, 1:6, 1:8, et 1:12, respectivement [3].

3.2 Résultats et caractérisation

3.2.1 Analyse UV-visible

En utilisant un spectrophotomètre UV, la propriété optique des nanoparticules de MgO synthétisées a été étudiée, et les résultats sont montrés dans la figure IV.5 (a). Elle présente un large pic d'absorption de ~ 230 nm, ce qui est en bon accord avec la littérature. La bande

interdite des nanoparticules de MgO a été estimée en traçant $(ahm)^2$ en fonction de (hm) (eV), comme le montre la figure IV.6 (b). L'énergie de la bande interdite de la nanoparticule de MgO a été trouvée à 5,6 eV [3].



Figure IV.5: Spectre UV-visible des nanoparticules de MgO bio synthétisées par l'extrait de feuilles de Phyllanthus emblica [3]

3.2.2 Analyse par FTIR

La structure moléculaire du produit est analysée par spectroscopie FTIR. La figure IV.6 montre le spectre FTIR des nanoparticules de MgO dans la gamme 400-4000 cm⁻¹. Nous pouvons observer une forte absorption de la vibration Mg - O à 424,7 cm⁻¹. La bande à 879,2 cm⁻¹ montre le modèle de phase cubique de MgO. Les bandes à 1404 cm⁻¹, 1470 cm⁻¹ sont les pics caractéristiques des différents modes d'étirement de C=O et C-O. Les vibrations de flexion et d'étirement -OH de la molécule d'eau physiquement adsorbée sont attribuées à la large bande à 3698,7 cm⁻¹. En raison de la lenteur des vibrations d'étirement des molécules d'eau, la valeur se situe autour de 1637,6 cm⁻¹ [3].



Figure IV.6: Spectre FTIR des nanoparticules de MgO bio synthétisées par l'extrait de feuilles de Phyllanthus emblica [3]

3.2.3 Analyse par DRX

Une analyse XRD a été effectuée pour générer les informations nécessaires sur la cristallinité et la phase des matériaux préparés. Le spectre de diffraction des nanoparticules de MgO, c'est-àdire MGN1, MGN2, MGN3, et MGN4 est représenté sur la Figure IV.7 (a, b, c, et d). Les pics de diffraction indiquent la présence d'une phase cubique (avec des paramètres de réseau a = 4.22). La taille des cristallites des NPs de MgO a été mesurée en choisissant le pic le plus intense à 2θ = 42.6°. Sur la Figure IV.3 (a, b, c, et d), selon certains rapports, le pic 2 θ observé à 18,7° représente le dépôt cristallin de Mg (O, OH). A 29.2°, le pic 2 θ appartient au MgO cubique à faces centrées (JCPDS N° : 00-030-07). Les particules de MGN avec des pics de diffraction aux valeurs 2 θ de 37.70°, 42.80°, 62.10°, 74.5°, et 78.50° correspondent aux plans (1 1 1), (2 0 0), (2 2 0), (3 1 1), et (2 2 2), respectivement, sont similaires aux diffractions caractéristiques de la phase cubique du MgO (JCPDS N° : 45-0946) [3].



Figure IV.7: Spectre de DRX des nanoparticules de MgO bio synthétisées par l'extrait de feuilles de Phyllanthus emblica [3]

3.2.4 Analyse par MEB

Les images MEB montrées dans la figure IV.8 (a, b, c, et d) confirment que la structure éponge de MgO est poreuse et est composée à la fois de particules nanocristallines et amorphes. Les images MEB, montrant un plus grand nombre de courbures et de plans de surface dans les structures tridimensionnelles. Ces pores de surface caractéristiques seront un avantage important pour les applications dans les réactions catalytiques en raison de la plus grande accessibilité des sites catalytiques [3].





4. Synthèse verte de nanoparticules de MgO à l'aide de l'extrait de feuilles *d'Olea europaea*

Dans cette étude, la synthèse biologique a été utilisée pour préparer les nanoparticules d'oxyde de magnésium par l'utilisation de feuilles *d'Olea europaea*, il a été utilisé comme agent réducteur [4].

4.1 Synthèse de nanoparticules de MgO

Les NP MgO ont été préparées en ajoutant 1 gramme d'oxyde de magnésium à 100 ml d'extrait de feuille d'olivier sous agitation continue à l'aide d'un aimant d'agitation à 1500 tr/min à 56 ° C pendant 30 minutes. Ensuite, le mélange a été séparé à l'aide d'une centrifugeuse à 4000 tr/min pendant 15 min. Le précipité est ensuite lavé avec de l'éthanol et de l'eau dés ionisée pour

éliminer toutes les impuretés du produit final. Il a été naturellement séché à l'air et soigneusement collecté. Enfin, il a été stocké pour une caractérisation ultérieure [4].

4.2 Résultats et caractérisation

4.2.1 Analyse UV-visible

Le spectre d'absorption a été observé dans la figure IV.9. L'absorption optique des NPs MgO a une forte caractéristique dans la gamme ultraviolette, cet effet pourrait être une indication de la formation de NPs MgO de plus petite taille lorsque la position du pic se déplace vers la région UV. La bande interdite d'énergie de MgO NPs égale à 5,4 eV [4].



Figure IV.9 Les spectres d'absorbance par spectroscopie UV-vis pour les NPs MgO [4]

4.2.2 Analyse par FTIR

La figure IV.10 montre le spectre FTIR pour les NPs MgO. Les bandes à (3697.64, 3444.88 et 1633.07) cm⁻¹ fait référence aux oscillations de dilatation O–H et N–H aux particules de phénols ainsi qu'aux protéines extrait. Le pic à 2360 cm⁻¹ est attribué à C=C La liaison par étirement C dénote la présence d'alcyne. De plus, les pics de (1486.61 et 1422.83) cm⁻¹ ont été référés à C=C collage par étirement. Aussi, le motif de (1309,45, 1264,57, 1207,87 et 1160,63) cm⁻¹ et à 1077,95 cm⁻¹ étaient représentés à C-O carboxyle et alcool, respectivement. Ensuite, le pic à (858.268 et 806.299) cm⁻¹ indiquent la présence d'un coude C–H collage. Alors que la formation de nanoparticules d'oxyde de magnésium par le cristal cubique structure est indiquée par le pic d'absorption dans 584,252 cm⁻¹[4].



Figure IV.10. spectre FTIR des NPs MgO synthétisées par l'extrait d'Olea europaea [4]

4.2.3 Analyse par DRX

L'analyse DRX a été effectuée dans la gamme de 2θ entre 20° et 80° . La figure IV.11 montre un accord entre la structure DRX pour les NPs MgO et la carte JCPDS (96-900-8672), qui ont une structure poly cristalline, cubique les positions maximales de phase et 2θ étaient de $37,2229^{\circ}$ au plan (111), 43,0117° au plan (200), 62,4120° au plan (220), 74,82400 au plan (311) et 78,8396° au plan (222). la taille moyenne des cristallites ont été évalués à l'aide de la formule de Scherer, soit 12,08 ,nm [4].



Figure IV.11. spectre de diffraction des rayons X pour les NPs MgO [4]

4.2.4 Analyse par MEB

Afin d'identifier la formation superficielle de nanoparticules d'oxyde de magnésium, un balayage de champ microscope électronique a été utilisé comme le montre la figure IV.12 [4].



Figure IV.12 : Image MEB des NPs MgO [4]

5. Synthèse verte de nanoparticules de MgO à l'aide de l'extrait de feuille de *Costus pictus D. Don*

Dans cette étude, une stratégie synthétique verte durable pour synthétiser de nanoparticules d'oxyde de magnésium en utilisant l'extrait de feuille de plante *Costus pictus D. Don* comme agent réducteur [5].

5.1 Synthèse de nanoparticules de MgO

0.1M de Mg(NO₃)₂.6H₂O a été préparé dans 50 ml d'eau bi distillé puis 10 ml d'extrait de Costus pictus ont été ajoutés lentement goutte à goutte dans la solution sous agitation magnétique à 80 0 C pendant environ 4 h pour obtenir une formation complexe. Le complexe formé après le temps d'agitation adéquat a été collecté par centrifugation à 10 000 tr/min pendant 10 min. Ensuite, le complexe centrifugé a été lavé avec l'eau et soumis à nouveau à une centrifugation à 5000 tr/min pendant 10 min. Le complexe séparé a été séché dans une étuve à 40 0 C pendant 8 h puis calciné dans un four à 500 0 C [5].

5.2 Résultats et caractérisation

5.2.1 Analyse par FTIR

Le spectre FTIR des nanoparticules d'oxyde de magnésium absorbent à 653,51–825,42 cm⁻¹. L'étirement O-H apparaît dans le spectre comme une bande très large s'étendant de 3447,11 cm⁻¹. Cette bande élastique O-H très large est observé avec un pic C=O, ce qui indique presque certainement que le composé est un acide carboxylique aliphatique. Deux pics attribués à C-F s'étendant à 1265,21 cm⁻¹ constituent des composés mono et poly fluorés. Des niveaux modéré d'absorption dans la région couvrant 1381,20–1590,22 cm ⁻¹ impliquent la présence d'un composé aromatique bague. Un pic d'absorption trouvé à 1057,70 cm ⁻¹ correspond à étirement C-O d'alcool primaire saturé. Des niveaux élevés de l'absorption doublet observée à 2390,15 cm ⁻¹ révèle la présence des vibrations d'étirement C-H d'un aldéhyde aromatique. Le groupe observé à 1590,22 cm ⁻¹ correspond au groupe carbonyle de flavonoïdes [5].



Figure IV.13: Image FTIR de nanoparticules de MgO [5].

5.2.2 Analyse par DRX

La Figure IV.14 représente le spectre DRX des nanoparticules de MgO. Les pics nets des nanoparticules de MgO synthétisées illustrent que les particules étaient hautement cristallines. Selon la carte JCPDS N° (39-7746), les réflexions de Bragg distinctes dans le DRX correspondent aux plans (1 1 1), (2 0 0), (2 2 0), (3 1 1) et (2 2 2). L'absence de pics non identifiés confirme l'absence d'impuretés dans les particules de MgO synthétisées. Ils peuvent être indexés pour la structure cristalline de la phase cubique à faces centrées de l'oxyde de magnésium. La granulométrie des nanoparticules de MgO peut être calculée pour le plan (2 0 0) à 50,25 nm à l'aide de la formule de Debye-Scherer [5].



Figure IV.14: spectre DRX de nanoparticules de MgO[5]

5.2.3 Analyse par MEB

La figure IV.15 montre des images MEB de nanoparticules d'oxyde de magnésium bio synthétisées. La morphologie des nanoparticules d'oxyde de magnésium était sphérique avec des variations minimales de taille ou de forme, telles que des particules ovales ou elliptiques. Les particules apparaissent agglutinées et certains des cristaux individuels sont clairement visibles. Il est évident que la forme hexagonale et les particules individuelles séparées sont présentes [5].



Figure IV.15: Images MEB des nanoparticules de MgO bio synthétisées par l'extrait de feuille de plante Costus pictus D. Don [5].

6. Synthèse de nanoparticules de MgO à l'aide de l'extrait de Pisonia alba

Cette étude présente une synthèse verte et écologique de nanoparticules d'oxyde de magnésium à l'aide de l'extrait de *Pisonia alba* [6].

6.1 Synthèse de nanoparticules de MgO

5 g de poudre de feuilles ont été ajoutés à 100 ml d'eau distillée et conservés au bain-marie pendant 15 min à 70 0 C. Le mélange a été agité à l'aide d'un agitateur magnétique pendant environ 20 min et l'extrait a été recueilli en filtrant la solution à l'aide du papier Whatman. Une solution de précurseur de Mg(NO₃)₂ 1 mM et un extrait de feuille de P. alba ont été mélangés et incubé à température ambiante pour une synthèse complète des MgO NP. Après l'achèvement de la synthèse des MgO NP, la solution a été centrifugée à 5000 tr/min pendant 10 min, séchée à 80 ° C et stocké pour des études ultérieures [6].

6.2 Résultats et caractérisation

6.2.1 Analyse UV-visible

L'apparition de la bande d'absorption à des longueurs d'onde plus courtes en dessous 300nm précise l'existence de particules de petite taille. Le pic obtenu à 272 nm a confirmé la formation de nanoparticules phyto-synthétisées en tant que MgO NP. Il était clair que les composés

phytochimiques présents dans la feuille de P. alba pouvaient fonctionner comme un agent de reduction et de stabilisation de la phyto-synthèse de MgO NPS [6].



Figure IV 16: Spectre UV-vis de MgO NP synthétisés à l'aide d'extrait de feuille de P. alba [6].

6.2.2 Analyse par FTIR

La spectroscopie FTIR a été utilisée pour identifier les MgO NP synthétisés par l'extrait de feuille de P. alba (figure IV 17). La bande à 3290 cm⁻¹ a été attribuée au groupe O–H qui peut appartenir à l'eau ou aux composés phénoliques végétaux. L'apparition d'un pic à 2928 cm⁻¹ a confirmé le groupe C–H chez les MgO NP. Les bandes à 1654 cm-1 et 1328 cm⁻¹ attribuées à (C==O) et (C–N) du groupe amide et amine respectivement qui confirment la présence de protéine. La vibration de flexion à 959 cm⁻¹ appartient à la liaison ==C–H du groupe alcène. La bande observée dans la plage comprise entre 536 et 772 cm⁻¹ attribuée aux vibrations Mg – O qui ont confirmé la liaison Mg – O dans les nanoparticules synthétisées. Les liaisons chimiques (O–H), (C==O) et (C–N) identifiées dans l'analyse FTIR ont démontré que les composés phénoliques ou les protéines présentes dans l'extrait de feuille de P. alba peuvent agir comme agent bio- réducteur pour la synthèse des MgO NP [6].



Figure IV 17: Spectre FTIR des MgO NP synthétisés par l'extrait de feuille de P. alba [6].

6.2.3 Analyse par DRX

Diagramme de diffraction des rayons X des MgO NP synthétisés à l'aide de l'extrait de feuille de P. d'alba a été montré dans la figure IV.18, il a montré un une phase cristalline cubique correspond aux plans cristallins de (111), (200), (220), (311) et (222) compatible avec la carte JCPDS N° : 002-1207 [6].



Figure IV 18:spectre DRX des MgO NP synthétisés par l'extraits de feuilles de P. alba [6].

7. Synthèse verte de nanoparticules de MgO à l'aide de l'extrait de feuille *Chromolaena odorata*

Cette étude visait à synthétiser des nanoparticules d'oxyde de magnésium (MgO NPs) à partir de l'extrait aqueux de feuille de *Chromolaena odorata* [7].

7.1 Synthèse de nanoparticules de MgO

L'extrait aqueux de feuilles de *Chromolaena odorata* (250 ml) a été ajouté goutte à goutte à une solution 0,1 M de MgSO₄·6H₂O (50 ml) dans une fiole conique sous agitation constante, la procédure d'addition a consommé un total temps de 12h. Le pH du milieu en fin de réaction est de 3,6. La dispersion solide-liquide résultante a été centrifugée à 7000 tr/min pendant 15 min. Ensuite, le surnageant a été jeté tandis que le résidu a été lavé avec de l'eau dés ionisée pour se

débarrasser de l'excès de MgSO₄· $6H_2O$ et des composés organiques résiduels. Le résidu a été séché dans une étuve à 70 °C pendant 2 h, puis calciné à 500 °C pendant 3 h [7].

7.2 Résultats et caractérisation

7.2.1 Analyse UV-visible

Une bande d'absorption nette à 270 nm est observée dans le spectre d'absorption UV-Vis de la solution de MgO NPs (figure IV.19) correspondant à la résonance dipolaire des nano sphères de MgO, qui se situe généralement entre 260 et 280 nm. Ce résultat implique que le les biomolécules présentes dans l'extrait de feuille de *Chromolaena odorata* ont réussi à réduire le MgSO₄·6H₂O en MgO NP [7].



Figure IV.19: Spectre UV-Vis de la solution colloïdale de l'extrait de feuille Chromolaena odorata et MgSO₄·6H₂O [7].

7.2.2Analyse par FTIR

Le spectre FTIR des MgO NPs est illustré dans la figure IV.20, montre que la large bande centrée à 3409 cm⁻¹ est due à la vibration d'étirement du groupe O – H dans l'alcool et l'eau de surface. Le groupe O-H est soutenu par le pic proéminent à 1454 cm⁻¹ attribué au mode de flexion de la liaison O-H. Le groupe O-H pourrait avoir émané des groupes hydroxyle des composés phytochimiques de l'extrait de feuille impliqués dans la réaction de reduction pour former les MgO NP. La présence d'eau dans l'échantillon est en outre confirmée par l'épaulement vers 1628 cm⁻¹. Le pic situé à 1110 cm⁻¹ est associé aux liaisons diagnostiques C–O, tandis que les pics autour de 608 et 404 cm⁻¹ sont attribués à la vibration d'étirement de la liaison Mg–O [7].



Figure IV.20: Spectre FTIR des MgO NPs synthétisés parl'extrait de feuille de M. esculenta [7].

7.2.3 Analyse par DRX

Le diagramme de diffraction DRX montre des plans de réflexion *hkl* (111), (200), (220), (311) et (222). L'examen des pics à la fois en position angulaire et en intensité montre qu'ils correspondent à ceux du fichier de référence standard (JCDPS N° 75-0447), ce qui confirme la formation de nanoparticules de MgO [7].



Figure IV.21: spectre DRX des MgO NPs [7]

7.2.4 Analyse par MEB

L'image MEB montre des particules bien réparties avec un certain degré d'agrégation. La nature hétérogène des particules a été précédemment observée dans la figure IV.22 [7].



Figure IV.22: Image MEB des MgO NPs [7]

8. Synthèse verte de nanoparticules de MgO à l'aide de l'extrait de Manihot esculenta

cette étude visait à préparer des nanoparticules d'oxyde de magnésium (MgO NP) à l'aide d'un extrait aqueux de feuille de *Manihot esculenta* [8].

8.1 Synthèse de nanoparticules de MgO

250 ml d'extrait aqueux de feuilles de *Manihot esculenta* a été ajouté goutte à goutte à 50 ml de solution 0,1 M de Mg(NO₃)₂•6H₂O dans un bécher d'une capacité de 500 mL sous agitation constante avec un agitateur magnétique. Le total de temps consommé pour l'addition était de 12 h. L'obtenu la dispersion solide-liquide a ensuite été centrifugée à 7000 tr/min pendant 10 min. Après cela, le surnageant a été jeté et le résidu lavé avec de l'eau déminéralisée pour éliminer l'excès Mg(NO₃)₂•6H₂O et molécules organiques résiduelles. De plus, il a été séché dans une étuve à 70 °C pendant 2 h puis calciné dans un four à 500 °C pendant 3 h pour obtenir des MgO NP [8].

8.2 résultats et discussion

8.2.1 Analyse UV-visible

Les UV-Vis spectre d'absorption de la solution MgO NPs montre une forte bande d'absorption à 260 nm (figure IV.23) correspondant à la résonance dipolaire des nanosphères de MgO, généralement dans la gamme 260–280 nm. Le résultat UV-Vis montre clairement que les biomolécules réductrices de la feuille de *Manihot esculenta* extrait ont pu jouer un rôle de bio-réduction conduisant à la formation de MgO NPs [8].



Figure IV.23: Spectre UV-Vis de la solution colloïdale d'extrait de feuilles de Manihot esculenta et de $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ [8].

8.2.2 Analyse par FTIR

Le spectre FTIR des MgO NPs illustré dans la figure IV.24 montre large bande d'absorption centrée à 3421 cm⁻¹ en raison de la vibration d'étirement du groupe O–H dans un alcool. Les petits doubles pics situés à 2926 et 2854 cm⁻¹ sont pris en compte pour les vibrations d'étirement C–H dans le groupe CH2 présent dans les composés phytochimiques. Le pic pointu à 1552 cm⁻¹ signifie la présence d'une liaison N – H résultant du mode de vibration de flexion dans une amine aromatique. Le pic proéminent à 1382 cm⁻¹ est attribué à Mg–O vibration tandis que les petits pics situés à 1041 et 941 cm⁻¹ sont associés aux liaisons diagnostiques C–O et C–O–C, respectivement [8].



Figure IV .24: Spectre FTIR des MgO NPs synthétisés [8]

8.2.3 Analyse par DRX

Comme observé dans le diffractogramme illustré dans la figure IV.25, le diagramme de diffraction montre divers pics correspondant aux plans de réflexion (111), (200), (220), (311) et (222). Les pics correspondent à ceux du fichier de référence standard (JCDPS N° : 75-0447) à la fois en emplacement angulaire et en intensité, confirmant la formation de la phase hexagonale de MgO [8].



Figure IV.25: spectre DRX des MgONPs [8]

8.2.4 Analyse par MEB

La morphologie des particules (figure IV.26), qui a montré des particules avec une uniformité de taille proche. La mesure assistée par image de la taille moyenne des particules des MgO NP à partir de l'image MEB est 37,30 nm [8].



Figure IV.26: Image MEB des MgO NPs [8]

9. Synthèse verte de nanoparticules de MgO à l'aide de l'extrait de Ziziphus mauritiana

une voie verte et facile est effectuée pour synthétiser les nanoparticules d'oxyde de magnésium (MgO NPs) à partir d'extrait de feuilles de *Ziziphus mauritiana* [9].

9.1. Synthèse des MgO NPs

Une solution de MgNO₃ 1 M (50 ml) a été transférée au récipient de réaction. 20 ml de l'extrait a été ajouté lentement dans la solution. Ensuite, 50 ml de NaOH (1M) et 10 ml de 0,0005 M (polyvinyl pyrrolidone) a été ajouté, et la solution a été agitation continue à 400 tr/min pendant 40 min à 45 0 C. Un changement de couleur est apparu du jaune au brun clair, et les NP MgO se sont déposés au fond du ballon de réaction. Après cela, le précipité a été lavé avec du méthanol et centrifugé à 6500 tr/min trois à quatre fois pendant 15 min. Les particules résultantes ont été calcinées à 300 0 C. Après calcination, la couleur blanc cassé MgO produit a été obtenu [9].

9.2. Résultats et caractérisation

9.2.1. Analyse UV-visible

Les absorbances pour les NP MgO étaient enregistré dans la gamme de longueurs d'onde de 200 à 800 nm et affiché dans la figure IV.27, montrant une bande forte à 270 nm. Cette bande forte est spécifique aux NP MgO en raison de la transition de transfert de charge entre deux états. La bande interdite des NP d'oxyde de magnésium était (4,7 eV) [9].



Figure IV 27: Spectre UV–Vis des nanoparticules de MgO (NPs) [9].

9.2.2 Analyse par FTIR

Le spectre FTIR des nanoparticules de MgO est donné dans la figure IV.28. Le spectre montre différents forts et faibles bandes dues à diverses vibrations d'étirement et de flexion. Le pic proéminent à 584,9 cm⁻¹ est attribué au Vibration d'étirement Mg – O. La bande d'absorption à 1474,7 cm⁻¹ est la vibration de flexion de la liaison OH d'eau. Une large bande allant de 3600 à 2500 cm^{-1} correspond à des vibrations d'étirement perturbées de molécules d'eau adsorbées à la surface de les NPs MgO [9].



Figure IV.28: Spectre FTIR de nanoparticules de MgO [9].

9.2.3 Analyse par DRX

Le spectre DRX des NPs MgO affiche des pics proéminents de plans (100), (111), (200), (001), (220) sont également observés. Les pics à ces positions suggèrent que l'échantillon est purement cristallin et face-centrée-cubique. L'apparition de pics de ces plans dans le spectre DRX vérifie que l'échantillon est uniquement de l'oxyde de magnésium, et aucune autre forme tels que

l'hydroxyde sont présents. La taille des cristallites a été calculée à partir des pics significatifs en utilisant l'équation de Scherer, révélant une taille de cristal d'environ 22 nm [9].



Figure IV.29: spectre DRX de nanoparticules de MgO synthétisées [9].

9.2.4 Analyse par MEB

La Figure IV.31 (a) montre l'image MEB à faible grossissement de nanoparticules de MgO, démontrant que les NPs sont spongieux, sphériques et structures ressemblant à des hérissons. Pour plus de confirmation de la morphologie, un grossissement supérieur a été appliqué. Les résultats sont donnés dans la Figure IV.30 (b et c), révélant que les nanoparticules de MgO sont constituées de cheveux hexagonaux comme fléchit. La surface des particules est très rugueuse et avec des défauts. La surface défectueuse des NPs de la Figure IV.30 (d) pourrait attribuer à la haute performance du catalyseur. L'image des NPs d'oxyde de magnésium cristallin pur montre une forme sphérique irrégulière avec des tailles de particules d'environ 30 ± 10 nm de longueur ou de largeur et environ 25 nm d'épaisseur [9].



Figure IV.30: Images MEB de MgO NPS [9].

Référence

- 1. Dadi, Rania. Synthèse de nanoparticules d'oxydes métalliques et leur activité antibactérienne. Diss. Université Paris-Nord-Paris XIII, 2019.
- Vergheese, Mary, and S. Kiran Vishal. "Green synthesis of magnesium oxide nanoparticles using Trigonella foenum-graecum leaf extract and its antibacterial activity." J Pharmacogn Phytochem 7.3 (2018): 1193-1200.
- Ananda, A., et al. "Green synthesis of MgO nanoparticles using Phyllanthus emblica for evans blue degradation and antibacterial activity." Materials Today: Proceedings 49 (2022): 801-810.
- 4. Ulwali, Ruqayah A., et al. "Green synthesis of MgO NPs by Olea Europeae leaves extract from Bulk MgO and study physical properties." *NeuroQuantology* 19.5 (2021): 114-119.
- Suresh, Joghee, et al. "Green synthesis and characterization of hexagonal shaped MgO nanoparticles using insulin plant (Costus pictus D. Don) leave extract and its antimicrobial as well as anticancer activity." *Advanced Powder Technology* 29.7 (2018): 1685-1694.
- Sharmila, G., et al., Green fabrication, characterization of Pisonia alba leaf extract derived MgO nanoparticles and its biological applications. Nano-Structures & Nano-Objects, 2019. 20: p. 100380.
- 7. Essien, Enobong R., et al. "Biomimetic synthesis of magnesium oxide nanoparticles using Chromolaena odorata (L.) leaf extract." *Chemical Papers* 74.7 (2020): 2101-2109.
- 8. Essien, Enobong R., et al. "Biogenic synthesis of magnesium oxide nanoparticles using Manihot esculenta (Crantz) leaf extract." *International Nano Letters* 10.1 (2020): 43-48.
- Saman, Syed, et al. "Green synthesis of MgO nanocatalyst by using Ziziphus mauritiana leaves and seeds for biodiesel production." *Applied Organometallic Chemistry* 35.5 (2021): e6199.
CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

Une recherche bibliographique a été présenter dans le cadre de ce mémoire de Master, étudions les conditions opératoires, les propriétés structurales, optiques et la morphologie des nanoparticules d'oxydes magnésium synthétisées par voie vert, en partant de la réduction de la taille des grains à l'échelle nanométrique, amener à de nouvelles propriétés physiques, propriété qui ouvrent des perspectives prometteuses dans l'application de divers domaines. Les extraits de plantes telle que : *Phyllanthus emblica, Trigonella foenum-graecum, Olea europaea , Costus pictus D. Don, Pisonia alba, Chromolaena odorata, Manihot esculenta, Ziziphus mauritiana,* ont été utilisés dans la synthèse verte de nanoparticules d'oxydes magnésium avec succès.

La caractérisation de nanoparticules de MgO par diffractomètre à rayons X, microscope électronique à balayage, spectroscopie infrarouge et spectroscopie ultraviolet-visible est mentionnée dans cette étude. Toutes ces techniques de caractérisation nous permettent d'analyser la structure, les propriétés optiques, la morphologie et la qualité de nanoparticules de MgO.

La synthèse verte de nanoparticules d'oxydes magnésium par l'utilisation de l'extrait des plantes est une technique simple, peu coûteuse, respectueuse de l'environnement et ne causent aucun dommage à la santé des êtres humain. Ainsi, la technique nous permet à synthétisés des nanoparticules utilisées dans diverses applications chimiques, physiques, biomédicales, biologiques et pharmaceutique.