



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

Mémoire de Fin d'Etude

En vue de l'obtention du diplôme de

MASTER ACADEMIQUE

Domaine: Sciences et Techniques

Filière: Génie des Procédés

Spécialité: Génie Chimique

Thème

Evaluation de l'activité catalytique des nanoparticules
d'oxyde de cuivre synthétisées par méthode verte

Présentée Par : ATIA BACHIR

GAID CHOUAIB

HOUBA ABD DJABARE

M^{me} : LAOUINI SALAH EDDINE

Soutenu le :2021 / 06 /17

Devant le jury composé de :

Mr. BARANI DJAMEL	Professeur Université d'El-Oued	Président
Mr. AHMOUDA KAOUTHAR	Professeur Université d'El-Oued	Examineur
Mr. LAOUINI SALAH EDDINE	Professeur Université d'El-Oued	Rapporteur

- Année universitaire: 2020 / 2021

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Dédicace

je dédie ces mots.....

"Gloire à Dieu"

A celui qui a livré le message et a rempli la confiance.. et a conseillé.. au prophète du monde de la miséricorde et de la lumière.

"Notre Maître Muhammad, que Dieu le bénisse et lui accorde la paix"

A celui qui est tout Dieu avec prestige et détermination.. à celui qui m'a appris à donner sans attendre.. à celui dont je porte le nom avec tous Iftikhar .. j'espère que Dieu prolongera votre vie pour voir les fruits qui sont venus être récoltés après une longue attente et resteront Vos mots sont des étoiles qui les guident aujourd'hui, demain et pour toujours.

A ma très chère mère

Affable, honorable, aimable : Tu représentes pour moi le symbole de la bonté par excellence, la source de tendresse et l'exemple du dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager et de prier pour moi. Aucune dédicace ne saurait être assez éloquente pour exprimer ce que tu mérites pour tous les sacrifices que tu n'as cessé de me donner depuis ma naissance. Je te dédie ce travail en témoignage de mon profond amour. Puisse Dieu, le tout puissant, te préserver et t'accorder santé, longue vie et bonheur.

A mon Père

Aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour, l'estime, le dévouement et le respect que j'ai toujours eu pour vous. Rien au monde ne vaut les efforts fournis jour et nuit pour mon éducation et mon bien être. Ce travail est le fruit de tes sacrifices que tu as consentis pour mon éducation et ma formation.

pour ma femme

Je te dédie ce succès avec mes meilleurs vœux pour ta vie.

Mes frères et sœurs

Je les remercie pour leur soutien sur ce chemin et leur souhaite tout le meilleur.

Etudiant ATIA BACHIR

Dédicace

Je dédie cette thèse

"Gloire à Dieu"

A celui qui a livré le message et a rempli la confiance.. et a conseillé.. au prophète du monde de la miséricorde et de la lumière.

" Notre Maître Muhammad, que Dieu le bénisse et lui accorde la paix"

A celui qui est tout Dieu avec prestige et détermination.. à celui qui m'a appris à donner sans attendre.. à celui dont je porte le nom avec tous Iftikhar .. j'espère que Dieu prolongera votre vie pour voir les fruits qui sont venus être récoltés après une longue attente et resteront Vos mots sont des étoiles qui les guident aujourd'hui, demain et pour toujours.

A ma très chère mère

Affable, honorable, aimable : Tu représentes pour moi le symbole de la bonté par excellence, la source de tendresse et l'exemple du dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager et de prier pour moi. Aucune dédicace ne saurait être assez éloquente pour exprimer ce que tu mérites pour tous les sacrifices que tu n'as cessé de me donner depuis ma naissance, Je te dédie ce travail en témoignage de mon profond amour. Puisse Dieu, le tout puissant, te préserver et t'accorder santé, longue vie et bonheur.

A mon Père

Aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour, l'estime, le dévouement et le respect que j'ai toujours eu pour vous. Rien au monde ne vaut les efforts fournis jour et nuit pour mon éducation et mon bien être. Ce travail est le fruit de tes sacrifices que tu as consentis pour mon éducation et ma formation.

A ma femme et mon fils

Je vous dédie ce succès avec mes meilleurs vœux et succès dans votre vie.

Mes frères et sœurs

Je les remercie pour leur soutien sur ce chemin et leur souhaite tout le meilleur.

Etudiant GAID CHOUAIB

Dédicace

Je dédie cette thèse

"Gloire à Dieu"

A celui qui a bu la coupe vide pour me donner une goutte d'amour
A celui qui a mangé ses doigts Pour nous offrir un moment de bonheur
A celui qui a récolté les épines Sur mon chemin pour ouvrir le chemin de la connaissance au grand cœur.

"Notre Maître Muhammad, que Dieu le bénisse et lui accorde la paix"

A celui qui est tout Dieu avec prestige et détermination.. à celui qui m'a appris à donner sans attendre.. à celui dont je porte le nom avec tous Iftikhar .. j'espère que Dieu prolongera votre vie pour voir les fruits qui sont venus être récoltés après une longue attente et resteront Vos mots sont des étoiles qui les guident aujourd'hui, demain et pour toujours.

"Mon cher garçon"

A mes maîtres dans la vie.. au sens de l'amour et au sens de la tendresse et de la dévotion.. au sourire de la vie et d'un secret L'existence à qui ses prières ont été le secret de ma réussite et de ma tendresse est un baume chirurgical pour mes proches.

"Chère mère"

A mes "soeurs" et compagnes sur mon chemin dans cette vie, avec toi je suis et moi et tu veux que je sois comme tout·A ceux que je vois de l'optimisme dans leurs yeux et du bonheur dans leurs rires.. à la fin de mon parcours je tiens à vous remercier Chers vos nobles positions, à ceux qui attendaient avec impatience mon succès avec des regards d'espoir, et mes salutations particulières à ceux que j'ai envoyés Plaisir dans mon cœur et m'a poussé à étudier.

Etudiant Houba Abd Djabare

Remerciements

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'opportunité d'effectuer ce travail de thème dans les meilleures conditions.

Nous aimerions exprimer notre admiration sans limite pour Monsieur le **Docteur LAOUINI Salaheddine**, directeur de ce thème. 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 en Raman, surtout dans la correction de ce manuscrit.

Nous remercions tous les enseignants qui nous ont aidés à atteindre ce stade.

Résumé

Résumé

La nanotechnologie est un domaine interdisciplinaire, car elle combine les connaissances de différentes disciplines : chimie, physique et biologie, entre autres. Grâce à des études antérieures, nous avons évalué l'activité catalytique de molécules de cuivre NO. Nous avons synthétisé des nucléosomes extraits d'un groupe d'extraits de plantes. Nous avons étudié les techniques de caractérisation par analyse UV-Vis, analyse par infrarouge de Fourier (FTIR). Analyse par diffraction des rayons X (XRD). Microscopie électronique à balayage (MEB). Analyse par rayons X à dispersion d'énergie (DES) et analyse par microscopie électronique à transmission (MET). Enfin, nous avons conclu que les Cu NPs sont antibactériennes, de bons catalyseurs pour de nombreuses réactions et résistantes à la contamination.

Mots clés : nanoparticule, d'oxydes de cuivre , synthèse verte, caractérisation.

المخلص

تعد تقنية النانو مجالاً متعدد التخصصات، لأنها تجمع بين معرفة التخصصات المختلفة: الكيمياء والفيزياء والبيولوجيا، من بين أمور أخرى، قمنا من خلال دراسات سابقة بتقييم النشاط التحفيزي لجزيئات الأكاسيد النوية للنحاس، وذلك قمنا بتوليف الجسيمات النوية المستخرجة من مجموعة مستخلصات نباتية، درسنا تقنيات التوصيف باستخدام تحليل UV-Vis، تحليل فورييه بالأشعة تحت الحمراء (FTIR). تحليل حيود الأشعة السينية (XRD). المسح المجهر الإلكتروني (MEB). تحليل الأشعة السينية المشتتة للطاقة (DES) وتحليل المجهر الإلكتروني للإرسال (MET). في الأخير توصلنا الى أن NPs Cu مضاد لعديد من بكتيريا ومحفز جيد لكثير من التفاعلات ومقاوم لتلوث.

الكلمات المفتاحية: جسيمات النانو، أكاسيد النحاس، التوليف الأخضر، التوصيف.

Titre	Page
Dédicace	A
Remerciements	B
Résumé	C
sommaire	D
Liste des symboles	E
Liste des tableaux et relations	F
Liste des figures	G
Introduction générale	1
Références bibliographiques	3
Chapitre I: Synthèse de nanoparticules de cuivre	
I.1.INTRODUCTION	4
I.2. Définitions générale	5
I.2.1. Nanoscience	5
I.2.2. Nanotechnologie	5
I.2.3. Les nanoparticules	5
I.3.L'élément de cuivre	6
I.4. Caractéristiques des Oxydes de cuivre	6
I.4.1. Caractéristiques de l'oxyde cuivrique (CuO)	6
I.4.1.1. Caractéristiques structurales	6
I.4.1.2. Caractéristiques physiques	6
I.4.1.3. Caractéristiques électriques et magnétiques	7
I.4.1.4. Propriétés optiques	7
I.4.2. Caractéristiques de l'oxyde cuivreux (Cu₂O)	8
I.4.2.1. Caractéristiques s structurales	8
I.4.2.2. Caractéristiques physiques	8
I.4.2.3. Conduction électrique et magnétisme	8
I.4.2.4. Caractéristiques optiques	9
I.4.2.5. Photo-activité du Cu ₂ O	9
I.5.Méthodes vertes de synthèse de nanoparticules de métal et d'oxyde métallique	10
I.6.Le but de synthèse des NPs par chimie verte	10
I.7.Synthèse verte de nanoparticules de cuivre à partir d'un groupe d'extraits végétaux	10
I.7.1. Synthèse des nanoparticules Cu₂O par l'extrait de feuille figuier de barbarie	10

Sommaire

I.7.1.1.Préparation de l'extrait	10
I.7.1.2-Préparation des nanoparticules des oxydes de cuivre	11
I .7.2. Synthèse de nanoparticules de CuO à l'aide d'extrait de feuille de Thé	12
I.7.3.Synthèse verte de nanoparticules de CuO par extrait aqueux de Fleurs d'Anthemis nobilis	12
I .7.3.1-Préparation de l'extrait	12
I.7.3.2.Biosynthèse de CuO NPs à l'aide d'extrait de fleur d'A. Nobilis	12
I.7.4.Synthèse verte de nanoparticules de CuO par extrait de fleurs de Xylopora	13
I.7.4.1-Préparation de l'extrait de fleurs de A. xylopora	13
I .7-4-2-Synthèse verte de la zéolite Natrolite / NPs Cu	13
I .7.5.Synthèse des NPs par extrait de Moringa	14
I .7.5.1-Définition MORINGA OLEIFERA	14
I.7.5.2-Synthèse des NPs par extrait de Moringa oleifera	15
I.7.6.Synthèse des NPs par extrait de feuille de Capparis zeylanica	16
I -7-6-1-Préparation de l'extrait de feuille de Capparis zeylanica	16
I -7-6-2-Synthèse de CU NPS	17
I-7-7-Synthèse des NPs par d'extrait de graines de T. cacao L	17
I.7.7.1-Préparation d'extrait de graines de T. cacao L	17
I .7.7.2.Préparation de Pd / CuO NPs en utilisant l'extrait aqueux des graines de cacao	17
I.7.8.Synthèse des NPs par d'extrait aqueux de feuilles d'A. Lebbeck	18
I .7.8.1-Préparation d'extrait aqueux de feuilles d'A. Lebbeck	18
I .7.8.2-Synthèse verte des CONPs	19
I .7.9.Synthèse des NPs par d'extrait de Tinospora cordifolia	19
I .7.9.1-Préparation de l'extrait	19
I .7.9.2-Synthèse de nanoparticules	20
I.7.10.Synthèse des nanoparticules Cu₂O par l'extrait d'Aloe vera(ALE)	20
I.7.10.1-Préparation de l'extrait	20
I.7.10-2-Synthèse de Cu ₂ O	20

I-8- Les nanoparticules cuivre	21
I.9. Propriétés des nanoparticules de cuivre	22
I.10. Applications des nanoparticules de cuivre	22
Références bibliographiques	24
Chapitre II: Caractérisation des nanoparticules de cuivre	
II.1. Introduction	26
II.2. Caractérisation des nanoparticules	26
II.2-1. La diffraction de rayons X (DRX)	26
II.2-2. Microscopie électronique en transmission	27
II.2.3. Spectrophotométrie UV-Vis	28
II.2.3.1. Principe	28
II.2.3.2. Conditions expérimentales	28
II.2.4. Spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier FTIR	29
II.2.4.1. Principe	29
II.2.4.2. Conditions expérimentales	29
II.2.5. Le Microscope électronique à Balayage MEB	29
II.3. Caractérisation verte de nanoparticules de cuivre à partir d'un groupe d'extraits végétaux	30
II.3.1. Caractérisation des nanoparticules Cu₂O par l'extrait de feuille figuier de barbarie	30
II.3.1.1. Analyse morphologique par la microscopie à balayage MEB	30
II.3.1.2. Analyse structurale par DRX	31
II.3.1.3. Analyse par la spectroscopie infra rouge	33
II.3.2. Caractérisation de nanoparticules de CuO à l'aide d'extrait de feuille de thé	34
II.3.3. Caractérisation verte de nanoparticules de CuO par extrait aqueux de fleurs d'<i>Anthemis nobilis</i>	36
II.3.4. Caractérisation verte de nanoparticules de CuO par extrait de fleurs de <i>A. xylopo</i>	40
II.3.5. Caractérisation des NPs par extrait de <i>Moringa</i>	42
II.3.5.1. Analyse par diffraction des rayons X	42
II.3.5.2. Spectroscopie UV-visible	43
II.3.5.3. Spectroscopie infra rouge	44
II.3.6. Caractérisation des NPs par extrait de feuille de <i>Capparis Zeylanica</i>	45
II.3.6. 1. Analyse par spectroscopie UV-Vis Le résultat obtenu de l'analyse par spectroscopie UV-Visible de l'échantillon	45
II.3.6.2. Analyse FTIR La mesure FTIR d'extrait de plante et de nanoparticules de cuivre	46
II.3.6. 3. Analyse DRX	47
II.3.6.4. Analyse SEM La morphologie de surface et la taille de Nanoparticules	48

Sommaire

II.3.6. 5.Analyse par TEM	49
II.3.7.Caractérisation des NPs par d'extrait de graines de T. cacao L	50
II.3.8.Caractérisation des NPs par d'extrait aqueux de feuilles d'A. Lebbeck	54
II.3.9.Caractérisation des Synthèse des NPs par d'extrait de Tinospora Cordifolia	56
II.3.10.Caractérisation des nanoparticules Cu₂O par l'extrait d'Aloe vera(ALE)	59
II.3.10.1.Analyse morphologique par la microscopie à balayage MEB	59
II.3.10. 2.Analyse structurale par DRX	61
II.3.10. 3.Analyse par la spectroscopie infrarouge	62
II.3.10. 4.Analyse par spectroscopie UV-Visible	63
Références bibliographiques	65
Chapitre III: Evaluation de l'activité catalytique des nanoparticules de Oxydes de cuivre	
III. 1. Evaluation de l'activité catalytique des nanoparticules de Oxydes de cuivre	67
III. 1.1.Activité antibactérienne des nanoparticules de CuO Extrait du Thé	67
III.1.2.Évaluation de l'activité catalytique des CuO NPs Extrait du Anthemis nobilis	67
III. 1.3.Évaluation de l'activité catalytique de la zéolithe Natrolite / NPs Cu grâce à la préparation de formamides (Anthemis xylopoda)	68
III. 1.4.Étude antimicrobienne sur les Cu NPS Extrait du Capparis Zeylanica	70
III. 1.5.Évaluation de l'activité catalytique des NP Pd / CuO par Heck réaction de couplage(cacao L)	70
III. 1.5.1Évaluation de l'activité catalytique des NP Pd / CuO Par réduction du 4-nitrophénol	71
III.1.6.Activité antioxydante de CuNPs Extrait du Tinospora Cordifolia	73
III. 1.6.1.Études antibactériennes	73
Références bibliographiques	74
Conclusion générale	75

Liste des symboles

Symbol	Titre des symboles
Nm	Nanomètre
μm	Micromètre épaisseur du nano-cristal
DRX	Diffraction Des Rayons X
FT-IR	Spectroscopie Infrarouge
A	Transformée De Fourier
H	Constante De Planck
K	Facteur De Correction (= 0,9)
MEB	Microscope Electronique A Balayage
MET	Microscopie électronique à transmission
NPs	Nanoparticules
D	Distance inter-réticulaire entre deux plans successifs
λ	L'angle de diffraction
θ	L'angle de diffraction
n	L'ordre de la diffraction
D	La taille des cristallites des nanoparticules d'oxyde de cuivre
λ	Représente la longueur d'onde de la source de rayons X 0.15406 nm utilisée en DRX
β	La largeur totale à la moitié du pic de diffraction
K	La constante de Scherrer avec une valeur de (0,9 à 1) et θ est l'angle de Bragg
Φ	taille des cristallites (nm)
K	.constante de Scherrer dont la valeur est proche de 1 (K ~ 0.9)
λ	longueur d'onde des rayons X ($\lambda= 1.54178 \text{ \AA}$)
B	la largeur à mi-hauteur des pics de diffraction
Θ	angle de diffraction

Liste des tableaux et relations

tableaux	Titre des tableaux	Page
I.1	Propriétés physiques de CuO	7
I.2	Propriétés physiques de Cu ₂ O	8
II.1	Tailles des grains des phases dans les poudres élaborées	32

relation	Titre des relations	Page
II.1	la relation de Bragg	27
II.2	l'équation de Debye-Scherrer	43
II.3.	la méthode de Scherrer	61
II.4	Les énergies de gap	63
III.1	Le l'équation cinétique	72

Liste des figures

Figure	Titre des figures	Page
I.1	Image de Raquette (Cladode)	11
I.2	-a Solution aqueuse de nitrate de cuivre,- b extrait aqueux de feuille de thé - c couleur de la solution après la réaction	12
I.3	Image des fleurs d' <i>Anthemis nobilis</i>	13
I.4	Mécanisme des NP de Cu synthétisés à l'aide de l'extrait aqueux de fleurs de xylopede <i>Anthemis</i>	14
I.5	Image des feuilles de <i>Moringa oleifer</i>	15
I.6	Mécanisme de formation des nanoparticules CuO par l'extrait des Feuilles de <i>Moringa oleifera</i>	16
I.7	Image de <i>Capparis zeylanica</i>	16
I.8	Image de graines de cacao naturelles de <i>Theobroma cacao</i> L	17
I.9	Synthèse verte de Pd / CuO NP à l'aide d'extrait de graines de cacao, où NZV est nano zéro valent et FIOH est flavonoïde	18
I.10	image de feuilles d' <i>A. Lebbeck</i>	19
I.11	Image des Feuilles de <i>Tinospora cordifolia</i>	19
I.12	Image de vera Leaf	21
II.1	Micrographie MEB de l'échantillon synthétisé avec une concentration de 15% d'extrait de plante	31
II.2	Diagrammes de diffraction des rayons X des échantillons préparés avec différentes concentrations d'extrait de plante (a) 5%, (b) 10%, (c)15%	33
II.3	Spectres FT-IR de la poudre synthétisée avec différentes concentrations de l'extrait de plante	34
II.4	Image MEB de CuO utilisant un extrait de feuille de thé	35
II.5	Spectres UV-Vis de CuO à l'aide d'extrait de feuille de thé	35
II.6	Spectres IR de CuO utilisant un extrait de feuille de thé	35
II.7	Chromatogramme HPLC typique des fleurs d' <i>Anthemis nobilis</i>	37
II.8	Spectre UV-vis d'extrait aqueux de fleur d' <i>Anthemis nobilis</i>	37
II.9	Spectre UV-vis de NP CuO biosynthétisées utilisant un extrait aqueux de fleurs d' <i>Anthemis nobilis</i> entre 3 min et 30 jours	38
II.10	Spectres FT-IR d'extrait aqueux de fleurs <i>Anthemis nobilis</i> (A) et de CuO NPs synthétisées en vert (B)	38
II.11	diffraction des rayons X des NP de CuO synthétisées vertes à partir d'extrait aqueux de fleurs d' <i>Anthemis nobilis</i>	39
II.12	Spectre DES des NP CuO synthétisées vertes	39
II.13	Micrographie MEB de NP de CuO synthétisées vertes à partir d'extrait aqueux de fleurs d' <i>Anthemis nobilis</i>	39
II.14	Spectre UV-vis des NP de Cu synthétisées à l'aide d'extrait aqueux de fleurs de xylopede <i>Anthemis</i> entre 5 min et 20 jours	40
II.15	Images FE-MEB des NP zéolite / Cu Natrolite	41
II.16	Spectre DES des NP zéolite / Cu Natrolite	41
II.17	Images MET des zéolites Natrolite / Cu NPs	42
II.18	Spectre DRX des NPs synthétisées par l'extrait de <i>Moringa Oleifera</i> à 70°C traitées thermiquement à 400 °C	42

Liste des figures

II.19	Spectre UV-visible de l'absorbance des NPs CuO synthétisés par l'extrait de Moringa Oleifera. traitées à 400 °C pendant 1h	44
II.20	Spectre FTIR des NPs synthétisée à 70 °C traité à 400 °C pendant 1h.	45
II.21	spectroscopie UV-Vis	46
II.22	Analyse FTIR d'extrait végétal (a),nanoparticules de cuivre Analyse XRD	47
II.23	XRD analysis of copper nanoparticles MEB analysis	48
II.24	Micrographie SEM des CuNPs (a) analyse DES des CuNPs(b)	49
II.25	Analyse TEM des CuNPs	50
II.26	Spectre UV-vis de l'extrait aqueux de graines de cacao de Theobroma cacao L	51
II.27	UV–vis spectrum of the green synthesized Pd/CuO NPs using the aqueous extract of Cocoa seeds	51
II.28	Spectre FT-IR d'extrait aqueux de graines de cacao	52
II.29	Spectre FT-IR de Pd / CuO NPs synthétisés à l'aide d'extrait aqueux de graines de cacao	52
II.30	Diagrammes DRX des NP Pd / CuO	53
II.31	Images MET des NP Pd / CuO.	54
II.32	Spectre EDS des NP Pd / CuO	54
II.33	Spectres UV-Vis de CONPs synthétisés avec l'extrait de feuille d'A.Lebbeck	55
II.34	Image par MEB	55
II.35	Spectres de dispersion d'énergie de CONP synthétisés avec signal élémentaire net de cuivre	56
II.36	DRX de poudre de CONPs synthétisé avec l'extrait de feuille d'A. Lebbeck	56
II.37	Modèles DRX de nanoparticules de CuO	57
II.38	Spectres UV-visible des nanoparticules de CuO	58
II.39	Image MEB de NP CuO synthétisées à l'aide d'extrait aqueux de feuilles de Tinospora cordifolia	59
II.40	Image MET de NP CuO synthétisées à l'aide d'extrait aqueux de feuilles de Tinospora cordifolia.	59
II.41	Images MEB des nanoparticules Cu ₂ O synthétisées avec différentes concentrations de l'extrait aqueux d'Aloe vera:(a) 0.25g/ml, (b) 1.5g/ml, (c) 3.5g/ml.	61
II.42	Diagrammes de diffraction des rayons X des échantillons préparés avec différentes concentrations de l'extrait d'Aloe vera	62
II.43	Variation de la taille des cristallites en fonction de la concentration de l'extrait de plante (Aloe vera).	62
II.44	Spectres FT-IR des nanoparticules Cu ₂ O	63
II.45	Spectres FT-IR des nanoparticules Cu ₂ O	64
II.46	Variation de l'énergie de gap en fonction de la taille des cristallites	64

Introduction générale

Introduction générale

Les nanotechnologies représentent aujourd'hui un domaine scientifique et technique en plein essor[1]. Elles sont en voie de constituer le cœur de la prochaine révolution industrielle. Le domaine de la nanotechnologie résulte des champs procédés ont été créés pour contrôler des particules et des atomes uniques .

Les nanoparticules (NP), comme leur nom l'indique, sont des particules dont la taille est comprise entre 1 et 100 nm [2].

Les NP ont été utilisées dans des domaines tels que la mécanique, l'optique, les sciences biomédicales, la chimie, l'électronique, les industries spatiales, la délivrance de gènes médicamenteux, les sciences de l'énergie. Et les NP de plantes ne sont que quelques exemples de biomolécules qui ont de larges applications importantes dans divers domaines pharmaceutiques et médicaux.

Cette revue commence par une description des nanostructures et des nanoparticules d'origine végétale comme éléments constitutifs de la nanotechnologie et de leurs importantes applications. Les avantages d'utiliser des plantes bio-renouvelables et biodégradables et agricoles les résidus comme sources pour la production de nanostructures sont également mis en évidence [3] .

Dans ce contexte, l'objectif général de ce travail est d'étudier la possibilité de synthèse de nanoparticules d'oxyde de cuivre utilisant des extraits botaniques (feuille de figuier de barbarie, feuille de thé, fleurs d'*Anthemis nobilis*, fleurs de *A. xylopoidea*, *Moringa*, feuille de *Capparis zeylanica*, *Theobroma cacao* L, feuilles d'*A. Lebbeck*, *Tinospora cordifolia*, d'*Aloe vera*(ALE)) Caractérisation de ces nanoparticules par DRX, UV-visible, FTIR, Microscopie électronique à balayage (MEB), démontrant que les nanoparticules d'oxyde de cuivre synthétisées par des extraits botaniques sont présentées. Ses activités antioxydantes, par conséquent, ses extraits peuvent être utilisés comme additifs antioxydants naturels dans les produits pharmaceutiques et alimentaires. Description de la thèse Ce travail commence par cette introduction générale qui donne une idée de l'importance. Le sujet est abordé avec l'objectif clairement défini.

Dans le chapitre I, est consacrée à une étude bibliographique sur les nanotechnologies (nanosciences, et nanoparticule, , les propriétés, et applications de nanoparticules et les propriétés de oxydes de cuivre. Nous avons étudié la synthèse des nanoparticules de cuivre pour une gamme d'extraits végétaux et la méthode de préparation de chaque extrait.

Introduction générale

Dans le chapitre II, nous avons traité des techniques de caractérisation et de leurs résultats.

le chapitre III, L'activité catalytique des nanoparticules de cuivre a été évaluée.

Reference Bibliographique

[1] قريشة , سلمان , and ساسية. "la synthèse verte des nanoparticules métallique de cuivre CuO par l'extrait Moringa." (2018).

[2]Umer, Asim, et al. "Selection of a suitable method for the synthesis of copper nanoparticles." *Nano* 7.05 (2012): 1230005.

[3]Mohammadinejad, Reza, et al. "Plant-derived nanostructures: types and applications." *Green Chemistry* 18.1 (2016): 20-52..

La partie théorique

Chapitre I: Synthèse de nanoparticules de cuivre

I.1. Introduction:

La nanotechnologie joue un rôle très important dans la recherche moderne, c'est la technologie la plus capable qui peut être appliquée à presque tous les domaines tels que la pharmacie, l'électronique, les soins de santé, les denrées alimentaires et les aliments pour animaux, la science biomédicale, la délivrance de médicaments et de gènes, l'industrie chimique, les sciences de l'énergie, cosmétiques, santé environnementale, mécanique et industries spatiales. Il a également été utilisé pour les traitements de l'infection, du cancer, de l'allergie, du diabète et de l'inflammation [1]

Les nanoparticules métalliques sont d'un grand intérêt en raison de leurs excellentes propriétés physiques et chimiques, telles qu'un rapport surface / volume élevé et un transfert de chaleur élevé (conductivité thermique). Parmi elles, les nanoparticules à base de cuivre présentent un grand intérêt en raison de leur faible coût et de leur disponibilité facile et parce qu'elles possèdent des propriétés similaires à celles d'autres nanoparticules métalliques. [2]

La chimie verte est une mise en œuvre, le développement, la conception de produits chimiques et de procédés pour minimiser l'utilisation de produits dangereux pour l'environnement. Pour synthétiser des nanoparticules, il existe de nombreuses façons telles que la méthode sol-gel, la réaction chimique, la réaction à l'état solide et la coprécipitation. Par rapport à ces méthodes, la méthode de synthèse verte est l'une des meilleures méthodes de production de nanoparticules de ces dernières années. Cette méthode de synthèse verte présente plusieurs avantages par rapport aux autres méthodes à savoir la rentabilité, la simplicité, l'utilisation de moins de température, l'utilisation de matériaux moins toxiques, de plus elle est compatible pour les applications médicales et alimentaires¹⁰. De nombreux chercheurs ont utilisé des méthodes de synthèse verte pour différentes nanoparticules métalliques en raison de leur besoin croissant de propriétés respectueuses de l'environnement. "La méthode de synthèse verte c'est avérée être la meilleure méthode par rapport aux autres méthodes telles que la réduction chimique, la réduction photochimique, la réduction électrochimique, évaporation de la chaleur, etc., ". Dans cette méthode, l'extrait végétal a été utilisé comme agent de coiffage et de réduction pour la synthèse de nanoparticules de cuivre en raison de leurs propriétés réductrices présentes dans l'extrait "[1]. Dans ce chapitre, nous examinons la synthèse de nucléosomes de cuivre à partir d'un groupe d'extraits de plantes.

I.2. Définitions générales:

I.2.1.Nanoscience :

Les chercheurs en nanotechnologies, eux, travaillent quotidiennement sur des molécules d'un milliardième de mètre. Pour cela, ils utilisent des instruments très spéciaux, comme le microscope à effet tunnel qui, grâce à une pointe métallique très fine, peut se déplacer à quelques nanomètres d'une surface et "voir" les atomes de la surface. Les nanosciences concernent l'étude des phénomènes observés pour des objets dont la taille est de quelques nanomètres et dont les propriétés découlent spécifiquement de cette taille nanométrique. D'une manière générale la « nanoscience » est l'étude des phénomènes et la manipulation des matériaux aux échelles atomique, moléculaire et macromoléculaire, où les propriétés diffèrent significativement de celles à plus grande échelle.[3]

I.2.2.Nanotechnologie :

« Nanotechnologie » est un terme générique qui décrit des applications dans de nombreux domaines scientifiques mais recouvre d'une manière générale la recherche sur les principes et propriétés existant à l'échelle nanométrique. L'objectif des nanotechnologies consiste à produire des objets ou matériaux inférieurs à 100 nanomètres. C'est-à-dire regroupent tout ce qui touche à la conception, la caractérisation, la production et l'application de structures, dispositifs et systèmes par contrôle de la forme et de la taille à l'échelle nanométrique. Les nanotechnologies relèvent de la recherche appliquée. Les applications concernées présentent.[3]

I.2.3. Les nanoparticules:

Les nanoparticules sont des nano-objets dont les trois dimensions sont comprises entre un et cent nanomètres. La forme n'a aucune importance dans cette définition. Seul le paramètre de taille doit être respecté. Ainsi, on rencontre des nanoparticules de formes sphériques, oblongues ou encore anguleuses aussi bien sous forme amorphe que cristalline. Certains outils de synthèse (par exemple les torches à plasma) délivrent dans certains cas des nano-objets à l'état vitreux. On peut également citer les fullerènes, qui sont une forme cristalline particulière du carbone pur. Certains fullerènes, tels les « buckyballs » sont de formes sphériques et peuvent dès lors être qualifiés de nanoparticules. [3]

I.3.L'élément de cuivre:

Le cuivre est un élément de transition de numéro atomique $Z = 29$, de symbole Cu. Le corps simple cuivre est un métal caractérisé par deux degrés d'oxydation stables +I et +II, il possède des conductivités électrique et thermique particulièrement élevées qui lui confèrent des usages variés. Il intervient également comme matériau de construction et entre dans la composition de nombreux alliages, les cupro-alliages. Le cuivre présente deux oxydes : l'oxyde cuivrique (CuO) et l'oxyde cuivreux (Cu₂O). Ils ont des propriétés physiques différentes, des couleurs différentes et des structures cristallines aussi différentes.

I.4. Caractéristiques des Oxydes de cuivre:

I.4.1. Caractéristiques de l'oxyde cuivre :

I.4.1.1. Caractéristiques de construction:

L'oxyde cuivre CuO est indiqué sous le nom de ténorite, il présente une structure cristalline monoclinique de groupe d'espace $C2/c$, La maille monoclinique contient quatre molécules CuO ses constantes de réseau sont : $a = 0,47 \text{ nm}$, $b = 0,34 \text{ nm}$, $c = 0,51 \text{ nm}$ et $\beta = 99,54^\circ$. Chaque atome de cuivre détient quatre proches voisins d'oxygène : les atomes de cuivre sont au centre d'un rectangle d'oxygène, tandis que les atomes d'oxygène sont au centre d'un tétraèdre de cuivre bringuebalant.

I.4.1.2. Caractéristiques physiques:

L'oxyde cuivre (CuO) se présente sous forme d'une poudre noire très fine, insoluble dans l'eau avec une densité de $6,4 \text{ g/cm}^3$, et un haut point de fusion de (1330 C°). CuO est un semi-conducteur de type p avec une bande interdite de $1,4 \text{ eV}$ et un gap indirect .

Pour préparer l'oxyde cuivre plusieurs techniques peuvent être utilisées tel que l'oxydation thermique, frittage, précipitations, pulvérisation et déposition électro-chimique [4.5]

Dans le tableau suivant on cite quelques caractéristiques physiques de CuO:

Caractéristiques	Valeur
Paramètre de maille	a= 4.68 Å b=3.42 Å c=5.13 Å
Distance interatomique Cu-O	1.95 Å
Distance interatomique O-O	2.62 Å
Distance interatomique Cu-Cu	2.90 Å
Masse molaire	79.55 g/mol
Densité volumique	6.4 g/cm ³
Température de fusion	1330 °C
Largeur de bande interdite	1.2 eV
Apparence Solide	Noir

Tableau I. 1: Caractéristiques physiques de CuO

I.4.1.3. Caractéristiques magnétiques et électriques :

Les caractéristiques électriques des oxydes métalliques sont généralement associées à des défauts dans le réseau cristallin. Un semi-conducteur parfait exempt d'impuretés ou de défauts se caractérise par sa structure de bandes. La bande de valence correspond à la bande d'énergie la plus élevée entièrement remplie d'électrons et la bande de conduction est définie comme le premier niveau énergétique au-dessus de la bande de valence où accèdent les électrons excités. La largeur de la bande interdite (gap) représente l'énergie qu'il faut fournir à un électron pour qu'il passe de la bande de valence à la bande de livraison.

L'oxyde cuivrique Cu O est un semi-conducteur de type avec une bande interdite (gap) E_g Compris entre 1.2 et 1.4 eV. Le CuO montre généralement une faible conductivité. De grandes variations dans les valeurs de résistivité ont été reportées ainsi qu'une forte dépendance de la résistivité en fonction de la méthode d'élaboration de 1 à 10⁷ W.cm. Le CuO est antiferromagnétique avec un moment magnétique local par maille unitaire de 0,60 μ B, il a des propriétés similaires à celles de cuprite supraconductrice à haute température, mais n'est composé que de liaisons Cu-O .

I.4.1.4. Caractéristiques visuel :

La région de succion est dominée par le seuil d'absorption, qui est Informations par la bande interdite des matériaux. Par rapport au CuO massif, la bande interdite de nanostructuré de CuO est déplacé vers le bleu, avec des valeurs rapportées allant de 1,2 à 2,1 eV [6]. D'autre part, les érudits ont également rapporté une bande interdite plus grande allant jusqu'à 4,13 eV pour des points quantiques de 10 nm [7]. 3,02 eV pour des réseaux bien alignés de nanoplaquettes de CuO [8]. Par conséquent, le CuO absorbe fortement spectre visible avec

CHAPITRE I :Synthèse de nanoparticules de cuivre

une légère clarté pour des spécimens nanostructurés à bande non autorisé plus volumineux, absorbé dans la région UV.

I.4.2. Caractéristiques de l'oxyde cuivreux (Cu₂O) :

I.4.2.1. Caractéristiques structurales :

L'oxyde cuivreux (Cu₂O) ou la cuprite cristallise dans un réseau de Bravais cubique facile qui peut être vue comme deux sous-réseau, son classe de vide est Pn³m avec un paramètre de maille de 4.2696 Å. Les ions d'oxygène définissent un réseau cubique centré dans lequel les ions cuivreux emploient le centre de la demi des cubes d'arêtes a/2. En résultat, les particules d'oxygène sont en planification d'ordre quatre avec les atomes de cuivre les plus proches et les atomes de cuivre sont linéairement coordonnés avec les deux atomes d'oxygène qui sont les plus proches voisins, qui rend la stœchiométrie 2:1[9]

I.4.2.2. Caractéristiques physiques :

La cuprite Cu₂O a une couleur rouge-brun, il présente nombreux privilèges telle que la peu nocivité, bonne acceptabilité environnementale et peu onéreuse, riche et aisément disponible.[10][11]

Ses caractéristiques physiques sont données dans le tableau.

Propriété	Valeur
Paramètre de maille	a= 4,2696 Å
Distance interatomique Cu-O	1.84 Å
Distance interatomique O-O	3.68 Å
Distance interatomique Cu-Cu	3.01 Å
Masse molaire	143,09 g.mol ⁻¹
Densité volumique	5.749 - 6.140 g.cm ⁻³
Température de fusion	1232 °C
Température d'ébullition	1800 °C
Largeur de bande interdite	2,137 eV
Apparence Solide	rouge-brun

Tableau I.2 :Propriétés physiques de Cu₂O

I.4.2.3. Conduction électrique et magnétisme :

La conductivité électrique de est fréquemment expression par la existence d'un excès d'oxygène liés à la formation de lacunes de cuivre V_{Cu} ou d'oxygène interstitiels ;ces possibilités donne au Cu₂O une conduction électrique de type présentant une large En mouvement de porteurs positifs à l'ambiante, $\mu_p \sim 100 \text{ cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ en forme de couche mince

[12]. Il est possible d'ajuster les caractéristiques électriques de Cu_2O en variable la stœchiométrie et la cristallinité de ces films pendant la déposition. La configuration électronique du Cu^+ en ($4s^0, 3d^{10}$) implique que tous les électrons soient appariés rendant le composé diamagnétique à température ambiante. La existence d'un hystérésis, observé quelquefois à basse température dans Cu_2O , caractéristique d'un ordre ferromagnétique, a été attribuée à du $\text{Cu}^{2+}(d^9)$ magnétique. Ce Cu^{2+} serait dû à la formation de lacunes dans le sous-réseau anionique.

I.4.2.4. Caractéristiques optiques:

Le Cu_2O est un semi-conductrice de type p, sa bande interdite est de 2,17 eV. Il présente un coefficient d'absorption optique élevé dans la gamme de $2.105 - 3.7.106 \text{ cm}^{-1}$. Dans la structure cristalline de la cuprite Cu_2O , le haut de la bande de valence (BV) présente un caractère supérieur 3d lié à l'hybridation d'orbitales Cu^+ ($3d^{10}$) et d'orbitales O_2^- ($2p^6$). La bande de conduction (BC) quant à elle correspond aux orbitales 4s du Cu^+ vides. La conversion de plein de l'homologue au gap du matériau se fait donc entre orbitales de type d du cation Cu^+ .

Le gap optique de Cu_2O varie selon la méthode d'élaboration et de mise en forme. En effet, à l'état de massif le gap optique de Cu_2O est proche 2 eV [13] en revanche pour les films, des valeurs supérieures ont été observées [14, 15, 16]. Cette augmentation du gap est exprimée dans la littérature par un effet de confinement quantique lié à une diminution de la taille des particules [17].

I.4.2.5. Photo-activité du Cu_2O :

L'oxyde cuivre (Cu_2O) est caractérisé par la présence du phénomène de photo-activité. Quand ce dernier est illuminé par un rayonnement lumineux dont l'énergie des photons égale ou supérieure à la largeur de sa bande interdite ($h\nu \geq E_g$), nous avons une absorption de ces photons, ceci génère des paires électron-trou qui se dissocient en électrons libres e^- dans la bande de conduction et en trous h^+ dans la bande de valence de Cu_2O [18]. Ces électrons libres peuvent être utilisés directement comme un courant électrique dont l'application des cellules solaires photovoltaïques ou pour provoquer des réactions chimiques, la photocatalyse.

I.5.Méthodes vertes de synthèse de nanoparticules de métal et d'oxyde métallique:

La synthèse verte de nanoparticules à l'aide de matériaux biodégradables naturels tels que des enzymes, des vitamines, des polysaccharides, des extraits de plantes, des polymères biodégradables et des micro-organismes est un domaine très prometteur en nano biotechnologie et en nanotechnologie verte. Il y a toujours eu une demande pour des procédés fiables et respectueux de l'environnement pour fabriquer des nanoparticules de métal et d'oxyde métallique minimisant voire éliminant l'utilisation de produits chimiques toxiques et dangereux. La seule façon de développer ces processus «verts» est d'adapter des approches de synthèse bénigne qui utilisent des conditions de réaction douces et des précurseurs de réaction non toxiques. Cette section présente un aperçu de la préparation des nanoparticules par des approches de «chimie verte» qui présentent des avantages par rapport aux méthodes conventionnelles impliquant des agents chimiques associés à la toxicité environnementale .[28]

I.6.Le but de synthèse des NPs par chimie verte:

Le but de la synthèse des particules nucléaires est de mieux valoriser l'environnement, il est nécessaire d'exploiter les ressources naturelles pour produire des nanoparticules afin de réduire l'utilisation de réactifs toxiques. Dans ce travail, nous présentons une méthode de synthèse de nanoparticules de cuivre à partir d'extraits de plantes.

I.7.Synthèse verte de nanoparticules de cuivre à partir d'u groupe d'extraits végétaux:

I.7.1. Synthèse des nanoparticules Cu_2O par l'extrait de feuille figuier de barbarie:

I.7.1.1.Préparation de l'extrait:

La plante est collectée de la commune Messaoud BOUDJERIOU de la Wilaya de Constantine, en Algérie. 500g des feuilles sont lavées correctement et coupées en petits morceaux, puis nous avons les broyé. La solution résultante est filtrée pour éliminer toute

CHAPITRE I :Synthèse de nanoparticules de cuivre

matière particulière restante. Le filtrat est stocké à température ambiante pour la synthèse des NP des oxydes de cuivre.

Trois proportions volumiques d'extrait sont préparées (5%,10%,15%) comme suit :

5%:on verse 5 ml de l'extrait avec 95 ml d'eau distillée dans un verre de 100 ml .

10% :on verse 10 ml de l'extrait avec 90 ml d'eau distillée dans un verre de 100 ml .

15%: on verse 15 ml de l'extrait avec 85 ml d'eau distillée dans un verre de 100 ml.

I.7.1.2.Préparation des nanoparticules des oxydes de cuivre:

Les nanostructures des oxydes de cuivre sont préparées par la méthode de précipitation en utilisant le sulfate de cuivre penta-hydraté ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) comme un précurseur. La concentration de précurseur, la concentration de NaOH, la température d'agitation et le temps d'agitation sont fixés pendant les manipulations .

Sur une plaque chauffante à température constante 120 C° , on a mis une verrerie contenant 100 ml de la solution de l'extrait et 0,05 M du précurseur sous agitation magnétique. Après 3 minutes, on a ajouté une solution de 2 M de NaOH à la solution mère, une solution bleue aqueuse est obtenue. La mixture reste sous agitation 30 minutes supplémentaires. Enfin, le précipité résultant est retiré et lavé avec l'eau distillée et l'éthanol. Une poudre noire a été obtenue après un séchage à 150 C° . [27]



Figure. I.1:Raquette (Cladode)

I.7.2.Synthèse de nanoparticules de CuO à l'aide d'extrait de feuille de thé:

Le nitrate de cuivre et l'extrait de feuille de thé ont été prélevés dans un rapport de 1: 3 et la solution a été soumise à un chauffage par micro-ondes à 540 W qui a produit un précipité brun foncé après 7 à 8 minutes. Le précipité a été centrifugé, filtré puis séché dans un four à air chaud pendant 4 à 5 h. Le mécanisme probable de la formation de nanoparticules de CuO a été montré.[19]



Figure. I.2:-a Solution aqueuse de nitrate de cuivre,
- b extrait aqueux de feuille de thé
- c couleur de la solution après la réaction

I.7.3.Synthèse verte de nanoparticules de CuO par extrait aqueux de fleurs d'*Anthemis nobilis*:

I .7.3.1.Préparation de l'extrait:

50 g de parties aériennes séchées des fleurs d'A. Nobilis ont été mis en poudre et chauffés au reflux à 80 C° avec 250 ml d'eau distillée stérile pendant 2 h. Ensuite, on a laissé le mélange refroidir à température ambiante et un extrait aqueux a été facilement obtenu par filtration.[20]

I.7.3.2.Biosynthèse de CuO NPs à l'aide d'extrait de fleurs d'A. Nobilis:

Dans une synthèse typique de CuO NPs, 50 ml de l'extrait aqueux des fleurs végétales ont été ajoutés goutte à goutte à 50 ml de solution aqueuse 0,003 M bien mélangée de CuCl, sous agitation constante à 60 C° pendant 2 h. Après 20 min, la couleur de la solution a été modifiée

pendant le processus de chauffage en raison de l'excitation de la résonance plasmonique de surface qui indique la formation de CuO NP. De plus, la stabilité des NP CuO a été contrôlée par spectroscopie UV-vis à des moments allant de 3 min à un mois. La solution de nanoparticules obtenue est centrifugée à 6500 tr / min pendant 30 min et la précipitation est ensuite séchée à l'air pendant 24 h à température ambiante.



Figure. I.3:Image des fleurs d'*Anthemis nobilis*

I .7.4.Synthèse verte de nanoparticules de CuO par extrait de fleurs de *A. xylopoda*:

I.7.4.1.Préparation de l'extrait de fleurs de *A. xylopoda*:

50 g de parties aériennes séchées de fleurs de *A. xylopoda* ont été mis en poudre et chauffés au reflux à 80 C° avec 300 ml d'eau distillée stérile pendant 2 h. Ensuite, on a laissé le mélange refroidir à température ambiante et un extrait aqueux a été facilement obtenu par filtration.

I .7.4.2.Synthèse verte de la zéolite Natrolite / NPs Cu:

50 ml de l'extrait de fleurs de *A. xylopoda* ont été ajoutés à 20 ml de solution de CuCl 0,05 M et 1,0 g de zéolite Natrolite et agités pendant 15 h à 100 C°. Le précipité formé a été filtré et recueilli sur une boîte ronde. Ensuite, il a été chauffé à 100 C° pendant 3 h au four puis caractérisé.[21]

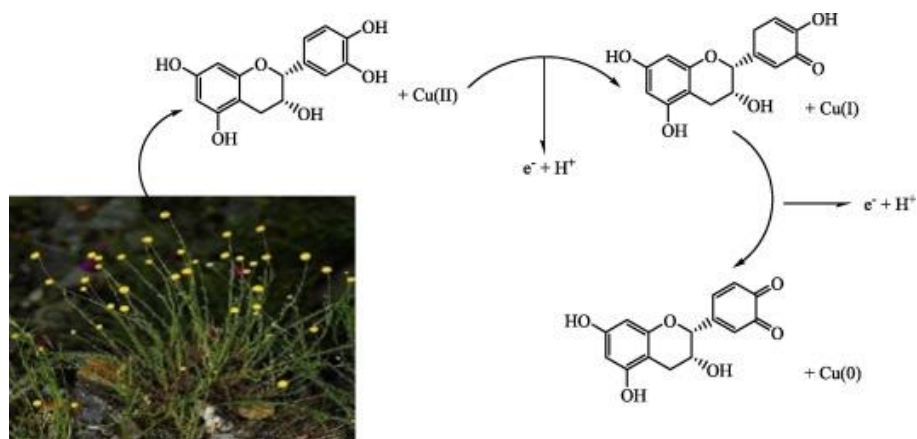


Figure. I.4: Mécanisme des NP de Cu synthétisés à l'aide de l'extrait aqueux de fleurs de xylopode Anthemis

I .7.5.Synthèse des NPs par extrait de Moringa :

I .7.5.1.Définition MORINGA OLEIFERA:

Moringa oleifera, C'est un arbre avec des branches droites d'une longueur allant jusqu'à 6 mètres. La floraison après pollinisation donne de longs fruits cornés que chaque fruit contient un certain nombre de graines d'affilée, La graine est grosse et ressemble à un peu aux pistaches. Son origine de l'Inde, pousse dans les régions tropicales et subtropicales du monde. Il est communément appelé «arbre de pilon» ou «arbre de raifort». Le Moringa peut résister à la fois à une sécheresse sévère et à de légères gelées et est donc élargi cultivé à travers le monde. Avec ses valeurs nutritives élevées, chaque partie de l'arbre convient à des fins nutritionnelles ou commerciales. Les feuilles sont riches en minéraux, vitamines et autres composés photochimiques essentiels. Moringa oleifera appartenant à la famille des Moringaceae est un remède efficace contre la malnutrition. Le Moringa est riche en nutrition en raison de la présence d'une variété de composés photochimiques essentiels présents dans ses feuilles, gousses et graines. En fait, le moringa fournit 7 fois plus de vitamine C que les oranges. 10 fois plus de vitamine A que les carottes, 17 fois plus de calcium que le lait, 9 fois plus de protéines que le yaourt, 15 fois plus de potassium que les bananes et 25 fois plus de fer. épinards. Le fait que le moringa soit facilement cultivable en fait un remède durable contre la malnutrition. Des pays comme le Sénégal et le Bénin traitent les enfants avec le moringa. [22]



Figure. I.5: image des feuilles de Moringa oleifer

I.7.5.2.Synthèse des NPs par extrait de Moringa oleifera:

L'extrait des feuilles de Moringa oleifera est préparé par la méthode suivante: de feuilles de Moringa oleifera bien séchée sous l'ombre pendant 72 heures a est broyée à l'aide du mixeur jus'à ' obtention d'une poudre fine. 28 gramme de cette poudre a est ajouté à 140ml de solution eau / éthanol (3/7, v / v), le tout est mélangé sous agitation magnétique pendant 24 heure. le résultat d'extraction est centrifugé puis 0,25 g de solution sulfate de cuivre $CuSO_4$. est préparé dans un volume de 1 litre d'eau distillée et après on a pris trois concentrations différentes diluées de cette solution mélangée (4ml d'extrait avec 280 ml de $CuSO_4$, 7ml d'extrait avec 350ml de $CuSO_4$ et 10ml d'extrait avec 300ml de $CuSO_4$) solutions résultantes est transférées dans des béchers puis chauffé dans une plaque chauffante à $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 1h puis un traitement de dilution: 1ml de chaque solution avec 4ml d'eau distillée, puis la lecture UV. puis un traitement thermique a été effectué à $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ dans un quatre pendant 24 heure.[22]

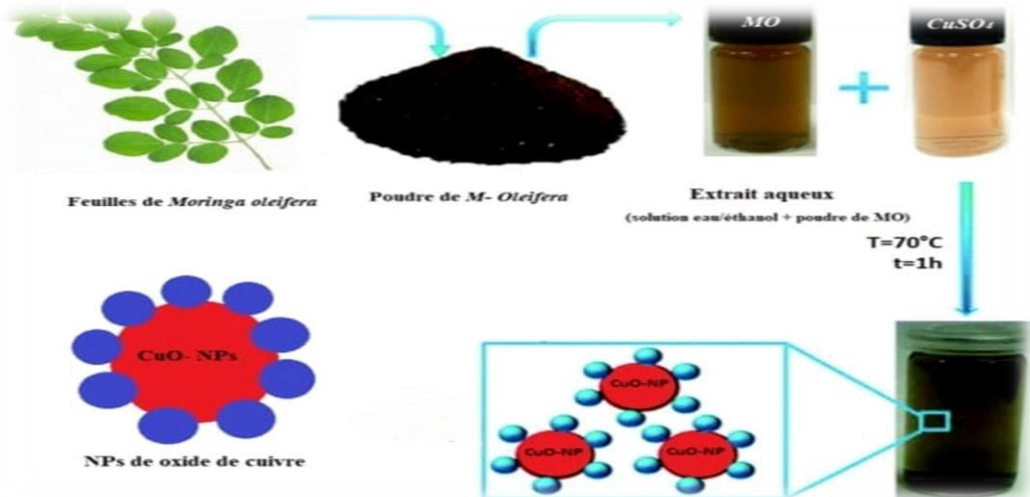


Figure. I.6: Mécanisme de formation des nanoparticules CuO par l'extrait des Feuilles de Moringa oleifera.

I.7.6.Synthèse des NPs par extrait de feuille de Capparis zeylanica:

I.7.6.1.Préparation de l'extrait de feuille de Capparis zeylanica:

Les feuilles fraîches de Capparis zeylanica ont été collectées à Mannargudi, Inde. Les feuilles ont été soigneusement lavées plusieurs fois avec de l'eau normale, puis avec de l'eau distillée pour éliminer les impuretés. Les feuilles nettoyées ont ensuite été séchées sous un parasol pour éliminer complètement l'humidité, réduites en poudre à l'aide d'un broyeur mécanique, puis stockées. Les 5 g de feuilles de plante en poudre ont été introduits dans un bêcher avec 100 ml d'eau distillée et laissés bouillir à 60 C° pendant 30 minutes à reflux, puis ils ont été refroidis à température ambiante. La solution préparée a été initialement filtrée à travers du papier filtre normal, de sorte que les matériaux feuillus en poudre seront filtrés. Le filtrat a de nouveau été filtré à travers du papier filtre Whatman N ° 1 pour obtenir une solution limpide. Le filtrat a été conservé à 4 C° pour de futurs travaux.



Figure. I.7: Capparis zeylanica

I.7.6.2.Synthèse de CU NPS:

25 ml de solution d'extrait de feuille ont été introduits goutte à goutte dans 100 ml de solution 1 mM (0,001 mM) de sulfate de cuivre sous agitation continue. Après l'addition complète d'extrait de feuille, le mélange a été maintenu pour incubation pendant 24 h. En un temps donné, la solution de couleur verte a été changée en jaune paille, ce qui indique la formation de nanoparticules de cuivre. Ensuite, la solution a été centrifugée pendant 15 min à 10 000 tr / min et dispersée dans de l'eau bidistillée pour éliminer tout matériel biologique indésirable [23].

I.7.7.Synthèse des NPs par d'extrait de graines de T. cacao L:

I.7.7.1.Préparation d'extrait de graines de T. cacao L:

5,0 g de graines de cacao séchées en poudre de T. cacao L. ont été ajoutés à 50 ml d'eau bidistillée dans un ballon de 100 ml et bien mélangés. La préparation de l'extrait a été effectuée en utilisant un agitateur chauffant magnétique à 70 C° pendant 30 minutes dans des conditions de reflux. L'extrait obtenu a été centrifugé à 6500 rpm puis filtré et le filtrat a été utilisé pour la synthèse verte de nanoparticules.



Figure. I.8: Image de graines de cacao naturelles de Theobroma cacao L.

I.7.7.2.Préparation de Pd / CuO NPs en utilisant l'extrait aqueux des graines de cacao:

Dans une synthèse typique de Pd / CuO NPs, 15 ml d'extrait aqueux de graines de cacao ont été ajoutés goutte à goutte à 40 ml d'une solution bien mélangée de PdCl₂ (0,2 mmolaire) / CuCl₂ · 2H₂O (1,0 mmolaire) sous agitation constante à 50 C° pendant 2 h. Après 7 min, la couleur de la solution est passée de l'obscurité en raison de l'excitation de la résonance

plasmonique de surface qui indique la formation de Pd / CuO NP. De plus, la stabilité des NP Pd / CuO a été contrôlée par spectroscopie UV-vis à des durées allant de 7 min à 30 jours. Ensuite, la solution colorée a été centrifugée à 7 000 tr / min pendant 30 minutes pour précipiter complètement les NP Pd / CuO. La précipitation obtenue a ensuite été lavée trois fois avec du chloroforme et de l'éthanol, respectivement.[24]

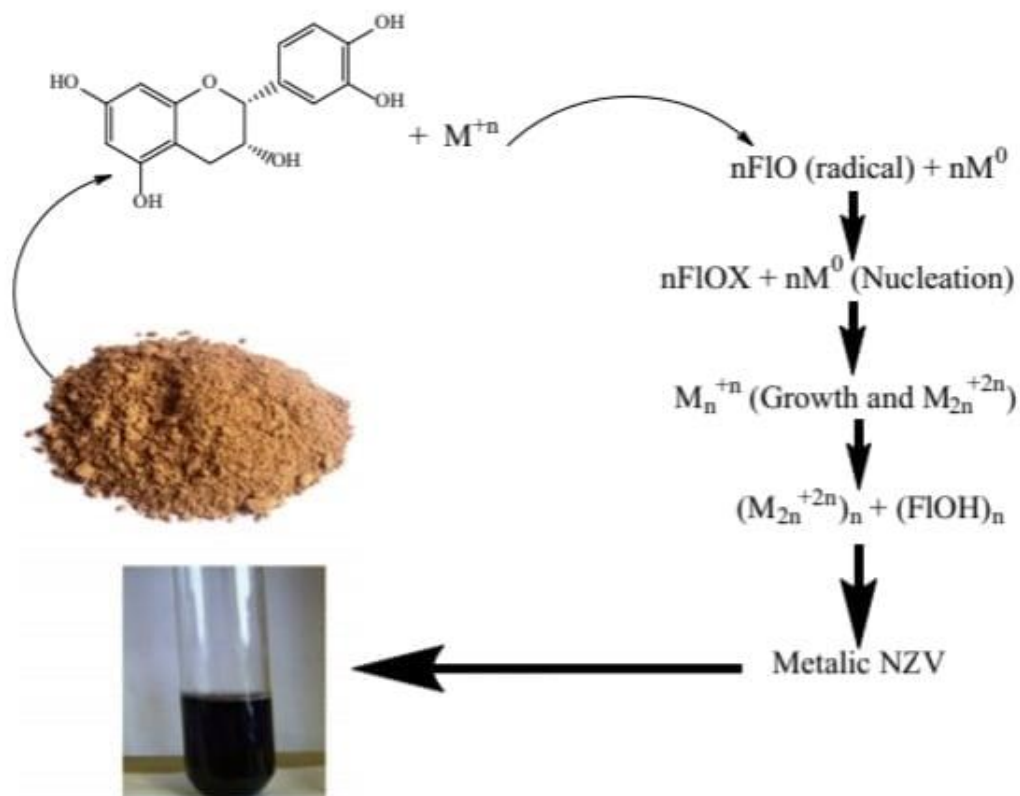


Figure. I.9: Synthèse verte de Pd / CuO NP à l'aide d'extrait de graines de cacao, où NZV est nano zéro valent et FIOH est fl avonoïde.

I.7.8.Synthèse des NPs par d'extrait aqueux de feuilles d'A. Lebeck:

I .7.8.1.Préparation d'extrait aqueux de feuilles d'A. Lebeck:

Des feuilles fraîches d'A. Lebeck ont été collectées sur le campus du Government College of Technology, Coimbatore. Les feuilles ont été nettoyées en surface avec de l'eau bidistillée, séchées à l'ombre pendant une semaine et réduites en poudre à l'aide d'un mixeur de cuisine. 5 g de poudre de feuilles ont été mélangés avec 50 ml d'eau bidistillée et maintenus dans un bain-marie à 60 °C pendant 10 minutes. L'extrait a été filtré en utilisant du papier filtre Whatman n ° 1 et stocké à 4 °C pour une utilisation ultérieure.



Figure. I.10: image de feuilles d'A. Lebeck

I.7.8.2.Synthèse verte des CONPs:

10 ml d'extrait aqueux de A. lebeck ont été mélangés avec 90 ml de solution de sulfate de cuivre (1 mM) dans un flacon Erlenmeyer incubé dans l'obscurité à 37 C° pour la synthèse des CONPs. Une configuration de contrôle a également été maintenue sans extrait de feuille d'A. Lebeck. La formation des CONPs a été confirmée par des changements de couleur du jaune pâle au brun[25].

I .7.9.Synthèse des NPs par d'extrait de *Tinospora cordifolia*:

I.7.9.1.Préparation de l'extrait:

La matière végétale grossièrement pulvérisée a été mélangée avec de l'eau (proportion 1:10) et extraite à 100 C° avec un dispositif de reflux pendant 5 h. L'extrait a été filtré et centrifugé pour éliminer tout matériau non dissous. Il a ensuite été concentré, séché à l'aide d'un roto-évaporateur et stocké dans des flacons hermétiques à 4 C°.

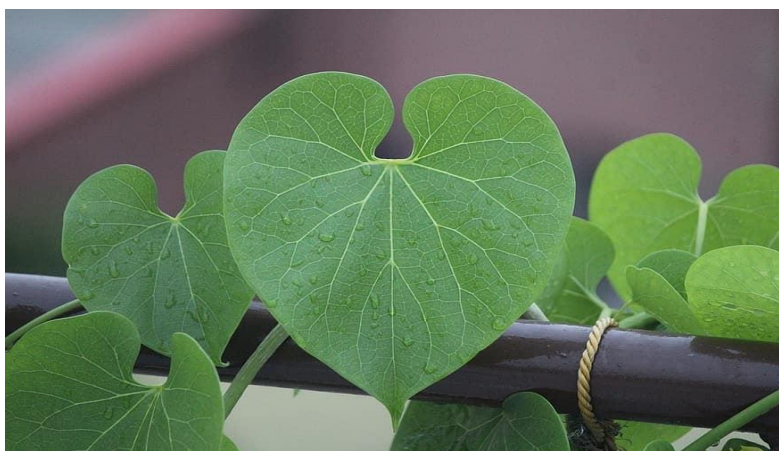


Figure. I.11: Feuilles de *Tinospora cordifolia*

I.7.9.2.Synthèse de nanoparticules:

Les CuO Nps ont été préparés par une voie de combustion verte respectueuse de l'environnement en utilisant l'extrait de feuille de plante de *T.cordifolia* comme combustible. Le nitrate de cuivre trihydraté a été obtenu auprès de Sigma-Aldrich (AR) et utilisé sans autre purification. Exactement 1,205 g de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ a été dissous avec 0,2 g d'extrait de feuille de *T. cordifolia* dans 10 ml d'eau distillée. Le mélange a été maintenu dans un four à moufle préchauffé à $400 \pm 10 \text{ C}^\circ$ et soumis à une combustion. La réaction a été achevée en 5 min. Un matériau fin de couleur noire a été obtenu. La synthèse de Nps a été répétée avec différentes concentrations de l'extrait de plante telles que 0,3, 0,4 et 0,5 g en maintenant la concentration en nitrate de cuivre constante à 1,205 g. Le produit obtenu a été stocké dans un récipient hermétique jusqu'à une utilisation ultérieure.[26]

I.7.10.Synthèse des nanoparticules Cu_2O par l'extrait d'Aloe vera(ALE):

I.7.10.1.Préparation de l'extrait:

Les feuilles d'Aloe vera sont collectées de jardin de l'université Constantine au mois d'Octobre. Les feuilles sont lavées soigneusement avec l'eau distillée, puis coupées en petits morceaux. Juste après, ces fines pièces sont bouillies dans l'eau distillée pendant 10 minutes, finalement, la solution est filtrée et stockée à moins de 5 C° pour être utilisée dans la biosynthèse de nanoparticules d'oxyde cuivreux Cu_2O . Différentes concentrations des extraits aqueux d'Aloe vera sont préparées à partir de 0,25 à 3,5 g/ ml .

I.7.10.2.Synthèse de Cu_2O :

Dans cette procédure biologique «bottom-up», les nanoparticules sont formées à partir des atomes et des molécules pour former les premières nanostructures. Les nanoparticules d'oxyde cuivreux (Cu_2O) sont synthétisées par une méthode de synthèse écologique .Figure. I.11. montre la synthèse des nanoparticules de Cu_2O . Pratiquement, nous avons préparé différentes solutions contenant plusieurs concentrations des extraits d'Aloe vera (0.25, 1.5, 2.5, 3.5 g / ml) et une quantité fixe de sulfate de cuivre (0,5 g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ + 100 ml d'extrait aqueux d'Aloe vera), ensuite, 40 ml de solution de NaOH 2M est ajouté goutte à goutte à la solution. Les mélanges réactionnels sont maintenus sous agitation magnétique vigoureuse à 130 C° , après 25 min, des précipités de briques rouges apparaissent, indiquant la formation de Cu_2O . Les précipités sont recueillis et lavés avec l'eau distillée et l'éthanol plusieurs fois, enfin, le résultat est séché à 90 C° pendant 7 h.[27]

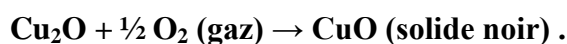


Figure. I.12:Image de vera Leaf

I.8.Les nanoparticules cuivre:

Les nanoparticules de cuivre sont par définition composées de cuivre de valence zéro mais il y a de fortes chances qu'il y ait rapidement une oxydation en Cu^+ et Cu^{+2} à leur surface .

A l'échelle nano, d'autres caractéristiques apparaissent. En effet, de la couleur orange-marron brillant à l'état massif, on passe à une couleur rouge vin lorsque l'on observe une solution colloïdale de nanoparticules de cuivre. A cette taille, il faut aussi noter l'existence d'une bande de résonance est fortement absorption. Cette bande de résonance, appelée bande plasmon, se situe dans le visible autour de 580 nm On observe aussi une sensibilité accrue à l'oxygène et à l'eau qui sont deux agents déstabilisants qui peuvent provoquer soit l'oxydation des nanoparticules et leur solubilisation en solution sous forme d'ions cuivriques, soit l'agrégation des particules et le retour au métal massif .[29]



I.9.Propriétés des nanoparticules de cuivre:

Les nanoparticules métalliques possèdent une fascinante sensibilité ultraviolette-visible, électrique, catalytique. propriétés thermiques et antibactériennes pour les raisons; effets quantiques et grand rapport surface-volume.

Un grand nombre d'atomes sont présents à la surface en raison de la plus petite taille des particules. Le rapport surface / volume des particules varie en fonction de la forme et de la taille des nanoparticules, y compris la sensibilité et la conductivité aux ultraviolets visibles. Les propriétés caractéristiques, notamment les niveaux d'énergie électronique, l'affinité électronique, les transitions électroniques, les propriétés magnétiques, la température de transition de phase, le point de fusion et l'affinité pour les polymères, les molécules biologiques et organiques, sont également modulées par le changement de surface. Les effets quantiques sont dus à une combinaison d'effets de taille quantique et de charge coulombienne qui confèrent la charge aux nanoparticules. Lorsque l'effet de charge de Coulomb est couplé à la taille quantique, on obtient une gamme de propriétés fascinantes qui ne sont pas observées pour le même matériau en vrac. Les effets quantiques sont importants dans les particules sphériques et dans les particules aux arêtes vives. En raison de ces effets et de leur nature dépendante de la taille, les nanoparticules sont utilisées dans la catalyse, la détection et l'imagerie.[30]

I.10.Applications des nanoparticules de cuivre:

Une menace majeure pour la santé humaine est la contamination de l'eau par des microbes, donc le nombre les procédures de désinfection ont augmenté parce que certains microbes sont résistants aux des agents antimicrobiens. Des nanoparticules de cuivre ont été utilisées comme désinfectant pour les eaux usées. Nanoparticules de cuivre stabilisées sur carbone, polymères, sépiolite et la mousse de polyuréthane offre une activité antibactérienne efficace. Les nanoparticules de cuivre fournissent une affinité pour les groupes tensioactifs de bactéries et ont été utilisés pour B.Subtilis. Les nanoparticules sont également largement utilisées comme catalyseurs en raison de la grande surface-volume rapport, surface constamment renouvelable et changements des valeurs potentielles des microélectrodes. Stable les nanoparticules de cuivre offrent des propriétés catalytiques appropriées. Le mécanisme de la catalyse par le cuivre Les nanoparticules. Les nanoparticules de cuivre stabilisées conviennent également

pour la teinture réduction due à la densité numérique des particules qui augmente généralement avec le précurseur concentration; la forme et l'organisation des particules, car les particules sphériques discrètes ont le plus activité du catalyseur par rapport aux nanoparticules hexagonales remplies de nid d'abeilles; la composition de les nanoparticules sous forme de cuivre pur ou d'oxydes; et la taille des nanoparticules, comme le plus la taille des particules est petite, plus l'activité catalytique est grande.

Une autre exigence pour garantir l'activité catalytique de l'optimum est l'augmentation du réactif interaction du catalyseur. Les nanoparticules d'oxyde de cuivre ont une activité inférieure à celle du cuivre pur nanoparticules, mais l'activité est également affectée par les conditions de préparation. L'activité supérieure de les petites nanoparticules peuvent être expliquées sur la base des électro potentiels; c'est-à-dire de petites nanoparticules ont des électro potentiels négatifs importants. Cuivre stabilisé aux polymères les nanoparticules sont des catalyseurs appropriés pour la réduction du nitrobenzène .

Les effets des nanoparticules de cuivre sur les matériaux fluorescents ont également été rapportés. Les nanoparticules de cuivre peuvent provoquer une extinction de fluorescence, une agrégation de colorant, une désagrégation de colorant et amélioration de la fluorescence. Cette propriété peut être utilisée pour la détection biologique et biolabeling . Les médicaments à base de cuivre sont largement utilisés pour déstabiliser les tumeurs et cellules cancéreuses. Les nanoparticules de cuivre peuvent servir d'agents de dépistage des hémoglobinopathies, telles que comme β -thalassémie, puisque les amas précipitent avec un mutant d'hémoglobine humaine. Haute l'activité antithrombique et les applications d'imagerie des nanoparticules de cuivre ont été explorées. Ces matériaux ont également été utilisés pour mener des applications.[30]

Reference Bibliographique

- [1] Saranyaadevi, K., et al. "Synthesis and characterization of copper nanoparticle using Capparis zeylanica leaf extract." *Int J Chem Tech Res* 6.10 (2014): 4533-4541.
- [2] Umer, Asim, et al. "Selection of a suitable method for the synthesis of copper nanoparticles." *Nano* 7.05 (2012): 1230005.
- [3] Metiaz, Hadj Mohammed, and Ahlem Boudiba. *SYNTHESE, CHARACTERISATION DES NANOPARTICULES D'ARGENT A BASE D'EXTRAIT DES FEUILLES DE PLANTES ET EVALUATION DE LEUR ACTIVITE ANTIOXYDANTE ET ANTIMICROBIENNE*. Diss. جامعة غرداية, 2020.
- [4] L. Wang, Thèse de doctorat, Université de Texas Arlington, 2006
- [5] F. Bayansal, S. Kahraman, G. Çankaya, H.A. Çetinkara, H.S. Güder, H.M. Çakmak,
- [6]] A. Ogwu, T. Darma, E. Bouquerel, J. Achiev. Mater. Manufact. Eng. 24 (2007) 172–179.
- [7] K. Borgohain, S. Mahamuni, J. Mater. Res. 17 (2002) 1220–1223.
- [8] M. Yang, J. He, X. Hu, C. Yan, Z. Cheng, Environ. Sci. Technol. 45 (2011) 6088-6182
- [9]] Jiasheng Xu, Dongfeng Xue, Acta. Materialia. 55 (2007) 2397-2406
- [10] B.K. Meyer, A. Polity, D. Reppin, M. Becker, P. Hering, P.J. Klar, T. Sander, C. Reindl, J. Benz, M. Eickhoff, C. Heiliger, M. Heinemann, J. Blaesing, A. Krost, S. Shokovets, C. Mueller, C. Ronning, Phys. Status. Solid. B. 249 (2012) 1487-1509.
- [11] Q. Zhang, K. Zhang, D. Xu, G. Yang, H. Huang, F. Nie, C. Liu and S. Yang, Prog. Mater. Sci. 60 (2013) 208-337
- [12] A. Mittiga, E. Salza, F. Sarto, M. Tucci, R. Vasanthi, Appl. Phys. Lett. 88 (2006) 163502-163504
- [13] W. Siripala, L.D.R.D. Perera, K.T.L. De Silva, J.K.D.S. Jayanetti, Sol. Energy Mater. Sol. Cells. 44 (1996) 251-260.
- [14] Y. Nakano, S. Saeki, Shu; T. Morikawa, Appl. Phys. Lett. 94 (2009) 022111-022114
- [15] J. Xue, Q. Shen, W. Liang, X. Liu, L. Bian, B. Xu, Surf. Coatings. Technol. 216 (2013) 166–171.
- [16] L. Zhang, L. McMillon, J. McNatt, Sol. Energy Mater. Sol. Cells. 108 (2013) 230–234
- [17] Y. Zhai, H. Fan, Q. Li, W. Yan, Appl. Surf. Sci. 258 (2012) 3232–3236.
- [18] Y.G. Zhang, L.L. Ma, J.L. Li, Y. Yu, Environ. Sci. Technol. 41 (2007) 6264-6269

- [19]Sutradhar, Prasanta, Mitali Saha, and Debasish Maiti. "Microwave synthesis of copper oxide nanoparticles using tea leaf and coffee powder extracts and its antibacterial activity." *Journal of Nanostructure in Chemistry* 4.1 (2014): 86
- [20]] Nasrollahzadeh, Mahmoud, S. Mohammad Sajadi, and Akbar Rostami-Vartooni. "Green synthesis of CuO nanoparticles by aqueous extract of *Anthemis nobilis* flowers and their catalytic activity for the A3 coupling reaction." *Journal of colloid and interface science* 459 (2015): 183-188.
- [21] Nasrollahzadeh, Mahmoud, S. Mohammad Sajadi, and Arezo Hatamifard. "Anthemis xylopoda flowers aqueous extract assisted in situ green synthesis of Cu nanoparticles supported on natural Natrolite zeolite for N-formylation of amines at room temperature under environmentally benign reaction conditions." *Journal of colloid and interface science* 460 (2015): 146-153.
- [22] قريشة , سلمان , ساسية. "la synthèse verte des nanoparticules métallique de cuivre CuO par l'extrait Moringa." (2018).
- [23] Saranyaadevi, K., et al. "Synthesis and characterization of copper nanoparticle using Capparis zeylanica leaf extract." *Int J Chem Tech Res* 6.10 (2014): 4533-4541.
- [24]Nasrollahzadeh, Mahmoud, et al. "Green synthesis of Pd/CuO nanoparticles by Theobroma cacao L. seeds extract and their catalytic performance for the reduction of 4-nitrophenol and phosphine-free Heck coupling reaction under aerobic conditions." *Journal of colloid and interface science* 448 (2015): 106-113.
- [25] Jayakumarai, G., et al. "Phytofabrication and characterization of monodisperse copper oxide nanoparticles using Albizia lebeck leaf extract." *Applied Nanoscience* 5.8 (2015): 1017-1021.
- [26] Nethravathi, P. C., et al. "Tinospora cordifolia mediated facile green synthesis of cupric oxide nanoparticles and their photocatalytic, antioxidant and antibacterial properties." *Materials Science in Semiconductor Processing* 33 (2015): 81-88.
- [27] Kerour, Ahlem, and Smail Boudjadar. *Synthèse écologique des nanoparticules des oxydes de cuivre et application photocatalytique*. Diss. 2018 جامعة الإخوة منتوري قسنطينة.
- [28] Shukla, Ashutosh Kumar, and Siavash Irvani. "Green synthesis and spectroscopic characterization of nanoparticles." *Nanoscience in Food and Agriculture 1*. Springer, Cham, 2016. 65-99.
- [29] Yacoubi, Kahina. *Synthèse des nanoparticules de cuivre par la méthode hydrothermale (Application: Dégradation de bleu de méthylène)*. Diss. UMMTO, 2018.
- [30] Din, Muhammad Imran, and Rida Rehan. "Synthesis, characterization, and applications of copper nanoparticles." *Analytical Letters* 50.1 (2017): 50-62.

Chapitre II:
Caractérisation des
nanoparticules de cuivre

II-1-Introduction:

La caractérisation des nanoparticules est une branche de la nanométrie qui traite de la caractérisation, ou mesure, des propriétés physiques et chimiques des nanoparticules. Les nanoparticules mesurent moins de 100 nanomètres dans au moins une de leurs dimensions externes et sont souvent conçues pour leurs propriétés uniques. Les nanoparticules sont différentes des produits chimiques conventionnels en ce que leur composition chimique et leur concentration ne sont pas des mesures suffisantes pour une description complète, car elles varient dans d'autres propriétés physiques telles que la taille, la forme, les propriétés de surface, la cristallinité et l'état de dispersion. Les nanoparticules sont caractérisées à diverses fins, y compris les études de nanotoxicologie et l'évaluation de l'exposition sur les lieux de travail pour évaluer leurs risques pour la santé et la sécurité, ainsi que pour le contrôle des processus de fabrication. Il existe une large gamme d'instruments pour mesurer ces propriétés, y compris des méthodes de microscopie et de spectroscopie ainsi que des compteurs de particules. Les normes de métrologie et les matériaux de référence pour les nanotechnologies, bien qu'encore une nouvelle discipline, sont disponibles auprès de nombreuses organisations.[1]

Dans cette étude, les nanoparticules de cuivre sont synthétisées à l'aide d'une large gamme d'extraits. . Le composé CUNPS était biosynthétique en utilisant une analyse UV-Vis, une analyse infrarouge à transformée de Fourier (FTIR). Analyse par diffraction des rayons X (DRX). Microscopie électronique à balayage (MEB). Analyse par rayons X à dispersion d'énergie (EDX) et analyse par microscopie électronique à transmission (MET).[2]

II-2- Caractérisation des nanoparticules:

Dans cette partie, nous présentons les différentes techniques utilisées lors de la thèse pour la caractérisation des nanoparticules d'argent, qui sont aussi bien des outils classiques de la chimie du solide (microscopie électronique à transmission) que des outils classiques de la chimie moléculaire (spectroscopies infrarouge et UV-visible).[3]

II-2-1- La diffraction de rayons X (DRX):

La diffraction de rayons X est une méthode utilisée pour identifier la nature et la structure des matériaux cristallisés, elle permet également de confirmer l'état amorphe

des matériaux non cristallins. Pour les matériaux présentant les caractéristiques de l'état cristallin, c'est-à-dire un arrangement ordonné et périodique des atomes qui les constituent, les atomes s'organisent en plans réticulaires qui sont désignés par les indices (h, k, l) appelés indices de Miller [4]

En éclairant un cristal avec un faisceau de rayons X, on obtient une figure de diffraction constituée de pics caractéristiques des plans réticulaires diffractant. La position de chaque pic, c'est à dire l'angle de diffraction θ , dépend de l'orientation et de la distance réticulaire de la famille de plans diffractant. Cet angle vérifie la relation de Bragg :

$$2 d_{h, k, l} \sin \theta = n\lambda \dots\dots\dots \text{II.1.}$$

d: Distance inter-réticulaire entre deux plans successifs.

λ : Longueur d'onde des rayons X .

θ : L'angle de diffraction.

n: L'ordre de la diffraction.

II-2-2- Microscopie électronique en transmission:

La microscopie électronique en transmission (MET) est un outil fondamental pour l'étude des matériaux à l'échelle nanométrique. Utilisée en mode conventionnel, cette technique permet en effet de déterminer la morphologie, la taille, la polydispersité et la cristallinité des nanoparticules synthétisées. La préparation des échantillons est, dans notre cas, relativement simple. Le support est une grille de cuivre d'environ 3 mm de diamètre, recouverte d'un film mince de carbone amorphe. Deux gouttes de solution de nanoparticules dispersées dans un solvant apolaire sont déposées sur cette grille, elle-même placée sur un papier absorbant. Le solvant et drainé, s'évapore et laisse les nan particules sur la membrane de carbone. même placée sur un papier absorbant . Le solvant et drainé , s'évapore et laisse les nano particules sur la membrane de carbone .

La détermination du diamètre moyen D d'une synthèse se fait par mesure moyenne du diamètre d'un minimum de 500 nanoparticules , avec le logiciel Image J , sur cinq images de MET (X 80 000) prises sur différentes zones de l'échantillon . La déviation standard est calculée automatiquement par le logiciel . La polydispersité (ou distribution de taille) est

obtenue selon le rapport suivant : $(O / D) * 100$. Les images de MET conventionnel ont été obtenus sur un microscope JEOL 1011 à 100 kV .

Les images en champ sombre conique ont été réalisées par Sandra Casale , ingénieure d'étude , sur un microscope JEOL JEM 2011 à 200 kV . Le détail des appareillages et de leur fonctionnement est donné en Annexe 2 .[3]

II.2.3. Spectrophotométrie UV-Vis:

II.2.3.1. Principe:

La Spectrophotométrie UV-Visible est une technique de caractérisation optique non destructive. Elle nous permet d'étudier les propriétés optiques de l'échantillon à analyser comme la transmission, l'absorption de la lumière et l'estimation du gap optique. La spectrophotométrie ultraviolet-visible s'applique à des groupements d'atomes qui absorbent le rayonnement électromagnétique dans le domaine ultra-violet (200 nm – 400 nm) et dans le visible (400 nm – 800 nm).

Les molécules, les ions ou les complexes sont susceptibles de subir une ou plusieurs transitions électroniques d'un niveau de basse énergie à un niveau de plus haute énergie. Chacune des transitions (ou saut d'énergie), nécessite l'absorption d'un quantum d'énergie et si cette énergie provient d'une radiation électromagnétique, il y aura une relation directe entre la longueur d'onde et la transition particulière qu'elle génère. Le spectre d'absorption permet à la fois l'identification (analyse qualitative), et l'estimation (analyse quantitative) d'un composé. Dans le cas des échantillons solides (poudre) on doit faire appel à la mesure de la réflectance diffuse, les particules solides ne sont pas mises en suspension dans un liquide, mais utilisée directement sous forme de poudre placée dans un porte-échantillon. Le spectrophotomètre est alors équipé d'une sphère intégrante, permettant de tenir compte des signaux réfléchis et diffusés. Les valeurs de la réflectance peuvent être reliées à l'absorbance du solide par la méthode de Kubelka-Munk avec l'expression:

II.2.3.2. Conditions expérimentales:

Le spectrophotomètre utilisé dans cette étude est du type Jasco V-670 en mode transmission et absorption équipé d'une sphère d'intégration type ILN-725 pour les mesures de la réflectance en utilisant BaSO₄ comme référence.[5]

II.2.4. Spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier FT-IR :

II.2.4.1. Principe:

La spectroscopie d'absorption infrarouge (FTIR pour Fourier Transformed Infrared Spectroscopy) est une technique non destructive qui permet d'obtenir des informations sur les liaisons présentes au sein d'un matériau et de les quantifier [22]. Cette technique est basée sur l'interaction d'un rayonnement électromagnétique IR avec le matériau étudié à différentes fréquences [23].

Chaque bande d'absorption du spectre infrarouge correspond à une vibration caractéristique d'un dipôle, ce qui rend la FTIR très sensible à la composition chimique des matériaux analysés. La fréquence à laquelle apparaît une bande d'absorption caractéristique de la vibration d'un dipôle est fonction de la masse des atomes en jeu, mais aussi de la nature de la vibration .

II.2.4.2. Conditions expérimentales:

Les spectres infra rouge enregistrés sont effectués à l'aide d'un spectromètre IR à transformée de Fourier de type JASCO 7800 en mode de réflexion totale atténuée (ATR en anglais). Les échantillons ont été analysés dans la gamme de fréquence 400 - 4000 cm^{-1} avec une source irradiant dans le moyen IR.[5]

II.2.5.Le Microscope électronique à Balayage MEB :

La microscopie électronique à balayage est une méthode qui permet l'observation d'un échantillon à des grossissements qu'on ne peut pas atteindre en microscopie de lumière visible (de 35 à 100 000), avec une profondeur de champ importante ce qui permet l'observation d'échantillons rugueux. Par ailleurs les différents détecteurs d'électrons présents dans le microscope permettent de choisir entre plusieurs signaux détaillés ci-dessous. La microscopie électronique à balayage repose sur l'irradiation de l'échantillon par un faisceau d'électrons focalisé d'énergie de quelques keV (5 à 20 keV) et la détection d'électrons ré-émis par l'échantillon. Le faisceau d'électrons étant très facilement arrêté, l'analyse doit être menée dans une chambre sous vide avec tous les inconvénients que cela peut comporter : limitation de la taille d'échantillon, problèmes de charge avec les échantillons isolants...etc. Dans un microscope électronique à balayage le faisceau est focalisé de manière à obtenir une sonde de 1 μm à 0,1 μm de diamètre. Cette sonde balaye une surface carrée sur l'échantillon,

le grandissement est donné par le rapport de la taille de l'image fournie par le microscope sur la taille de l'aire balayée. La résolution est déterminée par la taille de la sonde et par la taille du volume d'interaction qui dépend du signal utilisé. Enfin l'échantillon irradié émet également des photons (sur un domaine qui s'étend du visible aux rayons X) qui proviennent des réarrangements du cortège électronique des atomes après une ionisation. L'analyse en énergie des photons X dont l'énergie, comme nous l'avons vu lors de la description de la méthode PIXE, est caractéristique de l'atome émetteur et permet d'effectuer une analyse élémentaire locale. De toutes les observations effectuées dans un MEB c'est l'analyse élémentaire qui offre la moins bonne résolution à cause du parcours important des rayons X dans la matière, l'information obtenue provient en effet d'un volume autour du point d'impact de taille caractéristique $1 \mu\text{m}^3$ pour un métal de masse moyenne comme le cuivre [6].

II.3.Caractérisation verte de nanoparticules de cuivre à partir d'un groupe d'extraits végétaux:

II.3.1.Caractérisation des nanoparticules Cu_2O par l'extrait de feuille figuier de barbarie:

II.3.1.1.Analyse morphologique par la microscopie à balayage MEB:

L'étude de la morphologie des échantillons synthétisés a été réalisée à l'aide d'un microscope électronique à balayage de type TESCAN VEGA TS 5130 MM, La figure II.1. correspond à la micrographie MEB de l'échantillon synthétisé avec une concentration de 15% de l'extrait de plante. En première vue, nous avons constaté que la formation de ce qui semble être une forme pseudo-sphérique épaisse agglomérée. En effet, la formation des particules sous forme des sphères est due à la croissance isotrope des cristallites, par l'ajout de l'extrait, les nanoparticules de $\text{Cu}_2\text{O}/\text{CuO}$ continue à germer et se développer en nanoparticules de $\text{Cu}_2\text{O}/\text{CuO}$, cependant, à la suite ces nanoparticules ont une énergie de surface supérieure, le système réactionnel n'est pas initialement en équilibre thermodynamique et toute énergie de ce système serait augmentée à cause de l'existence de nombreuses interfaces entre les deux phases (particules et solution). Ceci nous suggérons que ces nanoparticules de $\text{Cu}_2\text{O}/\text{CuO}$ formées plus tard seront fixées à la surface des sphères de $\text{Cu}_2\text{O}/\text{CuO}$ se sont formées pour diminuer l'énergie globale du système. Enfin, $\text{Cu}_2\text{O}/\text{CuO}$ sphérique épaisse est formée. La formation de cette structure donne une haute surface spécifique, ce qui nous permet

l'utilisation aux énormes applications, en particulier l'activité photocatalytique des nanoparticules .

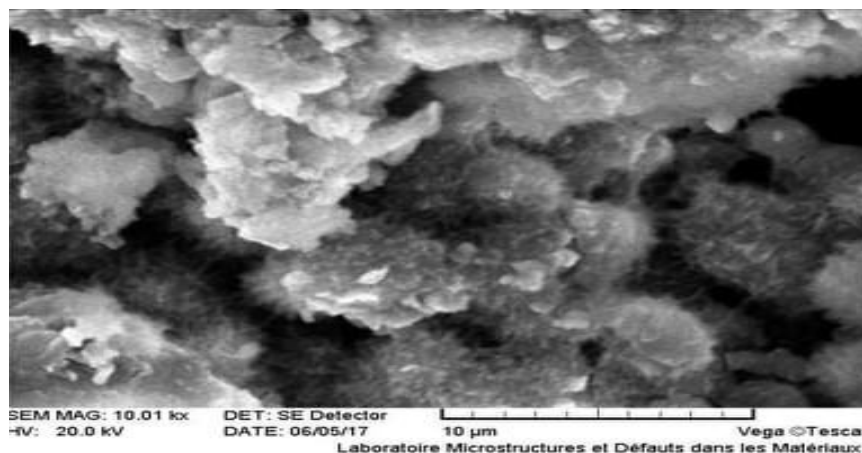


Figure. II.1: Micrographie MEB de l'échantillon synthétisé avec une concentration de 15% d'extrait de plante.

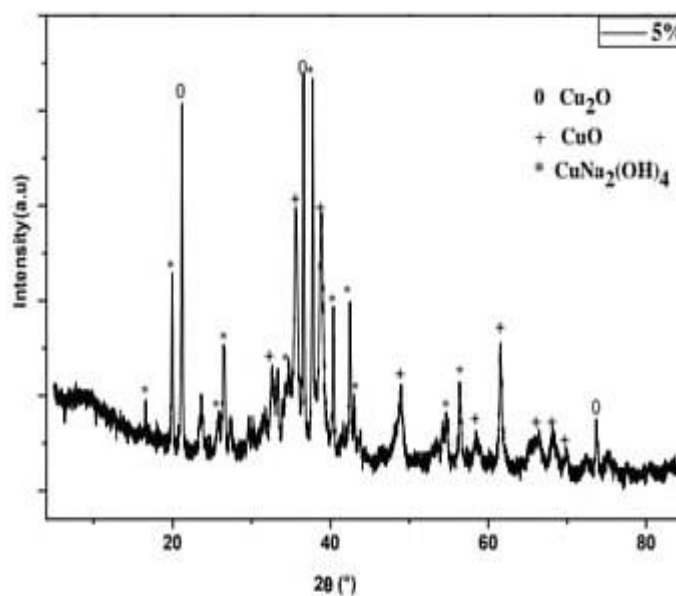
II.3.1.2. Analyse structurale par DRX :

Pour étudier l'évolution de la structure cristalline des poudres synthétisées en fonction de la concentration de l'extrait de plante (d'*Opuntia Ficus Indica*), nous avons utilisé un diffractomètre de type Phillips X'Pert fonctionnant avec une tension de 40 kV et une intensité de 20 mA. Une longueur d'onde $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=1.5406\text{\AA}$) est utilisée. La figure II. 2. montre les diagrammes de diffraction des rayons X des échantillons obtenus avec différentes concentrations. En effet, on observe la présence de deux phases (bi-phase) stables, pour les concentrations de l'extrait de plante égales à 5%,10%,15% on constate la présence de cinq pics correspond aux angles: $36.51, 42.42, 61.55, 73.73^\circ$ associées aux plans cristallins (111) (200) (220) (311) respectivement indiquant la structure cubique de Cu_2O . On remarque aussi la présence de huit pics, nous citons les plus intenses localisés à 2θ égale à 35.381° et 38.645° attribués au plans (002) et (111) respectivement de la structure monoclinique de CuO . De même, on remarque la présence de deux autres phases métastables. les pics localisés à $2\theta=19.92, 26.42, 37.76$ et 42.46° associés aux plans (002), (020), (220) et (200) correspond à la phase $\text{CuNa}_2(\text{OH})_4$.alors que les pics situés à $2\theta=23.61, 31.68$ et 34.24° correspond plans cristallins (110), (002) et (021) indiquant la phase $\text{Cu}(\text{OH})_2$. Pour calculer les tailles des nanoparticules dans chaque échantillon pour chaque phase (Tableau II. 1) Nous avons utilisé l'équation Scherrer décrite dans les paragraphes précédents :

Phase		Concentration	5%	10%	15%
Cu₂O	Concentration	5%	10%	15%	
	hkl (2θ=36.51°)	111	111	111	
	D (nm)	42	37	29	
CuO	Concentration	5%	10%	15%	
	hkl (2θ=38.64°)	-111	111	111	
	D (nm)	19	18	19	
Cu (OH) 2	Concentration	5%	10%	15%	
	hkl(2θ=23.61°)	/	110	110	
	D (nm)	/	17	13	

Tableau II. 1: Tailles des grains des phases dans les poudres élaborées.

Dans la phase Cu₂O, la taille des cristallites généralement diminuée avec l'augmentation de la concentration de l'extrait, tandis que la taille des cristallites des autres phases pratiquement reste inchangeable. Les diagrammes de diffraction des rayons X identifient la formation des deux types d'oxyde de cuivre – cuprite (oxyde cuivreux) Cu₂O et ténorite (oxyde cuprique) CuO de tailles nanométriques .



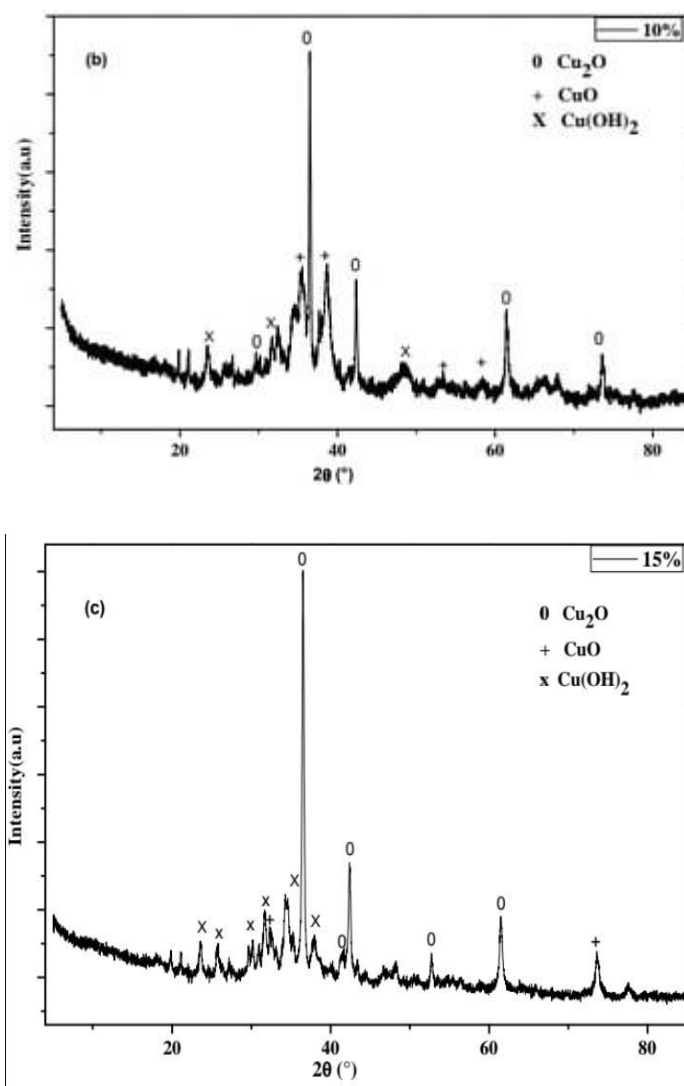


Figure II. 2: Diagrammes de diffraction des rayons X des échantillons préparés avec différentes concentrations d'extrait de plante (a) 5%, (b) 10%, (c) 15%.

II.3.1.3. Analyse par la spectroscopie infra rouge :

Nous avons utilisé la spectroscopie infrarouge pour mettre en évidence les différentes liaisons existantes entre les différents éléments constituant notre matériau. La figure II. 3. montre les spectres infrarouges FT-IR des échantillons élaborés avec différentes concentrations de l'extrait de plante (d'*Opuntia Ficus Indica*). A partir de ces spectres, on constate la présence de deux faibles bandes à 619 cm^{-1} correspond à la vibration d'élongation du cuivre (I)–O (oxyde cuivreux) et à 532 cm^{-1} attribué à liaison Cu-O (d'oxyde cuivrique) de la phase cristalline CuO. Alors que la bande située à 878 cm^{-1} est attribuée à l'élongation de la liaison C–O, les bandes localisées à 1051 cm^{-1} et à 1328 cm^{-1} dues à la formation des liaisons C–N,- CH_3 respectivement. on remarque aussi la présence d'une bande à 1422 cm^{-1} qui est associée

à la liaison C–O, tandis que les deux bandes situées à 1596 et à 2915 cm^{-1} sont due à la formation de la liaison la C=O et C-H respectivement. [5]

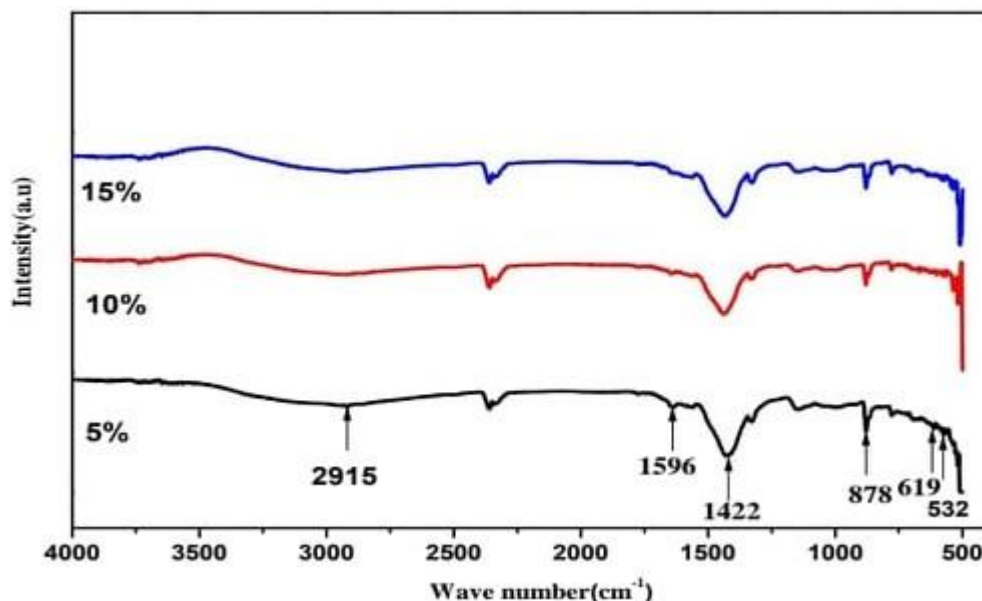


Figure II. 3: Spectres FT-IR de la poudre synthétisée avec différentes concentrations de l'extrait de plante.

II.3.2. Caractérisation de nanoparticules de CuO à l'aide d'extrait de feuille de thé:

La formation de nanoparticules de CuO à partir d'extrait de feuille de thé a été initialement surveillée par changement de couleur. Le MEB l'image indiquait clairement la formation de cuivre sphérique nanoparticules d'oxyde d'une taille de 50 à 100 nm (Figure II. 4). Le spectre UV-visible de CuO a montré le pic d'absorption à 271 nm (Figure II.5) qui correspondait au valeur des nanoparticules d'oxyde de cuivre. La figure II.6 montre le Pics de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) de nanoparticules de CuO à 756, 1070, 1380, 1600 et 3420 cm^{-1} . Le pic à 1 070 cm^{-1} indiquait la présence de la fréquence d'étirement C – O, tandis que le géminale groupe méthyle a montré sa présence à 1380 cm^{-1} . Le sommet à 1600 cm^{-1} représentait le groupe cétone n'ayant pas réagi suggérant la présence de flavonones adsorbées sur le surface des nanoparticules de CuO. Cela suggère que les fractions organiques hydrosolubles du thé étaient responsables de la synthèse de CuO. Le spectre FTIR a également montré une large bande d'absorption à 3420 cm^{-1} principalement pour les groupes – OH présente à la surface des nanostructures de CuO.[7]

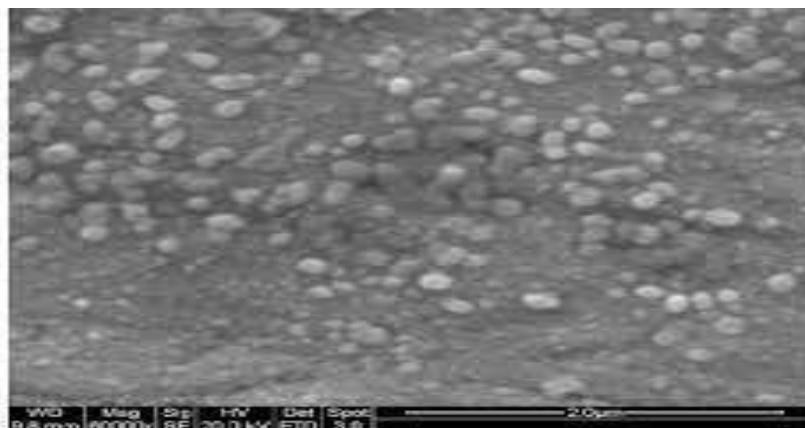


Figure II.4: Image MEB de CuO utilisant un extrait de feuille de thé.

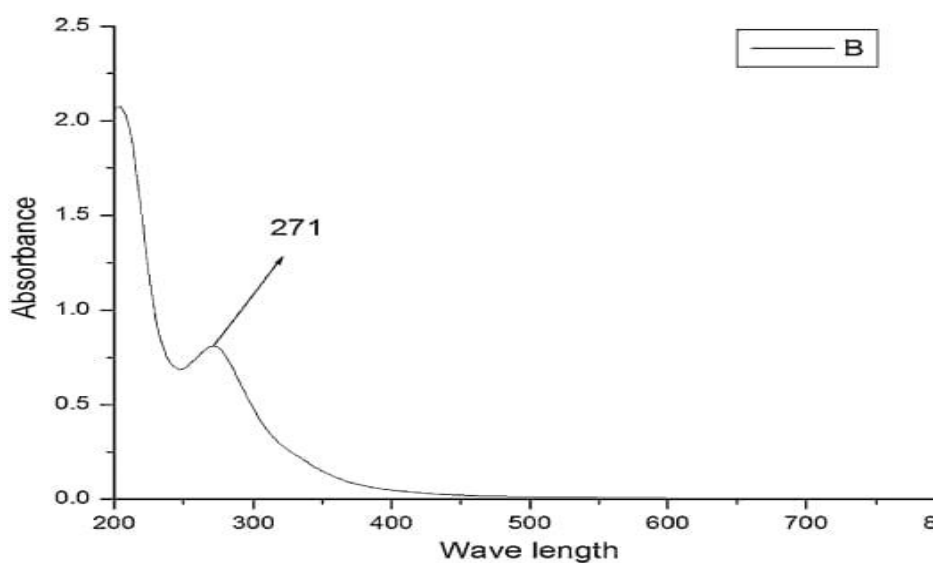


Figure II. 5: Spectres UV-Vis de CuO à l'aide d'extrait de feuille de thé.

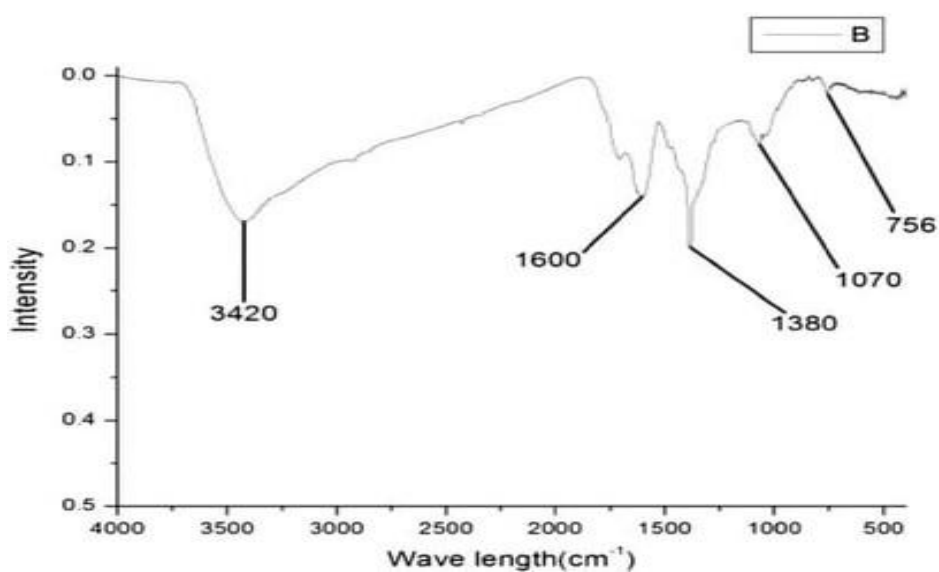


Figure II. 6: Spectres IR de CuO utilisant un extrait de feuille de thé.

II.3.3. Caractérisation verte de nanoparticules de CuO par extrait aqueux de fleurs d'*Anthemis nobilis*:

Le spectre UV de l'extrait de fleurs de la plante (Figure II.8) montre des signaux spécifiés de phénoliques à l'intérieur des plantes comme les bandes à λ_{\max} 360 nm (bande I) en raison de la transition localisée dans l'anneau du système cinnamoyle; tandis que la bande autour de 235nm (bande II) est pour l'absorbance du cycle liée aux transitions $\pi \rightarrow \pi^*$ du système benzoyle. Par conséquent, ces bandes d'absorbance ainsi que l'analyse HPLC de l'extrait confirment l'application de l'extrait pour la biosynthèse des nanoparticules. La progression de la réaction, la formation et la stabilité des CuO NPs ont été contrôlées par spectroscopie UV-vis. La Figure II.9 montre les spectres UV-vis de la formation de CuO NP. La réaction a été achevée au bout de 3 min. Le spectre obtenu a montré l'absorbance maximale à 250 nm à différentes plages de temps indiquant l'absorption plasmonique de surface de particules nanométriques d'oxyde cuivrique et la formation de nanoparticules. Telles que contrôlées par UV-vis, les nanoparticules synthétisées par cette méthode sont assez stables sans variance significative dans la forme, la position et la symétrie du pic d'absorption même après 30 jours, ce qui démontre la stabilité du nano produit. Outre les rapports sur les fleurs d'A. Nobilis pour la détection des phytoconstituants à l'intérieur de l'extrait de plante, pour plus de commodité, l'analyse FT-IR a été réalisée pour mettre en évidence les composés phytochimiques responsables lors de la synthèse verte des NP CuO. Le spectre FT-IR de l'extrait brut, (Figure II.10A) a représenté des pics à 3460 cm^{-1} , 2975 cm^{-1} , 1705 cm^{-1} et 1430 cm^{-1} qui représentent OH libre dans la molécule et le groupe OH formant des liaisons hydrogène, des hydrocarbures saturés ($C_{sp^3}-H$), le groupe carbonyle ($C=O$) et l'étirement du cycle aromatique $C=C$, respectivement. En raison de la présence de ces groupes fonctionnels à l'intérieur de la structure des polyphénols antioxydants, le spectre peut démontrer la présence de composés phénoliques dans l'extrait de plante et soutenir les résultats des littératures associées. En outre, le spectre FT-IR des CuO NPs est montré sur la figure II.10 B. Les bandes apparues sont des modes vibrationnels du réseau indiquant les groupes fonctionnels de biomolécules adsorbées sur des nanoparticules. La large bande dans 3462 cm^{-1} est la liaison d'étirement -OH du groupe fonctionnel hydroxyle. La bande d'environ 1415 cm^{-1} est généralement attribuée à la vibration de flexion des groupes sp^2 -carbone pour le groupe fonctionnel aromatique et 1675 cm^{-1} pour le groupe fonctionnel carbonyle. La Figure II.11 montre les spectres DRX des nanoparticules synthétisées qui confirment la nature cristalline des CuO NP. Le motif DRX indique que les nanoparticules avaient une structure cubique centrée sur la face (fcc). Les Ag NPs avaient un profil de diffraction similaire et les pics DRX pouvaient être attribués aux

(110), (111), (200), (202), (020), (202), (113), (311), (220) et (400) plans cristallographiques des cristaux de CuO cubiques à faces centrées (fcc).

Nous avons utilisé la spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (DES) pour déterminer la composition chimique des NP CuO. Dans le spectre(DES) du catalyseur (Figure II.12), des pics liés à O et Cu ont été observés.

La forme et la taille des CuO NP ont été déterminées par microscopie électronique à balayage (Figure II.13).[8]

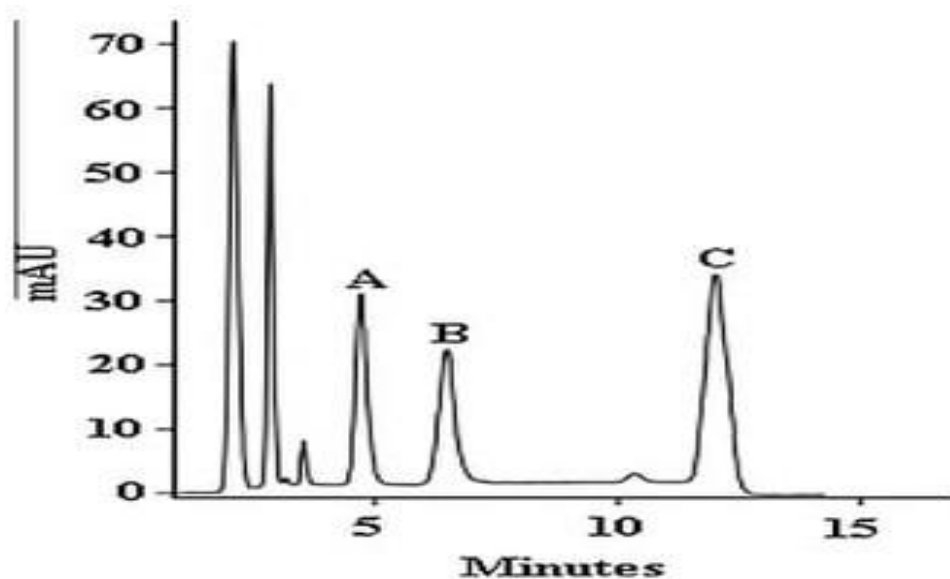


Figure II.7: Chromatogramme HPLC typique des fleurs d'*Anthemis nobilis*.

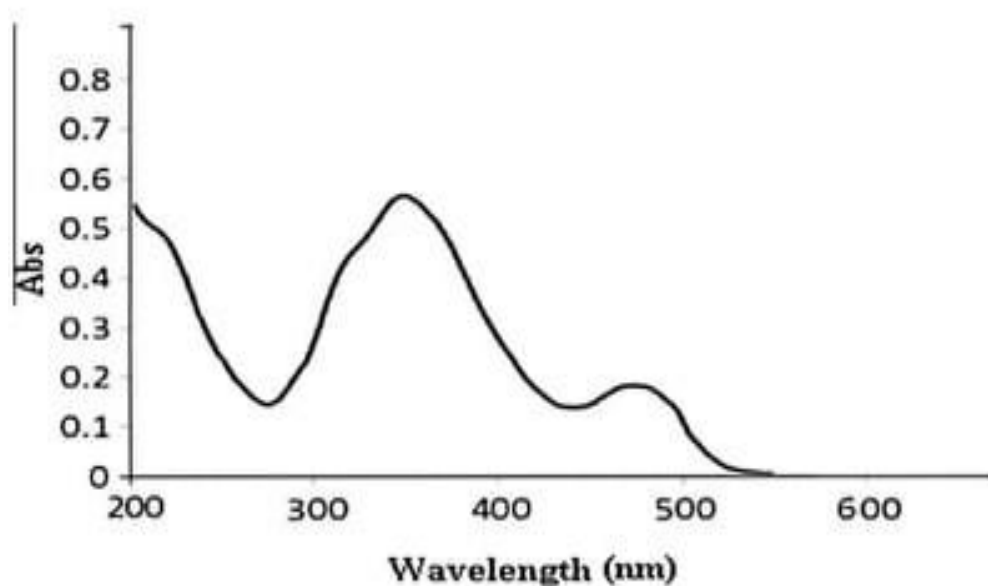


Figure II.8: Spectre UV-vis d'extrait aqueux de fleurs d'*Anthemis nobilis*.

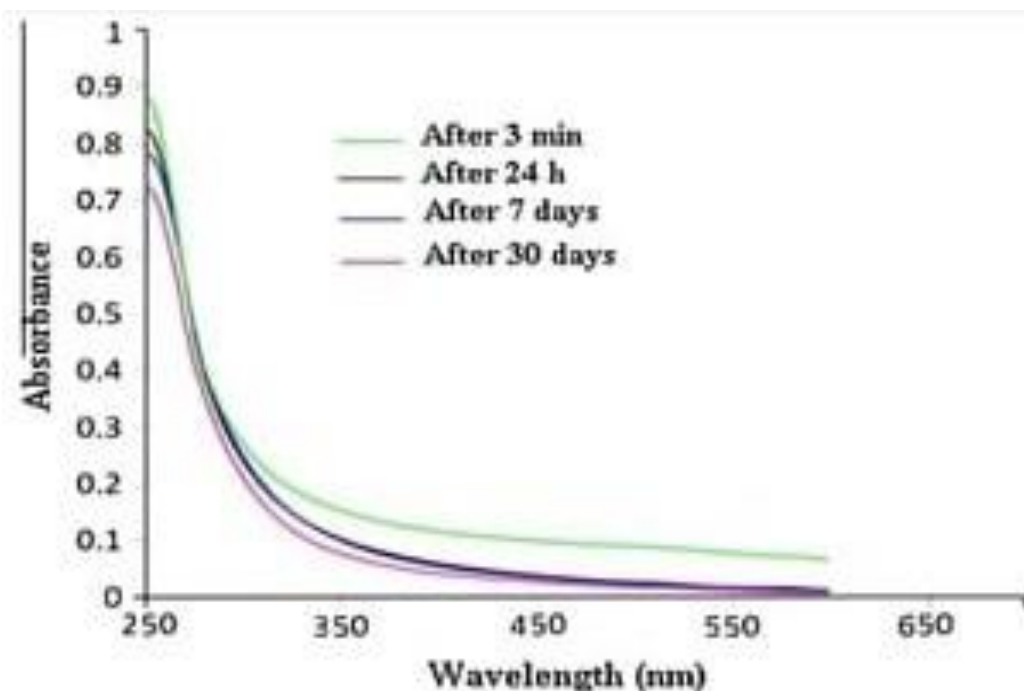


Figure II.9: Spectre UV-vis de NP CuO biosynthétisées utilisant un extrait aqueux de fleurs d'*Anthemis nobilis* entre 3 min et 30 jours.

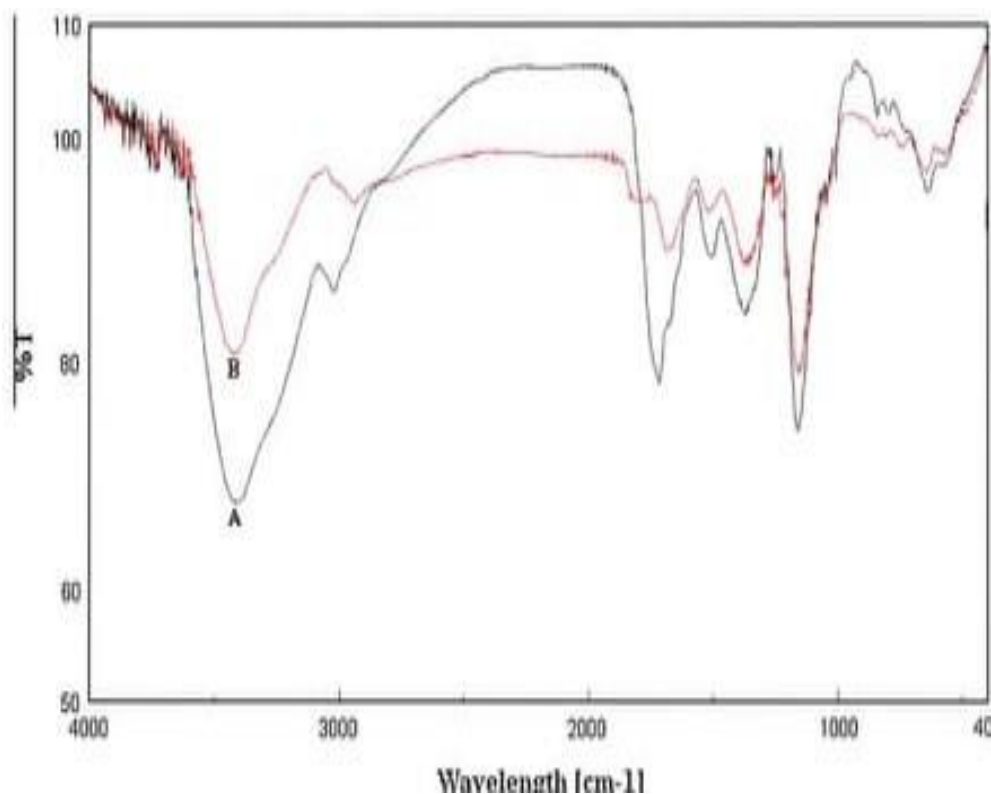


Figure II.10: Spectres FT-IR d'extrait aqueux de fleurs *Anthemis nobilis* (A) et de CuO NPs synthétisées en vert (B).

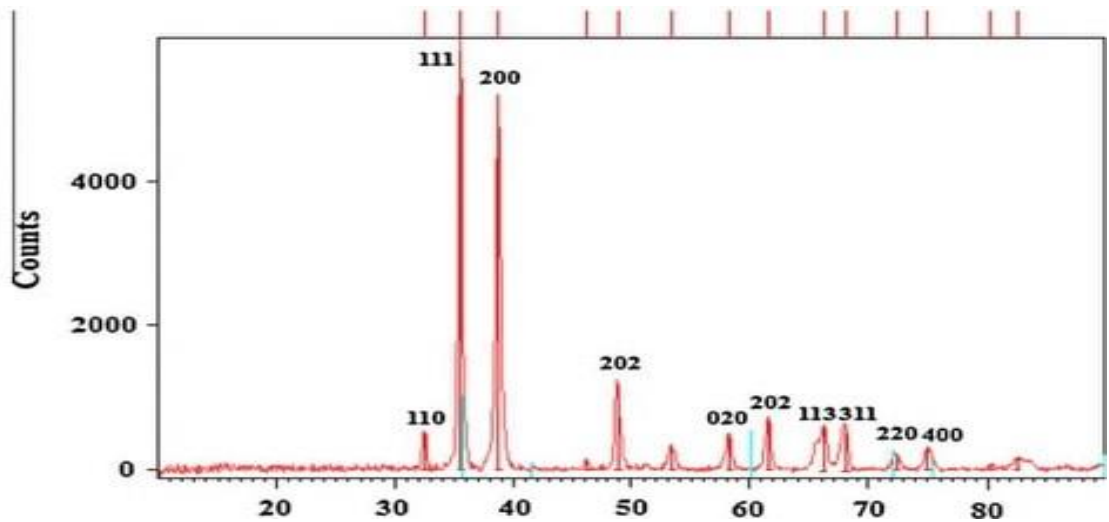


Figure II.11: Diffraction des rayons X des NP de CuO synthétisées vertes à partir d'extrait aqueux de fleurs d'*Anthemis nobilis*.

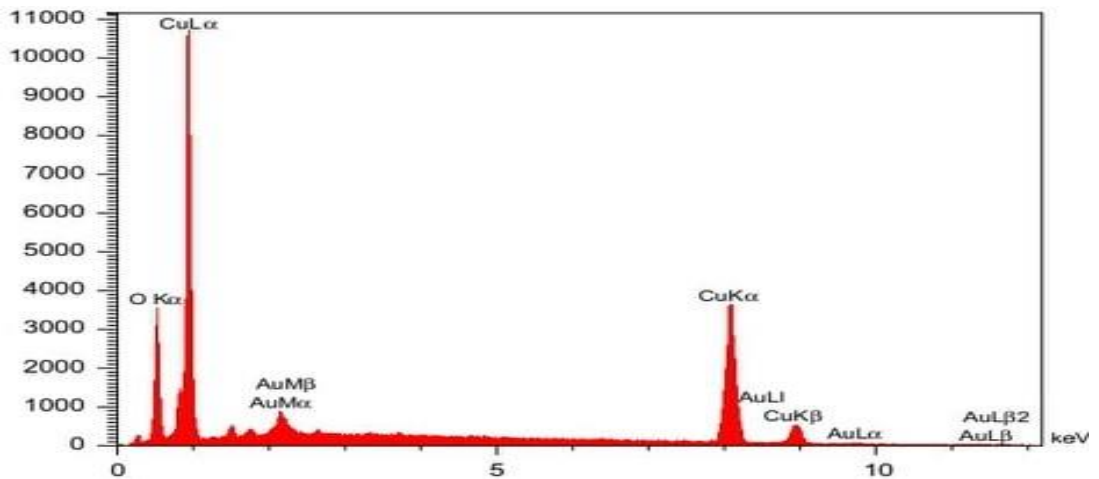


Figure II.12: Spectre DES des NP CuO synthétisées vertes.

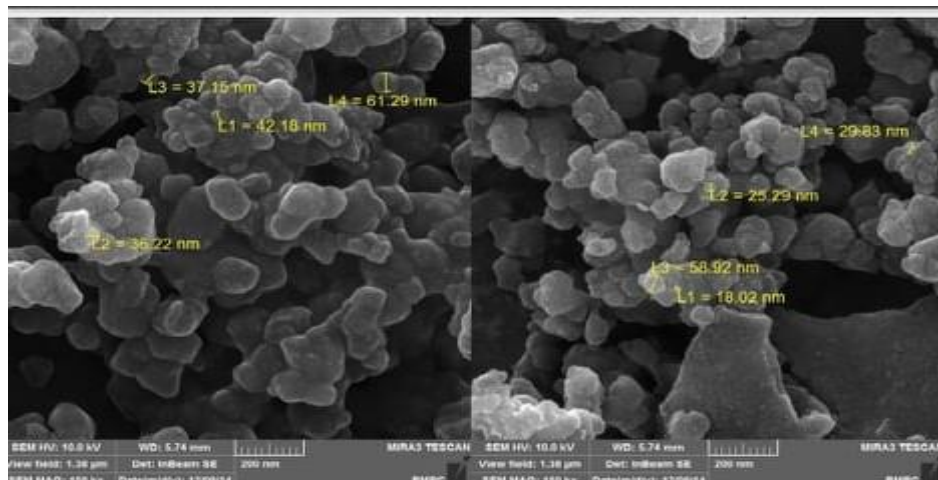


Figure II.13: Micrographie MEB de NP de CuO synthétisées vertes à partir d'extrait aqueux de fleurs d'*Anthemis nobilis*.

II.3.4. Caractérisation verte de nanoparticules de CuO par extrait de fleurs de *A. xylopo*:

Récemment, notre laboratoire a décrit la préparation d'Au NPs à l'aide d'extrait de fleurs d'*A. Xylopo*. L'extrait aqueux de fleurs de *A. xylopo* a été caractérisé par analyse UV-vis et FT-IR. Les études précédentes sur un extrait de fleurs de xylopo ont révélé la présence de puissants glycosides flavonoïdes antioxydants tels que le glucoside de lutéoline, le glucoside d'apigénine et le glucoside de quercétine. Par conséquent, ces puissants antioxydants contenus dans l'extrait de plante démontrent qu'il peut être une puissante source verte pour la production de nanoparticules.

La progression de la réaction entre les ions métalliques et l'extrait aqueux de fleurs d'*A. Xylopo* pour produire les NP de Cu a été surveillée en enregistrant les spectres d'absorption en fonction du temps, ce qui démontre la formation de NP de Cu après 5 min indiquent le pic de résonance de surface typique de Cu NPs autour de 570 nm (Figure II.14). De plus, la stabilité des NP de Cu a été surveillée par spectroscopie UV-vis à des moments allant de 5 min à 20 jours, ce qui montre que les NP de Cu synthétisées par cette méthode sont assez stables sans variance significative dans la forme, la position et la symétrie du pic d'absorption même après 20 jours.

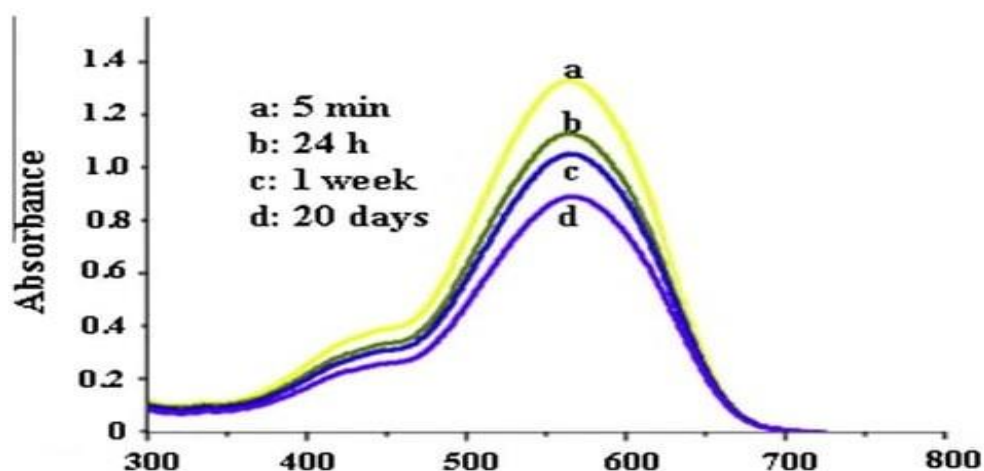


Figure II. 14: Spectre UV-vis des NP de Cu synthétisées à l'aide d'extrait aqueux de fleurs de xylopo *Anthemis* entre 5 min et 20 jours.

Les images FE-MEB de la zéolite Natrolite / Cu NPs sont montrées dans (Figure II.15). Il est important de mentionner ici que les NP de Cu sont observées, ce qui indique que la préparation de la zéolite Natrolite / Cu NPS n'a pas eu lieu. L'analyse par spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (DES) (Figure II.16) montre clairement la présence de Cu dans l'échantillon et que l'échantillon est principalement constitué de Si, Al, Ca, Na, Fe, Cu et oxygène. Ceci est cohérent avec le spectre (DES) de la zéolite Natrolite et de la zéolite Natrolite / Cu NPs comme indiqué dans nos travaux précédents. La figure II.17 montre une

image au microscope électronique à transmission (MET) des NP zéolite / Cu Natrolite. On peut voir que les NP de Cu sont supportés sur la surface de la zéolite. [9]

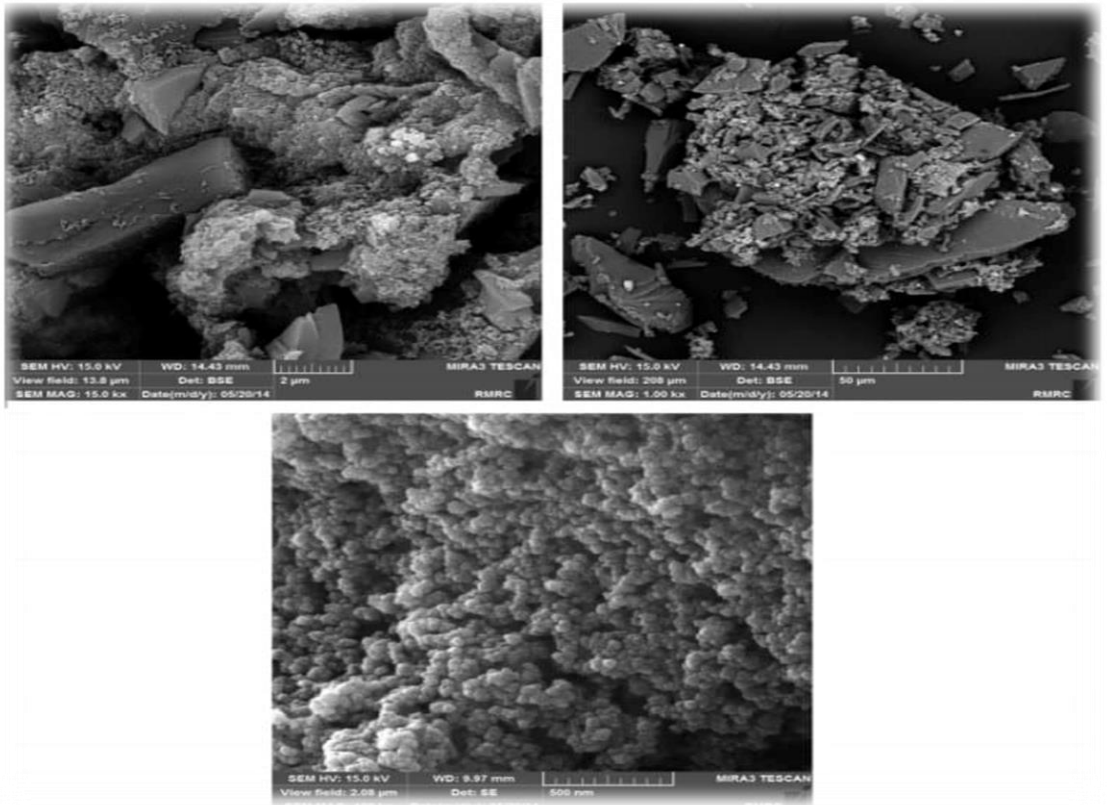


Figure II.15: Images FE-MEB des NP zéolite / Cu Natrolite.

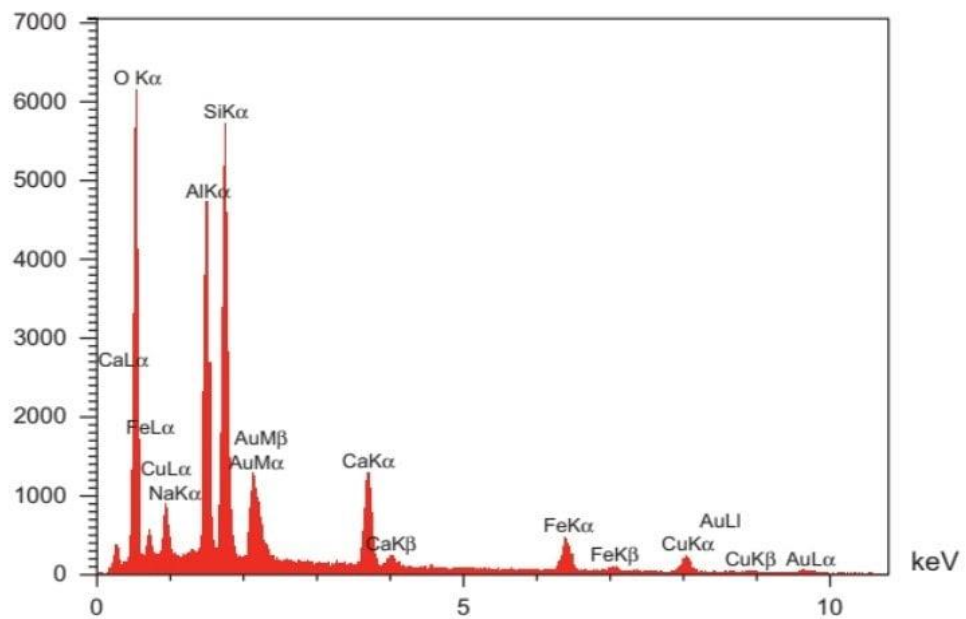


Figure II.16: Spectre (DES)des NP zéolite / Cu Natrolite.

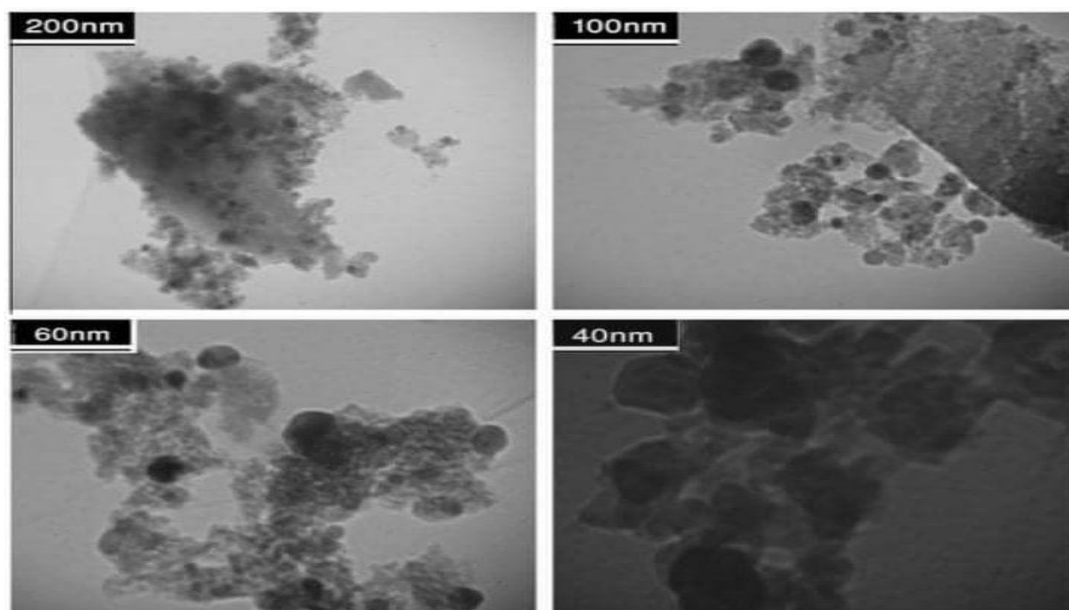


Figure II.17: Images MET des zéolites Natrolite / Cu NPs.

II.3.5. Caractérisation des NPs par extrait de Moringa :

II.3.5.1. Analyse par diffraction des rayons X:

Les NP CuO vertes synthétisées examinées par DRX affichent un cristallinité. La figure II.18. montre émotif DRX de poudre de NPs CuO .[10]

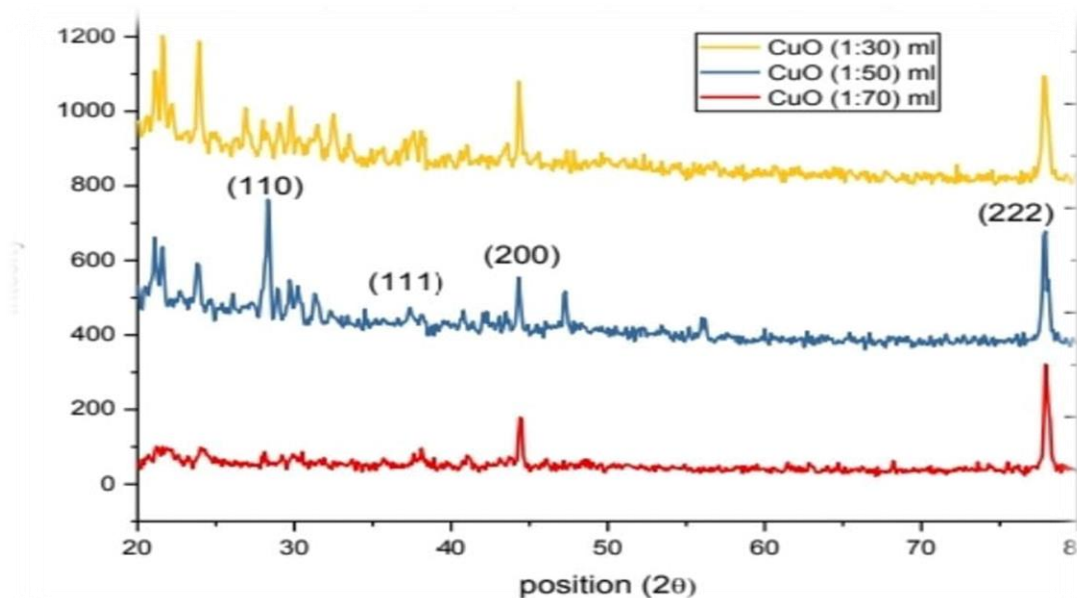


Figure II.18: Spectre DRX des NPs synthétisées par l'extrait de Moringa Oleifera à 70 °C traitées thermiquement à 400 °C.

Les diffractogrammes des rayons x des poudres synthétisées par *Moringa Oleifera* à 70C° traitées thermiquement à 400C° sont présentées dans la Figure III.2. Tous les pics observés sur les angles suivants : 29°, 37.39° et 44.29° sont attribués aux plans Cristallographiques (110), (111) et (200) de la phase cristalline CuO. L'intensité des pics de diffraction indiquent une bonne cristallinité des nanoparticules. La spectroscopie à rayons X pour l'étude de la taille et de la composition des NPs CuO. L'analyse DRX sur diverses régions a confirmé la présence de cuivre et d'oxygène. La présence d'oxygène confirme que la nanoparticule de cuivre de taille synthétique est oxydée lors de l'exposition à l'air le recuit. La taille de cristallite la plus faible des nanoparticules de cuivre synthétisés est calculée en utilisant l'équation de Debye-Scherrer:

$$D = K \lambda / \beta \cos \theta \dots \dots \dots \text{II.2.}$$

Où:

D - La taille des cristallites des nanoparticules d'oxyde de cuivre.

λ - Représente la longueur d'onde de la source de rayons X 0.15406 nm utilisée en DRX.

β - La largeur totale à la moitié du pic de diffraction.

K - La constante de Scherrer avec une valeur de (0,9 à 1) et θ est l'angle de Bragg.

La taille moyenne des particules de CuO NPs est trouvée 36.64 nm , 36.62 nm et 36.60 nm respectivement pour l'échantillon de rapport 1/30 (ml) , 1/50 (ml) et 1/70 (ml) par l' utilisant la formule de Debye-Scherrer.

Une erreur relative est déduite qui peut être due à plusieurs paramètres :

- Le signal DRX obtenu pour les faibles tailles de nanoparticules présente un bruit relativement intense qui peut influencer la récupération de la ligne de base et donc affecter la précision des mesures.
- Le nombre de particules utilisé pour effectuer la distribution de taille sur les zones observées en microscopie peut être limité. Plus ce nombre augmente, plus l'erreur sur la mesure diminue et par suite l'écart relatif.

Les résultats obtenus par diffraction des DRX sur la composition des poudres sont maintenant comparés à ceux obtenus avec d'autres techniques de caractérisation comme la spectroscopie UV-visible.

II.3.5.2. Spectroscopie UV-visible:

La formation de nanoparticules a été facilement détectée et caractérisée par une spectroscopie UV-visible en raison de la résonance du surface plasmique (SPR), c'est-à-dire l'interaction du rayonnement électromagnétique et des électrons dans la bande de conduction autour des nanoparticules . Les CuO-NP ont été observés fortement dans la gamme de 300-350 nm dans la région visible. Dans le présent travail, les CuO-NP sont rapidement formés après l'addition

de l'extrait de *Moringa Oleifera*, évident à partir de l'apparence de la couleur jaune brunâtre et le max apparaît à 350 nm est représenté sur la figure II.19.

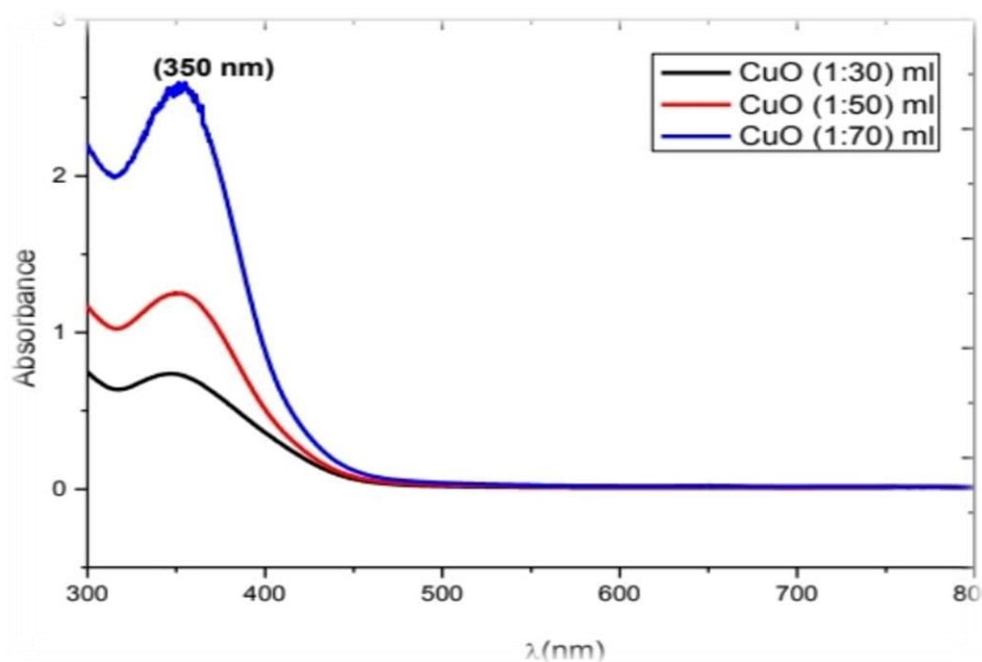


Figure II.19 : Spectre UV-visible de l'absorbance des NPs CuO synthétisés par l'extrait de *Moringa Oleifera*, traitées à 400 °C pendant 1h.

Spectre d'absorption UV-vis qui a été largement étudié est l'une des méthodes les plus importantes pour révéler les structures énergétiques et propriétés optiques des nanostructures semi-conductrices.

II.3.5.3. Spectroscopie infra rouge:

Les nanoparticules NPs (1/30)ml, NPs (1/50)ml et NPs (1/70)ml ont été caractérisées par FT-IR, et comparées avec l'extrait de *Moringa oleifera*. La figure montre les spectres FTIR de NPs CuO uti pics lisés pour détecter les espèces adsorbées possibles sur les nanocristaux de CuO. Les à 1600, 1100 et 650 nm correspondent à la caractéristique des vibrations de liaison CuO dans le monoclinique CuO. Les larges bandes d'absorption entre 1300 et 2000 cm^{-1} sont principalement attribués au lit chimisorption et / ou molécules physisorption H_2O et CO_2 à la surface des nanostructures cristaux de CuO.

Aussi l'absence de pic d'absorption à 610 cm^{-1} correspondant au mode actif infrarouge de Cu_2O confirme que le produit synthétisé est du CuO pur.

Le spectre FT-IR de l'extrait brut (Figure II.20) montre les pics à 3350 nm, 2300 nm, 1600 nm et 1100 nm, qui représentent OH libre dans la molécule et formant un groupe OH liaisons hydrogène, hydrocarbures saturés (Csp^3H), C-C et de la cycle aromatique

C = C, respectivement. En raison de la présence de ces groupes fonctionnels à l'intérieur de la structure de polyphénols antioxydants, le spectre peut démontrer la présence de composés phénoliques dans l'extrait de plante.

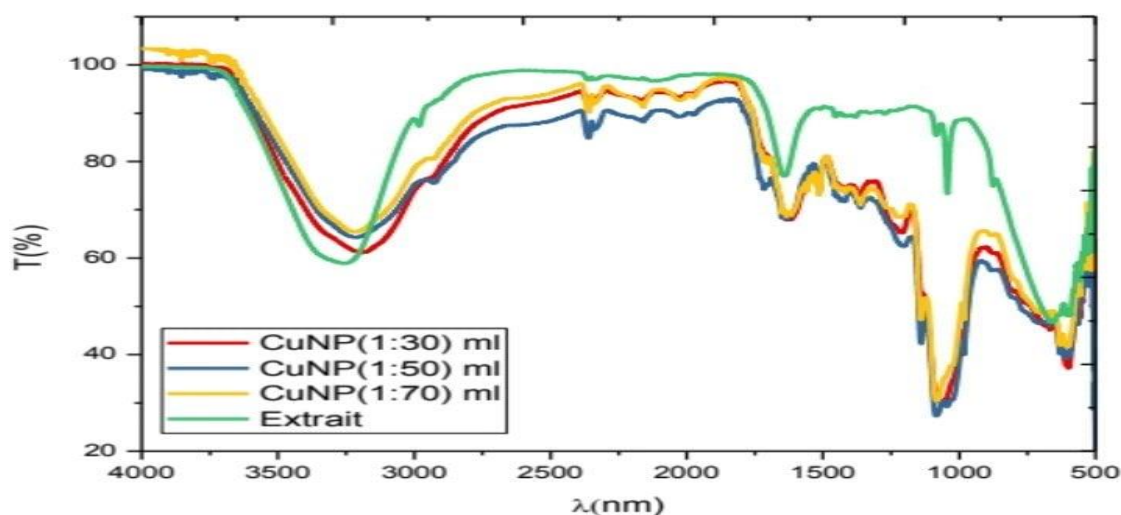


Figure II.20: Spectre FTIR des NPs synthétisée à 70 °C traité à 400 °C pendant 1h.

II.3.6. Caractérisation des NPs par extrait de feuille de *Capparis zeylanica*:

La formation de nanoparticules de cuivre a été confirmée par spectroscopie UV-visible à l'aide d'un spectrophotomètre Jasco V-550. La taille des CuNPs a été analysée avec un spectromètre UV dans la plage comprise entre 300 et 700 nm. Pour déterminer les biomolécules présentes dans l'extrait de feuille, une analyse FTIR a été réalisée qui est responsable de la réduction des ions cuivre avec la gamme spectrale de 400-4000 cm. Ici, l'échantillon a été centrifugé à 9500 tr / min pendant 20 min, séché en utilisant un four à air chaud et broyé avec KBr pour former un culot de pastille a été analysé en utilisant l'instrument Jusco 5300 modèle FTIR. La structure cristalline des nanoparticules de cuivre a été déterminée par analyse de diffraction des rayons X en utilisant un diffractomètre Rigaku X - Ray (Miniflex, UK) fonctionnant à 40 kV avec un intervalle de temps de 2 secondes à température ambiante de 27 ° C. La morphologie et la taille moyenne des particules du Cu ont été déterminées par analyse MEB et MET. Les échantillons ont été préparés pour l'analyse MEB et MET. L'analyse MEB a été établie en utilisant Supra Zeiss avec une résolution Inm à 30 kV avec un détecteur Oxford (DES) de 20 mm. La composition élémentaire dans le mélange réactionnel a été déterminée par analyse EDX. L 'analyse MET a été réalisée en utilisant HITACHI H - 7650 à une tension de fonctionnement de 80 kV.

II.3.6. 1. Analyse par spectroscopie UV-Vis Le résultat obtenu de l'analyse par spectroscopie UV-Visible de l'échantillon:

Est présenté sur la figure II.21. C'est la méthode d'analyse la plus importante pour détecter la propriété de résonance plasmonique de surface de CUNPS ". La formation de CUNPS a été

confirmée à partir du pic à 531 nm, ce résultat est similaire à celui de Curtis et al. avec la plage UV 560-640 nm et l'accord de la plage UV avec le résultat actuel. On a constaté que la valeur de crête diminuait progressivement avec l'augmentation de la taille des particules. Les effets du SPR du cuivre diminuent avec le temps en raison de l'oxydation des nanoparticules de cuivre synthétisées.

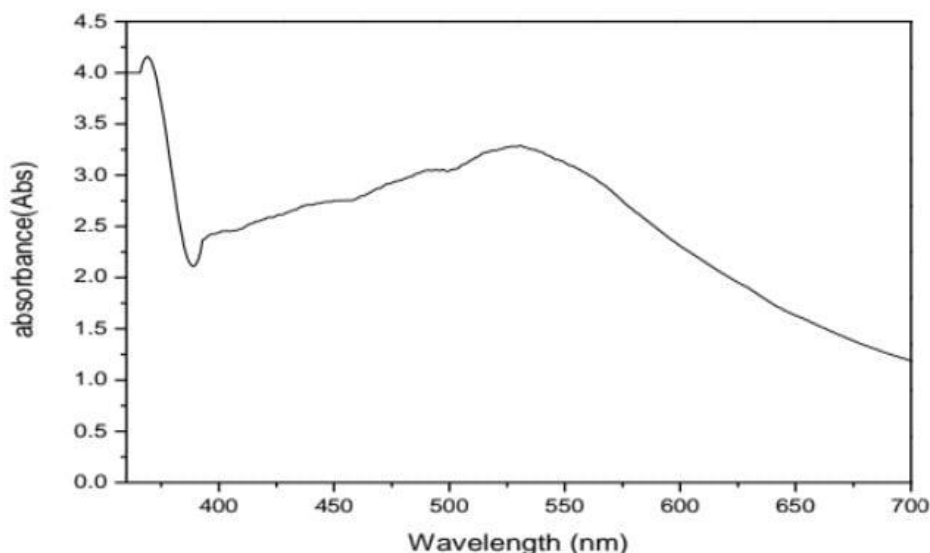


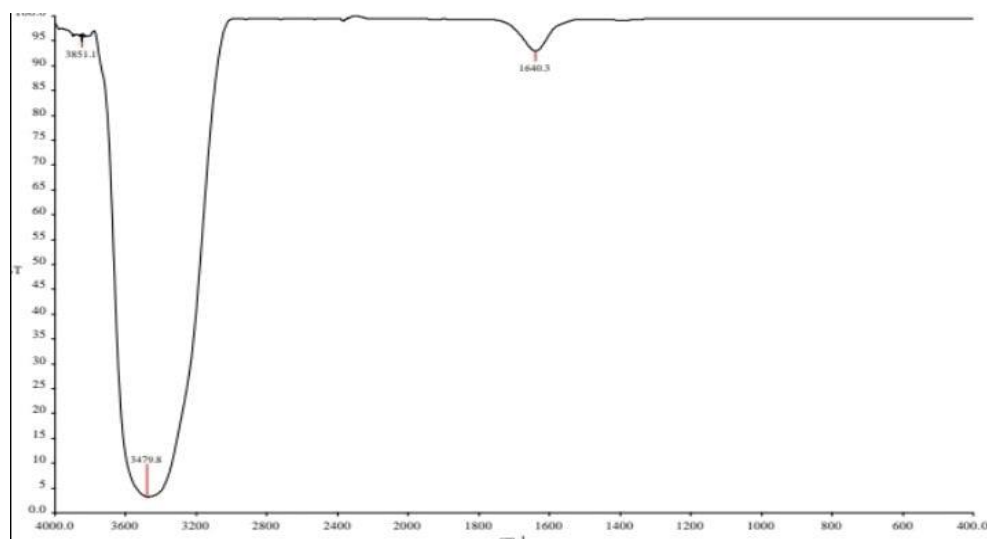
Figure II.21: Spectroscopie UV-Vis.

II.3.6. 2. Analyse FTIR La mesure FTIR d'extrait de plante et de nanoparticules de cuivre:

Est représentée sur les Figure II.22 (a) et 22 (b), respectivement. L'analyse FTIR a été utilisée pour identifier la capacité de coiffage, de réduction et de stabilisation de l'extrait de feuille. Dans une figure II. 22 (a), l'extrait aqueux de feuille a montré les pics à 3851, 3479 et 1640 cm^{-1} . Le pic à 1640 cm^{-1} était dû à la présence d'un étirement C=O. Le pic à 3479 cm^{-1} a montré un étirement O-H du composé phénolique. L'étirement O-H des groupes hydroxyle a été obtenu à partir du pic à 3851 cm^{-1} . Sur la figure II.22 (b) pour les nanoparticules de cuivre, des valeurs de crête à 3901, 3840, 3852, 3460 et 1636 cm^{-1} ont été observées. Le pic à 1636, 3460 cm^{-1} correspond à l'étirement C-O des amides et à l'étirement O-H du composé phénolique, respectivement. Les autres pics obtenus dans l'échantillon de nanoparticules de cuivre sont 3852, 3840, 3901 cm^{-1} en raison de l'étirement OH des alcools et phénols liés à l'hydrogène. L'analyse FTIR de CUNPS a suggéré qu'ils pourraient entourer par l'une de ces molécules organiques telles que les polyphénols, alcaloïdes et terpénoïdes, Kalainila et al., ont déjà rapporté que le même type de résultats. Les constituants chimiques présents dans l'extrait de feuilles de plantes comme les flavonoïdes, les alcaloïdes et les acides gras sont

responsables de la réduction des ions cuivre en nanoparticules de cuivre en raison de leur coiffage et réduire la capacité.

(a)



(b)

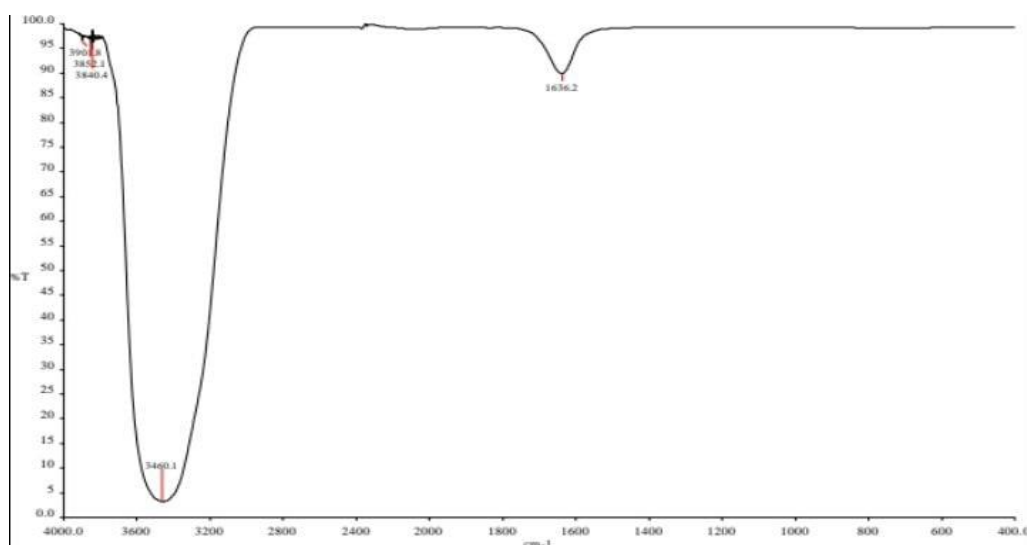


Figure II.22: Analyse FTIR d'extrait végétal (a), nanoparticules de cuivre

Analyse DRX.

II.3.6. 3. Analyse DRX:

Les deux différents pics de diffraction à 39,1° et 68,3° sont représentés sur la figure II.23. Ces pics de diffraction se réfèrent aux caractéristiques du CUNPS à centre cubique. Les pics de diffraction obtenus à un angle de 2θ correspondent aux indices de fraisure (111) et (113). Pour déterminer la taille moyenne des particules du CUNPS, l'équation Debye-Scherrer est utilisée:

$$D = K\lambda / B \cos\Theta$$

D est la taille cristalline des NPs, (FWHM) K est la constante de Scherrer avec une valeur de 0,9 à 1. λ est la longueur d'onde de la source de rayons X (0,1541 nm) utilisée en DRX. B est la largeur totale à la moitié du maximum du pic de diffraction et θ est l'angle de Bragg. Selon l'équation de Debye Scherrer, la taille moyenne des particules était de 5 nm.

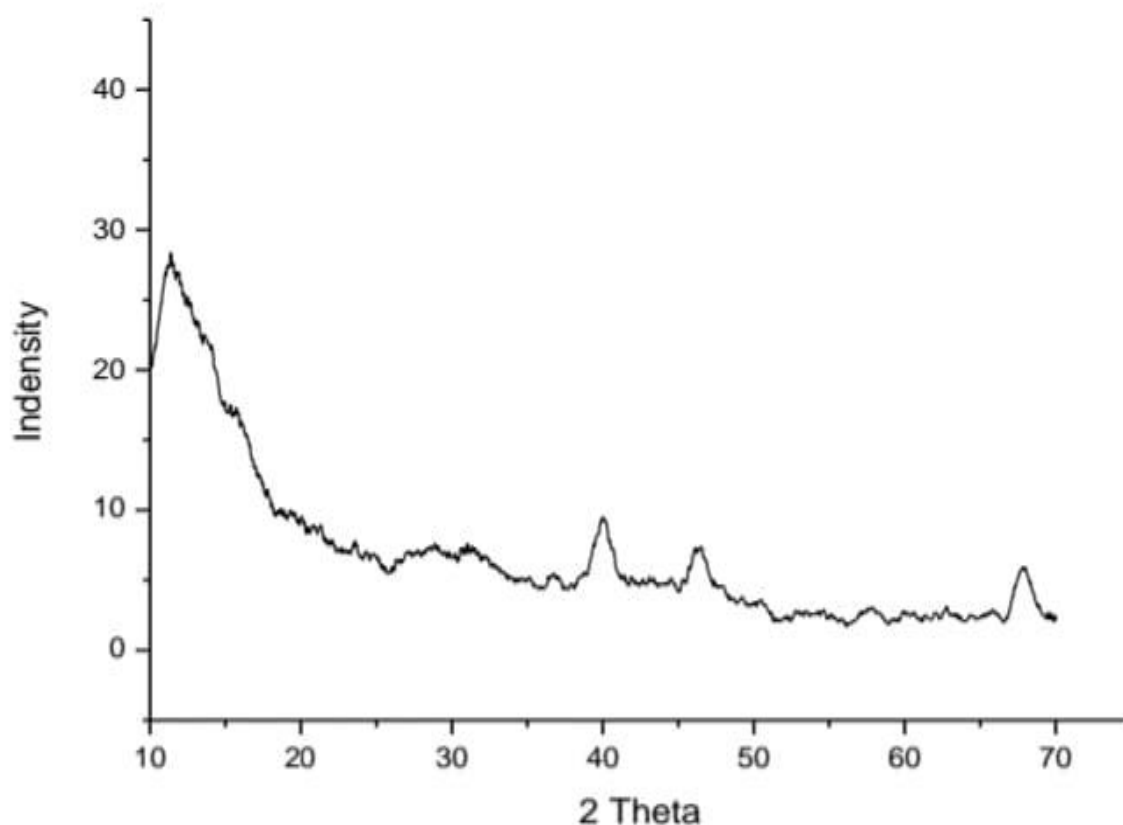
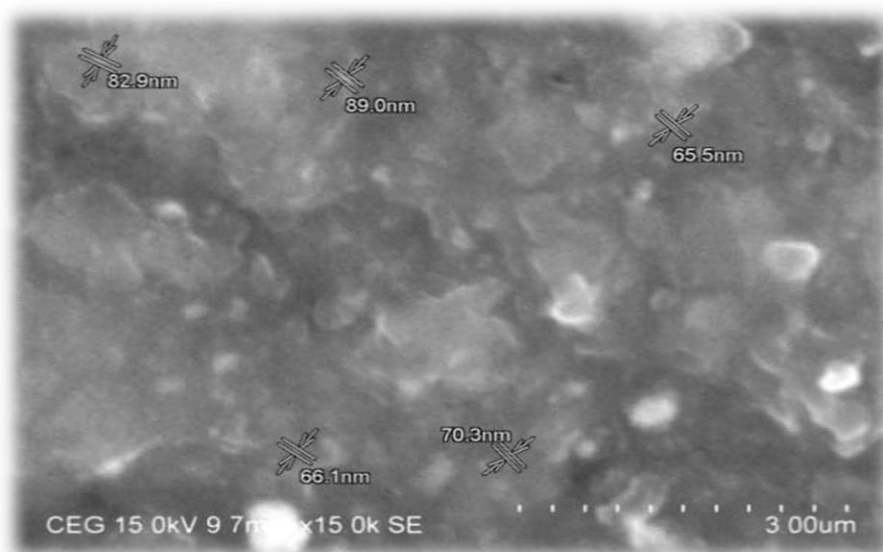


Figure II.23: DRX analyse de nanoparticules de cuivre analyse MEB.

II.3.6. 4. Analyse MEB La morphologie de surface et la taille des nanoparticules:

Ont été obtenues par analyse par microscopie électronique à balayage (MEB). La figure II.24 (a) montre le CUNPS synthétisé par l'extrait végétal de *Capparis zeylanica*. Les interactions électrostatiques et la liaison hydrogène entre la liaison des molécules de coiffage bio-organiques sont responsables de la synthèse de nanoparticules de cuivre à l'aide d'extrait végétal. Il a été montré que la forme sphérique et relativement uniforme des nanoparticules de cuivre a été confirmée dans la plage de 60 à 100 nm. L'analyse quantitative et qualitative des éléments peut être concernée par la formation de nanoparticules de cuivre. Ils ont été identifiés par analyse EDAX (Figure II.24b). En raison de la résonance plasmonique de surface, la nanoparticule de cuivre montre les pics d'absorption des comptes plus élevés.

(a)



(b)

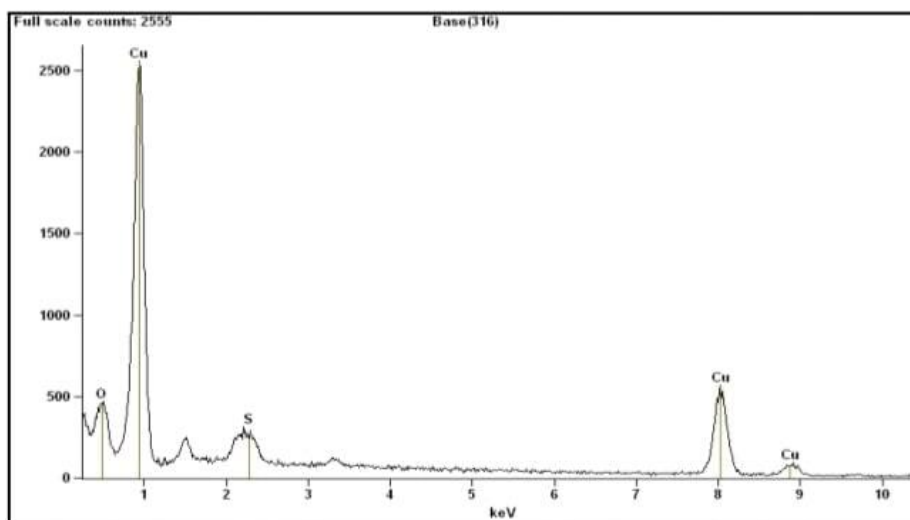


Figure II.24: Micrographie (MEB) des CuNPs (a), analyse (DES) des CuNPs (b).

II.3.6. 5. Analyse par MET:

ont été analysées par analyse MET. Figure II.25 montre l'image MET de CUNPS biosynthétisés. Les CUNPS synthétisés étaient de forme cubique avec une taille de particule dans la gamme nanométrique. La taille des nanoparticules de cuivre synthétisées vertes dépend fortement de la concentration d'extrait de feuilles de plantes de *Capparis zeylanica*. Il a été confirmé que la concentration d'extrait de feuilles augmentait avec la diminution de la taille des particules.[11]

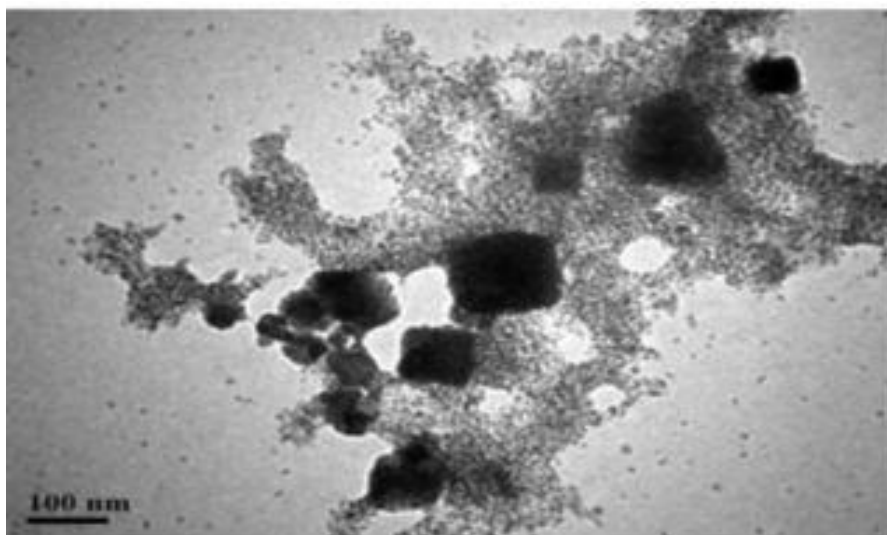


Figure II.25: Analyse MET des CuNPs.

II.3.7. Caractérisation des NPs par d'extrait de graines de T. cacao L:

Le spectre UV de l'extrait (Figure II.26) montre la liaison à k_{max} 285 nm (liaison I) en raison de la transition localisée dans le anneau de système cinnamoyl. La $\pi \rightarrow \pi^*$ transition est généralement montrée par des doubles liaisons que l'extrait des graines de la plante dans le milieu comprend des phytoconstituants hautement polaires comme les polyphénoliques à doubles liaisons conjuguées (cycles aromatiques A, B et C du noyaux de flavone). Par conséquent, celui centré à 245 nm (liaison II) est pour l'absorbance du cycle lié au système benzoyle et $\pi \rightarrow \pi^*$ transitions sur lesquelles ces liaisons absorbantes démontrent la présence de poly.

Le spectre UV-vis des NP Pd / CuO synthétisées en vert utilisant l'extrait aqueux de graines de cacao (Figure II.27) a montré les changements significatifs dans les maxima d'absorbance dus à la résonance plasmonique de surface comme propriété optique de signature des nanoparticules métalliques. En fait, lorsque les nanoparticules métalliques sont excitées par un rayonnement électromagnétique, elles présentent des oscillations collectives de leurs électrons de conduction appelés résonance plasmonique de surface localisée (LSPR). La longueur d'onde correspondant au maximum d'extinction du LSPR dépend fortement de la taille, de la forme et des propriétés diélectriques des nanoparticules métalliques. Les principales conséquences de l'excitation LSPR sont l'absorption sélective des photons, la diffusion et l'amélioration du champ électromagnétique local lié à la formation de NP. De plus, la couleur de la solution s'est immédiatement transformée en sombre indiquant la formation de Pd / CuO NPs caractérisés par le spectre UV-vis. Les NP de Pd / CuO

synthétisées par cette méthode sont assez stables même après 30 jours sans variation significative de la forme, de la position et de la symétrie du pic d'absorption. La spectroscopie FT-IR a été utilisée pour caractériser la présence de différents groupes fonctionnels / constituants phytochimiques dans l'extrait de graines de *T. cacao* qui sont responsables de la stabilisation et du coiffage du nanocomposite Pd / CuO bio-réduit. Figure II.28 et 29 représentent les spectres FT-IR comparés d'extraits de plantes et de NP Pd / CuO synthétisés en vert, respectivement. Le large pic observé à $3500-3100\text{ cm}^{-1}$ dans les spectres de l'extrait de graines de cacao .

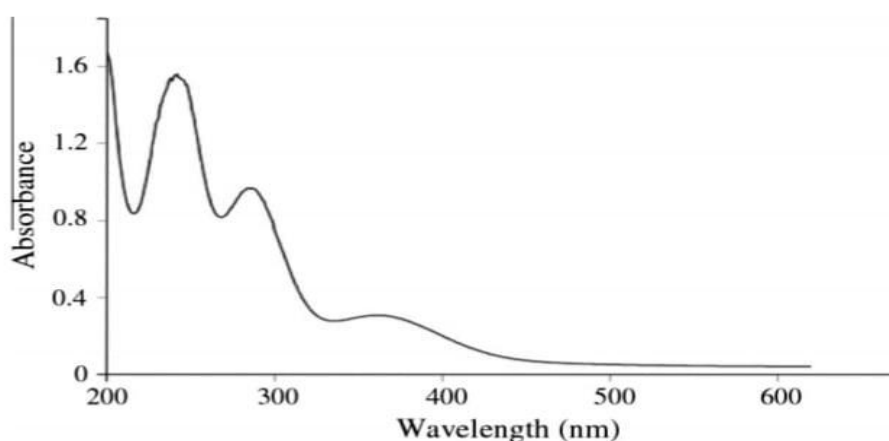


Figure II.26: Spectre UV-vis de l'extrait aqueux de graines de cacao de *Theobroma cacao* L.

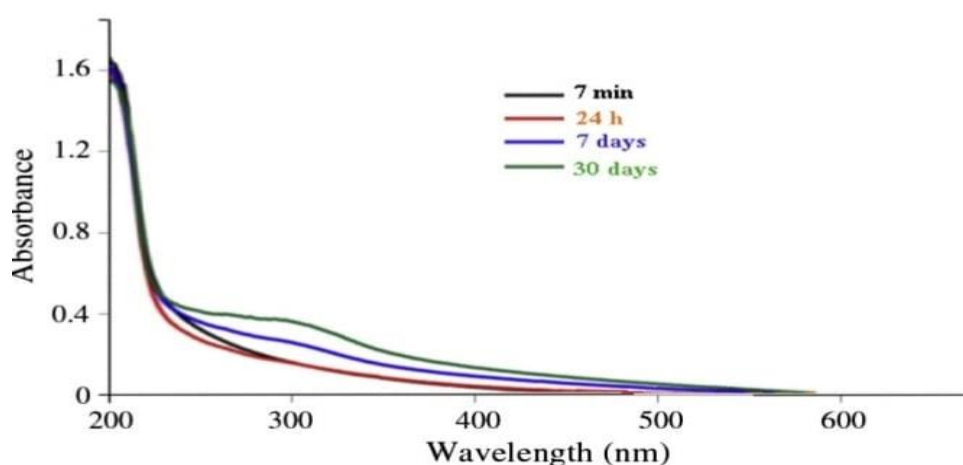


Figure II.27: Spectre UV-vis des NPs vertes Pd/CuO synthétisées à l'aide de l'extrait aqueux de graines de cacao.

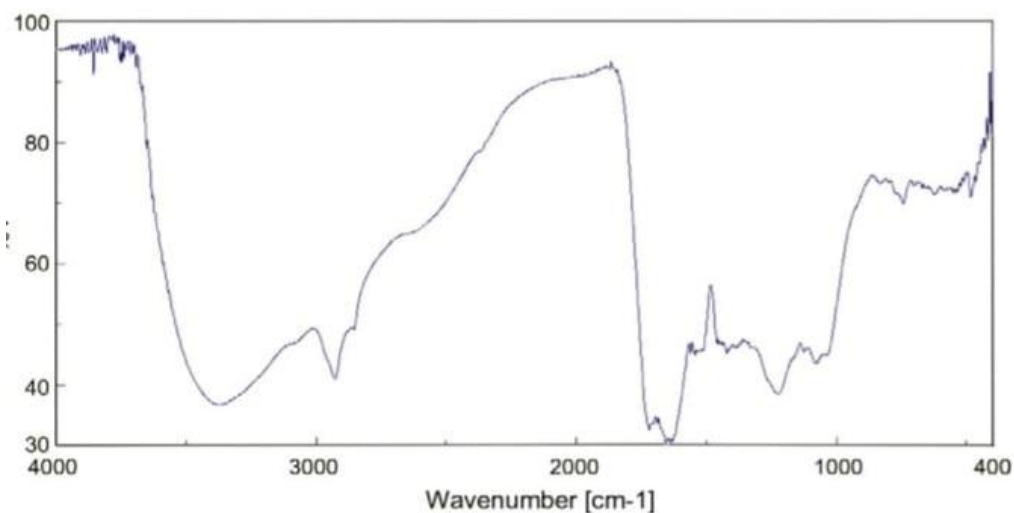


Figure II.28: Spectre FT-IR d'extrait aqueux de graines de cacao.

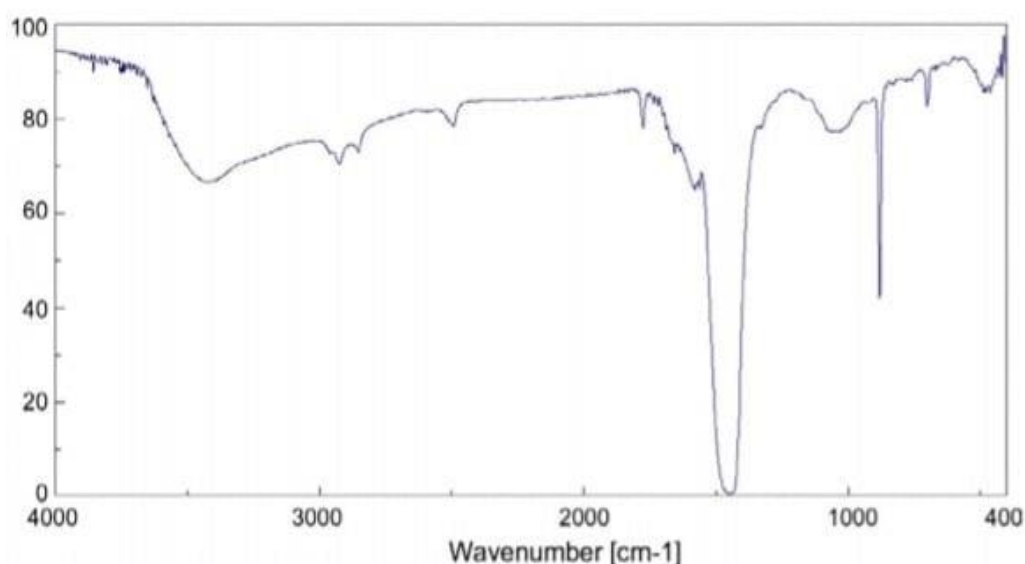


Figure II.29: Spectre FT-IR de Pd / CuO NPs synthétisés à l'aide d'extrait aqueux de graines de cacao.

Pd / CuO NPs correspond à OH libre dans la molécule et le groupe OH formant des liaisons hydrogène de groupes d'étirement d'association macromoléculaire. Les bandes observées autour de 1450-1600 cm et 1100-1300 cm pourraient être attribuées au cycle aromatique C = C et aux vibrations d'étirement C-H ou C-O des groupes méthyle, méthylène et méthylène. Ces pics suggèrent la présence de composés phénoliques dans l'extrait de graines de cacao qui pourraient être responsables de la réduction des ions métalliques et de la formation des NP métalliques correspondants. De plus, très probablement, les composés phytochimiques

pourraient avoir formé une couche sur un nano composite qui empêche également l'agglomération des particules, et ainsi les nanoparticules sont stabilisées dans le milieu. Le diagramme DRX des NP de Pd / CuO est montré sur la figure II.30. Les NP de Pd / CuO présentaient des diffractions de Bragg correspondant à l'oxyde cuivrique (CuO) et au Pd. L'apparition de pics à 20 de 40,3, 47,2 et 68,9 ° indiquait la présence de plans (111), (200) et (220), respectivement, de fcc Pd.[12]

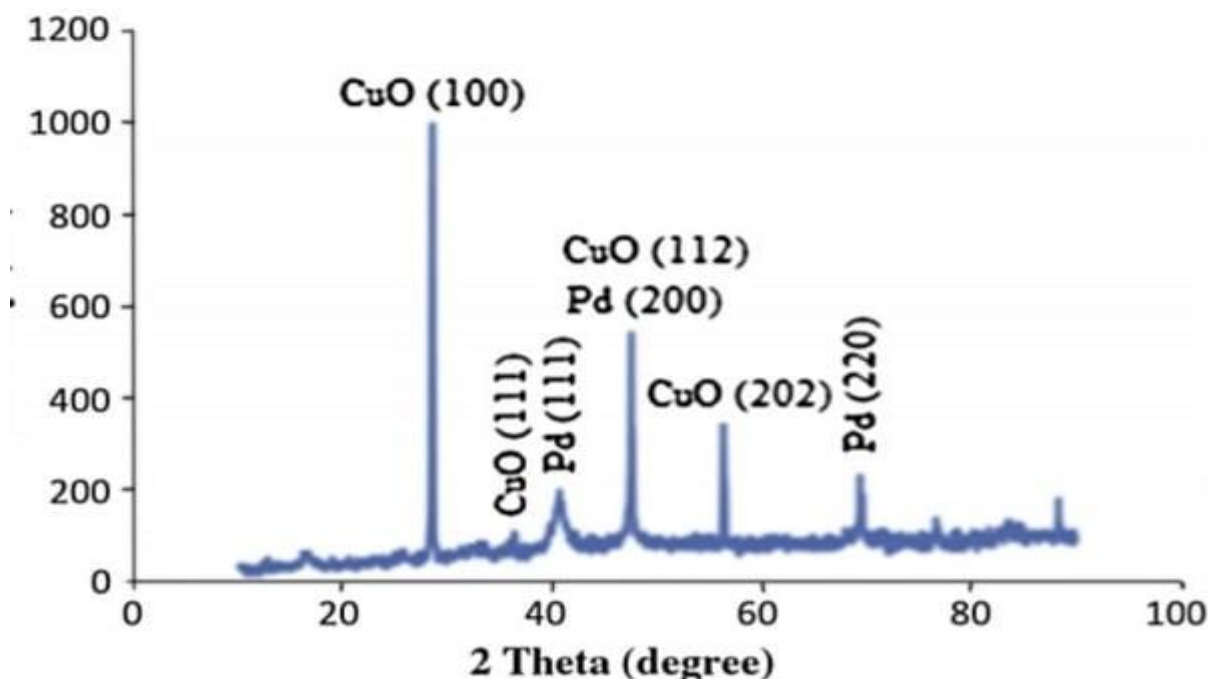


Figure II.30:Diagrammes DRX des NP Pd / CuO.

Microscopie électronique en transmission (MET) et dispersion d'énergie La spectroscopie X (DES) a été réalisée pour l'étude de la taille et composition des NP Pd / CuO, respectivement. Les images MET ont indiqué la présence de NPs Pd/CuO avec une taille moyenne autour de 40 nm(Figure II.31).

La composition élémentaire des NP Pd / CuO a également été analysée par l'analyse DES (Figure II.32). Dans le spectre (DES) des NP Pd / CuO, les pics liés à O, Cu et Pd ont été observés. La présence de Pd et Cu dans le modèle (DES) reflète la nature des NP Pd / CuO. Il convient de noter que une partie de la teneur en oxygène peut être liée à l'oxydation des NP de Cu enCuO pendant le processus et l'excès d'oxygène est dû à absorption d'oxygène de l'environnement pendant la préparation des échantillons. Les résultats obtenus sont en bon accord avec les résultats observés à partir du motif DRX (Figure II.30).

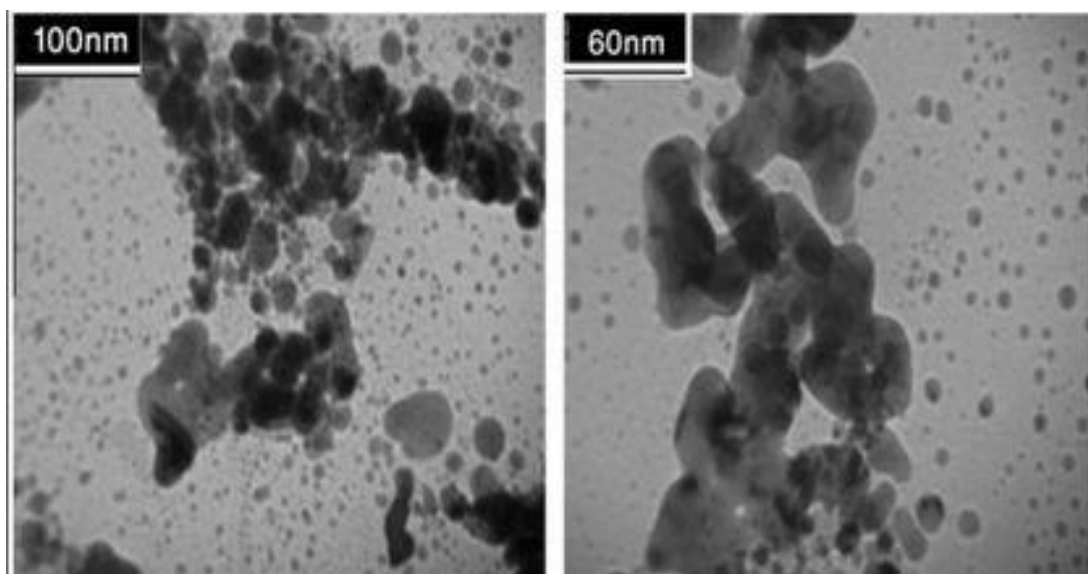


Figure II.31: Images MET des NP Pd / CuO.

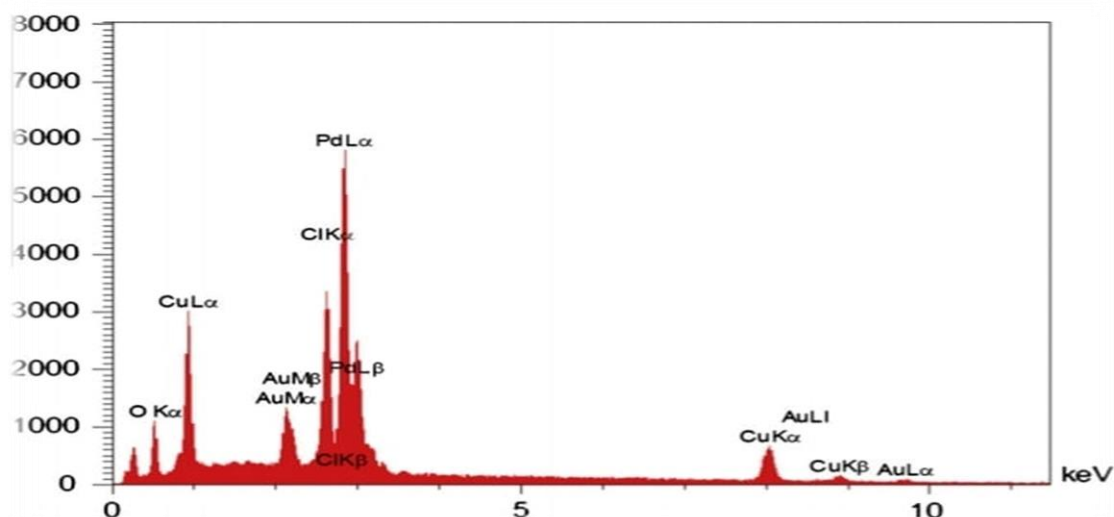


Figure II.32: Spectre (DES) des NP Pd / CuO.

II.3.8. Caractérisation des NPs par d'extrait aqueux de feuilles d'A. Lebeck:

Dans la présente étude, l'extrait de feuille d'A. Lebeck a été utilisé comme agent réducteur pour la synthèse de CONPS. L'extrait de feuille d'A. Lebeck a été mélangé à une solution de sulfate de cuivre et le mélange réactionnel commence à changer de couleur après 24 h d'incubation (Figure II.33). Changement de couleur observé dans la réaction mélange a confirmé la formation de CONPS. La spectroscopie UV-Vis est un outil précieux pour étudier le SPR des nanoparticules synthétisées. Les spectres UV-Vis de CONPS synthétisés en utilisant A. lebeck montrant des maxima de pic d'absorption à 413 nm et se sont révélés être

un pic caractéristique de CONPs (Figure II.33). Le changement de couleur était dû à l'excitation de SPR de CONPS. Selon la théorie de Mei, la forme de la nanoparticule synthétisée est sphérique si un seul pic d'absorbance net observé dans le spectre UV-Vis, et dans notre étude, la présence du pic unique a confirmé que les CONPS synthétisés étaient de forme sphérique.[13]

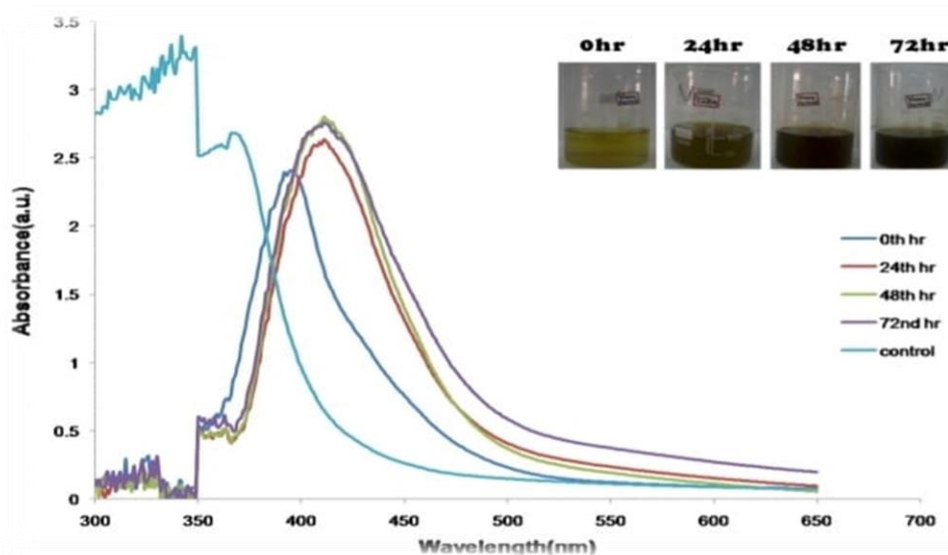


Figure II.33:Spectres UV-Vis de CONPs synthétisés avec l'extrait de feuille d'A. Lebeck.

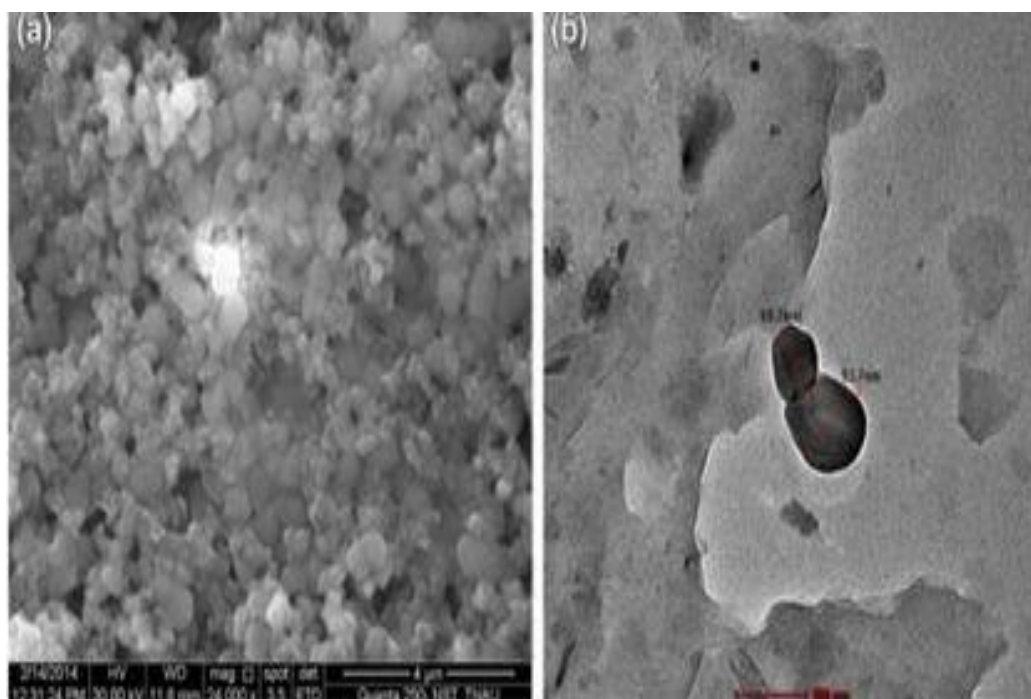


Figure II.34:Image par MEB.

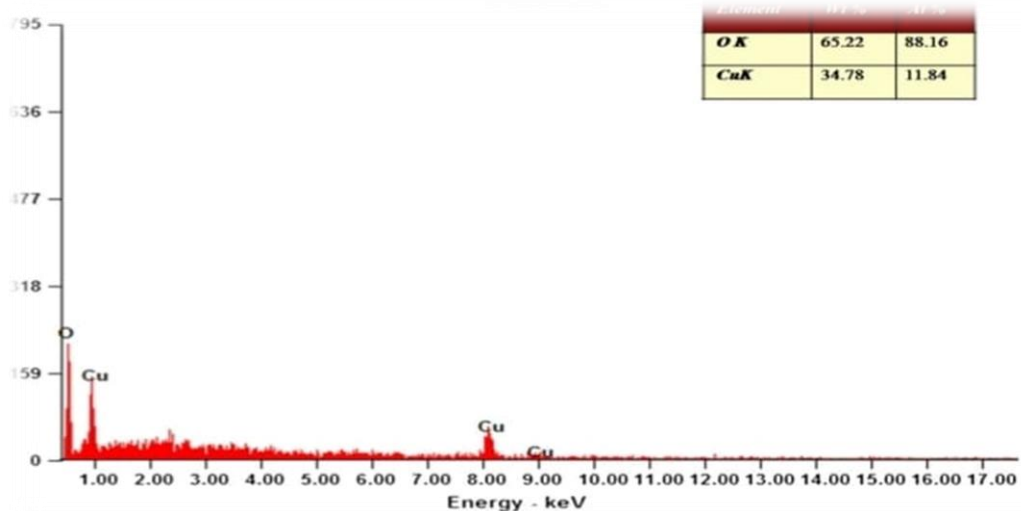


Figure II.35: Spectres de dispersion d'énergie de CONP synthétisés avec signal élémentaire net de cuivre.

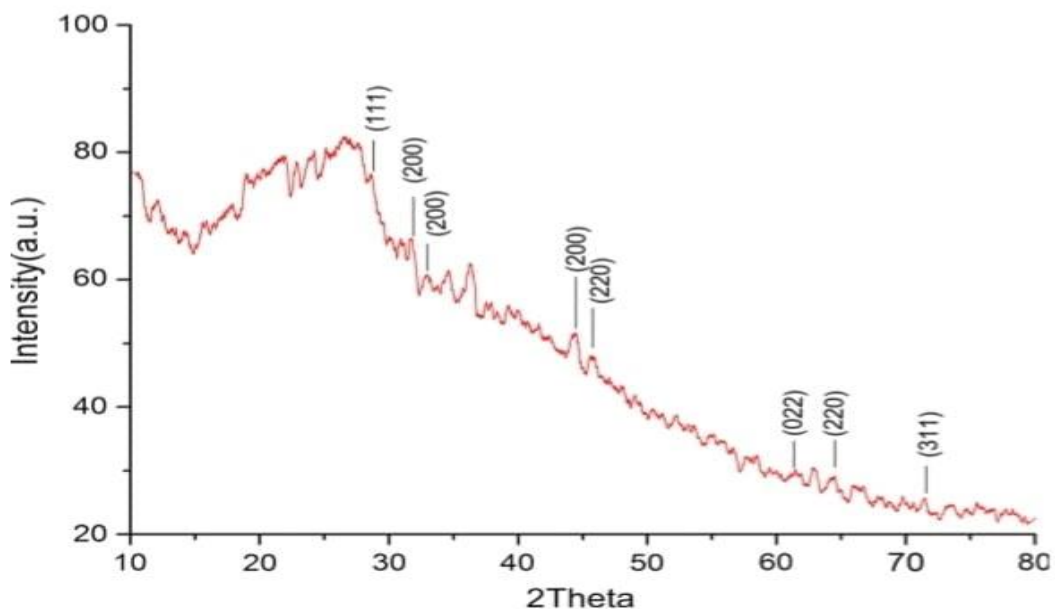


Figure II.36: Schéma DRX de poudre de CONPs synthétisé avec l'extrait de feuille d'A. Lebeck.

II.3.9. Caractérisation des Synthèse des NPs par d'extrait de *Tinospora cordifolia*:

Le diagramme de diffraction des rayons X du CuO Nps synthétisé à l'aide d'extrait de feuille de *T. cordifolia* avec différentes concentrations est illustré à la Figure II.37. Les positions des pics DRX étaient cohérentes avec l'oxyde de cuivre et des pics nets de DRX indiquent la structure cristalline. Celles-ci sont en bon accord avec celles de la carte JCPDS. La présence des plans (110), (111) et (202) en DRX indique.

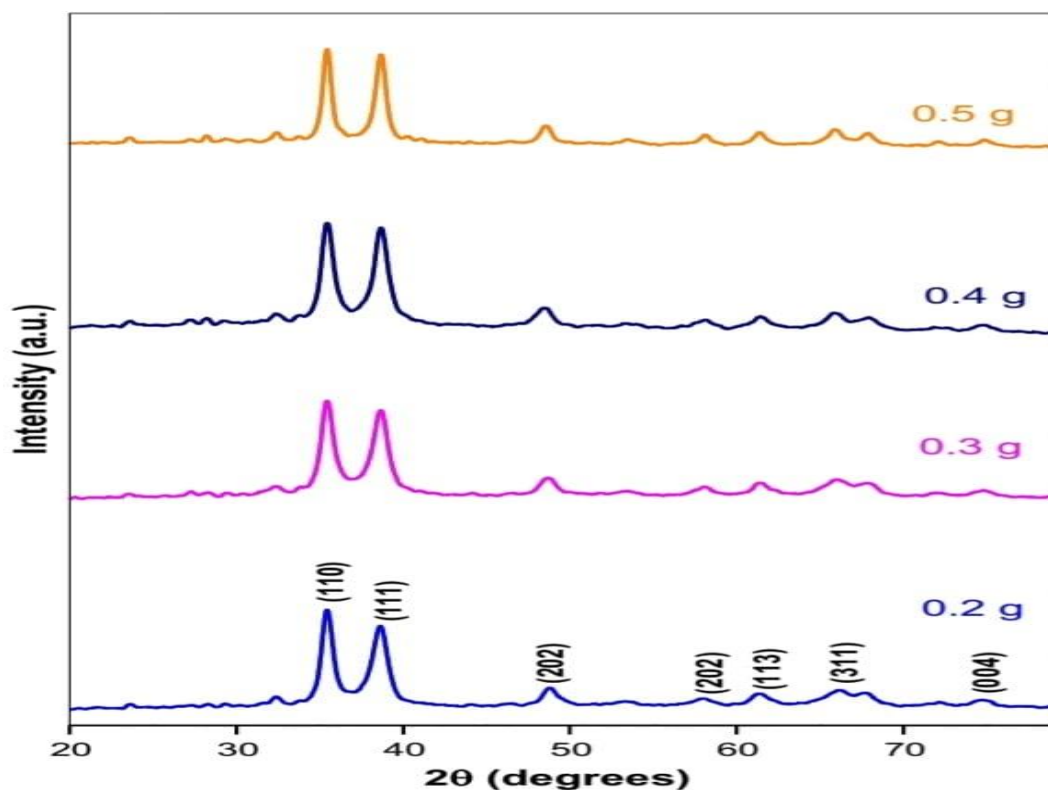


Figure II.37: Modèles DRX de nanoparticules de CuO.

la formation d'une structure monoclinique pure de CuO Nps. Aucun pic n'a été observé en raison des impuretés, ce qui en déduit qu'une haute pureté de CuO Nps a été synthétisée par cette méthode. La forte intensité et la faible largeur des pics de diffraction CuO indiquent que les produits résultants étaient de nature hautement cristalline. En utilisant la formule de Scherrer, la taille moyenne des cristallites s'est avérée être de 6,5, 6,4, 6,47 et 8,47 nm pour les concentrations d'extrait de 0,2, 0,3, 0,4 et 0,5 g respectivement. Par conséquent, nous pouvons conclure que le carburant a joué un rôle important dans le contrôle de la taille des particules. La figure II.38 montre les spectres UV-visible à température ambiante de CuO Nps synthétisés en utilisant l'extrait de feuille de *T. cordifolia* avec différentes concentrations. Les CuO NP ont été dispersés dans de l'eau à une concentration de 0,1% en poids, soumis aux ultrasons pour une dispersion uniforme de CuO Nps puis soumis à des mesures spectrophotométriques UV-visible. Le spectre révèle un pic d'absorption caractéristique de CuO à des longueurs d'onde de 275 et 372 nm. Ce modèle de spectre d'absorption peut être attribué à l'absorption de bande interdite intrinsèque de CuO en raison des transitions d'électrons de la bande de valence à la bande de conduction. La bande interdite du film mince de CuO a été calculée à partir de ce spectre d'absorption en utilisant l'équation de Tauc $\alpha h\nu = D(h\nu - E_g)^2$ (3) où h est l'énergie du photon, E_g est la bande interdite du matériau et D est une

constante. Les données de transition fournissent le meilleur ajustement linéaire dans la région de bord de bande pour $n = 1/2$. La bande interdite s'est avérée être de 4,480 et 3,330 eV, ce qui est supérieur à celui du CuO global. Cette bande interdite l'amélioration est due à l'effet de taille du NPs. De plus, ce pic net indique que les particules sont de taille nanométrique et que la distribution granulométrique est étroite. Une manière normale d'obtenir la bande interdite à partir des spectres d'absorbance consiste à obtenir le premier dérivé de l'absorbance par rapport à l'énergie des photons et trouver le maximum dans le spectre dérivé sur les côtés d'énergie inférieure.

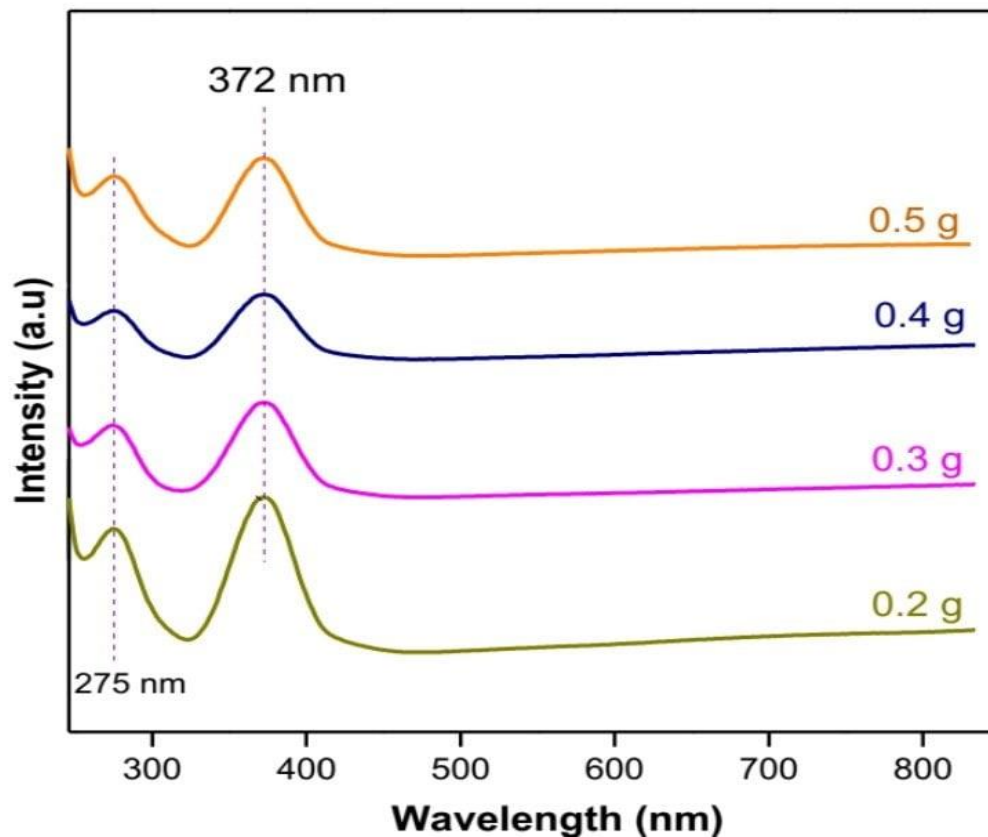


Figure II.38: Spectres UV-visible des nanoparticules de CuO.

Les images de microscopie électronique à balayage du CuO NPs tel que préparé sont présentées sur la figure II.39. Les images illustrent la formation de la phase cristalline dans l'échantillon. Les micrographies MEB montrent que la morphologie comprend des vides et des pores, dont la cause peut être attribuée aux grandes quantités de gaz chauds qui s'échappent du mélange réactionnel pendant un processus de combustion. A travers les pores de différentes tailles et formes que les cristallites sont interconnectées les unes aux autres, il est significatif que les cristallites agglomérées soient uniformément de forme sphérique. Les résultats ont été confirmés par l'analyse MET comme le montre la figure II.40.[14]

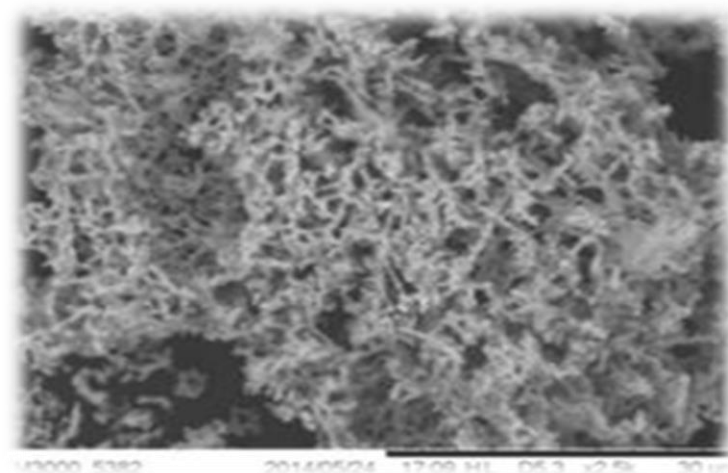


Figure II.39: Image MEB de NP CuO synthétisées à l'aide d'extrait aqueux de feuilles de *Tinospora cordifolia*.

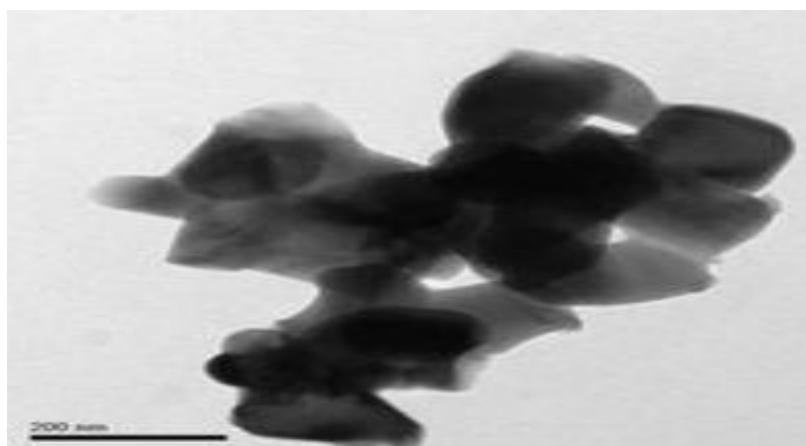


Figure II.40: Image MET de NP CuO synthétisées à l'aide d'extrait aqueux de feuilles de *Tinospora cordifolia*.

II.3.10. Caractérisation des nanoparticules Cu_2O par l'extrait d'Aloe vera (ALE):

II.3.10.1. Analyse morphologique par la microscopie à balayage MEB:

Pour étudier la morphologie des poudres préparées en fonction de la concentration de l'extrait de l'Aloe vera, nous avons utilisé un microscope électronique à balayage (MEB) de type. La figure II.41. (a, b, c) montre les images des échantillons obtenus avec différents agrandissements. Il est bien clair, d'après les micrographies, la présence des différentes morphologies avec différentes tailles de particules lors l'augmentation de la concentration de l'extrait de plante (ALE). Pour une faible concentration de (ALE) égale à 0.25g/ml, les nanoparticules de Cu_2O présentent une structure octaédrique avec des petites faces carrées, la taille de ces particules est estimée de l'ordre de 1252 ± 12 nm, de même, on augmente la concentration de l'extrait à 1.5g/ml, une forme octaédrique est obtenue. La micrographie

Chapitre II: Caractérisation des nanoparticules de cuivre

MEB correspondante à la concentration 3.5g/ml d'ALE présente des particules de forme sphérique avec une surface rugueuse et de taille 500 nm sous forme d'agglomérat .

Il est bien connu que les nanoparticules se mettent en contact l'une avec l'autre pour minimiser l'énergie de surface des plans cristallins et croissent le long des directions différentes avec un taux de croissance différent. Ceci va conduire l'évolution de la morphologie des particules. La transformation des morphologies tels que le polyèdre, l'octaèdre et l'octaèdre tronqué dépend du ratio, R (R est le ratio de taux de croissance le long de la direction $\langle 100 \rangle$ contre $\langle 111 \rangle$). Il est rapporté qu'un octaèdre parfait est formé quand le ratio (R_{oct}) est 1.73. Tandis que, quand R est dans la gamme 0.8-1.73, l'octaèdre tronqué est formé. Si la quantité d'additif (la concentration d'ALE) augmente, les nanocristaux de Cu_2O germent dans toutes les directions cristallographiques pour former la structure sphérique (croissance isotropique). En effet, ces nanoparticules s'agrègent ensemble pour former des particules, c'est la raison pour laquelle nous avons des particules de 200, 500 et 1000 nm, de diamètre.

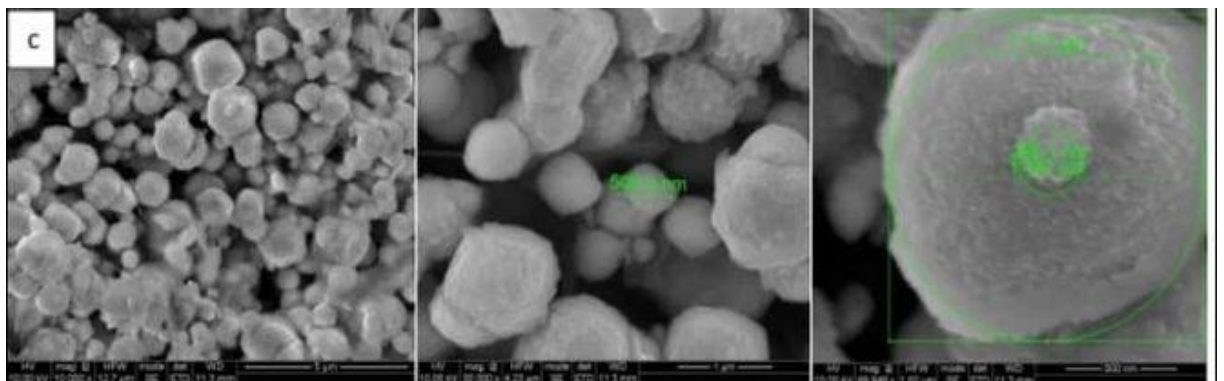
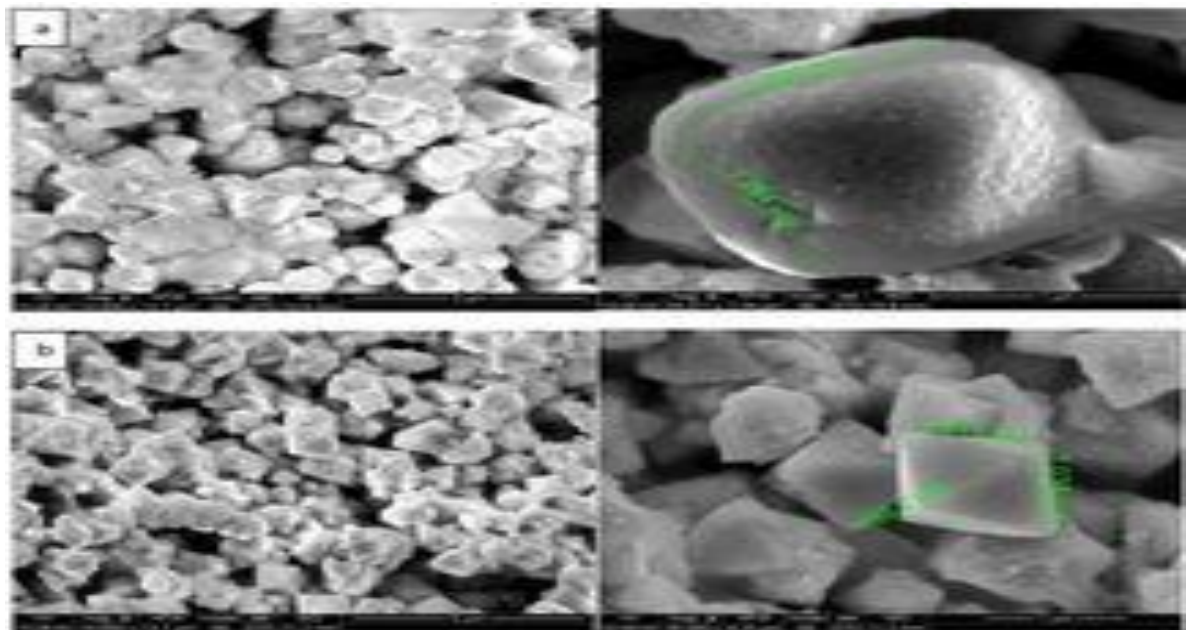


Figure II.41: Images MEB des nanoparticules Cu₂O synthétisées avec différentes concentrations de l'extrait aqueux d'Aloe vera: (a) 0.25g/ml, (b) 1.5g/ml, (c) 3.5g/ml.

II.3.10. 2. Analyse structurale par DRX :

Pour étudier l'effet de la concentration de l'extrait de la plante (ALE) sur l'évolution de la structure cristalline des poudres d'oxyde de cuivre Cu₂O, nous avons utilisé un diffractomètre de type D8 Focus, Bruker avec une anticathode de cuivre Cu k_α. La figure II.42. présente les diagrammes de la diffraction des rayons X des échantillons obtenus. On constate la présence de sept pics correspondant aux angles (2θ): 29.7, 36.6, 42.6, 52.7, 61.7 et 73.9 associés respectivement aux plans cristallins (110), (111), (200), (211), (220), (311) et (222) indiquant la structure cubique de Cu₂O. De plus, aucun pic qui correspond à la phase CuO où Cu n'a été observé dans le diagramme de diffraction des rayons X des nanostructures élaborées. Par conséquent, ceci suggère que tous les échantillons obtenus sont des nanoparticules monophasées de cuprite Cu₂O. De même, on note que les nanoparticules d'oxyde de cuivre Cu₂O montrent une croissance préférentielle suivant l'orientation (111) par rapport aux autres plans. D'autre part, la taille moyenne des cristallites des nanopoudres est estimée par la méthode de Scherrer:

$$\Phi = k\lambda / B \cos\theta \dots \dots \dots \text{II.3}$$

Avec :

Φ: taille des cristallites (nm).

K: constante de Scherrer dont la valeur est proche de 1 (K ~ 0.9) .

λ: longueur d'onde des rayons X (λ= 1.54178 Å) .

B: la largeur à mi-hauteur des pics de diffraction .

Θ: angle de diffraction.

L'évolution de la taille des cristallites en fonction de la concentration du solvant (extrait d'Aloe vera) est illustrée dans la figure II.43. On constate que la taille des cristallites est diminuée avec l'augmentation de la concentration de l'extrait jusqu'à 3.5g/ml.

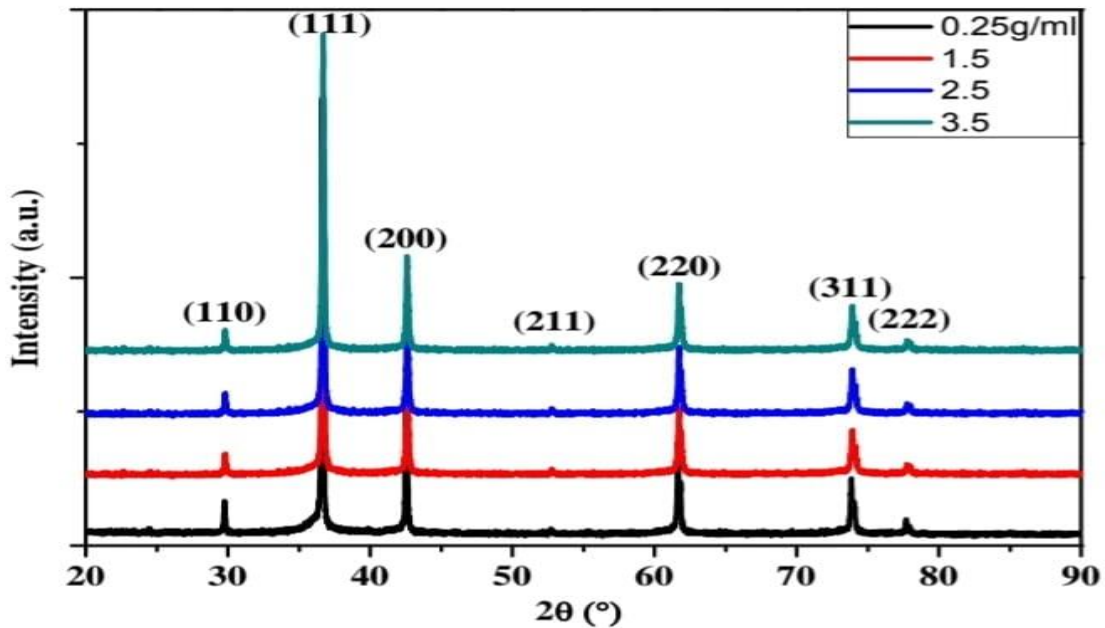


Figure II.42:Diagrammes de diffraction des rayons X des échantillons préparés avec différentes concentrations de l'extrait d'Aloe vera.

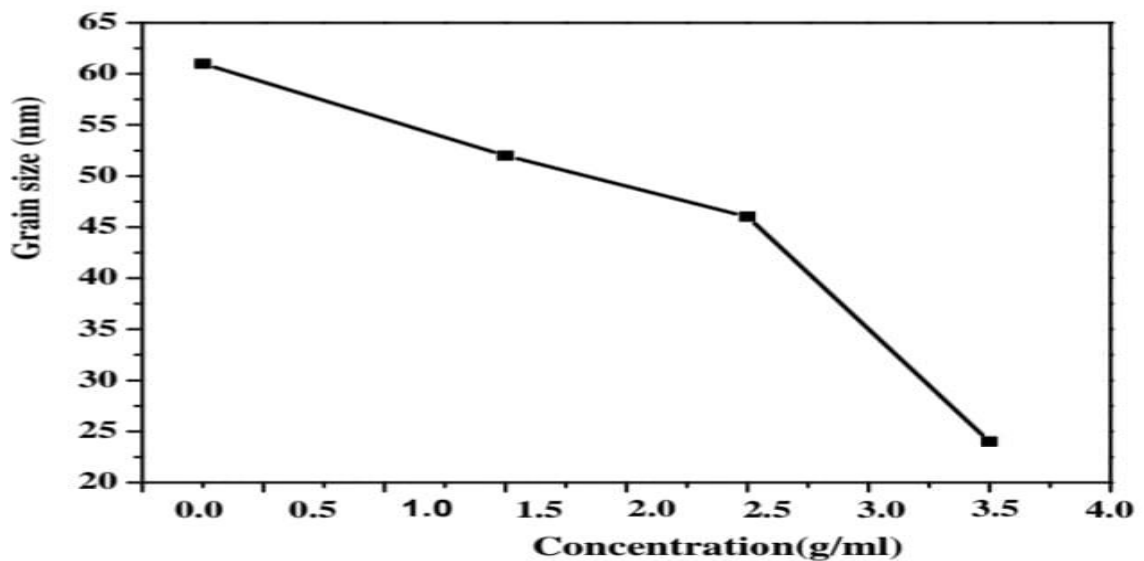


Figure II.43: Variation de la taille des cristallites en fonction de la concentration de l'extrait de plante (Aloe vera).

II.3.10. 3. Analyse par la spectroscopie infrarouge :

La Figure II.44 correspond à la spectroscopie infra rouge FT-IR des échantillons élaborés avec différentes concentrations de l'extrait de plante (ALE). A partir de ces spectres nous pouvons voir une bande caractéristique à 616 cm^{-1} correspond à la liaison Cu-O de la phase cristalline

Cu₂O. On constate aussi des bandes à 2915, 2852 due à la vibration d'élongation de la liaison C-H. La bande à 1596 est attribuée à l'élongation de la liaison C=O. En revanche, les deux bandes localisées à 1413 et 1051 cm⁻¹ dues à la formation des liaisons C-O et C-C respectivement. Alors que la bande située à 878 cm⁻¹ est attribuée à l'élongation de la liaison C-O.

L'existence des bandes organiques peut être attribuée à l'adsorption des molécules d'Aloe vera sur l'oxyde de cuivre .

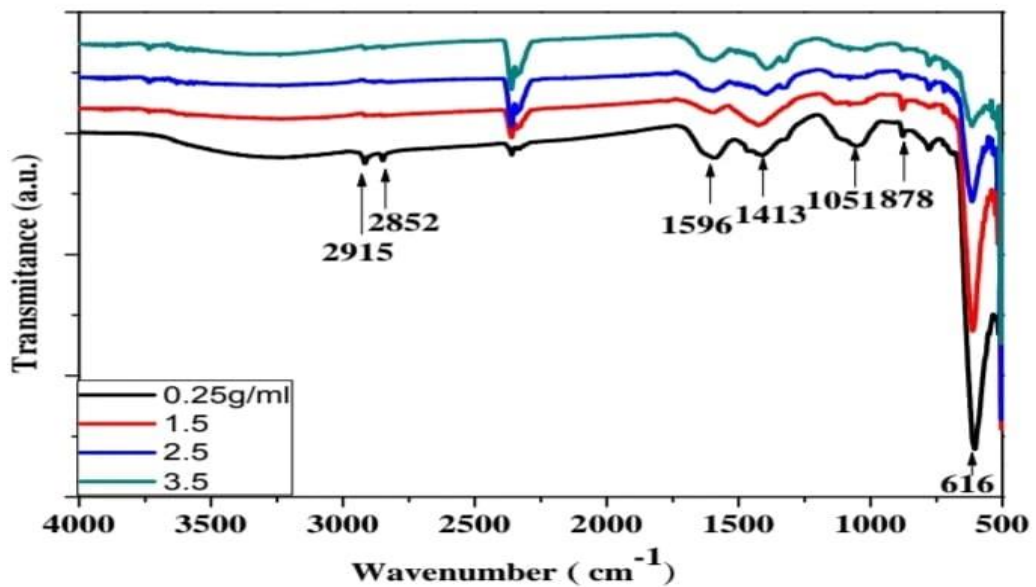


Figure II.44:Spectres FT-IR des nanoparticules Cu₂O.

II.3.10. 4. Analyse par spectroscopie UV-Visible:

L'absorption optique des nanoparticules de Cu₂O a été réalisée à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible à double faisceau de type JASCO model : V- 670 à température ambiante, travaillant dans la gamme spectral UV-Visible allant de 200 à 800 nm. Les spectres d'absorption obtenus à différentes concentrations de l'extrait de plante Aloe vera sont représentés sur la figure II.45. On remarque que les spectres d'absorption des échantillons obtenus sont presque similaires avec des intensités différentes .

Les énergies de gap de Cu₂O ont été calculées utilisant l'Eq:

$$Eg(eV) = \frac{1240}{\lambda_{\max}(nm)} \dots \dots \dots \text{II.4}$$

La variation de l'énergie de gap avec la taille des grains est montrée dans la figure III. 6. On constate que l'énergie de gap augmente de 2.50 eV à 2.62 eV avec la diminution de la taille des cristallites. Ce décalage dans les valeurs des énergies de gap par rapport à les valeurs des énergies de Cu_2O massif (2.17eV) sont attribuées aux effets de confinement quantiques causés par la faible taille des cristallites.[5]

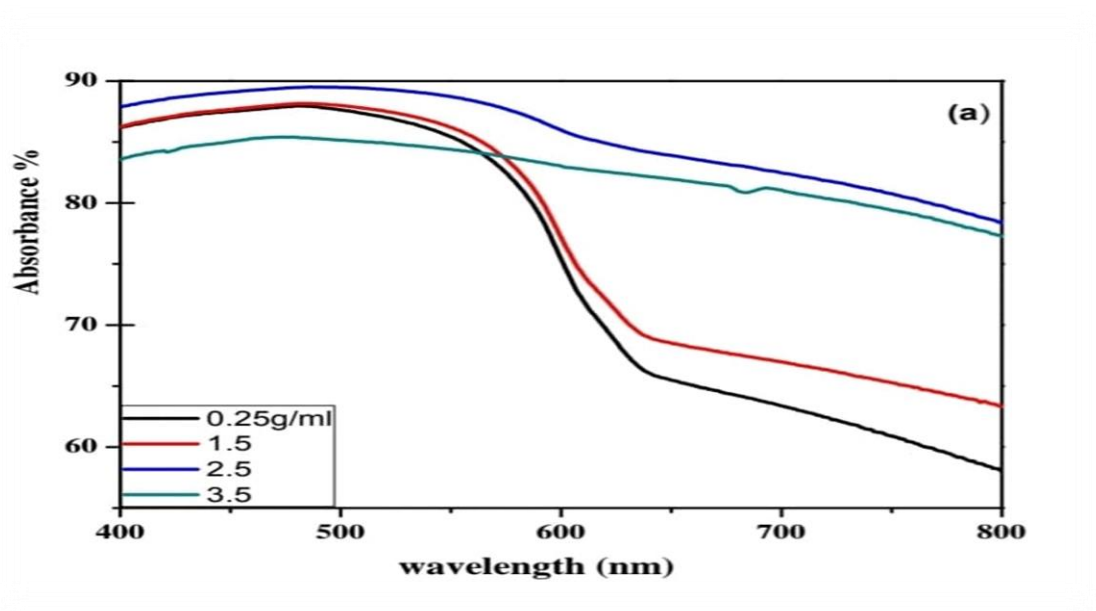


Figure II.45: (a) Spectres UV-Vis de Cu_2O avec différentes concentrations d'ALE.

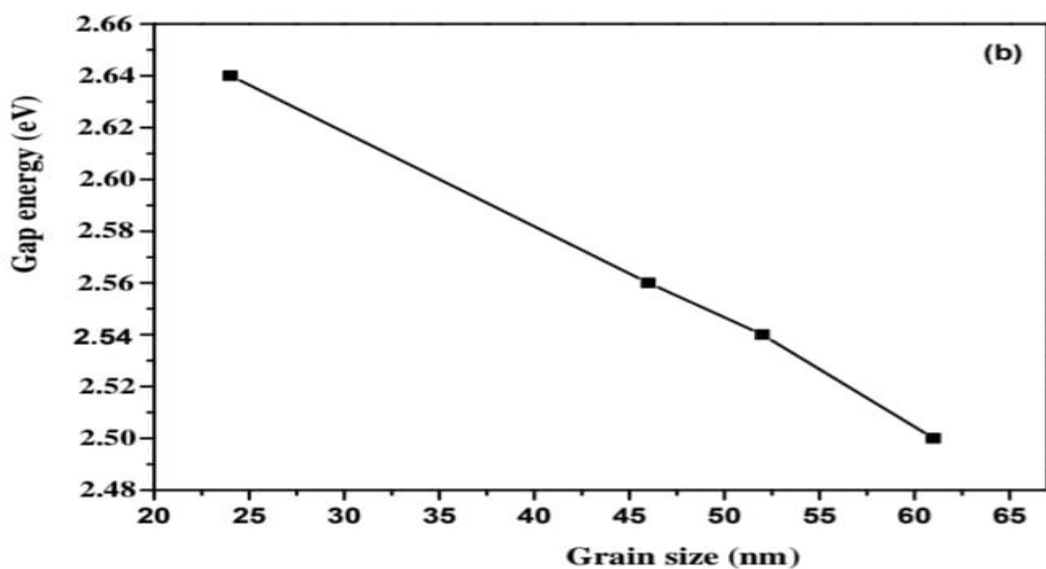


Figure II.46: Variation de l'énergie de gap en fonction de la taille des cristallites.

Références bibliographiques

- [1] https://en.m.wikipedia.org/wiki/Characterization_of_nanoparticles?fbclid=IwAR2xCgHy4XLziK-nh5KE6alpDlpR88tONa1lEkue4InvkV3ijze7EXW-_M.
- [2] Chung, Ill-Min, et al. "Green synthesis of copper nanoparticles using Eclipta prostrata leaves extract and their antioxidant and cytotoxic activities." *Experimental and therapeutic medicine* 14.1 (2017): 18-24.
- [3] Andrieux-Ledier, Amandine. *Elaboration de nanoparticules d'argent par réduction de sels métallo-organiques: contrôle de taille, stabilité, organisation et propriétés physiques*. Diss. Université Pierre et Marie Curie-Paris VI, 2012.
- [4] H.Bozetine, Q.Wang, A. Barras, M.Li, T. Hadjersi, S. Szunerits, R. Boukherroub " Green chemistry approach for the synthesis of ZnO carbon dots nanocomposites with good photocatalytic properties under visible ligh" *Journal of Colloid and Interface Science* . 2015. 465.286-294.
- [5] Kerour, Ahlem, and Smail Boudjadar. *Synthèse écologique des nanoparticules des oxydes de cuivre et application photocatalytique*. Diss. 2018 جامعة الإخوة منتوري قسنطينة،
- [6] K.Janssens et R. V. Grieken, «MICROANALYSE NON DESTRUCTIVE DES MATERIAUX DU PATRIMOINE CULTUREL», 2004
- [7] Sutradhar, Prasanta, Mitali Saha, and Debasish Maiti. "Microwave synthesis of copper oxide nanoparticles using tea leaf and coffee powder extracts and its antibacterial activity." *Journal of Nanostructure in Chemistry* 4.1 (2014): 86
- [8]] Nasrollahzadeh, Mahmoud, S. Mohammad Sajadi, and Akbar Rostami-Vartooni. "Green synthesis of CuO nanoparticles by aqueous extract of Anthemis nobilis flowers and their catalytic activity for the A3 coupling reaction." *Journal of colloid and interface science* 459 (2015): 183-188.
- [9] Nasrollahzadeh, Mahmoud, S. Mohammad Sajadi, and Arezo Hatamifard. "Anthemis xylopoada flowers aqueous extract assisted in situ green synthesis of Cu nanoparticles supported on natural Natrolite zeolite for N-formylation of amines at room temperature under environmentally benign reaction conditions." *Journal of colloid and interface science* 460 (2015): 146-153.
- [10] قريشة, سلمان, ساسية. "la synthèse verte des nanoparticules métallique de cuivre CuO par l'extrait Moringa." (2018).
- [11] Saranyaadevi, K., et al. "Synthesis and characterization of copper nanoparticle using Capparis zeylanica leaf extract." *Int J Chem Tech Res* 6.10 (2014): 4533-4541.
- [12] Nasrollahzadeh, Mahmoud, et al. "Green synthesis of Pd/CuO nanoparticles by Theobroma cacao L. seeds extract and their catalytic performance for the reduction of 4-

nitrophenol and phosphine-free Heck coupling reaction under aerobic conditions." *Journal of colloid and interface science* 448 (2015): 106-113.

[13] Jayakumarai, G., et al. "Phytofabrication and characterization of monodisperse copper oxide nanoparticles using *Albizia lebbek* leaf extract." *Applied Nanoscience* 5.8 (2015): 1017-1021.

[14] Nethravathi, P. C., et al. "Tinospora cordifolia mediated facile green synthesis of cupric oxide nanoparticles and their photocatalytic, antioxidant and antibacterial properties." *Materials Science in Semiconductor Processing* 33 (2015): 81-88.

La partie évaluation

Chapitre III:
Évaluation de l'activité
catalytique des
Oxydes de nanoparticules
de cuivre

III. 1. Evaluation de l'activité catalytique des nanoparticules des Oxydes de cuivre:

III. 1.1. Activité antibactérienne des nanoparticules de CuO Extrait du thé:

L'activité antibactérienne des nanoparticules de CuO a été testée contre six microbes pathogènes humains à savoir, *Shigella dysenteriae* 1, *Vibrio cholerae* non.0139 (L4), *Vibrio cholerae* non.0139, *Streptococcus pneumoniae*, *Staphylococcus aureus* et *Escherichia coli*. Le test antimicrobien a été réalisé en utilisant la diffusion sur disque méthode. Des solutions de nanoparticules de CuO ont été préparées en eau ayant différentes concentrations de 200, 100, 50 et 1 µg / disc. Les micro-organismes tests (fraîchement cultivés en Bouillon Luria Britani) ont étéensemencés dans le milieu respectif (agar – agar) en étalant 40µl de chaque souche, en utilisant méthode de la plaque étalée. Les disques papier autoclavés (5 mm) de diamètre et 0,4 mm d'épaisseur) ont ensuite été placés dans boîtes de Pétri de 100 mm de diamètre, contenant des micro-organismes d'essai dans un milieu gélosé, suivies de l'ajout de différentes concentrations de solutions dans chaque disque. L'eau était appliqué comme contrôle pour chaque solution. Les assiettes étaient alors incubé à 37C° pendant une nuit. L'antimicrobien les activités ont été évaluées en mesurant la zone d'inhibition en millimètres (mm). La valeur moyenne des lectures a été enregistrée après avoir répété chaque expérience trois fois.[1]

III.1.2. Evaluation de l'activité catalytique des CuO NPs Extrait du *Anthemis nobilis*:

réaction de couplage L'efficacité des CuO NP pour la synthèse des propargylamines a été examiné en optimisant les conditions de réaction dans la réaction de couplage A3 entre le benzaldéhyde (1,0 mmol) et la pipéridine (1.2 mmol) et phénylacétylène (1,5 mmol) comme réaction modèle. L'effet du solvant sur le l'activité a été examinée avec différents solvants car la sélection du solvant est parfois cruciale dans les réactions de couplage. Parmi les solvants testés, le toluène comme solvant et 8,0% en mole de le catalyseur a donné le meilleur résultat.

Dans les conditions de réaction optimisées, d'autres aldéhydes ont été réagit avec diverses amines aliphatiques et phénylacétylène qui a également donné le produit de couplage A3 avec un bon rendement .

Le substituant de l'aldéhyde semblait avoir prononcé affecte à la fois le temps de réaction et le rendement isolé. Tous les deux les aldéhydes aromatiques et aliphatiques, y compris ceux portant des groupes fonctionnels, ont subi la réaction de couplage A3 en douceur pour

fournissent les propargylamines correspondantes avec de bons rendements. Différentes amines telles que la pipéridine, la pyrrolidine et la morpholine ont également un effet sur la réaction. Il a été constaté que la pipéridine donne de meilleurs résultats en terme de rendement et de temps de réaction que les autres les amines. Une comparaison de certains protocoles sélectionnés dans la littérature et qui montre que CuO NPs est un catalyseur également ou plus efficace en ce qui concerne le temps de réaction et le rendement que ceux rapportés précédemment.[2]

III. 1.3. Evaluation de l'activité catalytique de la zéolithe Natrolite / NPs Cu

grâce à la préparation de formamides (Anthemis xylopoda):

Dans ce travail, nous rapportons une nouvelle méthode pour l'activation de l'acide formique en tant qu'agent N-formylant en utilisant la zéolithe Natrolite / Cu NP dans des conditions sans solvant. Les produits souhaités sont obtenus avec des rendements bons à excellents. Parmi les agents de formylation dans la N-formylation des amines, l'acide formique a reçu beaucoup d'attention en raison de ses propriétés d'intérêt telles que non explosives, ininflammables et non coûteuses. En outre, il peut être facilement stocké et n'est ni sensible à l'humidité ni très volatile. L'acide formique aqueux (85%) a précédemment été rapporté comme agent de formylation sous chauffage conventionnel. Cependant, cette méthode nécessite un piège de Dean-Stark dans des conditions de reflux dans le toluène et implique de longs temps de réaction. Ainsi, il nous a encouragés à explorer plus avant l'activité catalytique de la zéolithe Natrolite/ NP de Cu pour la N-formylation des amines.

Dans un premier temps, nous avons choisi d'étudier la réaction entre l'aniline et l'acide formique comme réaction modèle en présence de divers catalyseurs. Les expériences de contrôle montrent qu'il n'y a pas de réaction en l'absence de catalyseur. Cependant, l'ajout du catalyseur au mélange a rapidement augmenté la synthèse de produit à haut rendement. Comme le montre le tableau 1, parmi les différents catalyseurs testés, les zéolithes Natrolite / Cu NPs ont conduit à une conversion significative. L'effet du chargement du catalyseur sur le modèle de N-formylation réaction a également été étudié. Comme le montre le tableau 1, avec l'augmentation de la quantité de catalyseur de 0,0 à 0,015 mmol, le rendement de la réaction a été amélioré en conséquence à 95%. Non significatif une amélioration du rendement a été observée avec l'utilisation de quantités de catalyseur. L'utilisation d'un excès d'acide formique n'a eu aucun effet significatif sur le temps de réaction et le rendement. Avec les conditions

CHAPITRE III: Evaluation de l'activité catalytique des nanoparticules des Oxydes de cuivre

optimales en main, nous avons examiné le portée de cette réaction avec une série d'aromatiques, hétérocycliques et amines aliphatiques. Selon les résultats résumés toutes les amines primaires et secondaires ont réagi en douceur pour donner les formamides correspondants avec des rendements bons à excellents bien que des temps de réaction relativement plus longs sont nécessaires pour les amines secondaires. En conséquence, lorsqu'un mélange d'aniline et de diphénylamine était traité à l'acide formique dans les conditions optimisées, uniquement l'aniline a été convertie avec une excellente chimiosélectivité tandis que la diphénylamine est restée presque intacte. Pour étudier le effets de la nature des substituants sur le cycle benzénique de l'aniline, divers formamides ont été synthétisés à partir de différents amines aromatiques contenant à la fois des groupes de libération et de retrait d'électrons avec des rendements élevés dans des conditions optimisées. Auparavant, la N-formylation de la 4-nitroaniline était trouvé difficile. Il est bien connu que le groupe amino en 4-la nitroaniline est de très faible basicité et donc difficilement acylée. Contrairement aux méthodes précédemment rapportées, la méthode peut être appliquée à la conversion de la 4-nitroaniline peu réactive. L'O-formylation des phénols n'a pas eu lieu. Cela a été trouvé que cette réaction est chimiosélective, et seul le produit de N-formylation a été formé avec des molécules contenant à la fois le groupe amino., la morpholine et la N-phénylpipérazine ont également été commodément converties à leurs formamides correspondants avec d'excellents rendements et Dans une méthode similaire, la quantité d'aniline a été augmentée de 2 à 50,0 mmol et a constaté que la réaction se déroule avec succès et le produit N-phénylformamide obtenu avec un rendement élevé. Donc; les méthodologie est particulièrement appropriée pour conduire la réaction dans une échelle relativement plus grande sans aucune difficulté car il ne nécessitent l'addition concomitante de bases, d'acides ou de catalyseurs. Les inconvénients importants des ouvrages littéraires sont longs temps de réaction, faible rendement, conditions de réaction difficiles et utilisation de solvant organique relativement volatil et de catalyseurs homogènes qui ne peuvent pas être facilement récupérés et réutilisés. Aucun des inconvénients mentionnés n'est observé dans notre méthode. Ainsi, notre proposition La méthode peut être considérée comme une procédure verte dont la réaction se déroulera dans des conditions thermiques et sans solvant. Par rapport à d'autres méthodes, cette méthode est applicable pour la N formylation des amines secondaires et des amines encombrées telles que la dibenzylamine et la diphénylamine. Également, réaction de N-formylation a été observée avec la 4-nitroaniline et la 2-toluidine Afin de montrer l'accessibilité du présent travail en comparaison avec les résultats rapportés dans la littérature,

CHAPITRE III: Evaluation de l'activité catalytique des nanoparticules des Oxydes de cuivre

nous avons résumé certains des résultats de la N-formylation de la benzylamine. Les résultats montrent que la zéolite / Cu NPs Natrolite est la plus efficace catalyseur par rapport au temps de réaction et aux rendements du produit.

Aussi, du point de vue de la « chimie verte » et pour des raisons d'économie et de pollution, les méthodes sans solvant présentent un grand intérêt pour rendre les procédures classiques plus propres, sûres et faciles à réaliser. Les NP de zéolite Natrolite/Cu ont probablement un rôle important dans la promotion de la synthèse de formamides en tant qu'acide de Lewis. Le catalyseur peut présenter une complexation vis-à-vis du groupe carbonyle de l'acide formique et peut ainsi renforcer le caractère électrophile. Cela implique l'activation du groupe carbonyle sur la surface du catalyseur et l'attaque nucléophile subséquente de l'amine et l'élimination de H₂O.[3]

III. 1.4. Etude antimicrobienne sur les CuNPs Extrait du Capparis zeylanica :

L'étude antimicrobienne des CuNPs synthétisés verts a été établie contre les Gram négatif et bactéries pathogènes à Gram positif telles que Staphylococcus aureus (Gram positif), E-coli et Pseudomonas aeruginosa (gram négatif) en utilisant la méthode de diffusion sur disque comme indiqué montre la zone de inhibition (ZOI) pour différents pathogènes des nanoparticules de cuivre. Ce résultat a été efficace lorsque le on a observé que la concentration de nanoparticules de cuivre augmentait avec l'augmentation de la zone d'inhibition. Cependant, la zone d'inhibition a été observée pour être plus dans les bactéries à Gram négatif par rapport à Gram bactéries positives. Ceci est principalement dû aux différences dans les structures membranaires des agents pathogènes bactériens. les valeurs maximales de ZOI ont été observées à 11 mm dans les bactéries E-coli pour une concentration de 100 µl de CuNPs . Les valeurs de ZOI observées par Pseudomonas aeruginosa et Staphylococcus aureus se sont avérées être 10mm comme indiqué. S. Renganathan et coll.[4]

III. 1.5. Evaluation de l'activité catalytique des NP Pd / CuO par Heck réaction de couplage(cacao L):

Dans l'étape suivante, nous avons testé l'activité catalytique des NP Pd / CuO pour la réaction de couplage de Heck. Nous avons initialement sélectionné l'iodobenzène styrène comme réaction modèle et examiné les effets de la base et des solvants à ce sujet. Les expériences de contrôle montrent que il n'y a pas de réaction en l'absence de catalyseur. Comme le montre le

CHAPITRE III: Evaluation de l'activité catalytique des nanoparticules des Oxydes de cuivre

tableau 1, la réaction a été influencée de manière significative par le solvant utilisé., DMF était le solvant le plus efficace pour cette réaction. Après avoir choisi DMF comme solvant, nous avons examiné plusieurs bases différentes. C'était ont observé que la réaction était influencée de manière significative par la base utilisé et le meilleur résultat obtenu dans le cas de Et₃N . L'effet de la charge du catalyseur a été sondé. C'est une question clé à noter que la quantité de catalyseur au palladium joue un rôle important rôle dans les rendements du produit. Les charges de catalyseur de 3,0% en mole étaient généralement nécessaire pour obtenir une conversion quantitative avec la plupart des substrats.Comme vous pouvez le voir, avec l'augmentation de la quantité de catalyseur(5,0% molaire), le rendement en produit souhaité ne change pas beaucoup, mais en réduisant la quantité de catalyseur(1,0%en mole) a diminué le rendement du produit. le meilleur résultat a été obtenu avec de l'iodobenzène (1,0 mmol), du styrène(1,5% mmol), Pd / CuO NPs (3,0 mol%) et 4,0 mL de DMF à 110 C°ce qui a donné au produit un excellent rendement.Ensuite, nous avons examiné l'utilité des NP Pd / CuO avec aryle les halogénures contiennent à la fois des électrons libérant et attirant des électrons groupes, il est évident que notre méthode est raisonnablement générale et peut être appliquée à plusieurs types d'halogénure d'aryle. Dans tous les cas, ce protocole a permis d'obtenir les produits souhaités en bon excellents rendements. De plus, l'encombrement stérique du substituant ne n'influence pas le rendement du produit dans la réaction de Heck de désactivée halogénures d'aryle utilisant des NP Pd / CuO .

Dans d'autres études, nous avons étudié les performances du Système Pd / CuO NPs utilisé pour catalyser les réactions avec différents halogénures d'aryle et diverses oléfines. Le neutre aux électrons•Les iodures et bromures d'aryle riches en électrons et pauvres en électrons ont réagi avec des oléfines pour générer les produits de couplage croisé correspondants avec des rendements bons à excellents. Le catalyseur l'efficacité du couplage des dérivés chlorés est aussi bonne que celle du bromo dérivés.

III. 1.5.1Évaluation de l'activité catalytique des NP Pd / CuO par réduction du 4-nitrophénol:

Le 4-nitrophénol (4-NP) est considéré comme l'un des polluants les plus réfractaires dans les eaux usées générées par des sources industrielles comme les entreprises qui fabriquent des explosifs et des colorants. Ça peut endommager le système nerveux central, le foie, les reins et le sang les humains et les animaux. La dégradation du 4-NP en produit non dangereux est difficile en raison de sa grande stabilité et de sa faible solubilité dans eau. La réduction ou la

CHAPITRE III: Evaluation de l'activité catalytique des nanoparticules des Oxydes de cuivre

conversion du 4-NP acquiert une grande importance tant sur le plan environnemental qu'industriel. Sa réduction produit, le 4-aminophénol (4-AP), est très utile dans une multitude d'applications qui incluent la préparation de médicaments analgésiques et antipyrétiques, comme révélateur photographique, comme inhibiteur de corrosion, etc. Il est donc hautement souhaitable de développer des systèmes catalytiques plus efficaces, durables et respectueux de l'environnement pour produire du 4-AP. Pour évaluer les performances catalytiques du Pd / CuO tel que préparé NPs, la réduction du 4-NP avec un excès de NaBH₄ était sélectionné comme réaction catalytique modale. La solution de 4-NP présente un fort pic d'absorption à 317 nm dans conditions neutres ou acides. Lors de l'ajout de NaBH₄, un décalage vers le rouge du pic de 4-NP à 400 nm a été observé. Cela est dû appliquée pour évaluer la constante de vitesse pour la réduction de 4-NP. Le l'équation cinétique de la réduction pourrait être écrite comme:

$$dC_t = dt^{-1} dA_t = dt^{-1} k C_t \text{ or } \ln \frac{C_0}{C_t} = \frac{A_0 - A_t}{\epsilon l} = k t \dots \text{III.1}$$

où C_t est la concentration de 4-NP pendant le temps de réaction t , C_0 est le concentration initiale de 4-NP, C_t est la concentration résiduelle de 4-NP en solution aqueuse pendant le temps de réaction t , A_t est l'absorbance à tout instant t , A_0 est l'absorbance au temps $t = 0$ et k la valeur mesurée constante de vitesse (s^{-1}). montre une corrélation linéaire entre $\ln (A_t / A_0)$ et le temps de réaction à température ambiante. La pseudo constante de vitesse du premier ordre (k) est de $0,055 s^{-1}$, qui est comparable à ceux rapportés précédemment. La réutilisation du catalyseur est très importants pour leurs applications pratiques. Le Pd / CuO préparé Les NP de cette étude ont été utilisés comme catalyseur recyclable dans le réduction du 4-NP par NaBH₄ sur six cycles à la formation d'ions 4-nitrophénolate dans des conditions alcalines avec NaBH₄. Comme le montre la figure 10, pendant la réaction processus, l'intensité d'absorption du 4-NP à 400 nm diminue accompagnée de l'apparition des nouveaux sommets à environ 300nm correspondant à 4-AP. Le pic d'absorption à 400 nm est complètement disparu après environ 60 s en présence de Pd / CuO NPs catalyseur (7,0 mg). En l'absence de catalyseur, la réduction de 4-NP ne se déroule pas dans les 3 h. Lorsque le catalyseur Pd / CuO NPs est utilisé pour la réduction catalytique, les NP métalliques peuvent servir de catalyseurs pour transférer les électrons de BH₄ ion au 4-Np, qui sont tous deux absorbés sur le catalyseur, conduisant à la production de 4-AP. D'autre part, plus l'électron est transféré rapidement sur la surface du catalyseur, plus la réaction est traitée rapidement. Dans notre système de réaction, la concentration de NaBH₄ est significativement supérieur à celui du 4-

NP et peut être considéré comme constant pendant la période de réaction. Ainsi, la cinétique de pseudo-premier ordre pourrait être.[5]

III.1.6.Activité antioxydante de CuNPs Extrait du *Tinospora cordifolia*:

L'activité antioxydante a été réalisée par dosage DPPH en utilisant la méthode de Brand-Williams. DPPH (oxydé forme) est un radical libre stable de couleur pourpre ayant absorption maximale à 520 nm. Son activité est inhibée due au don d'électron par une molécule antioxydante. Il en résulte un changement d'absorbance à 520 nm. 39,4 mg de Le DPPH a été dissous dans 100 ml de méthanol pour obtenir 0,14 mM concentration de DPPH dans le test. L'acide ascorbique a été utilisé en standard dans la plage de concentration de 2 à 10 mg / ml pour tracé d'étalonnage. 140 ml de DPPH 1 mM ont été mélangés avec 860 ml d'échantillon à tester et incubé à 37 °C pendant 30 min. L'absorbance a été mesurée à 520 nm contre 50% blanc de méthanol à l'aide du spectrophotomètre. L'activité antioxydante a été mesurée en référence à la norme valeurs d'absorbance de l'acide ascorbique. L'absorbance réelle a été considérée comme la différence d'absorbance du témoin et l'échantillon d'essai et la valeur IC50 ont été déterminés.

III. 1.6.1.Études antibactériennes:

L'activité antibactérienne a été criblée par la méthode de diffusion par puits d'agar contre quatre souches bactériennes, à savoir Bactérie Gram ve Klebsiella aerogenes (KA), Escherichia coli (EC), Pseudomonas desmolyticum (PD) et Gram þve bactérie Staphylococcus aureus (SA). Plaques d'agar nutritif ont été préparés et tamponnés à l'aide de verre stérile en forme de L tige avec 100 ml de culture de bouillon mature 24 h d'individu souches bactériennes. Des puits (6 mm) ont été réalisés dans chaque boîte de Pétri en utilisant le foreur de liège stérile. Différentes concentrations de Nps (500 et 1000 mg / puits) ont été utilisés pour évaluer la activité bactéricide des composés. Le matériel était préparé dans de l'eau stérile et ajouté dans les puits en utilisant micropipettes stériles. Simultanément, les antibiotiques standard (en tant que contrôle positif) ont été testés contre les pathogènes. La ciprofloxacine (Hi Media, Mumbai, Inde) a été utilisée comme contrôle positif. Ensuite, les plaques ont été incubées à 37 °C pendant 48 h. Après la période d'incubation, la zone d'inhibition de chaque puits a été mesuré et les valeurs ont été notées. Les études ont été menées en triple et la moyenne les valeurs ont été calculées pour l'antibactérien ultime activité.[6]

Références bibliographiques

- [1] Sutradhar, Prasanta, Mitali Saha, and Debasish Maiti. "Microwave synthesis of copper oxide nanoparticles using tea leaf and coffee powder extracts and its antibacterial activity." *Journal of Nanostructure in Chemistry* 4.1 (2014): 86
- [2]] Nasrollahzadeh, Mahmoud, S. Mohammad Sajadi, and Akbar Rostami-Vartooni. "Green synthesis of CuO nanoparticles by aqueous extract of *Anthemis nobilis* flowers and their catalytic activity for the A3 coupling reaction." *Journal of colloid and interface science* 459 (2015): 183-188
- [3] Nasrollahzadeh, Mahmoud, S. Mohammad Sajadi, and Arezo Hatamifard. "*Anthemis xylopora* flowers aqueous extract assisted in situ green synthesis of Cu nanoparticles supported on natural Natrolite zeolite for N-formylation of amines at room temperature under environmentally benign reaction conditions." *Journal of colloid and interface science* 460 (2015): 146-153.
- [4] Saranyaadevi, K., et al. "Synthesis and characterization of copper nanoparticle using *Capparis zeylanica* leaf extract." *Int J Chem Tech Res* 6.10 (2014): 4533-4541.
- [5] Nasrollahzadeh, Mahmoud, et al. "Green synthesis of Pd/CuO nanoparticles by *Theobroma cacao* L. seeds extract and their catalytic performance for the reduction of 4-nitrophenol and phosphine-free Heck coupling reaction under aerobic conditions." *Journal of colloid and interface science* 448 (2015): 106-113.
- [6] Nethravathi, P. C., et al. "*Tinospora cordifolia* mediated facile green synthesis of cupric oxide nanoparticles and their photocatalytic, antioxidant and antibacterial properties." *Materials Science in Semiconductor Processing* 33 (2015): 81-88.

Conclusion générale

Conclusion générale

Les nanoparticules de cuivre sont antibactériennes contre six pathogènes humains (Shigella dysentery 1, Vibrio cholerae n ° 0139 (L4), Vibrio cholerae n ° 0139, Streptococcus pneumoniae, Staphylococcus) Ainsi que des chaînes antibactériennes (Gram ve Klebsiella aerogenes (KA), Escherichia coli (EC), Pseudomonas desmolyticum (PD) et Gram pve bactérie Staphylococcus aureus (SA)). Ainsi que contre les maladies Gram-négatives et Gram-positives telles que Staphylococcus aureus (Gram-positif), E-coli et Pseudomonas aeruginosa (Gram-négatif). Nous rapportons une nouvelle méthode pour l'activation de l'affichage micronique en tant qu'agent N-formylant en utilisant la zéolite Natrolite / Cu NP dans des conditions sans solvant. les CuO NPs est un catalyseur à temps de réaction égal ou supérieur. Les CuNPs résistent à la pollution principalement grâce à la réduction du 4-nitrophénol.

Résumé

La nanotechnologie est un domaine multidisciplinaire, car elle combine les connaissances de différentes disciplines: la chimie, la physique et la biologie, entre autres. Dans ce travail, nous avons évalué l'activité catalytique des nanoparticules d'oxydes de cuivre, ainsi nous avons de la synthèse verte de nanoparticules extraites d'un groupe d'extraits végétaux .Nous avons étudié les techniques de caractérisation en utilisant une analyse UV-Vis, une analyse infrarouge à transformée de Fourier (FTIR). Analyse par diffraction des rayons X (DRX). Microscopie électronique à balayage (MEB). Analyse par rayons X à dispersion d'énergie (DES) et analyse par microscopie électronique à transmission (MET) . Enfin, nous avons conclu que les NPs Cu sont antibactériens, bons pour de nombreuses réactions et résistants à la contamination.

Mots clés : nanoparticule, d'oxydes de cuivre , synthèse verte, caractérisation.

المخلص

تعد تقنية النانو مجالاً متعدد التخصصات، لأنها تجمع بين معرفة التخصصات المختلفة: الكيمياء والفيزياء والبيولوجيا ، من بين أمور أخرى ، قمنا في هذا العمل بتقييم النشاط التحفيزي لجزيئات الأكاسيد النووية للنحاس ، وذلك قمنا بتوليف الجسيمات النووية المستخرجة من مجموعة مستخلصات نباتية ، درسنا تقنيات التوصيف باستخدام تحليل UV-Vis ، تحليل فورييه بالأشعة تحت الحمراء (FTIR). تحليل حيود الأشعة السينية (XRD). المسح المجهر الإلكتروني (MEB). تحليل الأشعة السينية المشتتة للطاقة (DES) وتحليل المجهر الإلكتروني للإرسال (MET). في الأخير توصلنا الى أن NPs Cu مضاد لعدد من بكتيريا ومحفز جيد لكثير من التفاعلات ومقاوم لتلوث.

الكلمات المفتاحية: جسيمات النانو، أكاسيد النحاس، التوليف الأخضر، التوصيف.