



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE ABOU-BEKR BELKAID - TLEMCCEN

MEMOIRE

Présenté à :

FACULTE DES SCIENCES – DEPARTEMENT DE CHIMIE

Pour l'obtention du diplôme de :

MASTER EN CHIMIE

Spécialité : Chimie des Produits Naturels

Par :

M^{elle} BENMANSOUR Ahlam & M^{elle} BENSALAH Asmaa

Sur le thème

Synthèse verte, caractérisation et activités biologiques de nanoparticules d'argent utilisant *Agave americana* L.

Soutenu publiquement le **31 mai 2023** à Tlemcen devant le jury composé de :

M ^{me} MELIANI Nawel	MCB	Université de Tlemcen	Présidente
M ^f SELLES Chaouki	Professeur	Université de Tlemcen	Encadrant
M ^f ALLALI Hocine	Professeur	Université de Tlemcen	Examineur

Année Universitaire : 2022 ~ 2023

Dédicaces

Nous dédions ce modeste travail à :

A nos chers parents,

A toutes nos familles,

A tous nos chers ami(e)s,

Remerciements

Ce travail de mémoire a été effectué au Laboratoire des Substances Naturelles et Bioactives (LASNABIO) à l'université Abou Bekr BELKAID de Tlemcen.

Nous tenons à exprimer notre gratitude et nos remerciements à notre encadreur Monsieur C. SELLES, pour nous avoir ouvert les portes de son laboratoire et pour avoir dirigé ce travail et accepter de nous encadrer, pour sa pleine disponibilité, son aide permanente et ses précieux conseils et de nous orienter dans cette démarche scientifique.

Nous remercions les membres du jury qui ont bien voulu nous honorer par leur présence pour juger ce travail. Il s'agit de : Madame N. MELIANI, Maître de conférences à l'université de Tlemcen qui m'a fait l'honneur d'accepter de présider ce jury et Monsieur H. ALLALI, professeur à l'université de Tlemcen, d'avoir accepté d'examiner ce mémoire.

Mes sincères remerciements s'adressent également à Monsieur M. BENDAHOU, Professeur à l'université de Tlemcen, pour nous avoir aidés dans la réalisation de l'activité antibactérienne.

Nous remercions Madame N. BENMANSOUR, pour son précieux soutien, son aide et sa disponibilité, qui ont été pour nous une source de motivation.

Nos remerciements vont également aux responsables du laboratoire de recherche « Macromolécules » de l'université de Tlemcen et en particulier à Sidi Ahmed ingénieur de laboratoire pour la réalisation des analyses par Zetasizer et Infrarouge.

Que Madame K. BELBACHIR Ingénieur de laboratoire de recherche Spectrochimie et pharmacologie structurale (LSPC), reçoive mes remerciements pour son aide.

Nous remercions également tous les membres des laboratoires LSPC et LASNABIO pour leur accueil, leur sympathie ainsi que leur disponibilité tout au long de notre mémoire.

Sommaire

<i>Introduction générale</i>	1
------------------------------------	---

PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre I : Les nanoparticules d'argent

I. Nanoparticules	3
II. Nanoparticules d'argent.....	3
II.1. Propriétés des nanoparticules d'argent	4
II.2. Applications des nanoparticules d'argent	4
II.3. Synthèse des nanoparticules d'argent.....	6
II.4. Mécanisme de formation des nanoparticules d'argent.....	7
II.5. Techniques de caractérisation des nanoparticules d'argent.....	8
II.6. Toxicité des nanoparticules d'argent	8

Chapitre II : Présentation de la plante étudiée

I.1. Classification botanique	9
I.2. Description botanique	9
I.3. Distribution.....	10
I.4. Usages traditionnels	10
I.5. Les études précédentes effectuées sur <i>Agave americana</i> L.	10

PARTIE EXPERIMENTALE

Chapitre I : Matériel et méthodes

I. Matériel végétal	12
II. Synthèse verte des nanoparticules d'argent.....	12
II.1. Préparation des extraits	12
II.2. Criblage phytochimique.....	14
II.3. Extraction des composés phénoliques	15
II.4. Biosynthèses des nanoparticules d'argent.....	15

II.5. Facteurs influençant la synthèse de nanoparticules d'argent.....	16
II.6. Purification.....	17
III. Caractérisation des nanoparticules d'argent.....	17
IV. Activités biologiques des nanoparticules d'argent.....	19
IV.1. Activité antioxydante	19
IV.2. Activité antibactérienne des nanoparticules d'argent.....	20

Chapitre II : Résultats et discussion

I. Rendements des extractions.....	22
II. Criblage phytochimique	22
III. Biosynthèse des nanoparticules d'argent	23
III.1. Obtention des nanoparticules d'argent	23
III.2. Caractérisation des nanoparticules d'argent	24
1. Etude spectrale Ultraviolet- visible.....	24
2. Analyse des nanoparticules d'argent par l'infrarouge	30
3. Analyse des nanoparticules d'argent par diffraction des rayons X.....	32
4. Analyse granulométrique des nanoparticules d'argent	33
IV. Activités biologiques <i>in vitro</i>	34
IV.1. Évaluation de l'activité antioxydante	34
IV.2. Évaluation de l'activité antibactérienne	37
<i>Conclusion générale</i>	39
Références bibliographiques	41

Annexes

Résumé

Liste des abréviations

ABS :	: Absorbance
AgNPs.	: Nanoparticules d'argent
AgNPs aqueux	: Nanoparticules d'argent synthétisées à partir de l'extrait aqueux
AgNPs sec	: Nanoparticules d'argents synthétisées à partir de l'extrait sec
C	: Concentration
Ex aqueux	: Extrait aqueux
DRX	: Diffraction des rayons X
DPPH	: 2, 2-Diphényl-1- Picrylhydrazyle
FRAP	: Ferric Reducing Antioxidant Power
FTIR	: Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier.
IC₅₀	: Concentration d'inhibition de 50% des radicaux libres
UV-Visible	: Ultraviolet-visible
T. Positif	: Témoin positif.

Liste des tableaux

Tableau 01 : Méthodes de synthèse des nanoparticules d'argent	6
Tableau 02 : Classification systématique de <i>Agave americana</i> L.	9
Tableau 03 : Données de localisation de la plante étudiée et date de récolte	12
Tableau 04 : Modes d'extraction de <i>Agave americana</i> et leurs rendements.	23
Tableau 05 : Résultats des tests qualitatifs de <i>Agave americana</i> L	24
Tableau 06 : Effets des différents paramètres sur la synthèse des AgNPs.	28
Tableau 07 : Tailles des nanoparticules d'argent synthétisées	33
Tableau 08 : Valeurs des IC ₅₀ de l'extrait aqueux et de nanoparticules d'argent correspondantes par la méthode DPPH.....	35
Tableau 09 : Valeurs des IC ₅₀ de l'extrait aqueux et de nanoparticules d'argent correspondantes par la méthode FRAP.	36
Tableau 10 : Moyennes des zones d'inhibition d'extrait aqueux et des nanoparticules d'argent correspondantes	38

Liste des figures

Figure 01 : Mécanisme de formation des nanoparticules d'argent	7
Figure 02 : <i>Agave americana</i> L.....	10
Figure 03 : Etapes de préparation de l'extrait aqueux.....	13
Figure 04 : Etapes de préparation de l'extrait par solvants organiques	12
Figure 05 : Synthèse de nanoparticules d'argent	17
Figure 06 : Spectrophotomètre U V-Visible	17
Figure 07 : Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier	18
Figure 08 : Appareil de diffraction des rayons X.....	18
Figure 09 : Analyseur de particules Nano ZS (ZetaSizer)	19
Figure 10 : Etapes de la stratégie expérimentale.....	22
Figure 11 : Nanoparticules d'argent en poudre.....	25
Figure 12 : Spectres d'absorbance des AgNPs et de l'extrait aqueux des feuilles fraîches de <i>A. americana</i> L.	26
Figure 13 : Spectres d'absorbance des AgNPs et de l'extrait aqueux des feuilles sèches de <i>A. Americana</i> L.	27
Figure 14 : Spectres d'absorbance des AgNPs et des extraits de saponosides et de flavonoïdes des feuilles sèches de <i>A. americana</i> L.....	30
Figure 15 : Spectres infrarouge des AgNPs et des extraits aqueux correspondants de <i>A. americana</i> L.	31
Figure 16 : Spectre DRX des nanoparticules d'argent synthétisées.....	32
Figure 17 : Tailles moyennes des nanoparticules d'argent	33

Figure 18 : Activité de piégeage du DPPH de l'extrait de <i>A. americana</i> et des AgNPs correspondantes	34
Figure 19 : Pouvoir réducteur du fer de l'extrait de <i>A. americana</i> et des AgNPs correspondantes	36
Figure 20 : Activité antibactérienne des AgNPs et de l'extrait aqueux correspondant	37

Introduction générale

Les plantes médicinales sont une source de richesse en raison de leurs extraits. Cependant, elles procurent des avantages économiques importants en raison de leur applicabilité dans divers domaines tels que l'industrie alimentaire, cosmétique et pharmaceutique [1].

Grâce à la grande variété de principes actifs, les plantes font l'objet de recherches scientifiques de plus en plus nombreuses. En effet, ces recherches ont conduit à des résultats extraordinaires et ont permis la découverte des substances qui font maintenant partie intégrante de nos vies [1].

De nos jours, la production de nanoparticules se concentre sur la synthèse verte à partir d'extraits de différentes parties de plantes. Les agents polyvalents de réduction et de stabilisation de l'extraction végétale pour la synthèse biologique des nanoparticules sont utilisés pour mettre en œuvre la chimie verte. L'extraction de plantes non toxiques pour la synthèse de nanoparticules offre des agents de coiffage naturels. Par ailleurs, en termes de coût pour la synthèse d'une nanoparticule ; l'extraction de plantes améliore la rentabilité par rapport à l'isolement de micro-organismes pour la faisabilité de la synthèse de nanoparticules. Récemment, il y a un intérêt croissant pour la synthèse de nanoparticules métalliques par des méthodes « vertes ». À cet effet, des extraits de différentes plantes ont été essayés avec succès comme agents réducteurs [2].

Ce travail de mémoire a donc pour objectif l'élaboration de nanoparticules d'argent par un procédé simple, rapide et propre vis-à-vis de l'environnement et du manipulateur. En plus, la caractérisation de ces nanoparticules ainsi que certaines activités biologiques ont été investiguées. Pour ce faire, nous avons choisi de préparer les nanoparticules d'argent en dispersion aqueuse en utilisant quelques extraits de la plante *Agave americana* L. comme bio-réducteur.

Notre travail est constitué de deux parties :

La première partie concerne l'étude bibliographique sur :

- La description des nanoparticules d'argent, leurs propriétés, leurs méthodes de synthèse ainsi que leurs diverses applications.

- La description de la plante choisie ainsi que les travaux antérieurs sur l'espèce en question.

La deuxième partie est consacrée à :

- La biosynthèse des nanoparticules d'argent à partir de quelques extraits de la plante en tenant compte de quelques paramètres pouvant influencer cette synthèse.
- La caractérisation de ces nanoparticules par différentes techniques spectroscopiques.
- L'évaluation des activités antioxydante (DPPH et FRAP) et antibactérienne des nanoparticules d'argent synthétisées.

Enfin, une discussion des résultats obtenus et une conclusion couronneront les travaux réalisés dans ce mémoire.

PARTIE
BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre I :

Les nanoparticules d'argent

I. Nanoparticules

I.1. Définition

Une nanoparticule est une petite particule qui a une taille qui varie de 1 à 100 nanomètres. Ce qui intrigue avec les nanomatériaux, ce sont leurs propriétés physiques et chimiques qui diffèrent de celles qu'ils possèdent lorsqu'ils sont de taille infinitésimale ou microscopique. Elle se caractérise par le fait que plus la surface spécifique est élevée, plus la taille des particules est faible, ce qui peut conduire à des activités biologiques plus importantes [3].

I.2. Provenance des nanoparticules

Les sources de nanomatériaux peuvent être classifiées en trois catégories principales selon leur origine :

- Les nanomatériaux accidentels, qui sont produits accidentellement en tant que sous-produit de processus industriels tels que les nanoparticules produites à partir des gaz d'échappement de véhicules [4].
- Les nanomatériaux manufacturés qui sont fabriqués par l'homme. [4].
- Les nanoparticules naturelles contenues dans les poussières d'érosion volcanique, d'éruption ou les embruns marins [5].

I.3. Utilisation des nanoparticules

Les nanoparticules métalliques se sont révélées utiles dans de nombreuses applications telles que la biomédecine [6], la catalyse [7], les agents antimicrobiens [8], les agents antispasmodiques [9], l'ingénierie tissulaire [10] et l'administration de médicaments [11].

II. Nanoparticules d'argent

L'argent est un métal précieux, de couleur blanc et brillant, il cristallise à l'état volumique en une structure cristalline cubique à faces centrées (CFC). C'est l'un des métaux les plus employés pour la synthèse des nanoparticules.

Les nanoparticules d'argent ont attiré l'attention de beaucoup de chercheurs dans le monde entier en raison de leurs éminents avantages physiques, chimiques et biologiques

découlant de leurs : forme, taille, composition et cristallinité par rapport au matériau en vrac [12].

II.1. Propriétés des nanoparticules d'argent

II.1.1. Propriétés physico-chimiques

Les nanoparticules d'argent ont une conductivité électrique et thermique élevée, une stabilité chimique, une activité catalytique [13]. L'argent métallique se déforme facilement à froid, par martelage ou étirement, et se grave facilement [14].

1) Propriétés optiques

Les AgNPs sont très efficaces dans l'absorption et la diffusion de la lumière. En effet, c'est la résonance plasmon de surface qui est responsable de ce comportement optique [15].

2) Propriétés surfaciques

Lorsque les nanoparticules sont en solution, les propriétés dominées par la surface telles que le point de fusion, la vitesse de réaction, l'action capillaire et l'adhérence sont toutes contrôlées par les molécules attachées à la surface des nanoparticules pour former une charge à double couche qui stabilise les particules et empêche l'agrégation [16].

II.1.2. Propriétés biologiques

Les AgNPs dans les milieux biologiques possèdent une large gamme d'activités en fonction de leur forme et de leurs revêtements de surface, taille et cristallinité qui décident finalement de leur action antimicrobienne et antioxydante [17].

II.2. Applications des nanoparticules d'argent

II.2.1. Dans le secteur de la santé

Les AgNPs sont très utilisées dans le milieu médical pour ses effets antibactériens. Les AgNPs douées d'une activité antioxydante sont utilisées comme onguents pour prévenir l'infection contre les brûlures et les plaies ouvertes [18]. Les AgNPs possèdent la capacité intrinsèque de fusionner avec les cellules de mammifères et de les pénétrer facilement au moyen de voies d'intériorisation axées sur l'énergie [19].

Elles sont aussi présentes dans les dispositifs médicaux comme les cathéters, les tubes endotrachéaux, les valves cardio-vasculaires [20], les membranes de dialyse, les analyseurs

d'acide désoxyribonucléique (ADN), les implants orthopédiques, les pacemakers pour limiter la formation de biofilm pathogène [21].

Une autre propriété intéressante des AgNPs repose sur leur fluorescence spécifique, ce qui en fait des candidats appropriés à des fins de détection et d'amélioration de la dose dans les applications d'irradiation aux rayons X [21].

Dans le domaine pharmaceutique, des études récentes ont montré l'utilisation potentielle des AgNPs comme vecteurs de vaccins et de médicaments pour cibler sélectivement des cellules ou des tissus spécifiques [22].

Les AgNPs sont utilisées pour les applications dentaires, en optimisant le processus de reminéralisation et en maîtrisant le développement du biofilm. Les stratégies dentaires issues des nanotechnologies visent à réduire voire supprimer l'impact clinique des caries [23].

II.2.2. Dans les produits de consommation alimentaire et la désinfection de l'eau potable

Les AgNPs sont largement applicables en tant qu'agents antibactériens pour le stockage des aliments. Les nanoparticules d'argent déposées directement sur un support de silice lui aussi nanoparticulaire, peuvent être utilisées dans les compléments alimentaires et amélioreraient les défenses immunitaires. On en retrouve aussi dans les revêtements d'ustensiles de façon à améliorer l'hygiène par leurs propriétés antibactériennes et prévenir l'apparition d'un goût métallique. L'utilisation des AgNPs pour la désinfection de l'eau suscite un grand intérêt pour le traitement des eaux usées et réduire le risque de maladies liées à la consommation [24].

II.2.3. Application cosmétique

Certains produits d'hygiène corporelle et buccale sont formulés à base de AgNPs pour lutter contre les bactéries responsables des mauvaises odeurs : shampoing, gels de douche, dentifrices, bains de bouche, déodorants. Leur présence dans les crèmes de soin pour le visage ou pour le corps améliore l'aspect de la peau, surtout si cette dernière présente des cicatrices [23].

II.2.4. Autres applications

Les nanoparticules d'argent sont utilisées dans les peintures et les vernis pour lutter contre les champignons et les moisissures [23].

En électronique, on en retrouve dans les plastiques des claviers d'ordinateur, des souris informatiques, des téléphones. Cela permet de limiter la prolifération des germes sur les surfaces [23].

En textile, les nano-argents permettent de lutter contre les bactéries à l'origine des mauvaises odeurs et aussi à la prévention des mycoses [25].

II.3. Synthèse des nanoparticules d'argent

Il existe plusieurs méthodes de synthèse de AgNPs, en raison de la taille des particules et de la consommation d'énergie par gravité. Les différentes méthodes de synthèse sont mentionnées dans le Tableau 01.

Tableau 01 : Méthodes de synthèse des nanoparticules d'argent [26].

Méthodes physiques	Méthodes chimiques	Méthodes vertes
<ul style="list-style-type: none">• Dépôt physique en phase vapeur• Broyage mécanique• Arc électrique• Laser pulsé	<ul style="list-style-type: none">• Sol - gel• Dépôt chimique en phase vapeur• Pyrolyse• Réduction électrochimique	<ul style="list-style-type: none">• Extrait de plante• Bactéries• Champignons
Toxique	Toxique	Non Toxique

II.3.1. Méthodes physiques

La synthèse physique des AgNPs implique des processus mécaniques et des processus basés sur la vapeur. Des énergies sont utilisées pour réduire la taille des particules ; énergie mécanique, alimentation électrique, photo-énergie et énergie thermique [26].

II.3.2. Méthodes chimiques

Les méthodes chimiques de préparation de AgNPs incluent la réduction chimique dans une solution aqueuse ou non aqueuse, la réduction électrochimique, la voie micellaire inverse, la voie photo catalytique et la réduction biochimique...etc.

En raison de sa simplicité, la synthèse chimique des nanoparticules est la technique la plus largement utilisée pour former des solutions colloïdales de nanoparticules métalliques.

De plus, parmi toutes les techniques de synthèse, elle offre probablement le meilleur contrôle de la taille et de la forme. Elle repose principalement sur l'utilisation de trois composants, des précurseurs métalliques, des agents réducteurs ou stabilisants [26].

II.3.3 Méthodes vertes

➤ Synthèse microbienne de nanoparticules d'argent

La synthèse biologique des AgNPs à partir des organismes (les bactéries, les champignons et les levures) se fait par substitution d'agents réducteurs ou stabilisants [26].

➤ Synthèse de nanoparticules d'argent à partir d'extraits de plantes

La synthèse de AgNPs à l'aide d'extraits de plantes est devenue la piste la plus privilégiée de nombreux chercheurs. En effet, les nanoparticules à base d'extraits végétaux sont disponibles localement, respectueuses de l'environnement, peu coûteuses et donnent le rendement le plus élevé. Les extraits de plantes ont une variété de métabolites qui peuvent aider à réduire les ions argent et sont plus rapides à synthétiser par rapport aux microbes [26], [27].

II.4. Mécanisme de formation des nanoparticules d'argent

L'extrait aqueux réagit avec la solution d'argent pour former une solution marron foncé en raison de la conversion de l'ion argent en AgNPs.

Selon la littérature, le mécanisme de formation des nanoparticules tient compte de la richesse des extraits végétaux en polyphénols. La présence de l'ion Ag^+ provoque l'oxydation des groupements hydroxyles pour former un complexe intermédiaire d'argent suivi de quinones et d'ions Ag^+ , ce dernier étant réduit en Ag métallique en présence d'électrons libres [28].

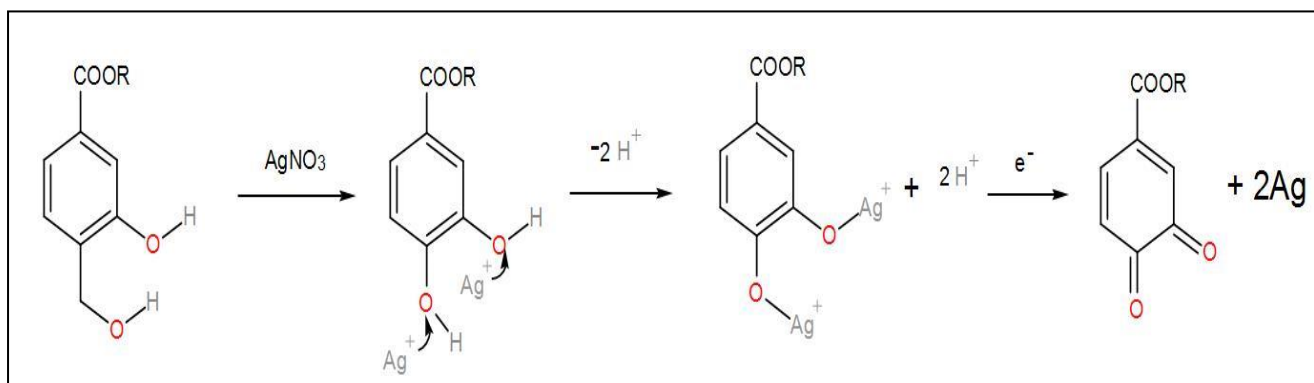


Figure 01 : Mécanisme de formation des nanoparticules d'argent [28].

II.5. Techniques de caractérisation des nanoparticules d'argent

II.5.1. La spectroscopie Ultraviolet-visible

La spectroscopie UV-Visible est une méthode simple, facile et sensible et est considérée parmi les techniques les plus couramment utilisées pour caractériser les nanoparticules. Cela implique de quantifier la quantité de rayonnement UV- Visible absorbée par un composant en solution, et mesurer le rapport de l'intensité des deux faisceaux lumineux [29]. Dans les AgNPs, les bandes de conduction et de valence sont très proches l'une de l'autre dans lesquelles les électrons se déplacent librement. Ces électrons libres forment une bande d'absorption de résonance plasmonique de surface, due à l'oscillation collective des AgNPs [30].

II.5.2. La spectrométrie Infra Rouge à Transformée de Fourier

La FTIR est un moyen non invasif, pertinent, précieux, rentable et simple pour étudier le rôle des biomolécules dans la conversion de AgNO₃ en argent. Lorsque le rayonnement traverse l'échantillon, une partie de ce rayonnement est absorbée et retenue par cet échantillon. Le spectre résultant représentant l'absorption et la transmission représente son identité [29].

II.5.3. La microscopie

➤ La microscopie électronique à balayage

C'est une technique couramment utilisée qui permet d'observer la microstructure et peut identifier les produits chimiques à l'échelle locale et même globale de l'échantillon [31].

➤ La microscopie électronique à transmission

C'est un outil fondamental pour l'étude des matériaux à l'échelle du nanomètre. Utilisé en mode conventionnel, elle permet la détermination de la taille, de la dispersion et de la cristallinité des nanoparticules [31].

II.6. Toxicité des nanoparticules d'argent

Le domaine de la nanomédecine exige une analyse approfondie de la sécurité des produits avant qu'ils ne pourraient être commercialisés [32]. Les problèmes de toxicité explicites, tels que des réactions allergiques distinctes ou des dysfonctionnements, n'ont pas été observés jusqu'à présent [33]. Une affection cutanée dramatique appelée argyrose est observée lorsque les lacérations sont guéries avec des concentrations plus élevées d'argent.

Chapitre II :

Présentation de la plante étudiée

I. L'espèce *Agave americana* L.

Agave americana L., ordinairement appelé *Agave américain*, *Agave d'Amérique*, est une espèce d'agaves de la famille des Agavacées. Elle est également nommée choka bleu à La Réunion. C'est une espèce d'origine de l'Amérique du Nord. Elle est largement utilisée en horticulture, comme boisson et aussi comme plante médicinale [34].

I.1. Classification botanique [35]

Tableau 02 : Classification systématique de *Agave americana* L.

Règne	Plante
Division	Magnoliophyta
Classe	Monocotylédones
Ordre	Liliales
Famille	Agavacées ou Amaryllidacées
Genre	Agave
Nom scientifique	<i>Agave americana</i> L.
Nom vernaculaire	Agave d'Amérique, choka bleu

I.2. Description botanique

Il s'agit d'une plante vivace grasse, atteignant 2,5 m de haut, dont la partie souterraine forme le rhizome. La partie aérienne est constituée d'une hampe florale longue et de grandes feuilles fibreuses dures, charnues et épineuses aux bords et au-dessus. Ces feuilles mesurant jusqu'à 2 m de long et s'enroulant vers le haut, sont formées d'un épi de 5 cm de long. Comme les cactus, les extrémités de feuilles et les tissus charnus contiennent beaucoup d'eau.

Cette plante a une croissance lente lorsqu'une seule inflorescence apparaît au centre de l'astérisque de la feuille après 10 ans. Au fur et à mesure que cette rose mûrit, une tige centrale de 5 à 8 m de haut s'installe. Elle porte aux extrémités des branches des grappes denses de fleurs jaune-vert avec un ovaire en dessous. Ces fleurs sont constituées d'une corolle verte à cylindrique et de très longues étamines jaunes [35].

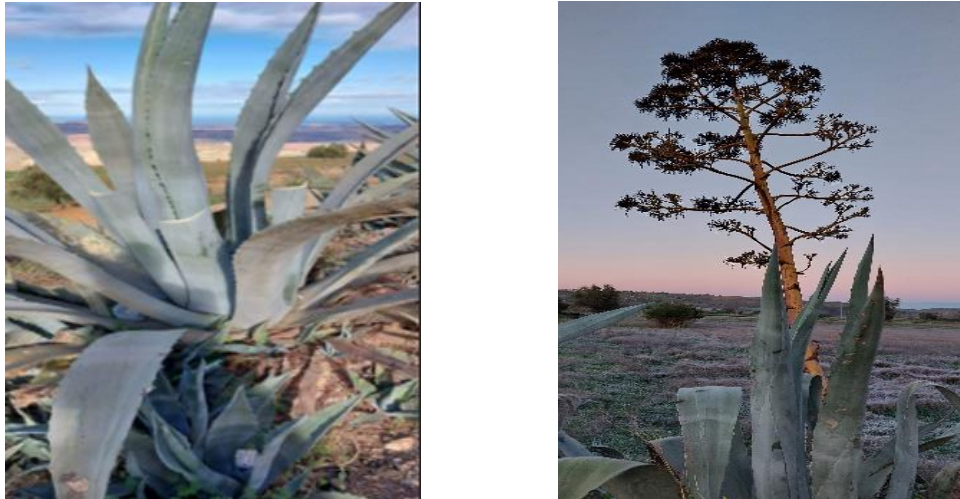


Figure 02: *Agave americana* L.

I.3. Distribution

A. americana originaire du Mexique est une plante ornementale et résistante à la sécheresse. Actuellement, elle est cultivée dans le monde entier, et s'est naturalisée en Amérique, en Afrique, en Méditerranée et dans des régions de l'Asie comme le Pakistan [36].

I.4. Usages traditionnels

L'agave est riche en oxalate de calcium, fructanes et en vitamines. Les feuilles contiennent des sucres réducteurs, du saccharose, de l'acide ascorbique, des saponines stéroïdes tandis que le jus de la plante contient des isoflavonoïdes, des coumarines et des vitamines B1, B2, C, K et de la provitamine A.

A. americana possède des propriétés antiseptiques, cicatrisantes et anti-inflammatoires, ce qui explique son usage externe comme médicament à base de plantes pour le traitement des brûlures, contusions, coupures légères, plaies et irritations cutanées causées par les morsures. Traditionnellement, il a été utilisé en interne pour traiter les ulcères, l'inflammation de l'estomac, la tuberculose, la jaunisse, les maladies du foie et pour traiter la fièvre [35].

I.5. Les études précédentes effectuées sur *Agave americana* L.

Le screening phytochimique des feuilles de *A. americana* a révélé la présence en grande quantité d'acides aminés, de phénols, d'huiles fixes, de glycosides et de saponines [37]. De plus, des recherches sur la composition chimique et la fonction des feuilles de *A. americana* a montré que l'Agave moulu est très riche en fibres, en sucre et en protéines, avec une teneur relativement

faible en cendres et en lipides. L'identification des éléments minéraux a montré une prédominance de potassium et de calcium, et de faibles pourcentages de magnésium [38].

D'autre part, la composition chimique de la partie lipophile de cette plante est caractérisée par des composés non terpéniques (essentiellement des alcanes et des acides gras). L'hexacosane et l'heptacosane sont les constituants majeurs des feuilles [39], [40].

D'autres travaux se sont concentrés sur les propriétés biologiques de cette espèce. En effet, des extraits de feuilles de *A. americana* ont montré des activités : antibactériennes [38], [41], antifongiques, antidiabétiques [42], [43] et anti-inflammatoires [44], [45].

Des études sur la cutine isolée de *A. americana* ont révélé que celle-ci contient des hydroxyles des acides carboxyliques [46], [47]. Par ailleurs, l'ester méthylique d'acide gras a été isolé à partir de la partie aérienne de *A. americana* [48].

Une autre étude a permis de déterminer par des techniques électrochimiques, l'efficacité inhibitrice de l'extrait de *A. americana* sur la corrosion de l'acier doux en milieu H₂SO₄ 0,5M [49], [50].

D'autres chercheurs ont concentré leurs travaux sur la synthèse et la caractérisation des AgNPs à partir des feuilles de *A. americana* ainsi que l'étude de leurs activités biologiques [50], [51], [52].

Des études plus approfondies sur l'extraction et les caractéristiques de *A. americana* ont montré le potentiel intéressant de cette plante pour des applications d'ingénierie telles que les composites, le papier, les textiles et les géotextiles, etc.. [53], [54]. Des études ont été axées sur le développement d'un filtre de haute performance pour l'élimination du Cd, du Pb (II) et des contaminants organiques d'une solution aqueuse [55].

Par ailleurs, une autre étude a montré que les déchets issus de la transformation de Agave pour d'autres produits, peuvent également être co-digérés dans des systèmes de digestion anaérobie pour fabriquer du biogaz [56].

PARTIE
EXPERIMENTALE

Chapitre I :

Matériel et méthodes

I. Matériel végétal

L'authentification taxonomique de l'espèce *Agave americana* est faite par nous-même. Le lieu et la date de récolte ainsi que les coordonnées géographiques sont reportées sur le Tableau 03.

Les feuilles de *Agave americana* ont été coupées en morceaux et laissées sécher à l'abri de la lumière, de la chaleur et de la poussière. Après séchage, la plante a été broyée puis conservée dans un bocal.

I.1. Provenance et date de récolte de la plante

Tableau 03 : Données de localisation de la plante étudiée et date de récolte.

Espèce <i>Agave americana L.</i>	Station	Altitude (m)	Latitude	Longitude	Date de la récolte
Feuilles	Djebala (Tlemcen)	100	34°58'49.1"N	1°47'42.4"W	Novembre 2022

II. Synthèse verte des nanoparticules d'argent

Pour la synthèse verte des AgNPs, nous avons utilisé des extraits aqueux et des extraits par solvants organiques des feuilles de *Agave americana L.*

II.1. Préparation des extraits

II.1.1. Préparation de l'extrait aqueux

30 g de matière végétale (sèche ou fraîche) sont dispersés dans 300 mL d'eau distillée dans un ballon monocol pendant 45 min sur plaque chauffante. Le mélange a été filtré à l'aide de papier filtre et mis à sécher dans un cristalliseur à l'étuve. Le résidu solide est conservé dans un flacon stérile et stocké dans un dessiccateur [50].

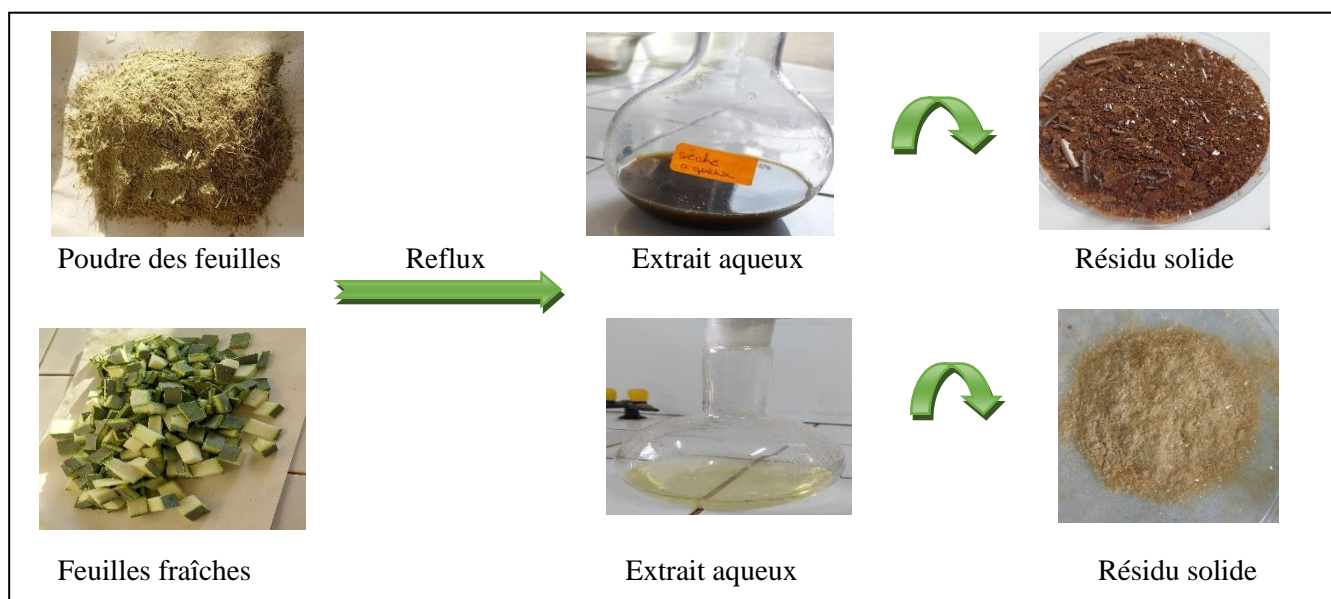


Figure 03 : Etapes de préparation de l'extrait aqueux.

II.1.2. Préparation de l'extrait sec par solvant organique

L'extraction par solvant a été effectuée par un montage de type soxhlet. Pour notre part, deux solvants de polarités différentes ont été utilisés séparément ; il s'agit de l'éthanol et du chloroforme.

10 g du broyat des feuilles de *Agave americana* ont été placés dans une cartouche poreuse à l'intérieur du siphon pendant 3h. Le mélange est filtré, concentré à l'aide de l'évaporateur rotatif puis conservé dans un flacon stérile et stocké dans un dessiccateur [57].

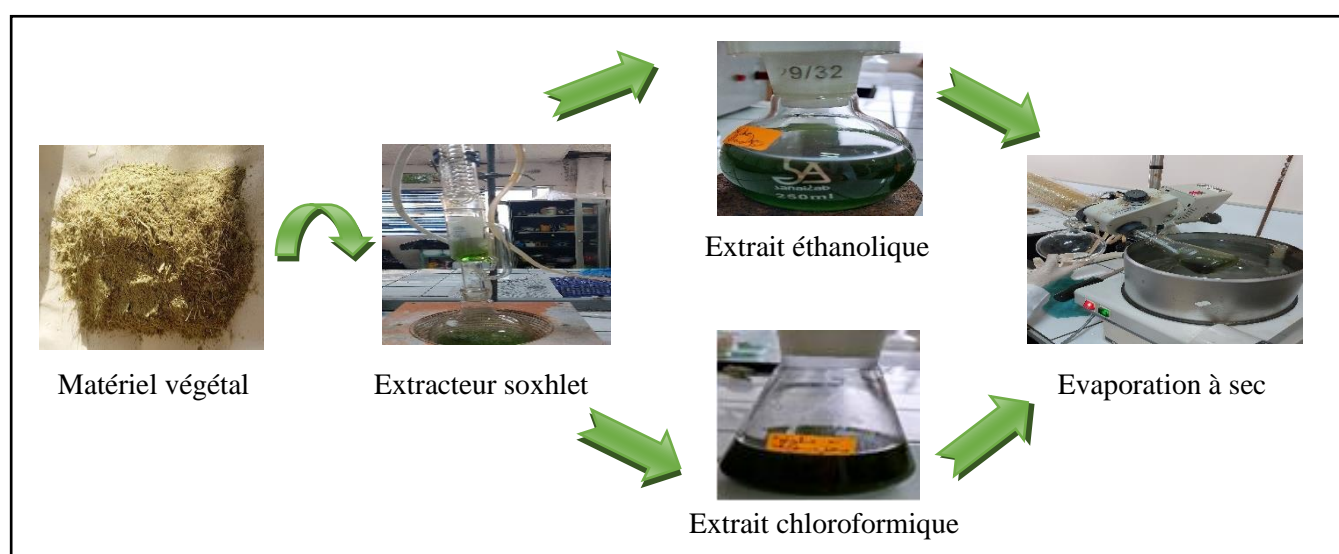


Figure 04 : Etapes de préparation de l'extrait par solvants organiques.

❖ Calcul du rendement

Le rendement brut d'extraction est défini par le rapport entre la masse de l'extrait sec obtenu et la masse du matériel végétal traité.

La formule qui permet de calculer ce rendement : $R (\%) = (M/M_0) \times 100$

R : Rendement en %.

M : Masse en gramme de l'extrait sec obtenu.

M₀ : Masse en gramme du matériel végétal.

II.2. Criblage phytochimique

La mise en évidence des composés phytochimiques, tels que les alcaloïdes, les flavonoïdes, les composés phénoliques et les tanins dans les feuilles sèches de l'espèce *Agave americana*, a été déterminée en utilisant le criblage phytochimique.

1. Flavonoïdes

5 mL d'extrait ont été soigneusement agité avec 1 mL d'alcool éthanolique et ; le tout est filtré. Ensuite, dans un tube à essai en verre, le filtrat a été mis à réagir avec quelques gouttes d'acide chlorhydrique concentré et 0.5 g de tournures de magnésium. Un changement de couleur rose rougeâtre des rubans de magnésium indiquait la présence de flavonoïdes [58].

2. Alcaloïdes sels

50 mg d'extrait ont été hydrolysés avec 1 mL de solution diluée d'acide chlorhydrique et le mélange a été filtré. Puis le filtrat a été mis à réagir avec quelques gouttes de réactif de Mayer (solution d'iodure de potassium mercurique), une réaction dans laquelle un résultat positif a été indiqué produit un précipité blanc crémeux [58].

3. Tanins

Ajouter à 1 mL d'extrait aqueux, 1 à 2 gouttes de solution de FeCl₃ diluée à 1% et 1 mL d'eau. La couleur vert foncé ou bleu-verte indique la présence de tanins [58].

4. Saponosides

On peut déduire la présence des saponosides par un indice de mousse. Ajouter 1 mL d'eau distillée à 2 mL de l'extrait aqueux, puis agiter fortement pendant 1 min, laisser le

mélange pendant 20 min. La présence des saponosides est confirmée par la mesure de la hauteur de la mousse. Si la mousse est entre 1 et 2 cm, le test est positif [50].

II.3. Extraction des composés phénoliques

1. Extraction des flavonoïdes

2 g des feuilles séchées ont été laissés 48 h à température ambiante, dans un mélange hydroalcoolique de type méthanol-eau (80 : 20 v/v). Après la filtration, le méthanol a été éliminé du filtrat par un évaporateur rotatif sous pression réduite. L'extrait a subi des processus successifs d'extraction liquide-liquide à l'aide de deux solvants : l'acétate d'éthyle et le n-butanol. Les deux phases organiques ainsi obtenues sont concentrées à sec sous pression réduite, pesées, puis les extraits sont repris par 3 mL de méthanol [50].

2. Extraction des saponosides

10 g de feuilles séchées ont été mélangées avec 50 mL d'éthanol (96%). L'ensemble est porté à reflux pendant 8h. Après filtration, l'extrait est concentré à sec. Le résidu obtenu a été lavé trois fois avec 50 mL de butanol. La phase organique est concentrée à sec à l'aide d'un évaporateur rotatif et les saponosides sont précipités par l'ajout de 10 mL de l'éther diéthylique [50].

II.4. Biosynthèse des nanoparticules d'argent

Dans le but de synthétiser des AgNPs, plusieurs types d'extraits de *Agave americana* ont été tentés.

- 10 mL de l'extrait aqueux ont été mélangés avec 100 mL d'une solution aqueuse de AgNO₃ (10⁻³M) à température ambiante pendant 24h sous agitation [59].
- 0.1 g de résidu sec de l'extrait aqueux a été mélangé avec 50 mL d'une solution de AgNO₃ (10⁻³M) à température ambiante pendant 24h sous agitation [57].
- 0.1 g de l'extrait solide chloroformique ou éthanolique a été mélangé avec 50 mL d'une solution de AgNO₃ (10⁻³M) à température ambiante pendant 24 h sous agitation [57].

Après l'extraction des saponosides et flavonoïdes, 0.1 g de chacun de ces deux extraits a été mélangé avec 50 mL d'une solution de AgNO₃ (10⁻³M) à température ambiante pendant 24 h sous agitation [57].

II.5. Facteurs influençant la synthèse de nanoparticules d'argent.

L'influence des différents facteurs susceptibles de modifier le rendement de la synthèse de nanoparticules à partir de l'extrait aqueux, a été étudiée.

➤ Effet du temps d'incubation

10 mL de l'extrait aqueux des feuilles de *A. americana* ont été mélangés avec 100 mL d'une solution de AgNO_3 (10^{-3}M) à température ambiante. Le tout est laissé réagir pendant (1 h, 2 h, 3 h, 4 h et 24 h) sous agitation [50], [59].

➤ Influence de la température

10 mL de l'extrait aqueux des feuilles de *A. americana* ont été mélangés avec 100 mL d'une solution de AgNO_3 (10^{-3}M) et laissés incuber à différents températures (40 °C, 60 °C et 80 °C) pendant 15 min sous agitation [50], [60].

➤ Impact du volume

L'effet du rapport entre le volume de l'extrait aqueux et la solution de AgNO_3 a été étudié en ajoutant différents volumes de l'extrait aqueux (20 mL, 30 mL et 40 mL) à 100 mL d'une solution de AgNO_3 (10^{-3}M) à température ambiante [50], [61].

➤ Effet du pH

Le mélange de 10 mL d'extrait aqueux et 100 mL d'une solution de AgNO_3 (10^{-3}M) pendant 24h a été incubé à des pH différents. Le pH a été ajusté à l'aide des solutions d'acide chlorhydrique (HCl) ou d'hydroxyde d'ammonium (NH_4OH) [50], [62].

➤ Effet de la lumière

10 mL d'extrait aqueux ont été mélangés avec 100 mL d'une solution de AgNO_3 (10^{-3}M) et laissés réagir sous agitation, à l'abri de la lumière pendant 24 h [50], [63].

À la fin de la période d'incubation, la réduction des ions Ag^+ en nanoparticules Ag^0 a été mise en évidence par le changement de couleur du jaune au marron.

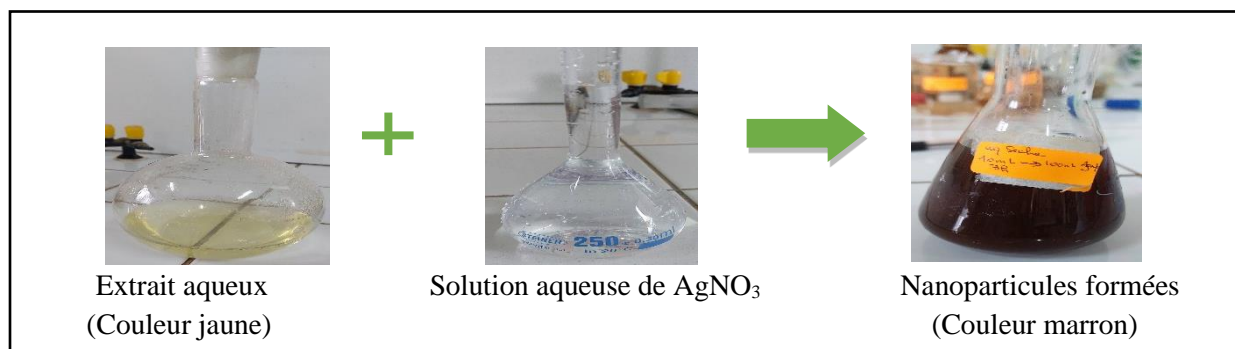


Figure 05 : Synthèse de nanoparticules d'argent.

II.6. Purification

La solution de nanoparticules d'argent obtenue de chaque essai a été purifiée en séparant les composés n'ayant pas réagi, par centrifugation à 1200 tr/min pendant 20 min. Après lavage de culots avec de l'eau distillée, la solution a été placée dans une centrifugeuse à 1200 tr/min pendant 10 minutes. Les nanoparticules purifiées sont mises dans des flacons en verre et conservées à 4°C jusqu'à utilisation ultérieure [50].

III. Caractérisation des nanoparticules d'argent

La formation des nanoparticules a été confirmée par l'analyse quantitative en utilisant différentes techniques :

III.1. Caractérisation par spectroscopie Ultraviolet-visible

La caractérisation des extraits aqueux ainsi que les AgNPs correspondantes a été surveillée et contrôlée par un spectrophotomètre UV-Visible (modèle SPECORD 200 PLUS), du laboratoire de chimie à l'université de Tlemcen, en mesurant le spectre d'absorption UV-Visible du milieu réactionnel des longueurs d'onde allant de 200 à 600 nm.



Figure 06 : Spectrophotomètre UV-Visible.

III.2. Caractérisation par spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier

Le spectromètre FTIR utilisé, de type Agilent Technologie Cary 6000 Séries (laboratoire de recherche « Macromolécules » à Tlemcen) sert pour confirmer l'interaction entre Ag^+ et les composés phytochimiques de la plante étudiée.



Figure 07 : Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier.

III.3. Caractérisation par diffraction des rayons X

La structure cristallographique ainsi que les propriétés de réseau des nanoparticules d'argent biosynthétisées ont été évaluées par mesure DRX à l'aide d'un diffractomètre de type (Rigaku Ultima IV.) fonctionnant à une tension de 40 kV et un courant de 40 mA dans la plage de 20° à 80° , en angle 2θ .



Figure 08 : Appareil de diffraction des rayons X.

III.4. Détermination de la taille des nanoparticules d'argent

La taille moyenne des AgNPs synthétisées a été mesurée au moyen d'un appareil d'analyse Zetasizer Nano ZS Malvern (laboratoire de recherche « Macromolécules », Tlemcen).



Figure 09 : Analyseur de particules Nano ZS (ZetaSizer).

IV. Activités biologiques des nanoparticules d'argent

IV.1. Activité antioxydante

Pour l'évaluation de l'activité antioxydante des nanoparticules ou des extraits, deux méthodes sont utilisées. La plupart de ces derniers sont basées sur la coloration ou décoloration d'un réactif dans le milieu réactionnel. Nous avons utilisé deux techniques chimiques à savoir : le piégeage du radical libre DPPH et la réduction du fer (FRAP).

1. Méthode de réduction du radical libre DPPH

Le DPPH se caractérise par sa capacité à produire des radicaux libres stables, ce qui donne lieu à une coloration violette de la solution, il absorbe aux environ de 517nm. La réduction de ce dernier en diphényle picryl hydrazine par un composé possédant des propriétés antiradicalaires engendre une décoloration de la solution, dont l'intensité de la couleur est proportionnelle à la capacité de l'antioxydant qui donne un hydrogène ou un électron [64].

➤ Mode opératoire

La solution DPPH est obtenue par dissolution de 0,025 mg dans un 100 mL d'éthanol. À partir de la solution mère, des dilutions ont été préparées. Dans des tubes, un volume de 50 μ L de chaque dilution est mélangé avec 1950 μ L DPPH. Les tubes ont été incubés à l'obscurité pendant 30 min à température ambiante.

L'évaluation des absorbances était effectuée à 517 nm en utilisant l'éthanol comme blanc, et la solution contenant DPPH et d'éthanol comme solution de contrôle. Le témoin positif est constitué par une solution d'un anti-oxydant standard ; l'acide ascorbique dont l'absorbance a été déterminée dans les mêmes conditions que les échantillons. Pour chaque concentration, on procède à trois reprises à l'essai [50].

Les résultats sont présentés sous forme de pourcentage d'inhibition (I %).

$$I \% = [(Abs\ contrôle - Abs\ test) / Abs\ contrôle] \times 100$$

2. Méthode de la réduction du fer (FRAP)

Cette technique mesure la capacité antioxydante des divers échantillons, par la réaction de réduction du fer ferrique (Fe^{3+}) présent dans le complexe $K_3Fe(CN)_6$ en fer (Fe^{2+}).

➤ Mode opératoire

On a déterminé l'activité antioxydante des AgNPs synthétisés au moyen de la méthode du thiocyanate ferrique (FTC) décrite par Oyaizu [65].

1mL de l'extrait aqueux à diverses concentrations a été mélangé avec 2,5 mL d'une solution tampon phosphate (**0.2M, pH 7**) et 2,5 mL d'une solution de ferricyanure de potassium $K_3Fe(CN)_6$ à 1%. Le mélange est incubé dans un bain-marie à 50 °C durant 20 minutes. Ensuite, 2,5 mL d'acide trichloroacétique à 10% est additionné pour arrêter la réaction et les tubes sont centrifugés à 3000 tours pendant 10 min. À la fin, 2,5 mL de surnageant est mélangé avec 2,5 mL d'eau distillée et 0,5 mL d'une solution de $FeCl_3$ à 0,1%.

L'absorbance a été mesurée à 700 nm. L'augmentation de l'absorbance dans le milieu réactionnel signale une augmentation de la réduction du fer. L'acide ascorbique a été employé comme témoin positif.

IV.2 Activité antibactérienne des nanoparticules d'argent

Depuis les premières observations de l'activité antimicrobienne des AgNPs, la plupart des chercheurs ont intuitivement attribué l'activité antimicrobienne à la présence d'un noyau Ag^0 . Mises en contact avec des bactéries, les AgNPs ont tendance à s'accumuler au niveau de la membrane bactérienne et à former des agrégats [66].

Mode opératoire

L'activité antibactérienne de l'extrait aqueux et des AgNPs correspondantes a été déterminée par la méthode de diffusion par puits contre quatre souches : *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Staphylococcus aureus* et *Bacillus subtilis*.

Pour la réalisation de ce test, la gélose nutritive a été utilisée pour la culture des souches examinées. Ce milieu est coulé dans des boîtes de pétri et laissé se solidifier. La suspension bactérienne est inoculée dans cette gélose.

On provoque 5 puits à la surface des boîtes inoculées. Chacun de ces puits est imprégné par 10 μ L d'échantillon dissout dans l'eau désionisée à une concentration 0.02 mg/mL. Les plaques de *Bacillus subtilis* ont été incubées à 30 °C et les autres plaques à 37 °C pendant 24 h.

Après incubation, les zones d'inhibition sont mesurées en millimètre. La Gentamicine était utilisée comme étalon positif à des fins de comparaison [67].

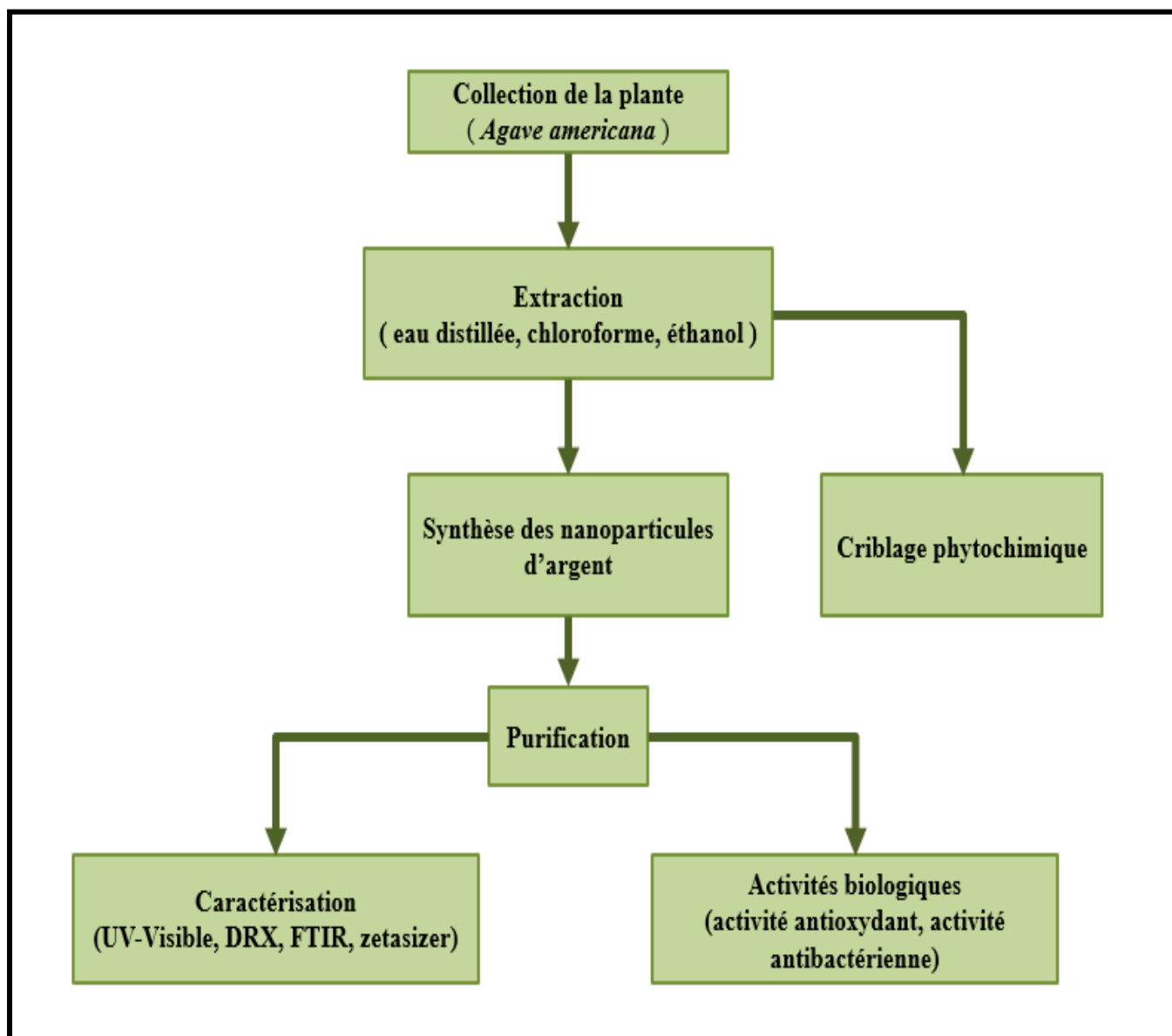


Figure 10 : Etapes de la stratégie expérimentale.

Chapitre II :

Résultats et discussion

I. Rendements des extractions

Les différents modes d'extraction des feuilles de *Agave Americana L.* utilisés ainsi que leurs rendements exprimés en pourcentage sont mentionnés dans le Tableau 04.

Tableau 04 : Modes d'extraction de *Agave americana* et leurs rendements.

Etat de la plante	Montage	Extrait	Rendement (%)
Plante fraîche	Reflux	Aqueux	17
Plante sèche	Reflux	Aqueux	25
	Soxhlet	Ethanolique	24,13
		Chloroformique	24,7
		Saponosides	7,4
	Macération	Flavonoïdes (fraction n- butanol)	8,23

Les résultats obtenus indiquent que l'extrait aqueux de la matière fraîche donne un rendement d'extraction inférieur à celui de la plante sèche.

D'autre part, les rendements des extraits chloroformiques et éthanoliques sont relativement proches et qui représentent respectivement 24,7% et 24,13%. Pour les composés phénoliques, le rendement des flavonoïdes est légèrement plus élevé que celui des saponosides avec des valeurs respectives de 8,23% et 7,4%.

II. Criblage phytochimique

Les résultats de l'examen phytochimique réalisé sur l'extrait sec des feuilles de *A. americana* sont indiqués dans le Tableau 05.

Tableau 05 : Résultats des tests qualitatifs de *Agave americana* L.

Famille de composés	Flavonoïdes	Alcaloïdes	Tanins	Saponosides
Résultat	+	-	+	+

+ : Test positif - : Test négatif

Il ressort du Tableau 05, que les feuilles de *A. americana* sont caractérisées par une forte présence de flavonoïdes, de tanins et de saponosides. Les résultats obtenus confirment ceux obtenus dans une étude réalisée sur la même plante de la même région [50].

Cependant, un criblage phytochimique qualitatif effectué sur cette plante d'une autre région mentionne la présence d'alcaloïdes [68]. Cette variation pourrait être due à la différence de climat, de sol et d'autres conditions environnementales pour la croissance des plantes. En effet, Harborne et al. [69] ont montré que les alcaloïdes sont synthétisés dans les racines puis transitent dans les parties aériennes de la plante. Par ailleurs, il a été également rapporté que les alcaloïdes seraient décomposés et recyclés dans d'autres organes tels que les graines au cours de certains phénomènes physiologiques (floraison par exemple) [70]. D'autres travaux ont également montré l'existence d'une très grande influence de la durée et de l'intensité de l'éclairement sur la production d'alcaloïdes [71].

III. Biosynthèse des nanoparticules d'argent

Les nanoparticules d'argent synthétisées ont été confirmées par un changement de couleur du mélange réactionnel (nitrate d'argent et extrait de *A. americana*) de l'incolore au brun rougeâtre. Ce changement de couleur caractéristique est dû au pouvoir réducteur des composés phytochimiques présents dans l'extrait [72]. Cependant, le nitrate d'argent ajouté aux extraits chloroformique et éthanolique n'a provoqué aucun changement de couleur et par conséquent aucune formation de nanoparticules ; un résultat contraire à ce qui a été rapporté dans une étude précédente [57].

III.1. Obtention des nanoparticules d'argent

Après la purification des solutions de AgNPs et séchage, la poudre de AgNPs obtenue est présentée sur la Figure 11.

Il se trouve que la quantité des AgNPs synthétisée par l'extrait de la plante sèche est plus élevée que celle obtenue à partir de l'extrait de la plante fraîche.



Figure 11 : Nanoparticules d'argent en poudre.

III.2. Caractérisation des nanoparticules d'argent

1. Etude spectrale Ultraviolet- visible

Les spectres UV-Visible des nanoparticules synthétisées ont été étudiés pour les propriétés opto-électroniques à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible (modèle SPECORD 200 PLUS)) dans la gamme 200-600 nm.

Les figures ci-dessous (Figures 12 et 13) montrent les spectres d'absorption UV-Visible des nanoparticules d'argent synthétisées et ceux des extraits de *A. americana* correspondants et ce, en fonction de tous les paramètres pouvant influencer leur synthèse.

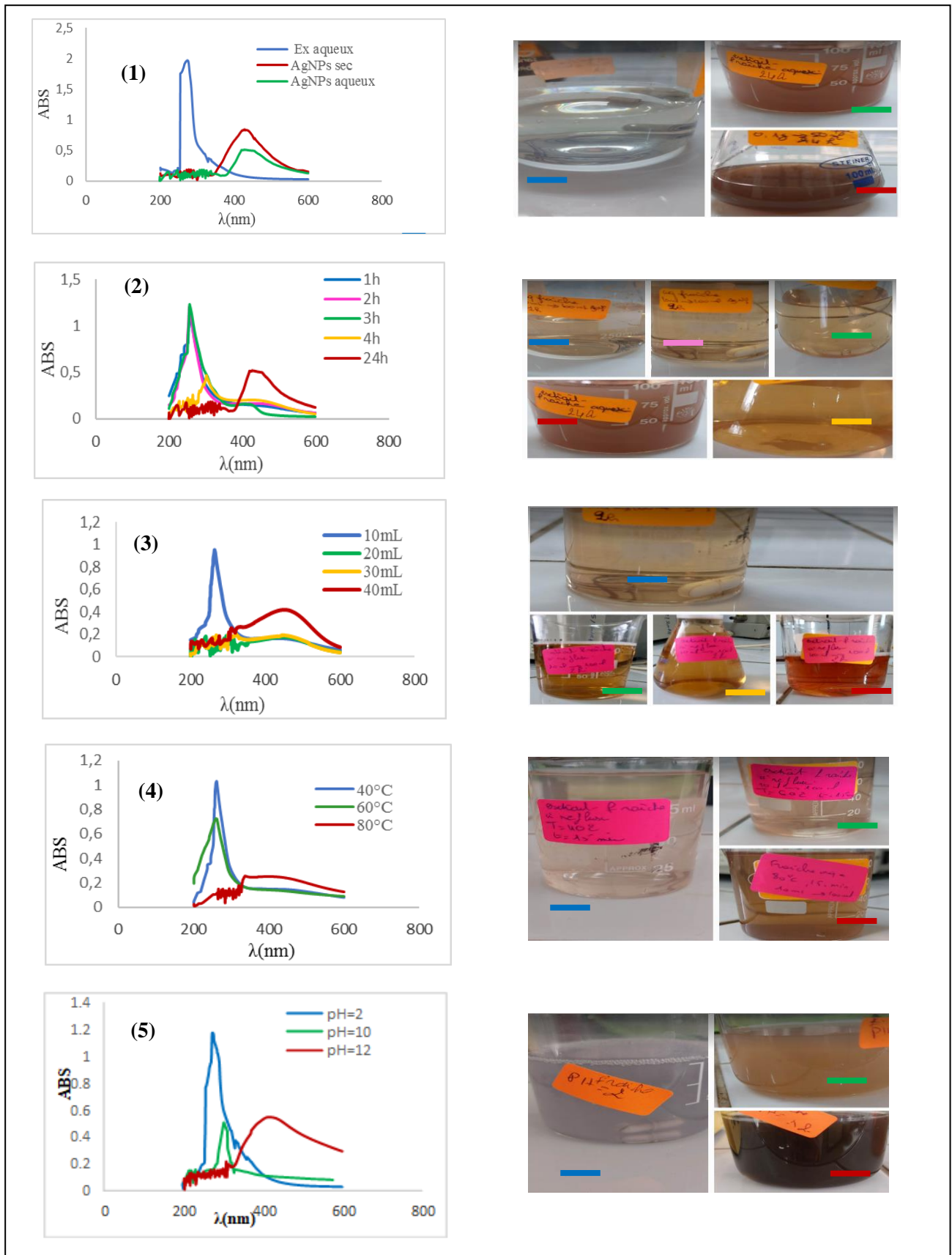


Figure 12 : Spectres d'absorbance des AgNPs et de l'extrait aqueux des feuilles fraîches de *A. americana* L.

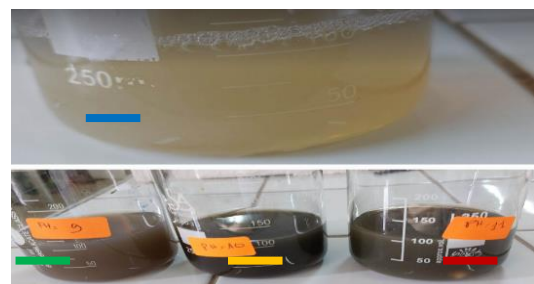
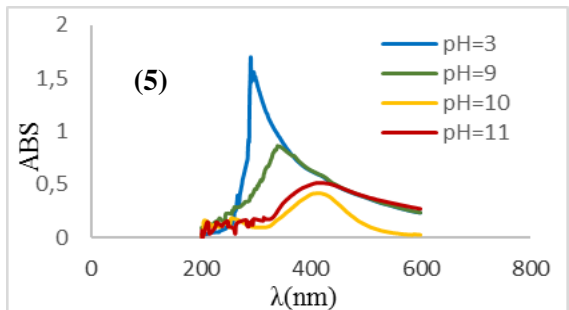
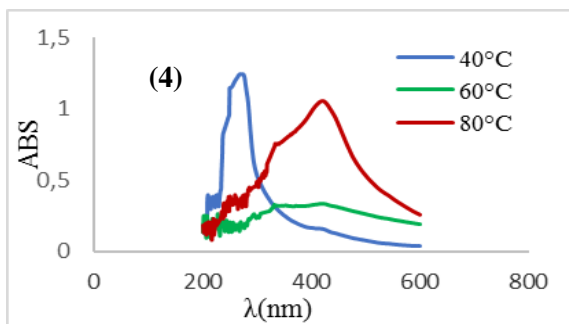
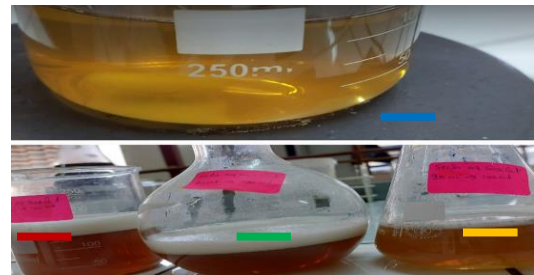
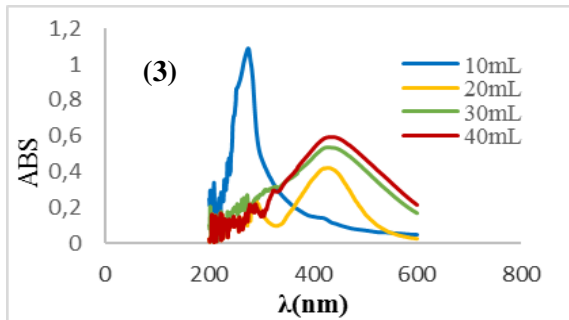
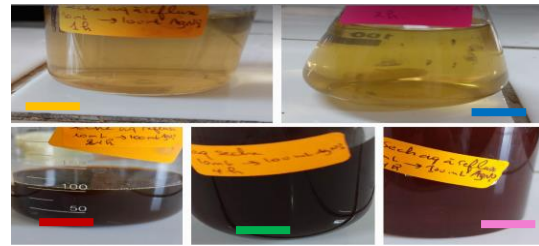
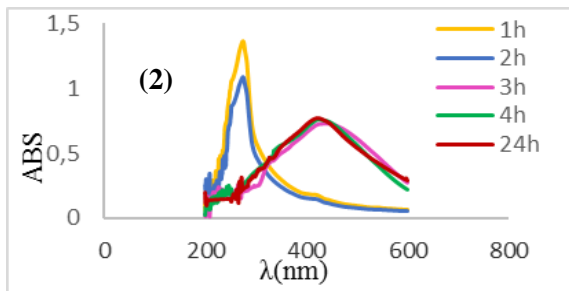
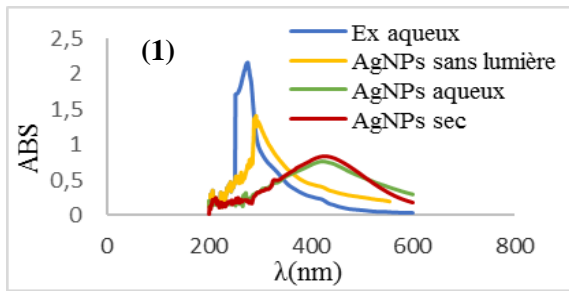


Figure 13 : Spectres d'absorbance des AgNPs et de l'extrait aqueux des feuilles sèches de *A. americana* L.

Le spectre d'absorption optique des nanoparticules métalliques est régi par la résonance des plasmons de surface (RPS) qui se déplace vers des longueurs d'onde plus longues.

Il ressort des Figures 12 et 13 que :

- Un changement de couleur des extraits aqueux a été observé après ajout du nitrate d'argent confirmant la formation de AgNPs et que l'intensité de ces colorations diffère selon les conditions expérimentales choisies.
- Les spectres UV-Visible des extraits aqueux montrent des pics d'absorbance autour de 276 et 253 nm et que les AgNPs ne présentent aucune absorbance à moins de 400 nm.
- La synthèse des AgNPs par l'extrait aqueux de la plante fraîche a donné des rendements légèrement faibles par rapport à l'extrait aqueux de la plante sèche. D'autre part, la synthèse des AgNPs par l'extrait sec a été plus efficace que par l'extrait aqueux (Spectre (1), Figure 12 et 13).

Tableau 06 : Effets des différents paramètres sur la synthèse des AgNPs.

Paramètre	Effet
Temps Spectres (2)	Au fur et à mesure que la durée d'incubation augmente, la couleur des solutions devient plus foncée car l'extrait est capable de réduire Ag^+ en Ag^0 . Il s'avère que les AgNPs ne commencent à se former qu'à partir de la troisième heure. Le temps optimal requis pour l'achèvement de la réaction de notre synthèse pourrait être de 24 h.
Volume Spectres (3)	Lorsque le volume de l'extrait augmente, le développement d'une coloration brune indiquant la production de AgNPs augmente. C'est à partir d'un volume d'extrait égal à 20 mL que ces nanoparticules commencent à bien se former. L'augmentation du volume a rendu la vitesse de la réaction plus élevée avec une concentration croissante de nanoparticules par rapport au rapport standard de 10% d'extrait de plante. En effet, lorsque la surface par masse de l'extrait augmente, une quantité plus importante de cet extrait peut entrer en contact avec le nitrate d'argent, affectant ainsi la réactivité. Cela signifie que la synthèse de AgNPs est fortement affectée par la concentration de l'extrait végétal utilisé dans la réaction comme précurseurs réducteurs [73].

<p>Température Spectres (4)</p>	<p>La réalisation de la réaction à différentes températures a eu un impact significatif sur la couleur de la solution. La température fait augmenter la vitesse de réduction, ce qui entraîne une diminution du temps de réaction. L'augmentation de la température entraîne une augmentation de l'énergie cinétique des molécules provoquant une consommation croissante d'ions argent [74].</p>
<p>pH Spectres (5)</p>	<p>L'effet du pH sur le milieu réactionnel peut être clairement observé par une inspection visuelle de la solution. L'ajout de quelques gouttes de HCl concentré a rendu la solution blanche. L'analyse spectrale UV-Visible a révélé qu'à pH très acide (2 et 3), une bande d'absorption apparaît aux alentours de 290 nm (288 et 291 nm respectivement), des valeurs bien inférieures à la longueur d'onde habituelle et prévisible des AgNPs (> 400 nm).</p> <p>Dans le cas d'un pH basique (11 et 12) obtenu par l'ajout de NH₄OH, la solution vire rapidement au noir dont le spectre fait apparaître une bande caractéristique des AgNPs d'une longueur d'onde supérieure à 400 nm. Ce résultat confirme ce qui a été rapporté dans les travaux de Ujjal Kumar Sur et al [75].</p> <p>Le changement de pH peut entraîner une modification de la charge des composés phytochimiques naturels présents dans un extrait. Ce changement de charge a influencé l'adhérence des ions d'argent aux biomolécules et pourrait réduire les ions d'argent en AgNPs. En raison de la charge positive des ions argent, les groupes ionisables négatifs sont attachés à ces ions [73].</p>
<p>Lumière Spectre (1) (Figure 13)</p>	<p>Le changement de couleur du jaune au brun foncé, indiquant la formation de AgNPs, ne s'est produit que dans les échantillons exposés à la lumière. Cela confirme le rôle de la lumière dans l'induction de la formation de nanoparticules d'argent. La forte interaction des AgNPs avec la lumière se produit parce que les électrons de conduction à la surface du métal subissent une oscillation collective lorsqu'ils sont excités par la lumière à des longueurs d'onde spécifiques. Connue sous le nom de résonance plasmonique de surface (RPS), cette oscillation se traduit par des propriétés de diffusion et d'absorption exceptionnellement fortes [76].</p>

Par ailleurs, l'ajout du nitrate d'argent aux saponosides a fait tourner la couleur de la solution du jaune au marron, confirmant la production de AgNPs dont le spectre UV-Visible a révélé une bande de résonance à 420 nm (Figure 14, Spectre (1)). Cependant, la tentative de synthèse des AgNPs par l'extrait de flavonoïdes n'a donné qu'un léger changement de couleur du mélange réactionnel et que la bande d'absorbance correspondante est inférieure à celle des AgNPs (< 400 nm) (Figure 14, Spectre (2)).

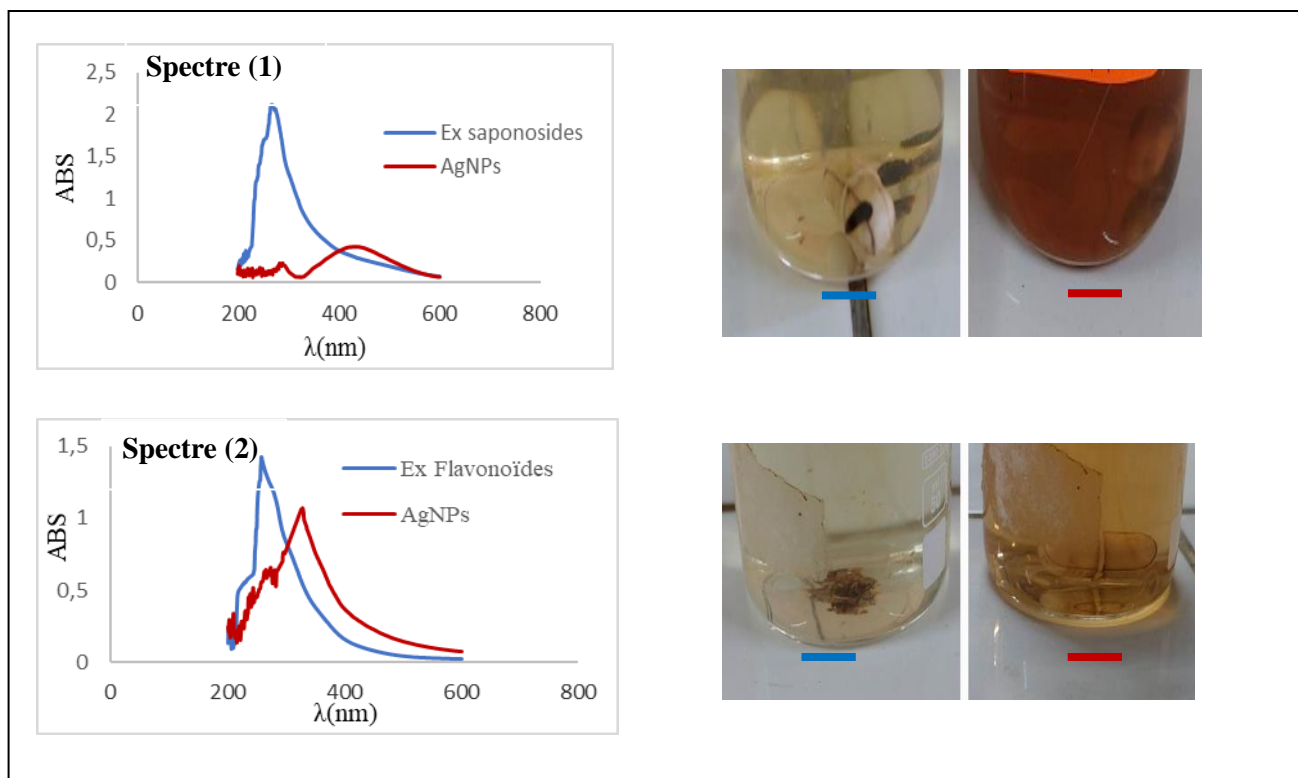


Figure 14 : Spectres d'absorbance des AgNPs et des extraits de saponosides et de flavonoïdes des feuilles sèches de *A. americana* L.

2. Analyse des nanoparticules d'argent par l'infrarouge

L'analyse par spectroscopie IR nous permet d'identifier et connaître les groupements et les fonctions chimiques présents dans les extraits aqueux et les nanoparticules synthétisées correspondantes.

Les spectres d'infrarouge des extraits aqueux et des AgNPs associées sont présentés dans la Figure 15.

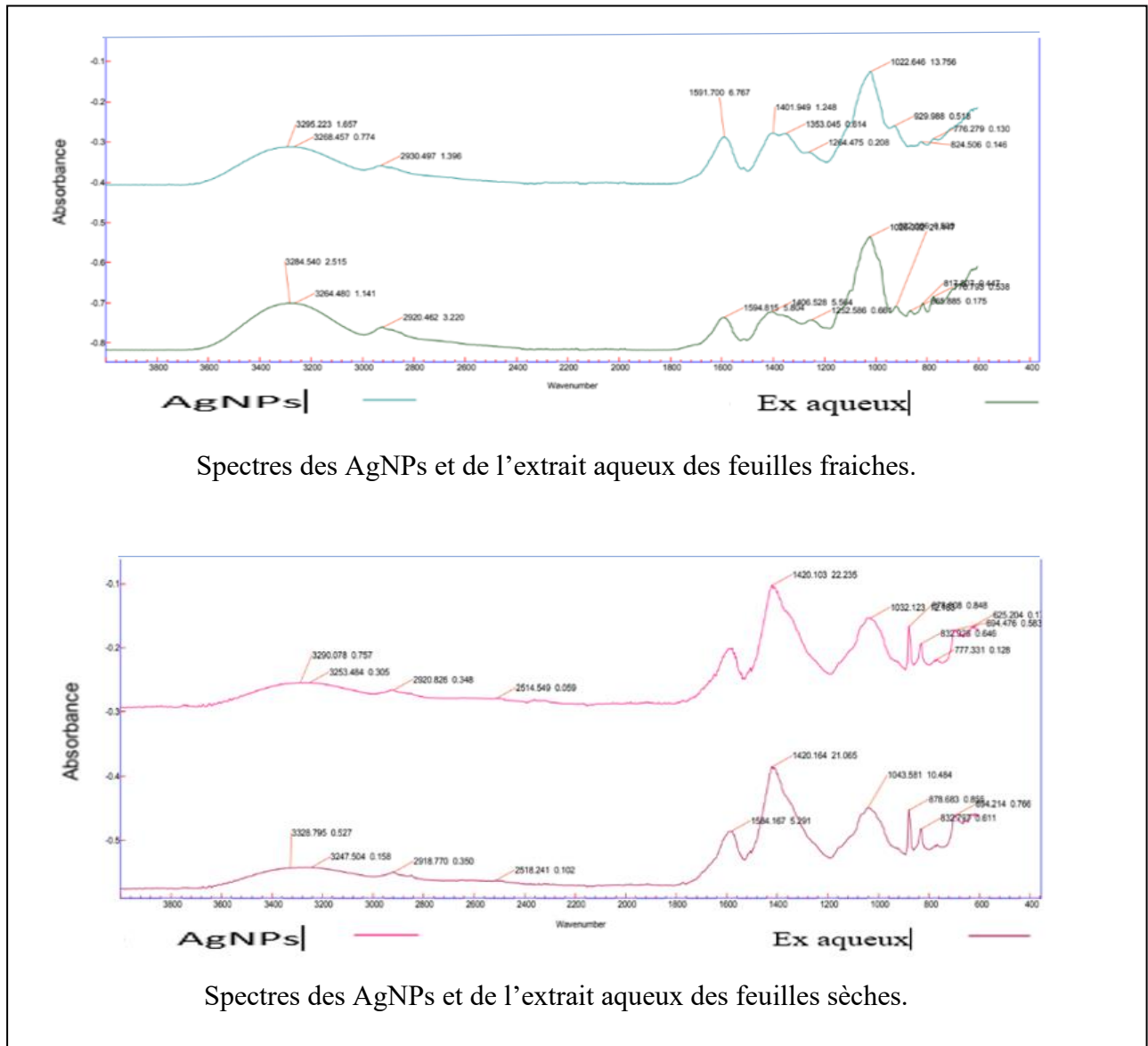


Figure 15 : Spectres infrarouge des AgNPs et des extraits aqueux correspondants de *A. americana* L.

La spectroscopie FTIR a été utilisée pour identifier les groupements fonctionnels et leurs interactions avec la formation des AgNPs. Le spectre a montré des pics d'absorption majeurs à [3319-3290], [2930-2920], [1630-1594], 1200, [1041-1031] et [882-776] cm^{-1} .

La région [3319-3290] cm^{-1} a été la cause de la vibration d'étirement -OH. Le pic d'absorption à 2920 cm^{-1} représente la vibration d'élongation symétrique des groupes CH_3 et CH_2 .

En outre, la bande d'absorption autour de 1600 cm^{-1} correspond aux cycles aromatiques (étirement -C=C-). La bande vers 1200 cm^{-1} s'accorde aux liaisons (C-O) des

phénols, ainsi que les pics situés vers [1041-1031] sont attribués aux groupements fonctionnels alcool/éther (-C-O-) indiquant la présence des alcools et éther. Les pics autour de 800 correspondent à l'étirement C-H du groupe aromatique.

3. Analyse des nanoparticules d'argent par diffraction des rayons X

La Figure 16 illustre les spectres DRX des nanoparticules d'argent biosynthétisées.

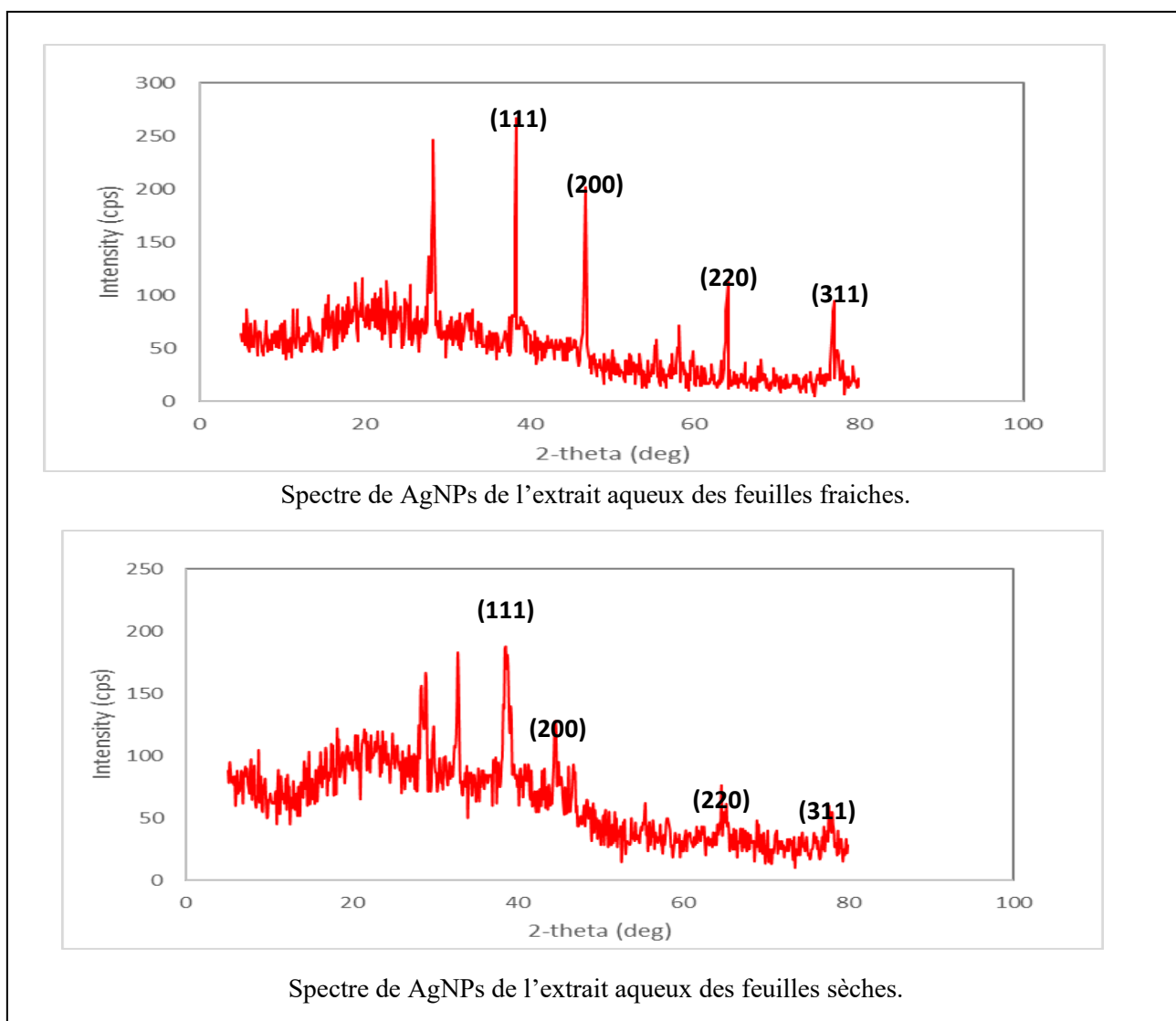


Figure 16 : Spectre DRX des nanoparticules d'argent synthétisés.

Les intensités de diffraction des AgNPs ont été enregistrées dans la gamme de 20° à 80°. Quatre pics pointus sont observés à 38°, 46°, 64° et 77° indexés respectivement à (111), (200), (220) et (311) qui confirment la cristallinité de l'argent comme cubique à faces centrées (CFC).

4. Analyse granulométrique des nanoparticules d'argent

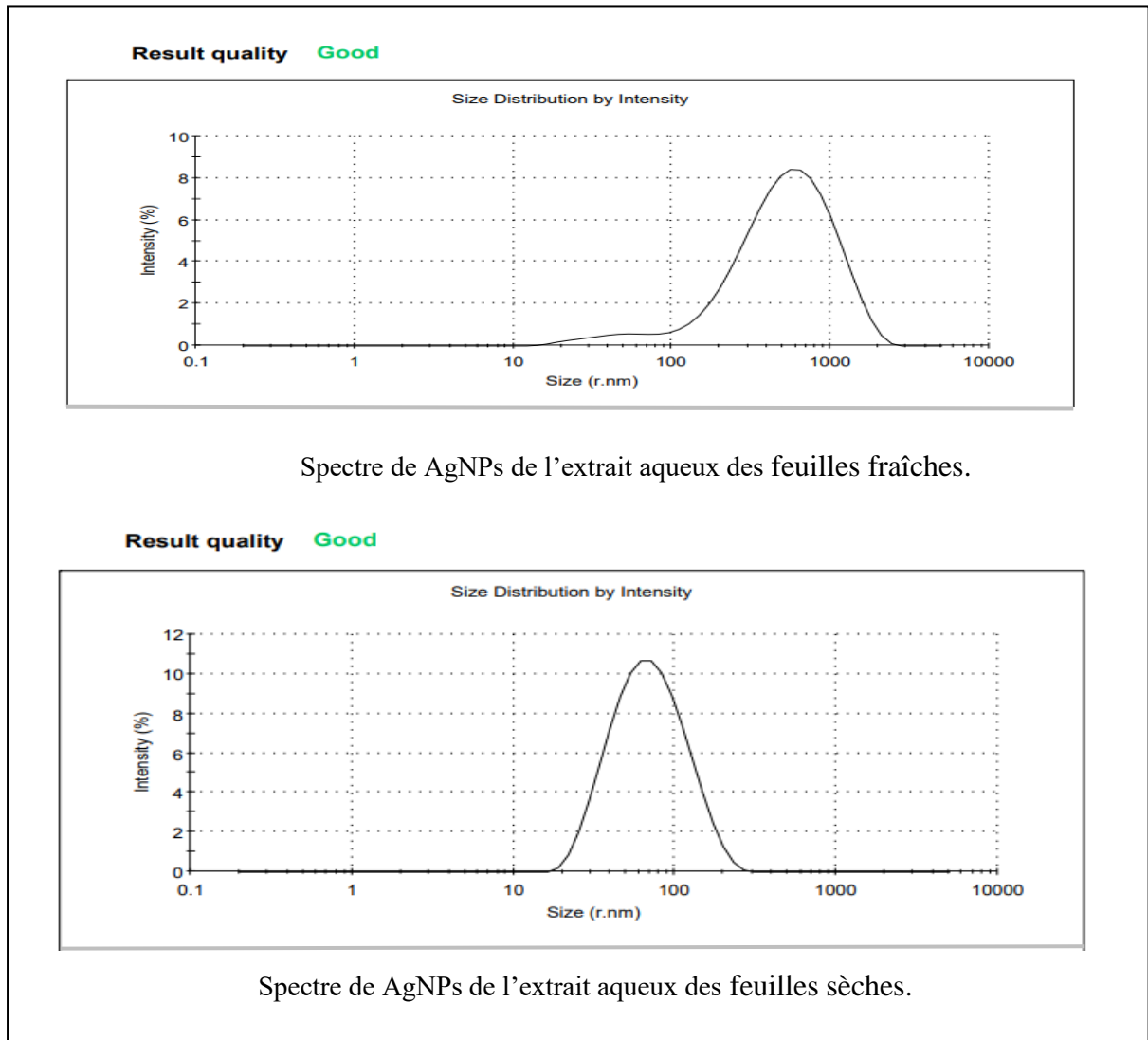


Figure 17 : Taille moyenne des nanoparticules d'argent.

L'analyse granulométrique des AgNPs synthétisées est présentée sur le Tableau 07.

Tableau 07 : Tailles des nanoparticules d'argent synthétisées.

AgNPs	Taille (nm)
AgNPs (feuilles fraîches)	642,5 43,7
AgNPs (feuilles sèches)	76,16

D'après l'analyse Zetasizer, la taille des nanoparticules était différente d'une synthèse à une autre en raison peut être de l'agglomération des AgNPs. En effet, l'ensemble des AgNPs, ont une distribution granulométrique assez large. Nous retrouvons que la taille moyenne la plus élevée se trouve chez les AgNPs obtenues par l'extrait aqueux des feuilles fraîches. Les AgNPs de l'extrait aqueux des feuilles sèches présentent la taille la plus uniforme avec une taille de 76,16 nm.

IV. Activités biologiques *in vitro*

Pour l'étude des activités biologiques *in vitro*, les AgNPs synthétisées à partir de l'extrait aqueux de feuilles sèches ont été utilisées.

IV.1. Évaluation de l'activité antioxydante

Le pouvoir antioxydant des AgNPs et de l'extrait aqueux a été évalué au moyen de deux méthodes : le test au DPPH et le test FRAP.

1. Test de piégeage du radical libre DPPH

L'activité de piégeage du DPPH de l'extrait de feuilles de *A. americana* et des AgNPs à différentes concentrations (1, 2, 3, 4, 5, 6, 8 et 10 mg/mL) a été étudié. Les résultats obtenus sont mentionnés dans la Figure 18.

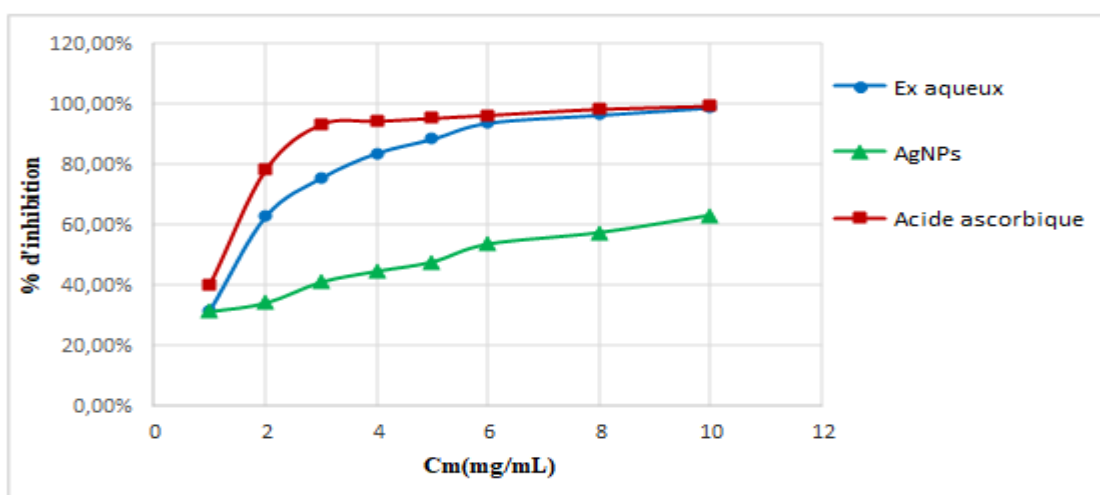


Figure 18 : Activité de piégeage du DPPH de l'extrait de *A. americana* et des AgNPs correspondantes.

L'extrait aqueux des feuilles de la plante a montré une activité de piégeage du DPPH plus élevée que celle des AgNPs. Par ailleurs, l'activité antioxydante a augmenté avec l'augmentation des concentrations de l'extrait utilisé. En effet, l'extrait de la plante agit comme un excellent agent réducteur et perd facilement des électrons par rapport aux AgNPs fonctionnalisés avec des composés organiques de l'extrait [77].

Les valeurs des IC₅₀ des extraits aqueux et de nanoparticules d'argent correspondantes sont reportées sur le Tableau 08.

Tableau 08 : Valeurs des IC₅₀ de l'extrait aqueux et AgNPs correspondantes par la méthode DPPH.

Echantillons testés	Extrait aqueux IC₅₀ (mg/mL)	AgNPs IC₅₀ (mg/mL)
Feuilles de <i>A. americana</i>	1,46 ± 0,01	5,90 ± 0,02
Acide ascorbique	0,94 ± 0,02	0,94 ± 0,02

La capacité de l'extrait aqueux à piéger le DPPH est supérieure à celle des AgNPs correspondantes avec des IC₅₀ respectifs de 1,46 et 5,90 mg /mL.

Enfin, les résultats obtenus font apparaître que l'extrait aqueux présente une activité de piégeage du radical DPPH intéressante par rapport aux AgNPs, mais restent néanmoins inférieures à celle de l'acide ascorbique (0,94 mg/mL).

2. Test de réduction du fer

Les résultats obtenus et présentés dans la Figure 19 montrant que le pouvoir réducteur augmente proportionnellement avec la concentration des échantillons.

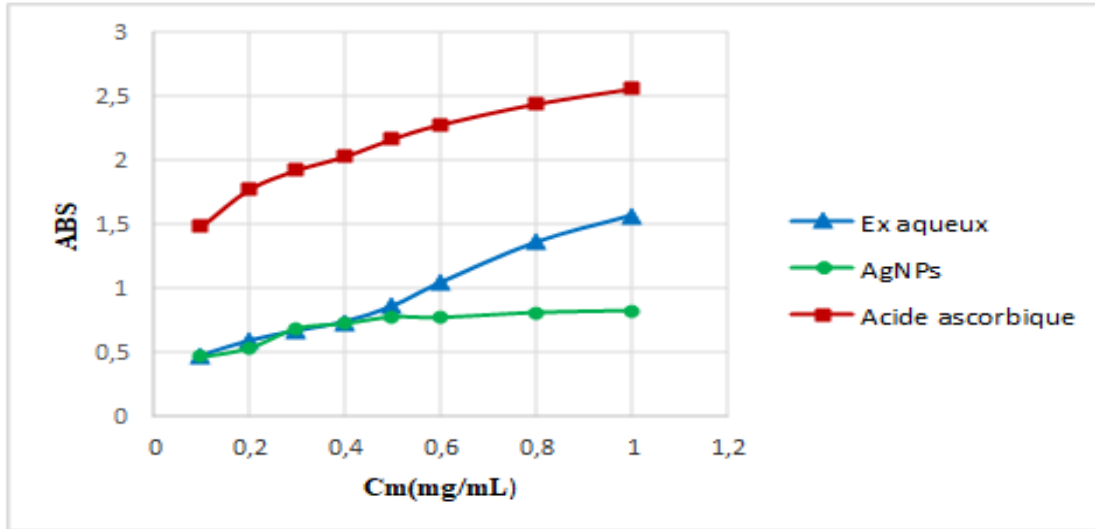


Figure 19 : Pouvoir réducteur du fer de l'extrait aqueux de *A. americana* et des AgNPs correspondantes.

Les valeurs des IC₅₀ des extraits aqueux et de nanoparticule d'argent correspondante sont représentées sur le **Tableau 09**.

Tableau 09 : Valeurs des IC₅₀ de l'extrait aqueux et AgNPs correspondantes par la méthode FRAP.

Echantillons testés	Extrait aqueux IC ₅₀ (mg/mL)	AgNPs IC ₅₀ (mg/mL)
Feuilles de <i>A. americana</i>	0,09 ± 0,02	0,11 ± 0,04
Acide ascorbique	0,01 ± 0,05	0,01 ± 0,05

L'extrait aqueux de *A. americana* et des AgNPs ont montré une capacité réductrice de 0,09 ± 0,02 et 0,11 ± 0,04 mg/mL respectivement. De ce fait, le pouvoir réducteur de l'extrait de *A. americana* est peu supérieur à celui des AgNPs mais nettement inférieur à celui de l'acide ascorbique.

Le pouvoir réducteur de l'espèce *A. americana* est probablement dû à la présence des groupements hydroxyle dans les composés phénoliques qui peuvent être utilisés comme donneurs d'électron.

IV.2. Évaluation de l'activité antibactérienne

Les valeurs des zones d'inhibition de la croissance ont été obtenues en millimètres pour l'extrait aqueux et AgNPs synthétisées contre *Pseudomonas aeruginosa*, *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli* et *Bacillus subtilis*. Les résultats de l'étude sont présentés dans la Figure 20 et le Tableau 10.

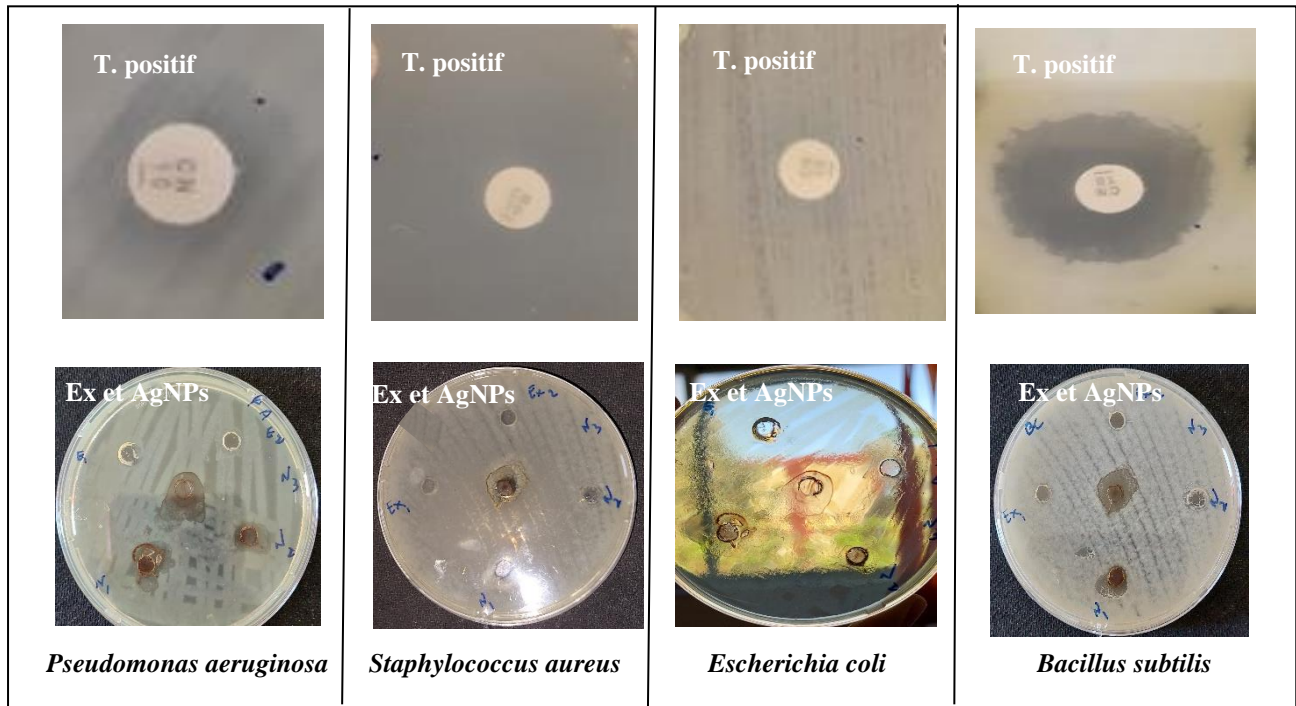


Figure 20 : Activité antibactérienne des AgNPs et de l'extrait aqueux correspondant.

Tableau 10 : Moyennes des zones d'inhibition de l'extrait aqueux et des nanoparticules d'argent correspondantes.

Souches de bactéries Echantillons testés	<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	<i>Staphylococcus aureus</i>	<i>Escherichia coli</i>	<i>Bacillus subtilis</i>
Extrait aqueux (mm)	11 ± 1,4	10,4 ± 0,8	10,5 ± 0,7	12,5 ± 0,7
AgNPs (mm)	11,5 ± 0,7	12 ± 1,4	14,5 ± 0,7	16 ± 1,4
Gentamicine (mm)	14 ± 0,0	0,0	20 ± 0,0	18 ± 0,0

L'extrait aqueux de *A. americana* (0,02 mg/mL) a eu un effet antibactérien faible (Figure 20). Cependant, pour les nanoparticules d'argent formées, les résultats ont montré une amélioration de l'activité antibactérienne mais qui reste inférieure à celle de la Gentamicine utilisée comme antibiotique de référence.

Pour l'activité antibactérienne des AgNPs, la zone maximale d'inhibition a été observée chez *Bacillus subtilis* (16 ± 1,4 mm) suivie de *Escherichia coli* (14,5 ± 0,7 mm), *Staphylococcus aureus* (12 ± 1,4 mm) et *Pseudomonas aeruginosa* (11,5 ± 0,7 mm), (Figure 20 ; Tableau 10). En effet, *S. aureus* est une bactérie à gram positif qui possède une paroi cellulaire plus épaisse et très rigide.

*Conclusion
générale*

Conclusion générale

L'objectif de ce travail est de biosynthétiser des nanoparticules d'argent à partir des feuilles de la plante *Agave americana* dans des conditions opératoires variables, étudier leurs propriétés structurales et optiques puis investiguer leurs activités antioxydante et antibactérienne.

L'étude expérimentale commence par un criblage phytochimique de l'extrait aqueux de *A. americana* qui a permis de mettre en évidence des métabolites secondaires comme les flavonoïdes, les tanins et les saponosides, reconnus pour leurs activités biologiques remarquables.

Nous sommes arrivées à synthétiser des nanoparticules d'argent par une méthode verte simple en utilisant particulièrement l'extrait aqueux de la plante *Agave americana* sans aucun agent réducteur nocif. L'influence des différents facteurs (lumière, temps de réaction, température, pH, pourcentage de l'extrait) susceptibles de modifier le rendement de cette synthèse a été étudiée. Il a été montré que la synthèse de ces nanoparticules dépend des divers paramètres expérimentaux qui doivent être contrôlées.

La caractérisation des nanoparticules d'argent synthétisées a été faite par différentes techniques (UV-Visible, FTIR, DRX..). En effet, la formation des nanoparticules d'argent a été confirmée par l'apparition d'une bande d'absorbance à une longueur d'onde supérieure à 400 nm. Le spectre FTIR a révélé la présence de composés phytochimiques dans l'extrait de *A. americana* ainsi que dans les AgNPs correspondantes, ce qui a facilité la bio-réduction. Les intensités de diffraction des AgNPs enregistrées confirment la cristallinité de l'argent comme cubique à faces centrées. D'après l'analyse Zetasizer, la taille des nanoparticules était différente d'une synthèse à une autre, en raison peut être de l'agglomération des AgNPs.

Par ailleurs, les activités antioxydante (DPPH et FRAP) et antibactérienne sur un milieu de gélose ont été évaluées. Les AgNPs biosynthétisées ont montré une excellente activité antibactérienne meilleure que celle de l'extrait aqueux dont l'activité antioxydante reste supérieure à celle des AgNPs. Ce résultat pourrait être intéressant dans les domaines pharmacologiques. En effet, les AgNPs, en raison de leurs propriétés antibactériennes intéressantes, pourraient être utilisées en médecine, dans le stockage des aliments, les pansements, les crèmes antiseptiques et un certain nombre d'applications environnementales.

Enfin, l'extrait aqueux de *A. americana* peut être utilisé comme réducteur en raison de la présence de biomolécules. Cette voie de synthèse est simple, économique et écologique. La chimie verte s'avère être une approche respectueuse de l'environnement et efficace pour la synthèse de nanoparticules qui reste donc une méthode alternative à la méthode de réduction chimique.

Références biographiques

- [1]. Himour, S., et al., *Etude phytochimique des feuilles d'Olea europaea L. var Chemlel d'Algérie*. J. of Biores. Valorization, 2016. 1(1): p. 34.
- [2]. Beyene, H.D., et al., *Synthesis paradigm and applications of silver nanoparticles (AgNPs), a review*. Sustainable materials and technologies, 2017. 13: p. 18-23.
- [3]. Lanone, S. and J. Boczkowski, *Les sources de nanoparticules*. Revue française d'allergologie, 2010. 50(3): p. 211-212.
- [4]. Jeevanandam, J., et al., *Review on nanoparticles and nanostructured materials: history, sources, toxicity and regulations*. Beilstein journal of nanotechnology, 2018. 9(1): p. 1054-1056.
- [5]. Jeevanandam, J., et al., *Synthesis approach-dependent antiviral properties of silver nanoparticles and nanocomposites*. Journal of Nanostructure in Chemistry, 2022: p. 1-23.
- [6]. Singh, H., et al., *Tolerance and decolorization potential of duckweed (Lemna gibba) to CI Basic Green 4*. Scientific Reports, 2021. 11(1): p. 1-12.
- [7]. Raj, S., et al., *Biogenic synthesis of AgNPs employing Terminalia arjuna leaf extract and its efficacy towards catalytic degradation of organic dyes*. Scientific Reports, 2020. 10(1): p. 1.
- [8]. Al-Otibi, F., et al., *Antimicrobial potential of biosynthesized silver nanoparticles by Aaronsohnia factorovskiyi extract*. Molecules, 2020. 26(1): p. 130.
- [9]. Okaiyeto, K., H. Hoppe, and A.I. Okoh, *Plant-based synthesis of silver nanoparticles using aqueous leaf extract of Salvia officinalis: characterization and its antiplasmodial activity*. Journal of Cluster Science, 2021. 32(1): p. 101.
- [10]. Dubas, S.T., P. Kumlangdudsana, and P. Potiyaraj, *Layer-by-layer deposition of antimicrobial silver nanoparticles on textile fibers*. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 2006. 289(1-3): p. 105.

- [11]. Khalid, M. and H.S. El-Sawy, *Polymeric nanoparticles: Promising platform for drug delivery*. International journal of pharmaceutics, 2017. 528(1-2): p. 675.
- [12]. Simon, S., et al., *Biomedical Applications of Plant Extract-Synthesized Silver Nanoparticles*. Biomedicines, 2022. 10(11): p. 2792.
- [13]. Tran, Q., V. Nguyen, and A. Le, *Adv. Nat. Sci. Nanosci. Nanotechnology*, 2013. 4 : p. 033001.
- [14]. Afsset, A. and R.d.E. Collective, *Évaluation des risques liés aux nanomatériaux pour la population générale et pour l'environnement*. La Doc. Fr, 2010. 3: p. 1-207.
- [15]. Salih, A.E., et al., *Silver Nanoparticle-Loaded Contact Lenses for Blue-Yellow Color Vision Deficiency*. physica status solidi (a), 2022. 219(1): p. 2100294.
- [16]. Abbasi, E., et al., *Silver nanoparticles: synthesis methods, bio-applications and properties*. Critical reviews in microbiology, 2016. 42(2): p. 173-180.
- [17]. Pareek, V., R. Gupta, and J. Panwar, *Do physico-chemical properties of silver nanoparticles decide their interaction with biological media and bactericidal action? A review*. Materials Science and Engineering: C, 2018. 90: p. 739-749.
- [18]. Mata, A., et al., *Design of biomolecules for nanoengineered biomaterials for regenerative medicine*, in *Nanotechnology in regenerative medicine 2012*, Springer. p. 39-49.
- [19]. Pongrac, I.M., et al., *Surface coating affects uptake of silver nanoparticles in neural stem cells*. Journal of Trace Elements in Medicine and Biology, 2018. 50: p. 684-692.
- [20]. Verma, P. and S.K. Maheshwari, *Applications of Silver nanoparticles in diverse sectors*. International Journal of Nano Dimension, 2019. 10(1): p. 18-36.
- [21]. Mattea, F., et al., *Silver nanoparticles in X-ray biomedical applications*. Radiation Physics and Chemistry, 2017. 130: p. 442-450.
- [22]. Rai, M., et al., *Bioactivity of noble metal nanoparticles decorated with biopolymers and their application in drug delivery*. International journal of pharmaceutics, 2015. 496(2): p. 159-172.

- [23]. Cheng, L., et al., *Nanotechnology strategies for antibacterial and remineralizing composites and adhesives to tackle dental caries*. *Nanomedicine*, 2015. 10(4) : p. 627-641.
- [24]. Chauvel, R., *Application des nanoparticules d'argent en thérapeutique*, 2018.
- [25]. Yeo, S.Y., H.J. Lee, and S.H. Jeong, *Preparation of nanocomposite fibers for permanent antibacterial effect*. *Journal of Materials science*, 2003. 38(10): p. 2143-2147.
- [26]. Iravani, S., et al., *Synthesis of silver nanoparticles: chemical, physical and biological methods*. *Research in pharmaceutical sciences*, 2014. 9(6): p. 385.
- [27]. Mughal, S.S., *Role of silver nanoparticles in colorimetric detection of biomolecules*. *Authorea Preprints*, 2022: p 36.
- [28]. Zou, M., et al., *Synthesis of silver nanoparticles in electrospun polyacrylonitrile nanofibers using tea polyphenols as the reductant*. *Polymer Engineering & Science*, 2013. 53(5): p. 1099-1108.
- [29]. Manickam, V., et al., *Recurrent exposure to ferric oxide nanoparticles alters myocardial oxidative stress, apoptosis and necrotic markers in male mice*. *Chemico-biological interactions*, 2017. 278: p. 54-64.
- [30]. Zhang, X.-F., Zhi-Guo liu, Wei shen, Sangiliyandi Gurunathan. *Silver Nanoparticles: Synthesis, Characterization, Properties, Applications, and Therapeutic Approaches*. *International Journal of Molecular Sciences*, 2016. 17 : p. 1534.
- [31]. Belfenache, D.E., *Elaboration et etude de nanoparticules Au/TiO₂ et Ag/TiO₂*, 2012, Université de Constantine 1 : p. 39.
- [32]. Ahmad, A., et al., *silver and gold nanoparticles from Sargentodoxa cuneata: synthesis, characterization and antileishmanial activity*. *Rsc Advances*, 2015. 5(90): p. 73793-73806.
- [31]. Zhong, L.-S., et al., *In-situ loading of noble metal nanoparticles on hydroxyl-group-rich titania precursor and their catalytic applications*. *Chemistry of Materials*, 2007. 19(18): p. 4557-4562.

- [34]. Mylsamy, K. and I. Rajendran, *Investigation on physio-chemical and mechanical properties of raw and alkali-treated Agave americana fiber*. Journal of Reinforced Plastics and composites, 2010. 29(19) : p. 2926.
- [35]. Meryem, E.F., *Les plantes reputées abortives dans les pratiques traditionnelles d'avortement au Maroc, 2012*, 2012, Université Mohammed V -Rabat- p. 23.
- [36]. Gary I, *Agaves, Yuccas and related plants. A Gardener's Guide*. Timber Press, United States, 2000 : p. 94–97.
- [37]. Babu, M., R. Dang, and K. Das, *Phytochemical investigations and characterization of antimicrobial activity of bioguided fractionated leaves of Agave americana L*. Annals of phytomedicine. International Journal, 2015. 4(1): p. 61-67.
- [38]. Bouaziz, M.A., R. Rassaoui, and S. Besbes, *Chemical composition, functional properties, and effect of inulin from Tunisian Agave americana L. leaves on textural qualities of pectin gel*. Journal of Chemistry, 2014, 2014: p.1-11.
- [39]. Maazoun, A.M., et al., *Phytochemical profile and insecticidal activity of Agave americana leaf extract towards Sitophilus oryzae (L.) (Coleoptera: Curculionidae)*. Environmental Science and Pollution Research, 2019. 26(19): p. 1-13.
- [40]. Hartman, B.E. and P.G. Hatcher, *Hydrothermal liquefaction of isolated cuticle of Agave americana and Capsicum annum: Chemical characterization of petroleumlike products*. Fuel, 2015. 156: p. 225-233.
- [41]. Khan, M., et al., *Antibacterial and irritant activities of organic solvent extracts of Agave americana Linn., Albizzia lebbek Benth. Achyranthes aspera Linn. And Abutilon indicum Linn-A. Preliminary Investigation*. Pakistan Journal of Zoology, 2010. 42(1): p. 93-97.
- [42]. Sahnoun, M., et al., *Apigenin isolated from A. americana encodes Human and Aspergillus oryzae S2 α -amylase inhibitions: credible approach for antifungal and antidiabetic therapies*. Journal of food science and technology, 2018. 55(4): p. 1489-1498.
- [43]. Sahnoun, M., et al., *Effect of Agave americana L. on the human, and Aspergillus oryzae S2 α -amylase inhibitions*. Natural product research, 2019. 33(5): p. 755-758.

- [44]. Peana, A.T., et al., *Anti-inflammatory activity of aqueous extracts and steroidal saponins of Agave americana*. *Planta medica*, 1997. 63(03): p. 199-202.
- [45]. Misra, A.K., S.K. Varma, and R. Kumar, *Anti-inflammatory Effect of an Extract of Agave americana on Experimental Animals*. *Pharmacognosy research*, 2018. 10(1): p.104.
- [46]. Matic, M., *The chemistry of plant cuticles: a study of cutin from Agave americana L*. *Biochemical Journal*, 1956. 63(1): p. 168.
- [47]. Deshmukh, A.P., et al., *Insights into the structure of cutin and cutan from Agave americana leaf cuticle using HRMAS NMR spectroscopy*. *Organic Geochemistry*, 2005. 36(7): p. 1072-1085.
- [48]. Tinto, W., et al., *Constituents of Agave americana and Agave barbadensis*. *Fitoterapia*, 2005. 76(6): p. 594-597.
- [49]. Sameh, A., et al., *A study of the effect of Agave americana extract inhibitor on the corrosion of mild steel in 0.5 M H₂SO₄*. *Materials Research Express*, 2018. 6(1): p. 1-16.
- [50]. Benmansour, N., *Etude physico-chimiques et applications de quelques extraits de plantes*, 08-04-2021: p. 215.
- [51]. Marciano, A., B. Chefetz, and A. Gedanken, *Differential Adsorption of Silver Nanoparticles to the Inner and Outer Surfaces of the Agave americana Cuticle*. *The Journal of Physical Chemistry C*, 2008. 112(46): p. 18082-18086.
- [52]. Ahmad, B., et al., *Green synthesis, characterisation and biological evaluation of AgNPs using Agave americana, Mentha spicata and Mangifera indica aqueous leaves extract*. *IET nanobiotechnology*, 2016. 10(5): p. 281-287.
- [53]. Jin, J.-M., Y.-J. Zhang, and C.-R. Yang, *Four new steroid constituents from the waste residue of fibre separation from Agave americana leaves*. *Chemical and pharmaceutical bulletin*, 2004. 52(6): p. 654-658.
- [54]. El Omari, H., A. Belfkira, and F. Brouillette, *Paper properties of Typha latifolia, Pennisetum alopecuroides, and Agave americana fibers and their effect as a substitute for kraft pulp fibers*. *Journal of natural fibers*, 2017. 14(3): p. 426-436.

- [55]. Thimmiah, Bhargavi R., and Gobi Nallathambi. "Development of high-performance filter from *Agave americana* fibre/polyacrylonitrile nanofibre membrane for Cd, Pb (II) and organic contaminants removal from aqueous solution." *Journal of Industrial Textiles*, 2022. 51.(2): p. 2197-2215.
- [56]. Davis, S., Dohleman, F., Long, S., *The global potential for Agave as a biofuel feedstock*. GCB Bioenergy, 2011: p 68–78.
- [57]. Abdel-Raouf, N., et al., *Rapid biosynthesis of silver nanoparticles using the marine red alga *Laurencia catarinensis* and their characterization*. Beni-Suef University Journal of Basic and Applied Sciences, 2018. 7(1): p. 150-157.
- [58]. Chulet, R., et al., *Phytochemical screening and antimicrobial activity of *Albizzia lebbek**. *Journal of Chemical and Pharmaceutical research*, 2010. 2(5): p. 476-484.
- [59]. Lakshmanan, G., et al., *Plant-mediated synthesis of silver nanoparticles using fruit extract of *Cleome viscosa* L.: assessment of their antibacterial and anticancer activity*. *Karbala International Journal of Modern Science*, 2018. 4(1): p. 61-68.
- [60]. Rakib-Uz-Zaman, S., et al., *Biosynthesis of silver nanoparticles from *Cymbopogon citratus* leaf extract and evaluation of their antimicrobial properties*. *Challenges*, 2022. 13(1): p. 18.
- [61]. Thirumagal, N. and A.P. Jeyakumari, *Structural, optical and antibacterial properties of green synthesized silver nanoparticles (AgNPs) using *Justicia adhatoda* L. leaf extract*. *Journal of Cluster Science*, 2020. 31(2): p. 487-497.
- [62]. Traiwatcharanon, P., K. Timsorn, and C. Wongchoosuk. *Effect of pH on the green synthesis of silver nanoparticles through reduction with *pistiastratiotes* extract*. in *Advanced materials research*. 2016. Trans Tech Publ.
- [63]. A. S. Kumar, G. Madhu, E. John, S. V. Kuttinarayanan and S. K. Nair, *Green Processing and Synthesis*, 2020. (9): p. 268-274.
- [64]. Re R., Pellegrini A., Proteggente A., Pannala M., Yang M. et Rice-Evans C, *Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay*. *Free radical biology and medicine*, 1999. p. 1231-1237.

- [65]. Bougandoura, N. and N. Bendimerad, *Evaluation de l'activité antioxydante des extraits aqueux et méthanolique de Satureja calamintha ssp. Nepeta (L.) Briq.* Nature & Technology, 2013. (9): p. 14.
- [66]. Le Ouay, B. and F. Stellacci, *Antibacterial activity of silver nanoparticles: A surface science insight.* Nano today, 2015. 10(3): p. 339-354.
- [67]. Dinesh, B., et al., *Antibacterial activity of silver nanoparticles synthesized using endophytic fungus-Penicillium cinnamopurpureum.* Spectroscopy Letters, 2022. 55(1): p. 20-34.
- [68]. Shegute, T. and Y. Wasihun, *Antibacterial activity and phytochemical components of leaf extracts of agave americana.* Journal of Experimental pharmacology, 2020: p. 447-454.
- [69]. Harborne, J., H. Baxter, and G. Moss, *Tannins, Chapter 45. Phytochemical Dictionary. A Handbook of Bioactive Compounds from Plants.* Taylor & Francis, UK, 1999: p. 570-581.
- [70]. Launay, A., J. Bruneton, *Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales,* Ed, 2016. 15: p.1.
- [71]. Hassane, A., et al., *Production d'alcaloïdes et croissance des organes de Balanites aegyptiaca Del. en culture in vitro.* International Journal of Progressive Sciences and Technologies (IJPSAT), 2020. 24(1): p. 270-277.
- [72]. Ovais, M., et al., *Role of plant phytochemicals and microbial enzymes in biosynthesis of metallic nanoparticles.* Applied microbiology and biotechnology, 2018. 102: p. 6799 6814.
- [73]. Rakib-Uz-Zaman, S., et al., *Biosynthesis of silver nanoparticles from Cymbopogon citratus leaf extract and evaluation of their antimicrobial properties.* Challenges, 2022. 13(1): p. 18.
- [74]. Verma, A.; Mehata, M.S. *Controllable Synthesis of Silver Nanoparticles Using Neem Leaves and Their Antimicrobial Activity.* J. Radiat. Res. Appl. Sci, 2016 : p.109–115.
- [75]. Sur, U.K., et al., *Green synthesis of Silver nanoparticles using the plant extract of*

Shikakai and Reetha. *Materials Today: Proceedings*, 2018. 5(1): p. 2321-2329.

- [76]. Oldenburg, Steven J. *Silver nanoparticles: properties and applications*. Sigma-Aldrich Co., nd, 2014.
- [77]. Chahardoli, A., N. Karimi, and A. Fattahi, *Nigella arvensis leaf extract mediated green synthesis of silver nanoparticles: Their characteristic properties and biological efficacy*. *Advanced Powder Technology*, 2018. 29(1): p. 202-210.

Annexes

Activité antioxydante

➤ Teste de DPPH

Tableau 1 : Les valeurs de l'extrait aqueux.

Extrait aqueux																								
Cm(mg/mL)	1			2			3			4			5			6			8			10		
ABS	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,
	4	4	4	2	2	2	1	0	1	1	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	6	3	1	2	4	3	0	1	0	5	6	5	7	6	8	3	4	5	2	4	1	0	1	1
	2	3	2	9	8	8	7	0	9	1	3	9	6	2	9	1	2	3	0	0	6	7	2	1
Moyenne	0,435			0,238			0,105			0,158			0,076			0,042			0,025			0,010		

Tableau 2 : Les valeurs de nanoparticules d'argent.

AgNPs																								
Cm (mg/mL)	1			2			3			4			5			6			8			10		
ABS	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,
	4	4	4	4	3	4	3	3	3	3	3	3	3	3	3	3	2	2	2	2	2	2	2	2
	4	1	5	3	9	3	9	4	9	3	7	5	5	0	3	0	9	9	7	7	7	1	4	5
	9	0	5	0	4	6	4	5	0	3	4	5	8	7	8	2	4	6	4	1	5	6	4	2
Moyenne	0,438			0,420			0,376			0,354			0,334			0,297			0,273			0,237		

Acide ascorbique																								
Cm (mg/mL)	1			2			3			4			5			6			8			10		
ABS	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0			
	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,			
	4	3	3	1	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0			
	8	8	9	3	3	3	5	5	5	3	3	3	2	2	2	2	2	2	1	1	1	0	0	0
0	8	4	2	6	9	6	3	0	8	5	6	7	9	8	2	2	1	4	1	4	4	7	6	
Moyenne	0,420			0,135			0,053			0,036			0,028			0,021			0,013			0,005		

➤ **Teste de FRAP**

Tableau 3 : Les valeurs de l'acide ascorbique.

Tableau 4 : Les valeurs de l'extrait aqueux.

Extrait aqueux																								
Cm(mg/mL)	1			0.8			0.6			0.5			0.4			0.3			0.2			0.1		
ABS	1	1	1	1	1	1	1	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	,	
	6	4	6	3	3	4	0	1	0	9	8	8	7	7	7	6	6	6	5	6	5	5	6	5
	9	1	0	5	0	2	2	0	0	1	5	1	1	4	7	4	5	9	5	2	9	9	0	1
	7	7	6	3	6		1	8	4	5	2	3	6	5	5	6	5		5	7	8	2	4	
Moyenne	1,571			1,361			1,043			0,860			0,738			0,668			0,590			0,571		

Tableau 5 : Les valeurs des nanoparticules d'argent.

AgNPs																								
Cm(mg/mL)	1			0.8			0.6			0.5			0.4			0.3			0.2			0.1		
ABS	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0		
	
	8	8	8	8	7	8	7	7	7	7	7	7	7	7	7	6	7	7	6	6	6	6		
	2	0	4	3	8		4	9	7	6	7	8	2	4	1	3	2	8	0	2	8	7	5	6
	2	1	9	9	9		6	3	8	9	6	2	1	0	2	5	1	7	4	1	7	7	5	8
Moyenne	0.824			0.809			0.772			0.775			0.724			0.721			0.704			0.670		

Tableau 6 : Les valeurs d'acide ascorbique.

Acide ascorbique																								
Cm(mg/mL)	1			0.8			0.6			0.5			0.4			0.3			0.2			0.1		
ABS	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	1	1	1	1	1	1	1	1	1	
	
	5	5	5	4	4	4	3	3	2	2	1	1	0	0	0	9	8	9	8	7	7	4	6	3
	8	3	6	4	6	3	0	1	2	0	9	1	7	2	0	8	7	2	1	6	4	3	5	6
	5	9	3		1	4	2	6	8	8	5		4	2	4	2	8	5	3	5	6	9	4	2
Moyenne	2.562			2.445			2.282			2.171			2.033			1.928			1.775			1.485		

Résumé

Dans cette étude, des nanoparticules d'argent ont été synthétisées à l'aide de l'extrait aqueux des feuilles de *A. americana*. La formation des AgNPs a été confirmée par un changement de couleur du milieu réactionnel et par spectrophotométrie UV-Visible. La caractérisation de ces AgNPs a été faite par différentes techniques. L'analyse par infrarouge à transformée de Fourier a révélé plusieurs groupements chimiques qui pourraient être des précurseurs réducteurs. La nature cristalline des AgNPs par DRX confirme la présence d'argent. Par ailleurs, les activités biologiques antioxydantes (FRAP et DPPH) et antibactériennes ont été investiguées. Le pouvoir réducteur de l'extrait aqueux reste meilleur que celui des AgNPs qui possèdent une activité antibactérienne nettement supérieure à celle de l'extrait aqueux.

Mots clés : *Agave americana* L. ; nanoparticules d'argent ; activité antioxydante ; activité antibactérienne.

Abstract

In this study, silver nanoparticles were synthesized using the aqueous extract of the leaves of *Agave americana* L. The formation of AgNPs was confirmed by a color change of the reaction medium and by UV-Vis spectrophotometry. The characterization of these AgNPs was done by different techniques. Fourier transform infrared analysis revealed several chemical groups that could be reducing precursors. The crystalline nature of AgNPs by XRD confirms the presence of silver. In addition, the antioxidant (FRAP and DPPH) and antibacterial biological activities were investigated. The reducing power of the aqueous extract remains better than that of the AgNPs which have a markedly higher antibacterial activity than that of the aqueous extract.

Keywords : *Agave americana* L.; silver nanoparticles; antioxidant activity; antibacterial activity.

ملخص

في هذه الدراسة ، تم تصنيع جسيمات الفضة النانوية باستخدام المستخلص المائي لأوراق *Agave americana* L. تم تأكيد تكوين AgNPs عن طريق تغير لون وسط التفاعل وبواسطة القياس الطيفي للأشعة UV-Visible. تم تشخيص هذه AgNPs بواسطة تقنيات مختلفة. كشف تحليل FTIR عن وجود عدة مجموعات كيميائية قد تكون مسؤولة عن عملية الأرجاع. الطبيعة البلورية لـ AgNPs باستعمال DRX تؤكد وجود الفضة. بالإضافة إلى ذلك، تم فحص الأنشطة البيولوجية المضادة للأوكسدة (FRAP و DPPH) والمضادة للبكتيريا. قوة الأرجاع للمستخلص المائي أحسن من تلك الموجودة في AgNPs التي لها نشاط مضاد للجراثيم أعلى بشكل ملحوظ من المستخلص المائي .

الكلمات المفتاحية : *Agave americana* L. ؛ جسيمات الفضة النانوية ؛ النشاط المضاد للجراثيم ؛ نشاط مضاد للأوكسدة .