République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Ahmed Draïa Adrar Faculté des Sciences et de la Technologie

Département des Sciences de la matière

MEMOIRE

MASTER ACADEMIQUE

Domaine : **Science de la matière**

Filière : **Chimie**

Spécialité : **Chimie de l'environnement**

Intitulé

Application biologique d'un matériau hybride

Présenté par :

OUAHAB Fatiha

BAHMI Aicha

Soutenu publiquement le

Devant le jury :

Président	**NANI Abdelhafid**	**M.C.B**	**Univ. Adrar**
Promotrice	**BOUDAOUAD Nacera**	**M.A.A**	**Univ. Adrar**
Examinateur	**CHERGUI Yamina**	**M.A.A**	**Univ. Adrar**

Année Universitaire : 2019/2020

Remerciements

En premier lieu, nous remercions Dieu le tout puissant de nous avoir donné le courage et la persévérance pour achever ce travail.

Nous adressons nos sincères remerciements et notre gratitude à tous ceux qui nous ont tendu la main et l'aide ,même si c'était un mot aimable dans l'accomplissement de ce travail , et nous mentionnons en particulier le professeur Boudaoud Nacera ,professeur Adjoint de premier ordre à l'Université d'Adrar , pour sa direction dans ce travail et d'avoir accepté de nous superviser et de nous guider dans notre travail avec ses conseils avisés, ses critiques et ses encouragements.

Nous remercions également les membres du jury pour leur approbation de ce travail. Nous remercions beaucoup l'équipe du laboratoire de chimie des matériaux et environnement de l'Université de science et technologie pour son aide.

Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à nos familles qui nous ont toujours soutenus ainsi qu'à tous nos collègues de travail pour leur soutien et leur assistance.

Dédicaces

Au nom d'ALLAH clément miséricordieux prière et pais sur notre prophète MOHAMED (que le salut soit sur lui)

Dédicace

Je dédié ce mémoire à :

Celui qui ont consacré sa vie à mon éducation, dont l'amour et la sollicitude ont été à la base de ma résolution, au secret moral ; à mon succès et à la lumière de ma vie « Mon cher père »que Dieu prolonge sa vie

La source de la tendresse, au symbole du don et au meilleur du cœur, à celle dont les yeux sont

remplis de larmes de joie si je suis heureuse, et de larmes de tristesse si je souffre, à quoique je dise je ne lui exprimerai pas toute la reconnaissante qu'elle mérite, à la bougie qui fond pour éclairer mon chemin qui Dieu a honoré par le paradis sous ses pieds « Ma mère bien-aimée » que Dieu la protège et prolonge sa vie.

Ceux qui partagent mes joies et mes peines pour mes frères et sœurs keltoum, Bouziane, Mounir, Basmala, Fatima Zohra, RitajMakka. A mes tantes et mes oncles que Dieu les protèges.

Tous ceux que la vie universitaire m'a rapproché d'eux , et ils étaient les meilleurs collègues, aux bien-aimés de mon cœur, qui aidaient même avec une bonne parole, que Dieu les protège de tout mal et prenne soin d'eux .

A mon binôme Aicha bahmi, que Dieu lui accorde succès.

Fatiha

Dédicaces

Ce mémoire est dédié ;

A mon cher père mon seigneur aie pitié de moi, et ma mère, ma bien-aimée, que mon seigneur la protégé ont toujours été à mes coté et qui m'ont donné un magnifique modèle de labeur et de persévérances j'espère qu'ils trouveront dans ce travail tout ma reconnaissances et tous mon amour.

A tous mes frères et mes sœurs Mabrouka , Fatima, Saida, Oum el khier, Saleh, Mohamed, Abdallah, Mohamed Ellmassoude.

A toutes la famille Bahmi et Moussaui.

A Melle Boudaoud Nacera

A mon binôme Fatiha Ouahab

A tous mes amies

A toute la promotion master chimie d'environnement 2020

Aicha

TABLE DES MATIERES

Remerciements.....

Dédicaces .....

TABLE DES MATIERES .....

Introduction générale 1

CHAPITRE I

PRÉSENTATION DES HYDROXYDES DOUBLE LAMELLAIRES

I-Présentation des hydroxydes double lamellaire 3

I.1.1- Structure des HDL.....3

I.1.1. a. Le feuillet: nature de M^{II} et L^{III}: 5

I.1. 1. b. L'espace inter feuillet : 5

I.1.2-Application des hydroxydes doubles lamellaires :.....6

I.2 –Synthèse des hydroxydes double lamellaires : 7

I.2.1-Méthodes de synthèse usuelle : 7

I.2.1.a- Co précipitation directe : 7

I.2.1.b-Echange anionique : 8

I.2.1.c - Description structural: 8

I.3 -Protocole expérimental.....9

I.3.1- Synthèse 9

I.4-Methode usuelles de caractérisation des HDL:.....10

I.4.1-Microscopie électronique à balayage (MEB) : 10

I.4.2-Diffraction des rayons X : 11

I.4.3 - Spectroscopie infrarouge :.....13

CHAPITRE II

APPLICATION BIOLOGIQUE

II. 1. Introduction 16

II.1.1 Effetsdes antibiotiques sur les bactéries.....16

II.1 .2 Rappel sur les bactéries 17

II.1 .3 Caractéristiques de la souche bactérienne utilisée : *Escherichia coli* 18
II.1. 4 Les infections bactériennes 19
II.1 .5 Les Antibiotiques 20
II.1. 6. Résistance des antibiotiques.....20
II.2. Les métaux antibactériens 21
II .2. 1. Position de l'argent 23
II.2.2. Test de sensibilité aux antibiotiques 23
Reference bibliographique.....27
Conclusion générale.....33
Annexe……..……..…34
Résume.....38

INTRODUCTION GÉNÉRAL

Introduction générale

Récemment, les nanoparticules métalliques ont suscité un intérêt de recherche mondial en raison de leurs propriétés physiques et chimiques uniques qui ont conduit à de nombreuses applications potentielles telles que l'activité catalytique, le revêtement et la photo catalyse. Certains de ces ions comme Ag^{+}, Cu^{2+}, Zn^{2+}, Ce^{3+} développent une activité bactérienne intrinsèque. Cependant, leur utilisation comme agent antibactérien seul est très coûteuse et /ou toxique. Ainsi, le développement de nouveaux matériaux composites par l'insertion de petites quantités de ces métaux dans des matrices solides inorganiques a été d'un grand intérêt ces dernières années. Ces agents antibactériens inorganiques ont plusieurs avantages par rapport aux agents organiques traditionnellement utilisés tels que la stabilité chimique, la résistance thermique, la sécurité à l'utilisateur, la durée d'action durable et peuvent potentiellement être utilisés dans des produits de tous les jours comme les peintures, les ustensiles de cuisine, les ustensiles scolaires et hospitaliers, etc. Comme ils appartiennent à la famille des silicates lamellaires, les argiles sont généralement utilisées dans la préparation de matériaux composites antibactériens. L'utilisation de minéraux d'argile comme matrice inorganique nécessite un traitement long et coûteux. Ces minéraux peuvent être facilement synthétisés et constituent donc une bonne alternative aux minéraux argileux en tant que matrices inorganiques antibactériennes. Ces composés notés HDL, acronyme de « Hydroxydes Doubles Lamellaires», s'apparententà l'hydrotalcite naturelle $Mg_6Al_2(OH)_1(CO_3)\ 4H_2O$, dans laquelle des cations magnésium divalents sont remplacés par des cations aluminium trivalents , leur formule chimique générale est $[M^{2+}_{1-x}\ M^{3+}_{x}(OH)_2\ ][A^{-m}_{x/m},nH_2O]$ (avec M^{2+}, M^{3+} cations métalliques divalents et trivalents et A^{m-} sont les anions) . La présence de cations facilement échangeables dans l'espace intercalaire de ce matériau en fait un bon candidat pour une utilisation comme matrice inorganique antibactérienne.

La première partie de ce travail donne une étude bibliographique exhaustive sur les matériaux en feuillets et l'espace inter lamellaire (origine, synthèse, caractérisation, propriétés etapplications). Tous les matériaux obtenus sont caractérisés par diffraction de rayons X (DRX), spectroscopie infrarouge (FTIR), microscopie électronique à balayage (MEB).

La seconde partie du mémoire est consacré à l'évaluation des propriétés biologique de matériaux et sa forme échange avec le méthomyl en utilisant comme agents antibactériens contre la souche Escherichia Coli.

CHAPITRE I

PRÉSENTATION DES HYDROXYDES DOUBLE LAMELLAIRES

I-Présentation des hydroxydes double lamellaire

SI.1-généraliter sur hydroxydes doubles lamellaires :

Les matériaux argileux sont parmi les minéraux les plus connus .D'origine naturelle les argiles cationiques sont très répandues dans la nature. Les argiles anioniques, qui se distinguent des précédentes par des feuillets hydroxylés chargés positivement [1, 2, 3], sont au contraire rares et le plus souvent obtenues par synthèse [4, 5]. Aussi appelés Hydroxydes Doubles Lamellaires (notés HDL, acronyme de Layered Double Hydroxydes) [5], ces matériaux ont été synthétisés pour la première fois par Feitknecht dans les années 30 [6,7]. Leur développement s'est ensuite amplifié grâce aux travaux de Miyata et de Reichie dans le milieu des années 80 [8, 9, 10]. Ils constituent maintenant une famille de matériaux avec un éventail très large d'applications. L'industrie chimique s'est très vite intéressée aux HDL pour leurs propriétés d'échange anionique [11, 12], catalytiques [13, 14] et leur faible coût de production [4, 5]. De nos jours, de nouvelles applications des HDL sont encore découvertes, ce qui montre leur énorme potentiel.

I.1.1- Structure des HDL

L'hydrotalcite naturelle de formule chimique [$Mg_6Al_2(OH)_{16}CO_3$ $4H_2O$], découverte en suède en 1842 [2, 4], est le composé modèle de cette famille de matériaux, c'est pour cette raison que les HDL sont aussi nommés composés de type hydrotalcite. La **(Figure I. 1**) décrit la structure des HDL, avec un empilement rhomboédrique identique à celui de l'hydrotalcite.

La structure de ces composés se caractérise par deux parties bien distinctes, les feuillets et l'espace inter feuillet. Les feuillets sont composés de cations divalents et trivalents dont les octaèdres de coordination sont liés de façon coplanaire par une arête. C'est le même type de liaison des octaèdres que l'on retrouve dans la brucite $Mg(OH)_2$ (**Figure I .1**) [15, 16].

Le seul changement entre les feuillets des structures HDL et de la structure brucite concerne la substitution des cations divalents de la brucite par des cations trivalents dans les HDL. La présence des cations trivalents va entraîner la création de charges positives dans les feuillets, charges compensées par des anions (notés X^{n-} sur la

(**figure I.2**)) dans l'espace inter feuillet. L'arrangement de l'espace inter feuillet est complété par des molécules d'eau.

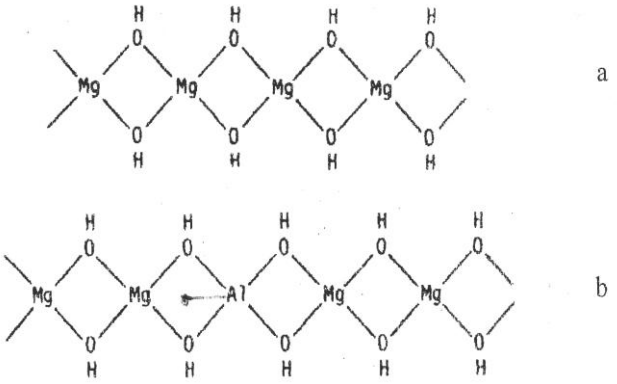


Figure I(1) :(a) Model structural d'un feuillet de type brucite $Mg(OH)_2$, (b) structure d'un feuillet de type hydrotalcite.

La structure de ces composés se caractérise par deux parties bien distinctes, les feuillets et l'espace inter feuillet. Les feuillets sont composés de cations divalents et trivalents dont les octaèdres de coordination sont liés de façon coplanaire par une arête. C'est le même type de liaison des octaèdres que l'on retrouve dans la bruite $Mg(OH)_2$ (**Figure I.1**) [15, 16].

Le seul changement entre les feuillets des structures HDL et de la structure brucite concerne la substitution des cations divalents de la bruite par des cations trivalents dans les HDL. La présence des cations trivalents va entraîner la création de charges positives dans les feuillets, charges compensées par des anions (notés X^{n}- sur la (**Figure I.1**) dans l'espace inter feuillet. L'arrangement de l'espace inter feuillet est complété par des molécules d'eau.

La formule chimique générale des HDL peut se résumer par $[M^{II}_{1-y}M^{III}_{y}(OH)_2]^{y+}$ $[X^{n-}]_{y/n}$, Z H_2O. Ou M^{II} et L^{III} désignent les cations di et trivalents et X l'anion intercalé. Deux types de liaisons assurent la cohésion de la structure [2, 16, 17]:

- des liaisons fortes (covalentes) dans les feuillets,
- des liaisons faibles (liaisons hydrogènes) reliant les espèces de l'inter feuillet entre elles et avec les hydroxyles des feuillets. Les anions sont ainsi échangeables

selon des procédures expérimentales simples, ce qui constitue une voie supplémentaire pour obtenir de nouveaux HDL.

I.1.1. a. Le feuillet: nature de M^{II} et L^{III}:

De nombreux métaux divalents et trivalents peuvent être combinés pour former les feuillets des HDL. Les feuillets les plus couramment synthétisés sont à base de magnésium et d'aluminium, comme dans l'hydrotalcite naturelle. Cependant, d'autres métaux peuvent être associés [18, 19, 20, 21, 22, 23] :

- métaux divalents: Zn^{2+}, Ni^{2+}, Cu^{2+}, Co^{2+}, Fe^{2+}, $Ça^{2+}$,...
- métaux trivalents: Cr^{3+}, Ni^{3+}, Cu^{3+}, Co^{3+}, Fe^{3+}, Ca^{3+},….

I.1. 1. b. L'espace inter feuillet :

II est généralement difficile d'avoir une description structurale du domaine inter feuillet. Ceci est principalement dû au fait que les anions ne se structurent pas en un sous réseau rigide, ce phénomène étant accru par la présence des molécules d'eau [2, 4, 12]. Généralement, l'espace inter lamellaire est un milieu fortement désordonné.

Néanmoins, dans le cas d'entités simples telles que les ions carbonate ou chlorure, les anions occupent des sites bien définis [4]. L'espace inter feuillets est défini par la nature des anions qui le constituent. A priori, aucune limitation n'existe dans l'intercalation d'anions. Cependant, il faut que:

- ceux-ci soient stables dans les conditions opératoires,
- qu'il n'y ait pas de contrainte stérique ou géométrique.

Une grande variété d'espèces anioniques peut s'insérer dans l'espace inter feuillet [24, 25, 26 , 27, 28].

- Anions simples: CO_3^{2-}, OH^-, F^- , Cl^-, Br^-, I^-, NO_3^-, ClO_4^- ,

- Halocomplexes : $(NiCl_4)'$, $(CoCI_4)^-$, $(IrCl_6)^-$,..
- Cyanocomplexes:$[Fe(CN)_6]^{4-}$,$[Co(CN)_6]^{4-}$,$[Mo(CN)_8]^{4-}$,…
- Oxocomplexes : $[MoO_2(O_2)_4C_4H\ 2O_6]^{4-}$,...
- Oxométallates : CrO_4^{2-}, $M0_7O_{24}^{6-}$ WO_4^{2-},...
- Hétéropolyoxométallates : $(PMo_{12}\ O_{40})^{3-}$, $(PW_{12}O_{40})^{3-}$,….

On peut noter qu'une séparation très nette s'opère entre les espèces inorganiques pour lesquelles l'espace inter feuillet ne dépasse pas 15 Å [2] et les espèces organiques.

L'épaisseur de l'espace inter feuillet est déterminée par le nombre, la taille, l'orientation des anions, ainsi que leurs interactions avec les groupements hydroxyles des feuillets [29].

I.1.2-Application des hydroxydes doubles lamellaires :

Parmi les composés lamellaires, les hydroxydes doubles lamellaires se distinguent par une chimie très riche due à des combinaisons très variées d'éléments chimiques constitutifs des feuillets et des entités inter lamellaires.

Cette diversité chimique permet d'envisager un spectre particulièrement large de propriétés chimiques. En effet, les HDL trouvent place dans beaucoup d'applications industrielles. La propriété d'échange anionique offre de multiples possibilités de piégeage de molécules, dont les applications les plus répandues sont le piégeage d'éléments radioactifs [25, 30, 31], l'adsorption de gaz [4, 32].

La dépollution des sols et des eaux (minéraux, tensioactifs, pesticides, colorants,...) [21, 26,28,33,34] , Dans le domaine médical, la Phase [Mg_2Al-CO_3] sert à traiter les ulcères gastriques en piégeant l'acide peptidique responsable de l'acidité dans l'estomac [35] , alors que des phases à base de [Mg-Fe-CO_3] servent à la prévention et au traitement de maladies associées à des déficiences en fer [4, 22]. Les échanges protoniques entre les groupements OH des feuillets et les molécules d'eau ainsi que la mobilité des anions confèrent à la structure HDL des propriétés intéressantes de conduction ionique. Cette propriété est utilisée dans la mise au point de systèmes microélectroniques, comme des capteurs [10]. Dans le domaine de l'électrochimie, les HDL rentrent dans la conception d'un nouveau type d'électrodes modifiées. Les HDL ont par ailleurs suscité un grand intérêt en catalyse en tant qu'échangeurs d'anions [2, 36] et comme supports de catalyseurs [5] ou bien grâce à leurs propriétés basiques comme catalyseurs pour effectuer des réactions de condensation al dolique par exemple [37, 38] .Après traitement thermique et réduction, les HDL donnent naissance à des oxydes mixtes de type spinelle, qui sont aussi employés comme catalyseurs ou précurseurs de catalyseurs dans les réactions de synthèse d'alcools, de polymérisation de l'éthylène, d'oxydation,...[4, 39, 40].Récemment sont apparus les phases dites à pilier par insertion d'anions volumineux entre les feuillets.

Il résulte de ces insertions une augmentation importante de la surface spécifique pour ces phases, ce qui les rend encore plus intéressantes pour la catalyse [41]. Les domaines d'application des phases HDL sont extrêmement variés et mettent

principalement à profit les propriétés liées à leur structure lamellaire, la grande variété des associations de cations divalents, trivalents, et d'anions pouvant être insérés dans la structure.

Leur important potentiel d'échange anionique ou bien encore leur comportement Oxydo -réducteur ou acido-basique.

I.2 –Synthèse des hydroxydes double lamellaires :

I.2.1-Méthodes de synthèse usuelle :

Elles sont au nombre de trois. Les deux plus utilisées sont la Co précipitation directe et l'échange anionique. Celle dite de reconstruction est moins courante.

I.2.1.a- Co précipitation directe :

C'est la méthode la plus utilisée pour préparer un HDL. Elle consiste à provoquer la précipitation simultanée des cations métalliques divalents et trivalents par ajout d'une espèce basique à une solution de sels correspondants pris en proportions adéquates. Les meilleurs résultats sont généralement obtenus en ajoutant simultanément dans un réacteur, la solution acide des sels métalliques et la solution basique de façon à maintenir le pH à une valeur constante ; une addition lente des réactifs est généralement favorable à une bonne organisation de la phase préparée [2, 5].

Ainsi que d'autres conditions interviennent à la synthèse par Co précipitation, qui sont la vitesse de l'addition, le pHde la suspension formé, la vitesse d'agitation et la température du mélange. [42, 43]. L'avantage particulier de la méthode de Co précipitation est qu'elle tient compte du contrôle précis de la densité de charge (le rapport M^{II}/M^{III}) au sein des feuillets d'hydroxyde. Afin d'assurer la précipitation simultanée des cations de la matrice, il est nécessaire d'exécuter la synthèse à un pH auquel les hydroxydes de M^{II} et M^{III} précipitent. Pour rassurer cela, il est nécessaire de contrôler le pH et le rapport M^{II}/ M^{III} dans la solution initiale. Sans contrôle de pH, formation des phases d'impuretés M^{II} $(OH)_2$ et ou M^{III} $(OH)_3$ et par conséquent un HDL probablement avec un rapport M^{II}/M^{III} indésirable [44].

La réaction chimique qui se produit, peut être représentée par :

$$(1-x)\, M^{II}(X^-)_3 + 2\, M^{I}OH + \left(\frac{x}{m}\right) M^{I}_{m}(A^{m-}) \rightarrow M^{II}_{1-x} M^{III}_{x}(OH_2)(A^{m-})_{\frac{x}{m}} nH2O + (2+x) M^{I}$$

I.2.1.b-Echange anionique :

On utilise ici une des principales propriétés des HDL. La réaction d'échange est une réaction topo tactique, ou autrement dit, la structure ion-covalente des feuillets est conservée, les liaisons plus faibles anions/feuillets sont-elles changées. Pour réaliser l'échange, le matériau HDL précurseur contenant généralement des ions chlorure ou nitrate est placé en suspension dans une solution contenant l'anion à intercaler. Le pH est ensuite ajusté et l'ensemble est maintenu sous agitation. Il faut également opérer à l'abri du CO_2 de l'air, en effet les anions carbonate s'intercalent préférentiellement, puis sont difficilement échangeables.

Il est à noter que les échanges se réalisent plus facilement à partir des phases contenant des anions nitrate intercalés qu'à partir des phases contenant des anions carbonate ou chlorure intercalés, car l'affinité des ions NO_3^- pour la matrice est moins des que celles des ions Cl^-[45]. Cette affinité diminue en effet dans la série : $CO_3^{2-} >> Cl^- > NO_3^-$.

I.2.1.c - Description structural:

Les HDL_S s'apparentant à l'hydrotalcite naturelle $Mg_6Al_2(OH)_{16}(CO_3)4H_2O$ dans laquelle des cation magnésium divalents sont remplacés par des cations aluminium trivalents La formule générale d'un HDL est donc :

$$[M^{II1}_{-Y} \; L^{III}_{Y} (OH)_2]^{+Y} [X^{-n}]_{Y/N} [OH]_z$$

La structure est constitué d'un empilement de feuillets de type brucite $(M, L)(OH)_2$ formés d'octaèdres $(M, L)(OH)_6$ à arêtes communes (**Figure I .2**) La substitution partielle des cations trivalents L aux cations divalents M généré un excès de charge positive sur les feuillets, la densité de charge étant proportionnelle au rapport :

$$Y = M^{III} / M^{III} + M^{II}$$

Afin d'assure la neutralité électrique globale des espaces anioniques (X^{N-}) sont alors intercalées dans l'espace inter feuillet, conjointement à des molécules d'eau.

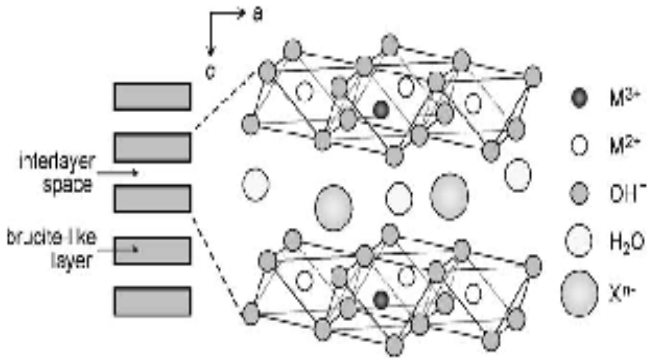


Figure I.2 : structure d'une phase.

I.3 -Protocole expérimental

I.3.1- Synthèse

L'objectif de ce travail est la synthèse de phase HDL Zn_2Al-CO_3, Zn_2Fe-CO_3 et calcinée à 500°C. La méthode de synthèse choisie est la Co-précipitation très utilisée pour l'obtention des composés de type hydrotalcite. Les produits suivants sont utilisés dans la synthèse de l'hydroxyde double lamellaire [Zn_2Al-CO_3] et [Zn_2Fe-CO_3].

- Le nitrate de zinc Zn $(NO_3)_2.6H_2O$,
- Le nitrate de d'aluminium Al $(NO_3)_3.9H_2O$,
- Le nitrate de fer $Fe(NO_3)6H_2O$,
- L'hydroxyde de sodium NaOH,
- Le carbonate de sodium Na_2CO_3.

I.3.1.a -Condition de synthèse :

Pour la préparation de la phase [Zn_2Al-CO_3] et [Zn_2Fe-CO_3] les paramètres suivant ont été respectés.

- Le rapport molaire : Zn/Al et Zn/Fe égale à 2,
- pH de la solution maintenu constant et égale à 10,
- Température de cristallisation égale à 65°C,
- Un temps de cristallisation de 24 heures.

I.3.1.a.1 - la phase [Zn_2Al-CO_3]

Le mode opératoire est le suivant : Une solution contenant les sels des métaux divalent et trivalent $Zn(NO_3)_2$ $6H_2O$ 1M+ $Al(NO_3)_2$ $9H_2O$ 0.5 M est versée à débit constant dans un bécher rempli d'eau distillé. Les sels précipitent simultanément par addition d'une solution basique, (NaOH 1M+Na_2CO_3 2M). La Co précipitation s'effectue à pH constant égale à 10, la suspension est ensuite maintenue dans une étuve à 65 °C pendant 24 heures. Le produit est ensuite récupéré, lavé plusieurs; fois et séché à 90°C. Le matériau est noté Zn_2Al-$CO_3{}^{2-}$.

I.3.1.a.2 – la phase [Zn_2Fe-CO_3]

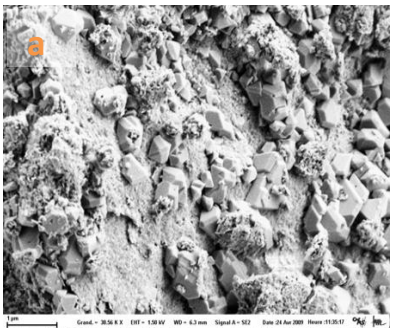
En ce qui concerne la phase nitratée, le protocole expérimental est celui décrit par S. Abello [46]. Les solutions contenant les sels des métaux divalent et trivalents sont préparés avec un rapport initial en nombre de mole Zn^{+2}/ Fe^{+3} = 2. La solution de soude est environ deux fois plus concentrée. La phase est synthétisée à PH = 10 et à température ambiante. Une solution de 0.06mole de Mg NO_3^-et 0.03 mole de $A1(N0_3)_3$ dans 50 ml d'eau distillée est ajoutée goutte à goutte et sous forte agitation à 100 ml de solution aqueuse contenant 0.18 mole de NaOH. Après 24 h de mûrissement à 65°C, la suspension est filtrée et le solide obtenu est lavé 2 fois à l'eau décarbonaté pour éliminer l'excès de nitrate. Le matériau, noté HT, est séché à 85°C pendant 24 h, ensuite broyé et tamisé.

I.4-Methode usuelles de caractérisation des HDL:

Dans le cas des composés HDL .diverses techniques de caractérisation peuvent être utilisées. Elles peuvent nous renseigner sur le matériau et particulier ment sur les feuillets ou sur l'espace inter lamellaire.

I.4.1-Microscopie électronique à balayage (MEB) :

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique assez Couramment utilisée .Elle permet d'obtenir des informations sur la texture des grains, celle-ci Étant importante pour l'application de ces matériaux en catalyse.



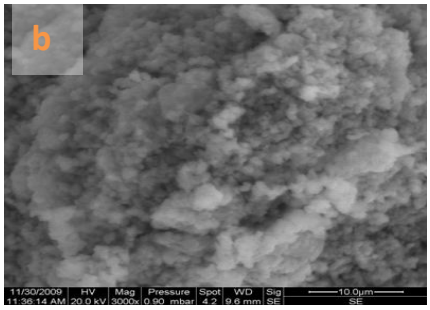


Figure I. 3: clichés M.E.B du système a) [Zn_2 -Al –CO_3] et b) [Zn_2 -Fe–CO_3].

Les figures regroupent les clichés de microscopie électronique à balayage obtenus pour les argiles anioniques étudiées. Les textures des phases [Zn_2Al-CO_3] [Zn_2Fe-CO_3] Comme la montre l'image de microscopie électronique à balayage (MEB) (**Figure I. 3a**), La phase [Zn_2AlCO_3] présente un mélange de particules sous forme de petits et de gros blocs sans aucune forme définie, avec la présence de quelques cristallites de forme octaédrique.
La texture des phases Zn_2Fe-CO_3 (**Figure I .3b**), présentent des particules dispersées sous la forme de gros blocs et de petites particules sphériques.

I.4.2-Diffraction des rayons X :

Les spectres de RX ont été enregistrés sur diffractomètre de poudre SIEMENS-D501. L'analyse par DRX des hydrotalcite naturelles ou synthétiques est effectuée essentiellement par la méthode des poudres, une technique facile à réaliser et rapide. On peut identifier les matériaux par l'intermédiaire des distances interarticulaires dhkl et de l'intensité des raies de diffraction correspondantes. L'identification des phases HDL, à partir des diagrammes de DRX se fait par (Comparaissant avec le fichier A.S.T.M).

Ces spectres de RX, se présentent sous forme de pics étroits et intenses aux faibles valeurs de l'angle de diffraction 2θ plus élevé, alors que les pics sont moins intenses, plus larges pour les valeurs de 2θ plus élevées. Ce résultat est dû au fait que les hydrotalcites sont des minéraux faiblement Cristallisés, et ont leur structure bidimensionnelle sous forme de feuillet [47].

I.4.2.a - Caractérisation des produits synthétises

Diffraction des RX: Système [Zn_2Al-CO_3] et [Zn_2Fe-CO_3] Les diffractogrammes obtenus sont présentes sur la (**Figure I.4**) mettent en évidence les réflexions caractéristiques des hydroxydes doubles lamellaires (HDL) conformément aux résultats de littérature.

Tableau I. 1 : Principes raies de diffraction des deux matériaux [Zn_2Al-CO_3^{-2}] et [Zn_2Fe-CO_3^{-2}] ·

Système Zn_2Al-CO_3^{-2}			Système Zn_2Fe-CO_3^{-2}		
Hkl	Distance (Å)	2θ		2θ	Hkl
003	7.231	12.24		11.2	003
006	3.615	24.624		19.04	006
012	2.538	35.36		20.4	012
015	2.258	39.92	2.538	22.4	015
018	1.913	47.52	2.267	35.36	018
110	1.510	61.36	1.953	39.76	110
113	1.483	62.64	1.509	61.44	113
116	1.403	66.64	1.481	62.72	116

Tableau I.2 : Paramètres de maille pour les deux matériaux [Zn_2Al-CO_3] et [Zn_2Fe-CO_3]

Type d'argile anionique	Zn_2Al-CO_3	Zn_2Fe-CO_3
a (A°)	3.06	3.02
C (A°)	22.05	22.08

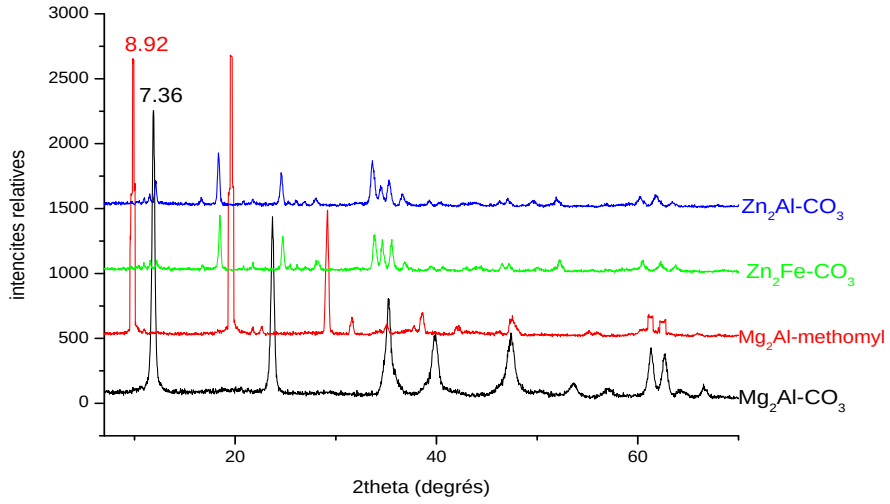


Figure I.4: Diffractogrammes RX des matériaux $Mg_2Al\text{-}CO_3$, Mg_2-Al-methomyl, $Zn_2Al\text{-}CO_3$ et $Zn_2Fe\text{-}CO_3$.

I.4.3 - Spectroscopie infrarouge :

Les mesures ont été obtenues à l'aide d'un spectromètre à transformée de Fourier PERKIN-ELMER 16PC.les échantillons sont préparés sous la forme de pastilles de 13mm de diamètre, constituées de 2 mg de produit dilue dans 200mg de KBr.la résolution est de 2 cm^{-1}et le nombre d'acquisition est de 10.les résultats sont présentés en absorbance pour des nombres d'onde compris entre 4000 et 400 cm^{-1}.

Comme chaque anion possède son propre spectre infrarouge, cette technique permet de mettre en évidence la présence de l'anion dans l'espace inter lamellaire ainsi que les interactions qui peuvent exister avec la matrice .Cette technique est très puissante pour détecter la présence d'anions carbonates indésirables, via la bande de vibration caractéristique v (C03) aux alentours de 1360 cm^{-1}. Les spectres de nos matériaux synthétisés sont représentés sur les (**Figures I.5** et **I.6**).

I.3.3.a-Le système [$Zn_2Al\text{-}CO_3$] et [$Zn_2Fe\text{-}CO_3$]

a-1 Le système [$Zn_2Al\text{-}CO_3$] :

Les bandes situées aux environ de 3453 cm^{-1} sont attribués aux vibrations des groupements hydroxyles. La bande d'absorption, situes environ 1392. cm^{-1}a tribu ables aux ions carbonate inter foliaire. Les bandes 798.398, 682.68, 557.336 et

449.34 cm^{-1}correspondent à des vibrations caractéristiques des liaisons Mg-OH et Al-OH

a-2 Le système [Zn_2Fe-CO_3] :

Dans cette étude les spectres infrarouges ont été obtenus dans le domaine 400 - 4000cm^{-1}. On observe une bande situe en 1380 cm^{-1}qui est assigné aux vibrations des anions (CO_3^{2-}). La bandes d'absorption, situées environ 3500. cm^{-} sont attribuées aux vibrations des groupements OH.

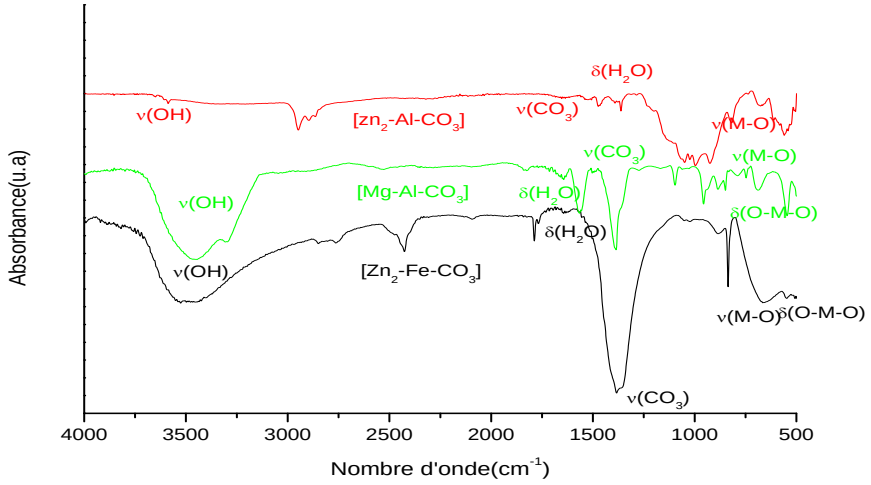


Figure I.5: Spectres infrarouge des Matériaux Zn_2-Al-CO_3, Zn_2Fe-CO_3 et Mg_2Al-CO_3.

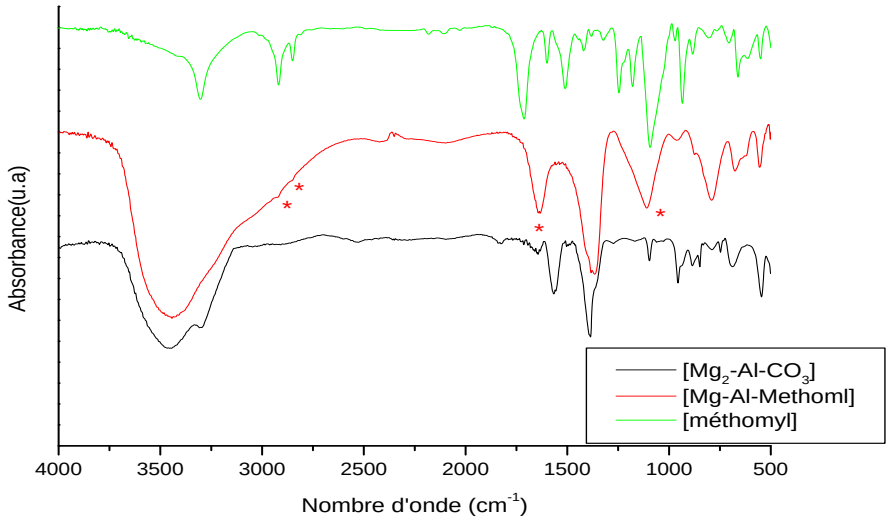


Figure I.6 : Spectres infrarouge des matériaux Mg_2-Al-CO_3, Mg-Al-méthomyl et méthomyl.

CHAPITRE II

APPLICATION BIOLOGIQUE

II. 1. Introduction

Les bactéries jouent un rôle important dans le fonctionnement des sols et participent activement à l'altération des silicates. L'altération des silicates contrôle en partie la lixiviation d'éléments minéraux majeurs essentiels en solution (maintien de la fertilité des sols).Cependant, si les principaux processus d'altération des silicates sont bien connus en milieu aérobie (acidolyse et complexolyse), cette fonction d'altération bactérienne des silicates n'a jamais été utilisée comme indicateur biologique de la fertilité des sols.

Les agents antibactériens agissent sur les bactéries au niveau moléculaire en perturbant certaines de leurs fonctions essentielles. Le reflet des interactions matériaux anti bactériens bactéries nous permettra de définir les concentrations d'agents antibactériens nécessaires pour inhiber le développement d'une population bactérienne donnée ainsi que les facteurs qui vont influer sur l'action des matériaux antibactériens. L'effet antibactérien agit :

- Soit par ralentissement du temps de multiplication .
- Soit le résultat d'un équilibre entre la croissance normale et un effet létal sur les bactéries.

L'agent antibactérien varie en fonction de quatre facteurs :

- Le temps
- La condition physico-chimique du milieu.
- Le nombre et l'état des bactéries.
- Le rapport molaire : Zn/Al et Zn/Fe égale à 2

Le but de cette partie est tester l'effet antibactérien des matériaux synthétisée (Zn_2Al-CO_3), [Zn_2Fe-CO_3], [Mg_2Al-CO_3] et [Mg-Al-méthomyl] sur la bactérie suivante: Escherichia Coli.

II.1.1 Effetsdes antibiotiques sur les bactéries

Depuis la découverte des antibiotiques, ils en existent plus de 10000 connus aujourd'hui. Ils sont regroupés en une dizaine de familles, en fonction de leurs modes d'action. Un groupe d'antibiotiques, appelés SS-lactamines très active (**FigureII.1**). Ces antibiotiques imitent une section de la paroi cellulaire bactérienne et inactivent les enzymes normalement impliquées·

Dans l'assemblage de cette structure cellulaire. Sans cellule, la plupart des bactéries éclateront et mourront. Il y a quatre sous-groupes de SS-lactamines : pénicillines, céphalosporines, carbapenemes et mon actâmes. D'autres classes d'antibiotiques les poly myxines (**FigureII .2**) visent la membrane cytoplasmique qui sert de lieu d'échange et de filtrage entre l'intérieur et l'extérieur.

Les poly myxines s'introduisent dans cette membrane et la déstabilisent, entrainant la mort des bactéries.

Tétracyclines, une autre famille d'antibiotiques ainsi nommées car elles contiennent une structure a quatre cycles (**Figure II.3**). Tétracycline, oxytetracycline, doxycycline et min cycline appartiennent à cette catégorie. Les tétracyclines empêchent les cellules bactériennes de produire des protéines. Les bactéries incapables de produire des protéines ne croissent plus [48].

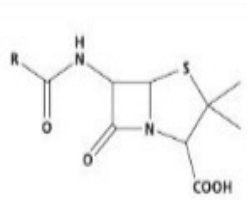
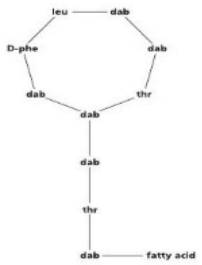


Figure II. 1 : T Pénicilline, un antibiotique SS-lactame ·



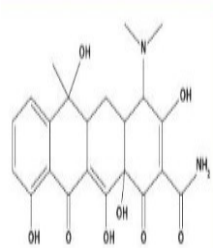


Figure II.2 : Poly myxines **Figure II.3** :Poly myxines ·

II.1 .2 Rappel sur les bactéries

Une bactérie est un microbe forme d'une seule cellule, visible au microscope, appartenant à une zone de transition entre le règne animal et le règne végétal. Comme toute cellule, les bactéries sont constituées d'un noyau, isole ou diffus, un protoplasme contenant des granulations et des vacuoles, une paroi parfois d'une capsule. Certaines bactéries sont mobiles grâce à des cils vibratiles. Seloleur mode de nutrition et leur comportement vis-à-vis de l'oxygène, les bactéries sont classées en aérobies et en anaérobies. Les bactéries se reproduisent selon deux modes :

- la division simple ou scissiparité.
- la sporulation, la spore représentant la forme de résistance et de dissémination du germe.

Pour croître, les bactéries doivent trouver dans le milieu extérieur des conditions physicochimiques favorables qui leur sont nécessaires et les aliments couvrant leurs besoins énergétiques élémentaires et spécifiques. Sur le plan pratique, ces besoins sont satisfaits dans des milieux élaborés par l'homme en vue d'étudier les bactéries et sont appelés de ce fait, milieux de culture. Durant de longues années, la bactérie a été considérée comme "*un sac d'enzymes*" car le pouvoir de résolution du microscope optique était insuffisant pour révéler les détails de structure. L'observation des bactéries, alors, permet seulement de reconnaître la forme des cellules (sphérique ou coccidé, cylindrique ou bâtonnet, spiralée ou hélicoïdale), leurs dimensions qui varient selon les espèces de 0.1µm à 600µm (les *Entérobactéries de* 2 à 3 µ de long et certaines *Spirochaeta*entre 30 et 500 µm) et les arrangements ou les groupements qu'elles constituent entres elles (en grappe, en chaînette, en paire ou diplocoque, en palissade ou paquet d'épingles chez les Corynébacteries…). Ce sont les caractéristiques qui définissent la morphologie bactérienne, et qui étaient les critères essentiels de reconnaissance et d'identification, et qui ont un rôle très important dans le diagnostic. Les caractères morphologiques sont une stratégie d'adaptation et de survie; dans l'environnement aquatique ou tellurique ; il existe des bactéries qui sont amorphes, ovoïdes, cubiques, étoilées, filamenteuses qui peuvent être groupées en amas, en paires, et aussi en rosettes, en réseau, en cubes, en corps fructifiant [49].

1-Bactéries en forme de sphère : les coccies.

Cocci es Gram positif : Nous avons les genres *Staphylococcus, Streptococcus, Micrococcus, Pneumococcus. Enterococcus.*

Cocci es Gram négatif : Nous avons le genre *Neisse ria.*

2- Bactéries en forme de bâtonnet : les bacilles.

Bacilles Gram positif : Nous avons les genres *Listeria, Erysipelothria, Bacillus, Cynetobacter, Actynomyces.*

Bacilles Gram négatif: Nous avons les genres *Escherichia, Entérobactérie, Pasteurella, Haemophilus, Bordet Ella, Brucella, Francis Ella, Pseudomonas, Acétobacter, Vibrion, Campylobacter, Morax Ella, Aeromonas,Klebsiella.Benbrinissoumia.*

3-Autres formes : Ici, nous retrouvons la forme spiralée (Spirochète), forme ramifiée (Actinomycète), bactérie sans paroi (Mycoplasme) et la bactérie carrée de Walsby

II.1 .3 Caractéristiques de la souche bactérienne utilisée : *Escherichia coli*

Escherichia coli, également appelée colibacille et abrégée en E. Coli, est une bactérie intestinale (Gram négatif) des Mammifères, appartenant à la famille des bacilles. Elle est très commune chez l'être humain. En effet, elle compose environ 80 % de notre flore intestinale aérobie. Découverte en 1885 par TheodoreEscherichia, dans des selles de chèvres. Cependant, certaines souches d'E Coli. Peuvent être pathogènes, entraînant alors des gastro-entérites, infections urinaires, méningites ainsi que d'autres maladies chez les humains; elles sont donc dites « pathogènes ». La (**Figure II .4)** et le (**Tableau II. 1)** montre les caractéristiques et les différents composants de l'Ecoli.

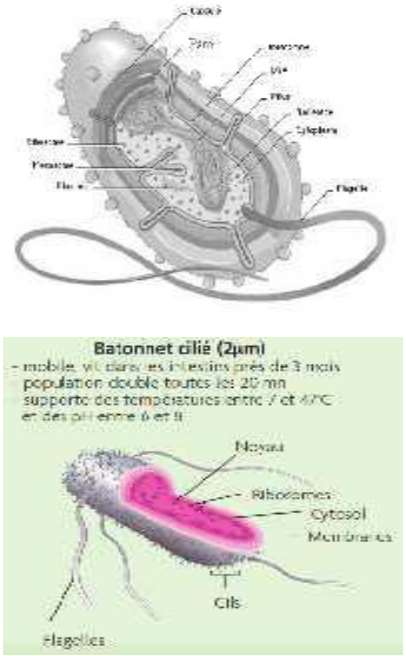


Figure II. 4 : Forme et composant de la souche E. coli.

Tableau II .1 : Caractéristique de la souche Escherichia coli

Nom scientifique	Escherichia Coli
Rang	Espèce
Famille	Enterobacteriaceae
Règne	Bactérie
Classification supérieure	Escherichia
Classe	Gamma Proteobacteria

II.1. 4 Les infections bactériennes

Une infection bactérienne est un ensemble de troubles qui résultent de la pénétration d'une bactérie pathogène dans un organisme. Elle peut être

1. Locale : lorsqu'elle se manifeste uniquement au niveau où les germes ont pénétré.

2. Générale : lorsqu'un germe franchit les barrières opposées par l'organisme a son entrée (peau, muqueuses) ou au niveau des ganglions, il pénètre dans le sang et se dissémine par celui-ci dans tout l'organisme.

3. Focale : c'est l'infection en foyer dans les tissus ou organes ou les germes sont apportés par la circulation sanguine. Il est connu que le traitement des infections

bactériennes se base principalement sur l'usage des antibiotiques. Mais, la consommation à grande échelle de ces « médicaments » a entrainé l'apparition de souches résistantes aux antibiotiques d'où l'importance d'orienter les recherches vers de nouveaux substituts, tels que les antibactériens inorganiques [50].

II.1 .5 Les Antibiotiques

Pour de multiples raisons, il est apparu utile et, dans certains cas indispensable, de contrôler le développement des microorganismes, car certaines bactéries sont hautement pathogènes pour l'homme ou l'animal et qu'il fallait tout naturellement se protéger de leurs effets néfastes et empêcher la transmission des maladies infectieuses. Les bactéries ne sont pas seulement nuisibles pour l'homme et l'animal, mais d'autres produits, substances ou matériaux peuvent être détruits ou altérés sous l'effet de leur multiplication: détérioration des produits alimentaires; plusieurs monuments d'un grand intérêt historique sont dégradés (maladie de la pierre); les canalisations aussi peuvent être perforées. Alors, il est devenu indispensable à l'homme de mener une lutte contre l'envahissement des microorganismes, pour conserver ses biens, son potentiel industriel, son patrimoine artistique et pour "protéger son existence" même. Les moyens de lutte sont nombreux, les agents physiques (température, rayonnements…), les agents chimiques (métaux lourds, chlore et dérives, alcools…) sont très actifs mais nocifs, aussi bien pour les bactéries que pour les cellules humaines ou animales. Mais il y a d'autres agents, possédants une "toxicité sélective": ils s'opposent à la multiplication bactérienne sans nuire aux cellules de l'hôte, et sont utilisés pour cette raison en thérapeutique, ce sont les "Antibiotiques.

II.1. 6. Résistance des antibiotiques

La résistance d'un germe peut exister, si le germe appartient à la même espèce (résistance naturelle) alors la résistance acquise n'intéresse que certaines souches. La résistance acquise d'une espèce bactérienne a un antibiotique se développe au fur et à mesure que l'antibiotique est administré. Elle se traduit par une augmentation de la concentration minimale inhibitrice dans 10% des cas, cette résistance acquise est due à des modifications génétiques de la bactérie, alors que pour les 90% cette résistance est due à l'acquisition de plasmides qui sontdes molécules d'ADN se trouvant dans le cytoplasme des bactéries. La résistance plasmidique permet à la bactérie d'élaborer des enzymes capables de détruire la molécule d'antibiotique. Cette résistance des

germes aux antibiotiques explique l'importance de l'antibiogramme qui permet de choisir l'antibiotique le plus efficace vis avis d'un germe détermine et la mise en évidence des germes multi résistants dont la dissémination doit être évitée en milieu hospitalier [51].

II.2. Les métaux antibactériens

Les métaux lourds ont suscités ces dernières années beaucoup l'intérêt des chercheurs grâce a leurs propriétés physico-chimiques remarquables, propriétés d'antibactérien dues aux besoins d'utilisation quotidiennes (shampoing, textile,…). Les métaux antibactériens sont bien connus ; nous citons à titre d'exemples l'argent, le cuivre et le zinc. Les nanomatériaux à base de cuivre, avec leur taille unique et leurs propriétés inédites ont de grandes attentions. En effet, ces derniers ont montré récemment, une grande activité antibactérienne contre les bactéries résistantes contre les antibiotiques qui se sont développées récemment aux niveaux des centres hospitaliers [52, 53, 54] Sexact, ses propriétés antibactériennes sont bien documentées et la plupart du temps liées au dégagement de l'argent ionique. C'est un métal inorganique naturel, non toxique, il apparaît comme matière intéressante à employer dans les fibres de textile [55]. De plus, les matériaux échangés avec l'argent ont été largement appliques dans la médecine pour interdire la colonisation des bactéries sur la prothèse, les matériaux dentaires, et pour réduire des infections dans le traitement de brûlures [56]. Pendant des siècles, l'argent a été utilisé pour traiter les brûlures et blessures chroniques. Dès 1000 BC. L'argent a été utilisé pour rendre l'eau potable [57, 58]. Le nitrate d'argent a été utilisé sous sa forme solide et a été connu par différents termes comme "Lunarcaustic" en anglais, "Lapis infernale" en latin et "Pierre infernale" en français [59]. En 1700, le nitrate d'argent a été utilisé pour le traitement des maladies vénériennes, des fistules des glandes salivaires et des abcès osseux [60]. Au 19ème siècle, les tissus de granulation ont été éliminés en utilisant du nitrate d'argent pour favoriser la formation de la croûte à la surface des plaies. Des concentrations variables de nitrate d'argent ont été utilisées pour traiter les brûlures fraîches [58]. En 1881, Carl S.F. Crede a guéris ophtalmie néonatale en utilisant des gouttes de nitrate d'argent. Le fils de Crede a conçu des pansements imprégnés d'argent pour la greffe de peau [59, 60]. Dans les années 1940, après l'introduction de la pénicilline, l'utilisation de l'argent pour le traitement des infections bactériennes a été minimisée [61, 62]. L'argent est venu dans les années 1960 quand Moyer a

introduit l'utilisation de 0,5% de nitrate d'argent pour le traitement des brûlures. Il a proposé que cette solution n'interfère pas avec la prolifération épidermique et possède une propriété antibactérienne contre Staphylococcus aureus, Pseudomonas aeruginosa et Escherichia coli [63,64]. En 1968, le nitrate d'argent a été combiné avec du sulfonamide pour former une crème de sulfadiazine d'argent, qui a servi d'agent antibactérien à large spectre et a été utilisé pour le traitement des brûlures. La sulfadiazine d'argent est efficace contre les bactéries comme E. coli, S. aureus, Klebsiellasp. Pseudomonas. Il possède également des activités antifongiques et anti viraux [65] récemment, en raison de l'apparition de bactéries résistantes aux antibiotiques et les limites de l'utilisation des antibiotiques, les cliniciens sont retournés à des pansements pour plaies d'argent contenant des quantités variables d'argent [66,56]. Le (**Tableau II.2**) montre les différents métaux antibactériens.

Tableau II (2) : Les métaux antibactériens

Année	**Métal**	**Matériaux**
2005	Cu	Montmorillonite
2006	Ag	Palygorskite
2007	Ag	Pérovskite
2008	Zn et Ce	Montmorillonite
2010	Ag	Montmorillonite et Vermiculite
2011	Ag, Cu et Zn	Montmorillonite
2014	Ag	Beidellite
2015	Ag	Talc
2017	Cu et Zn	Magadiite
2017	Cu	Montmorillonite

II .2. 1. Position de l'argent

Dans les études réalisées dans le laboratoire du Pr. B. Keevil à Southampton, les surfaces synthétiques dopées aux ions argent ont le même comportement que l'acier inoxydable dans des conditions normales d'utilisation (température et humidité), c'est-à-dire qu'ils ne montrent aucune activité antibactérienne. De nombreux revêtements contenant de l'argent antibactérien utilisent une norme industrielle japonaise pour tester leur efficacité. Cependant, les conditions de ces tests ne sont absolument pas représentatives des environnements que l'on retrouve dans les établissements de santé.

La norme japonaise consiste en un test de 24 heures à 37°C dans une atmosphère à plus de 90% d'humidité. Un film plastique est comprime autour de l'échantillon afin de retenir l'humidité. Dans ces conditions particulières, les surfaces dopées a l'argent peuvent montrer des propriétés antibactériennes notables. Ce résultat est influence très favorablement par l'excès d'humidité qui participe à la création de conditions favorables aux échanges ioniques indispensables pour combattre les microorganismes. Cependant, comme le Pr. Keevil l'a démontré, lorsque la température et l'humidité retrouvent des niveaux habituels, ces revêtements sont inactifs et ont le même comportement que les surfaces de contrôle en acier inoxydable. Tous les alliages de cuivre testes s'avèrent efficaces dans n'importe quelles conditions. Des études montrent que lorsqu'une surface en argent ou en alliage d'argent se ternit ou s'oxyde, son efficacité antibactérienne est encore meilleure [67].

II.2.2. Test de sensibilité aux antibiotiques

Toutes les souches d'*E. cloacae* et de *K. pneumonie* identifiées ont été testées vis-à-vis de 17 antibiotiques (**Tableau II.3**) appartenant à différentes familles et ce par la méthode de l'antibiogramme standard par diffusion sur gélose Mueller Hinton selon les recommandations du Comité Français de l'Antibiogramme de la Société Française de Microbiologie [68].

Tableau II.3: Listes des antibiotiques testés [67].

Famille/Groupe	Antibiotiques	Abréviation	Charge (µg)	Marque
β-lactamines				
Amin pénicilline	Amoxicilline-acide Clavulanique	AMC	20+10	Oxoid
C2G	Céfoxitine	FOX	30	Bio Mérieux
C3G	Céfotaxime	CTX	30	Bio Mérieux
	Céftazidime	CAZ	30	Bio Mérieux
	Céftriaxone	CTR	30	Hi media
C4G	Céfépime	FEP	30	Oxo id
Mono actâmes	Aztreonam	AT	30	Hi media
Quinolones				
Quinolones	Acide nalidixique	NA	30	Hi media
Fluor quinolones	Ciprofloxacine	CIP	5	Oxoid
	Ofloxacine	OFX	5	Bio Mérieux
	Péfloxacine	PEF	5	Bio Mérieux
Autres				
Aminoside	Gentamycine	GEN	15	Bio Mérieux
	Tobramycine	TOB	10	Bio Mérieux
Sulfamides	Cotrimoxazol	SXT	1.25+23.75	Bio Mérieux
Polypeptides	Colistine	CL	50	Bio Mérieux
Phénicols	Chloramphénicol	C	30	Bio Mérieux
Tétracycline	Tétracycline	TE	30 UI	Hi media

Le test de sensibilité des souches E. Coli aux notre matériaux ont été réalisée par la technique de diffusion en milieu gélose. A l'aide d'un emporte-pièce stérile, des puits d'environ 6 mm de diamètre ont été effectués dans la gélose. Chaque puits a reçu 1 disque du matériau à tester à savoir les échantillons B, C, D, E, F et G pour HDL de type[Zn_2Al-CO_3],[Zn_2Fe-CO_3] et [Mg_2Al-CO_3] un disque au centre pour la HDL-polluant témoin (échantillon A). Après 30 min de diffusion à la température du laboratoire, les boîtes de Pétri ont été incubées à 37°C pendant 18 à 24h. La présence ou non d'une zone d'inhibition est telle que indique dans la (**Figure II .5)**.

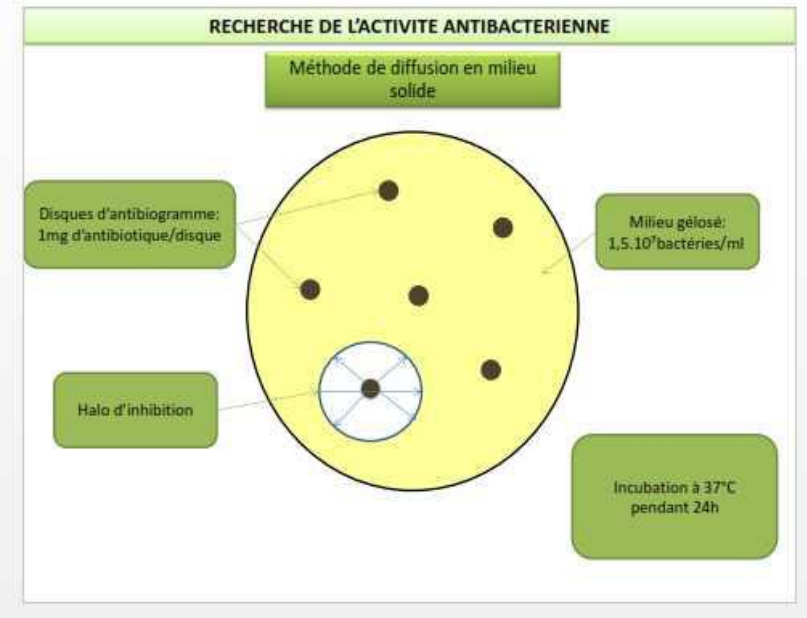


Figure II. 5 : Test de sensibilité.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Reference bibliographique

[1]D. L. Bish, « Anion-exchange in takovite: application to otherhydroxide minerais, Bulletin de Minéralogie », p. 170-175, 1980.

[2]A. De Roy,Forano,ElMalki,Besse,Occelli,Robson C,K,J. P,M. L. ,H. E., « Van Nostrand Reinhold, New-York, pp », p. 108-169, 1992.

[3]J. Wang,Kalinichev,Kirkpatrick,Hou A. G,A. G,X, « Chemistry Materials », p. 145-150.

[4]H. Rousse, Thèse de Doctorat, Université Biaise Pascal (Clermont-Ferrand), 1999.

[5]C. Vaysse, Thèse de Doctorat, Ecole Doctorale des Sciences Chimiques-Université Bordeaux I, 2001.

[6]W. Feitkneht, « Thé structure ofbasic salts of bivalent metals, HelveficaChimicaActa », p. 427-454, 1933.

[7] W. Feitkneht,Gebe M., « Helvetica ChimicaActa », p. 106-137.

[8] S. Miyata, « Clays and Clay Minerais », p. 50-56, 1980.

[9] S. Miyata, « Clays and Clay Minerais », p. 305-311, 1983.

[10] W. T. Reichie, « Solid State lonics », *22*, p. 135-141, 1986.

[11] W.Jones, « University of Wales Review Science & Technology », *8*, p. 45-52, 1992.

[12]S. P. Newman,. Jones W., « Journal of Solid State Chemistry », *148*, p. 26-40, 1999.

[13] W. Jones, « Catalysis Today », p. 357-367, 1988.

[14] M. Khaldi, M. Badreddine, A. Legrouri, M. Chaouch, A. Barroug, A. De Roy, J. P. Besse, « Materials Research Bulletin », *33*, p. 1835-1843, 1998.

[15] R. C. Mackenzie, « "Differential thermal analysis " (R. C. Mackenzie, Eds) », Académie Press, London, 1970.

[16] A. Scheinost, D. L. Sparks, « Journal of Colloid and Interface Science », *223*, p. 167-178.

[17] N. lyi, K. Kurashima, T. Fujita, « , Chemistry Materials », *14*, p. 583-589, 2002.

[18] A. Mendiboure, R. Schôlihom, « Revue de Chimie. Minérale », *23*, p. 819-827, 1986.

[19] F. Kooli, V. Rives, M. A. Ulibarri, « InorganicChemistry », *34*, p. 5114-5121, 1995.

[20] T.Sato., T.Wakabayashi ;Shimada M, « Ing. Eng. Chem, Prod .RES -Dev », *25 89*, 1986.

[21] I. Dekany, F. Berger, K. Imnk, G. Lagaly, « Colloid & Polymer Science », *275*, p. 681-688, 1997.

[22] J. M. Fernândez, M. A. Ulibarri, F, M. Labajos, V. Rives, « Journal of Materials Chemistry », *8*, p. 2507-2514, 1998.

[23] A. Aramendia, Y. Avilés, V. Borau, J. M. Luque, J. M. Marinas, J. R. Ruiz, F. J. Urbano, « Journal of Materials Chemistry », *9*, p. 1603-1607, 1999.

[24] H. C. B. Hansen, R. M, « Taylor, Clay Minerais », p. 26-3, 1991.

[25] M. J. Kang, K. S. Chun, S. W. Rhee, Y. F, « Radio chemicaActa », *85*, p. 57-63, 1999.

[26] M. Khaldi, A. Ennadi, A. Ennaqadi, J. P. Besse, « Science des Matériaux,Radiochemica Acta », *25,85*, p. 27-30,57-63, 1999 2000.

[27] A. De Roy. JP Besse, « Solid State lonics », p. 35-35, 1989.

[28] Y. You, H. Zhao, G. F. Vance, « Applied Clay Science », *21*, p. 217-226, 2002.

[29] S. P. Newman, W. Joncs, « New Journal of Chemistry », p. 105-115, 1998.

[30] Y. You, G. F. Vance, H. Zhao, « Applied Clay Science », *20*, p. 13-25, 2001.

[31] T. Toraishi, S. Nagasaki, S. Tanaka, « Applied Clay Science », *22*, p. 17-23, 2002.

[32] J. E. Moneyron, A. De Roy, J. P. Besse, « Solid State lonics », *46*, p. 175-181, 1991.

[33] M. Meyn, K. Beneke, G. Lagaly, « Inorganic Chemistry », *29*, p. 5201-5207, 1990.

[34] Y. You, H. Zhao, G. F. Vance, « Journal of Materials Chemistry », *12*, p. 907-912, 2002.

[35] S. Miyata, T. Hirose, « Clays and Clay Minerais », *26*, p. 441-447, 1978.

[36] V. R. L. Constantino, T. J. Pinnavaia, « Inorganic Chemistry », *34*, p. 883-892.

[37] D. Tichit, M. NaciriBennani, F. Figuras, R. Tessier, J. Kervennal, « Applied Clay Science », *13*, p. 401-415, 1998.

[38] M. Naciri Bennani, D. Tichit, F. Figueras, S. Abouamadasse, « Journal de Chimie Physique », *96*, p. 498-509, 1999.

[39] F. Thevenot, Thèse de Doctorat, Université Biaise Pascal (Clermont-Ferrand), 1989.

[40] F. Basile, G. Fomasari, M. Gazzano, A. Vaccari, « Applied Clay Science », *18*, p. 51-57, 2001.

[41]S. P. Newman, W. Jones, « Molecular Crystal and Liquid Crystal », *356*, p. 41-51, 2001.

[42], « Synthèse des hydroxydes doubles lamellaires modifies : Application à l'élimination des cations Cu Université Echahid Hamma Lakhdar. El Oued, El Oued, 2017.

[43] S. Newman, W. Jones, Synthesis, caracterization and application of layered double hydroxides contain inorganic guests .New Journal of Chemistry. 22 (2001) 105-115 »,

[44] Q. Taoa,Y. Zhanga, X. Zhanga, P.Yuan, HongpingHe, Synthesis andcharacterization of layered double hydroxides with a high aspect ratio. Journal of Solid StateChemistry179 (2006) 708–715.

[45] N. Boukhalfa, « Synthèses et caractérisations des hydroxydes doubles lamellaires à différents rapports molaires et de montmorillonite organophile: Elimination du diclofénac Université Ferhat Abbas Stif-1,mémoire, 2014.

[46] S.Abello-F Medik Study of Aaline – Doping on the Perforence(2004). »

[47] N.Drici, thèse de magister, université U.S.T d'Oran, 2004.

[48] B. Samia, « Étude de quelques modèles des bactéries résistantes aux antibiotiques », Université Abou BekrBelkaid, Tlemcen».

[49] B. Nairouz, "Etude de l'ActiviteAntibacterienne des Huiles Infusees de Quatre Plantes Medicinales Connues Comme Aliments Presentee," 2005. »

[50] K. R. Foulla evaluation chimique et activite antibacterienne de quelques plantes medicinales d'Algerie ,2014

[51] B. Soumia, "Evaluation des activitesantioxydante et antibacterienne des extraits de Santolinachamaecyparissus." »

[52] J. F. Martucci and R. A. Ruseckaite, "Antibacterial activity of gelatin/copper (II)-exchanged montmorillonite films," Food Hydrocoll., vol. 64, no. Ii, pp. 70–77, 2017. »

[53]G. Tong, M. Yulong, G. Peng, and X. Zirong, "Antibacterial effects of the Cu (II)- exchanged montmorillonite on Escherichia coli K88 and Salmonella choleraesuis," Vet. Microbiol., vol. 105, no. 2, pp. 113–122, 2005 ».

[54] L. Jinyan et al., "Preparation of copper-containing bioactive glass/eggshell membrane nanocomposites for improving angiogenesis, antibacterial activity and wound healing," ActaBiomater., vol. 36, pp. 254–266, 2016 ».

[55] M. Rai, A. Yadav, and A. Gade, “Silver nanoparticles as a new generation of antimicrobials,” Biotechnol. Adv., vol. 27, no. 1, pp. 76–83, 2009. »

[56] D. J. Leaper, “Silver dressings: Their role in wound management,” Int. Wound J., vol. 3, no. 4, pp. 282–294, 2006. »

[57] L. Lavery, A. Boulton, J. Niezgoda, and P. Sheehan, “A comparison of diabetic foot ulcer outcomes using negative pressure wound therapy versus historical standard of care.,” Int Wound J, vol. 4, no. 2, pp. 103–113, 2007. »

[58] H. J. Klassen, “A historical review of the use of silver in the treatment of burns.,” Burns, vol. 26_ _, pp. 117–130, 2000. »

[59] A. Lansdown, “Silver I: its antibacterial properties and mechanism of action,” J. woun, vol. 11, no. 4, pp. 125–30, 2002. »

[60] R. H. Demling, “Effects of silver on wound management,” Wounds, vol. 13, pp. 1–5, 2001. »

[61] I. Chopra, “The increasing use of silver-based products as antimicrobial agents: A useful development or a cause for concern?,” J. Antimicrob. Chemother., vol. 59, no. 4, pp. 587–590, 2007. »

[62] C. Moyer, L. Brentano, and D. Gravens, “Treatment Burns Nitrate,” Arch Surg, no. December 1964, 2013. »

[63]P. M. Butterfield, R. N. Ende, and B. B. Platt, “Effects of silver nitrate on initial visual behavior.,” Am. J. Dis. Child., vol. 132, no. 4, p. 426, 1978. »

[64]S. M. Fox, C. L., and Modak, “Mechanism of Silver Sulfadiazine Action on Burn Wound Infections Mechanism of Silver Sulfadiazine Action on Burn Wound Infections,” Antimicrob. Agents Chemother., vol. 5 (6), no. 6, pp. 582–588, 1974. »

[65]C. G. Gemmell, D. I. Edwards, A. P. Fraise, F. K. Gould, G. L. Ridgway, and R. E. Warren, “Guidelines for the prophylaxis and treatment of methicillin-resistant Staphylococcus aureus (MRSA) infections in the UK,” J. Antimicrob. Chemother., vol. 57, no. 4, pp. 589–608, 2006. »

[66] L. et A. Centre d’Information du Cuivre, “Proprietesantibacteriennes du cuivre Questions/Reponses 2010,” 2010. »

[67] G. E. Boulou, B. Attioua, A. . N’Guessan, A. Coulibay, J. . N’Guessan, and A. . Djaman, “Evaluation in vitro de l’activiteantibacterienne des extraits de Terminaliaglaucescensplanch. sur Salmonella typhi et Salmonella typhimurium,” Bulltin la Soc. 144 R. des Sci. Liège, vol. 80, pp. 772–790, 2011».

[68] H. Yamina, « Evaluation de la sensibilité aux antibiotiques des souches de Klebsiella pneumoniae et d'Entérobactérie cloacae isolées à partir des prélèvements pathologiques au niveau de trois hôpitaux de la wilaya de Bejaia », Université A. Mira, Bejaïa.

CONCLUSION GÉNÉRALE

Conclusion générale

Dans ce travail, les argile anionique (les hydroxyde double lamellaire HDL) de type et bien cristallisée a été obtenue par copricipitation à pH fixe et à un rapport molaire défini, et ont été caractérisées par plusieurs méthodes d'analyses physiques et chimiques dont la DRX et l 'IRTF, nous ont permis d'étudier la structure, et de calculer les paramètres de maille cristalline. Les diffractogrammes des RX des différentes phases lamellaires synthétisées présentant une grande similitude avec celui des hydroxydes doubles lamellaires, de ces phases et mettent en évidence les principales réflexions caractéristiques de ces composés avec une distance inter lamellaire d_{003}=7.36 Å et 7.36Å pour les phases [Zn_2Al-CO_3] et [Zn_2Fe-CO_3] · La specoscopie infrarouge (IRTF) montre la présence de toutes les bandes d'absorption caractéristiques HDL dans les deux échantillons synthétise Les analyses par microscopie électronique de ces phases mettent en évidence la morphologie caractéristique des hydroxydes doubles lamellaires : La phase [Zn_2Al-CO_3] présente un mélange de particules sous forme de petits et de gros blocs sans aucune forme définie, avec la présence de quelques cristallites de forme octaédrique. La texture des phases Zn_2 Fe-CO_3 présentent des particules dispersées sous la forme de gros blocs et de petites particules sphériques. Dû à la pandémie du covid19 est les restrictions sanitaire on n'a pas peut réaliser la partie pratique en c'est restart a la partie théorique.

ANNEXES

Liste des abréviations

HDL: Hydroxydes Double Lamellaires

LDHs : Layered Double Hydroxydes

pH : Photo-catalyse Hétérogène

°C: Degré Cellsuce

MEB: Microscopie Electronique à Balayage

DRX: Diffraction des Rayon X

ASTM : American Society of Testing Materials

Θ: **A**ngle de Bragg

CEA : Capacité Echange Anionique.

IRTF : Spectroscopie Infrarouge à transformer de Fourier.

ADN : Acide Désoxyribonucléique

E-coli : Escherichia coli

Liste des figures

Partie théorique

Chapitre I :Présentation des hydroxydes double lamellaire

FigureI.1:(a) Model structural d'un feuillet de type brucite $Mg(OH)_2$ (b) structure d'un feuillet de type hydrotalcite .

Figure I.2 : structure d'une phase LDHs .

Figure I.3: clichés M.E.B du système a) [Zn_2 -Al –CO_3] et b) [Zn_2 -Fe–CO_3] .

Figure I.4 : Diffractogrammes RX des matériaux Mg_2Al-CO_3, Mg_2-Al-methomyl, Zn_2Al-CO_3 et Zn_2Fe-CO_3 .

FigureI.5 : Spectres infrarouge des Matériaux Zn_2-Al-CO_3, Zn_2-Fe-CO_3 et Mg_2-Al-CO_3 .

Figure I.6 : Spectres infrarouge des Matériaux Zn_2-Al-CO_3, Zn_2-Fe-CO_3 et Mg_2-Al-CO_3.

Figure I.7 : Spectres infrarouge des Matériaux Mg_2-Al-CO_3, Mg-Al-méthomyl et Méthomyl.

Chapitre II :

Application biologique

Figure II.1 : T Pénicilline, un antibiotique SS-lactame .

Figure II.2 : Poly myxines.

Figure II.3 : Poly myxines .

Figure II.4 : Forme et composant de la souche E. coli .

Figure II.5 : test de sensibilité.

Liste des tableaux

Partie théorique

Chapitre I : Présentation des hydroxydes double lamellaire

Tableau I.1: Principes raies de diffraction des deux matériaux [Zn_2Al-CO_3] et [Zn_2Fe-CO_3] .

Tableau I.2 : Paramètres de maille pour les deux matériaux [Zn_2Al-CO_3] et [Zn_2Fe-CO_3].

Chapitre II :

Application biologique

Tableau II.1: Caractéristique de la souche Escherichia coli.

Tableau II.2: Les métaux antibactériens.

Tableau II.3: Listes des antibiotiques testés.

Résumé

L'objectif de ce travail consiste à exploiter des nouvelles matrices adsorbants à base d'argile anionique synthétique (hydroxyde double lamellaire HDL_S) dans l'élimination des bactéries telles qu'Escherichia-coli. Les argiles anioniques utilisées [Zn_2Al-CO_3] et [Zn_2Fe-CO_3] sont de type hydrotalcite. Ces matériaux sont préparé par copricipitation à pH fixe et à un rapport molaire défini, et ont été caractérisées par plusieurs méthodes d'analyses physiques et chimiques dont la DRX et l 'IRTF, nous ont permis d'étudier la structure, et de calculer les paramètres de maille cristalline.

Mots clés: HDLs, adsorbants , d'argile anionique, Escherichia-coli, hydrotalcite.

Abstract

The aim of this work is to exploit new matrices at adsorptions that depend on artificial 's ionic clays , (double laminate hydroxide HDLs) to eliminate bacteria such as Escherichia-coli. The ionic clays used for [Zn_2Al-CO_3] and [Zn_2Fe-CO_3] are of the hydrotalsite type. these materials are prepared by sedimentation of fixed pH and specific moles ratio. It has been described in a number of physical and chemical analytical methods, including DRX and 'IRTF, it allowed us to study the structure and calculate the controls for the crystal lattice.

Key words: HDLs, adsorptions, ionic clays , Escherichia-coli, the hydrotalsite.

ملخص

الهدف من هذا العمل هو استغلال ادمصاص جديد المصفوفات التي تعتمد على الطين الأيوني الاصطناعي (هيدروكسيد مزدوج الطبقات HDLs) في القضاء على البكتيريا مثل اشر يكيا-كولي .أما الطين الايونية المستخدمة [Zn_2Fe-CO_3]و [Zn_2Al-CO_3] فهي من نوع هيد وتالسيت . يتم اعداد هذه المواد بواسطة ترسيب جهاز قياس درجة الحموضة الثابتة ونسبة المولات المحددة ,وقد تم وصفها بعدة طرق تحليلية فيزيائية وكيميائية بما في ذلك IRTF و DRX.سمحت لنا بدراسة البنية وحساب ضوابط الشبكة البلورية.

الكلمات المفتاحية: HDLs, ادمصاص ، الطين الأيوني , اشر يكيا-كولي, هيد وتالسيت.