

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université A.MIRA-BEJAIA



Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département de Biotechnologie

Réf :.....

Mémoire

Présenté par

AOUDJIT Safia et BOUIDGHAGHEN Melkheir

Pour l'obtention du diplôme de

Master Académique

Filière : Biotechnologie

Spécialité : Biotechnologie Microbienne

Thème

**Elaboration d'un bio-polymère et modification de ses propriétés
antibactériennes**

Soutenu le : 2 juillet 2024

Devant le Jury composé de :

Nom et Prénom	Grade	Qualité
Mme RAHMANI O	MAA	Présidente
M BOUDJOUAN F	MCA	Encadrant
M BARACHE N	MCB	Co-Encadrant
Mme DJOUDER Z	MAA	Examinatrice

Année Universitaire : 2023/2024

Remerciements

L'accomplissement de ce mémoire n'a été possible que par la seule volonté de DIEU l'Omnipotent.

Nous, AOUDJIT et BOUIDGHAGHEN, tenons à adresser nos remerciements les plus chaleureux à toutes les personnes ayant eu un impact positif ou ayant émis des critiques constructives qui ont aidé à améliorer notre travail.

Nos remerciements les plus sincères vont à notre Encadrant et Co-Encadrant :

Mr. BOUDJOUAN F, ce fut un immense honneur d'avoir été sous votre tutelle. Vous avez su nous inculquer des valeurs inestimables, allant du travail ordonné, en équipe ou seul, aux bonnes pratiques à avoir en laboratoire, ainsi qu'à l'évaluation et l'étude de la littérature pour en tirer le meilleur profit. Merci de nous avoir introduits au monde de la recherche scientifique et, surtout, du bioengineering.

Mr. BARACHE N, vous avez consacré tant de votre temps et énergie à nous pousser à développer notre sens de microbiologiste, en nous laissant explorer, nous exercer, faire des erreurs, puis en nous orientant vers la bonne voie. Vous étiez l'un de nos meilleurs enseignants, et ce fut un grand honneur de travailler à vos côtés.

Nous tenons à adresser notre profonde gratitude à **Mme. RAHMANI O** et **Mme. DJOUDER Z** d'avoir accepté de faire partie du jury et de juger notre humble travail.

Nous voudrions exprimer notre gratitude à **Mr. ZEGHBIB**, **Mr. NOURI** et **Mme. BENACHOUR**, qui nous ont souvent orientés quand nous en avons besoin, ainsi qu'aux Ingénieurs du laboratoire du Département de Biotechnologie, qui n'ont jamais refusé de répondre à nos caprices.

Pour clôturer ce beau parcours universitaire, nous voudrions encore remercier chaleureusement nos enseignants et le personnel de la Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie pour leur accompagnement constant vers ce succès.

Dédicaces

Je dédie ce mémoire :

A mes parents, dont le soutien et l'amour inconditionnel ont été essentiels tout au long de mon parcours académique. Depuis le premier jour de mes études, vous avez toujours été présents pour m'encourager, me guider et me soutenir, aussi bien moralement que matériellement. Autant de phrases aussi expressives ne soient-elles ne sauraient montrer le degré d'amour et d'affection que j'éprouve pour vous.

A mes deux sœurs Mira et Dahbia pour leur dévouement, leur compréhension et leur grande tendresse, qui en plus de m'avoir encouragé tout le long de mes études, leur amour, m'ont permis d'arriver jusqu'à ici. Je vous aime.

A mon mari, pour sa grande patience, Je le remercie chaleureusement surtout pour son soutien moral ininterrompu et ses nombreux conseils tout le long de mon projet, tu as toujours su trouver les mots justes pour me reconforter dans les moments de doute et me redonner confiance. Je suis immensément reconnaissante d'avoir un mari aussi extraordinaire.

MELKHEIR

Dédicaces

Je dédie ce travail à :

Mes parents, dont les sacrifices inestimables nous ont permis de bénéficier d'un confort essentiel pour notre épanouissement, nous consacrer pleinement à nos études, réaliser nos projets et poursuivre nos rêves.

Mes frères, Lyes et Syphax, qui ont été une source constante de motivation, me poussant à donner le meilleur de moi-même pour les surpasser.

Ma grand-mère et mes tantes, dont les sourires et les encouragements ont illuminé mon entourage.

Mes amis, Héloïse et Dominik, qui, malgré nos origines et intérêts divers, n'ont jamais cessé de m'encourager de toutes les manières possibles.

Et à **Benjamin**.

SAFIA

Liste des Abréviations

- AgNPs** - Nanoparticules d'argent (*Silver Nanoparticles*)
- ATCC** - Collection américaine de cultures de type (*American Type Culture Collection*)
- BN** - Bouillon nutritif
- CMB** - Concentration minimale bactéricide
- CMI** - Concentration minimale inhibitrice
- DMSO** - Diméthylsulfoxyde
- DO** - Densité optique
- EAG/mL** - Équivalent acide gallique par millilitre
- ED** - Eau distillée
- ET/mL** - Équivalent Trolox par millilitre
- FRAP** - Potentiel antioxydant réducteur du fer (*Ferric Reducing Antioxidant Power*)
- FTIR** - Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (*Fourier Transform-Infrared Spectroscopy*)
- GN** - Gélose nutritive
- IND** - Indénombrables
- MH** - Milieu de Mueller-Hinton
- NO** - Oxyde nitrique (*Nitric Oxyde*)
- ROS** - Espèces réactives de l'oxygène (*Reactive Oxygen Species*)
- SM** - Solution mère
- SNP** - Nitroprussiate de sodium ($\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (*Sodium Nitroprusside*)
- SP** – Capacité de gonflement (*Swelling Power*)
- SPR** - Résonance plasmonique de surface (*Surface Plasmon Resonance*)
- TE** - Témoin de la souche *Escherichia coli*
- TPC** - Composés phénoliques totaux (*Total Phenolic Contents*)
- TPTZ** - 2,4,6-Tris(2-pyridyl)-s-triazine
- TS** - Témoin de la souche *Staphylococcus aureus*
- UFC** - Unités formant colonies

Liste des Figures

Figure 1 : Rôle de l'emballage alimentaire.....	- 4 -
Figure 2: Schéma explicatif des mécanismes d'action des AgNPs.	- 9 -
Figure 3 : Concentrations des nanoparticules d'argent colloïdales.	- 25 -
Figure 4 : Spectres de la SPR des AgNPs à différentes concentrations.	- 27 -
Figure 5 : Spectres FTIR de l'amidon et de la solution d'AgNPs colloïdales (dans de l'ED).	- 28 -
Figure 6 : Spectres FTIR du DMSO et des AgNPs colloïdales (dissoutes dans du DMSO).....	- 29 -
Figure 7 : CMI sur milieu liquide	- 31 -
Figure 8 : CMI sur milieu solide.....	- 31 -
Figure 9 : Zones d'inhibition autours des puits contenant différentes concentrations d'AgNPs...	- 32 -
Figure 10 : CMB sur milieu liquide.....	- 33 -
Figure 11 : Spot du bio-polymère à base d'amidon avec un contaminant qui pousse dessus.	- 34 -
Figure 12 : Disques de nanocomposites avec des volumes d'AgNPs.	- 35 -
Figure 13 : Zones d'inhibition des disques imbibés d'AgNPs	- 36 -

Liste des Tableaux

Tableau I : Taxonomie de la pomme de terre.	- 5 -
Tableau II : Utilités des épluchures de pomme de terre dans l'industrie.	- 6 -
Tableau III : Capacité de gonflement des granulés d'amidon.	- 22 -
Tableau IV : Fraction soluble de l'amidon extrait.	- 23 -
Tableau V : Taux d'amylose (%) de l'amidon extrait des épluchures de pomme de terre.....	- 24 -
Tableau VI : Taux de solubilité du nanocomposite à différents pourcentages d'AgNPs.....	- 25 -
Tableau VII : Teneur en polyphénols de l'amidon et des AgNPs.	- 29 -
Tableau VIII : Réduction des radicaux •NO et FRAP par les AgNPs.....	- 30 -
Tableau IX : CMB sur gélose.	- 33 -
Tableau X : Zones d'inhibition du nanocomposite imbibé d'AgNPs.....	- 36 -

Sommaire

LISTE DES ABREVIATIONS

LISTE DES FIGURES

LISTE DES TABLEAUX

INTRODUCTION	- 1 -
CHAPITRE 01 : ETAT DE L'ART	- 3 -
I. Définition des bio-polymères	- 3 -
I.1. Bio-polymère à base d'amidon.....	- 3 -
II. Thermoplastique d'amidon	- 6 -
II.1. Méthode de synthèse.....	- 6 -
II.2. Modifications apportées.....	- 7 -
III. Nanoparticules	- 8 -
III.1. Propriété antimicrobienne.....	- 8 -
III.2. Méthodes de synthèse.....	- 11 -
IV. Nanocomposite Amidon/AgNPs	- 11 -
CHAPITRE 02 : MATERIEL ET METHODES	- 13 -
I. Extraction et caractérisation de l'amidon	- 13 -
I.1. Extraction de l'amidon.....	- 13 -
I.2. Caractérisation des granulés d'amidon.....	- 13 -
I.2.1. Capacité de gonflement et fraction soluble de l'amidon extrait.....	- 13 -
I.2.2. Taux d'amylose.....	- 14 -
II. Biosynthèse de nanoparticules	- 14 -
III. Biosynthèse d'un thermoplastique à base d'amidon	- 15 -
III.1. Caractérisation du biopolymère.....	- 16 -
III.1.1. Test de solubilité dans l'eau.....	- 16 -
IV. Caractérisation des nanoparticules d'argent	- 16 -
IV.1. Caractérisation spectroscopique UV-Visible.....	- 16 -
IV.2. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.....	- 16 -
IV.3. Composés phénoliques totaux.....	- 17 -
IV.4. Inhibition du radical oxyde nitrique.....	- 17 -
IV.5. Pouvoir antioxydant réducteur ferrique.....	- 18 -
V. Etude de l'activité antibactérienne du nanocomposite et des AgNPs	- 18 -
V.1. Culture bactérienne et standardisation des souches cibles.....	- 18 -
V.2. Tests de l'activité antibactérienne des AgNPs colloïdales.....	- 19 -
V.2.1. Concentration minimale inhibitrice.....	- 19 -
V.2.2. Concentration minimale bactéricide.....	- 20 -
V.2.3. Tests de l'activité antibactérienne du nanocomposite.....	- 21 -
CHAPITRE 03 : RESULTATS ET DISCUSSION	- 22 -
I. Caractérisation de l'amidon	- 22 -
I.1. Capacité de gonflement de l'amidon et fraction soluble.....	- 22 -
I.2. Taux d'amylose.....	- 23 -

II.	Biosynthèse de nanoparticules d'argent.....	- 24 -
III.	Biosynthèse du thermoplastique à base d'amidon	- 25 -
III.1.	Caractérisation du biopolymère	- 25 -
III.1.1.	Solubilité dans l'eau.....	- 25 -
IV.	Caractérisation des nanoparticules d'argent.....	- 26 -
IV.1.	Caractérisation spectroscopique UV-Visible.....	- 26 -
IV.2.	Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier	- 27 -
V.	Dosage des polyphénols et évaluation de l'activité antioxydant	- 29 -
VI.	Activité antibactérienne du nanocomposite et des AgNPs colloïdales.....	- 30 -
VI.1.	Culture et standardisation des souches cibles	- 30 -
VI.2.	Activité antibactérienne des nanoparticules d'argent	- 30 -
VI.2.1.	Concentration minimale inhibitrice.....	- 30 -
VI.2.2.	Concentration minimale bactéricide	- 32 -
VI.3.	Activité antibactérienne du nanocomposite.....	- 34 -
	CONCLUSION	- 37 -
	REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	- 38 -
	ANNEXES	
	RESUME	

Introduction

Depuis la découverte du pétrole, l'homme s'en est servi afin d'améliorer sa qualité de vie, allant de l'exploitation de cette ressource comme combustible, à son utilisation dans la production de divers matériaux, notamment, le plastique. Ce dernier n'étant pas biodégradable, s'accumule depuis des décennies, causant de graves problèmes environnementaux et nuisant à la santé humaine [1-4]. Face à cette crise mondiale, une question essentielle se pose : Comment pallier ce problème ?

Les chercheurs explorent des alternatives durables, comme les bio-polymères, pour remplacer ces polymères chimiques [5-7].

Dans cette optique, les chercheurs ont pensé à l'éventuelle possibilité d'utiliser l'amidon comme alternative au plastique conventionnel [1,3,8]. Ce polysaccharide, formé d'une succession de monomères de glucose, liés entre eux par deux types de liaisons glycosidiques α (1-4) et α (1-6) peut être extrait à partir de plantes comestibles comme le maïs, le blé, et la pomme de terre ou depuis une partie non comestible tel que les pelures de cette dernière, valorisant ainsi un coproduit de l'industrie agroalimentaire [9,10]. L'amidon est biodisponible, biodégradable et non-toxique, facilement plastifié par l'ajout de glycérol, produisant ainsi un thermoplastique modifiable par diverses méthodes pour améliorer ses propriétés physico-chimiques [1,11,12].

Parmi les moyens explorés par les chercheurs afin d'améliorer les propriétés physico-chimiques des bio-polymères, la nanotechnologie se distingue. L'incorporation de nanoparticules dans la matrice bio-polymère est un moyen d'améliorer sa résistance à la traction et à la dégradation par les microorganismes, lui conférant un pouvoir antimicrobien et antioxydant [13-15]. Ces particules peuvent être synthétisées par la méthode *ex situ*, en dehors de la matrice bio-polymère avant d'être incorporées dans cette dernière, ou par la méthode *in situ* où la synthèse des nanoparticules et du bioplastique ce fait dans un seul récipient [16]. La synthèse de nanoparticules peut se faire via l'utilisation d'agents stabilisant et réducteurs biologiques tel que l'amidon et le glucose [10,17]. Ce type de synthèse permet de contrôler la taille et la forme des particules et donc d'améliorer leur caractère antimicrobien et antioxydant [18,19].

L'activité antimicrobienne et antioxydant des nanoparticules d'argent (AgNPs) ont été largement étudiées ces dernières années [14,20-22], étant démontrées efficaces contre un large spectre de microorganismes pathogènes, résistants ou multi-résistants, ces nanoparticules ont reçues un intérêt croissant de la part des chercheurs, leur incorporation dans une matrice bio-polymère donne à cette dernière des caractéristiques exceptionnelles. Un nanocomposite à base d'amidon/AgNPs jouit

Introduction

d'un pouvoir antimicrobien permettant de rallonger sa durée d'utilisation, sa plastification en un thermoplastique permet son utilisation comme emballage alimentaire doté d'un pouvoir bioconservateur ^[17,23-25].

Ce document est structuré de la manière suivante :

Une introduction où l'on a situé le contexte de cette étude et met en exergue la problématique étudiée.

Le CHAPITRE 01 aborde l'avancée des recherches dans les différents domaines regroupés autour de cette thématique.

Le CHAPITRE 02 est une compilation de tous les tests menés afin d'extraire, synthétiser et caractériser les différents éléments de la thématique.

Le CHAPITRE 03 regroupe les résultats des tests effectués, leurs interprétations ainsi que des comparaisons avec des résultats d'autres travaux publiés.

La conclusion résume les résultats les plus importants, ainsi que la réponse à la problématique étudiée.

CHAPITRE 01 : Etat de l'art

I. Définition des bio-polymères

Les bio-polymères sont de macromolécules formées de longues chaînes de monomères reliés entre eux par des liaisons covalentes, ces macromolécules ont une haute biodégradabilité liée directement à l'existence de microorganismes capables de les cataboliser naturellement ^[12]. Parmi les bio-polymères utilisés comme alternative au plastique, nous pouvons citer l'amidon sur lequel nous portons le plus grand intérêt de par sa biodisponibilité et sa biodégradabilité ^[4].

I.1. Bio-polymère à base d'amidon

L'amidon est un polysaccharide qui fait office de réserve d'énergie que l'on retrouve chez des plantes comme la pomme de terre, le maïs, le blé... qui est une macromolécule constituée exclusivement d'unités de glucose. Selon le type de liaison entre les molécules de glucose, deux types de chaînes se distinguent : l'amylose, constituée d'une chaîne linéaire sans ramifications où les molécules de glucose sont liées par des liaisons glycosidiques α -D (1-4), et l'amylopectine, qui est composée de longues chaînes linéaires de molécules de glucose reliées par des liaisons glycosidiques α -D (1-4), avec des ramifications formées par des liaisons α -D (1-6) entre les chaînes de molécules de glucose ^[12]. Sous sa forme native, l'amidon se retrouve sous forme semi-cristalline due à l'association entre l'amylose et l'amylopectine ^[4,16,26].

L'emballage alimentaire a plusieurs utilités, essentiel dans la conservation des aliments mais aussi sert en tant qu'outil de communication entre le fabricant et le consommateur (Figure 1) ^[7]. L'amidon peut constituer une alternative intéressante au plastique conventionnel au vue de son abondance, de son prix abordable, et sa capacité à former un thermoplastique ^[8]. Cependant, il présente aussi des inconvénients physico-chimiques qui le rendent inapte à rivaliser avec le plastique, ^[4,27], parmi lesquels nous citerons : un caractère hydrophile dominant, la facilité de sa dégradation par des microorganismes ^[8], de faibles propriétés mécaniques, un haut caractère hygroscopique ainsi que des températures de fusion et de transition vitreuse qui se situe au-delà de la température de décomposition thermique ^[4].

CHAPITRE 01 : Etat de l'art

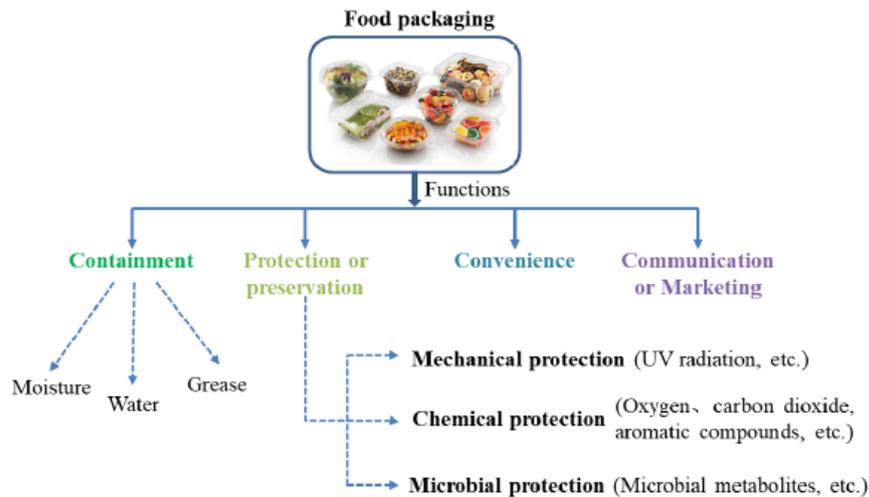


Figure 1 : Rôle de l'emballage alimentaire.

Ni *et al.*, ont rapporté que, la faible hydrophobicité des bioplastiques à base d'amidon a pu être augmentée considérablement en incorporant des nanoparticules de zinc et de chitosane dans le film lui-même, et que l'ajout de la carboxyméthylcellulose (CMC) augmente sa flexibilité mécanique [8].

D'après Tedeschi *et al.*, le film produit par plastification de l'amidon pur a des propriétés physiques ne permettant pas son utilisation dans l'emballage, néanmoins l'ajout d'agents plastifiant, le plus utilisé est le Glycérol, permet de résoudre ce problème. Seulement, avec un inconvénient, l'ajout du glycérol réduit de façon notable la résistance à la rupture du bio-polymère et augmente sa sensibilité à l'eau due à la réduction de la cristallinité de sa structure. Pour contourner ce nouveau problème, les mêmes chercheurs ont proposé d'utiliser une polyamine qui est le chlorhydrate de polyallylamine (CPA) à une très faible concentration (1 % wt CPA), élimine l'effet négatif où la fraction soluble du film reste à 20 % peu importe la concentration en glycérol. Après avoir effectué des tests de résistance à la traction au film à base d'amidon-glycérol-CPA produit par Tedeschi *et al.*, (2022), il s'avère que ce dernier est devenu beaucoup plus tenace que le film à base d'amidon-glycérol seulement [3].

Selon Jeziorska *et al.*, l'ajout d'un agent plastifiant (glycérol) ainsi que des nanotubes de halloysite à l'amidon influe de manière positive la résistance à la chaleur du thermoplastique en augmentant sa température de dégradation [4].

Huang *et al.*, ont écrit que l'introduction de la montmorillonite dans le thermoplastique améliore ses propriétés barrières (perméabilité à l'eau et à l'oxygène) préservant ainsi l'aliment de l'influence des éléments extérieurs [28].

CHAPITRE 01 : Etat de l'art

Mais malgré les nombreux inconvénients rencontrés, l'amidon reste toujours une ressource à exploiter et améliorer afin de pouvoir, un jour, remplacer ce plastique pas si écologique [4].

La pomme de terre, *Solanum tuberosum* (Tableau I), est le tubercule le plus consommé au monde, elle génère un coproduit d'une valeur inestimable au vue des quantités produites mondialement, et qui est l'épluchure [29].

Tableau I : Taxonomie de la pomme de terre.

Règne	Plantae
Sous-règne	Tracheobionta
Division	Magnoliophyta
Classe	Magnoliopsida
Sous-classe	Asteridae
Ordre	Solanales
Famille	Solanaceae
Genre	<i>Solanum</i>
Espèce	<i>Solanum tuberosum</i>

Utilisées conventionnellement dans l'alimentation du bétail, comme fertilisant ou comme matière fermentescible pour la production de biogaz [30], ce déchet présente une forte teneur en sucres et en polyphénols, et une myriade de substances bioactives pouvant en être extraites qui peuvent être utilisées dans différents domaines, remplaçant des matières premières onéreuses (Tableau II) [9,29-31]. D'après Joshi et *al.*, les pelures de pomme de terre contiennent 8.7 - 12.4 % de glucides, dont l'amidon est le plus abondant, 1.2 - 2.3 % de protéines et 0.1 - 0.4 % de lipide, ces valeurs peuvent varier en fonction de la méthode adoptée pour la pelure. Parmi ces glucides, plus de 50 % sont des fibres et que la méthode d'abrasion (épluchage automatique) permet l'obtention de plus d'amidon et moins de fibres que le épluchage manuel [32].

CHAPITRE 01 : Etat de l'art

Tableau II : Utilités des épluchures de pomme de terre dans l'industrie.

Protéines	Amidon	Glycoalcaloïdes	Composés Phénoliques		Phyto-nutriments	
Bioplastique	Bioéthanol, Bioplastique, textile, cosmétique, industrie pharmaceutique et de papier	Compléments alimentaires	Médecine	Emballage alimentaire	Colorants alimentaires	Médicaments pour la cicatrisation
			Capsules			

Parmi d'autres bio-polymères, quelques-uns se distinguent par des caractéristiques propres suscitant l'intérêt. La cellulose étant le bio-polymère le plus abandon, peut servir de matrice aux nanoparticules ^[16]. L'acide polylactique (APL) peut être obtenu en fermentant différentes sources de glucose, il présente une meilleure transparence et résistance à la tension que l'amidon bien que plus cher ^[11].

II. Thermoplastique d'amidon

L'amidon constitue 70 à 80 % du poids sec du tubercule de pomme de terre ^[31], les épluchures en contiennent 25 % ^[30], un pourcentage largement suffisant pour permettre l'éventuelle utilisation de ces dernières pour extraire de l'amidon qui sera ensuite utilisé pour synthétiser du thermoplastique. Cependant, afin d'être apte à être utilisé comme emballage ou revêtement, ce bio-polymère doit subir quelques modifications afin d'améliorer ses propriétés, cela se fait par ajout d'agents chimiques jouant le rôle d'agents plastifiants et agents réducteurs, mais aussi d'autres composés (nanoparticules, polymères...) ayant des propriétés qui viendront compléter celle de la matrice en amidon ^[12,33,34].

II.1. Méthode de synthèse

Afin de synthétiser le thermoplastique, quelques caractéristiques doivent être présentes chez la matière première. Le ratio amylose/amylopectine de l'amidon est un des facteurs les plus importants, car influence directement la fragilité du bioplastique ^[11].

Le thermoplastique est obtenu en faisant subir un traitement thermique (90-120°C) à une solution aqueuse d'amidon, dans un procédé appelé gélatinisation ayant comme résultat la diminution de la cristallinité des granules ^[3]. Le film résultant d'une plastification à l'eau est très fragile, possède

CHAPITRE 01 : Etat de l'art

de pauvres propriétés barrière et présente une pauvre stabilité tridimensionnelle, et c'est pour cela qu'il faut le renforcer en incorporant d'autres ingrédients comme des alcools polyhydriques, des polyols ou des époxydes comme agents plastifiants, d'autres méthodes de renforcement des propriétés physico-chimiques de ce bioplastique ont été proposées, comme former des alliages entre l'amidon et d'autres polymères tels que l'APL ou les polyhydroxycarboxylates pour améliorer les propriétés barrière du film synthétisé [11].

II.2. Modifications apportées

L'agent plastifiant a pour rôle de diminuer la température de transition vitreuse et la température de transition du second ordre, améliorant en conséquent la flexibilité du polymère. Utilisés depuis plus de deux siècles, les agents plastifiants se retrouvent aujourd'hui au centre d'une polémique soulevant la question de la toxicité de ces derniers. Des alternatives naturelles ont été proposées et même utilisée, comme des huiles végétales (huile de soja, lin, tournesol, ricin...) et des esters d'acides gras qui sont réputés non-toxiques et ayant une faible capacité à migrer [34]. L'eau, les polyols ou les liquides ioniques jouent aussi le rôle de plastifiant de l'amidon) différents degrés [35]. L'agent plastifiant le plus couramment utilisé pour diminuer la fragilité du bioplastique à base d'amidon est le glycérol [3], bien qu'influençant considérablement l'hydrosolubilité du bioplastique due à la formation de fortes liaisons hydrogène avec l'amidon. Certains liquides ioniques, l'acétate de 1-éthyl-3-méthylimidazolium et le chlorure de 1-butyl-3-méthylimidazolium, ont été proposés pour plastifier l'amidon. Bien que classés non-toxiques, inflammable, non-volatile, la biodégradabilité des liquides ionisés a été très peu étudiée [36]. De ce fait, le glycérol reste l'agent plastifiant favori, au vue de sa disponibilité, non-toxicité, biodégradabilité et sa haute compatibilité avec l'amidon [3].

L'amidon est formé de longues chaînes d'amylose et d'amylopectine, il est sous forme semi-cristalline, et offre donc la possibilité de greffer d'autres molécules que des unités de glucose dessus [35]. Le greffage d'un monomère ou d'une chaîne de monomère sur une matrice préexistante, dans le but d'apporter à celle-ci de nouvelles propriétés physico-chimiques ou d'améliorer les propriétés déjà présentes [37]. Zhang et *al.*, ont utilisé le greffage sur bio-polymère afin de pouvoir remédier au problème posé par les eaux usées issues de l'industrie du textile, en synthétisant un agent flocculant cationique à base d'amidon greffé de chlorure de méthacryloyloxyéthyl triméthylammonium et de N,N'-méthylènebisacrylamide comme monomères. Cette combinaison a pu traiter effectivement l'eau usée à hauteur de 97 %. Cependant ce qui reste intéressant sont les nanocomposites, une combinaison entre nanoparticules et matrice polymère [38].

CHAPITRE 01 : Etat de l'art

La recherche en nanotechnologie connaît une expansion rapide grâce aux propriétés chimiques et physiques uniques des nanoparticules. Leur petite taille, leur grande surface spécifique et leur pureté chimique élevée sont à l'origine de ces caractéristiques exceptionnelles [39,40]. Hoshyar et *al.*, ont conclu que la taille des nanoparticules influence considérablement leurs applications thérapeutiques et diagnostiques [41]. Tandis que les résultats de Lai et *al.*, montrent clairement que cette particularité influence leur capacité à inhiber la croissance microbienne. Plus précisément, plus le diamètre des nanoparticules est petit plus elles seront efficaces dans la lutte contre les microorganismes [42].

III. Nanoparticules

Les nanoparticules de plusieurs métaux comme l'argent, le nickel, le zinc, l'or... sont étudiées car elles présentent des propriétés optiques, électriques et catalytiques attrayantes [16,43], influencées par la taille (10 à 100 nm) et la forme des particules [44,45]. Cependant, afin de les utiliser de manière efficace et anodine, car toxiques pour les cellules eucaryotes en soi [46], il faut les associer à des polymères [16,43]. Cette association forme des macromolécules appelées nanocomposites jouissant de propriétés multifonctionnelles tel que des propriétés magnétiques, chimiques, optiques, électriques, physiques, antimicrobiennes et antioxydant, favorables à leur utilisation dans plusieurs domaines [13,21,43]. De nos jours, l'utilisation de bio-polymères comme matrice pour cette nouvelle technologie est devenu un sujet phare dans ce domaine de recherche. Un bio-polymère est facilement dégradable, biodisponible, agit comme un agent réducteur, stabilisant ou même comme agent de coiffage et aide à éviter l'agrégation des nanoparticules durant la synthèse. De plus, le nanocomposite formé est stable, non volatil et démontre une forte activité antimicrobienne et antioxydant [43].

III.1. Propriété antimicrobienne

Les préoccupations concernant l'émergence de pathogènes résistants aux antibiotiques remontent aux années 1940, peu après l'introduction des premiers antibiotiques. Cependant, c'est à partir des années 1960 que des spécialistes ont averti des dangers liés à l'utilisation excessive d'antibiotiques, soulignant la menace croissante de pathogènes résistants capables de survivre à des doses létales de ces agents [47]. Et depuis, le nombre de souches résistantes ne cesse d'augmenter jusqu'à devenir l'un des problèmes majeurs qui font face à la médecine d'aujourd'hui. La nanotechnologie a proposé une solution, des nanoparticules dotées d'une activité antimicrobienne tel que les nanoparticules d'argent font l'objet de l'intérêt des chercheurs dans plusieurs secteurs du médical [48,49]. De plus au secteur médical, celui de l'emballage alimentaire aussi envisage leur

CHAPITRE 01 : Etat de l'art

utilisation comme bioconservateur, synthétisant des nanocomposite ayant le pouvoir d'inhiber la croissance bactérienne et de conserver l'aliment pour des périodes prolongées, minimisant par la même occasion l'utilisation de conservateurs chimiques potentiellement cancérigènes [5,50].

Dakal *et al.*, résumant les mécanismes d'action des nanoparticules en deux catégories (Figure 2). Au niveau de la membrane cytoplasmique, les AgNPs s'adhèrent et s'accumulent, altérant la perméabilité en formant des pores causant la fuite du contenu cellulaire et surtout de l'ATP. Au niveau intracellulaire, où elles génèrent des radicaux libres en oxydant les lipides, protéines et les acides nucléiques entraînant la mort cellulaire. Les AgNPs altèrent la phosphorylation de résidus tyrosine dans les protéines changeant ainsi leur conformation, leur action et leur rôle dans la signalisation intracellulaire [49,51].

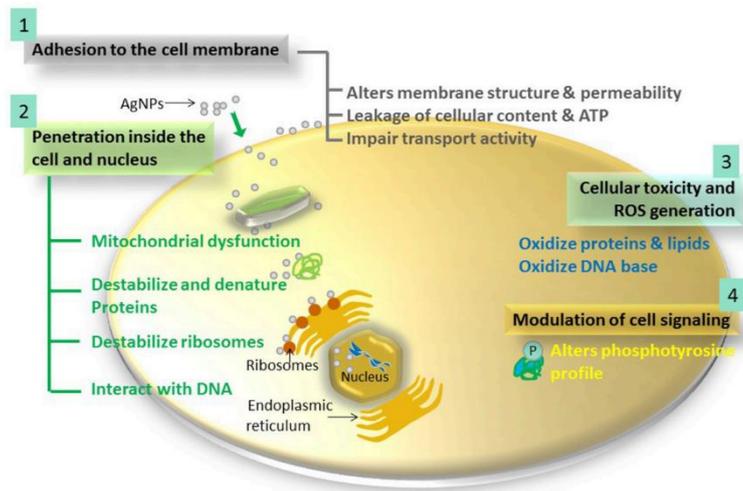


Figure 2: Schéma explicatif des mécanismes d'action des AgNPs.

L'activité antimicrobienne des nanoparticules est directement liée à leur taille, plus leur diamètre est petit plus elles exercent un effet plus fort sur le microorganisme, cela peut s'expliquer par le fait que les nanoparticules de petite taille possèdent une plus grande surface spécifique où plus d'atomes sont en contact direct avec le microorganisme et ainsi ayant un effet plus prononcé que les particules de plus grande taille [45,52]. Barzan *et al.*, suggèrent, après obtention des résultats de la comparaison de l'effet bactéricide de surface de trois échantillons d'AgNPs à différents diamètres, que les nanoparticules de petit diamètre montrent un pouvoir antimicrobien élevé, cependant un phénomène comme l'agrégation de ces dernières réduit considérablement leur effet sur le microorganisme, et pour résoudre cette problématique, ils ont suggéré de les greffer sur un support solide comme le verre [52]. Saravanakumar *et al.*, ont suggéré que l'activité antimicrobienne des AgNPs encapsulées par l'amidon peut venir de la diffusion progressive d'ions d'argent après

CHAPITRE 01 : Etat de l'art

dégradation enzymatique de l'agent stabilisant par le microorganisme lui-même (*E. coli* et *S. aureus*) [53].

Parmi les bactéries multi-résistantes aux antibiotiques, certaines souches de *Staphylococcus aureus*, une bactérie Gram positif, ont acquis une résistance à la méthicilline et à la vancomycine. Chez les bactéries à Gram négatif, *Escherichia coli* entérotoxigène est connue pour causer des diarrhées hémorragiques chez les patients tandis que l'espèce est parmi celles qui ont acquis une résistance à certains antibiotiques [49]. Des scientifiques ont réussi à prouver l'efficacité des AgNPs contre une multitude de microorganismes, et parmi eux, figurent des souches résistantes aux antibiotiques. Garza-Cervantes et al., ont synthétisé un nanocomposite (cellulose-AgNPs) par la méthode *in situ* et ont testé son activité antibactérienne sur différentes espèces d'une charge de 10^5 UFC/mL qui sont : *Escherichia coli* ATCC 11229, *Staphylococcus aureus* ATCC 6538, *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 27853 ainsi que deux souches multi-résistantes *Staphylococcus aureus* et *Pseudomonas aeruginosa* et obtenu des résultats de concentration minimale inhibitrice (CMI) allant de 64 $\mu\text{g/mL}$ pour les souches sensibles et de 778 $\mu\text{g/mL}$ pour les souches multi-résistantes [54]. Barzan et al., ont testés l'efficacité de trois AgNPs sphériques de différentes tailles à inhiber la souche *E. coli* ATCC 8739, les résultats de la CMI montre que plus la taille de la nanoparticule est petite plus sa CMI est minime. Ils expliquent que cette diminution est probablement due au fait que la surface spécifique de contact entre le microorganisme diminue en augmentant le diamètre de la particule, mais aussi qu'une concentration élevée en nanoparticules de petite taille influence leur capacité à pénétrer à l'intérieur de la cellule due à leur agrégation entre elles [52]. Said et al., ont procédé à une phyto-synthèse d'AgNPs utilisant l'extrait de *Lawsonia inermis* puis tester leur activité antibactérienne contre *E. coli*, les résultats montre que la CMI de ces AgNPs est de 25 $\mu\text{g/mL}$ [55]. Božanić et al., ont rapportés avoir obtenu une réduction de la croissance microbienne à hauteur de 99.99 %, 99.84 % et 99.20 % contre *S. aureus*, *E. coli* et *Candida albicans* respectivement après une heure d'exposition à un nanocomposite (Amidon/AgNPs) [23].

Les AgNPs sont capables d'induire un stress oxydatif au sein des cellules en produisant des espèces réactives de l'oxygène (ROS), telles que l'oxyde nitrique ($\bullet\text{NO}$), le superoxyde (O_2^-), le peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) et les radicaux hydroxyles ($\text{OH}\bullet$) [56]. Ce stress est l'un des mécanismes clés par lesquels les AgNPs inhibent la croissance des microorganismes. L'augmentation des niveaux des espèces ROS dans les cellules bactériennes entraîne la lyse de la membrane cytoplasmique, la peroxydation des lipides, et l'oxydation des protéines, ce qui conduit à une perte d'intégrité membranaire et à l'altération des fonctions cellulaires critiques conduisant à la mort cellulaire. De plus, l'inhibition de la voie respiratoire impliquée dans la production d'ATP. L'interaction des ROS

CHAPITRE 01 : Etat de l'art

avec l'ADN provoque des mutations et inhibe la réplication et la transcription, tandis que l'oxydation de l'ARN bloque la traduction, entravant ainsi la synthèse protéique [56-58].

III.2. Méthodes de synthèse

Pour greffer les nanoparticules sur une matrice, il existe plusieurs méthodes parmi lesquelles nous citerons : *in situ*, *ex situ*, réduction directe par un agent chimique, implantation ionique... [16].

La méthode *in situ* consiste à amalgamer un précurseur de nanoparticules dans une solution contenant le bio-polymère et de faire subir au mélange une réaction de réduction par ajout d'un agent réducteur, par photo réduction, par traitement thermique ou encore avec des micro-ondes [16,25]. Le polymère agira comme stabilisateur et contrôlera la taille et la dispersions nanoparticules au sein du bio-polymère [43]. Les inconvénients majeurs qui accompagnent l'utilisation de cette méthode sont les effets indésirables que le traitement peut éventuellement avoir sur le biopolymère, ainsi que la naissance de coproduits encastrés dans la matrice aux côtés des nanoparticules [25].

Ex situ, est une méthode de synthèse de nanoparticules qui sépare l'étape de synthèse de ces dernières et l'étape de leur incorporation dans le bio-polymère [43,59]. Des nanoparticules sont formées en mettant en contact un précurseur avec un agent réducteur et un agent stabilisant, après la formation de ces particules, un volume approprié est utilisé dans l'élaboration d'un nanocomposite [59].

IV. Nanocomposite Amidon/AgNPs

Parmi les nanocomposites étudiés, le nanocomposite d'Amidon/AgNPs se distingue de par sa versatilité, il peut être utilisés de différentes manières, comme l'emballage, dans l'acheminement du principe actif des médicaments et autre [12].

Après l'ajout des nanoparticules obtenues dans des formulations de films à base d'amidon, Ortega et *al.*, (2021) ont obtenu les résultats suivant : les films nanocomposites ont développé une teinte orange de plus en plus intense avec l'augmentation de la concentration d'AgNPs L (14.3 à 143 µg/mL). La perméabilité à la vapeur d'eau a diminué, tandis que la résistance mécanique à la traction s'est améliorée jusqu'à atteindre une concentration de 71.5 µg/mL d'AgNPs L, ce qui montre que les nanoparticules renforcent efficacement la matrice polymère [24].

Selon Cheviron et *al.*, (2015), le polymère d'amidon a agi comme agent stabilisant et agent réducteur lors de la synthèse des AgNPs. Après stockage à 25 °C, des AgNPs amorphes ont été obtenues avec une dispersion homogène et une taille moyenne de 6 nm. Un traitement thermique à

CHAPITRE 01 : Etat de l'art

40 °C n'a pas changé la taille ni la répartition des nanoparticules. Cependant, un traitement à 85 °C a fait croître la taille de ces dernières à environ 15 nm et les a rendues cristallines. Les propriétés d'absorption d'eau et de barrière à l'eau et à l'oxygène des films dépendent fortement de la température de traitement. Les films traités à 85 °C montrent une réduction significative de la perméabilité à l'eau et à l'oxygène, grâce à la formation d'AgNPs cristallines et à leur interface cohésive avec la matrice d'amidon ^[60].

Trotta et *al.*, ont démontré que l'intégration des nanoparticules d'argent biosynthétiques (G-AgNPs) dans les emballages alimentaires à base d'amidon de maïs améliore les propriétés antimicrobiennes et écologiques du papier, réduisant ainsi le besoin de conservateurs nocifs et contribuant à la réduction du gaspillage alimentaire. Les résultats indiquent que la migration de l'argent était bien inférieure au seuil maximum fixé par l'Autorité Européenne de Sécurité Alimentaire (en anglais, EFSA). Par conséquent, le nouveau matériau développé répond aux normes de sécurité fixées par l'EFSA pour les matériaux d'emballage alimentaire ^[61].

CHAPITRE 02 : Matériel et Méthodes

I. Extraction et caractérisation de l'amidon

I.1. Extraction de l'amidon

L'extraction de l'amidon a été faite en broyant 300 g de pelures de pomme de terre récupérées dans un établissement de restauration local, avec un broyeur domestique, en utilisant un volume de 0.5 L d'eau distillée (ED). Le broyat a été laissé à température ambiante (20°C) pendant 1h afin de permettre la solubilisation d'un maximum de molécule d'amidon. Le temps écoulé, un rinçage avec 0.4 L a été effectué pour garantir le drainage de toute la quantité d'amidon extrait, suivi d'une décantation d'une heure et demi avant la séparation du surnageant du décantât. Ce dernier a été mis sous haute pendant 24h à température ambiante afin d'assurer un séchage homogène de l'extrait.

I.2. Caractérisation des granulés d'amidon

I.2.1. Capacité de gonflement et fraction soluble de l'amidon extrait

L'amidon est un bio-polymère doté d'une capacité de gonflement, mais aussi d'une fraction qui se solubilise au contact de l'eau. Pour déterminer ces deux particularités chez l'amidon extrait des épluchures de pomme de terre, le protocole décrit par Bikila *et al.*, avec modifications a été suivi [62], brièvement, 250 mg d'amidon ont été mis dans un tube de centrifugeuse, pesé et noté W_1 . Suite à cela, l'ajout de 10 mL d'eau distillé. Ainsi, 6 tubes labellisés de 1 à 6 ont été préparés pour chaque répétition (A et B). Chaque tube a été mis dans un bain marie à une température allant de 30 à 80°C pendant 15 min (Tableau XI en annexe). A l'issue des 15 min, les tubes ont été laissés refroidir, jusqu'à atteindre une température ambiante avant d'être centrifugés à 3000 tr/min pendant 15 min. La phase liquide et la phase solide se sont séparées, le surnageant a été récupéré pour déterminer la fraction soluble et le culot pour déterminer la capacité de gonflement des granulés d'amidon.

Le surnageant débarrassé dans un autre récipient, le tube contenant le culot a été pesé et son poids noté W_2 . Suivant l'équation, la capacité de gonflement C (%) de l'échantillon a été déterminée :

$$C(\%) = \frac{W_2 - W_1}{M} \times 100$$

2.5 mL du surnageant ont été pris, versés dans un tube de verre préalablement pesé, et mis à sécher à 110°C jusqu'à évaporation complète de la phase aqueuse. Les tubes ont de nouveau été pesés,

CHAPITRE 02 : Matériel et Méthodes

le poids du tube vide a été déduit, et le poids final de la fraction soluble a été noté W_3 . La fraction soluble de l'amidon a été déterminée par l'équation suivante :

$$S(\%) = \frac{W_3}{M \times 10^{-3}} \times 100$$

Où :

M : la masse initiale d'amidon (250 mg)

I.2.2. Taux d'amylose

L'association de chaînes d'amylose et d'amylopectine donne une macromolécule de forme semi-cristalline. Le taux d'amylose influe grandement sur la qualité du bioplastique obtenu, l'amidon natif est composé de 15 à 30 % d'amylose, et de 70 à 85 % d'amylopectine ^[36]. Plus l'amidon contient un taux élevé d'amylopectine plus la fragilité du film résultant de sa plastification est réduite.

Afin de déterminer le taux d'amylose dans l'amidon extrait, le protocole de Diyana et *al.*, a été suivi ^[63]. Brièvement, dans une fiole de 100 mL, 20 mg d'amidon ont été mélangés avec 10 mL d'une solution de KOH (0.5 N), complétés avec de l'eau distillé (ED) jusqu'au trait de jauge. A partir de cette solution, 10 mL ont été pris et mis dans une fiole de 50 mL, 5 mL d'une solution de HCl (0.1 N) et de 0.5 mL de réactif d'iode (Lugol) ont été ajoutés, la fiole a été remplie jusqu'au trait de jauge avec de l'ED. L'absorbance a été mesurée à la longueur d'onde 625 nm, le taux en amylose a ensuite été déterminés en suivant l'équation de FORTINI :

$$L(\%) = \frac{Abs + 6.218}{28.414}$$

Où :

L (%) est la teneur en amylose de l'échantillon.

Abs est la densité optique mesurée à 625 nm.

II. Biosynthèse de nanoparticules

La synthèse des nanoparticules d'argent a été effectuée selon une méthode *ex situ* respectueuse de l'environnement, utilisant l'amidon extrait des épiluchures de pomme de terre comme agent stabilisant et le glucose issu de la dégradation thermique de ce sucre complexe comme agent réducteur. Le protocole suivi est celui de Cheviron et *al.*, 2014 avec modifications ^[17].

CHAPITRE 02 : Matériel et Méthodes

La biosynthèse des nanoparticules d'argent commence par la préparation de 3 solutions d'amidon. Pour faire, 1g d'amidon a été dissous dans 100 mL d'ED dans un réacteur fermé. Ces solutions ont été chauffées à 80°C avec agitation constante pendant 5 minutes afin d'obtenir une solution homogène. Ensuite, pour avoir des concentrations de 1 mM, 5 mM et 10 mM d'AgNPs, 16.9 et 84.9 et 169 mg de nitrate d'argent (AgNO_3) ont respectivement été ajoutés aux solutions d'amidon préparées.

Après l'ajout de nitrate d'argent, chaque mélange a été agité pendant 3 heures à température ambiante. Une fois les 3 heures écoulées, les solutions ont été laissées pour décanter afin de permettre une séparation initiale du décantât et du surnageant. Pour assurer une séparation complète, le surnageant et le culot ont été séparément transférés dans des tubes de centrifugation et centrifugés à 5000 tr/min pendant 15 minutes. Après centrifugation, le surnageant et le culot ont été de nouveau séparés. Le surnageant contenant des nanoparticules d'argent colloïdale a été utilisé tel quel tandis que le culot a été transféré dans des boîtes Pétri en verre appropriées pour le séchage à une température d'environ 50°C, obtenant ainsi une poudre de nanoparticules d'argent sous forme de clusters.

III. Biosynthèse d'un thermoplastique à base d'amidon

La biosynthèse du thermoplastique à base d'amidon s'est déroulée suivant le protocole proposé par Cheviron et *al.*, 2016 avec modification afin de correspondre aux exigences de l'expérimentation ^[25] :

Dans un réacteur fermé, 2.5g d'amidon, 2 mL de glycérol (50 ou 70 %) et 20 mL d'ED ont été mélangés, la solution est mise sur une plaque chauffante réglée à 80°C. Tout en agitant, 3 mL de vinaigre (5°) ont été ajoutés. Le mélange continue à être agité d'une manière constante. Tout en suivant la température atteinte par le mélange, et avant que ce dernier gagne en viscosité, goutte après goutte, 3 mL d'une solution de NaOH (0.1 M) ont été enfin ajoutés. Dès que la solution a commencé à devenir plus visqueuse, elle a été versée dans un cristalliseur de sorte à avoir un film d'épaisseur homogène, puis mis dans l'étuve pour sécher.

Suivant le même protocole, des films contenant différents volumes de nanoparticules d'argent colloïdales (2, 5 et 10 mL) ont été synthétisés pour servir à réaliser des tests d'activité antibactérienne. L'ajout de la suspension d'AgNPs à concentration de 10 mM s'est fait entre l'ajout du vinaigre et de la solution de NaOH à 0.1 N.

CHAPITRE 02 : Matériel et Méthodes

III.1. Caractérisation du biopolymère

III.1.1. Test de solubilité dans l'eau

Le protocole suivi pour réaliser ce test a été décrit par Issa et *al.*, [64]. Brièvement, une éprouvette du bio-polymère de surface de 2 cm² a été découpée, pesé et noté Poids sec initial. Il a ensuite été plongé dans un volume de 20 mL d'ED. Le poids sec final a été mesuré après 30 jours et après séchage 10 min à 45°C. Le pourcentage de solubilité dans l'eau a été mesuré selon l'équation suivante :

$$\text{Solubilité dans l'eau (\%)} = \frac{\text{Poids initial} - \text{Poids final}}{\text{Poids initial}} \times 100$$

IV. Caractérisation des nanoparticules d'argent

IV.1. Caractérisation spectroscopique UV-Visible

Le contrôle de la taille, de la forme des AgNPs est crucial car ces caractéristiques influencent directement les propriétés physico-chimiques de ces particules. La résonance des plasmons de surface est due à l'excitation des électrons de surface par une onde lumineuse. Ces mouvement sont appelés oscillations, qui sont directement liés à la taille de la particules et donc à la longueur d'onde absorption de la particule dans le domaine du visible [44].

La caractérisation de la résonance des plasmons de surface (SPR en anglais) a été faite par l'analyse spectroscopique UV-Visible (entre 200 et 1000 nm) des échantillons de nanoparticules d'argent colloïdales en utilisant un spectrophotomètre à balayage (Rayleigh-1800, Chine). L'ED et l'air environnant ont utilisés comme ligne de base.

IV.2. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

Une analyse spectroscopique infrarouge (FTIR en anglais) de la transmittance en a été réalisée entre les nombres d'onde 300 et 4000 cm⁻¹, elle vise à caractériser les groupements fonctionnels et les liaisons chimiques établies dans l'échantillon (AgNPs en poudre, AgNPs colloïdales et amidon). Cette étude a été effectuée avec un spectrophotomètre infrarouge à transformée de Fourier (Shimadzu corporation, Japon).

Les échantillons sous forme de poudre (amidon et nanoparticules) ont été analysés après les avoir transformés en pastille d'un ratio de 20 mg d'échantillon pour 80 mg de KBr pressée à 70 kN.

CHAPITRE 02 : Matériel et Méthodes

Le AgNPs colloïdales ont été préalablement séchées à 50°C puis dissoutes dans du diméthylsulfoxyde (DMSO) dans le but de préserver l'appareillage.

Le DMSO et la poudre d'amidon ont servis de ligne de base pour les AgNPs colloïdales et les AgNPs en poudre respectivement.

IV.3. Composés phénoliques totaux

Le dosage des composés phénoliques totaux (TPC en anglais) a été réalisé sur un échantillon d'amidon extrait des pelures de pomme de terre ainsi que sur des nanoparticules d'argent colloïdales suivant le protocole optimisé par Zeghib et *al.*,^[65], décrit brièvement ci-dessous :

Dans un premier lieu, un mélange de 200 μL d'AgNPs et d'1 mL du réactif Folin-Ciocalteu à 0.1 N a été préparé et pré incubé dans la pénombre 5 min avant que 800 μL d'une solution de carbonate de sodium (Na_2CO_3) à 7.5 % ne soit ajoutés. Après une seconde incubation de 5 min à 50°C, l'absorbance a été mesurée à une longueur d'onde de 760 nm avec un spectrophotomètre UV-Visible (BioTeck Instruments, Inc, USA). Les résultats de la lecture de l'absorbance ont été traité utilisant une courbe d'étalonnage ($y = 6,4067x + 0,0525$, $R^2 = 0,9999$) (Figure 14 en annexe). Le taux TPC a été exprimé en mg d'acide gallique par mL d'AgNPs et les résultats sont issus de la moyenne de trois répétitions.

IV.4. Inhibition du radical oxyde nitrique

Le test d'inhibition du radical oxyde nitrique ($\bullet\text{NO}$) s'est fait suivant le protocole proposé par Lopes et *al.*,^[66], brièvement expliqué ci-dessous :

En premier lieu, les matériaux et réactifs ont été méticuleusement préparés. Pour la réaction, 450 μL d'une solution de Nitroprussiate de sodium ($\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}].2\text{H}_2\text{O}$, 10 mM) (en anglais SNP) ont été prélevés et mélangés avec 450 μL d'AgNPs à concentration de 10 mM. Ce mélange réactionnel a été incubé à température ambiante pendant 60 minutes sous une source lumineuse constante, permettant ainsi au SNP de réagir adéquatement avec l'échantillon. Après cette période d'incubation, 450 μL du réactif de Griess ont été additionnés au mélange qui a ensuite été mis dans l'obscurité pour une incubation de 10 min. Cette étape est essentielle pour stabiliser le complexe de réaction et éviter toute interférence lumineuse qui pourrait fausser les résultats. Le test a été réalisé 3 fois. L'absorbance du mélange a été mesuré à 562 nm. Cette mesure a permis de quantifier la concentration de $\bullet\text{NO}$ inhibée par l'échantillon.

CHAPITRE 02 : Matériel et Méthodes

Des contrôles et blancs ont été inclus. Contenant respectivement 450 µL de tampon, 450 µL de SNP et 450 µL de réactif de Griess et 450 µL de tampon (ED), 450 µL de SNP et 450 µL du solvant utilisé lors de la préparation du réactif Griess. En outre, un blanc de dilution, composé de 450 µL d'extrait, 450 µL de SNP et 450 µL de tampon, a été utilisé pour vérifier l'effet des AgNPs sans la contribution du réactif de Griess.

Les résultats ont été interprétés en pourcentage d'inhibition suivant l'équation :

$$\text{Inhibition (\%)} = \frac{(\text{Abs Témoin} - \text{Abs blanc témoin}) - (\text{Abs AgNPs} - \text{Abs blanc AgNPs})}{(\text{Abs Témoin} - \text{Abs blanc témoin})}$$

IV.5. Pouvoir antioxydant réducteur ferrique

Le pouvoir antioxydant réducteur ferrique (en anglais FRAP) mesure le potentiel d'un échantillon donné à réduire la tripyridyltriazine ferrique (Fe^{3+} -TPTZ) en complexe de tripyridyltriazine ferreux (Fe^{2+} -TPTZ).

Le protocole décrit ci-dessous, mis en place par Benzie and Strain, (1999), a été suivi afin de mesurer l'étendue du pouvoir antioxydant réducteur ferrique des AgNPs ^[67].

1.9 mL du réactif FRAP (un mélange d'acétate de sodium ($\text{C}_2\text{H}_3\text{NaO}_2$, 300 mM, pH 3,6), de 2,4,6-Tris(2-pyridyl)-striaizine (TPTZ) (10 mM) et de chlorure ferrique ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 20 mM)) a été ajouté dans des tubes contenant 100 µL d'AgNPs, agités et incubés 30 min à une température de 37°C, puis l'absorbance a été mesurée à 593 nm. Le test a été répété 3 fois. Un blanc contenant 1.9 mL FRAP à 100 µL d'ED a été inclus et préparé deux fois. Les résultats de la lecture spectroscopique ont été traités suivant une courbe d'étalonnage ($y = 7,6295x - 0,0026$, $R^2 = 0,9933$) (Figure 15 en annexe). Les résultats ont été exprimés en mg équivalent Trolox par mL d'échantillon.

V. Etude de l'activité antibactérienne du nanocomposite et des AgNPs

V.1. Culture bactérienne et standardisation des souches cibles

L'activité antibactérienne des nanoparticules d'argent a été testée sur deux souches Gram négatif et positif, *Escherichia coli* ATCC 25922, ainsi que *Staphylococcus aureus* ATCC 25933. Ces dernières ont été revivifiées selon ^[68] avec modifications :

Une colonie bien isolée a été sélectionnée,ensemencée dans 10 mL de bouillon nutritif (BN) et incubé 24h à 37°C. Le temps écoulé, et à partir de cette suspension, des géloses sélectives EMB et

CHAPITRE 02 : Matériel et Méthodes

Chapman ont étéensemencés par *E. coli* et *S. aureus* respectivement et incubées 24h à 37°C. La pureté des souches a été vérifiée par l'aspect des colonies, suivi d'une catalase et une coloration de Gram.

Une culture de 18h a été lancée, en inoculant 10 mL de BN avec une seule colonie bien isolée de diamètre bien déterminé. A partir de cette culture, une série de dilutions décimales dans du BN a été réalisée jusqu'à la dilution 10⁻⁹.

Pour estimer la charge bactérienne initiale, deux méthodes ont été adoptées, une lecture spectroscopique à 600 nm de la solution mère et des dilutions allant jusqu'à 10⁻⁶, et un ensemencement en masse sur GN d'un millilitre des dilutions allant de 10⁻⁵ à 10⁻⁹.

Le résultat du dénombrement a été interprété suivant l'équation :

$$N \left(\frac{UFC}{mL} \right) = \frac{\sum Colonies}{V \times [n1 + (0.1 \times n2)] \times d}$$

V.2. Tests de l'activité antibactérienne des AgNPs colloïdales

Afin d'évaluer l'activité antibactérienne, une suspension de 5 mL de nanoparticules d'argent colloïdales a été filtrée avec un filtre à seringue de 4.5 µm de diamètre (Fisherbrand). Un millilitre de la suspension colloïdale à concentration de 10 mM a été transféré dans un tube Eppendorf et une série de dilutions au facteur (2) allant jusqu'à 1/64 a été effectuée.

Des cultures de 18h ont été lancées pour les deux souches cibles, elles serviront à effectuer l'évaluation de l'activité antibactérienne des AgNPs.

Deux types de tests ont été effectués, la détermination de la concentration minimale inhibitrice (CMI) et concentration minimale bactéricide (CMB) des AgNPs ainsi que des tests de disques sur gélose Mueller-Hinton pour évaluer l'activité antibactérienne du nanocomposite.

V.2.1. Concentration minimale inhibitrice

Pour déterminer la CMI des AgNPs, le protocole proposé par Sadeghi et *al.*, qui consiste en une CMI sur milieu liquide, brièvement décrits ci-dessous a été suivi avec modifications ^[69] :

Dans des tubes Eppendorfs, 800 µL de BN ont été inoculés avec 100 µL de la suspension bactérienne à 10⁶ UFC/mL puis traités avec 100 µL d'AgNPs à la dilution adéquate. Des tubes

CHAPITRE 02 : Matériel et Méthodes

Eppendorfs contenant 900 μL de BN inoculés de 100 μL de suspension bactérienne et 1000 μL de BN considérés comme témoin négatif et témoin de stérilité ont été inclus respectivement.

Un plan de microplaque (Tableau XII en annexe) a été mis en place selon le protocole de Holubnycha et *al.*, en transférant dans chaque puits 100 μL du contenu du tube Eppendorf lui correspondant ^[70].

La microplaque a été immédiatement lue à l'aide d'un lecteur de microplaques à la longueur d'onde 630 nm (BioTeck Instruments, Inc, USA) afin d'avoir un aperçu de l'absorbance de nos échantillons au temps $t = 0\text{h}$ noté point de contact. Les tubes Eppendorf ont été incubés à 37°C pendant 24 heures. Après cette période d'incubation, une deuxième microplaque a été préparée et lue (BioTeck Instruments, Inc, USA) dans les mêmes conditions pour évaluer l'inhibition de la croissance bactérienne.

Une CMI sur milieu solide a été rajoutée suivant le protocole de Said et *al.*, avec modifications. Décrit brièvement ci-dessous ^[55] :

La gélose Mueller-Hinton (20 mL) a été coulée dans des boîtes Pétri et laissée se solidifiée, puis à l'aide d'un écouvillon, un tapis bactérien (10^7 UFC/mL) a été appliqué dessus avant que des puits pouvant contenir un volume de 100 μL soient formés et remplis avec 100 μL de suspension d'AgNPs. Ces boîtes ont été placées à température de 4°C pendant 1h30 afin de permettre la diffusion des AgNPs puis incubées 24h à 37°C.

L'activité antibactérienne se manifeste par l'apparition de zones d'inhibition autour des puits, ces dernières ont été mesurées avec une règle.

V.2.2. Concentration minimale bactéricide

Pour déterminer la CMB des nanoparticules d'argent, le protocole proposé par Lara et *al.*, a été modifié afin de convenir aux expérimentations menées ^[71].

Des Eppendorfs contenant, 900 μL de la suspension bactérienne à charge de 10^6 UFC/mL et 100 μL de la solution d'AgNPs adéquate ont été préparés. Des témoins de souches et de stérilité contenant respectivement 900 μL de suspension bactérienne (10^6 UFC/mL) dans 100 μL de bouillon nutritif (BN), et 1000 μL de BN ont été inclus. Toutes les expériences ont été réalisées en triplicatas et tous les tubes ont été incubés 24h à 37°C.

CHAPITRE 02 : Matériel et Méthodes

Le temps d'incubation écoulé, une microplaque a été préparée suivant le plan détaillé dans le Tableau XIII en annexe. Les puits traités ont été remplis par 90 µL de BN auquel ont été ajoutés 10 µL du contenu de l'Eppendorf lui correspondant. Des témoins de croissance et des témoins de stérilité contiennent respectivement 90 µL de BN et 10 µL de la suspension bactérienne issue de l'Eppendorf témoin de la souche, et 100 µL de BN neuf ont été inclus. La microplaque a été incubée 24h à 37°C avant d'être lue à l'aide d'un lecteur de microplaques (BioTeck Instruments, Inc, USA).

Le reste du contenu des Eppendorfs a servi pour effectuer un ensemencement en masse sur GN, incubés 24h à 37°C.

V.2.3. Tests de l'activité antibactérienne du nanocomposite

Un spot d'un volume de 50 µL de bio-polymère à l'état liquide a été déposé sur une gélose MH puis incubé 24h à 37°C afin de visualiser d'éventuelles croissances microbiennes étrangères.

Le nanocomposite est un matériau supposément doté d'une activité antibactérienne ^[17]. Des tests de disques ont été effectués suivant le protocole de Jawad et *al.*, avec modifications ^[72]. Des disques d'environ 6 mm de diamètre ont été découpés à partir de différents bio-polymères synthétisés avec différents volumes (0, 5 et 10 mL) de la suspension d'AgNPs à concentration de 10 mM. Ces disques ont été mis à l'autoclave, puis déposés minutieusement sur une gélose MH préalablement ensemencée d'un tapis bactérien à 10⁷ UFC/mL.

Trois expériences ont été menées, la première consiste à déposer les disques du nanocomposite directement sur la gélose, pour la seconde, les disques ont été imbibés d'ED avant d'être déposés dans le but de voir si le contact avec un solvant fera diffuser les AgNPs encastrées dans la matrice, tandis que pour la dernière, des disques de bio-polymère ne contenant pas de nanoparticules ont été imbibés dans la solution mère d'AgNPs puis déposés sur un tapis bactérien.

Pour tous les tests, des témoins ont été inclus, des témoins de croissance (*E. coli* et *S. aureus*) ainsi que des témoins de stérilité du milieu utilisé.

CHAPITRE 03 : Résultats et Discussion

I. Caractérisation de l'amidon

I.1. Capacité de gonflement de l'amidon et fraction soluble

Le test de détermination de la capacité de gonflement de l'amidon a donné les résultats figurant sur le Tableau III :

Tableau III : Capacité de gonflement des granulés d'amidon.

Echantillon	Température	Poids initial (W1)	Poids du culot (W2)	C (%)
A1	30	7,337	7,673	0,134
A2	40	7,380	7,856	0,190
A3	50	7,444	7,732	0,115
A4	60	7,010	7,770	0,304
A5	70	6,989	9,439	0,980
A6	80	7,132	8,722	0,636
B1	30	7,463	7,722	0,104
B2	40	7,519	7,765	0,098
B3	50	7,471	7,703	0,093
B4	60	6,934	8,398	0,586
B5	70	7,495	9,692	0,879
B6	80	7,401	9,460	0,824

La capacité de gonflement de l'amidon augmente au fur et à mesure que la température de traitement augmente jusqu'à atteindre un pic avant de diminuer. Il se trouve que ce seuil se situe aux alentours de la température de gélification de l'amidon (80°C). Dès que l'amidon commence à se gélifier, les granulés se déshydratent et perdent leur capacité de gonflement.

Le calcul de la fraction soluble de l'amidon dans 2.5 mL du surnageant a été effectué, les résultats sont rapportés dans le Tableau IV.

CHAPITRE 03 : Résultats et Discussion

Tableau IV : Fraction soluble de l'amidon extrait.

Echantillon	Température	Poids sec (W3)	S (%)
A1	30	0,0003	0,12
A2	40	0,0010	0,40
A3	50	0,0009	0,36
A4	60	0,0015	0,60
A5	70	0,0016	0,64
A6	80	0,0012	0,48
B1	30	0,0006	0,24
B2	40	0,0007	0,28
B3	50	0,0008	0,32
B4	60	0,0010	0,40
B5	70	0,0014	0,56
B6	80	0,0010	0,40

De même que pour la capacité de gonflement, une augmentation dans la fraction soluble a été constatée, atteignant une valeur maximale pour les échantillons soumis à la température de 70°C, avant de diminuer. Cela peut être dû au fait que les granules d'amidon se déshydratent et libèrent des molécules d'eau dans le surnageant, faisant diminuer la concentration des molécules solubles dans le volume analysé.

Ulfa, GM et *al.*, ont mentionné que la capacité de gonflement (en anglais SP) et la solubilité (S) de l'amidon augmentent avec l'augmentation de la température avant que la gélification et la déshydratation des granules entraînent une diminution des valeurs de SP et S. Il a été aussi mentionné que ces deux caractéristiques de l'amidon de pomme de terre douce diminuent après 55°C en raison de la gélification de l'amidon. Une observation alignée avec la perte d'intégrité des granules après un gonflement successif. De plus, la diminution de la valeur S et le lessivage de l'amylose sont positivement corrélés à la valeur SP, suggérant une solubilisation accompagnée d'un gonflement granulaire ^[73].

I.2. Taux d'amylose

Le taux d'amylose dans l'amidon extrait à partir des pelures de pomme de terre est une caractéristique très importante car elle influence directement les propriétés mécaniques du

CHAPITRE 03 : Résultats et Discussion

bioplastique. Le Tableau V englobe l'absorbance des deux répétitions à la longueur d'onde 625 nm ainsi que le pourcentage en amylose contenu dans l'amidon.

Tableau V : Taux d'amylose (%) de l'amidon extrait des épluchures de pomme de terre.

Echantillon	Absorbance (625nm)	Taux d'amylose (%)
A	0,12	22 %
B	0,127	22 %

L'amidon extrait des pelures de pomme de terre locales contient 22 % d'amylose et 78 % d'amylopectine.

Thakur et *al.*, ont rapporté avoir extrait de l'amidon à partir de pelures de pomme de terre ayant un taux d'amylose approximatif de 25 % [74]. Tandis que Halsall et *al.*, ont indiqués avoir obtenu des taux d'amylose variant entre 15 et 19 % en analysant des échantillon d'amidon obtenu de deux variétés de pomme de terre [75]. Ou encore, Torres et *al.*, qui eux, ont comparés entre le taux d'amylose de trois variétés de pomme de terre (de 23 à 29 %) et de l'amidon commercial (15 %) [76].

L'amidon de pomme de terre répond au besoin élevé d'amylose, car plus le taux d'amylose est élevé plus le thermoplastique sera résistant à la traction [30].

II. Biosynthèse de nanoparticules d'argent

Deux types de nanoparticules d'argent ont été obtenus par la biosynthèse *ex situ*. Le culot, mis à sécher s'est solidifier et a été transformé en poudre, ce sont des clusters d'AgNPs. Tandis que le surnageant, resté tel quel, contient des nanoparticules d'argent colloïdales, sur lesquelles ont été menés les expérimentations (caractérisation, incorporation dans le bio-polymère et tests d'activité antibactérienne et antioxydant).

A partir du surnageant récolté lors de la synthèse des nanoparticules, une série de dilution servant à évaluer l'activité antibactérienne a été effectuée. Les concentrations massiques de l'ensemble des solutions de nanoparticules d'argent colloïdales utilisées sont regroupées dans l'histogramme suivant (Figure 3).

CHAPITRE 03 : Résultats et Discussion

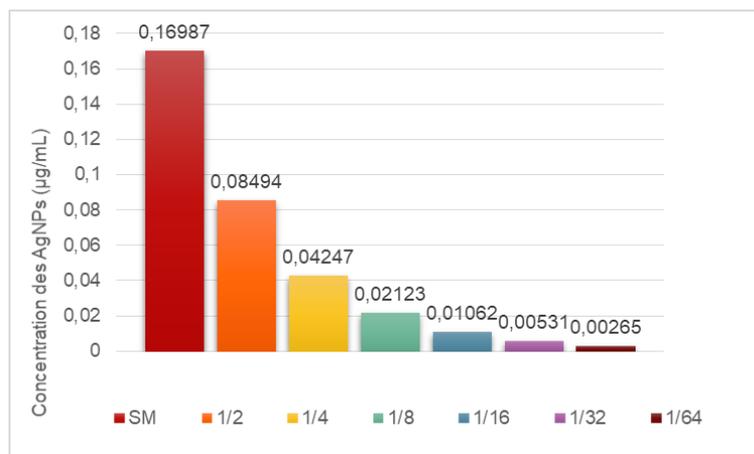


Figure 3 : Concentrations des nanoparticules d'argent colloïdales.

III. Biosynthèse du thermoplastique à base d'amidon

III.1. Caractérisation du biopolymère

III.1.1. Solubilité dans l'eau

Les éprouvettes de bio-polymères à différents pourcentages d'AgNPs (0, 6.7, 15.14 et 26.32 %) ont passé 30 jours dans un volume de 20 mL d'ED. Les résultats de la solubilité dans l'eau (dégradation) de ces matériaux figurent dans le Tableau VI.

Tableau VI : Taux de solubilité du nanocomposite à différents pourcentages d'AgNPs.

Pourcentage en AgNPs (%)	Poids initial (mg)	Poids final (mg)	Pourcentage de dégradation (%)
0	41,2	14,7	64
6.7	52,6	24,5	53
15.15	47,5	23	52
26.32	46	22,5	51

L'ajout d'AgNPs dans le thermoplastique prévient sa dégradation par les microorganismes présents dans l'eau, et donc sa solubilisation. Le bioplastique exempt de nanoparticules a été solubilisé à hauteur de 64 % tandis que le nanocomposite à 10 mL d'AgNPs ne l'était qu'à hauteur de 51 %. Le taux en AgNPs influe sur la solubilité du nanocomposite, ce qui indique que ce phénomène est concentration-dépendant. La dégradation du thermoplastique a été réduite de 80 % suite à l'ajout d'un volume de 10 mL d'AgNPs à concentration de 10 mM.

CHAPITRE 03 : Résultats et Discussion

Ortega et *al.*, (2017) ont rapporté avoir synthétisé un nanocomposite d'Amidon/AgNPs, soumis à un test de solubilité dans l'eau, ce dernier a montré une corrélation entre la résistance à l'eau et la concentration en AgNPs utilisée. Ils ont suggéré que ceci peut être lié à l'ajustement structural qu'apportent ces particules à la matrice [77]. Cette hypothèse est soutenue par ce que rapportent Nair et *al.*, dans leur étude [78].

La figure 15 en annexe montre l'état du thermoplastique et de l'eau qui le contenait à l'issue des 30 jours.

IV. Caractérisation des nanoparticules d'argent

IV.1. Caractérisation spectroscopique UV-Visible

La caractérisation UV-Visible de la résonance des plasmons de surface (SPR) des AgNPs a donné les résultats de la Figure 4.

Aly et *al.*, ont mentionné dans leur article que la bande d'absorption caractéristique des AgNPs se trouve généralement entre 420 et 450 nm, que la température et le temps de traitement sont des paramètres cruciaux du fait que plus leurs valeurs sont grande plus l'intensité de la bande d'absorption est grande, signe d'une meilleure réduction des Ag^+ en Ag^0 [22].

Les AgNPs à concentrations 1, 5 et 10 mM ont montrés des pics d'absorption vers 444, 475 et 460 nm respectivement, indiquant la présence de nanoparticules d'argent.

Les échantillons d'AgNPs aux concentrations 1 et 10 mM ont une absorbance inférieure à 1 ($DO > 1$), tandis que celles à concentration de 5 mM dépasse largement cette valeur indiquant que la taille des AgNPs 5mM a augmenté de taille ou une agrégation de ces dernières due à l'exposition prolongée de l'échantillon à la lumière.

D'après Ider et *al.*, plus la concentration de nanoparticules dans l'échantillon est élevée plus l'absorbance de ce dernier augmente d'intensité. Cependant, arrivé à une certaine concentration, les nanoparticules commencent à former des liaisons (Van der Waals) et s'agrègent [44].

Le pic d'absorption se déplace vers des longueurs d'ondes plus grandes du fait de l'augmentation de la concentration des AgNPs (1, 5 et 10 mM), exception faite pour la concentration 5mM qui a été exposée à la lumière continue qui a fait agréger les particules colloïdales entre-elles [79,80].

CHAPITRE 03 : Résultats et Discussion

Dadosh et *al.*, ont indiqués avoir synthétisé des AgNPs de tailles contrôlées, allant de 18 à 30 nm, et que l'analyse de la SPR des AgNPs de diamètre de 30 nm a enregistré un pic vers 410 nm. Ceci implique que les nanoparticules synthétisées lors de ce travail ont un diamètre supérieur à celui enregistré par ces chercheurs [80].

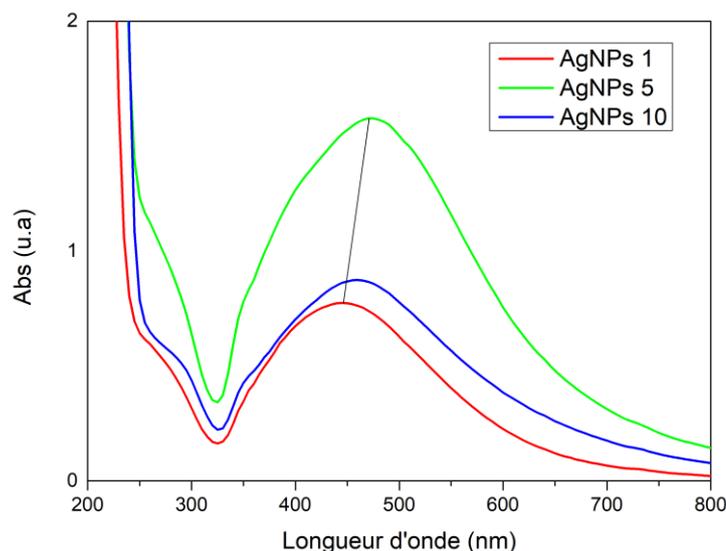


Figure 4 : Spectres de la SPR des AgNPs à différentes concentrations.

IV.2. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

La caractérisation spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier permet l'identification des groupements fonctionnels de la molécule d'amidon extrait, et l'amidon en tant que macromolécule, est constitué de groupements fonctionnels absorbant à différentes longueurs d'ondes [81].

L'analyse FTIR de l'amidon extrait de pelures de pomme de terre (Figure 5) montre une large bande d'absorption $3000-3600\text{ cm}^{-1}$ indiquant une élongation des groupements hydroxyles O-H, une autre vers 2920 cm^{-1} suggérant l'élongation de la liaison C-H des groupes méthyle ou méthylène, vers la longueur d'onde 2100 cm^{-1} , une bande d'absorption apparaît et qui pourra être attribuée aux molécules H_2O libres [82], la bande d'absorption vers 1650 cm^{-1} est attribuée à la liaison H intermoléculaire impliquant le groupement carboxyle, ce qui suggère l'oxydation partielle de l'amidon et donc la réduction des Ag^+ vers Ag^0 [83], une bande d'absorption vers 1400 cm^{-1} due à la déformation de la liaison C-H [84] et enfin de 1000 à 1200 cm^{-1} et vers 900 cm^{-1} typiques de l'élongation des

CHAPITRE 03 : Résultats et Discussion

liaisons C-O-C et C-O-H ou encore C-O-Ag^[85] indiquant la présence de liaisons glycosidiques ainsi que la présence de liaisons glycosidiques (1-4) respectivement^[81].

L'analyse spectroscopique infrarouge des solutions d'AgNPs colloïdales (solvant : ED) (Figure 6) a donné des résultats très similaires à ceux de l'analyse de l'amidon extrait avec de légers décalages des bandes d'absorptions et de leur intensité. Ceci peut s'expliquer par le fait que l'amidon extrait a été utilisé comme agent réducteur et stabilisant lors de la synthèse des AgNPs et que malgré le traitement thermique, les groupements fonctionnels de ce phyto-matériau (amidon) sont restés intacts et jouent un rôle dans la stabilisation des nanoparticules. Les changements dans l'intensité des bandes peuvent être liés aux interactions des groupements hydrogène ou de la force Van der Waals établies entre l'amidon et les AgNPs^[15]. Kumar et *al.*, ont aussi expliqués que l'interaction entre les AgNPs et la matrice bio-polymère ne change pas la structure chimique de cette dernière et donc son profil d'absorbance dans l'infrarouge^[15].

La suspension colloïdale d'AgNPs a été mise à température de 50°C jusqu'à évaporation totale du solvant (ED), suite à cela, elles ont été solubilisées dans du diméthylsulfoxyde (DMSO). Les résultats de l'analyse FTIR renvoie toujours aux mêmes groupements fonctionnels présents dans l'amidon (O-H, C-H, H₂O, C-O-C et C-O-H). Indiquant que même après centrifugation lors de la biosynthèse des AgNPs des résidus de l'amidon sont restés accrochés aux particules colloïdales, ce qui peut suggérer que les nanoparticules ont été encapsulées ou greffées à la chaîne polymérique de l'amidon^[86].

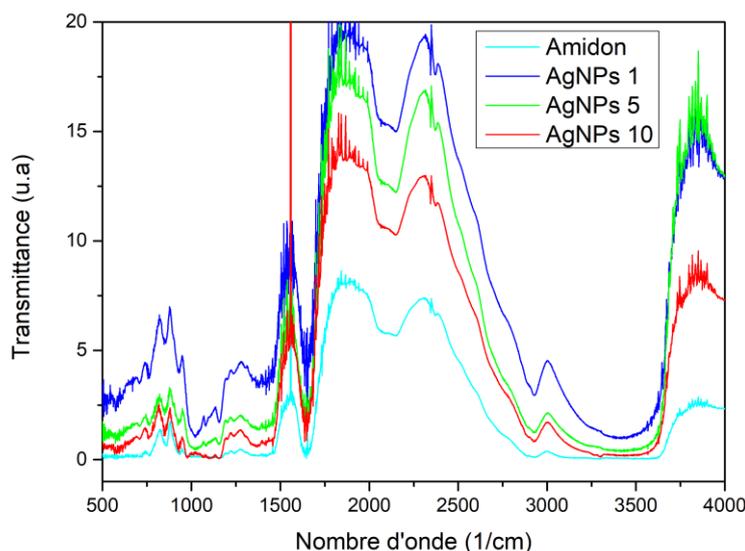


Figure 5 : Spectres FTIR de l'amidon et de la solution d'AgNPs colloïdales (dans de l'ED).

CHAPITRE 03 : Résultats et Discussion

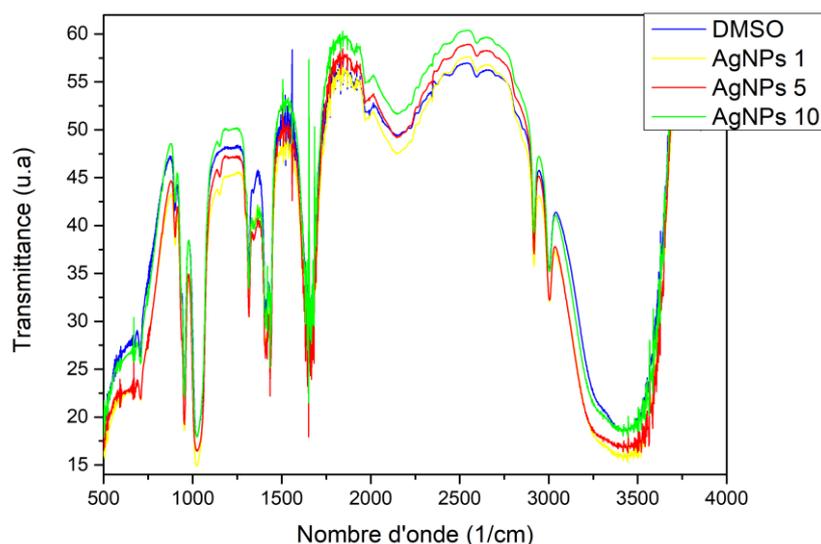


Figure 6 : Spectres FTIR du DMSO et des AgNPs colloïdales (dissoutes dans du DMSO).

V. Dosage des polyphénols et évaluation de l'activité antioxydant

Les composés phénoliques totaux (TPC) dans les échantillons d'amidon et d'AgNPs ont été quantifiés. Les résultats obtenus sont représentés dans le Tableau VII.

Tableau VII : Teneur en polyphénols de l'amidon et des AgNPs.

mg EAG/mL Echantillon	
AgNPs	Amidon
0,047	0,000

L'échantillon d'amidon ne montre aucune présence de TPC, ceci peut être dû au procédé d'extraction qui avait pour but principale l'extraction de l'amidon et qui a donc pu être défavorable à l'extraction de ces composés. L'échantillon d'AgNPs, quant à lui, montre une concentration de 0.047 mg EAG/mL ce qui est proche de la concentration en TPC de l'acide ascorbique [87]. Ce résultat s'aligne avec ce que Akintola *et al.*, ont rapportés, les nanoparticules d'argent font augmenter la concentration équivalente en acide gallique dans l'échantillon. Contribuant fortement au pouvoir antioxydant des AgNPs [87].

Le radical $\bullet\text{NO}$, très instable, accepte facilement un électron provenant des AgNPs, qui se transforment ainsi en ions Ag^+ [13]. Dans cette étude, le taux d'inhibition de ce radical a été évalué à 68,67 % (Tableau VIII). Pour comparaison, Bhakya *et al.*, ont rapporté une inhibition du radical $\bullet\text{NO}$ atteignant 80,46 % [13].

CHAPITRE 03 : Résultats et Discussion

Le résultat de la détermination du pouvoir réducteur ferrique des AgNPs a révélé une valeur de 0,034 mg ET/MI (Tableau VIII), indiquant une capacité antioxydant pour l'échantillon. À titre de comparaison, Ruttkay-Nedecký et *al.*, ont rapporté une activité antioxydant notable de 0,065 mg ET/mL pour des AgNPs synthétisées à partir d'un extrait de framboise rouge [88].

Tableau VIII : Réduction des radicaux •NO et FRAP par les AgNPs

NO (%)	FRAP (mg ET/mL)
68.67 ± 0.001	0.34 0.004

VI. Activité antibactérienne du nanocomposite et des AgNPs colloïdales

VI.1. Culture et standardisation des souches cibles

Deux méthodes ont été adoptées lors de la détermination de la charge initiale de bactéries cibles, les résultats figurent dans les Tableaux XIV et XV en annexe :

Le dénombrement sur GN a permis de calculer la charge bactérienne de la solution mère. La solution mère de *E. coli* était à 9.18×10^8 UFC/mL et celle de *S. aureus* était à 9.62×10^7 UFC/mL.

VI.2. Activité antibactérienne des nanoparticules d'argent

Avant de pouvoir tester l'activité antibactérienne du nanocomposite par la technique des disques, des tests visant à évaluer la CMI et la CMB ont été effectués sur la suspension colloïdale d'AgNPs à 10 mM.

VI.2.1. Concentration minimale inhibitrice

Suite à l'obtention de la lecture de la microplaque de la CMI, des pourcentages d'inhibition ont été calculés et regroupés dans la Figure 7.

Les résultats enregistrés pour le test de la CMI sur microplaque attestent que les AgNPs agissent efficacement à hauteur d'une inhibition complète (100 %) sur les deux souches cibles jusqu'à la dilution 1/4 avant que leur effet diminue (de 100 % à l'égard des deux souches à 69 % et 96 % pour *E. coli* et *S. aureus* respectivement) avec la dilution 1/16. Ce qui indique que la concentration minimale inhibitrice est de 0.01062 µg/mL à l'égard de *S. aureus* tandis qu'elle est de 0.02123 µg/mL pour *E. coli*. Les résultats du test des puits (CMI sur milieu gélosé) représentés dans les figures 11 et 12 viennent soutenir cette conclusion.

CHAPITRE 03 : Résultats et Discussion

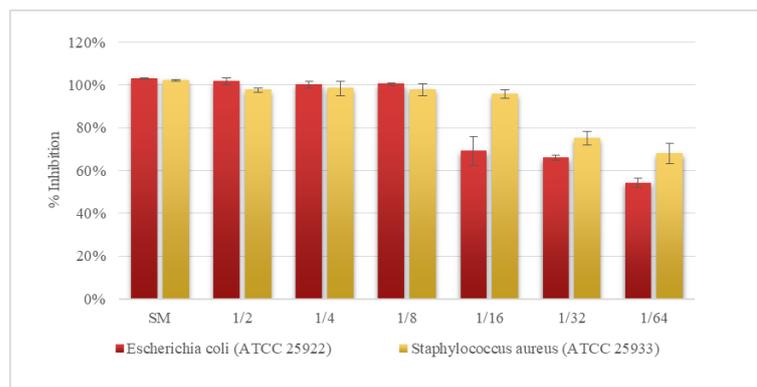


Figure 7 : CMI sur milieu liquide.

Les résultats de la CMI sur milieu gélosé ont été illustrés sur la Figure 8 et 9.

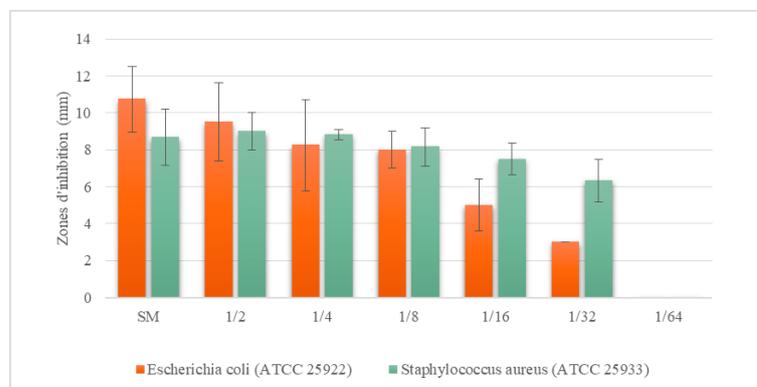


Figure 8 : CMI sur milieu solide.

Holubnycha et *al.*, ont obtenu une concentration minimale inhibitrice de 2.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ en traitant *S. aureus* avec des nanoparticules d'argent colloïdales de forme cubique et de diamètre de 45-75 nm. Contre 25 $\mu\text{g}/\text{mL}$ pour les AgNPs de diamètre de 10-60 nm et de forme ronde. Démontrant ainsi que la taille des nanoparticules influence la puissance du pouvoir antimicrobien des nanoparticules, mais que la forme de ces dernières joue aussi un grand rôle dans l'inhibition des germes ^[70]. Saravanakumar et *al.*, ont pu encapsuler des nanoparticules d'argent dans de l'amidon et ont testés son activité antimicrobienne suivant deux tests de CMI sur milieu liquide et sur gélose. Leurs résultats étaient prometteurs avec une concentration minimale inhibitrice de $1.98 \pm 0.23 \mu\text{g}/\text{mL}$ pour *S. aureus* et $13.25 \pm 1.25 \mu\text{g}/\text{mL}$ pour *E. coli* ^[53].

CHAPITRE 03 : Résultats et Discussion

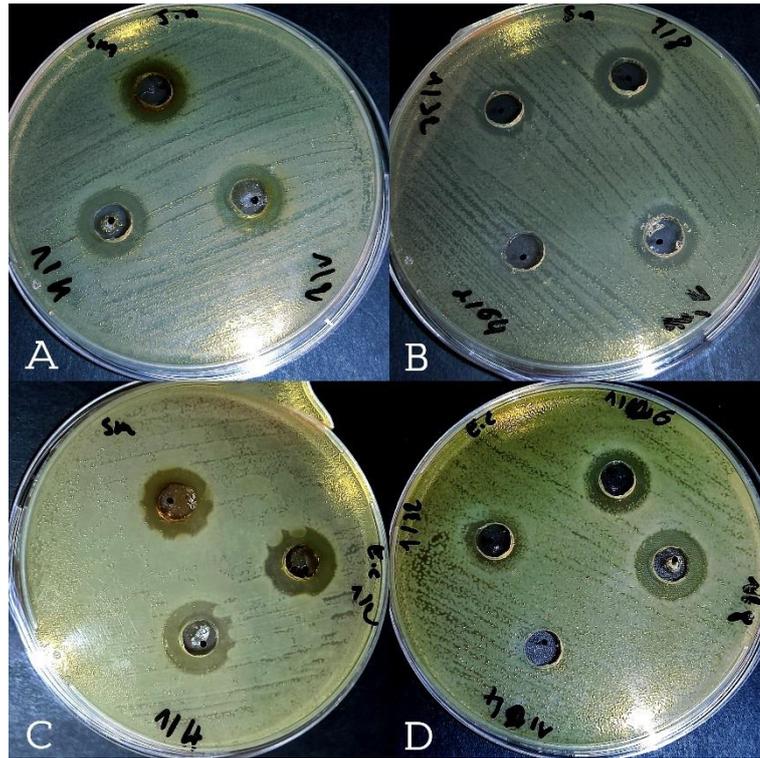


Figure 9 : Zones d'inhibition autour des puits contenant différentes concentrations d'AgNPs.

A) *S. aureus* SM, 1/2 et 1/4, B) *S. aureus* 1/8 1/16 1/32 et 1/64, C) *E. coli* SM, 1/2 et 1/4, D) *E. coli* 1/8 1/16 1/32 et 1/64.

VI.2.2. Concentration minimale bactéricide

Les résultats des tests de la de la détermination de la CMB sur milieu liquide (Figure 10) et sur milieu solide (Tableau IX) s'accordent sur le fait que la concentration minimale bactéricide des AgNPs est de 0.04247 $\mu\text{g/mL}$ qui correspond à la dilution 1/4.

CHAPITRE 03 : Résultats et Discussion

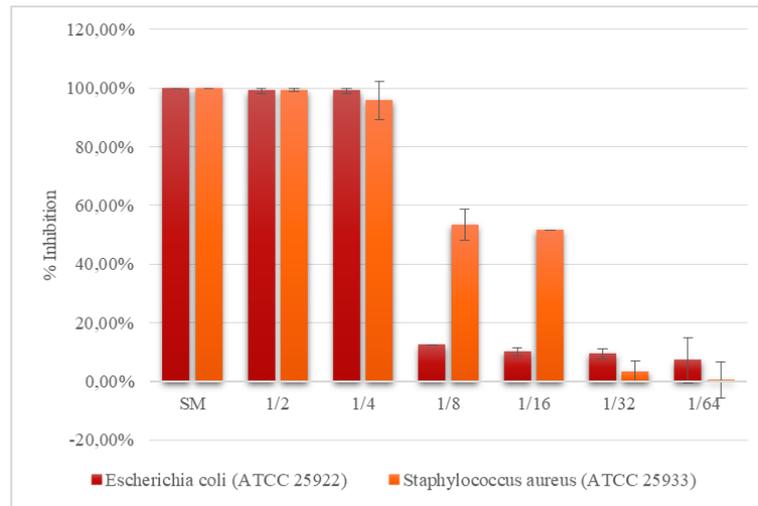


Figure 10 : CMB sur milieu liquide.

Tableau IX : CMB sur gélose.

	SM	1/2	1/4	1/8	1/16	1/32	1/64
<i>E. coli</i>	(-)	(-)	(-)	IND	IND	IND	IND
ATCC	(-)	(-)	(-)	IND	IND	IND	IND
25922	(-)	(-)	(-)	IND	IND	IND	IND
<i>S. aureus</i>	(-)	(-)	(-)	IND	IND	IND	IND
ATCC	(-)	(-)	(-)	IND	IND	IND	IND
25933	(-)	(-)	(-)	IND	IND	IND	IND

Baktasha et *al.*, ont testés l'activité antibactérienne de leur nanocomposite (Amidon/AgNPs) synthétisé par une méthode *ex situ*, la CMB enregistrée pour ces AgNPs synthétisées avec un extrait de thé vert a été de 25 µg/mL et de 50 µg/mL contre *S. aureus* et *P. aeruginosa* respectivement. Le nanocomposite obtenu agit à plus faible concentration sur la bactérie à Gram-positif que celle à Gram-négatif. Ils expliquent que *S. aureus* étant à Gram-positif possède une paroi plus épaisse mais moins développée que celle de *P. aeruginosa* qui est à Gram-négatif, cette différence permet un accès facilité aux groupements thiols et à l'ADN des Gram-positif qu'à celui des Gram-positifs [14].

La valeur obtenue lors de la détermination de la CMI est inférieure à celle obtenue lors de la détermination de la CMB et cela s'applique à l'égard des deux souches testées indiquant que le pouvoir antibactérien des AgNPs est concentration-dépendant.

CHAPITRE 03 : Résultats et Discussion

S. aureus ATCC 25933 est plus sensible à l'effet antibactérien des AgNPs synthétisé que *E. coli* ATCC 25922, probablement due à la facilité qu'ont les AgNPs à accéder au groupement thiols de la paroi des Gram positif qu'à ceux de la paroi des Gram négatifs.

VI.3. Activité antibactérienne du nanocomposite

Un spot du bio-polymère exempt d'AgNPs a été déposé sur une gélose MH, après incubation, une croissance a été constatée autour et sur ce spot (Figure 11). Cela indique que le bio-polymère à base d'amidon est susceptible de contenir des microorganismes pouvant l'utiliser comme source de carbone et donc de le dégrader.



Figure 11 : Spot du bio-polymère à base d'amidon avec un contaminant qui pousse dessus.

La Figure 12 montre le résultat de l'incubation de disques du nanocomposite sur un tapis bactérien. L'activité antibactérienne a été évaluée par le test des disques, à l'égard des deux souches, aucune croissance n'a été observée sur ou sous le disque, ce qui implique la présence d'un pouvoir antibactérien.

CHAPITRE 03 : Résultats et Discussion

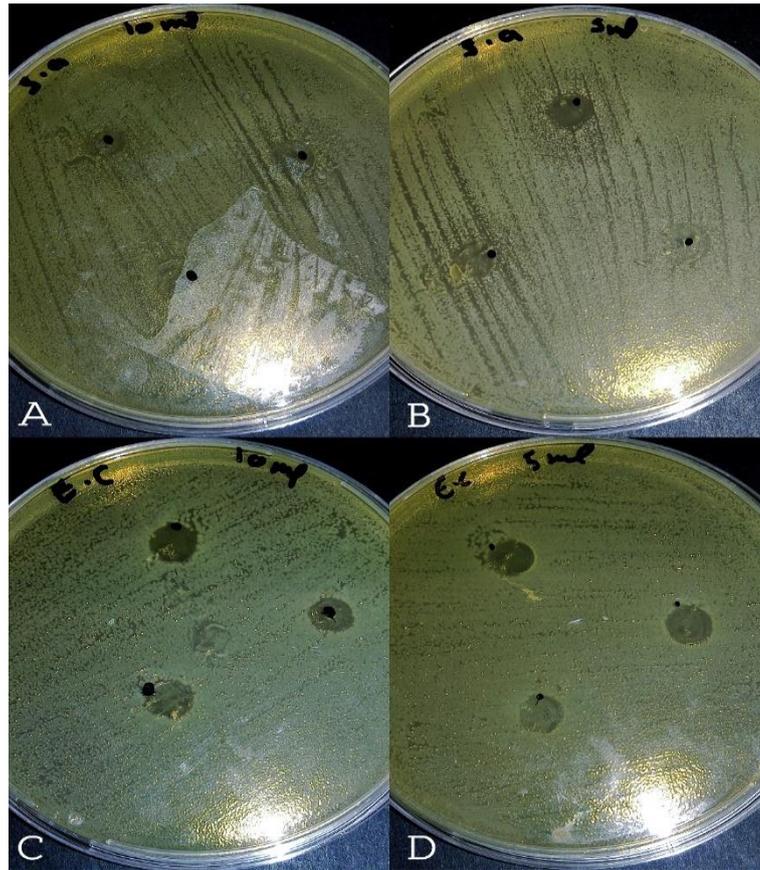


Figure 12 : Disques de nanocomposites avec des volumes d'AgNPs.

A) *S. aureus* traité avec un nanocomposite 5 mL AgNPs, B) *S. aureus* traité avec un nanocomposite 10 mL AgNPs, C) *E. coli* traitée avec un nanocomposite 5 mL AgNPs, D) *E. coli* traitée avec un nanocomposite 10 mL AgNPs.

Imbiber le nanocomposite dans de l'ED ne change en rien le fait qu'il possède des propriétés antibactériennes, mais aussi ne permet pas la diffusion des AgNPs, ce qui prouve que, même au contact d'un solvant tel que l'eau, ces dernières ne vont pas se détacher de la matrice à laquelle elles sont greffées et ne seront donc pas transférées dans l'aliment.

Imbiber le bio-polymère exempt dans une solution d'AgNPs donne une zone d'inhibition autour du disque, ce qui implique la diffusion de ces dernières dans le milieu (Figure 13). Le tableau X englobe les résultats de ce test.

CHAPITRE 03 : Résultats et Discussion



Figure 13 : Zones d'inhibition des disques imbibés d'AgNPs.

A) *S. aureus*, B) *E. coli*.

Tableau X : Zones d'inhibition du nanocomposite imbibé d'AgNPs.

Souche	Diamètre (mm)
<i>E. coli</i> ATCC 25922	10.5 ± 0.7
<i>S. aureus</i> ATCC 25933	11 ± 2.8

L'objectif de cette étude est de synthétiser un bioplastique nanocomposite destiné à être utilisé comme emballage alimentaire. Le nanocomposite d'Amidon/AgNPs présente une activité antibactérienne du fait qu'aucune croissance bactérienne n'a été observée sur ou sous les disques (5 et 10 mL d'AgNPs) à l'égard des deux souches cibles. De plus que le contact avec l'eau, élément très répandu dans les aliments, ne fait pas diffuser les AgNPs qui restent greffées à la matrice, et qui ne migrent donc pas dans l'aliment.

Conclusion

Cette étude a été menée au sein du laboratoire N°1 et N°3 du Bloc 09, Département de Biotechnologie, FSNV, UAM Bejaia, dont le but était la valorisation d'un coproduit du secteur dans la biosynthèse d'un nanocomposite pour l'emballage alimentaire.

Tout d'abord, une extraction de l'amidon à partir de pelures de pomme de terre a été effectuée suivant les conditions (20°C, 300g et 1h d'extraction). Ce dernier a été utilisé dans la synthèse des AgNPs et du nanocomposite Amidon/AgNPs.

La caractérisation spectroscopique de la solution colloïdale d'AgNPs a été réalisée. L'analyse dans le domaine de l'UV-Visible a révélée des bandes d'absorption caractéristiques de ces particules situées entre 440 et 460 nm. Tandis que l'analyse infrarouge à transformée de Fourier a démontré que les AgNPs ont été stabilisées par les mêmes groupements fonctionnels présents dans l'amidon extrait, et ceci même après traitement thermique et centrifugation.

L'activité antioxydant des AgNPs et de l'amidon extrait a été évaluée. Le pouvoir réducteur du radical libre oxyde nitrique a été déterminé, avec un pouvoir inhibiteur à hauteur de 68.67 %, les AgNPs échantent un électron avec ce radical fortement instable et deviennent des AgNO^+ . L'activité réductrice du fer des AgNPs a été déterminée être de 0.034 mg ET/mL.

Afin de pouvoir améliorer les propriétés antibactériennes et les propriétés physico-chimiques de ce biopolymère, trois thermoplastiques ayant différents taux d'AgNPs colloïdales ont été synthétisés. L'activité antibactérienne été menée sur deux souches référenciées, *E. coli* ATCC 25922 Gram négatif et *S. aureus* ATCC 25933 Gram positif. La concentration minimale inhibitrice et bactéricide des AgNPs colloïdales ont été déterminées, 0.01062 $\mu\text{g/mL}$ et 0.04247 $\mu\text{g/mL}$ respectivement. L'incorporation des AgNPs a permis de diminuer la dégradation du thermoplastique d'environ 80 %.

D'après les résultats obtenus, on peut suggérer la possibilité d'utiliser le nanocomposite Amidon/AgNPs comme emballage alimentaire.

Des recherches futures plus poussées peuvent être faite dans le but de mieux défendre cette solution, notamment l'analyse *in vivo* de la toxicité des nanoparticules d'argent, l'évaluation de la résistance à la traction du thermoplastique et l'exploration du leur, potentiel, pouvoir anti-adhésion et inhibition de la formation de biofilms bactériens.

Références Bibliographiques

1. Charles, A. L., Motsa, N., & Abdillah, A. A. (2022). A Comprehensive Characterization of Biodegradable Edible Films Based on Potato Peel Starch Plasticized with Glycerol. *Polymers*, *14*(17), Article 17. <https://doi.org/10.3390/polym14173462>
2. Jiang, X., Li, Q., Li, X., Meng, Y., Ling, Z., Ji, Z., & Chen, F. (2022). Preparation and Characterization of Degradable Cellulose-Based Paper with Superhydrophobic, Antibacterial, and Barrier Properties for Food Packaging. *International Journal of Molecular Sciences*, *23*(19), 11158. <https://doi.org/10.3390/ijms231911158>
3. Tedeschi, A. M., Di Caprio, F., Piozzi, A., Pagnanelli, F., & Francolini, I. (2022). Sustainable Bioactive Packaging Based on Thermoplastic Starch and Microalgae. *International Journal of Molecular Sciences*, *23*(1), Article 1. <https://doi.org/10.3390/ijms23010178>
4. Jeziorska, R., Szadkowska, A., Studzinski, M., Chmielarek, M., & Spasowka, E. (2023). Morphology and Selected Properties of Modified Potato Thermoplastic Starch. *Polymers*, *15*(7), 1762. <https://doi.org/10.3390/polym15071762>
5. Motelica, L., Ficai, D., Ficai, A., Oprea, O. C., Kaya, D. A., & Andronescu, E. (2020). Biodegradable Antimicrobial Food Packaging: Trends and Perspectives. *Foods*, *9*(10), Article 10. <https://doi.org/10.3390/foods9101438>
6. Porta, R., Sabbah, M., & Di Pierro, P. (2020). Biopolymers as Food Packaging Materials. *International Journal of Molecular Sciences*, *21*(14), 4942. <https://doi.org/10.3390/ijms21144942>
7. Tan, C., Han, F., Zhang, S., Li, P., & Shang, N. (2021). Novel Bio-Based Materials and Applications in Antimicrobial Food Packaging: Recent Advances and Future Trends. *International Journal of Molecular Sciences*, *22*(18), 9663. <https://doi.org/10.3390/ijms22189663>
8. Ni, S., Zhang, H., Dai, H., & Xiao, H. (2018). Starch-Based Flexible Coating for Food Packaging Paper with Exceptional Hydrophobicity and Antimicrobial Activity. *Polymers*, *10*(11), 1260. <https://doi.org/10.3390/polym10111260>

Références Bibliographiques

9. Sahair, A., Ts, G., Karthikeyan, M., Gnanasekaran, A., Gk, C., Basalingappa, K., & Nataraj, R. (2018). Solanum tuberosum L: Botanical, Phytochemical, Pharmacological and Nutritional Significance. *International Journal of Phytomedicine*.
10. Jain, A. S., Pawar, P. S., Sarkar, A., Junnuthula, V., & Dyawanapelly, S. (2021). Bionanofactories for Green Synthesis of Silver Nanoparticles: Toward Antimicrobial Applications. *International Journal of Molecular Sciences*, 22(21), Article 21. <https://doi.org/10.3390/ijms222111993>
11. Jariyasakoolroj, P., Leelaphiwat, P., & Harnkarnsujarit, N. (2020). Advances in research and development of bioplastic for food packaging. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 100(14), 5032–5045. <https://doi.org/10.1002/jsfa.9497>
12. Das, A., Ringu, T., Ghosh, S., & Pramanik, N. (2023). A comprehensive review on recent advances in preparation, physicochemical characterization, and bioengineering applications of biopolymers. *Polymer Bulletin*, 80(7), 7247–7312. <https://doi.org/10.1007/s00289-022-04443-4>
13. Bhakya, S., Muthukrishnan, S., Sukumaran, M., & Muthukumar, M. (2016). Biogenic synthesis of silver nanoparticles and their antioxidant and antibacterial activity. *Applied Nanoscience*, 6(5), 755–766. <https://doi.org/10.1007/s13204-015-0473-z>
14. Baktasha, E. B. (2024). *Preparation of silver-containing starch nanocomposite prepared from green synthesis with green tea plant extract and investigation of dye degradation and antibacterial activity*.
15. Kumar, R., Gautam, N., Yadav, S., Venketesh, T., & Awol, N. (2022). Structural and Physicomechanical Properties of an Active Film Based on Potato Starch, Silver Nanoparticles, and Rose Apple (*Syzygium samarangense*) Extract. *International Journal of Polymer Science*, 2022(1), 7816333. <https://doi.org/10.1155/2022/7816333>
16. Zahran, M., & Marei, A. H. (2019). Innovative natural polymer metal nanocomposites and their antimicrobial activity. *International Journal of Biological Macromolecules*, 136, 586–596. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.06.114>
17. Cheviron, P., Gouanvé, F., & Espuche, E. (2014). Green synthesis of colloid silver nanoparticles and resulting biodegradable starch/silver nanocomposites. *Carbohydrate Polymers*, 108, 291–298. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.02.059>

Références Bibliographiques

18. Shah, M., Fawcett, D., Sharma, S., Tripathy, S. K., & Poinern, G. E. J. (2015). Green Synthesis of Metallic Nanoparticles via Biological Entities. *Materials*, 8(11), Article 11. <https://doi.org/10.3390/ma8115377>
19. Dahoumane, S. A., Jeffryes, C., Mechouet, M., & Agathos, S. N. (2017). Biosynthesis of Inorganic Nanoparticles: A Fresh Look at the Control of Shape, Size and Composition. *Bioengineering*, 4(1), Article 1. <https://doi.org/10.3390/bioengineering4010014>
20. Deepa, Dhanker, R., Kumar, R., Kamble, S. S., Kamakshi, & Goyal, S. (2023). Biosynthesis and characterization of silver nanoparticles generated from peels of *Solanum tuberosum* (potato) and their antibacterial and wastewater treatment potential. *Frontiers in Nanotechnology*, 5. <https://doi.org/10.3389/fnano.2023.1213160>
21. Sattar, D.-S., Jalal Ud Din, M., & Sattar, J. (2024). The Effect of Silver Nanoparticles on Growth, Bioactive Compounds, Antioxidants, Scanning Electron Microscope and Functional Properties on Germination of Cowpea Beans (*Vigna unguiculata* (L.) Walp). *Journal of Food Chemistry and Nanotechnology*, 10. <https://doi.org/10.17756/jfcn.2024-170>
22. Aly, A. A., Fahmy, H. M., & Abou-Okeil, A. (2024). Green synthesis of silver nanoparticles using commercially available starch products. *Egyptian Journal of Chemistry*, 67(1), 309–317. <https://doi.org/10.21608/ejchem.2023.217604.8140>
23. Božanić, D. K., Djoković, V., Dimitrijević-Branković, S., Krsmanović, R., McPherson, M., Nair, P. S., Georges, M. K., & Radhakrishnan, T. (2011). Inhibition of Microbial Growth by Silver–Starch Nanocomposite Thin Films. *Journal of Biomaterials Science, Polymer Edition*, 22(17), 2343–2355. <https://doi.org/10.1163/092050610X539532>
24. Ortega, F., Arce, V. B., & Garcia, M. A. (2021). Nanocomposite starch-based films containing silver nanoparticles synthesized with lemon juice as reducing and stabilizing agent. *Carbohydrate Polymers*, 252, 117208. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.117208>
25. Cheviron, P., Gouanvé, F., & Espuche, E. (2016). Preparation, characterization and barrier properties of silver/montmorillonite/starch nanocomposite films. *Journal of Membrane Science*, 497, 162–171. <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2015.09.039>

Références Bibliographiques

26. Belhassen, R., Vilaseca Morera, F., Mutjé Pujol, P., & Boufi, S. (2011). *Preparation and properties of starch-based biopolymers modified with difunctional isocyanates*. <https://dugi-doc.udg.edu/handle/10256/7677>
27. Rahman, Md. H., Mu, T.-H., Zhang, M., Ma, M.-M., & Sun, H.-N. (2020). Comparative study of the effects of high hydrostatic pressure on physicochemical, thermal, and structural properties of maize, potato, and sweet potato starches. *Journal of Food Processing and Preservation*, *44*(11), e14852. <https://doi.org/10.1111/jfpp.14852>
28. Huang, L., Han, X., Chen, H., An, S., Zhao, H., Xu, H., Huang, C., Wang, S., & Liu, Y. (2020). Preparation and Barrier Performance of Layer-Modified Soil-Stripping/Cassava Starch Composite Films. *Polymers*, *12*(7), 1611. <https://doi.org/10.3390/polym12071611>
29. Calcio Gaudino, E., Colletti, A., Grillo, G., Tabasso, S., & Cravotto, G. (2020). Emerging Processing Technologies for the Recovery of Valuable Bioactive Compounds from Potato Peels. *Foods*, *9*(11), 1598. <https://doi.org/10.3390/foods9111598>
30. Javed, A., Ahmad, A., Tahir, A., Shabbir, U., Nouman, M., Hameed, A., Javed, A., Ahmad, A., Tahir, A., Shabbir, U., Nouman, M., & Hameed, A. (2019). Potato peel waste-its nutraceutical, industrial and biotechnological applications. *AIMS Agriculture and Food*, *4*(3), 807–823. <https://doi.org/10.3934/agrfood.2019.3.807>
31. Miller, K., Reichert, C. L., Schmid, M., & Loeffler, M. (2022). Physical, Chemical and Biochemical Modification Approaches of Potato (Peel) Constituents for Bio-Based Food Packaging Concepts: A Review. *Foods*, *11*(18), Article 18. <https://doi.org/10.3390/foods11182927>
32. Joshi, A., Sethi, S., Arora, B., Azizi, A. F., & Thippeswamy, B. (2020). Potato Peel Composition and Utilization. In P. Raigond, B. Singh, S. Dutt, & S. K. Chakrabarti (Eds.), *Potato: Nutrition and Food Security* (pp. 229–245). Springer. https://doi.org/10.1007/978-981-15-7662-1_13
33. Arvanitoyannis, I., & Biliaderis, C. G. (1998). Physical properties of polyol-plasticized edible films made from sodium caseinate and soluble starch blends. *Food Chemistry*, *62*(3), Article 3. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(97\)00230-6](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(97)00230-6)

Références Bibliographiques

34. Vieira, M. G. A., da Silva, M. A., dos Santos, L. O., & Beppu, M. M. (2011). Natural-based plasticizers and biopolymer films: A review. *European Polymer Journal*, 47(3), 254–263. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2010.12.011>
35. Meimoun, J., Wiatz, V., Saint-Loup, R., Parcq, J., Favrelle, A., Bonnet, F., & Zinck, P. (2018). Modification of starch by graft copolymerization. *Starch - Stärke*, 70(1–2), 1600351. <https://doi.org/10.1002/star.201600351>
36. Diyana, Z. N., Jumaidin, R., Selamat, M. Z., Ghazali, I., Julmohammad, N., Huda, N., & Ilyas, R. A. (2021). Physical Properties of Thermoplastic Starch Derived from Natural Resources and Its Blends: A Review. *Polymers*, 13(9), 1396. <https://doi.org/10.3390/polym13091396>
37. Noordergraaf, I.-W., Witono, J. R., & Heeres, H. J. (2024). Grafting Starch with Acrylic Acid and Fenton's Initiator: The Selectivity Challenge. *Polymers*, 16(2), Article 2. <https://doi.org/10.3390/polym16020255>
38. Zhang, H., Li, J., Cao, S., Ding, Y., Wang, H., & Chang, N. (2024). Preparation of Crosslinking-Grafting Cationic Starch Flocculant and Its Study on Textile Dyes Removal. *Journal of Polymers and the Environment*. <https://doi.org/10.1007/s10924-023-03133-0>
39. Jiang, X., Chen, W., Chen, C., Xiong, S., & Yu, A. (2010). Role of Temperature in the Growth of Silver Nanoparticles Through a Synergetic Reduction Approach. *Nanoscale Res Lett*, 6(1), 32. <https://doi.org/10.1007/s11671-010-9780-1>
40. Taglietti, A., Diaz Fernandez, Y. A., Amato, E., Cucca, L., Dacarro, G., Grisoli, P., Necchi, V., Pallavicini, P., Pasotti, L., & Patrini, M. (2012). Antibacterial Activity of Glutathione-Coated Silver Nanoparticles against Gram Positive and Gram Negative Bacteria. *Langmuir*, 28(21), 8140–8148. <https://doi.org/10.1021/la3003838>
41. Hoshyar, N., Gray, S., Han, H., & Bao, G. (2016). The Effect of Nanoparticle Size on In Vivo Pharmacokinetics and Cellular Interaction. *Nanomedicine*, 11(6), 673–692. <https://doi.org/10.2217/nnm.16.5>
42. Lai, M.-J., Huang, Y.-W., Chen, H.-C., Tsao, L.-I., Chang Chien, C.-F., Singh, B., & Liu, B. R. (2022). Effect of Size and Concentration of Copper Nanoparticles on the Antimicrobial Activity in Escherichia

Références Bibliographiques

- coli through Multiple Mechanisms. *Nanomaterials*, 12(21), Article 21. <https://doi.org/10.3390/nano12213715>
43. Leudjo Taka, A., Fosso-Kankeu, E., Naidoo, E. B., & Yangkou Mbianda, X. (2021). Recent development in antimicrobial activity of biopolymer-inorganic nanoparticle composites with water disinfection potential: A comprehensive review. *Environmental Science and Pollution Research*, 28(21), 26252–26268. <https://doi.org/10.1007/s11356-021-13373-z>
44. Ider, M., Abderrafi, K., Eddahbi, A., Ouaskit, S., & Kassiba, A. (2017). Silver Metallic Nanoparticles with Surface Plasmon Resonance: Synthesis and Characterizations. *Journal of Cluster Science*, 28(3), 1051–1069. <https://doi.org/10.1007/s10876-016-1080-1>
45. Silva-Holguín, P. N., Garibay-Alvarado, J. A., & Reyes-López, S. Y. (2024). Silver Nanoparticles: Multifunctional Tool in Environmental Water Remediation. *Materials*, 17(9), Article 9. <https://doi.org/10.3390/ma17091939>
46. Garza-Cervantes, J. A., Escárcega-González, C. E., Barriga Castro, E. D., Mendiola-Garza, G., Marichal-Cancino, B. A., López-Vázquez, M. A., & Morones-Ramirez, J. R. (2019). Antimicrobial and antibiofilm activity of biopolymer-Ni, Zn nanoparticle biocomposites synthesized using *R. mucilaginosa* UANL-001L exopolysaccharide as a capping agent. *International Journal of Nanomedicine*, 14, 2557–2571. <https://doi.org/10.2147/IJN.S196470>
47. Laxminarayan, R., Duse, A., Wattal, C., Zaidi, A. K. M., Wertheim, H. F. L., Sumpradit, N., Vlieghe, E., Hara, G. L., Gould, I. M., Goossens, H., Greko, C., So, A. D., Bigdeli, M., Tomson, G., Woodhouse, W., Ombaka, E., Peralta, A. Q., Qamar, F. N., Mir, F., ... Cars, O. (2013). Antibiotic resistance—The need for global solutions. *The Lancet Infectious Diseases*, 13(12), 1057–1098. [https://doi.org/10.1016/S1473-3099\(13\)70318-9](https://doi.org/10.1016/S1473-3099(13)70318-9)
48. Fayaz, A. M., Balaji, K., Girilal, M., Yadav, R., Kalaichelvan, P. T., & Venketesan, R. (2010). Biogenic synthesis of silver nanoparticles and their synergistic effect with antibiotics: A study against gram-positive and gram-negative bacteria. *Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine*, 6(1), 103–109. <https://doi.org/10.1016/j.nano.2009.04.006>

Références Bibliographiques

49. Dakal, T. C., Kumar, A., Majumdar, R. S., & Yadav, V. (2016). Mechanistic Basis of Antimicrobial Actions of Silver Nanoparticles. *Frontiers in Microbiology*, 7. <https://doi.org/10.3389/fmicb.2016.01831>
50. Mirza, S. K., Asema, U. K., & Kasim, S. S. (2017). To Study The Harmful Effects Of Food Preservatives On Human Health. *Journal of Medicinal Chemistry and Drug Discovery*, 02(02), 610–616.
51. Prabhu, S., & Poulouse, E. K. (2012). Silver nanoparticles: Mechanism of antimicrobial action, synthesis, medical applications, and toxicity effects. *International Nano Letters*, 2(1), Article 1. <https://doi.org/10.1186/2228-5326-2-32>
52. Barzan, G., Rocchetti, L., Portesi, C., Pellegrino, F., Taglietti, A., Rossi, A. M., & Giovannozzi, A. M. (2021). Surface Minimal Bactericidal Concentration: A comparative study of active glasses functionalized with different-sized silver nanoparticles. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 204, 111800. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfb.2021.111800>
53. Saravanakumar, K., Sriram, B., Sathiyaseelan, A., Mariadoss, A. V. A., Hu, X., Han, K.-S., Vishnupriya, V., MubarakAli, D., & Wang, M.-H. (2021). Synthesis, characterization, and cytotoxicity of starch-encapsulated biogenic silver nanoparticle and its improved anti-bacterial activity. *International Journal of Biological Macromolecules*, 182, 1409–1418. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.05.036>
54. Garza-Cervantes, J. A., Mendiola-Garza, G., de Melo, E. M., Dugmore, T. I. J., Matharu, A. S., & Morones-Ramirez, J. R. (2020). Antimicrobial activity of a silver-microfibrillated cellulose biocomposite against susceptible and resistant bacteria. *Scientific Reports*, 10(1), Article 1. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-64127-9>
55. Said, A., Abu-Elghait, M., Atta, H. M., & Salem, S. S. (2024). Antibacterial Activity of Green Synthesized Silver Nanoparticles Using Lawsonia inermis Against Common Pathogens from Urinary Tract Infection. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, 196(1), 85–98. <https://doi.org/10.1007/s12010-023-04482-1>
56. Hong, Y., Boiti, A., Vallone, D., & Foulkes, N. S. (2024). Reactive Oxygen Species Signaling and Oxidative Stress: Transcriptional Regulation and Evolution. *Antioxidants*, 13(3), Article 3. <https://doi.org/10.3390/antiox13030312>

Références Bibliographiques

57. Anees Ahmad, S., Sachi Das, S., Khatoon, A., Tahir Ansari, M., Afzal, Mohd., Saquib Hasnain, M., & Kumar Nayak, A. (2020). Bactericidal activity of silver nanoparticles: A mechanistic review. *Materials Science for Energy Technologies*, 3, 756–769. <https://doi.org/10.1016/j.mset.2020.09.002>
58. Dong, C., Fang, W., Yi, Q., & Zhang, J. (2022). A comprehensive review on reactive oxygen species (ROS) in advanced oxidation processes (AOPs). *Chemosphere*, 308, 136205. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2022.136205>
59. Lee, W.-F., & Tsao, K.-T. (2006). Preparation and properties of nanocomposite hydrogels containing silver nanoparticles by ex situ polymerization. *Journal of Applied Polymer Science*, 100(5), 3653–3661. <https://doi.org/10.1002/app.23171>
60. Cheviron, P., Gouanvé, F., & Espuche, E. (2015). Starch/silver nanocomposite: Effect of thermal treatment temperature on the morphology, oxygen and water transport properties. *Carbohydrate Polymers*, 134, 635–645. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.07.067>
61. Trotta, F., Da Silva, S., Massironi, A., Mirpoor, S. F., Lignou, S., Ghawi, S. K., & Charalampopoulos, D. (2024). Advancing Food Preservation: Sustainable Green-AgNPs Bionanocomposites in Paper-Starch Flexible Packaging for Prolonged Shelf Life. *Polymers*, 16(7), Article 7. <https://doi.org/10.3390/polym16070941>
62. Bikila, A. M., Tola, Y. B., Esho, T. B., Forsido, S. F., & Mijena, D. F. (2022). Starch composition and functional properties of raw and pretreated anchote (*Coccinia abyssinica* (Lam.) Cogn.) tuber flours dried at different temperatures. *Food Science & Nutrition*, 10(3), 645–660. <https://doi.org/10.1002/fsn3.2687>
63. Williams, P. C., Kuzina, F. D., & Hlynka, I. (1970). Rapid colorimetric procedure for estimating the amylose content of starches and flours. *Cereal Chemistry*.
64. Issa, A. T., Schimmel, K. A., Worku, M., Shahbazi, A., Ibrahim, S. A., & Tahergorabi, R. (2018). Sweet Potato Starch-Based Nanocomposites: Development, Characterization, and Biodegradability. *Starch - Stärke*, 70(7–8), 1700273. <https://doi.org/10.1002/star.201700273>
65. Zeghib, W., Boudjouan, F., Vasconcelos, V., & Lopes, G. (2022). Phenolic Compounds' Occurrence in *Opuntia* Species and Their Role in the Inflammatory Process: A Review. *Molecules*, 27(15), Article 15. <https://doi.org/10.3390/molecules27154763>

Références Bibliographiques

66. Lopes, G., Sousa, C., Silva, L. R., Pinto, E., Andrade, P. B., Bernardo, J., Mouga, T., & Valentão, P. (2012). Can Phlorotannins Purified Extracts Constitute a Novel Pharmacological Alternative for Microbial Infections with Associated Inflammatory Conditions? *PLOS ONE*, 7(2), e31145. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0031145>
67. Benzie, I. F. F., & Strain, J. J. (1999). [2] Ferric reducing/antioxidant power assay: Direct measure of total antioxidant activity of biological fluids and modified version for simultaneous measurement of total antioxidant power and ascorbic acid concentration. In *Methods in Enzymology* (Vol. 299, pp. 15–27). Academic Press. [https://doi.org/10.1016/S0076-6879\(99\)99005-5](https://doi.org/10.1016/S0076-6879(99)99005-5)
68. Petrus, E. M., Tinakumari, S., Ubong, A., Tunung, R., Elexson, N., Chai, L. C., Chai, L. F., & Son, R. (2011). A study on the minimum inhibitory concentration and minimum bactericidal concentration of Nano Colloidal Silver on food-borne pathogens. *International Food Research Journal*, 18(1).
69. Sadeghi, B., Jamali, M., Kia, S., Amini nia, A., & Ghafari, S. (2010). Synthesis and characterization of silver nanoparticles for antibacterial activity. *International Journal of Nano Dimension*, 1(2), 119–124.
70. Holubnycha, V., Husak, Y., Korniienko, V., Bolshanina, S., Tveresovska, O., Myronov, P., Holubnycha, M., Butsyk, A., Borén, T., Banasiuk, R., Ramanavicius, A., & Pogorielov, M. (2024). Antimicrobial Activity of Two Different Types of Silver Nanoparticles against Wide Range of Pathogenic Bacteria. *Nanomaterials*, 14(2), Article 2. <https://doi.org/10.3390/nano14020137>
71. Lara, H. H., Ayala-Núñez, N. V., Ixtepan Turrent, L. del C., & Rodríguez Padilla, C. (2010). Bactericidal effect of silver nanoparticles against multidrug-resistant bacteria. *World Journal of Microbiology and Biotechnology*, 26(4), 615–621. <https://doi.org/10.1007/s11274-009-0211-3>
72. Jawad, M., Bhatia, S., Al-Harrasi, A., Ullah, S., Halim, S. A., Khan, A., Koca, E., Aydemir, L. Y., Dıblan, S., & Pratap-Singh, A. (2024). Antimicrobial Topical Polymeric Films Loaded with Acetyl-11-keto- β -boswellic acid (AKBA) and Silver Nanoparticles: Optimization, Characterization, and Biological Activity. *Heliyon*, 0(0). <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e31671>
73. Ulfa, G. M., Putri, W. D. R., Fibrianto, K., Prihatiningtyas, R., & Widjanarko, S. B. (2020). The influence of temperature in swelling power, solubility, and water binding capacity of pregelatinised sweet potato

Références Bibliographiques

- starch. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 475(1), 012036.
<https://doi.org/10.1088/1755-1315/475/1/012036>
74. Thakur, M., Rai, A. K., Mishra, B. B., & Singh, S. P. (2021). Novel insight into valorization of potato peel biomass into type III resistant starch and maltooligosaccharide molecules. *Environmental Technology & Innovation*, 24, 101827. <https://doi.org/10.1016/j.eti.2021.101827>
75. Halsall, T. G., Hirst, E. L., Jones, J. K. N., & Sansome, F. W. (1948). The amylose content of the starch present in the growing potato tuber. *Biochemical Journal*, 43(1), 70–72.
76. Torres, M. D., Fradinho, P., Rodríguez, P., Falqué, E., Santos, V., & Domínguez, H. (2020). Biorefinery concept for discarded potatoes: Recovery of starch and bioactive compounds. *Journal of Food Engineering*, 275, 109886. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2019.109886>
77. Ortega, F., Giannuzzi, L., Arce, V. B., & García, M. A. (2017). Active composite starch films containing green synthesized silver nanoparticles. *Food Hydrocolloids*, 70, 152–162.
<https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.03.036>
78. Nair, S. B., Alummoottil N, J., & Moothandasserry S., S. (2017). Chitosan-konjac glucomannan-cassava starch-nanosilver composite films with moisture resistant and antimicrobial properties for food-packaging applications. *Starch - Stärke*, 69(1–2), 1600210. <https://doi.org/10.1002/star.201600210>
79. Philip, D. (2011). *Mangifera Indica* leaf-assisted biosynthesis of well-dispersed silver nanoparticles. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 78(1), 327–331.
<https://doi.org/10.1016/j.saa.2010.10.015>
80. Dadosh, T. (2009). Synthesis of uniform silver nanoparticles with a controllable size. *Materials Letters*, 63(26), 2236–2238. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2009.07.042>
81. Hassani, F.-Z. S. A., Hamid Salim, M., Kassab, Z., Sehaqui, H., Ablouh, E.-H., Bouhfid, R., Kacem Qaiss, A. E., & Achaby, M. E. (2022). Crosslinked starch-coated cellulosic papers as alternative food-packaging materials. *RSC Advances*, 12(14), 8536–8546. <https://doi.org/10.1039/D2RA00536K>
82. Jagadeesan, S., Govindaraju, I., & Mazumder, N. (2020). An Insight into the Ultrastructural and Physiochemical Characterization of Potato Starch: A Review. *American Journal of Potato Research*, 97(5), 464–476. <https://doi.org/10.1007/s12230-020-09798-w>

Références Bibliographiques

83. Dos Santos, M. A., Paterno, L. G., Moreira, S. G. C., & Sales, M. J. A. (2019). Original photochemical synthesis of Ag nanoparticles mediated by potato starch. *SN Applied Sciences*, *1*(6), 554. <https://doi.org/10.1007/s42452-019-0586-1>
84. Liu, Y., Liu, M., Zhang, L., Cao, W., Wang, H., Chen, G., & Wang, S. (2022). Preparation and properties of biodegradable films made of cationic potato-peel starch and loaded with curcumin. *Food Hydrocolloids*, *130*, 107690. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2022.107690>
85. Bhujel, R., Rai, S., Mustafa, Z., Sarkar, G., Deka, U., Biswas, J., & Swain, B. P. (2020). Synthesis and characterization of graphene sheet decorated with silver nanoparticles. *AIP Conference Proceedings*, *2273*(1), 040002. <https://doi.org/10.1063/5.0024234>
86. Taha, I. M., Zaghlool, A., Nasr, A., Nagib, A., El Azab, I. H., Mersal, G. A. M., Ibrahim, M. M., & Fahmy, A. (2022). Impact of Starch Coating Embedded with Silver Nanoparticles on Strawberry Storage Time. *Polymers*, *14*(7), Article 7. <https://doi.org/10.3390/polym14071439>
87. Akintola, A. O., Kehinde, B. D., Ayoola, P. B., Adewoyin, A. G., Adedosu, O. T., Ajayi, J. F., & Ogunsona, S. B. (2020). Antioxidant properties of silver nanoparticles biosynthesized from methanolic leaf extract of *Blighia sapida*. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, *805*(1), 012004. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/805/1/012004>
88. Ruttkay-Nedecký, B., Dočekalová, M., Hosnedlová, B., Uhlířová, D., Staňková, M., Kepinska, M., Milnerowicz, H., Fernandez, C., Baroň, M., Sochor, J., Nguyen, H. V., & Kizek, R. (2018). *Antioxidant activity of silver nanoparticles prepared by green synthesis*. <https://rgu-repository.worktribe.com/output/235650/antioxidant-activity-of-silver-nanoparticles-prepared-by-green-synthesis>

Annexes

Tableau XI : Labélisation des échantillons et la température à laquelle ils ont été soumis.

Echantillon	Température
A1	30
A2	40
A3	50
A4	60
A5	70
A6	80
B1	30
B2	40
B3	50
B4	60
B5	70
B6	80

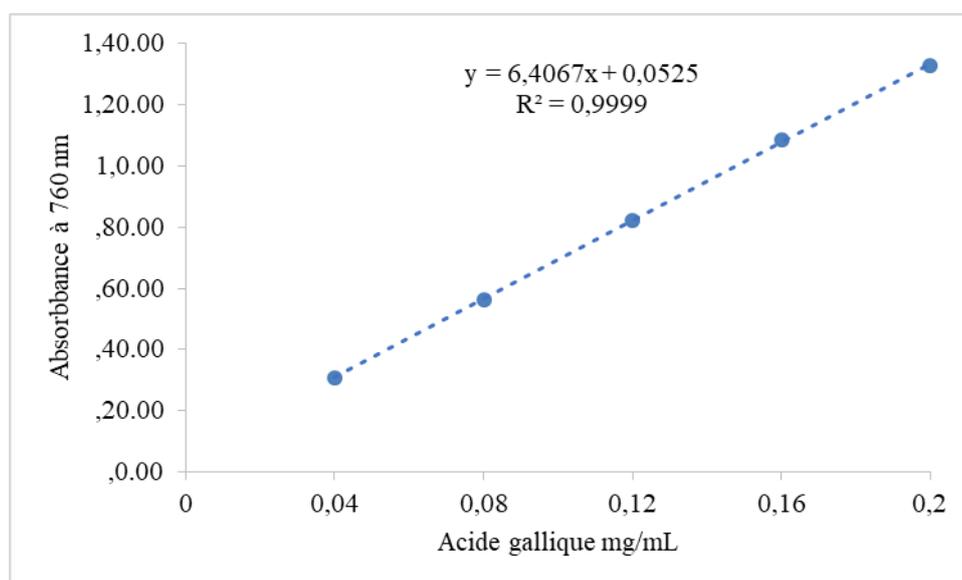


Figure 14 : Courbe d'étalonnage des composés phénoliques totaux.

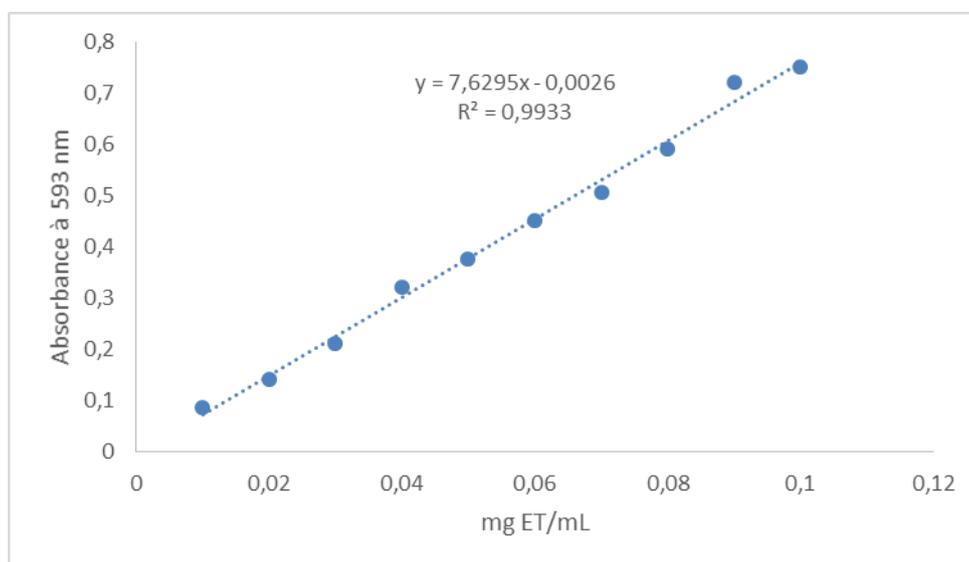


Figure 15 : Courbe d'étalonnage du test du pouvoir réducteur ferrique.

Tableau XII : Plan de la microplaque du test CMI.

BN	E a 1	E a 2	E a 3	E a 4	E a 5	E a 6	E a 7	BN	Ag 1	BN	TE
BN	E b 1	E b 2	E b 3	E b 4	E b 5	E b 6	E b 7	BN	Ag 2	BN	TE
BN	E c 1	E c 2	E c 3	E c 4	E c 5	E c 6	E c 7	BN	Ag 3	BN	TE
BN	BN	BN	BN	BN	BN	BN	BN	BN	Ag 4	BN	BN
BN	BN	BN	BN	BN	BN	BN	BN	BN	Ag 5	BN	BN
BN	S a 1	S a 2	S a 3	S a 4	S a 5	S a 6	S a 7	BN	Ag 6	BN	TS
BN	S b 1	S b 2	S b 3	S b 4	S b 5	S b 6	S b 7	BN	Ag 7	BN	TS
BN	S c 1	S c 2	S c 3	S c 4	S c 5	S c 6	S c 7	BN	BN	BN	TS

Où :

BN : Bouillon nutritif neuf (témoin de stérilité).

E : Souche *E. coli*.

S : Souche *S. aureus*.

a, b et c : Répétitions.

(1, 2, 3, 4, 5, 6 et 7) : Suspensions d'AgNPs allant de la solution mère jusqu'à la dilution 1/64 ajoutée au bouillon nutritif neuf ensemencé par la souche cible.

Ag (1, 2, 3, 4, 5, 6 et 7) : Suspensions d'AgNPs allant de la solution mère jusqu'à la dilution 1/64.

TE : Témoin de la souche *E. coli*.

TS : Témoin de la souche *S. aureus*.

Tableau XIII : Plan de la microplaque du test de la CMB.

BN	A a 1	A a 2	A a 3	A a 4	A a 5	A a 6	A a 7	BN	Ag 1	BN	TA
BN	A b 1	A b 2	A b 3	A b 4	A b 5	A b 6	A b 7	BN	Ag 2	BN	TA
BN	A c 1	A c 2	A c 3	A c 4	A c 5	A c 6	A c 7	BN	Ag 3	BN	TA
BN	BN	BN	BN	BN	BN	BN	BN	BN	Ag 4	BN	BN
BN	BN	BN	BN	BN	BN	BN	BN	BN	Ag 5	BN	BN
BN	B a 1	B a 2	B a 3	B a 4	B a 5	B a 6	B a 7	BN	Ag 6	BN	TB
BN	B b 1	B b 2	B b 3	B b 4	B b 5	B b 6	B b 7	BN	Ag 7	BN	TB
BN	B c 1	B c 2	B c 3	B c 4	B c 5	B c 6	B c 7	BN	BN	BN	TB

Où :

BN : Bouillon nutritif neuf (témoin de stérilité).

A : Souche *E. coli*.

B : Souche *S. aureus*.

a, b et c : Répétitions.

(1, 2, 3, 4, 5, 6 et 7) : Suspensions d'AgNPs allant de la solution mère jusqu'à la dilution 1/64 ajoutée à la suspension bactérienne.

Ag (1, 2, 3, 4, 5, 6 et 7) : Suspensions d'AgNPs allant de la solution mère jusqu'à la dilution 1/64.

TA : Témoin de la souche *E. coli*.

TB : Témoin de la souche *S. aureus*.

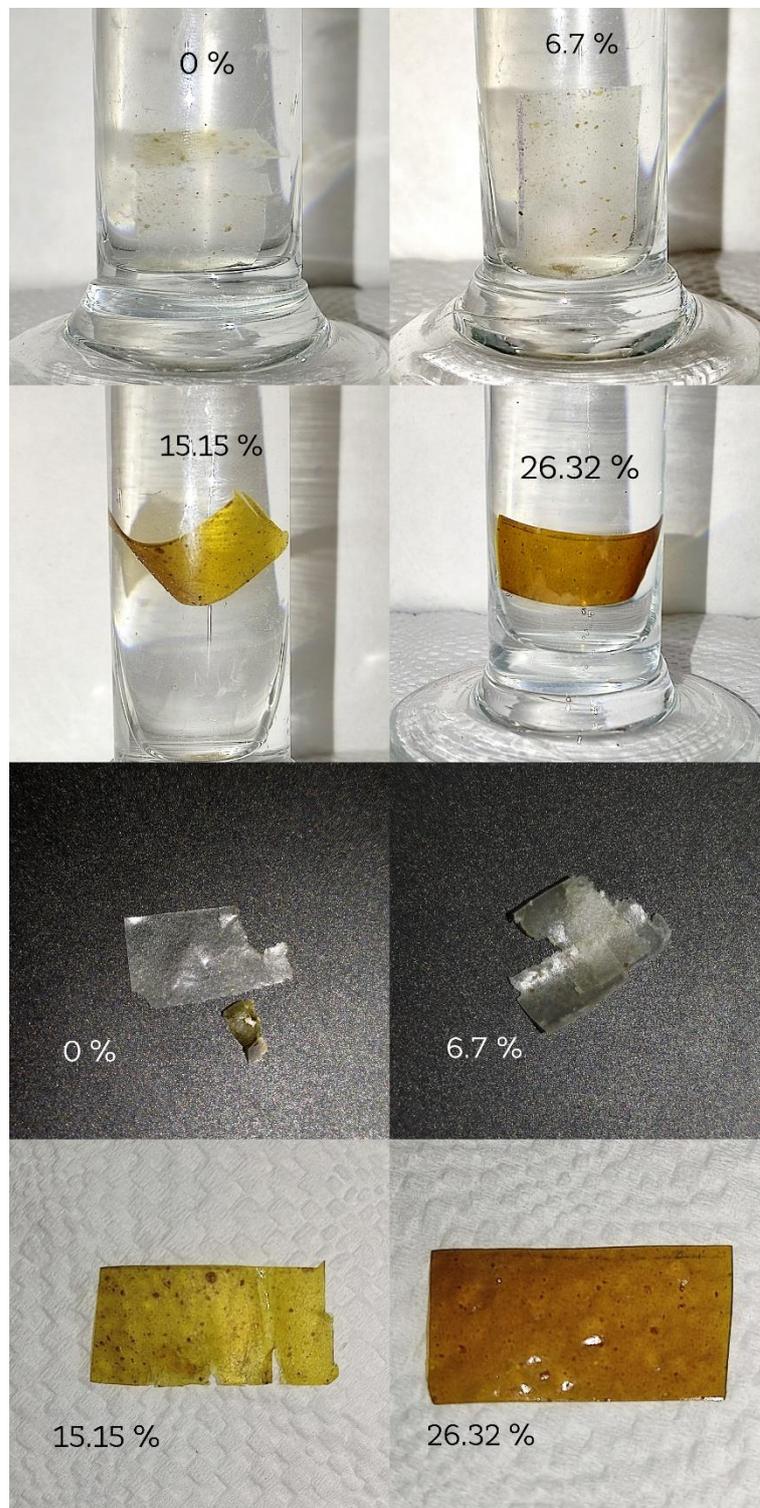


Figure 16 : Aspect visuel des thermoplastiques à différents pourcentages en AgNPs et turbidité de l'eau après 30 jours.

Tableau XIV : Absorbance des suspensions.

Souche	Suspension	Absorbance
Escherichia coli ATCC 25922	Solution mère	0,484
	10^{-1}	0,211
	10^{-2}	0,091
	10^{-3}	0,079
	10^{-4}	0,077
	10^{-5}	0,077
Staphylococcus aureus ATCC 25933	Solution mère	0,365
	10^{-1}	0,128
	10^{-2}	0,09
	10^{-3}	0,084
	10^{-4}	0,082
	10^{-5}	0,083

Tableau XV : Dénombrement sur gélose des colonies formées par les souches cibles.

Souche	Suspension	Absorbance	
Escherichia coli ATCC 25922	10^{-5}	IND	IND
	10^{-6}	IND	IND
	10^{-7}	35	54
	10^{-8}	5	7
	10^{-9}	0	1
Staphylococcus aureus ATCC 25933	10^{-5}	IND	IND
	10^{-6}	41	50
	10^{-7}	0	9
	10^{-8}	0	1
	10^{-9}	0	0

Abstract

This study aims to resolve the worldwide problem of plastic pollution by the use of potato peel thermoplastic starch as a green replacement, where starch was extracted from potato peels then characterized. The starch was used to synthesize silver nanoparticles that was utilized to enhance antibacterial and antioxidant properties of thermoplastic starch. Antibacterial tests against *Escherichia coli* ATCC 25922 and *Staphylococcus aureus* ATCC 25933 at a charge of 10^6 CFU/mL were run on the colloidal solution and on the resulting nanocomposite. MIC and MBC of AgNPs were determined to be $0.01062 \mu\text{g/mL}$, $0.02123 \mu\text{g/mL}$ and $0.04247 \mu\text{g/mL}$ respectively. The nanocomposite possesses antibacterial properties against the two bacterial strains since no growth was observed on or under the nanocomposite disk. The scavenging rate of the AgNPs were also investigated by NO inhibition, FRAP and TPC assays using a colloidal solution at 10mM concentration, where the NO inhibition rate was at $68.67 \pm 0.001 \%$, the FRAP at $0.034 \pm 0.004 \text{ mg TE/mL}$ and TPC were at 0.047 mg GAE/mL , these results show a good scavenging ability implying a good antioxidant activity. The water resistance of the nanocomposite and thermoplastic starch was investigated, where the samples spent 30 days in 20 mL of distilled water, this test showed that the nanocomposites are less degradable than the sample without AgNPs, this is due to the biodegradable nature of thermoplastic and the existence of microorganisms capable of catabolizing starch in water.

Key words : AgNPs, Starch, Nanocomposite, Potato peels, antibacterial activity, Antioxidant activity.

Résumé

Cette étude vise à trouver une solution durable au problème, aujourd'hui devenu mondiale, de la pollution plastique en ayant recours à une ressource inestimable au vue des quantités produites chaque année et qui est les pelures de pomme de terre. L'amidon des épiluchures a été extrait et caractérisé afin de servir dans la biosynthèse de nanoparticules d'argent et l'élaboration d'un thermoplastique auquel ces dernières seront ajoutées afin de modifier son activité antibactérienne. L'activité antibactérienne de la solution colloïdale d'AgNPs et du nanocomposite a été évaluation contre *Escherichia coli* ATCC 25922 and *Staphylococcus aureus* ATCC 25933 à une charge de 10^6 UFC/mL, la concentration minimale inhibitrice et bactéricide des AgNPs ont été déterminée être à $0.01062 \mu\text{g/mL}$, $0.02123 \mu\text{g/mL}$ et $0.04247 \mu\text{g/mL}$ respectivement, tandis qu'aucune croissance n'a été observée sur ou en-dessous du disque nanocomposite. L'activité antioxydant des AgNPs a été démontrée en effectuant des tests d'inhibition du NO, de la réduction du fer ainsi que le dosage des composés phénoliques totaux, où les résultats obtenus, $68.67 \pm 0.001 \%$, $0.034 \pm 0.004 \text{ mg ET/mL}$ et 0.047 mg EAG/mL respectivement, impliquent un bon pouvoir antioxydant. La solubilité dans l'eau a été évaluée, une éprouvette a été laissée pendant 30 jours dans 20 mL d'eau distillée afin de mesurée sa perte de poids et de déterminer le degré de sa dégradation. Les résultats attestent de l'effet protecteur des AgNPs sur le thermoplastique en empêchant son catabolisme par les microorganismes aquatiques.

Mots clés : AgNPs, amidon, nanocomposite, épiluchure de pomme de terre, activité antibactérienne, acticité antioxydant.

Agzul

Iswi n tazrawt-a d ferru n uybel amadlan n ubluley n plastik s useqdec n yiclem n lbaṭaṭa deg tuksa n uyerri s-way-s ad d-nexdem plastik ur n-yetdurun ara tawennaḍt. S urnamek n uyerri-agi, ttwasnetlent-d tnanuḥemzin n lfeṭṭa (AgNPs), syin akin ttwasxedment deg ussewjed n unanukumpusit Ayerri/Lfeṭṭa. Tasleḍt n issafaren-agi temla-d tizelyiwin-nsen. Leqdic mgal tamuḥqranit n tbaktirit n AgNPs yella-d mgal ccetla n *Escherichia coli* akk-d tin n *Staphylococcus aureus* (10^6 UFC/mL). Tiririt taddayt d tin ineqqen ewwlen-d ad ilint di 0.01062 µg/mL, 0.02123 µg/mL d 0.04247 µg/mL s temqidra. Ulac ayen yemyin s-ddaw n unanokumpusite, ayen id yessebganen tazmart-is deg ussehbiber yaf uḥči ara ad yillin dixel-is. Rnu-d yaf way-a, tigejdit n AgNPs i t-yettaḡḡan ad sehbibren tban-d s tesnakt n uḥezzeb n NO, n usneqqes n wuzzal akk-d ukti n TPC, anda ayen i d-yufraren, 68.67 ± 0.001 %, 0.034 ± 0.004 mg ET/mL akk-d 0.047 mg EAG/mL, s umata, d ayen i d-yettbegginen tazmert n tigejdit yelhan. Kra n lleṭraf n unanukumpusit twiḡḡen deg waman azal n 30 n wussan, ayen i y-yeḡḡan nkti-d aḥal zmeren ad ḥezzeben deg waman.

Awallen imaynuten : Tinanuḥemzin n lfeṭṭa, ananukumpusit, icelman n lbaṭaṭa, leqdic mgal tamuḥqranit n tbaktirit, tigejdit.

ملخص

تهدف هذه الدراسة إلى حل مشكلة التلوث البلاستيكي العالمية كمية والكم الهائل من قشور البطاطس المرمية كل يوم وذلك باستخدام النشاء مستخرج من هذا الأخير كبدائل صديق للبيئة، ثم استخدم في تصنيع جزيئات الفضة النانوية لتعزيز الخصائص المضادة للبكتيريا والأكسدة للنشاء. أجريت اختبارات مضادة للبكتيريا ضد سلالات *Escherichia coli* ATCC 25922 و *Staphylococcus aureus* ATCC 25933 على المحلول الغروي لجزيئات الفضة النانوية وعلى المركب النانوي الناتج. تم تحديد التركيز الأدنى المثبط (MIC) والتركيز الأدنى القاتل (MBC) لجزيئات الفضة النانوية عند 0.01062 ميكروغرام/مل، 0.02123 ميكروغرام/مل و 0.04247 ميكروغرام/مل على التوالي. أظهر المركب النانوي خصائص مضادة للبكتيريا ضد السلالتين، حيث لم يُلاحظ أي نمو على أو تحت قرص المركب النانوي. تم أيضًا تقييم القدرة المضادة للأكسدة لجزيئات الفضة النانوية باستخدام اختبارات تثبيط أكسيد النيتريك (NO)، وتحليل قدرة الاختزال الحديدية المضادة للأكسدة (FRAP)، والمركبات الفينولية الكلية (TPC) باستخدام محلول غروي بتركيز 10 ملي مول. بلغت نسبة تثبيط أكسيد النيتريك 68.67 ± 0.001 %، وقيمة FRAP 0.034 ± 0.004 ملغ مكافئ التروكسيد/مل، وقيمة (TPC) 0.047 ملغ مكافئ حمض الجاليك/مل، مما يشير إلى نشاط مضاد للأكسدة جيد. تم التحقيق في مقاومة الماء للمركب النانوي والمركب النشوي البلاستيكي، حيث تم غمر العينات لمدة 30 يوماً في 20 مل من الماء المقطر. أظهرت التجربة أن المركب النانوي أقل قابلية للتحلل من العينات التي لا تحتوي على جزيئات الفضة النانوية، ويعود ذلك إلى الطبيعة القابلة للتحلل الحيوي للمركب النشوي البلاستيكي ووجود الكائنات الدقيقة القادرة على تفكيك النشاء في الماء.

كلمات مفتاحية: جزيئات الفضة النانوية، نشاء، المركب النانوي، قشور البطاطس، النشاط المضاد للبكتيريا، النشاط المضاد للأكسدة.