

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF - M'SILA

FACULTE : Sciences
DEPARTEMENT : Chimie
N°:



DOMAINE : Sciences de la matière
FILIERE : Chimie
OPTION : Chimie de l'environnement

Mémoire présenté pour l'obtention
du diplôme de Master Académique

Par : *BARKAT Randa*
SEBIH Cheyma

Intitulé

*Implication du radical sulfate dans les produits
désinfectants*

Soutenu devant le jury composé de :

Pr. REFFAS Abdelbaki

Université Mohamed Boudiaf M'sila

Président

Dr. DJEHICHE Mokhtar

Université Mohamed Boudiaf M'sila

Rapporteur

Dr. GUEMACHE abderezak.

Université Mohamed Boudiaf M'sila

Examineur

Année universitaire: 2022/2023



DEDICACE

Je dédie ce modeste travail à :

Mes très chers Parents Abd Ellatif, Zineb sans leurs amours, leurs sacrifices et leurs encouragements je ne serais jamais arrivée à réussir dans mes études. Je sais bien quel que soit les remerciements que je leurs adresse c'est peu, que Dieu les protège et leur donne la santé et une longue vie

Mes frères: Fareh ; Abd elrazzak

Mes sœurs: Mouna , Narimene ,Iness, Djouhaina

Mon amie cheyma ainsi que toute sa famille

Mon future époux que Dieu le garde pour moi.

Nos amies : Imen, Ikram, Hadil, Ilhem, Haiat, Selma, Amira, Ahlem

RANDA



DEDICACE

Je dédie ce modeste travail à:

Mes très chers Parents sans leurs amours, leurs sacrifices et leurs encouragements je ne serais jamais arrivée à réussir dans mes études. Je sais bien quel que soit les remerciements que je leurs adresse c'est peu, que Dieu les protège et leur donne la santé et une longue vie

Mes frères: Souhaybe, Youssef

Mes sœurs: Houda; Assya; Assma

Mon amie Randa ainsi que toute sa famille

Nos amies : Ilhem, Imen, Hadil, Haiat, fouzia, Selma, Amira, Ahlem

CHEYMA

REMERCIEMENTS

Nous tenons à remercier en premier lieu Dieu le tout puissant de nous avoir donné le souffle et l'aptitude pour mener à terme ce travail. Nous exprimons notre plus profonde gratitude à Monsieur DJEHICHE Mokhtar qui nous encadrés et orientée, nous le remercions pour tous ses conseils, et son aide à progresser dans nos recherches grâce à son esprit critique et son soutien tout le long de la réalisation de ce modeste travail. Nos vifs remerciements vont également aux membres du jury qui ont accepté d'examiner notre travail et de l'enrichir par leurs propositions. Grand merci aux membres du laboratoire pour leurs soutiens et leurs encouragements. Je n'oublie pas de remercier l'ensemble des enseignants de L'université MOHAMMED BOUDIAF (M'SILA) pour toutes les connaissances acquises auprès d'eux et qui ont beaucoup contribué pour la réalisation de ce travail. Enfin, nous tenons également à remercier toutes personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Sommaire

Résumé	i
Liste des abréviations	ii
Liste des figures	iii
Listes des tableaux	v
Introduction	1
Chapitre I. La Désinfection	3
I.1. Introduction	3
I.3. Les désinfectants.....	4
I.3.1. Définition	4
I.3.2. Types de désinfectants:	6
Chapitre II. Les radicaux sulfates.....	15
II.1. Introduction	15
II.2. Production des radicaux sulfates	15
II.2.1. Activation du persulfate	15
II.2.2. Modes d'action du radical sulfate:	16
II.2.3. Réactivité de radical sulfate	16
II.3. Propriétés anti microorganisme des radicaux sulfates.....	17
II.4. Les propriétés antivirales des métaux.....	18
II.5. Pastilles anti microorganismes	18
Chapitre III. Matériels et méthodes.....	19
III.1. Choix d'étude.....	19
III.2. Matériel.....	19
III.2.1. Techniques d'analyse:.....	19
III.3. Produits :.....	21
III.4. Les méthodes:	22
III.4.1. Préparation de la solution mère :.....	22

III.4.2.	Réalisation des courbes d'étalonnage :	22
III.4.3.	Le méthyle orange:	23
III.4.4.	Méthode de dégradation de méthyle orange:.....	23
III.4.5.	Méthodes d'évaluation de l'activité antibactérienne	24
Chapitre IV. Résultats et discussion.....		27
IV.1.	Spectre d'absorption de Méthyle orange:	27
IV.2.	Droite d'étalonnage et coefficient d'extinction molaire :	27
IV.3.	Caractère oxydatif de l'ion persulfate	28
IV.4.	Caractère oxydatif des radicaux sulfates.....	29
IV.5.	Fabrication des pastilles	30
IV.6.	Test sur les microorganismes	32
Conclusion.....		36
Références bibliographiques		37

ملخص

يركز هذا العمل على تصنيع منتج للنظافة ضد الكائنات الحية الدقيقة على الاسطح والملابس في قطاع الصناعة والمستشفيات. نعتمد على التفاعل بين بير سلفات وايون المعدن في وسط رطب لإبقائهما معا في الحالة الصلبة دون التفاعل بالإضافة الى الطبيعة المضادة للفيروسات والبكتيريا للأيونات المعدنية التي تعمل ايضا على تنشيط ايون بير سلفات والذي بدوره يعطي جذور الكبريتات. هذا الاخير هو رد فعل جذري وفعال ضد الكائنات الحية الدقيقة . الغرض من هذا العمل هو الجمع بين ايون بير سلفات، وهو مقدمة لجذور الكبريتات، مع ايونات المعادن المضادة للفيروسات والبكتيريا في قرص لتحسين القضاء على الكائنات الحية الدقيقة.

لكلمات المفتاحية: جذور الكبريتات ،كبريتات الحديد،تطهير، الكائنات الحية الدقيقة .

Abstract

The present work focuses on the manufacture of a product for hygiene against microorganisms on surfaces and clothing in the industrial and hospital sector. It is based on the reaction between persulfate and metal ion in a humid environment, keeping them together in a solid state, without reacting. We also rely on the antiviral and antibacterial properties of metal ions, which are also activators of the persulfate ion, which in turn produces the sulfate radical. The aim of the present work is to integrate the persulfate ion, a precursor of sulfate radicals, with antiviral and antibacterial metal ions in a tablet to improve the elimination of microorganisms.

Keywords: sulfate radical, ferrous sulfate, disinfection, microorganisms.

Résumé

Le présent travail se focalise sur la fabrication d'un produit pour l'hygiène contre les microorganismes sur les surfaces et les vêtements dans le secteur industriel et hospitalier. Nous nous basons sur la réaction entre le persulfate et l'ion métallique dans un milieu humide pour les conserver ensemble dans l'état solide, sans réagir. Ainsi que sur le caractère antiviral et antibactérien des ions métalliques qui sont aussi des agents activateurs de l'ion persulfate, qui donne à son tour le radical sulfate. Ce dernier est un radical très réactif et efficace contre les microorganismes. le présent travail a pour objet d'intégrer l'ion persulfate, précurseur des radicaux sulfates, avec les ions métalliques de caractère antiviral et antibactérien dans une pastille pour améliorer l'élimination des microorganismes.

Mots clés: radicaux sulfate, sulfate de fer, désinfection, les microorganismes.

Liste des abréviations

A: Absorbance

ADN: Acide désoxyribonucléique

ARN: Acide ribonucléique

ATP: Adénosine Triphosphate

MO: Méthyle Orange

PH: Potentiel d'hydrogène

PS: Persulfate

ROS: Reactive Oxygen Species

RS: Radical Sulfate

UV: Ultraviolet artificiel fournie par la lampe UV

VIH: Virus de l'Immunodéficience Humaine

Liste des figures

Figure I.1. Les bactéries	5
Figure I.2. Les champignons.....	5
Figure I.3. Les virus.....	6
Figure I.4. Désinfectant à lessive	7
Figure I.5. Désinfectant aldéhyde.....	8
Figure I.6. Désinfectant alcoolique.....	9
Figure I.7. L'eau oxygéné	10
Figure I.8. Formule de phénole.....	11
Figure I.9. Formule de chlorophénole.....	11
Figure I.10. Désinfectant phénolique.....	12
Figure I.11. Désinfectant d'ammoniums quaternaires.....	13
Figure III.1. Spectroscopie UV-Visible.....	19
Figure III.2. PH mètre	20
Figure III.3. Autoclave.....	20
Figure III.4. Etuve.....	21
Figure III.5. Blance	21
Figure III.6. Tubes à essais	21
Figure III.7 solution mère.....	22
Figure III.8 Evolution du spectre du méthyle orange en présence du persulfate. Conditions initiales: PS= 1g/L, pH=3 et T=25 °C.....	24
Figure III.9. Préparation des bactéries.....	25
Figure III.10 préparation des boîtes de Pétri.....	26
Figure IV.1. Spectre UV-visible de Méthyle orange à pH=3 et [MO]=20 mg/L.....	27
Figure IV.2. Droite d'étalonnage de Méthyle orange à 504 nm et [MO] = 0, 5, 10, 15 et 20mg/L. pH=3 et T=25°C.....	27
Figure IV.3. Spectre UV-visible de Méthyle orange à pH=3 et [MO]=20 mg/L.....	28
Figure IV.4 Effet de la concentration initiale de Méthyle orange sur l'efficacité de son élimination (les conditions initiales: PS= 1g/L, pH=3 et T=25 °C)	29
Figure IV.5. Effet de l'ajout des ions ferriques au mélange réactionnel sur l'efficacité de l'élimination du MO (conditions initiales: PS= 1g/L, pH=3 et T=25°C).....	30
Figure IV.6. Pastille à base du savon de Marseille	31
Figure IV.7. Spectre UV-Vis du MO avec la pastille ([MO]=20 mg/L).....	31
Figure IV.8. Pastille à base du bicarbonate de sodium.....	31

Figure IV.9. Spectre UV-Vis du MO avec pastille du base bicarbonate de sodium ([MO]=20mg/L).....	32
Figure IV.10. L'activité antibactérienne des solutions de Ps (5;10 g/l) et sulfate de fer ($7,5 \cdot 10^{-5}$).....	33
Figure IV.11. L'activité antibactérienne des solutions de Ps (5;10 g/l) et sulfate de fer ($5 \cdot 10^{-5}; 10^{-4}; 5 \cdot 10^{-4}$).....	34
Figure IV.12. Témoin bactérien	34
Figure IV.13. l'activité antibactérienne des solutions de Ps (20g/l) et Sulfate de fer ($10^{-5}; 10^{-4}$).....	35

Listes des tableaux

Tableau (III.1.) .Les produits utilisés dans l'expérience

Tableau (III.2.) Liste des bactéries testées

INTRODUCTION

Introduction

Les radicaux libres sont impliqués dans d'importantes fonctions nécessaires à une bonne santé. Ils sont impliqués dans la production, la fertilisation et la maturation du mouvement cellulaire, dans l'élimination des déchets toxiques et dans la défense contre les microbes, les virus et même les cellules tumorales. Des travaux récents ont résumé tous les désinfectants utilisés pour inactiver les virus avec leur efficacité, la sensibilité des virus, les avantages et les inconvénients de chaque désinfectant sans mentionner les radicaux sulfates de grande réactivité

Le radical sulfate (SO_4) est produit par diverses voies d'activation du persulfate et est impliqué dans de nombreuses conditions physiologiques et pathologiques. Ces radicaux peuvent gravement endommager les macromolécules telles que les acides nucléiques, les protéines et les lipides. Cela conduit à l'inactivation des microorganismes et réduit ainsi de manière significative la progression de la maladie. Dans ce manuscrit, nous montrerons l'importance des radicaux sulfates dans l'activité contre différents types de bactéries. Nous étudierons également la production du radical de sulfate et ses propriétés virucides

Dans ce travail, nous avons démontré les propriétés virucides des radicaux sulfates et leur importance dans l'inactivation des virus. Dans un second temps, nous avons proposé une méthode d'élaboration d'un produit désinfectant à base de persulfate/activateur.

Ce manuscrit est réparti sur quatre chapitres: le premier chapitre comporte la synthèse bibliographique sur les désinfectants. Dont, nous présenterons des généralités sur la désinfection et les désinfectants, leurs types. Le deuxième chapitre sera réservé aux radicaux sulfates et leur effet sur les micro-organismes. Le troisième chapitre est consacré, ensuite, aux méthodes expérimentales et les techniques d'analyse utilisée dans ce travail. Le quatrième chapitre, sera consacré aux résultats obtenus. Finalement, les principaux résultats obtenus dans ce travail seront synthétisés dans une conclusion générale.

PARTIE
BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre I

Désinfection.

Chapitre I. La Désinfection

I.1. Introduction

Il existe quatre principaux types de cibles qui sont des sources potentielles d'infection : les champignons, les mycobactéries, les virus et les bactéries. Chacun de ces types d'organismes possède des caractéristiques biologiques uniques qui influencent leur capacité à résister ou non à la présence de désinfectants ; Ils sont protégés par une membrane cytoplasmique qui délimite physiquement l'organisme de l'environnement extérieur.

La présence de micro-organismes et leur adhésion aux surfaces, est lié à des paramètres de l'environnement (par exemple le pH de l'environnement, la rugosité de la surface, la charge électrique de la surface). L'élimination de ces microorganismes, dépend de différents paramètres physico-chimiques. En général, le traitement est composé de quatre paramètres qui forment ce que l'on appelle le cercle de Sinner. Ce sont : les conditions physicochimiques de l'eau (pH, dureté, température, alcalinité), l'action mécanique, l'action chimique (utilisation de surfactants et de savon) et le temps de contact. La prise en compte de chacun de ces paramètres est importante pour obtenir un nettoyage efficace.

I.2. Principes de traitement

I.2.1. Nettoyage

Le nettoyage consiste à éliminer les salissures visibles, le sang, les substances protéiques et les autres débris étrangers adhérents des surfaces, des fissures et des lumières des instruments. Il est généralement effectué par une action mécanique à l'aide de l'eau, de détergents et de produits enzymatiques. Un nettoyage physique méticuleux doit toujours précéder les procédures de désinfection et de stérilisation, car les matières inorganiques et organiques qui restent sur les surfaces des instruments interfèrent avec l'efficacité de ces processus. Le nettoyage mécanique seul réduit le nombre de microbes d'environ de 99,9 % à 99,9999 % de la charge microbienne.

I.2.2. Stérilisation

La stérilisation est définie comme la destruction ou l'inactivation de tous les micro-organismes.

I.2.3. La désinfection

Est définie de manière générale comme la destruction des micro-organismes, à l'exception des spores bactériennes, sur des objets Inanimés (par exemple, des dispositifs médicaux tels que les

endoscopes). Trois niveaux de désinfection peuvent être atteints en fonction de la quantité et du type de destruction microbienne impliquée. Ces niveaux de désinfection sont les suivants:

I.2.3.1. Désinfection de haut niveau (DHN) : destruction de tous les virus, des bactéries végétatives, des champignons, des mycobactéries et de certaines spores bactériennes, mais pas de toutes[1,2].

I.2.3.2. Désinfection de niveau intermédiaire : destruction de toutes les mycobactéries, des bactéries végétatives, des spores fongiques et de certains virus non lipidiques, mais pas des spores bactériennes[3].

I.2.3.3. Désinfection de bas niveau : un processus qui peut tuer la plupart des bactéries (sauf les mycobactéries ou les spores bactériennes), la plupart des virus (sauf certains virus non lipidiques) et certains champignons[3].

On distingue 3 types de désinfection

- Désinfection chimique ex:(Hypochlorite de sodium, Dioxyde de chlore).
- Désinfection physique ex:(par Micro-ondes, à La vapeur à haute température).
- Désinfection des déchets hospitaliers ex:(Incinération, Incinération du plasma, chimique et physique)[4].

Dans ce qui suit, on se focalise sur la désinfection des micro-organismes.

I.3. Les désinfectants

I.3.1. Définition

Un désinfectant est une substance utilisée pour détruire ou éliminer les micro-organismes, tels que les bactéries, les virus, les champignons et les spores, présents sur des surfaces inanimées. Les désinfectants sont utilisés dans divers contextes, tels que les hôpitaux, les laboratoires, les industries alimentaires, les établissements de restauration, les maisons et les espaces publics, pour prévenir la propagation des infections et maintenir des conditions sanitaires.

Les désinfectants peuvent agir de différentes manières, en altérant la structure des cellules micro-organismes, en perturbant leurs fonctions vitales ou en les dénaturant, ce qui entraîne leur destruction ou leur inactivation. Les désinfectants peuvent être appliqués par pulvérisation, essuyage, trempage ou par d'autres méthodes appropriées, en fonction de la surface à désinfecter et du type de micro-organismes ciblés[5].

On distingue 3 types de microorganismes:

1. **Bactéries :** Les bactéries sont des organismes unicellulaires qui font partie du règne des Monères. Elles sont présentes dans presque tous les habitats de la planète, y compris l'air,

l'eau, le sol et même à l'intérieur d'autres organismes. Les bactéries ont une structure cellulaire simple, dépourvue de noyau et d'organites membranaires. Elles se reproduisent par division cellulaire et peuvent avoir des formes variées, telles que les sphères (cocci), les bâtonnets (bacilles) ou les spirales. Certaines bactéries peuvent être bénéfiques pour l'homme, comme celles présentes dans notre système digestif, tandis que d'autres peuvent être pathogènes et provoquer des maladies[6].



Figure I.1. Les bactéries

2. **Champignons** : Les champignons sont des organismes eucaryotes qui appartiennent au règne des Fungi. Contrairement aux bactéries, les champignons sont généralement multicellulaires, bien qu'il existe également des formes unicellulaires, comme les levures. Les champignons ont une structure cellulaire complexe comprenant un noyau et des organites membranaires. Ils se reproduisent par la production de spores, qui peuvent être disséminées par le vent, les animaux ou d'autres vecteurs. Les champignons jouent un rôle essentiel dans les écosystèmes en décomposant la matière organique et en formant des associations symbiotiques avec d'autres organismes, comme les plantes[7].

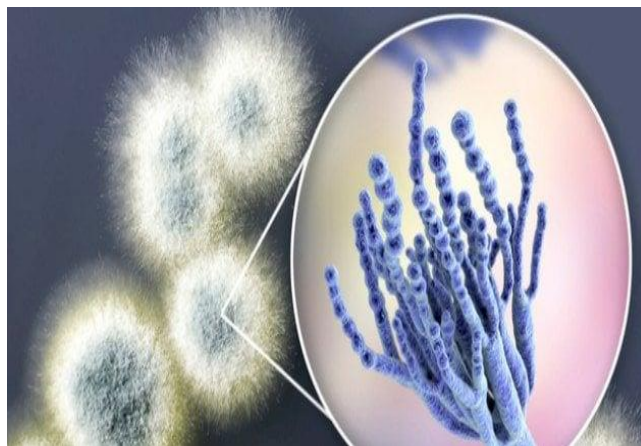


Figure I.2. Les champignons

3. **Virus** : Les virus sont des entités biologiques acellulaires, constituées d'un acide nucléique (ADN ou ARN) entouré d'une enveloppe protéique. Ils ne sont pas considérés comme des organismes vivants car ils ne peuvent pas se reproduire ou réaliser leur propre métabolisme en dehors d'une cellule hôte. Les virus se propagent en infectant des cellules hôtes et en utilisant leur machinerie cellulaire pour se répliquer. Ils peuvent infecter tous les types d'organismes vivants, y compris les bactéries, les plantes, les animaux et les humains, et peuvent causer des maladies allant du rhume commun à des infections plus graves comme le VIH ou la grippe[8].

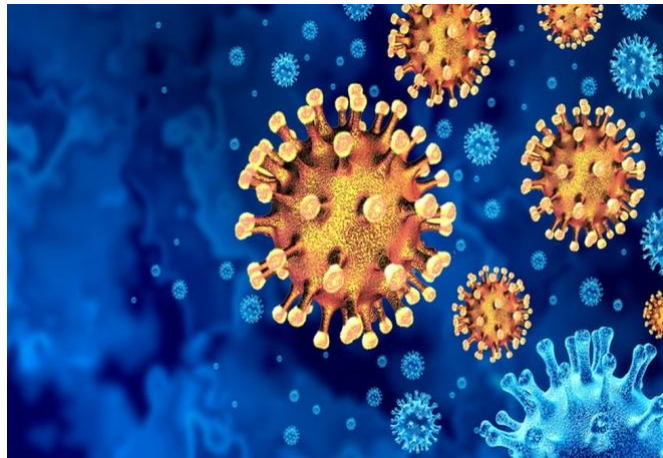


Figure I.3.Les virus

I.3.2. Types de désinfectants:

I.3.2.1.Halogénés à base de chlore

Le chlore est un gaz qu'on ne peut utiliser comme tel pour composer des désinfectants. Les chimistes ont trouvé le moyen de le mettre en solution en le faisant réagir avec des produits caustiques. Cette réaction donne la formation d'hypochlorite de sodium communément appelée eau de Javel. Initialement, le chlore, l'hypochlorite de sodium, en raison de son faible coût de production et de son efficacité désinfectante, est à la base de nombreux désinfectants.



Figure I.4. Désinfectant à lessive

a. Avantages

Les produits chlorés ne coûtent pas cher et possèdent un large spectre d'activités contre les microbes. Ils sont efficaces à basse température et, en général, ils ne laissent pas de résidus sur les surfaces. En raison de ces qualités intéressantes, l'industrie développe de nouvelles formes de produits chlorés qui pallient leurs inconvénients et principalement leur instabilité. Ces nouveaux produits, par contre, ont des coûts plus élevés.

b. Inconvénients

L'hypochlorite de sodium présente aussi certains inconvénients. Il se dégrade rapidement, surtout à la chaleur ou à la lumière. Il peut produire des odeurs irritantes pour le personnel et pour plusieurs patients. Le gaz dégagé, le chlore gazeux, peut causer une irritation des voies respiratoires, des crises d'asthme, de l'étouffement selon le degré d'exposition et la sensibilité de la personne exposée.

Un autre inconvénient de l'hypochlorite de sodium est l'absence d'un effet résiduel. Le produit n'ayant pas d'effet de rémanence, la surface désinfectée peut être contaminée quelques secondes plus tard [9].

I.3.2.2. Aldéhydes

Les principaux produits désinfectants qui font partie de cette catégorie sont : le formaldéhyde, le glutaraldéhyde et l'aldéhyde succinique.

En Amérique du Nord, on trouve de moins en moins de ces produits dans la composition des désinfectants utilisés pour la désinfection des locaux en raison principalement des vapeurs

irritantes et du potentiel toxique associés au produit. On peut citer en exemple le cas du formaldéhyde qui a été classifié, en juin 2004, comme « cancérigène certain » par le Centre international de la recherche sur le cancer (CIRC).

Jusqu'à présent, ce produit n'était considéré que comme « cancérigène probable ». Selon le CIRC, le formaldéhyde peut provoquer le cancer du rhinopharynx



Figure I.5.Désinfectant aldéhyde

a. Avantages

L'ensemble de ces produits est bactéricide à des concentrations élevées sur les bactéries. On leur attribue également des qualités de fongicide, de virucide, de mycobactéricide et de sporicide. Il est à noter que l'on utilise principalement le glutaraldéhyde pour la désinfection de certains équipements tels que les endoscopes.

b. Inconvénients

Ces produits sont instables en solution alcaline et n'ont pas de pouvoir de détergence. Ils ne sont pas efficaces sur des surfaces souillées. Ils détériorent les surfaces de plastique.

Le principal inconvénient associé à ces produits est la production de vapeurs irritantes pour les voies respiratoires ainsi que les risques de développer un cancer [9].

I.3.2.3. Alcools

Parmi les différents types d'alcools les plus utilisés, on trouve les molécules d'éthanol (alcool éthylique) et d'isopropanol (alcool isopropylique appelé alcool à friction). La formule de l'éthanol est la suivante : $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-OH}$.

La formule brute de l'alcool isopropylique est la suivante : C_3H_8OH



Figure I.6.Désinfectant alcoolique

a. Avantages

Les alcools sont actifs sur les bactéries Gram+ et Gram- et agissent rapidement (Environ 30 secondes). L'alcool est surtout utilisé en association avec d'autres Substances, comme les dérivés du phénol, ce qui permet d'en améliorer les capacités bactéricides.

b. Inconvénients

L'alcool est inefficace contre les spores, peu efficace sur les virus et s'évapore rapidement. Il est inactivé par les matières organiques et a tendance à faire coller les débris organiques (salive, sang, bactéries) sur les surfaces. Il ne possède pas d'effet de rémanence.

Du point de vue de la santé et de la sécurité des travailleurs, il possède un haut indice d'inflammabilité. Le contact répété ou prolongé assèche et dégraisse la peau, ce qui peut être la cause de gerçures. Le port des gants est requis[9].

I.3.2.4. Oxydants (H_2O_2)

Les produits oxydants à base d'oxygène possèdent des atomes qui travaillent généralement par paires. On parle alors de peroxyde, d'acide peracétique, peroxyphthalate ou perglutarique et de peroxymonosulfate, peroxydisulfate. Plus il comprend un nombre élevé de paires d'atomes d'oxygène, plus le produit est puissant et fortement chargé négativement (-).



Figure I.7.l'eau oxygéné

a. Avantages

Les produits à base de peroxyde d'hydrogène réagissent très rapidement avec la matière (de quelques secondes à quelques minutes, au plus) et endommagent peu les surfaces inanimées sauf les surfaces composées de fer qui sont facilement oxydables. En général, ils ne génèrent pas de résidus ou de gaz toxiques, sauf s'ils sont mélangés avec d'autres produits comme l'acide acétique (vinaigre) tels certains produits appelés acides peroxyacétiques.

b. Inconvénients

La présence d'oxygène peut provoquer la corrosion des surfaces de métal oxydables tel le fer (rouille). La quantité de fer dans une solution et le pH (principalement basique) influence significativement le pouvoir corrosif du peroxyde plus que sa concentration en elle-même. Une eau ferrugineuse peut donc influencer l'efficacité du pouvoir désinfectant du peroxyde.

La molécule de peroxyde d'hydrogène est fortement chargée électriquement. Cette caractéristique induit une mauvaise diffusion dans la membrane cellulaire[9].

I.3.2.5. Dérivés phénoliques

D'un point de vue chimique, un phénol se définit comme une molécule aromatique, possédant un groupe hydroxyle OH fixé sur un carbone d'un cycle benzénique.

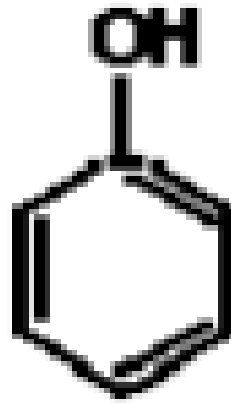


Figure I.8. Formule de Phénol

Une molécule de phénol peut servir de base à la création de divers désinfectants dont les phénols halogénés utilisés comme agents antimicrobiens, par exemple le chlorophénol.

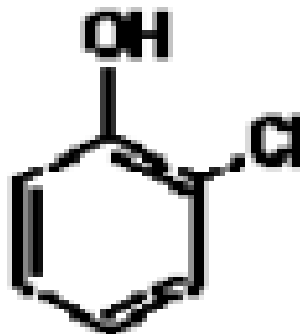


Figure I.9. Formule de Chlorophénol

Les composés phénoliques entrent dans la composition de nombreux savons et de nombreux produits détergents-désinfectants pour sols, surfaces et mobilier.



Figure I.10. Désinfectant phénolique

a. Avantages

Les effets des produits phénoliques sur les micro-organismes varient selon la nature des molécules qui sont associées au groupement phénol.

Les composés phénoliques possèdent une action bactéricide et fongicide. À faible concentration, ils sont bactériostatiques (0,2 %) et bactéricides à partir de 1 %. Les dérivés phénoliques dissous dans l'eau ont une excellente activité contre les mycobactéries et les virus.

b. Inconvénients

Ces produits sont inactivés par les détergents, les matières organiques et l'eau dure. En augmentant le pH de la solution, on augmente la solubilité mais leur activité se trouve réduite. De plus, ils sont incompatibles avec le fer, l'hypochlorite et les ammoniums quaternaires. À forte concentration, les phénols sont corrosifs pour les métaux et de nombreux matériaux. Ils sont absorbés par le caoutchouc, ce qui entraîne la dégradation progressive.

Les phénols représentent un risque important pour la santé[9].

I.3.2.6. Ammoniums quaternaires

On nomme ammoniums quaternaires les produits dont les molécules sont constituées d'un atome d'azote (N) auquel sont accrochés quatre groupes comportant entre 8 et 35 atomes de carbone. Le nom quaternaire provient du nombre de groupes (R) attachés à l'atome d'azote, soit quatre.



Figure I.11. Désinfectant d'ammoniums quaternaires

a. Avantages

Les ammoniums quaternaires sont leurs propres agents tensio-actifs ; donc ils possèdent leur propre action détergente. En les combinant avec des agents non ioniques, on obtient des produits très efficaces pour le nettoyage et la désinfection en une seule étape. Malgré un manque d'eau, ils demeurent sur les surfaces et y exercent une activité résiduelle qui peut durer plusieurs heures. Ils sont stables dans l'eau chaude.

b. Inconvénients

Un mélange d'au moins trois ammoniums quaternaires de qualités différentes est nécessaire pour obtenir un désinfectant à large spectre. Les ammoniums quaternaires perdent considérablement leur efficacité dans l'eau fortement minéralisée, dans l'eau froide et en présence de matières organiques. Les ammoniums quaternaires réagissent avec l'hypochlorite de sodium. Cette réaction entraîne la formation de chloramines qui sont irritantes pour les voies respiratoires. Ils diminuent également l'efficacité germicide de l'hypochlorite de sodium. De par leur composition, ils ont un effet relativement restreint sur les spores et les levures ainsi que sur les virus[9].

I.3.2.7. Les radicaux libres

Les radicaux libres (RL) sont des structures (atomes ou molécules) dont la configuration électronique est caractérisée par la présence d'un électron célibataire dans sa couche externe. Cette particularité leur confère une grande réactivité et les rend extrêmement instables. Pour abaisser son niveau d'énergie, l'atome cherchera à doubler cet électron. C'est en comblant sa dernière orbite qu'une molécule sera dite dans un état "réduit". C'est en arrachant un électron à une autre molécule que le radical libre "oxyde" cette molécule, ce qui en fait une molécule oxydante. Par conséquent, une molécule dite "antioxydant" aura la propriété de fournir ou de prendre cet électron célibataire tout en devenant un radical beaucoup moins réactif[10].

I.3.2.7.1 Effet des radicaux sur Les microorganismes

Les espèces réactives de l'oxygène peuvent endommager les cellules bactériennes de plusieurs façons. Ils peuvent provoquer la peroxydation des lipides, l'oxydation des protéines et des dommages à l'ADN. La peroxydation des lipides se produit lorsque les ROS réagissent avec les acides gras insaturés de la membrane bactérienne, ce qui entraîne une rupture de la membrane et une perte de son intégrité. L'oxydation des protéines se produit lorsque les ROS réagissent avec les résidus d'acides aminés des protéines, ce qui entraîne la dénaturation des protéines et la perte de leur fonction. Les dommages à l'ADN se produisent lorsque les ROS réagissent avec l'ADN, entraînant des mutations et des aberrations chromosomiques.

Les ROS peuvent également perturber le métabolisme énergétique bactérien en inhibant les enzymes impliquées dans la chaîne de transport d'électrons. Cela entraîne une diminution de la production d'ATP et une réduction des niveaux d'énergie cellulaire. Les ROS peuvent également perturber la signalisation cellulaire bactérienne en modifiant l'état d'oxydoréduction des molécules de signalisation, ce qui entraîne des changements dans l'expression des gènes et les réponses cellulaires[11].

Chapitre II

Les radicaux Sulfates

Chapitre II. Les radicaux sulfates

II.1. Introduction

Le radical sulfate $\text{SO}_4^{\bullet-}$ est un oxydant puissant qui peut oxyder potentiellement plusieurs contaminants des eaux. Son potentiel d'oxydoréduction élevé le positionne parmi les espèces les plus oxydantes, avec un potentiel d'oxydation proche de celui du radical hydroxyle $\bullet\text{OH}$. Avec un potentiel d'oxydoréduction du couple ($\text{SO}_4^{\bullet-}/\text{SO}_4^{2-}$) égal 2,41 V[12].

II.2. Production des radicaux sulfates

Le persulfate d'ammonium est un composé chimique composé d'ions ammonium (NH_4^+) et d'ions persulfate ($\text{S}_2\text{O}_8^{2-}$). Le persulfate d'ammonium est un puissant oxydant utilisé dans de nombreuses applications industrielles et chimiques.

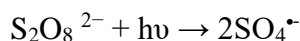
Le persulfate d'ammonium possède plusieurs propriétés importantes, notamment :

1. Effet oxydant : le persulfate d'ammonium agit comme un oxydant puissant dans de nombreuses réactions chimiques. Cet effet est leur capacité à transporter l'oxygène actif et à déplacer les électrons d'autres composés.
2. Solubilité : Le persulfate d'ammonium se dissout facilement dans l'eau, ce qui le rend utilisable dans de nombreuses applications aqueuses.
3. Stabilité chimique : Le persulfate d'ammonium a un haut niveau de stabilité chimique et il reste actif pendant longtemps lorsqu'il est stocké correctement.[13]

II.2.1. Activation du persulfate

II.2.1.1. Activation par la lumière

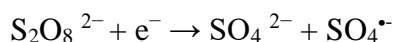
L'activation de persulfate peut se faire par photolyse pour donner des radicaux sulfates:



Le persulfate peut être activé par l'absorption des photons dont les longueurs d'ondes sont comprises entre 193 et 351 nm [14]. Le persulfate a un maximum d'absorption à 215 nm avec $\varepsilon = 220 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ [15]. Les valeurs des coefficients d'absorption molaire de la photolyse de persulfate par UV.

II.2.1.2. Activation par les électrons

Le persulfate peut être également activé par les électrons par la réaction suivante:



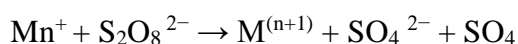
Ainsi, l'effet bénéfique de l'addition du persulfate dans le système UV/TiO₂ en réduisant la probabilité de la recombinaison des électrons photo générés avec les trous du semi-conducteur a été rapporté par plusieurs auteurs[14,16,17].

II.2.1.3. Activation par la chaleur

La chaleur peut également générer des radicaux sulfates à partir des ions persulfates par la rupture homolytique de la liaison O-O[18–21]. Cette liaison O-O, a une énergie de 120 à 140 kJ M⁻¹ [22,23]. L'activation thermique a lieu pour un intervalle de un intervalle de température compris entre 30 et 60 °C:

**II.2.1.4. Activation par les métaux de transition**

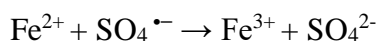
Les métaux de transition peuvent aussi initier la décomposition du persulfate grâce à une réaction de transfert d'un électron analogue à la réaction d'initiation de Fenton [24–26].



Le fer II (Fe²⁺) est le plus utilisé parmi les métaux de transition pour l'activation du persulfate. Ces réactions d'initiation entraînent la formation de radical sulfate[24,27–29]



La concentration de fer utilisée doit être bien optimisée car un excès de fer (II) peut provoquer la décomposition rapide du persulfate et, par conséquent, une perte de performance de l'oxydation[28,30,31]

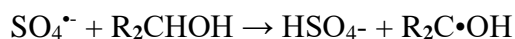
**II.2.2. Modes d'action du radical sulfate:**

Comme le radical hydroxyle, le radical sulfate peut réagir de trois façons :

1. Arrachement d'un atome d'hydrogène.
2. Addition sur double liaison.
3. Transfert d'électron.

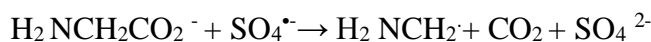
II.2.3. Réactivité de radical sulfate**II.2.3.1. Réactivité avec les composés aromatiques :**

Le radical SO₄^{•-}, comme HO[•], réagit très rapidement avec les composés aromatiques. Néanmoins, SO₄^{•-} présente une plus grande sélectivité, celui-ci étant plus sensible à la nature des substituant[32]. Le radical sulfate réagit avec les cycles aromatiques principalement par transfert d'un électron pour produire le radical cation[33,34].

II.2.3.2. Réactivité avec les alcools :**II.2.3.3. Réactivité avec les aminoacides**

L'oxydation des aminoacides étudiés produit beaucoup de CO₂, ce qui a été expliqué par la présence d'une réaction en chaîne[35].

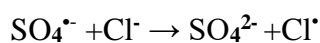
Décrit par les réactions suivantes:



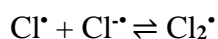
II.2.3.4. Réactivité avec les composés inorganiques :

a. Les anions:

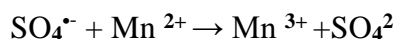
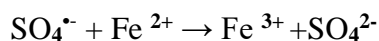
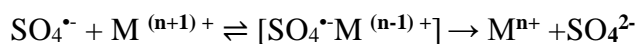
Le radical sulfate réagit avec les anions le plus souvent par transfert d'un électron; mais dans certains cas, il est possible que $\text{SO}_4^{\bullet-}$ s'additionne sur l'anion. Le radical sulfate peut être utilisé pour produire des radicaux à partir de nombreux anions inorganiques, notamment Cl^- . Alors que la réaction de $\cdot\text{OH}$ et Cl^- conduit au radical Cl^\cdot seulement en acide, $\text{SO}_4^{\bullet-}$ permet la formation de ce radical en toutes conditions[5,32].



Cette réaction est suivie par la réaction :



b. Les cations métalliques :



II.3. Propriétés anti microorganisme des radicaux sulfates

L'action du radical sulfate sur les virus s'effectue en déclenchant des processus d'oxydation qui endommagent la membrane cellulaire. Cela se fait en oxydant les acides gras insaturés présents dans la bicouche lipidique de la paroi cellulaire, en brisant les liaisons peptidiques et en oxydant les chaînes d'acides aminés[36].

Jusqu'à présent, tous les travaux concernant l'activité des radicaux sulfates ont été réalisés dans le cadre de la décontamination d'environnements pollués. (Traitement des eaux). Cependant, l'effet des radicaux sulfates sur les micro-organismes est beaucoup moins étudié que celui sur les polluants organiques[37].

La plupart des travaux réalisés sur l'effet des radicaux sulfates sur les micro-organismes ont été effectués dans le cadre de la désinfection des bactéries *E. coli* et *E. faecalis*. Ces bactéries sont souvent choisies comme micro-organismes modèles car elles sont largement utilisées comme indicateurs de la contamination fécale. Néanmoins, certaines bactéries telles que *S. aureus*, *B. mycoides*, *Enterococcus sp.* Et diverses espèces de champignons ont également été inactivées, mais seulement avec un effet mineur[38].

II.4. Les propriétés antivirales des métaux

Les métaux possèdent différentes propriétés antivirales qui peuvent contribuer à inhiber la propagation des virus. Certaines de ces propriétés sont :

1. **Activité antivirale directe** : Certains métaux tels que l'argent, le cuivre et le zinc ont montré une activité antivirale directe en perturbant la structure et la fonction des virus. Ils peuvent interférer avec la réplication virale, l'assemblage des particules virales et la libération des virus.
2. **Propriétés virucides** : Certains métaux peuvent agir comme des virucides en détruisant les virus présents sur les surfaces. Par exemple, l'argent et le cuivre ont des propriétés virucides et sont utilisés dans des revêtements antimicrobiens pour inhiber la transmission des virus.
3. **Activation du système immunitaire** : Certains métaux tels que le zinc jouent un rôle essentiel dans le fonctionnement du système immunitaire. Ils peuvent renforcer la réponse immunitaire de l'organisme contre les virus et aider à réduire la gravité de l'infection[39].

II.5. Pastilles anti microorganismes

Les pastilles anti-microorganismes sont des produits qui contiennent des substances destinées à inhiber la croissance ou à éliminer les microorganismes tels que les bactéries, les virus, les champignons ou les parasites. Ces pastilles peuvent être utilisées dans différents contextes, tels que l'hygiène personnelle, la désinfection des surfaces ou la purification de l'eau.

Il existe différentes formulations de pastilles anti-microorganismes, chacune ayant des ingrédients actifs spécifiques. Par exemple, certaines pastilles peuvent contenir des agents antibactériens tels que le chlore, l'iode ou l'argent colloïdal. D'autres peuvent contenir des antiviraux spécifiques ou des antifongiques.

L'utilisation de pastilles anti-microorganismes peut varier en fonction du produit et de son objectif. Par exemple, dans le contexte de l'hygiène personnelle, certaines pastilles peuvent être dissoutes dans l'eau pour obtenir une solution désinfectante utilisée pour se laver les mains ou pour nettoyer les surfaces[40].

PARTIE
EXPERIMENTALE
Chapitre III
MATERIEL ET METHODES

Chapitre III. Matériels et méthodes**III.1. Choix d'étude**

Le but de ce projet est d'étudier l'effet d'un mélange de produits chimiques sur les microorganismes. Donc il est dans notre objectif de tester plusieurs mélanges à pourcentage différent sur les microorganismes. Le manque de souches nous a obligés à diviser notre travail en deux parties. 1) étudier, tout d'abord, l'effet des mélanges sur le méthyle orange qui est détectable par l'UV-visible et un produit organique. Cette partie nous permet de connaître le rapport entre les constituants du mélange chimiques. 2) Tester les mélanges choisis sur des bactéries préparées auparavant au laboratoire de microbiologie.

III.2. Matériel**III.2.1. Techniques d'analyse:****III.2.1.1. Spectroscopie UV-Visible**

La spectroscopie UV-Visible repose sur l'interaction entre la lumière et la matière dans la plage du proche ultraviolet (UV) jusqu'au très proche infrarouge (IR), c'est-à-dire entre 180 et 800 nm. Cette partie du spectre fournit peu d'informations structurales, mais revêt une grande importance en termes d'analyse quantitative. Les calculs d'absorbance des composés dans les régions proche-UV et visible, en appliquant la loi de B er-Lambert, constituent la base de la m thode g n rale connue sous le nom de colorim trie pour tout spectre enregistr  dans la plage visible.



Figure III.1: Spectroscopie UV-Visible.

III.2.1.2. PH mètre:

Le pH-mètre est un appareil utilisé pour mesurer le degré d'acidité ou d'alcalinité des solutions. Il est généralement composé d'un capteur de pH en verre spécialement conçu pour mesurer le niveau des ions d'hydrogène dans la solution. Le signal électrique généré par le capteur est ensuite converti en une valeur de pH à l'aide de circuits électroniques internes.



Figure III.2: pH mètre

III.2.1.3. Autoclave:

Un autoclave est un appareil utilisé pour stériliser les outils et équipements médicaux, scientifiques, agricoles et autres matériaux qui doivent se débarrasser des germes et des microbes pathogènes. Cela se fait en exposant ces matériaux à des températures élevées et à une pression de vapeur d'eau saturée pendant une période de temps spécifique, ce qui tue les germes et les microbes qu'ils contiennent.



Figure III.3: Autoclave

III.2.1.4. Etuve:

L'étuve est un appareil utilisé en laboratoire ou dans l'industrie pour le séchage, la stérilisation ou l'incubation de divers échantillons ou produits. Il s'agit d'une enceinte ou d'une chambre équipée d'un système de chauffage et de contrôle de la température, permettant de maintenir des conditions spécifiques de chaleur et d'humidité à l'intérieur. L'étuve est utilisée pour accélérer les processus de séchage, favoriser la croissance de micro-organismes, ou assurer la stabilité et la conservation de certains produits.



Figure III.4: Etuve



Figure III.5 .Blance.



Figure III. 6.Tubes à essais.

III.3. Produits :

Dans ce projet nous avons utilisé des produits chimiques afin de réaliser l'étude de dégradation de la Méthyle orange:

Tableau (III.1.) .Les produits utilisés dans l'expérience

<i>produits</i>	<i>formule</i>
<i>Persulfate d'ammonium</i>	$(NH_4)_2S_2O_8$
<i>Méthyle orange</i>	$C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$
<i>Sulfate de fer</i>	$FeSO_4$
<i>Savon</i>	$C_nH_{2n+1}COONa$
<i>Bicarbonate de sodium</i>	$NaHCO_3$
<i>Acide sulfurique</i>	H_2SO_4
<i>La gélose de de Muller – Hinton</i>	
<i>Boillon nutritif</i>	

III.4. Les méthodes:

III.4.1.Préparation de la solution mère :

Au départ on prépare 1 litre de la solution mère de méthyle orange en pesant 20 mg de ce dernier. La quantité de méthyle orange est ensuite versée dans une fiole jaugée d'un litre, sous agitation magnétique avec l'eau distillé et sans chauffage pendant 1 heure. Le méthyle orange donne une couleur fluorescent rouge.

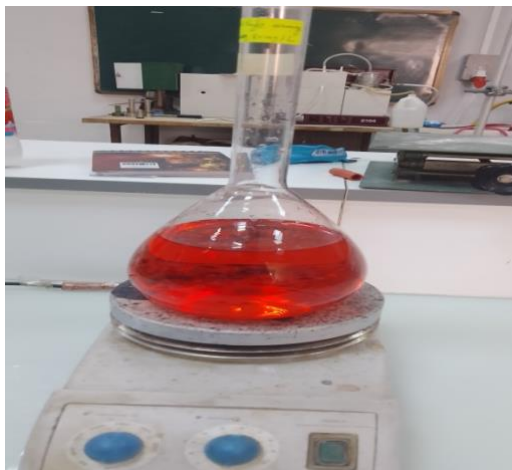


Figure III.7: Solution mère

III.4.2. Réalisation des courbes d'étalonnage :

Pour réaliser les courbes d'étalonnage nous procédons comme suite :

- La courbe d'étalonnage est effectuée à pH =3
- on prépare des concentrations déférentes de MO (5;10;15;20 mg/L) puis on mesure leurs absorbances.

c) Ensuite on détermine l'équation de la régression linéaire en traçant la courbe d'absorbance en fonction de la concentration de MO $A=f(C)$.

III.4.3. Le méthyle orange:

Le Méthyle orange est un colorant organique de la famille des azoïques, largement utilisé en chimie et en biologie pour la coloration et la détection de diverses substances. Il est souvent utilisé comme indicateur coloré dans les titrages acido-basiques, où il change de couleur en fonction du pH de la solution.

Le Méthyle orange se présente généralement sous la forme d'une poudre cristalline jaune à rouge. Il est soluble dans l'eau et dans l'éthanol, mais insoluble dans les solvants organiques non polaires tels que l'hexane.

Le nom "Méthyle orange" fait référence à la présence d'un groupe méthyle (-CH₃) et à sa teinte orange caractéristique. Sa formule chimique est généralement représentée comme C₁₄H₁₄N₃NaO₃S.

III.4.4. Méthode de dégradation de méthyle orange:

La dégradation de méthyle orange s'effectue, dans un bécher de 250 ml, le mélange a la température 25°C et pH=3, puis on ajoute la masse souhaitée du persulfate et agiter quelques secondes pour obtenir un mélange homogène. Le suivi de la concentration du MO est fait en fonction du temps, en mesurant son absorbance dans l'UV-visible

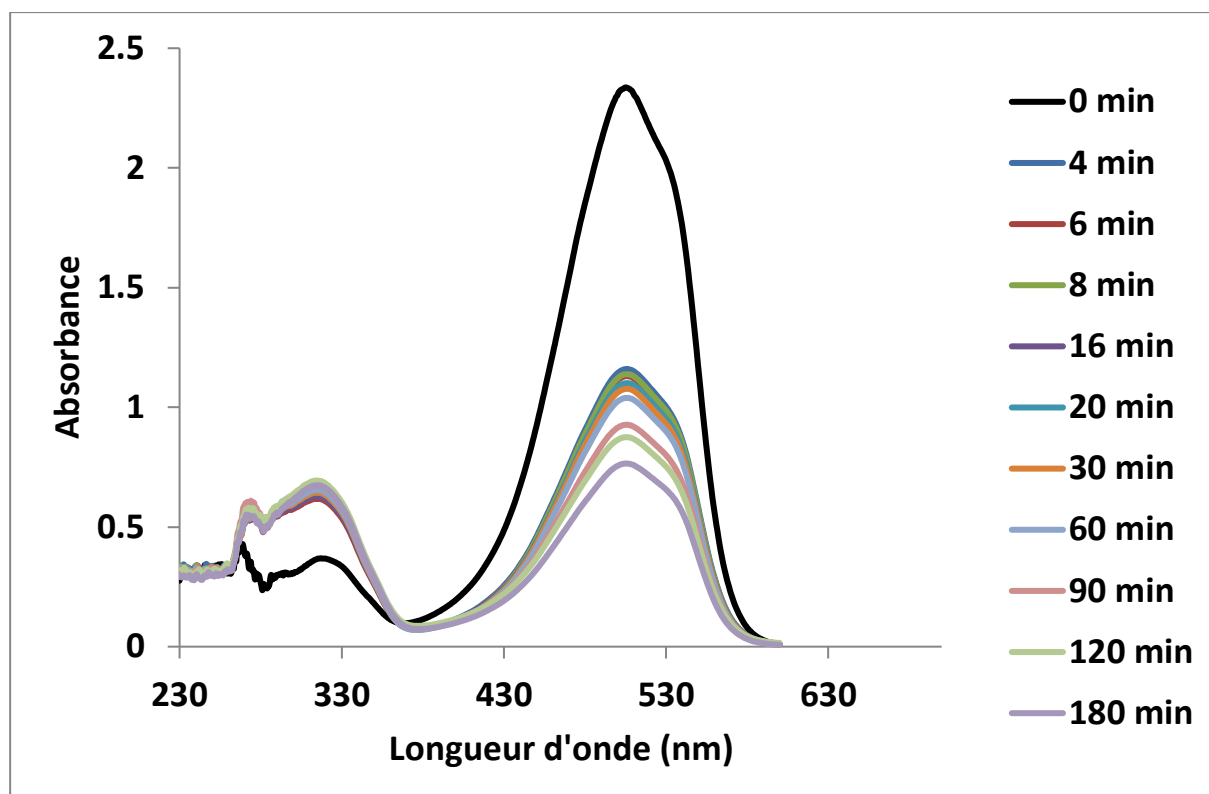


Figure III.8 Evolution du spectre du méthyle orange en présence du persulfate. Conditions initiales: PS= 1g/L, pH=3 et T=25 °C.

III.4.5. Méthodes d'évaluation de l'activité antibactérienne

Le test antibactérien a pour but de rechercher l'activité de radical sulfate sur les bactéries. Ce test est effectué selon la méthode de diffusion en puits en milieu Mueller - Hinton de Burt (2004).

Souches bactériennes testées : Pour mettre en évidence la capacité antibactérienne de radical sulfate, un total de 3 souches microbiennes ont été utilisées (2 bactérie à Gram- et 1 à Gram +) comme montré dans le tableau (III.2.)

III.2. Liste des bactéries testées

Type	Espèce	Famille
Bactéries à Gram négatif (-)	<i>Pseudomonas aeruginosa</i> <i>Escherichia coli</i>	<i>Pseudomonadaceae</i>
Bactéries à Gram positif (+)	<i>Staphylococcus aureus</i>	<i>Staphylococcaceae</i>

III.4.5.1. Préparation des bactéries

Les bactéries Une aliquote bactérienne (*Pseudomonas aeruginosa* et *Staphylococcus aureus*) a été mise en culture dans des tubes à essais contenant 5 ml de boillon nutritif, ces derniers ont été ensuite incubés à l'étuve pendant 17-24 heure à 37 °C.

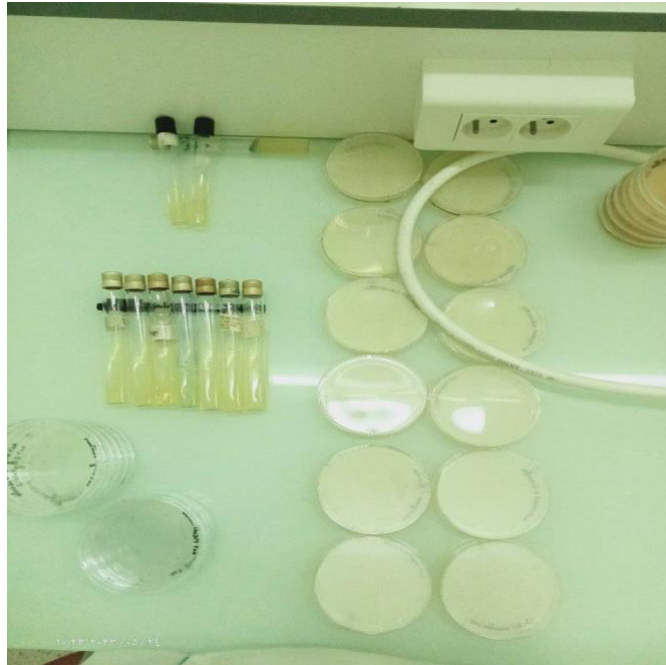


Figure III.9. Préparation des bactéries

III.4.5.2. Préparation des boîtes de Pétri

La gélose de Muller – Hinton stérile prête à l'usage a été coulée dans des boîtes de Pétri stériles à une épaisseur de 4-5mm répartie uniformément dans des boîtes. Ces derniers ont placé à côté du bec bunsen jusqu'à solidification de la gélose.



Figure III.10. Préparation des boîtes de Pétri

III.4.5.3. Ensemencement des souches

L'ensemencement a été effectué à l'aide d'une pipette Pasteur, à partir de quelques gouttes d'une suspension fraîchement préparée, puis le froter après l'avoir reprise sur la totalité de la surface gélosée de façon à former des stries.

III.4.5.4. Préparation des puits:

Après les bactéries uniformément réparties sur la gélose, des puits sont créés dans le gel à l'aide d'une pointe de pipette stérile. Les puits servent de réceptacles aux composés testés

III.4.5.5. Ajout des échantillons:

Des échantillons contenant le composé antibactérien à tester sont déposés dans les puits. Ces échantillons sont des solutions concentrées de persulfate d'ammonium seul et persulfate avec du sulfate de fer. Après l'incubation : Les boîtes ont été ensuite incubées pendant 17 à 24 heures à 37°C

Chapitre IV

RESULTATS ET

DISCUSSION

Chapitre IV. Résultats et discussion

IV.1. Spectre d'absorption de Méthyle orange:

Considérons l'expérience dont les résultats sont présentés sur la figure IV.1, dont l'absorbance d'une solution de Méthyle orange à pH acide a été mesurée dans le domaine spectral entre 200 et 800 nm ce qui a permis de déterminer une longueur d'absorbance maximale égale à 504 nm.

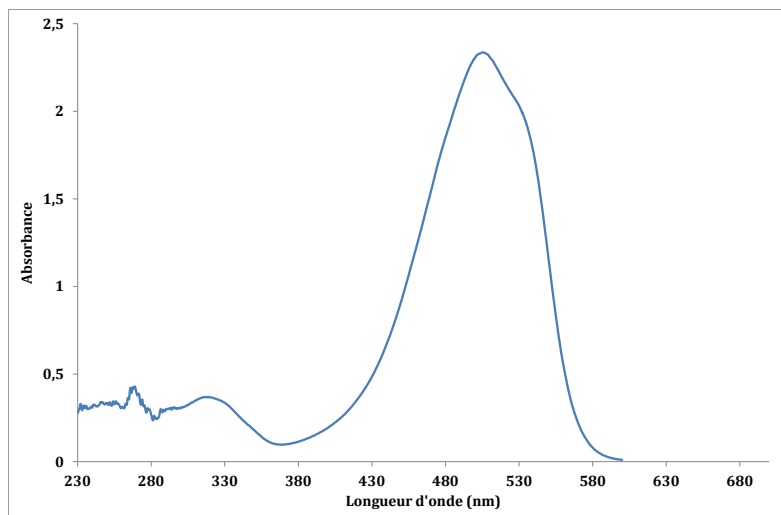


Figure IV.1. Spectre UV-visible de Méthyle orange à pH=3 et [MO]=20 mg/L.

IV.2. Droite d'étalonnage et coefficient d'extinction molaire :

Cette étude a été réalisée à pH=3, dont le but est de mesurer le coefficient d'extinction molaire de Méthyle orange pour chaque pH, et cela nous permet ultérieurement de déterminer la concentration de Méthyle orange dans le milieu réactionnel (Figure IV.2)

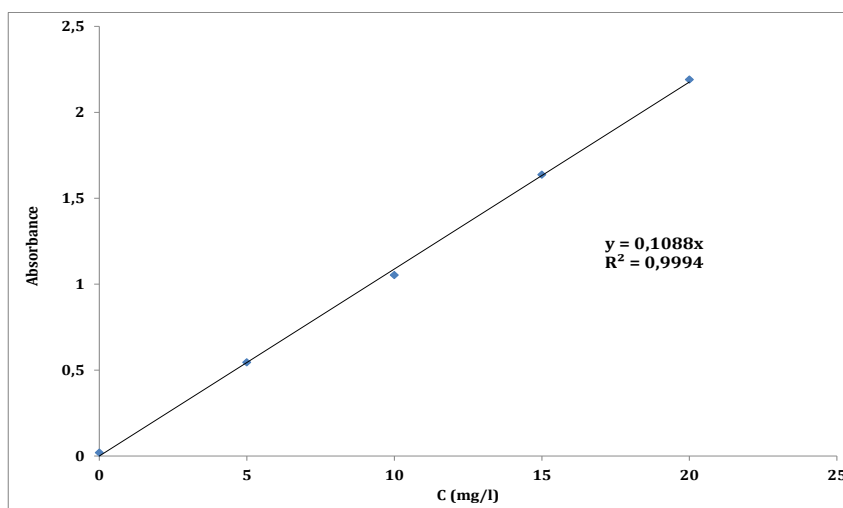


Figure IV.2. Droite d'étalonnage de Méthyle orange à 504 nm et [MO] = 0, 5, 10, 15 et 20mg/L. pH=3 et T=25 °C.

En partant de l'équation de B er-Lambert ($A=\epsilon LC$) et en traant la courbe de l'absorbance en fonction de la concentration de M thyle orange, on peut d terminer le coefficient d'extinction molaire de M thyle orange   pH=3 qu'est  gale   0,10 $\text{cm}^{-1}\text{mg}^{-1}\text{.L}$.

IV.3. Caract re oxydatif de l'ion persulfate

Comme nous l'avons mentionn  en bibliographie, la d gradation de M thyle orange consiste   m langer ce dernier avec le persulfate d'ammonium, toute en maintenant le m lange r actionnel sous un pH=3 et   une temp rature  gal   25  C. Dans cette  tude nous allons montrer le caract re oxydatif de l'ion persulfate en variant la concentration de cette derni re et en variant la concentration du m thyle orange. La figure IV.3 montre l' volution du spectre du m thyle orange en pr sence du persulfate.

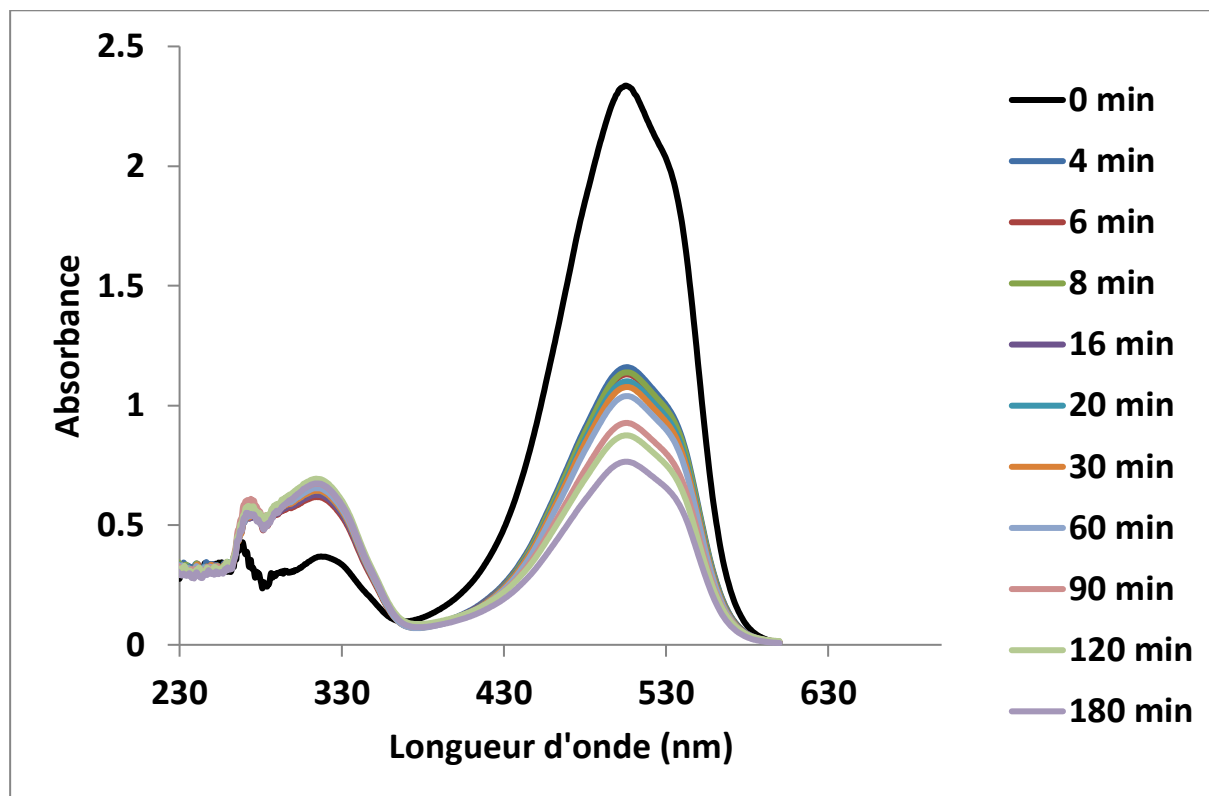


Figure IV.3. Evolution du spectre du m thyle orange en pr sence du persulfate. Conditions initiales: PS= 1g/L, pH=3 et T=25  C.

La figure IV.4 montre la cin tique de d gradation du MO pour deux quantit s diff rentes de ce dernier. Il est clair que plus la concentration du m thyle orange est  lev e moins le persulfate est efficace. Ce r sultat peut  tre extrapol  sur les microorganismes.

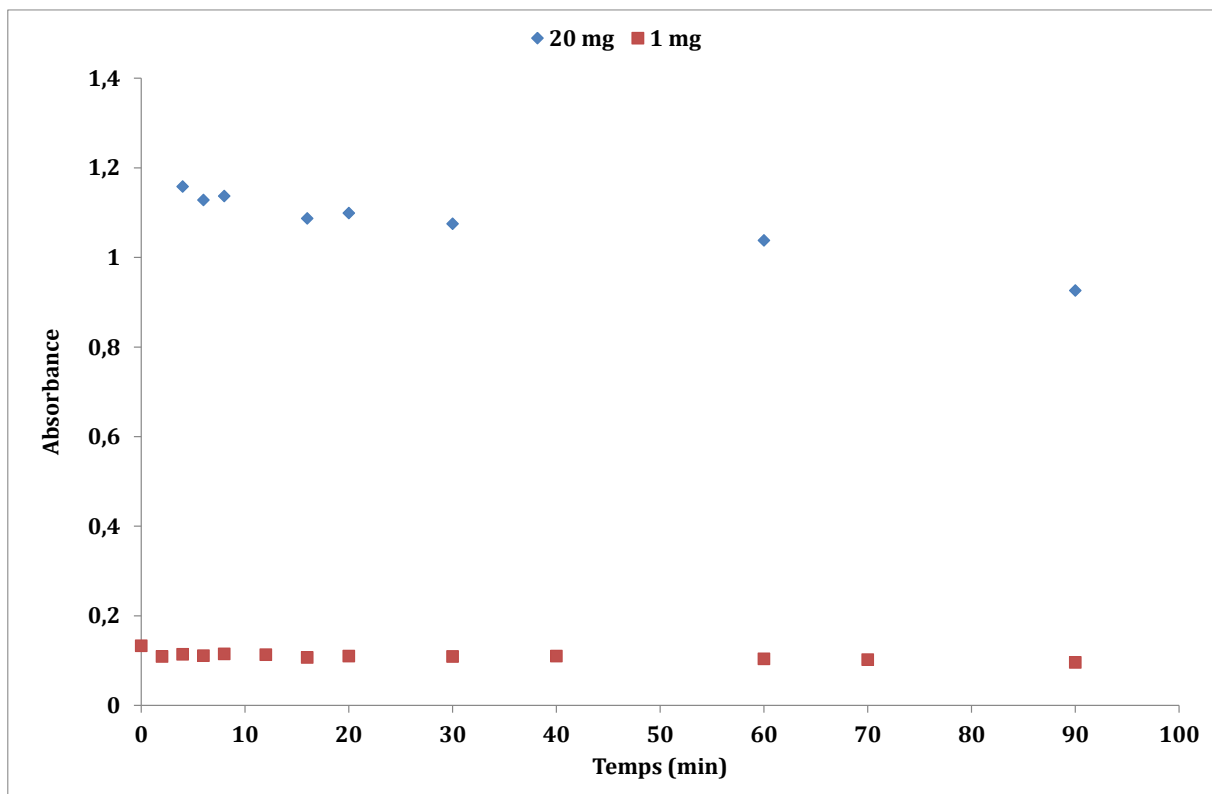
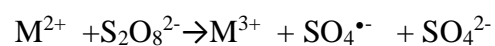


Figure IV.4. Effet de la concentration initiale de Méthyle orange sur l'efficacité de son élimination (les conditions initiales: PS= 1g/L, pH=3 et T=25 °C).

IV.4. Caractère oxydatif des radicaux sulfates

Comme indiqué dans la bibliographie, la présence des ions métalliques avec le persulfate, produit les radicaux sulfates qui accélèrent la cinétique de dégradation.



D'après la figure IV.5 on voit bien que l'ajout du fer au mélange réactionnel a amélioré nettement l'efficacité de décoloration du méthyle orange. Cela peut être expliqué par l'apparition des radicaux $SO_4^{\bullet-}$, liés à l'activation du persulfate par l'ion du Fe^{+2} .

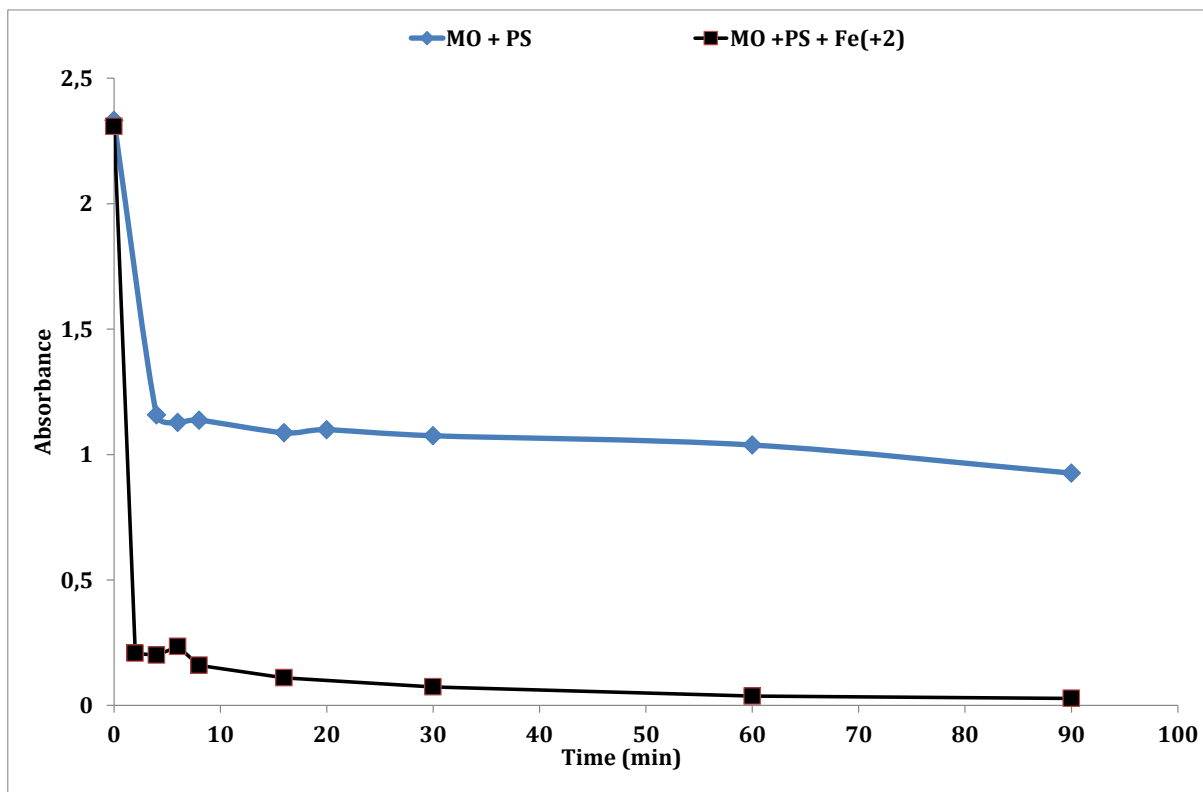


Figure IV.5. Effet de l'ajout des ions ferriques au mélange réactionnel sur l'efficacité de l'élimination du MO (conditions initiales: PS= 1g/L, pH=3 et T=25 °C).

IV.5. Fabrication des pastilles

L'étude précédente nous a permis de connaître approximativement le pourcentage massique entre les composés chimiques qui forment la matière active de notre pastille anti microorganisme (AM).

Comme indiqué dans la bibliographie, la pastille AM, se compose de la matière active qui réagit sur les microorganismes et la matière inerte qui rassemble ces composés chimiques sans réagir.

Dans un premier temps nous allons tester le savon de Marseille comme matière inerte, puis le bicarbonate de sodium sur l'élimination du MO. Dans les figures 6 et 8 des images des pastilles (1 cm de diamètre) à base de savon de Marseille et à base de bicarbonate. Les figures 7 et 9 montrent l'évolution du spectre UV-visible du MO, lorsqu'est mélangé avec les pastilles à base de savon de Marseille et au bicarbonate. Malheureusement, la matière inerte dans les deux pastilles a empêché la lecture du spectre du MO.

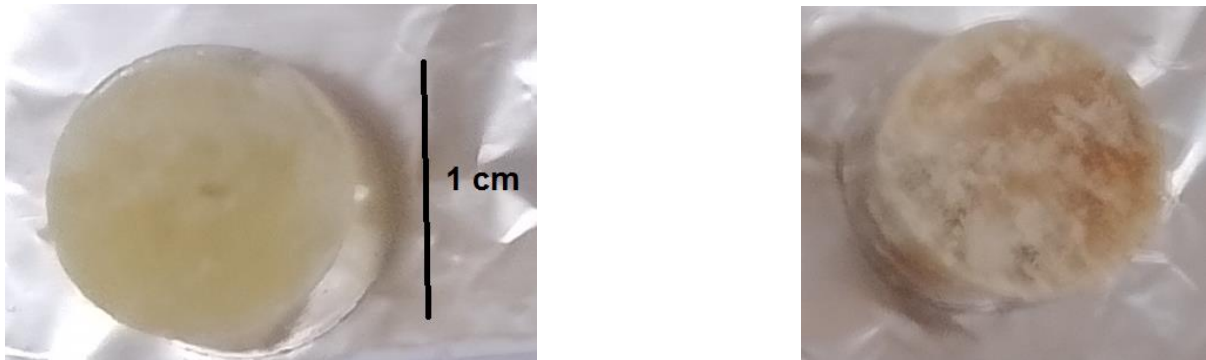


Figure IV.6. Une image de la pastille à base du savon de Marseille (0,2g Ps+1g savon+0.03g sulfate de fer)

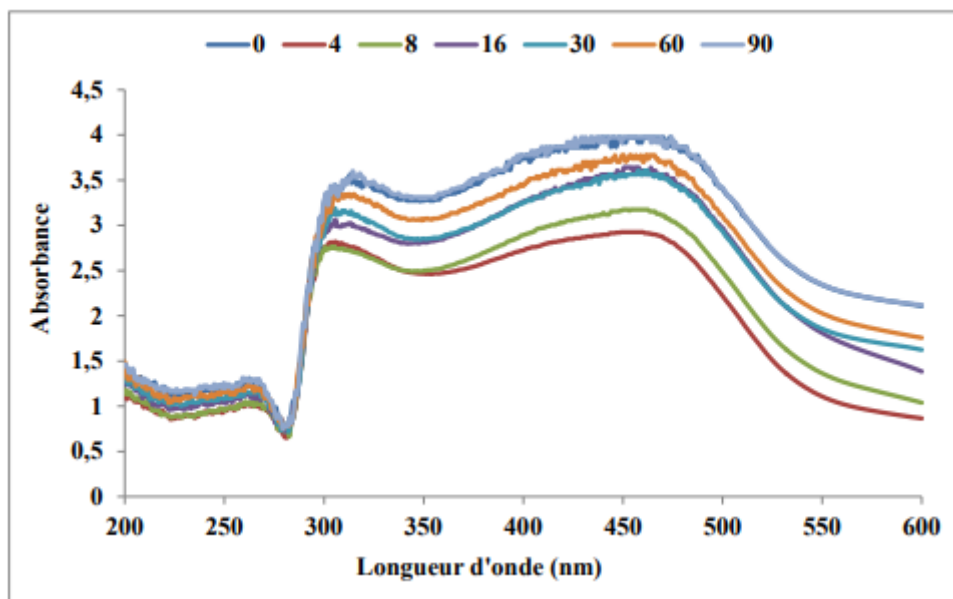


Figure IV.7. Spectre UV-Vis du MO avec la pastille ($[MO]=20$ mg/L)



Figure IV.8. Une image de la pastille à base du bicarbonate de sodium (1g Ps;0,2g bicarbonate de sodium;0,03g sulfate de fer)

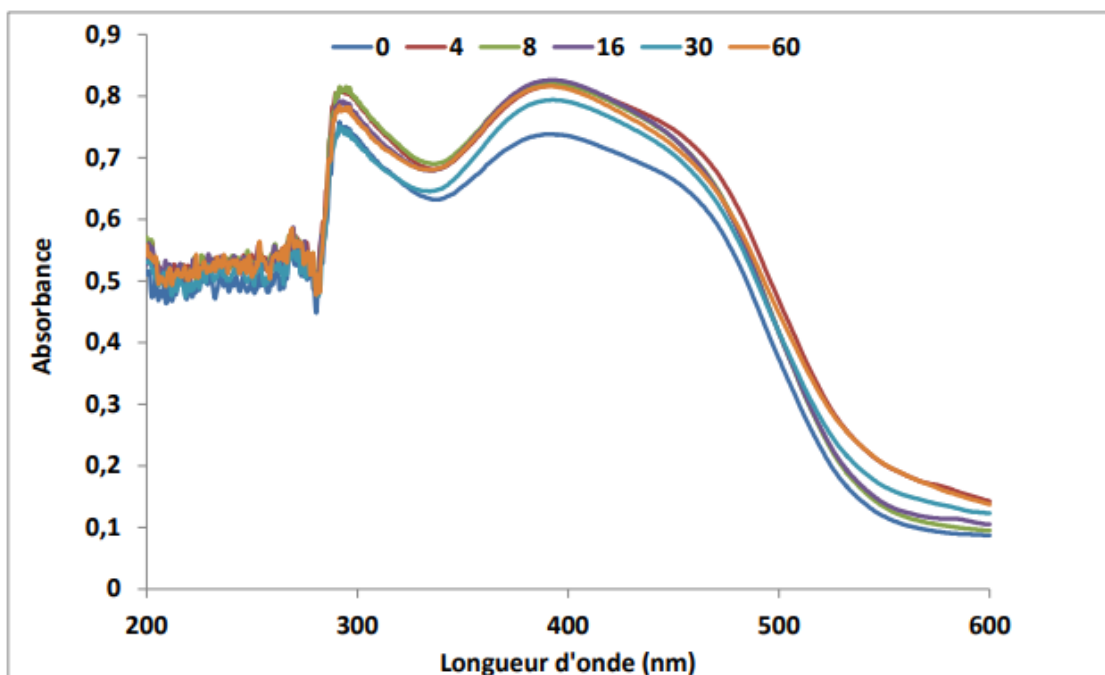


Figure IV.9. Spectre UV-Vis du MO avec la pastille ([MO]=20 mg/L)

IV.6. Test sur les microorganismes

La procédure telle qu'elle est décrite dans la partie expérimentale, exige l'utilisation des quantités trop faibles en volume de la matière active, pour cette raison nous sommes obligés de passer par la préparation de solutions de persulfate et de sulfate de fer chacune à part. Le volume à prendre de nos solutions mères ne dépasse pas 30 microlitre, cela nous conduit à préparer une solution de persulfate de concentration trop élevée jusqu'à 20 g/L. En revanche, au-delà des concentrations, nous risquons de précipiter le persulfate.

Pour cette raison, nous avons réalisé des tests de concentrations différentes de persulfate et de sulfate de fer sur trois bactéries. Nous avons conclu que plus la concentration du persulfate est élevée plus l'élimination des bactéries est efficace.

Expérience 01 (relativement réussie)

Les bactéries:

Staphylococcus aureus

Escherichia coli

Les concentrations des Ps et sulfate de fer

Ps=10g/L

Ps=5g/L

Ps=5g/L, FeSO₄ (7,5*10⁻⁵)

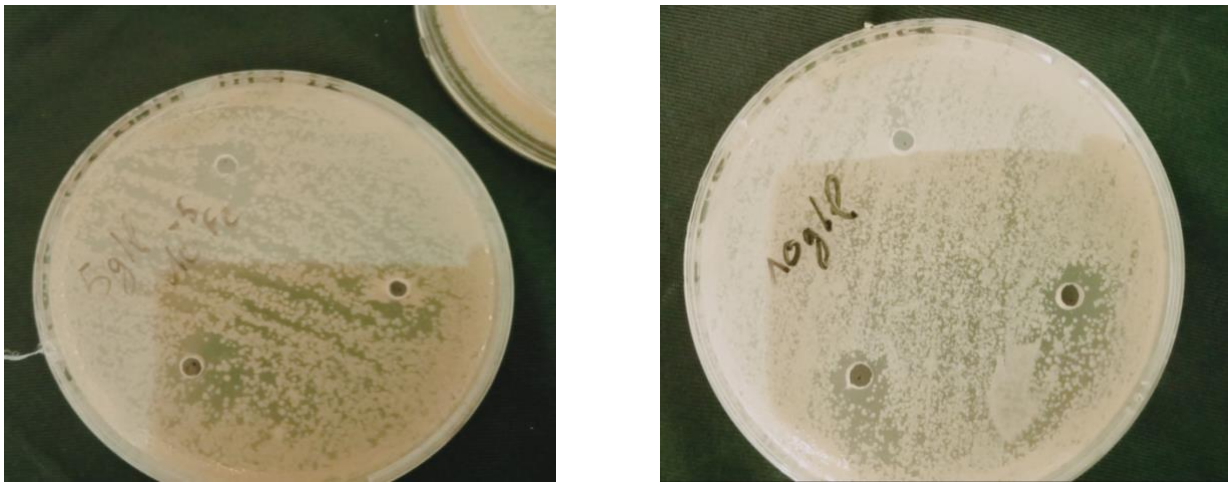


Figure IV.10 l'activité antibactérienne des solutions de Ps (5-10 g/L) et sulfate de fer (7,5*10⁻⁵ mol/L)

Expérience 02(infructueux)

Les bactéries:

Staphylococcus aureus

Escherichia coli

Les concentrations des Ps et sulfate de fer:

PS=10g/L

PS=10g/L, FeSO₄ (10⁻⁴mol/L)

PS=5g/L, FeSO₄ (5*10⁻⁴mol/L)

PS=5g/L, FeSO₄ (5*10⁻⁵mol/L)



Figure IV.11 l'activité antibactérienne des solutions de Ps (5;10 g/L) et sulfate de fer (10^{-4} ; $5 \cdot 10^{-4}$; $5 \cdot 10^{-5}$ mol/L).

Expérience 03 (relativement réussi)

Les bactéries:

Pseudomonas aeruginosa

Staphylococcus aureus

Les concentrations des Ps et sulfate de fer:

PS=20g/L, FeSO_4 (10^{-4} mol/L)

PS=20g/L, FeSO_4 (10^{-5} mol/L)

PS=20g/L

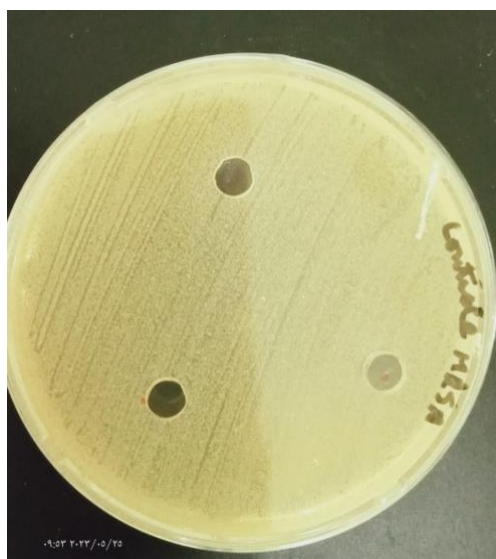


Figure IV.12 Témoin

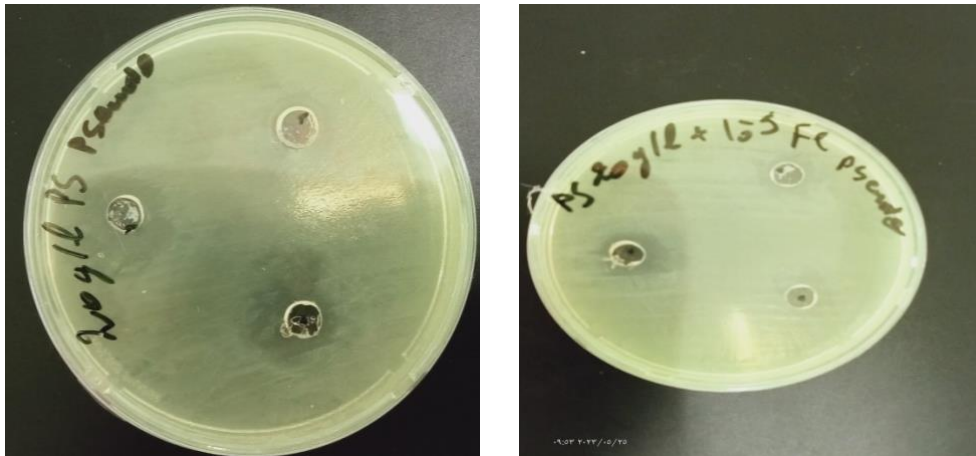


Figure IV.13: l'activité antibactérienne des solutions de PS (20g/L) et sulfate de fer (10^{-5} ; 10^{-4} mol/L)

CONCLUSION

Conclusion

La contamination par les microorganismes, est l'un des défis majeurs aux quels l'humanité est confrontée aujourd'hui. dans le but d'éliminer des microorganismes, nous avons réalisé des pastilles à cet effet. Ces pastilles se constituent de mélange de persulfate avec des métaux pour son activation et pour l'inactivation des microorganismes. Le résultat a montré que ces mélanges peuvent être réalisés, cependant le test sur les microorganismes a réussi partiellement. Nous avons remarqué que plus la concentration de PS est élevée plus l'élimination des microorganismes est efficace.

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

Références bibliographiques

- [1] D.J.W. William A, Rutala, Enfermedades infecciosas nuevas y emergentes (Ébola, coronavirus del síndrome respiratorio de Oriente Medio, enterobacterias resistentes a carbapenémicos , Candida auris): enfoque en la supervivencia ambiental y la susceptibilidad a los germicidas, *Am. J. Infect. Control.* (2017) 1–161. <https://doi.org/10.1016/j.ajic.2019.03.004>.
- [2] W.A. Rutala, D.J. Weber, Guideline for Disinfection and Sterilization of Prion-Contaminated Medical Instruments, *Infect. Control Hosp. Epidemiol.* 31 (2010) 107–117. <https://doi.org/10.1086/650197>.
- [3] D. Lichtenstein, M.J. Alfa, *Cleaning and Disinfecting Gastrointestinal Endoscopy Equipment*, Third Edit, Elsevier Inc., 2019. <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-41509-5.00004-9>.
- [4] J. Wang, J. Shen, D. Ye, X. Yan, Y. Zhang, W. Yang, X. Li, J. Wang, L. Zhang, L. Pan, Since January 2020 Elsevier has created a COVID-19 resource centre with free information in English and Mandarin on the novel coronavirus COVID- 19 . The COVID-19 resource centre is hosted on Elsevier Connect , the company ’ s public news and information , (2020).
- [5] R. Hazime, *Les espèces actives durant la dégradation photocatalytique: application aux pesticides*, (2012).
- [6] M.T. Madigan, J.M. Martinko, K.S. Bender, D.H. Buckley, D.A. Stahl, *Brock Biology of Microorganisms*, Igarss 2014, (2014).
- [7] C.J. Alexopoulos, C.W. Mims, M. Blackwell, *Introductory mycology.*, John Wiley and Sons, 1996.
- [8] N. CHAFFEY, Alberts, B., Johnson, A., Lewis, J., Raff, M., Roberts, K. and Walter, P. *Molecular biology of the cell.* 4th edn., *Ann. Bot.* 91 (2003) 401–401. <https://doi.org/10.1093/aob/mcg023>.
- [9] *Désinfectants et désinfection en hygiène et salubrité : principes fondamentaux*, n.d.
- [10] P. Hardy, *L’interaction*, (1999).
- [11] C. Andr, P. Manuel, F.J. Plou, *The Chemistry of Reactive Oxygen Species (ROS) Revisited : Outlining Their Role in Biological Macromolecules (DNA , Lipids and Proteins) and Induced Pathologies*, (2021).
- [12] R.E. Huie, C.L. Clifton, P. Neta, Electron transfer reaction rates and equilibria of the carbonate and sulfate radical anions, *Int. J. Radiat. Appl. Instrumentation. Part. 38* (1991) 477–481. [https://doi.org/10.1016/1359-0197\(91\)90065-A](https://doi.org/10.1016/1359-0197(91)90065-A).

- [13] D.R. Lide, 1,1-dichloroethane, (n.d.) 3-155,3-553.
- [14] R. Hazime, Q.H. Nguyen, C. Ferronato, A. Salvador, F. Jaber, J.-M. Chovelon, Comparative study of imazalil degradation in three systems: UV/TiO₂, UV/K₂S₂O₈ and UV/TiO₂/K₂S₂O₈, *Appl. Catal. B Environ.* 144 (2014) 286–291. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2013.07.001>.
- [15] K.L. Ivanov, E.M. Glebov, V.F. Plyusnin, Y.. Ivanov, V.P. Grivin, N.M. Bazhin, Laser flash photolysis of sodium persulfate in aqueous solution with additions of dimethylformamide, *J. Photochem. Photobiol. A Chem.* 133 (2000) 99–104. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S1010-6030\(00\)00218-5](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S1010-6030(00)00218-5).
- [16] S. Malato, J. Blanco, C. Richter, B. Braun, M.I. Maldonado, Enhancement of the rate of solar photocatalytic mineralization of organic pollutants by inorganic oxidizing species, *Appl. Catal. B Environ.* 17 (1998) 347–356. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0926-3373\(98\)00019-8](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0926-3373(98)00019-8).
- [17] S. Yamazaki, S. Matsunaga, K. Hori, Photocatalytic degradation of trichloroethylene in water using TiO₂ pellets, *Water Res.* 35 (2001) 1022–1028. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0043-1354\(00\)00347-X](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0043-1354(00)00347-X).
- [18] D.A. House, Kinetics and Mechanism of Oxidations by Peroxydisulfate, *Chem. Rev.* 62 (1962) 185.
- [19] M.A. Dahmani, K. Huang, G.E. Hoag, Sodium Persulfate Oxidation for the Remediation of Chlorinated Solvents (USEPA Superfund Innovative Technology Evaluation Program), *Water, Air, Soil Pollut. Focus.* 6 (2006) 127–141. <https://doi.org/10.1007/s11267-005-9002-5>.
- [20] R.J. Watts, A.L. Teel, Treatment of contaminated soils and groundwater using ISCO, *Pract. Period. Hazardous, Toxic, Radioact. Waste Manag.* 10 (2006) 2–9.
- [21] C. Liang, M.-C. Lai, Trichloroethylene degradation by zero valent iron activated persulfate oxidation, *Environ. Eng. Sci.* 25 (2008) 1071–1078.
- [22] I.M. Kolthoff, I.K. Miller, The Chemistry of Persulfate. I. The Kinetics and Mechanism of the Decomposition of the Persulfate Ion in Aqueous Medium¹, *J. Am. Chem. Soc.* 73 (1951) 3055–3059. <https://doi.org/10.1021/ja01151a024>.
- [23] S. Yang, X. Yang, X. Shao, R. Niu, L. Wang, Activated carbon catalyzed persulfate oxidation of Azo dye acid orange 7 at ambient temperature, *J. Hazard. Mater.* 186 (2011) 659–666. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2010.11.057>.
- [24] C. Liang, C.J. Bruell, M.C. Marley, K.L. Sperry, Persulfate Oxidation for In Situ Remediation of TCE. I. Activated by Ferrous Ion with and without a Persulfate-Thiosulfate Redox Couple, *Chemosphere.* 55 (2004) 1213.

- [25] K.-C. Huang, Z. Zhao, G.E. Hoag, A. Dahmani, P.A. Block, Degradation of volatile organic compounds with thermally activated persulfate oxidation, *Chemosphere*. 61 (2005) 551–560. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2005.02.032>.
- [26] R.J. Watts, A.L. Teel, Chemistry of modified Fenton's reagent (catalyzed H₂O₂ propagations–CHP) for in situ soil and groundwater remediation, *J. Environ. Eng.* 131 (2005) 612–622.
- [27] S.H. Liang, C.M. Kao, Y.C. Kuo, K.F. Chen, B.M. Yang, In situ oxidation of petroleum-hydrocarbon contaminated groundwater using passive ISCO system In situ oxidation of petroleum-hydrocarbon contaminated groundwater using passive ISCO system, *Water Res.* 45 (2011) 2496–2506. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2011.02.005>.
- [28] Y. Ji, C. Ferronato, A. Salvador, X. Yang, J.-M. Chovelon, Degradation of ciprofloxacin and sulfamethoxazole by ferrous-activated persulfate: Implications for remediation of groundwater contaminated by antibiotics, *Sci. Total Environ.* 472 (2014) 800–808. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2013.11.008>.
- [29] I. Epold, M. Trapido, N. Dulova, Degradation of levofloxacin in aqueous solutions by Fenton, ferrous ion-activated persulfate and combined Fenton/persulfate systems, *Chem. Eng. J.* 279 (2015) 452–462. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.cej.2015.05.054>.
- [30] A. Romero, A. Santos, F. Vicente, C. González, Diuron abatement using activated persulphate: Effect of pH, Fe(II) and oxidant dosage, *Chem. Eng. J.* 162 (2010) 257–265. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.cej.2010.05.044>.
- [31] L. Zhou, W. Zheng, Y. Ji, J. Zhang, C. Zeng, Y. Zhang, Q. Wang, X. Yang, Ferrous-activated persulfate oxidation of arsenic(III) and diuron in aquatic system, *J. Hazard. Mater.* 263 (2013) 422–430. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2013.09.056>.
- [32] T. Alkhuraiji, Ionisation par faisceau d'électrons de solutions aqueuses de benzènesulfonate et naphthalènesulfonate et sous-produits, (2013).
- [33] P. Neta, V. Madhavan, H. Zemel, R.W. Fessenden, Rate constants and mechanism of reaction of sulfate radical anion with aromatic compounds, *J. Am. Chem. Soc.* 99 (1977) 163–164. <https://doi.org/10.1021/ja00443a030>.
- [34] S. Steenken, P. O'Neill, D. Schulte-Frohlinde, Formation of radical zwitterions from methoxylated benzoic acids. 1. One electron oxidation by thallium(2+), silver(2+), and sulfate(1-) ions, *J. Phys. Chem.* 81 (1977) 26–30. <https://doi.org/10.1021/j100516a007>.
- [35] V. Madhavan, H. Levanon, P. Neta, Decarboxylation by SO₄^{•-} radicals, *Radiat. Res.* 76 (1978) 15–22.
- [36] B. Surowsky, A. Fröhling, N. Gottschalk, O. Schlüter, D. Knorr, Impact of cold plasma on *Citrobacter freundii* in apple juice: Inactivation kinetics and mechanisms, *Int. J. Food*

- Microbiol. 174 (2014) 63–71. <https://doi.org/10.1016/j.ijfoodmicro.2013.12.031>.
- [37] M. Marjanovic, S. Giannakis, D. Grandjean, L.F. de Alencastro, C. Pulgarin, Effect of MM Fe addition, mild heat and solar UV on sulfate radical-mediated inactivation of bacteria, viruses, and micropollutant degradation in water, *Water Res.* 140 (2018) 220–231. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2018.04.054>.
- [38] S. Guerra-Rodríguez, E. Rodríguez, D.N. Singh, J. Rodríguez-Chueca, Assessment of sulfate radical-based advanced oxidation processes for water and wastewater treatment: A review, *Water (Switzerland)*. 10 (2018). <https://doi.org/10.3390/w10121828>.
- [39] A.B.G. Lansdown, A review of the use of silver in wound care: facts and fallacies, *Br. J. Nurs.* 13 (2004) S6–S19.
- [40] C. Michel, S. Salvatico, H. Belkhef, L. Haddioui, C. Roques, Activité des pastilles Drill® sur les principaux micro-organismes impliqués dans les pathologies ORL, *Ann. Françaises d’Oto-Rhino-Laryngologie Pathol. Cervico-Faciale*. 130 (2013) 195–200. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.aforl.2013.02.001>.

ANNEXES

Annexes