

Synthèse biogénique des nanoparticules de ZnO-Ag à partir de l'extrait aqueux des feuilles de *Chromolaena odorata* (L.) R. M. King & H. Robinson (Asteraceae) et des précurseurs inorganiques.

Biogenic synthesis of ZnO-Ag nanoparticles from the aqueous extract of Chromolaena odorata (L.) R. M. King & H. Robinson (Asteraceae) leaves and inorganic precursors.

Trésor NDONGANZADI^{1,2*}, Jérémie MUSWEMA LUNGUYA¹, Joseph MALONGWE K'EKUBONI¹, Pierre LOHOHOLA OSOMBA¹, Omer MVELE MUAMBA¹, Denis MUSENGELE BILASI^{1,2}, Perbon MUKIATOM³, Pascal DISA-DISA MAYINZA¹, Gracié EKOKO BAKAMBO¹

¹Mention Chimie et Industries, Université de Kinshasa, République Démocratique du Congo

²Mention Chimie-physique, Institut Supérieur Pédagogique de Kikwit, République Démocratique du Congo

³Mention Pédiatrie, Institut Supérieur des Techniques Médicales de Kikwit, République Démocratique du Congo

RESUME:

Dans la présente étude, des nanoparticules de ZnO pures et dopées à l'argent (ZnO-Ag) ont été synthétisées par une méthode verte utilisant l'extrait aqueux de *Chromolaena odorata* comme agent réducteur et stabilisant et des précurseurs inorganiques. Quatre concentrations de dopant (argent) ont été étudiées : 0,0 %, 0,25 %, 0,5 % et 0,75 %. Les nanoparticules biosynthétisées ont été caractérisées par spectroscopie diffraction des rayons X (XRD), UV-Visible, spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), microscopie électronique (SEM/TEM) et analyse EDX. Les résultats de la DRX ont confirmé la présence de ZnO de structure hexagonale wurtzite et d'un pic de faible intensité correspondant à l'argent de structure FCC pour les nanoparticules dopées. Les clichés MEB et MET indiquent que ces nanoparticules sont de forme sphérique avec une bonne dispersion des particules. La spectroscopie FTIR a également confirmé la présence de ZnO dans toutes les poudres synthétisées grâce à la présence de la bande localisée entre 800-450 cm⁻¹, qui est caractéristique des liaisons (Zn-O) dans ZnO. Les spectres EDS obtenus ont confirmé la présence de ZnO pur ou dopé par l'illustration des pics relatifs au zinc, oxygène et argent. Tous échantillons préparés absorbent dans la région des UV avec un décalage du bord d'absorption vers les longueurs d'ondes plus élevées pour les poudres dopées. Ces résultats mettent en évidence l'influence significative du dopage à l'argent sur les propriétés optiques, structurales et morphologiques de ZnO.

Mots clés : Synthèse verte, ZnO-Ag, dopage à l'argent, *Chromolaena odorata*, nanoparticules.

ABSTRACT :

In this study, pure and silver-doped (ZnO-Ag) ZnO nanoparticles were synthesised using a green method involving aqueous extract of *Chromolaena odorata* as a reducing and stabilising agent and inorganic precursors. Four dopant (silver) concentrations were studied: 0.0%, 0.25%, 0.5% and 0.75%. The biosynthesised nanoparticles were characterised by X-ray diffraction (XRD) spectroscopy, UV-Visible spectroscopy, Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), electron microscopy (SEM/TEM) and EDX analysis. The XRD results confirmed the presence of hexagonal wurtzite ZnO and a low-intensity peak corresponding to FCC silver for the doped nanoparticles. SEM and TEM images indicate that these nanoparticles are spherical in shape with good particle dispersion. FTIR spectroscopy also confirmed the presence of ZnO in all synthesised powders due to the presence of the band located between 800-450 cm⁻¹, which is characteristic of (Zn-O) bonds in ZnO. The EDS spectra obtained confirmed the presence of pure or doped ZnO by illustrating the peaks related to zinc, oxygen and silver. All prepared samples absorb in the UV region with a shift of the absorption edge towards higher wavelengths for doped powders. These results highlight the significant influence of silver doping on the optical, structural and morphological properties of ZnO.

Keywords : Green synthesis, ZnO-Ag, silver doping, *Chromolaena odorata*, nanoparticles.

*Adresse des Auteur(s)

Trésor NDONGANZADI, Mention Chimie et Industries, Université de Kinshasa & Mention Chimie-physique, Institut Supérieur Pédagogique de Kikwit, République Démocratique du Congo ;

E-mail : ndonganzaditr@gmail.com

Tél : +243 820058111 ;

Jérémie MUSWEMA LUNGUYA, Mention Chimie et Industries, Université de Kinshasa, République Démocratique du Congo ;

Joseph MALONGWE K'EKUBONI, Mention Chimie et Industries, Université de Kinshasa, République Démocratique du Congo ;

Pierre LOHOHOLA OSOMBA, Mention Chimie et Industries, Université de Kinshasa, République Démocratique du Congo ;

Omer MVELE MUAMBA, Mention Chimie et Industries, Université de Kinshasa, République Démocratique du Congo ;

Denis MUSENGELE BILASI, Mention Chimie et Industries, Université de Kinshasa & Mention Chimie-physique, Institut Supérieur Pédagogique de Kikwit, République Démocratique du Congo ;

Perbon MUKIATOM, Mention Pédiatrie, Institut Supérieur des Techniques Médicales de Kikwit, République Démocratique du Congo ;

Pascal DISA-DISA MAYINZA, Mention Chimie et Industries, Université de Kinshasa, République Démocratique du Congo ;

Gracié EKOKO BAKAMBO, Mention Chimie et Industries, Université de Kinshasa, République Démocratique du Congo ;

I. INTRODUCTION

Les nanoparticules d'oxyde de zinc (ZnO-Nps) et celles principalement à base de ZnO sont trop attrayantes parmi les autres oxydes métalliques à cause de leur stabilité thermodynamique [1,2] et de leurs propriétés magnétiques, photocatalytiques, antibactériennes et protectrices contre les ultraviolets [3].

L'oxyde de zinc (ZnO), un semi-conducteur à large bande interdite (3,37 eV) [4] a une durée de vie courte dans l'organisme (quelques heures seulement) [5] et a été classé

comme matériau non toxique selon le « *Food and Drug Administration* » des États-Unis d'Amérique (21CFR182.8991) (FDA, 2011) [6]. Cependant, son efficacité peut être limitée par la recombinaison rapide des paires électron-trou. C'est ainsi que le dopage du ZnO par des métaux nobles constitue une alternative efficace pour améliorer ses performances [7,8]. L'argent (Ag) est l'option la plus considérée dans la sélection du dopant en raison de son excellente stabilité chimique et de ses propriétés photocatalytiques et biologiques connues depuis les siècles [9,10]. Ainsi, le dopage de ZnO-Nps par les atomes d'argent (Ag) favorise la formation d'espèces réactives de l'oxygène (ROS) et l'efficacité de la séparation électron-trou (e^-/h^+) [11] qui entraînent une augmentation de ses propriétés [12].

Beaucoup de chercheurs ont inséré l'Ag dans le réseau de ZnO, mais à de grandes concentrations en Ag (>1 %) [3-15]. Compte tenu de la taille de ces deux cations, ce remplacement pouvait provoquer la distorsion ou la déformation du réseau avec obtention de deux phases cristallographiques (ZnO et Ag₂O). Pour éviter cette distorsion du réseau avec formation d'une seule phase où le dopant serait en position interstitielle dans le réseau de ZnO, il a été pensé, dans ce travail, à utiliser des concentrations (inférieures à 1%) et vérifier si les propriétés de nouveaux semi-conducteurs dopés (extrinsèques) Ag-ZnO seraient améliorées. C'est ainsi que le dopage du ZnO a été fait par Ag 0,25 %, 0,5 % et 0,75%.

Il existe plusieurs méthodes de synthèse des nanoparticules [15-18]. Cependant, ces méthodes chimiques et physiques sont consommatrices d'énergie, chronophages, laborieuses, toxiques, nocives pour l'environnement et ont un coût élevé de production [19-20].

La synthèse de synthèse verte des nanoparticules, utilisant des extraits végétaux, s'impose comme une alternative écologique à ces méthodes physiques et chimiques conventionnelles [21]. *Chromolaena odorata* (Asteraceae) est une plante invasive et abondante, riche en composés phytochimiques (flavonoïdes, polyphénols, saponines, tanins, alcaloïdes) capables de réduire et de stabiliser les ions métalliques dans la synthèse de nanoparticules.

En effet, les extraits de différentes parties de *Chromolaena odorata* ont déjà été utilisés dans la synthèse de ZnO [22-24]. Cependant, à notre connaissance, l'évaluation du potentiel de l'extrait aqueux des feuilles de *Chromolaena odorata* à participer dans la synthèse de nanoparticules d'oxyde de zinc dopées avec les ions d'argent n'a pas encore été signalée dans la littérature à ce jour.

Le présent travail vise ainsi à étudier l'effet de différentes concentrations de dopant Ag (0,0 %, 0,25 %, 0,5 % et 0,75 %) sur les propriétés des nanoparticules de ZnO synthétisées par voie biogénique.

II. MATERIEL ET METHODES

II.1. Matériel

II.1.1. Matériel végétal

Les feuilles fraîches de *Chromolaena odorata* (L.) ont été récoltées au campus de l'Institut Supérieur Pédagogique de Kikwit en République Démocratique du Congo (05°02' 194" S et 018°49'376" E) et ont été identifiées par comparaison avec les spécimens disponibles à l'hebdomadaire de l'Institut National d'Étude et de Recherche Agronomique (INERA) de Kiyaka. Ces feuilles ont été lavées à l'eau distillée, séchées à l'air libre, à l'abri du soleil et à la température ambiante pendant 15 jours puis broyées. La poudre fine obtenue a été conservée dans un récipient en verre.

II.1.2. Produits chimiques

Les sels précurseurs inorganiques dont Zn(NO₃)₂.6H₂O et AgNO₃ et de l'eau bidistillée ont été fournis par Aldrich Chemicals. Ces produits étaient de hautes puretés (99,9 %) et ont été utilisés sans autre forme de purification.

II.2. Méthodes

II.2.1. Préparation de l'extrait aqueux pour la biosynthèse de nanoparticules

L'extrait aqueux a été préparé en mélangeant sous agitation magnétique la poudre de feuilles de *Chromolaena odorata* avec de l'eau bidistillée dans un rapport de 1/10. Le mélange ainsi obtenu a été chauffé pendant une heure à 80 °C. Après refroidissement, il a été filtré d'abord avec de l'ouate, puis à l'aide d'un papier filtre. Le filtrat obtenu a été conservé à 4 °C au réfrigérateur.

II.2.2. Biosynthèse des nanoparticules

6 g de Zn(NO₃)₂.6H₂O ont été ajoutés à 180 mL d'extrait de feuilles de *Chromolaena odorata* (L) sous agitation vigoureuse. La réaction s'est poursuivie pendant 2 h sous agitation constante à une température de 70 °C. Afin d'éviter une réaction chimique photoinduite, la solution a été recouverte d'une feuille d'aluminium et conservée dans l'obscurité pendant 18 h. La solution obtenue a été centrifugée et la pâte a été purifiée en la lavant trois fois avec de l'eau bidistillée avant d'être séchée au four pendant 10 h à une température de 110 °C, puis calcinée à 500 °C pendant 2

h pour obtenir des cristaux de ZnO-NPs [24]. La même procédure a été suivie pour synthétiser les nanoparticules de ZnO dopées à l'argent. Seulement, la masse 0,25 ; 0,5 et 0,75 % d'argent (AgNO_3) en poids de la masse de nitrate de zinc étaient ajoutés simultanément avec le $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Les nanoparticules ainsi obtenues ont été stockées dans des récipients hermétiques pour leur caractérisation.

II.2.3. Caractérisation des nanoparticules préparées

La nature cristalline et l'identification de phases de nanoparticules synthétisées ont été réalisées à l'aide d'un diffractomètre des rayons X, modèle D/MAX-2550 X-ray (raie Cu-K_α de $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$) avec un filtre en nickel.

La spectroscopie infra-rouge à transformée de Fourier (FTIR) a permis d'obtenir des informations sur les groupements fonctionnels des nanopoudres préparées à partir des modes de vibration des liaisons dans l'oxyde de zinc. L'enregistrement des bandes a été réalisé à l'aide d'un spectrophotomètre infrarouge à transformée de Fourier (Bruker Optic GmbH 2011) dans la gamme spectrale de 400 à 4000 cm^{-1} .

La morphologie et la taille des nanopoudres ont été déterminées par microscopie électronique à balayage (MEB ; Hitachi 3000) et transmission (MET; Hitachi H-800).

L'absorbance a été enregistrée à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible Jenway dans une gamme de 200 à 800 nm.

III. RESULTATS ET DISCUSSION

III.1. Caractérisation structural par diffraction de rayons X (DRX)

En observant le diffractogramme des rayons X des poudres biosynthétisées (figure 1), une série des pics d'intensités différentes localisés à des positions angulaires 2 θ d'environ 32° , $34,7^\circ$, $36,5^\circ$, $47,8^\circ$ et $56,8^\circ$ correspondant respectivement aux plans de réflexion (100), (002), (101), (102) et (110) sont caractéristiques de la structure hexagonale wurtzite de ZnO (JCDS N°89-0510) [25,26]. La présence d'un pic supplémentaire de faible intensité à l'angle $38,5^\circ$ correspond au plan (111) d'Ag de structure FCC (JCDS N° 84-1108) [27]. Les tailles de cristallites préparées ont été estimées en utilisant la formule de Scherrer

$$D = \frac{0,92 \times \lambda}{\beta \times \cos \theta}$$

où 0,92 est une constante, λ est la longueur d'onde de rayons X utilisés et β est la largeur à mi-hauteur du pic de diffraction

de grande intensité, soit (101), enfin, et θ représente l'angle de diffraction.

Il ressort de ces résultats que les poudres préparées sont nanométriques ayant 24 nm, 25 nm, 29 nm et 33 nm de diamètres moyens calculés respectivement pour des poudres synthétisées avec 0,0 %; 0,25 %; 0,5 % et 0,75 % Ag. La taille des cristallites est proportionnelle au pourcentage du dopant dans le réseau cristallin de ZnO et ceci est une indication de la croissance de ces cristallites de ZnO dopés et peut se justifier par le fait que Ag (Rayon = $1,26 \text{ \AA}$) substitue le Zn (Rayon = $0,74 \text{ \AA}$). Aucun déplacement des pics de ZnO n'a été observé, confirmant une ségrégation des *nanoclusters* d'argent dans les joints de ZnO [27].

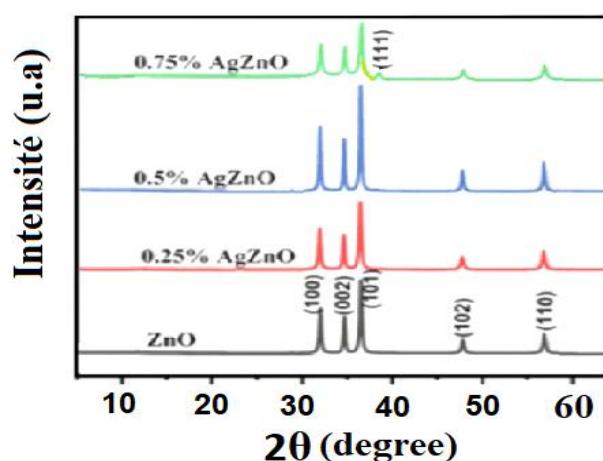


Figure 1. Diffractogramme RX de nanopoudres de ZnO pures et dopées à l'argent préparées avec les feuilles de *Chromolaena odorata*

III.2. Caractérisation structurale par spectroscopie infra-rouge à transformée de Fourier (FTIR)

Les groupements fonctionnels qui constituent les poudres de nanoparticules synthétisées ont été caractérisées par spectroscopie infra-rouge à transformée de Fourier (FTIR) sur une gamme de 400 à 4000 cm^{-1} et les résultats sont donnés à la figure 2.

Il s'en dégage la bande d'absorption localisée entre 450 et 500 cm^{-1} , caractéristique des liaisons (Zn–O) dans l'oxyde de zinc. Ceci constitue une preuve plausible de l'obtention de l'oxyde de zinc [23,28]. La petite bande aux environs de 600 cm^{-1} est attribuée à la liaison Ag-Zn-O [29]. La bande observée entre 1250 et 975 cm^{-1} est caractéristique des groupements (C–O) des alcools (polyphénols). La présence des polyphénols pourrait s'expliquer par la présence d'une couche de composés organiques à la surface de ZnO après calcination. Ceci est une preuve de la participation des biomolécules (présentes dans les extraits des feuilles) à la

formation et la stabilisation de ces nanoparticules. La bande située à environ 1300 cm^{-1} serait due à la présence des molécules d'eau adsorbées à la surface de ZnO [30].

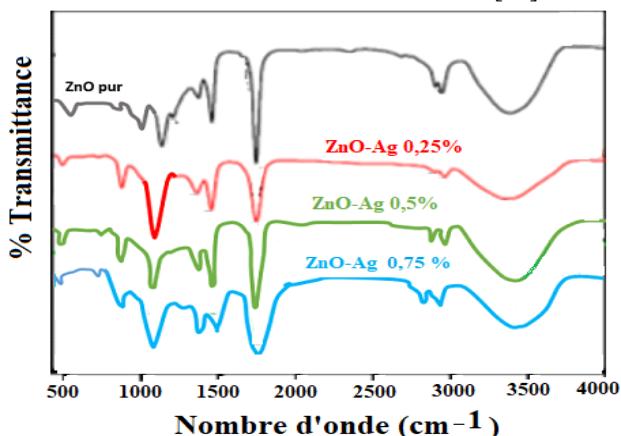


Figure 2. Spectre FTIR de nanoparticules biosynthétisées de ZnO dopées à l'argent.

III.3. Analyses morphologiques

La figure 3(a) présente la micrographie électronique SEM des nanoparticules d'oxyde de zinc dopées à différentes concentrations d'argent et montre que les particules présentes dans les poudres préparées ont de structures granulaires, de forme sphérique, et ces grains sont de dimensions nanométriques.

La taille moyenne des cristallites est de l'ordre d'environ 24 nm, 25 nm, 29 nm et 33 nm, respectivement, pour des poudres synthétisées avec 0,0 %, 0,25 %, 0,5 % et 0,75 % Ag. On observe que les grains sont bien cristallisés et bien dispersés.

Par ailleurs, on observe également une similitude dans la morphologie des oxydes préparés et Ag-ZnO-Nps (0,75 %) révèlent la présence de minuscules particules des amas d'argent.

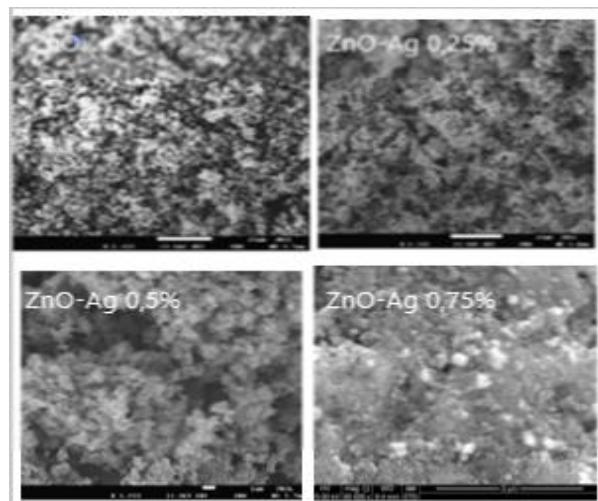


Figure 3(a). Clichés SEM de ZnO-Nps et ZnO-Ag synthétisées.

La morphologie interne de ces nanopoudres présentée par micrographie électronique MET, présentée sur la figure 3(b), corrobore avec les images SEM indiquant que les nanoparticules préparées sont sphériques, de bonnes dispersion et cristallinité aussi.

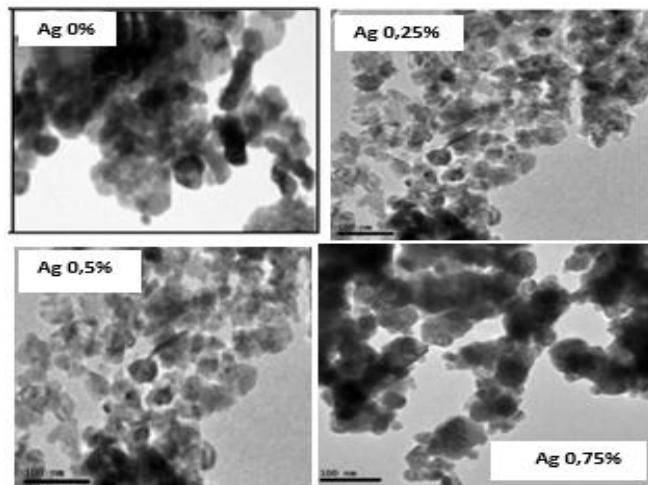


Figure 3(b). Clichés MET de ZnO-Nps et ZnO-Ag synthétisées.

III.4. Analyse par spectroscopie à dispersion d'énergie de rayons-X (EDS)

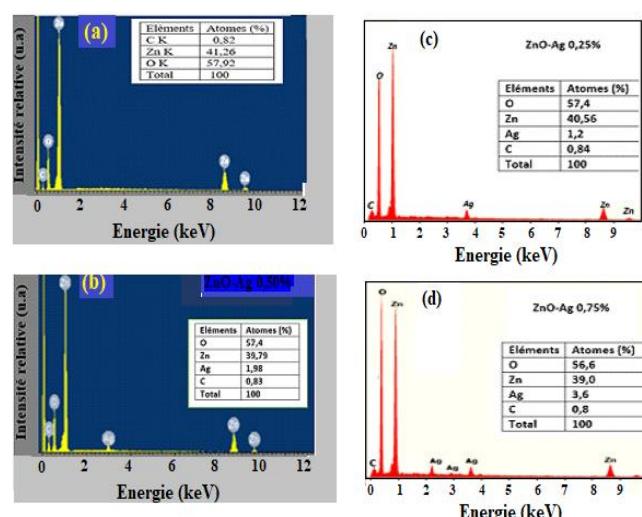


Figure 4. Spectre EDS de ZnO-Nps et ZnO-Ag synthétisées avec l'extrait aqueux de *Chromolaena odorata*

III.5. Propriétés optiques

Il se dégage des résultats repris dans la figure 5 que tous les échantillons absorbent dans la région des UV et le ZnO pur présente une absorption maximale à 362 nm. Un déplacement du bord d'absorption vers les longueurs d'ondes plus élevées

pour les poudres dopées a été observé, et cela avec l'augmentation de la concentration du dopant (Ag). Ce changement serait lié à l'incorporation de l'argent dans la matrice d'oxyde de zinc [31].

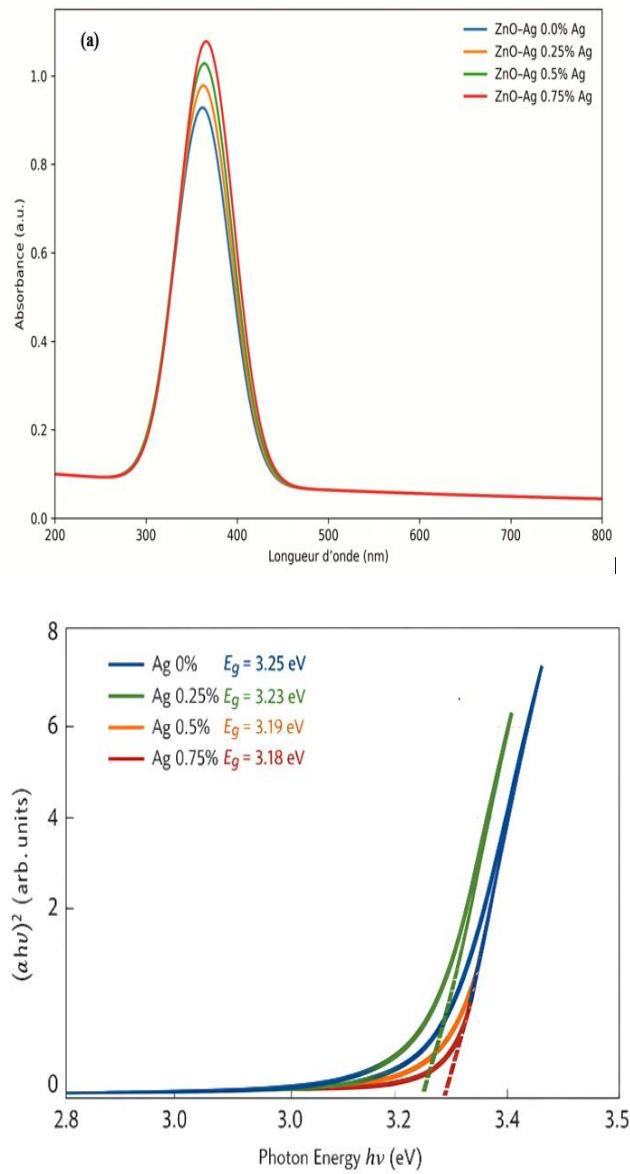


Figure 5. (a) Spectre d'absorption UV-Visible et (b) Bandes interdites optiques directes de ZnO-Nps et ZnO-Ag synthétisées.

La figure 5(b) montre la bande interdite optique directe (E_g) de nanoparticules synthétisées déterminée à partir de la tracée de Tauc. L'augmentation de la teneur en Argent a contribué à la diminution de bandes interdites directes de ces nanoparticules, les faisant passer de 3,25 eV pour le ZnO pur à 3,18 eV pour l'Oxyde de zinc dopé avec 0,75 % d'argent (ZnO-Ag 0,75 %). Cette diminution attribuée à l'incorporation des ions Ag^+ dans les joints de ZnO a été aussi rapportée par d'autres auteurs [32,33].

Bien que les valeurs de bandes interdites observées soient inférieures à la bande interdite directe de ZnO qui est de 3,37 eV, elles sont cependant cohérentes avec d'autres résultats dans la littérature [34,35].

III.6. Mécanisme de synthèse verte de ZnO-Nps

Le mécanisme de la biosynthèse de nanoparticules à base d'extrait des feuilles de *Chromolaena odorata* n'est pas encore bien élucidé. Il peut être résumé en trois étapes suivantes :

- L'étape d'activation au cours de laquelle les composés phytochimiques (polyphénols, flavonoïdes et autres substances organiques) présents dans la plante agissent sur les ions Zn^{2+} dérivant du précurseur $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ en leur transférant des électrons et en les réduisant en atomes de zinc (Zn0) ;
- L'étape de la croissance connue sous le nom de l'étape de maturation d'Ostwald, au cours de laquelle il y a formation et croissance de ZnO-Nps en raison de processus d'agrégation et de nucléation. Ici, les petites nanoparticules voisines se fusionnent spontanément en particules plus grosses. Les groupements hydroxyles (HO^-) présents dans l'extrait de *Chromolaena odorata* facilite la nucléation et la stabilisation conduisant donc à la génération de ZnO-Nps. En outre, les ions métalliques (Zn^{2+}) supplémentaires réagissent encore avec ces groupements hydroxyles pour produire, par hydrolyse, de l'hydroxyde de zinc $[\text{Zn}(\text{OH})_2]$ qui, par déshydratation et condensation, génère le ZnO nanoparticulaire ;
- L'étape de terminaison qui détermine la forme finale des nanoparticules. Après oxydation, des ZnO-Nps bien dispersées et stabilisées sont formées. Les composés phytochimiques présents dans l'extrait des feuilles de *Chromolaena odorata* se fixent à la surface des particules de ZnO en développement, fonctionnant ainsi comme agents de coiffage pour éviter l'agglomération et stabiliser la structure des nanoparticules de ZnO [36,37]. En ce qui concerne la génération des nanoparticules dopées (AgZnO-Nps), les métabolites réducteurs de la plante réduisent d'abord individuellement les ions métalliques correspondants (Zn^{2+} et Ag^+) pour former des nanoparticules d'argent (Ag-Nps) et d'oxyde de zinc (ZnO-Nps) stabilisées. L'interaction électrostatique entre ces deux nanoparticules favorise leur agrégation et le dépôt d'un métal dans les joints de l'autre en raison de la diffusion lors de la combinaison de ces deux solutions. Les biomolécules ou les ligands organiques de l'extrait de *Chromolaena odorata*

agissent également comme médiateurs dans ces interactions des nanoparticules [37].

La figure 6 représente schématiquement la formation de ces nanoparticules.

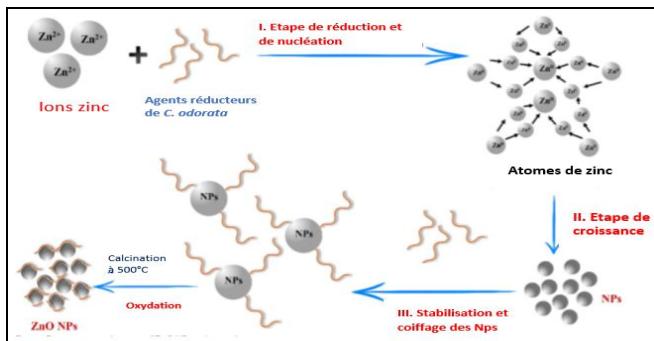


Figure 6. Proposition de mécanisme de synthèse de ZnO-NPs à partir de l'extrait aqueux de *C. odorata* (L.) [36].

IV. CONCLUSION

Les nanoparticules d'oxyde de zinc pures et dopées avec les différentes concentrations d'argent ont été synthétisées en utilisant l'extrait aqueux des feuilles de *C. odorata* et précurseurs inorganiques. Ces nanocristaux ont été caractérisés par des techniques physiques et spectroscopiques appropriées et les résultats obtenus ont confirmé que les poudres préparées sont composées de ZnO pur ou dopé à l'argent de forme sphérique et de dimensions nanométriques, une indication de la synthèse réussie de ces nanoparticules.

Le dopage à l'argent, en particulier aux concentrations de 0,5 % et 0,75 %, améliore significativement les propriétés optiques, morphologiques et structurales de ZnO. Cette approche constitue une voie écologique et prometteuse pour le développement de nanomatériaux pour des applications biologiques, industrielles et environnementales.

REFERENCES

- Celebi D., O. Celebi, A. Taghizadehghalehjoughi, Activity of zinc oxide and zinc borate nanoparticles against resistant bacteria in an experimental lung cancer model. DARU. *J Pharm Sci.* 2024, 3, 505-515.
<https://doi.org/10.1007/s40199-024-00505-2>
- Aldeen T.S., H.E.A. Moamed and M. Maaza, ZnO nanoparticles prepared via a green synthesis approach: Physical properties, photocatalytic and antibacterial activity. *Journal of Physics and Chemistry of Solids.* 2022, 160, 1103-13.
<https://doi.org/10.1016/j.jpcs.2021.110313>
- Pankaj Kumar Jha, Chamorn Chawengkijwanich, Chonlada Pokum, Pichai Soison and Kuaanan Techato. Antibacterial Activities of Biosynthesized Zinc Oxide Nanoparticles and Silver-Zinc Oxide Nanocomposites using *Camellia Sinensis* Leaf Extract. *TRENDS IN SCIENCES* 2023; 20(3): 5649. <https://doi.org/10.48048/tis.2023.5649>
- Adedokun O., B.T. Bello, Y.K. Sanusi, A.O. Awodugba, Effet of precipitating agents on the performance of ZnO nanoparticles based photo-anodes in dye-sensitized solar cells. *Surf. Interfaces*, 2020, 21, 100656. <https://doi.org/10.1016/J.Surfin.2020.100656>
- Ganasan E., H.M. Yusoff, A.A. Azmi, P.W. Chia, S.S. Lam, S.Y. Kan, R.K. Liew, K. Venkateswarlu, & C.K. Teo, Food additives for the synthesis of metal nanoparticles: A review. *Environmental Chemistry Letters*, 2023, 21(1), 525-538.
- Krishna P.G., P.P. Ananthaswamy, B.M. Nagabushana, et al. In vitro antimicrobial, antioxidant and anticancer studies of ZnO nanoparticles synthetized by precipitation method. *Advenced Science, Engeneering and Medecine.* 2016, 8(4): 306-313. <http://doi.org/10.1166/asm.2016.1854>
- Pavithra M., M.R. Jessie. Synthesis of ultrasonic assisted co-precipitated Ag/ZnO nanorods and their profound anti-liver cancer and antibacterial properties. *Mater. Sci. Eng. B.* 2022, 278, 115653. <http://doi.org/10.1016/j.mseb.2022.115653>
- Saadia L., A. Noreem, A. Farhat, L. Ghosia, H. Jamilla. Synthesis, characterasation and antibacterial activity of simple ZnO and metal doped ZnO nanoparticles. *Pak. Pharm. Sci.* (2021), vol. 34, N°5: 1551-1658. <http://doi.org/10.36721/pjps.2021.34.5.REG.1651-1658.1>
- Li M., L. Zhu & D. Lin. Toxicity of ZnO nanoparticles to *Escherichia coli*: mechanism and the influence of medium components. *Environ. Sci. Technol.* (2011) 45, 1977–1983.
- Mohamed H.E.A., A. Shakeeb, T. Ali et al. Biosynthesis of Silver Nanoparticles from *Hyphaene Thebaica* Fruits and Their (in Vitro) Pharmacognostic Potentiel. *Materials Research*

- Express. 2019. 6 (10): 1050c9.doi.org/10.1088/2053-1591/ab4217 *Advances in Materials.* 2019, 8(3), 112-119. <https://doi.org/10.11648/j.am.20190803.13>.
11. Babu A.T., R.Antony. Green synthesis of silver doped nano metal oxides of zinc copper for antibacterial properties, adsorption, catalytic hydrogenation photodegradation of aromatics. *J.Environ. Chem. Eng.* 2019, 7, 102840
12. Saha R., K. Subramani, P. M. R. SAK, S. Rangaraj, R. Venkatachalam, *Psidium guajava* leaf extract-mediated synthesis of ZnO nanoparticles under different processing parameters for hydrophobic and antibacterial finishing over cotton fabrics. *Prog Org Coat.* 2018, 124:80-91. <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2018.08.004>.
13. Mtavangu SG, Machunda RL, van der Bruggen B, Njau KN. In situ facile green synthesis of Ag-ZnO nanocomposites using *Tetradenia riperia* leaf extract and its antimicrobial efficacy on water disinfection. *Sci Rep.* 2022; 12:15359-72. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-19403-1>
14. Makiwa S., M.N. Mthiyane, A.C. Ekennia, M. Singh, D.C. Onwudiu. Cytotoxicity and antibacterial effects of silver doped zinc oxide nanoparticles prepared using fruit extract of *Capsicum Chinense*. *Scientific African* 17 (2022) e01365 <https://doi.org/10.1016/j.sciaf.2022.e01365>
15. Riani S., N. B. Moussa et al., Bactericidal activity of ZnO nanoparticles against multidrug resistant bacteria. *Journal of Molecular Liquids.* 2023, Vol 387, 122596. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2023.122596>
16. Ekoko G.B., J.L. Muswema, A.K. Mbongo, N.K. Nzazi, F.M.Nduku, D.B. Musengele, P.K. Kidingi, T. Ndonganzadi, P. Mukiatom, Characterization of Multinanoporous Pt-TiO₂ Thin Films Fabricated by a Three-Step Electrochemical Technique. *American Journal of Nanosciences.* 2019, 5(1):9-17. <https://doi.org/10.11648/j.ajn.20190501.12>
17. Ekoko G.B., J.L. Muswema, O.M. Mvele, N.K. Nzazi, F.M. Nduku, D.B. Musengele, T. Ndonganzadi, P. Mukiatom, G.N. Mata Niasa, Nickel Oxid Nanocrystalline Fabricated Under Gamma Irradiation and Its Photocatalytic Investigation for Textile Azo Dye Degradation.
18. Muswema J. L., G.B. Ekoko, K. K. Lobo, O. M. Mvele, H.M. Kalele, A.K. Mbongo G.N. Mata, Gamma- radiation induced synthesis of spinel Co₃O₄ Nanoparticles, *SN Applied Sciences* 2019, (1)333 | <https://doi.org/10.1007/s42452-019-0342-6>
19. Mata G. N., J.E. Malongwe, P.O. Lohohola, J. L. Muswema, O. M. Mvele, R. I. Ndjoko, H. M. Kalele, D. K. Tshibangu, P.K. Mahuku, G. B. Ekoko, A Friendly Environmental Route for the Fabrication of Spinel Co₃O₄ Nanorods, Using Inorganic Precursor Salt and Aqueous Extracts of *Moringa Oleifera* Leaves. *South Asian Res J Eng Tech*, 2022, 4(2): 31-37.
20. Ndonganzadi T., P.O. Lohohola, G.B. Ekoko, J.S. Kayembe, B.M. Yuyu, P.K. Kidingi, P. Mukiatom, J. Mabunzi, M. Mayindombe, O. Mutombo et L. Masinsanga, Synthèse et caractérisation des nano-cristaux de NiO à partir des extraits aqueux des feuilles de *Moringa oleifera* et de NiSO₄.7H₂O comme précurseur. *Pistes et Recherches.* 2021, 37(1) 141-152.
21. Ndonganzadi T., Muswema L. J., Malongwe K.J., Lohohola O.P., Mvele M.O., Musengele B.D., Mukiatom P., Osobo Y.A., Kasikia G., Mukonkole N.O., Disa-Disa M.P., Bakambo Ekoko B.G. Caractérisation et évaluation *in vitro* de l'activité antibactérienne de nanoparticules d'oxyde de zinc préparées à base de l'extrait aqueux des feuilles de *Chromolaena odorata* (L.) R. M. King & H. Robinson (Asteraceae). *Journal Africain des Sciences, Vol 1 (2024) 1-10.*
22. Poh W.C., H. Norhafiafa and M.Y. Hanis. Electrochemical performance of zinc oxide nanoparticles prepared via green synthesis route using *Chromolaena odorata* leaves extract as potential anode material in sodium-ion battery. *Journal of Sustainability Science and Management* (2023) 18 (10): 126-137. <http://doi.org/10.46754/jssm.2023.10.008>
23. Nurul A.I., A. Nur, A.A. Thifah and al., Electrochemical performance of zinc oxide nanoparticles prepared via green synthesis route using *chromolaena odorata* leaves extract as potential anode material in sodium-ion battery.

Journal of Sustainability Science and Management .
2023, 18(10): 126-137

24. Essien E.R., V.N. Atasie, D.O. Nwude, E. Adekolurejo, F.T. Owoeye. Characterisation of ZnO nanoparticles prepared using aqueous leaf extracts of *Chromolaena odorata* (L.) and *Manihot esculenta* (Crantz). *S. Afr J Sci.* 2022. 118(1/2), Art. #11225.
25. Hasnain, S. Muzanul, U. Hazrat, Biogenetic syntheses and characterization of antimicrobial and antiparasitic of zinc oxide (ZnO) nanoparticles using aqueous extracts of the *Himalayan columbine* (*Aquilegia pubiflora*). *Frontiers in Materials.* 2020, 7:249. [hppts://doi.org/10.3389/fmat.2020.00249](https://doi.org/10.3389/fmat.2020.00249)
26. Ghdeeb.J., N.A. Hussain, Antimicrobial activity of ZnO Nanoparticles prepared using a green synthesis approach. *Nano Biomedicine and Engineering*, 2023, [http://doi.org/10.26599/NBE.2023.9290003](https://doi.org/10.26599/NBE.2023.9290003)
27. Shelar S.G., V.K. Mahajan, S.P. Patil, G.H. Sonawane. Effect of doping parameters on photocatalytic degradation of methylene blue using Ag doped ZnO nanocatalyst. *SN Applied Sciences.* 2020, 2(5), [http://doi.org/10.1007/s42452-020-2634-2](https://doi.org/10.1007/s42452-020-2634-2)
28. Tang Q. , H. Xia, W. Liang, X. Huo, et al., Synthesis and characterization of zinc oxide nanoparticles from *Morus nigra* and its anticancer activity of AGS gastric cancer cells. *Journal of Photochemistry and Photobiology*, 2019, 202:111698 <https://doi.org/10.1016/j.jphotobiol.2019.111698>
29. Babu B., T. Aswani, G.T. Rao, R.J. Stella, B. Jayaraja, Ravikumar. *J.Magn.* (2014) 355:76-80
30. Balogun S.W, Y.K Sanusi, and B.A Agboluaje, Green Synthesis, characterization of Zinc oxide nanoparticles using *Chromolaena odorata* extract and evaluation of its properties for photoanode of solar cells Materials Science and Engineering (2020)805 : 012003 <https://doi.org/10.1088/1757-899X/805/1/01200>
31. Sing R., P.B. Barman, D. Shama. Synthesis, structural and optical properties of Ag doped ZnO nanoparticles with enhanced photocatalytic properties by photo degradation of organic dyes (2017) vol. 28: 5705-5717
32. Pathak T.K., H.C. Swart, R.E. Kroon. Structural and plasmonic properties of noble metal doped ZnO nanomaterials. *Phys. B. Mater.* (2018) 535:114-118
33. Kulyk B., B. Sahraoui, V. Figà, V. Turko, V. Kapustianik. Influence of Ag, Cu dopants on the second and third harmonic response of ZnO films. *J. Alloys. Compd.* (2009) 481: 819-825. <http://doi.org/10.1016/j.jallcom.2009.03.117>
34. Simovic B., D. Poleti, G. Aleksandar, M.J. Scepanovic. Enhanced photocatalytic degradation of RO16 dye using Ag modified ZnO nanopowders prepared by the solvothermal method. *Processing and Application of Ceramics* (2017) 11(1): 27-38. <http://doi.org/10.2298/PAC1701027S>
35. Hossein S.M., I.A. Sarsari, P. Kameli, H. Salamat. Effect of Ag doping on structural, optical and photocatalytic properties of ZnO nanoparticles. *J. Alloys. Compd.* (2015) 640: 408-415. <http://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.03.136>
36. Abdelbaky A.S., A.M. Mohamed, M. Sharaky, N.A. Mohamed and Y.M. Diab. Green approach for the synthesis of ZnO nanoparticles using *Cymbopogon citratus* aqueous leaf extract: characterization and evaluation of their biological activities. *Chemical and Biological Technologies in Agriculture.* (2023) 10:63. <https://doi.org/10.1186/s40538-023-00432-5>
37. Xaviour J., S. Sreelekshmi, J. Joseph, S.A. Fathima and T. Sajini. Eco-friendly synthesis and enhanced antibacterial action of bimetallic Ag/ZnO nanoparticles using *Hylocereus costaricensis* stem extract. *RSC Sustain.* 2024, 2, 3077-3089.