

**République Algérienne Démocratique et Populaire**  
**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**

**Université Abderrahmane Mira de Bejaia**

**Faculté de Technologie**  
**Département de Génie des Procédés**

**Mémoire de fin de cycle**  
**En vue de l'obtention du diplôme Master en**  
**Sciences et Technologie du Médicament**

## **Thème**

**Elaboration et caractérisation d'une pommade  
cicatrisante à base de matières premières locales**

**Réalisé par :**

**Mr KASSA Lamine Mohamed**

**Melle BENKHIDER Hinane**

**Members de jury:**

**Mr KETRANE Rachid**

**M<sup>me</sup> BENDALI Farida**

**M<sup>me</sup> BOUZIDI Ndjima**

**Mr AKDIM Abdelghani**

**M<sup>me</sup> BOUDRIA Asma**

**Maitre de conférence**

**Maitre de conférence**

**Maitre de conférence**

**Maitre Assistant**

**Maitre Assistante**

**Président**

**Examinatrice**

**Promotrice**

**Co-Promoteur**

**Invitée**

***Promotion Juin 2015***

# Remerciements

*Nous rendons grâce à Dieu, qui nous a donné le courage, la patience et la volonté pour réaliser ce travail.*

*Nous tenons à adresser nos sincères remerciements à nos promoteurs **M<sup>me</sup> BOUZIDI Nedjima et M<sup>r</sup> AKDIM Abdelghani** pour nous avoir proposé ce thème, pour leurs précieux conseils, leurs rigueurs et surtout pour leurs grande disponibilité tous au long de la réalisation de ce travail.*

*Nous remercions **M<sup>r</sup> KETRANE Rachid** pour avoir accepté de présider le jury de soutenance.*

*Nous tenons également à remercier **Madame BENDALI Farida** pour avoir accepté d'examiner notre travail.*

*Nous tenons particulièrement à adresser nos vifs remerciements à **M<sup>elle</sup> BOUDRIA Asma** de nous avoir encadré et pour toute les précieuses informations quelle nous a donné.*

*Nous tenons aussi à exprimer nos sincères remerciements à **M<sup>r</sup> DJAMEL** de nous avoir ouvert les portes de l'animalerie sans difficulté.*

*Nous remercions tous les membres du laboratoire 3BS et à leur tête **M<sup>r</sup> MADANI Khodir**.*

*Nos remerciements les plus chaleureux vont à **Melaaz** et pour tous les amis (es).*

*Enfin, nos remerciements vont à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*

## **DEDICACES**

*Je dédie ce travail à :*

*Mes chers parents, pour tout leur amour, leur soutien. Les mots sont faibles pour exprimer la force de mes sentiments et la reconnaissance que je leur porte. Mes chers parents aucune dédicace ne saurait exprimer mon grand amour pour vous*

**« Que Dieu vous garde et vous accorde longue vie »**

*A mon très cher frère Yani*

*A mes chères sœurs Katia et Dina*

*A mon binôme et sa famille.*

**Hinane**

## *DEDICACES*

*Je dédie ce travail à :*

*Mes chers parents, pour tout leur amour, leur soutien. Les mots sont faibles pour exprimer la force de mes sentiments et la reconnaissance que je leur porte. Mes chers parents aucune dédicace ne saurait exprimer mon grand amour pour vous*

*« Que Dieu vous garde et vous accorde longue vie »*

*A mes chers frères Toufik, Lotfi et Farouk*

*A mes chères sœurs Wafa et Amelle*

*A mon binôme et sa famille.*

*Lamine Mohamed*

## Liste des figures

### Chapitre I

Figure I.1. Les deux structures élémentaires des feuillets d'argiles.....	5
Figure I.2 : Représentation schématique d'une structure de kaolinite .....	13
Figure I.3. Représentation schématique de la structure d'une montmorillonite .....	17
Figure I.4. Plante de lentisque.....	20
Figure I.5. Composés minéraux des fruits de lentisque .....	21
Figure I.6. Composés minéraux des feuilles de lentisque .....	21
Figure I.7. structure de la peau.....	23

### Chapitre II

<b>Figure II.1.</b> Appareil de DRX type PANanalytical.....	28
<b>Figure II.2.</b> Principe de fonctionnement de Diffraction des rayons X.....	29
<b>Figure II.3.</b> Spectromètre infrarouge.....	29
<b>Figure II.4.</b> Schéma de principe d'un spectromètre FT-IR.....	30
<b>Figure II.5.</b> PH-mètre.....	31
Figure II.6. Schéma de principe d'un conductimètre .....	32
.Figure II.7. Modèle expérimental de brulure au troisième degré.....	32

### Chapitre III

Figure III.1 : Spectres DRX du kaolin .....	33
Figure III.2. Spectre DRX de la bentonite .....	34
Figure III.3. Spectre IR du kaolin DD2.....	35
Figure III.4. Spectre IR de la bentonite.....	37
Figure III.5. Cire d'abeille utilisée.....	39

## Chapitre IV

Figure IV.1. Etapes de préparation du cérat de Galien.....	41
Figure IV.2. Préparation des différents formulation.....	41
Figure IV.3. Spectres DRX du LOT I.....	43
Figure IV.4. Spectre DRX du LOT II.....	44
Figure IV.5. Spectres DRX du LOT III.....	45
Figure IV.6. Spectres DRX du LOT V.....	45
Figure IV.7. Evolution des volumes des cicatrices en fonction des jours.....	48
Figure IV.8. Représentation graphique de l'évolution des cicatrices à 12 jours de traitement.....	50
Figure IV.9. Etat de la peau des lapins après 12 jours de traitement.....	51

## Liste des tableaux

### Chapitre I

Tableau I.1. Pourcentage moyen en oxydes présents dans l'argile.....	4
Tableau I.2. Caractéristiques des différentes familles d'argiles .....	6
Tableau I.3. Classification des principaux minéraux argileux .....	8
Tableau I.4. Les principales propriétés d'un kaolin algérien .....	14
Tableau I.5. Les composés minéraux des feuilles et de fruits de lentisque .....	21
Tableau I.6. Facteurs pouvant avoir un effet néfaste sur la cicatrisation.....	25

### Chapitre II

Tableau II.1 les différentes masses mesurées .....	32
--	----

### Chapitre III

Tableau III. 1 : Composition chimique du kaolin DD2.....	36
Tableau III.2. Composition chimique de la bentonite. ....	36
Tableau III.3. Différentes angles de diffraction du diagramme DRX du kaolin.....	38
Tableau III.4. Différentes angles de diffraction du diagramme DRX de la bentonite. ....	38
Tableau III.5. Valeurs des pics et groupements fonctionnels observés pour le kaolin DD2....	40
Tableau III.6. Valeurs des pics et groupements fonctionnels observés pour la bentonite. ....	41
Tableau III.7. Paramètres physico-chimiques de l'huile végétale de pistacia lentiscus .....	42

## Chapitre IV

Tableau IV.1. Cérat de Galien.....	46
Tableau IV.2. Mesure de pH et de la conductivité électrique des différents LOTS .....	47
Tableau IV .3 : poids des lapins durant l'expérimentation .....	51
Tableau IV.4 Valeurs approximatives correspondant aux volumes des brulures pour chaque lot.....	52
Tableau IV.5. Moyennes des volumes de cicatrice dans les différents lots à différents jours.	52
.Tableau IV.6. Moyenne des volumes de cicatrice dansles différents lots à 12 jours de traitement .....	54



## Liste des abréviations

**DRX** : Diffraction aux rayons X

**IRTF** : Infrarouge à transformée de Fourier

**d** : densité

**M<sub>v</sub>** : la masse du pycnomètre à vide.

**M<sub>E</sub>** : La masse du pycnomètre remplie d'eau.

**M<sub>L</sub>** : La masse du pycnomètre remplie.

**m<sub>L</sub>** : La masse de liquide contenu dans le pycnomètre.

**m<sub>E</sub>** : La masse d'eau contenue dans le pycnomètre

**V.C** : Volume de la Cicatrice.

**SD** : l'écart type.

\* : significatif.

**NS** : non-significatif.

**MVC** : la moyenne de volume de la cicatrice.

**C.E.C** : capacité d'échange cationique

**a** : le diamètre le plus grand.

**b** : le diamètre le plus petit.

**p** : le degré de signification.



# Sommaire

Introduction générale.....	1
----------------------------	---

## **Chapitre I. Revue bibliographique**

I.1.Généralités sur les argiles .....	3
I.1.1.Définition des argiles .....	3
I.1.2.Structure des minéraux argileux.....	4
I.1.3.Classification des argiles .....	5
I.1.4. Différentes types d'argile .....	6
I.1.5.Formes d'utilisation de l'argile .....	7
I.1.6. Les pouvoirs d'argiles .....	8
I.1.7.Les impuretés dans les argiles .....	9
I.2.Généralités sur les kaolins.....	10
I.2.1.Définition du kaolin .....	10
I.2.2 Formation des Kaolins.....	10
I.2.3.Compositions des kaolins .....	11
I.2.4. Les minéraux associés à la kaolinite .....	11
I.2.5. Structure de la kaolinite.....	13
I.2.6.Sites d'adsorption de la kaolinite .....	13
I.2.7. Utilisations modernes pharmaceutiques .....	13
I.2.8.Spécifications des kaolins de pharmacopée .....	14
I.3. Généralités sur les bentonites.....	15
I.3.1. Définition .....	15
I.3.2.Composition de la bentonite.....	15
I.3.3.Formation de la bentonite.....	15
I.3.4.Les différents types de bentonite.....	15
I.3.5.Les différents constituants de la montmorillonite .....	16
I.3.6. Structure de la montmorillonite.....	16
I.3.7. Propriétés de la bentonite .....	17
I.3.8 Caractéristiques physiques des Montmorillonites .....	17

I.3.9.Applications pharmaceutiques de bentonites .....	18
I.4.Généralités sur le lentisque .....	19
I.4.1. Le Pistachier lentisque ( <i>Pistacialentiscus L</i> ).....	19
I.4.2. Répartition géographique .....	20
I.4.3.Les substances utiles du lentisque .....	20
I.4.4.Utilisation thérapeutique .....	21
I.4.5. Propriétés biologiques et pharmacologiques .....	22
I.5. Généralités sur la peau et les brulures.....	22
I.5.1. La peau .....	22
I.5.2. Définition de la brulure .....	24
I.5.3. Différents types de brulure .....	24
I.5.4.Classification.....	24

## **Chapitre II : Matériel et méthodes d'analyses**

II.1.Matériel utilisé .....	27
II.2.Méthodes de caractérisation .....	27
II.2.1.Diffraction des rayons X (DRX).....	27
II.2.2.Spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier.....	29
II.2.3.Le pH mètre : .....	31
II.2.4 Conductimètre.....	31
II.2.4 Mesure de la densité de l'huile de lentisque .....	32
II.3 Expérimentation animale .....	33
II.3.1.Protocole expérimental.....	33
II.3.2Traitement et évaluation du processus cicatriciel.....	35

## **Chapitre III : Caractérisations des matières premières**

III.1.Compositions chimiques des matières premières.....	36
a) Le kaolin .....	36
b) La bentonite.....	36
III.2.Composition minéralogique des matières premières .....	37
III.3.Analyse par spectroscopie infrarouge .....	39
a) Spectroscopie infrarouge du kaolin DD2 .....	39
b) Spectroscopie infrarouge de la bentonite .....	40
III.4 Caractérisations physico-chimiques de l'huile de lentisque.....	42
III.4.1 Caractéristiques de l'huile de lentisque .....	42
III.4.2 Excipients .....	42
a) Huile de lentisque.....	42
b) La cire d'abeilles vierge .....	43
c) Le borax : .....	43
e) L'eau .....	44

## **Chapitre IV : Elaboration et caractérisation des pommades**

IV.1 Elaboration des différentes pommades : .....	45
IV.1.1.Préparation de la poudre de kaolin et de bentonite .....	45
IV.1.2.Préparation du cérat de Galien .....	45
IV.1.3.Elaboration des pommades à base du cérat de Galien : .....	46
IV.2 Caractérisations Physico-chimiques des différentes formulations.....	47
IV.2.1 Caractéristiques des pommades élaborées .....	47
a) Caractère .....	47
b) Classe thérapeutique .....	47
c) Mesure de pH et de conductivité électrique .....	47
IV.2.2 Analyses minéralogiques des pommades élaborées .....	48
a) A base de kaolin .....	48
b) A base de Bentonite .....	49
IV.3 Application et mise en oeuvre du protocole opératoire .....	50

IV.3.1 Suivi des masses des lapins.....	50
IV.3.2 Test préclinique .....	51
Conclusion générale... ..	54



# Introduction générale

## **Introduction générale**

L'argile a depuis toujours été utilisée dans le domaine de la santé. Nos connaissances sur l'origine de son emploi remontent aux origines des civilisations. Les Egyptiens pensaient déjà les brûlures et les plaies avec des cataplasmes d'argile. Elle était aussi employée en usage interne contre plusieurs affections : maux d'estomac, maladies gastro-intestinales, choléra, hémorragies et ulcères de l'appareil digestif [1].

Aujourd'hui, l'expérience que les hommes ont acquise dans ce domaine s'est élargie. En effet, leurs propriétés macroscopiques n'avaient pas échappé aux divers utilisateurs qui ont su les exploiter depuis longtemps pour des applications liées à la santé. Les applications internes concernent aussi essentiellement la gastroentérologie. L'argile ingérée n'est pas destinée à se propager à l'intérieur de l'organisme mais agit depuis la lumière du tube digestif via la muqueuse gastrique ou intestinale [1,2].

En Algérie, les plantes ont une importance dans la médecine traditionnelle (phytothérapie). Les remèdes utilisant les plantes sont moins chers et sans effets indésirables. La flore algérienne est caractérisée par sa diversité florale : méditerranéenne, saharienne et paléo tropicale, estimée à plus de 3000 espèces appartenant à plusieurs familles botaniques. Il existe de nombreux exemples de fausses identifications de plantes qui ont entraîné des cas d'intoxication. Toutes les plantes ne sont pas considérées comme plantes à huiles essentielles [3]. Selon l'organisation mondiale de la santé, plus de 80% des populations africaines ont recours à la médecine et à la pharmacopée traditionnelles pour faire face aux problèmes de santé [4].

L'huile essentielle et la gomme de *Pistacia lentiscu L (lentisque)* ont été largement utilisées comme aliment et boissons additifs par les médecines traditionnelles de la région méditerranéennes depuis les anciens temps comme les Grecs et les Egyptiens, sans aucune toxicité rapportée chez l'Homme [5].

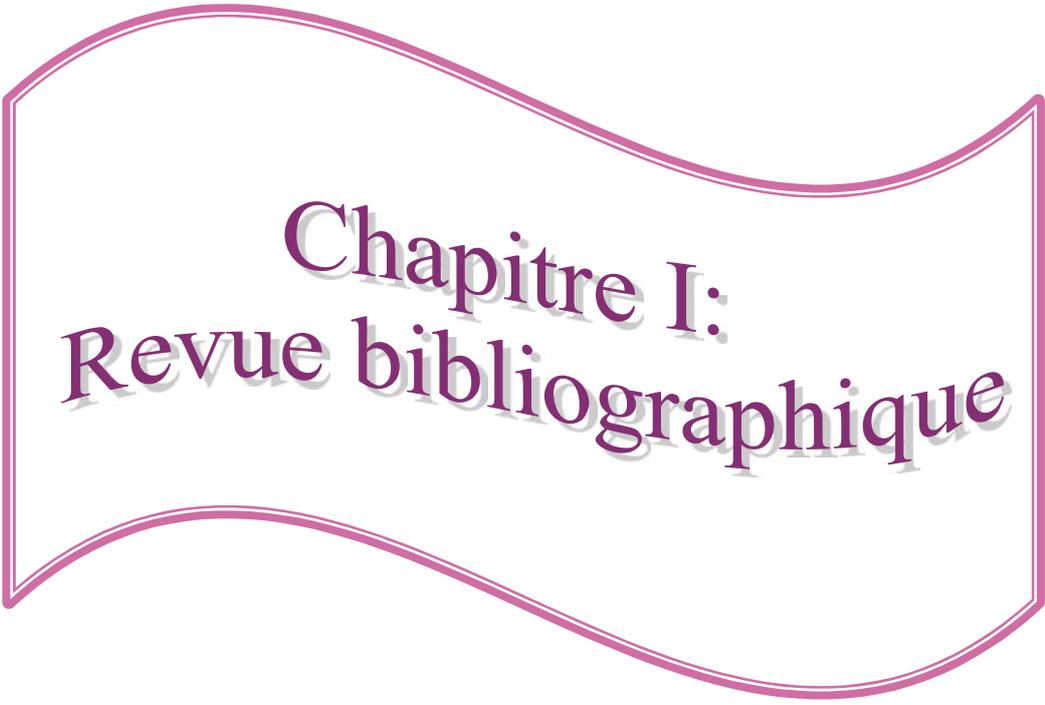
L'huile végétale de *pistacialetiscus L* est une huile comestible extraite des fruits de cette plante. Cette huile est utilisée dans la médecine traditionnelle comme anti diarrhéique, elle est recommandée pour les diabétiques, traitement des douleurs d'estomac et les douleurs du dos, et aussi largement utilisée dans le traitement des troubles respiratoires et brûlures dermiques dans la médecine populaire algérienne [5].

L'usage de l'huile de lentisque est répandu dans la médecine traditionnelle algérienne. Elle est notamment utilisée dans le traitement des voies respiratoires et digestives, mais elle est surtout prisée pour ses vertus cicatrisantes et ses propriétés aseptiques.

Au cours de notre travail, nous avons incorporé cette huile dans une préparation galénique afin d'améliorer son pouvoir d'adsorption relativement faible sous forme brute. D'autre part, nous avons incorporé à cette préparation, deux types d'argiles. En effet, différentes argiles ont prouvé leur efficacité dans le traitement de différentes affections cutanées, notamment l'acné juvénile et les cicatrices qui y sont liées. Au cours de cette étude nous avons choisi de travailler avec deux argiles algériennes à potentiel d'adsorption important ; la bentonite et le kaolin. Il nous paraissait, donc, intéressant d'explorer la piste d'une possible synergie entre l'huile de lentisque et les argiles sélectionnées.

Le but de notre travail est de démontrer qu'une association entre nos argiles d'intérêt et l'huile de lentisque pourrait potentialiser les effets cicatrisants dans le cas des brûlures.

Ce mémoire s'articule autour de quatre chapitres : Après une introduction générale, le premier chapitre traite une revue bibliographique sur les argiles, les kaolins, les bentonites, les brûlures, et la cicatrisation cutanée. Le second chapitre est consacré aux différents matériels et méthodes utilisés dans notre travail. Le troisième chapitre porte sur la caractérisation des matières premières utilisées. Le quatrième chapitre est consacré à l'élaboration et caractérisation des pommades galéniques et l'effet des préparations obtenues sur les animaux préalablement brûlés. Nous terminons ce travail par une conclusion générale.



**Chapitre I:  
Revue bibliographique**

## **I.1.Généralités sur les argiles**

L'étude des argiles recouvre de nombreuses disciplines scientifiques. Ce chapitre a pour but de présenter et de définir les argiles en général. Deux argiles sont utilisées dans ce travail, la bentonite appartenant à la famille de la montmorillonite et le kaolin appartenant à la famille des phyllosilicates.

Les argiles ne constituent pas une matière définie et unique mais elles sont composées des associations complexes de minéraux. Ce sont des silicates d'alumine hydratés d'une structure feuillet qui l'on appelés phyllosilicates. Les argiles ont une origine géologique secondaire, elles ont été formées par la dégradation des roches ignées (volcaniques) due à des phénomènes d'érosion et d'altération chimique sous l'action des agents atmosphériques. La nature des produits argileux formés dépendra de la nature de la roche mère, des conditions climatiques et du drainage [6].

### **I.1.1.Définition des argiles**

L'argile est un minéral qui provient essentiellement de la décomposition du feldspath par divers processus d'altération chimique (eau de pluie) et physique (action du vent et conditions météorologiques extrêmes). Les argiles sont définies et distinguées des autres éléments du sol par leur taille de particules inférieures à 0,2 $\mu$ m [7]. En tant que matière première brute, l'argile est donc un mélange de minéraux argileux et d'impuretés cristallines sous forme de débris rocheux de composition infiniment diverse [8]. Pour le pharmacien et le médecin, l'approche est avant tout chimique : les argiles sont des silicates simples ou complexes d'aluminium, de magnésium et de fer . Les médicaments destinés à l'usage interne utilisant majoritairement les premiers. Il existe une grande variété d'argiles qui diffèrent par leur structure moléculaire cristalline et leur composition chimique [9].

Sur le plan chimique, se sont des aluminosilicates hydratés de formule général en  $\text{SiO}_2\text{Al}_2\text{O}_3\text{mH}_2\text{O}$ , ajoutés à d'autres ions métalliques, l'argile contient en moyenne les éléments présentés dans le tableau suivant :

**Tableau I.1.** Pourcentage moyen en oxydes présents dans l'argile [10]

Eléments	Pourcentage (%)
SiO <sub>2</sub>	40 à 60
Al <sub>2</sub> O	15 à 48
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,5 à 4
Ca <sub>2</sub> O	0,15 à 5
K <sub>2</sub> O	0,85 à 4
MgO	0,05 à 2
Autre sels minéraux	4 à 15

### I.1.2 Structure des minéraux argileux

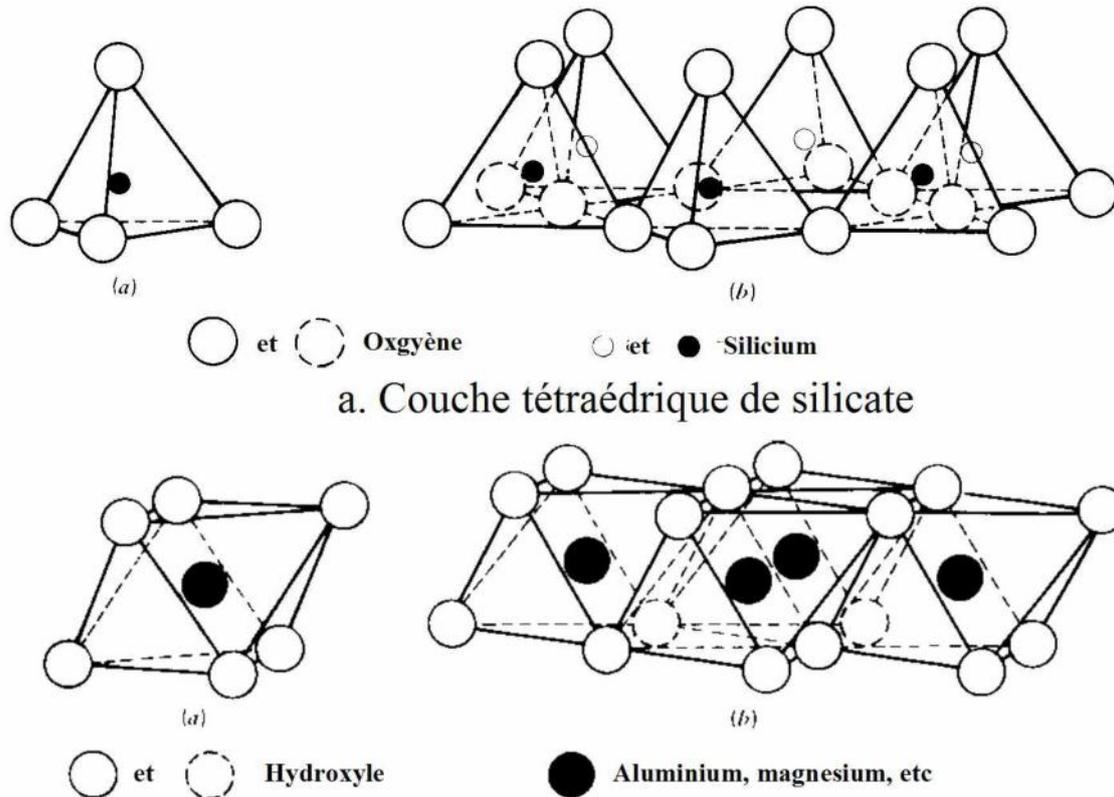
Les cristallites d'argile sont formées par un empilement parallèle de feuillets élémentaires dont le squelette est essentiellement constitué par les ions oxygènes et hydroxyles. Les cations beaucoup plus petits se logent dans les cavités du squelette.

#### a) Couche octaédrique

Cette structure est composée de deux feuillets d'oxygène ou hydroxyles compacts dans lesquelles des ions d'aluminium sont incrustés.

#### b) Couche tétraédrique

Dans chaque couche tétraédrique, un atome de silice se trouve au centre d'un tétraèdre à équidistance des quatre atomes d'oxygènes ou d'hydroxyles. Les groupes tétraèdres de silice sont disposés en réseau hexagonal qui se répète à l'infini pour former une feuille de composition Si(OH)<sub>4</sub>. (Figure I. 1) [11].



b. Arrangement octaédrique de la couche d'hydroxyde d'aluminium ou de magnésium

**Figure I.1.** Les deux structures élémentaires des feuillets d'argiles [11].

### I.1.3. Classification des argiles

Le critère le plus simple et le plus employé pour classer les minéraux argileux est le mode d'agencement des tétraèdres et des octaèdres constitutifs des argiles. Trois grandes classes sont définies :

– Les minéraux phylliteux

a) Minéraux à 7 Å : Le feuillet est constitué d'une couche tétraédrique et d'une couche octaédrique il est qualifié de T : O ou 1:1, son épaisseur est d'environ 7Å. Par exemple la kaolinite et halloysite.

b) Minéraux à 10 Å : Le feuillet est constitué de deux couches tétraédriques et d'une couche octaédrique . Il est qualifié de T : O : T ou de type 2 :1, son épaisseur est d'environ 10Å. Par exemple la Montmorillonite, Illite et le Pyrophyllite.

c) Minéraux à 14 Å : Le feuillet est constitué de l'alternance de feuillets T : O : T et de couches octaédriques interfoliaire. Par exemple le Chlorite.

– Les minéraux fibreux

Les argiles fibreuses regroupent les Sépiolites et les Pallagorskites dont la structure est en ruban ou mono dimensionnelle différent phyllosilicates dont le réseau est bidimensionnel.

– Les minéraux interstratifiés

L'épaisseur du feuillet est variable, ces minéraux résultent du mélange régulier ou irrégulier d'argile.

Notre argile algérienne appartient à la classe des minéraux phylliteux. Selon le déficit de la charge du feuillet, le caractère et le taux d'occupation de la couche octaédrique, il existe trois types d'argiles phyllosilicates:

- type 1/1 (Minéraux à 7 Å)
- type 2/1 (Minéraux à 10-18Å)
- type 2/1/1 (Minéraux à 14 Å) [12, 13].

**Tableau I.2.**Caractéristiques des différentes familles d'argiles [14].

Types de minéraux	type	diamètre d'une particule (cm)	surface spécifique en m <sup>2</sup> g <sup>-1</sup>	C.E.C en meq/100g
Kaolinite	1:1	0,1 – 4	10 – 30	3 – 15
Illite	2:1	0,1 – 1	100 – 175	25 – 40
Smectite	2:1	0,1	700 – 840	80 – 100
Vermiculite	2:1	0,1	760	100 – 150
Chlorite	2:1:1	0.1	20	5 – 15

#### I.1.4. Différents types d'argile

Ce que nous appelons communément argile désigne une vaste famille de différentes argiles. D'un point de vue chimique, les silicates d'alumine hydratés sont associés à des éléments minéraux différents. Du fait de ces différents teneurs en minéraux, on peut classer l'argile en 3 familles :

**a) Argiles riches en alumine :** la kaolinite blanche, la montmorillonite souvent de couleur grise ou verte :

\* La kaolinite a des vertus antibactérienne, anti-inflammatoire et cicatrisante. Ayant un grand pouvoir couvrant, elle est fort utile pour en faire un pansement gastrique ou intestinal. On peut également l'utiliser pour lutter contre la constipation et les intoxications alimentaires. Elle est l'argile la plus polyvalente et peut être également utilisée en masque ou cataplasme.

\*La montmorillonite est le « must » en matière d'argile. Riche en silice, elle contient aussi des phosphates, de la potasse, de l'oxyde de magnésium, de l'oxyde de fer, de l'oxyde de manganèse, de l'oxyde d'aluminium, de la soude et de la magnésie en grande quantité. Il s'agit de l'argile la plus utilisée et cela dans de très nombreux cas : par voie orale sous forme d'eau argileuse ou par voie externe sous forme de cataplasmes.

\*L'illite : cette argile est pauvre en magnésie, mais fortement calcique. Elle est d'une qualité inférieure à la montmorillonite mais est très efficace du fait de son pouvoir d'absorption [15].

**b) Argiles riches en fer :** telles que les glauconites et les nontronites utilisées dans l'industrie pétrolière. On peut y retrouver l'argile rouge qui est donc reminéralisante [15].

**c) Argiles riches en magnésium :** telles que les antigorites, la saponite, le talc, l'attapulгите.

Cette dernière est verte, rouge ou blanche et a aussi un fort pouvoir absorbant. De ce fait, elle est utilisée pour confectionner des pansements gastriques. Elle peut aussi être utilisée pour traiter la constipation et les diarrhées ainsi que les reflux gastro-œsophagiens.

Il est intéressant de savoir quelle argile utiliser, mais il faut aussi savoir sous quelle forme. C'est ce que nous allons voir maintenant [15].

### **I.1.5. Formes d'utilisation de l'argile**

Il est possible d'utiliser l'argile sous forme de poudre, de pâte, de morceaux et de comprimés ou de gélules.

**a) Sous forme de poudre :** il comporte des quantités d'argile différentes, mais aussi différentes sortes de poudre d'argile :

\* argile « ultra-ventilée » : composée de grains extrêmement fins. C'est l'argile utilisée pour la voie interne ;

\* argile ventilée ou surfine : a un grain un peu plus épais que la précédente, utilisée pour les soins d'hygiène corporelle et de beauté (composition de shampoing faits maison, masque de beauté, soins capillaires...), on peut également s'en servir pour préparer de l'eau argileuse ;

\* argile fine : grains plus épais utilisés pour la confection de compresses ou cataplasmes.

**b) Sous forme de pâte :** composée simplement d'argile déjà humidifiée. Elle est prête à l'emploi. Plus simple et pratique à utiliser.

**c) Sous forme de morceaux d'argile :** fragmentables en plus petits morceaux, elles sont principalement utilisées pour les cataplasmes plus étendus [15].

**Tableau I.3.** Classification des principaux minéraux argileux [16].

Type	Groupe	Sous-groupe	Espèces	Formules
1:1	Kaolinite	kaolinites	dickite, nacrite, kaolinite	$Al_2Si_2O_5(OH)_4$
			métahalloysite, halloysite	$Al_2Si_2O_5(OH)_4 \cdot 4H_2O$
2:1	Smectites	smectites dioctaédriques	montmorillonite	$(Al_{1,67}Mg_{0,33})Si_4O_{10}(OH)_2$
		smectites trioctaédriques	saponite	$Mg_3(Si_{3,67}Al_{0,33})O_{10}(OH)_2$
2:1	Micas	micas dioctaédrique	muscovite	$KAl_2(Si_3Al)O_{10}(OH)_2$
		micas trioctaédrique	phlogopite	$KMg_3(Si_3Al)O_{10}(OH)_2$
2:1:1	Chlorite	chlorite dioctaédrique	sudoite	$Al_4(Si,Al)_4O_{10}(OH)_8$
		chlorite trioctaédrique	Espèces différentes	$(Mg,Fe...)_6(Si,Al)_4O_{10}(OH)_8$

### I.1.6. Les pouvoirs d'argiles

L'intérêt des argiles en thérapeutique est lié à leur pouvoir couvrant et à leurs propriétés de surface et réactivité qui leur confèrent des propriétés d'adsorption, chélation et capture des particules externes, ainsi qu'à leur capacité d'absorption, aux propriétés spécifiques des silicates et des alumines qui les composent, et à celles de leurs ions de compensation.

#### a) pouvoir d'absorption

Est la propriété que présentent les solides et les liquides de retenir certaines substances (gaz ou liquides) dans la totalité de leur volume (comme dans une éponge). Remplissage passif d'un corps poreux, capillarité. Correspondant à la migration d'espèces dissoutes vers l'intérieur du solide [9].

#### b) pouvoir d'adsorption

C'est un phénomène de surface par lequel des atomes ou des molécules de gaz ou de liquides (adsorbats) se fixent sur une surface solide (adsorbant) selon divers processus plus ou moins intenses, [17] étant la rétention de substances à la surface des solides : mécanisme d'échange d'ions, complexation de surface et précipitation de surface. Le processus d'adsorption se produit jusqu'à l'obtention d'un état d'équilibre auquel correspond une concentration bien déterminée du soluté [18]. On distingue deux types d'adsorption suivant la nature des liaisons entre le substrat et les particules adsorbées.

- **Physisorption**

L'adsorption physique (ou physisorption) met en jeu des interactions faibles telles que les forces de Van Der Waals et les forces dues aux interactions électrostatiques de polarisation. La force des liaisons créées peut être estimée par l'énergie d'adsorption qui est comprise entre 5 et 40  $KJ.mol^{-1}$  ce qui est considéré comme faible. Ces interactions sont peu spécifiques et

réversibles et la désorption peut être totale. L'adsorption physique est rapide et généralement limitée par les phénomènes de diffusion [19].

- **Chimisorption**

C'est le résultat des liaisons chimiques entre le solide et la substance adsorbée. Les forces de Van Der Waals et le processus est également irréversible, on ne peut donc pas récupérer la substance adsorbée sous sa forme suite à une désorption. Les molécules adsorbées subissent généralement des changements dans leurs structures.

L'adsorption physique peut avoir lieu en monocouche ou en multicouches alors que l'adsorption chimique est uniquement mono moléculaire, car la présence des liaisons de valence entre l'adsorbat et l'adsorbant exclut la possibilité de couches multimoléculaires [20].

- **Mécanisme d'adsorption**

Le processus d'adsorption est l'un des transferts de matière qui s'effectue entre le fluide et l'adsorbant. Il se produit principalement en plusieurs étapes. Au cours de l'adsorption d'une espèce sur un solide, le transfert de matière a lieu de la phase fluide vers les sites actifs de l'adsorbant en passant par les étapes suivantes :

- Diffusion de l'adsorbat de la phase liquide externe vers celle située au voisinage de la surface de l'adsorbant ;
- Diffusion extra-granulaire de la matière (transfert du soluté à travers le film liquide vers la surface des grains) ;
- Transfert intra-granulaire de la matière (transfert de la matière dans la structure poreuse de la surface extérieure des grains vers les sites actifs) ;
- Interaction d'adsorbat au contact des sites actifs. Une fois adsorbée, la molécule est considérée comme immobile [21].

### **I.1.7. Impuretés dans les argiles**

Les argiles seront d'autant plus réfractaires, qu'elles seront plus pures. De plus, les impuretés rendent les matériaux cuits moins résistants à la corrosion chimique et aux brusques variations de température. Parmi les impuretés que rencontrent les argiles on trouve le fer, qui il se rencontre sous forme de silicates de fer, d'hydrates de fer (limonite  $\text{FeO}(\text{OH}) \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ), d'oxydes de fer (hématites  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ). On trouve aussi les sels de magnésie, les alcalis (soude  $\text{Na}_2\text{O}$  et potasse  $\text{K}_2\text{O}$ ), le titane  $\text{TiO}_2$ , les matières organiques....etc. Ces sels contenus dans les argiles donneront en grande partie la coloration des argiles après Cuisson [6].

## **I.2.Généralités sur les kaolins**

Le kaolin est un des plus importants minéraux argileux, employé dans divers domaines, comprenant principalement de la kaolinite, minéral majoritaire, défini comme un silicate d'aluminium hydraté, à la fois brut et purifié, et de composition variable.

Le kaolin est utilisé dans les industries telles que la poterie, peinture, plastiques, papier, les ciments les produits pharmaceutiques et cosmétiques [22]. Dans le domaine de la pharmacie, le kaolin est utilisé dans une variété de produits pharmaceutiques et cosmétiques, en tant que principe actif avec des propriétés d'adsorption qui protègent et stabilisent les fonctions de l'intestin et, en particulier, comme un excipient multifonctionnel [23].

### **I.2.1.Définition du kaolin**

La définition la plus courte conforme à l'usage général est une roche argileuse de couleur claire constituée principalement d'un ou plusieurs minéraux kaolins. Les kaolins sont généralement des mélanges hétérogènes de minéraux accompagnants la kaolinite, minéral majoritaire [23]. Le kaolin est une roche composée essentiellement de kaolinite, résultant de la décomposition des granites et des feldspaths par hydrolyse sous un climat chaud et humide, ou par une action hydrothermale. Lorsque l'argile est en solution elle va attirer les ions positifs et pourra les échanger une fois en contact avec la peau. L'argile va donc reminéraliser et nettoyer la peau, en échangeant ses sels minéraux avec les toxines et les impuretés de la peau. La kaolinite est formée principalement par la décomposition des feldspaths granit et silicates d'aluminium. Il n'est pas rare de trouver le kaolin déposé avec d'autres minéraux (illite, bentonite) [25].

### **I.2.2 Formation des kaolins**

La plupart des argiles et minéraux argileux proviennent de la transformation de silicates primaires ou de roches volcaniques, sous l'influence de processus physiques et chimiques impliquant l'eau de la surface de l'écorce terrestre. Certaines substances, une fois dissoutes dans l'eau, augmentent le caractère acide de celle-ci, accélérant ainsi la décomposition des minéraux primaires. La dissolution du gaz carbonique atmosphérique peut, lors de l'hydrolyse tripler les vitesses de décomposition des feldspaths potassiques et de formation de la kaolinite.

#### **a)Kaolins primaires ou résiduels**

Quand le drainage de ces roches par l'eau est abondant, ce processus géochimique naturel conduit directement à la formation de la kaolinite.

Les kaolins résiduels sont généralement situés à la surface de la roche mère. Ils sont relativement purs, avec peu d'intrusion en leur sein [6].

## **b) Kaolins secondaires ou sédimentaires**

Les kaolins dits secondaires ont pour origine des kaolins primaires entraînés par les eaux de ruissellement puis déposés. Les gisements de kaolin sédimentaire se rencontrent dans les dépôts continentaux à épicontinentaux, mis en place en général au cours de cycles transgression - régression. Ils peuvent être rencontrés à différentes époques géologiques durant lesquelles prévalait un climat de type tropical favorisant une intense altération.

La formation de ces dépôts est possible dans deux zones :

- **En eau de mer :**

Au contact de l'eau de mer, riche en cations, près de 90% des argiles chargées négativement flocculent. Ces dépôts, qui forment alors des bouchons constitués de kaolinite impure, sont communément appelés argiles kaolinitiques (mélange avec d'autres éléments tels que micas, quartz) [16].

- **En eau douce :**

Si les argiles, généralement chargées négativement dans l'eau "pure", ne rencontrent pas de cations susceptibles de favoriser leur floculation, elles restent longtemps en suspension. Il s'ensuit un tri sélectif des éléments indésirables en fonction de leur aptitude à sédimenter. Les particules les plus lourdes, qui se déposent en premier, sont ainsi recouvertes par un kaolin riche en kaolinite. Les micas, formés de feuillets qui flottent également longtemps sur l'eau, se retrouvent alors généralement mélangés à la kaolinite [16].

### **I.2.3. Compositions des kaolins**

Les kaolins sont des roches poly dispersées composés de trois principales fractions de particules ; (1) la fraction de particules inférieures à 2 microns est attribuée à la kaolinite, (2) la fraction de particules supérieures à 20 microns est attribuée au quartz, et enfin (3) la fraction intermédiaire dite poussières composée de particules de 2 à 20 microns [26].

### **I.2.4. Minéraux associés à la kaolinite**

À l'état naturel, la kaolinite se trouve associée à d'autres minéraux, notamment du quartz, des feldspaths et des micas en quantité variable et quelque fois gênante. Des oxydes et hydroxydes de fer et/ou d'aluminium, des carbonates d'alcalino-terreux et des matières organiques sont également présents mais en faible proportion.

**a) Minéraux du fer**

Dans les matériaux argileux, le fer se rencontre essentiellement sous forme d'oxydes, d'oxyhydroxydes et/ou d'hydroxydes. Ce sont la goethite ( $\text{FeOOH}$ ), la lépidocrocite ( $\text{FeOOH}$ ), l'hématite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), la maghémite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), la magnétite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) [25].

**b) Quartz**

Dans les argiles, la silice se rencontre essentiellement sous forme de quartz. Dans la nature, il existe deux formes allotropiques du quartz : la forme  $\alpha$  et la forme  $\beta$ . Les deux formes de quartz appartiennent à la famille des tectosilicates [12].

**c) Oxydes et hydroxyde d'aluminium**

La gibbsite  $\text{Al}(\text{OH})_3$  est la plus répandue dans l'argile alors que la présence de la diaspore  $\text{Al-O-OH}$  est exceptionnelle. Aussi on peut trouver la boehmite  $\text{Al-O-OH}$  [26].

**d) Le mica**

La muscovite est encore appelée mica potassique, mica blanc, ou mica rubis, suivant ses origines, elle est constituée d'un assemblage régulier de feuillets à structure tétraédrique et octaédrique [16].

**e) Les oxydes de titane**

L'oxyde de titane  $\text{TiO}_2$  se présente sous trois formes cristallines : l'anatase, le rutile et le brookite qui se retrouvent dans la nature altérée pouvant contenir diverses impuretés, Fe, Cr, V, etc [16].

**f) Feldspaths**

Les feldspaths résiduels sont les feldspaths qui ont résisté aux différents facteurs d'altération physico-chimiques externes. Les kaolins primaires contiennent presque toujours des feldspaths résiduels. A l'inverse ils sont inconnus dans les kaolins secondaires [16].

**g) Les matières organiques**

Les matières organiques sont l'ensemble des constituants organiques d'un sol, morts ou vivants, d'origine végétale, animale ou microbienne, fortement transformés ou non.

Les matières organiques ne représentent que quelques pourcents du poids du sol [16].

### I.2.5. Structure de la kaolinite

La kaolinite, dont le système cristallin est triclinique, présente une structure en feuillets (constitués d'une couche tétraédrique et d'une couche octaédrique), avec une équidistance entre les feuillets d'environ 0,7 nm. Elle est de type dioctaédrique, les trois sites de la couche octaédrique sont remplis par deux cations d'aluminium et le troisième site est lacunaire. Les feuillets élémentaires des kaolinites sont formés de l'empilement d'une couche de tétraèdres de silice et d'une couche d'octaèdres d'hydroxyde d'aluminium (figure 2 et 3) [27].

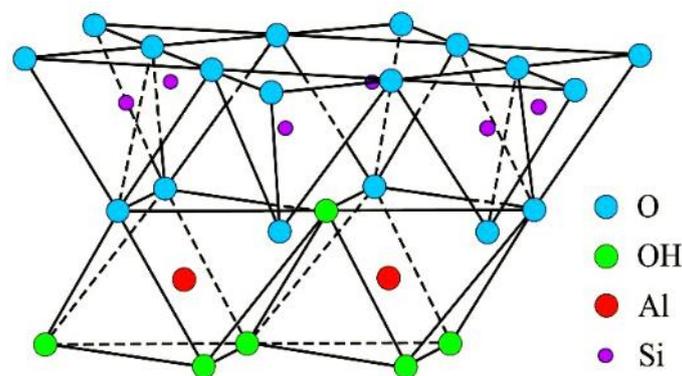


Figure I.2 : Représentation schématique d'une structure de kaolinite [28].

### I.2.6. Sites d'adsorption de la kaolinite

La kaolinite présente deux types de sites pouvant éventuellement interagir avec les ions présents dans la solution. Le premier type correspond aux sites d'échange, présent sur les surfaces basale (5 à 15 meq/100g). Le second type de site est situé sur les bordures des cristaux, où les liaisons sont rompues. Il s'agit de groupements hydroxylés ( $\equiv 3\text{SiOH}$ ) et aluminol ( $\equiv \text{AlOH}$ ) [21].

### I.2.7. Utilisations modernes pharmaceutiques

Dans le secteur pharmaceutique, le kaolin est employé comme diluant et complément dans des médicaments et cataplasmes, comme par exemple en mélange avec de la morphine. Les propriétés absorbantes du kaolin peuvent réduire le taux auquel un médicament est libéré dans le corps et même la quantité réelle absorbée par le corps. La quantité de kaolin change considérablement selon les applications, entre 7,5% et 55% de kaolin dans des applications absorbantes, autour de 25% dans des poudres de saupoudrage, et jusqu'à 55% dans les cataplasmes [16].

### a) Les applications médicales et cosmétiques

Le kaolin a une longue tradition d'utilisation dans des applications médicales et cosmétiques. Ces marchés exigent les niveaux les plus élevés de pureté et des spécifications de produit qui, naturellement, ont un coût [16].

### b) Produits de beauté

L'utilisation principale pour le kaolin en produits de beauté est le fond de teint. Les fonds de teint sont un mélange de la poudre teintée et parfumée employée pour améliorer l'aspect de peau. La quantité du kaolin dans un fond de teint peut changer seulement de 3% dans une poudre lâche à 10% dans un gâteau, serré, ou la formulation lourde. Le kaolin est concurrencé par le carbonate de calcium précipité (PCC) comme remplisseur en produits de beauté, mais le kaolin est encore considéré comme de loin supérieur dans cette application. Le kaolin est utilisé dans la formulation de rouge à lèvres [16].

### I.2.8. Spécifications des kaolins de pharmacopée

Le kaolin peut contenir des micro-organismes ; pour cette raison, le kaolin utilisé dans ces applications est stérilisé. Cette stérilisation est habituellement effectuée par le fabricant plutôt que le producteur de kaolin. On s'assure par ailleurs de faibles taux en métaux lourds tels que Pb, As ou Cd. Le kaolin est séché à une humidité de 10% et stocké dans un compartiment adapté habituellement d'environ 200 tonnes. Une fois approuvé par le laboratoire de contrôle de qualité, le kaolin est transféré à un silo équipé d'un moulin d'attrition à gaz. Ceci ramène le kaolin à l'état de poudre homogénéisée fine et ramène simultanément l'humidité à moins de 1,5% [29].

**Tableau I.4.** Les principales propriétés d'un kaolin algérien [26].

Propriétés	Valeurs
Masse volumique (g/cm <sup>3</sup> )	2,60-2,63
Dureté (Mohs)	2- 2,5
Coefficient de dilatation linéaire (20-700°)	5-7,10 <sup>-3</sup>
Conductivité thermique (cal/cm.s.C°)	4-5,10 <sup>-3</sup>
Température d'utilisation (C°)	1400
Résistance à la flexion (kgf/cm <sup>2</sup> )	50-210

### **I.3. Généralités sur les bentonites**

#### **I.3.1. Définition**

Les Bentonites sont de même nature que des smectites ou les montmorillonites (de Montmorillon en France). La bentonite représente plus de 80% de la totalité du minerai [30]. C'est une roche argileuse, friable, tendre et onctueuse au toucher, sa teinte dépend des composés minéraux et impuretés (matière organique et oxydes des métaux) qui lui sont étroitement associés. Elle est blanche, grise ou légèrement jaune. Elle se caractérise par une capacité élevée d'adsorption, d'échange ionique et de gonflement [31].

#### **I.3.2. Composition de la bentonite**

La bentonite est une terre douée d'un pouvoir gonflant au contact de l'eau (5 à 30 fois son volume initial). Elle est constituée, principalement par un minéral argileux appelé montmorillonite, cette dernière est composée de feuillets complexe à trois couches, séparés par des molécules d'eau [32]. La bentonite contient d'autres matières minérales, généralement du quartz, le feldspath, le verre volcanique, la matière organique, le gypse ou la pyrite [33].

#### **I.3.3. Formation de la bentonite**

Les bentonites sont issues de l'altération de produits du volcanisme soit par sédimentation de cendres en milieu lacustre ou lagunaire soit par altération des roches volcaniques sous forme de filons. De nombreux autres minéraux, témoins des roches originelles, néoformées ou transportées peuvent y être associés [34].

#### **I.3.4. Les différents types de bentonite**

La bentonite est dictée par le type de cation externe qui est adsorbé sur la couche de surface des particules de bentonite soit par des moyens naturels (pendant le processus naturel de la formation des minéraux) ou par traitement chimique.

Pour la plupart des applications, la bentonite de sodium est préférée au cours de la bentonite de calcium en raison de sa capacité de gonflement supérieure. Ainsi que sa très faible conductivité hydraulique à l'eau [35].

##### **a) Bentonites calciques**

La bentonite à base de calcium, ne possède pas des propriétés de gonflement, et a des applications parapharmaceutiques (excipient, pansement gastrique). Elles contiennent essentiellement des ions ( $\text{Ca}^{2+}$ ) en position interfoliaire.

**b) Bentonites sodiques**

Ce sont des argiles rares. Leur ion interfoliaire ou échangeable est  $\text{Na}^+$ . Elles ont un pouvoir de gonflement très élevé, elle peut absorber plusieurs fois sa masse en eau.

**c) Bentonites permutées**

Ce sont des bentonites calciques et dopées par des ions  $\text{Na}^+$ .

**d) Bentonites activées**

Bentonites permutées activées par des adjuvants tels que les polymères hydrosolubles. [11, 32]

**I.3.5. Les différents constituants de la montmorillonite**

Chimiquement, la montmorillonite est décrite comme étant un silicate d'aluminium hydraté contenant de petites quantités d'alcalins et de métaux d'alcalino-terreux. Structurellement, la montmorillonite est constituée de deux éléments de base, feuillets d'aluminium octaédrique et la couche de silice tétraédrique, Un seul montmorillonitique est constitué de deux feuillets de silice tétraédriques, séparés par un feuillet d'aluminium octaédrique [36].

**I.3.6. Structure de la montmorillonite**

La structure de la montmorillonite a été définitivement établie à partir des travaux de Hofmant. Endel et Wilm. Marchal, le feuillet représenté dans la Figure 4 est constitué de deux couches de tétraèdres centrées sur le silicium entre les quelles se trouve une couche octaédrique centrée sur l'aluminium. Deux couches sont séparées par l'espace interfoliaire dont l'épaisseur est de l'ordre de  $14\text{\AA}$ , épaisseur qui peut varier selon la teneur en eau ( $9.8\text{\AA}$  pour une montmorillonite séchée à  $110^\circ\text{C}$ ) [37].

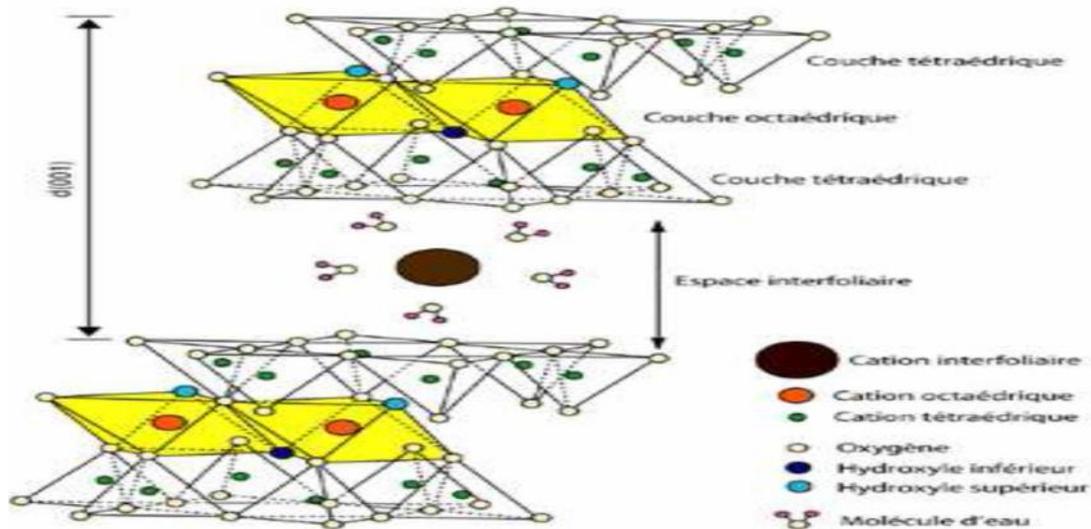


Figure I.3. Représentation schématique de la structure d'une montmorillonite [38]

### I.3.7. Propriétés de la bentonite

La bentonite est un type de matériau à smectite comme composition principale et ayant aussi ses propriétés physiques doivent être dictée par les minéraux de type smectite. C'est une argile montmorillonite et hygrosopique qui est caractérisée par une couche octaédrique des atomes d'aluminium étant fixé entre deux couches tétraédriques d'atomes de silicium. Il a la charge électrique négative nette due à la substitution isomorphe de  $Al^{3+}$  avec  $Fe^{2+}$  et  $Mg^{2+}$  dans les sites octaédriques et  $Si^{4+}$  avec  $Al^{3+}$  dans les sites tétraédriques et est équilibrée par les cations tels que  $Na^{+}$  et  $Ca^{2+}$  situé entre les couches et entourant les bords.

La bentonite naturelle, lorsqu'elle est hydratée avec de l'eau, est alcaline avec un pH de 8 à 10. Elle est hydrophile dans la nature comme elle est fortement hydratée par l'eau [39]. Cela explique pourquoi la bentonite a une grande capacité d'absorption de l'eau [35].

### I.3.8 Caractéristiques physiques des Montmorillonites

#### a) La capacité d'échange cationique (CEC)

Un échangeur d'ions peut posséder plusieurs types de sites réactionnels constituant des groupes homogènes (ou quasi-homogènes). Le nombre de sites est déterminé par unité de masse ou de surface du solide. Cette caractéristique est intrinsèquement liée à la nature de l'échangeur. Elle détermine la quantité maximale d'ions de la solution qui peut

être adsorbée (effet de saturation) et régule dans une certaine mesure le phénomène de compétition entre les ions pour la neutralisation des sites.

La CEC correspond au nombre de cations monovalents qu'il est possible de substituer aux cations compensateurs pour compenser la charge négative. En général, on introduit une montmorillonite naturelle dans une solution contenant un excès de cation, puis on réalise une analyse élémentaire afin d'évaluer la quantité de cations échangés entre l'argile et la solution [40].

### **b) Gonflement interfoliaire et interparticulaire**

L'analyse minéralogique montre que certaines argiles pour lesquelles les liaisons interfeuillets sont très faibles. Ont la propriété de fixer les molécules d'eau entre deux feuillets voisins (c'est le cas de Smectites telles que la montmorillonite, et de certaines chlorites). L'eau pénètre à l'intérieur des particules et s'organise en couches monomoléculaires. Il s'agit alors d'un gonflement interfoliaire. Il intervient à l'échelle la plus petite de la structure argileuse mais peut présenter une ampleur très importante.

En dehors de ce cas particulier, qui définit les argiles dites "gonflantes". Le gonflement est interarticulaire, c'est-à-dire que l'eau ne pénètre pas à l'intérieur des particules d'argiles. Ce gonflement interarticulaire contrairement au gonflement interfoliaire a une ampleur assez limitée mais affecte toutes les argiles [13].

#### **➤ Mécanisme de gonflement**

Les substitutions isomorphes de  $Al^{3+}$  par  $Mg^{2+}$  à la surface des feuillets entraînent un excès de charge négative. Pour assurer l'électroneutralité, ce déficit de charge est compensé par des cations les cations compensateurs. Ces cations échangeables se fixent à la surface des feuillets et assurent la liaison entre eux, l'intensité de ces liaisons dépend de la valence de ces cations. Plus les cations compensateurs sont petits et faiblement chargés, plus le gonflement de l'argile sera important. Ces ions facilement hydratés permettent grâce à leurs complexions avec des molécules d'eau la diminution de forces attractives entre les feuillets. Le gonflement est décroissant selon le type de cations compensateurs suivant  $Li^+ > Na^+ > Ca^{2+} > Fe^{2+} > K^+$ .

La valence des cations de sodium  $Na^+$  est plus faible que celle des cations de calcium  $Ca^{2+}$ , c'est pour cette raison que la montmorillonite sodique aura la plus grande surface spécifique, ce qui est favorable à la fixation des molécules d'eau et des cations entre ces feuillets. [41].

### **I.3.9.Applications pharmaceutiques des bentonites**

Les bentonites sont utilisés communément dans l'industrie pharmaceutique comme excipients, substances actives ou agents de la dispersion, peuvent être excellents protecteurs cellulaires et qu'ils peuvent en réduire quelques-uns des effets secondaires de médicament tel que ceux utilisés pour le traitement de cancer. Une fois à l'intérieur du corps humain ou animal, les particules de la bentonite peuvent agir comme adsorbants de toxines, améliorer la santé (réduire les effets malfaisants des médicaments) [42].

### **I.4.Généralités sur le lentisque**

#### **Introduction**

Depuis des siècles les plantes ont été utilisées dans les médecines traditionnelles, les remèdes utilisés dans la médecine traditionnelle ont été la source de plusieurs médicaments, comme beaucoup de plantes médicinales ont montrés qu'elles présentent des activités biologiques et pharmacologiques intéressantes et sont utilisées comme agents thérapeutiques [43].

#### **I.4.1. Le Pistachier lentisque (*Pistacialentiscus L*)**

Le pistachier lentisque, appelé communément lentisque est un petit arbuste qui peut atteindre 2 à 3 mètres de haut, fortement ramifié à partir de la base, plante de la famille des anacardiées, à feuillage persistant. Elle donne des fruits, d'abord rouges, puis noirs. On le trouve à l'état naturel dans le nord algérien. Le pistachier lentisque est connu pour ses vertus médicinales. Sa sève est une résine transparente utilisée pour la composition de laques, vernis, mastics et colles des pansements [44].

*Pistacialentiscus* est connue par ses propriétés médicinales depuis l'antiquité. En effet, la décoction de racines séchées est efficace contre l'inflammation intestinale et d'estomac ainsi que dans le traitement de l'ulcère. La partie aérienne est traditionnellement utilisée dans le traitement de l'hypertension artérielle [45].



**Figure I.4.** Plante de lentisque [46].

### I.4.2. Répartition géographique

*Pistacialentiscus* est un arbuste dioïque d'origine méditerranéenne, résineux et aromatique à croissance très lente, très répandu dans les garrigues, maquis, versants rocaillieux secs, clairières et bois clairs, sur tous types de sol. Dans tout le bassin méditerranéen. En France, le pistachier lentisque ne quitte pas la zone méditerranéenne et s'éloigne peu du littoral, sauf dans quelques vallons chauds. Il est très répandu en Corse. Avec l'olivier sauvage, il constitue une fourré impénétrable qui est une formation typiquement méditerranéenne, mais qui est très combustible [47].

### I.4.3. Les substances utiles du lentisque

Le lentisque est un arbre aux usages multiples : s'il est essentiellement exploité pour la résine qu'il secrète dans ses tiges, on se sert également de ses feuilles, de son bois et de ses fruits pour des usages alimentaires, domestiques ou médicinaux. Quant aux racines, elles seraient capables d'émettre, lorsqu'elles sont vieilles, une certaine luminescence [48].

**Tableau I.5.** Les composés minéraux des feuilles et de fruits de lentisque [49]

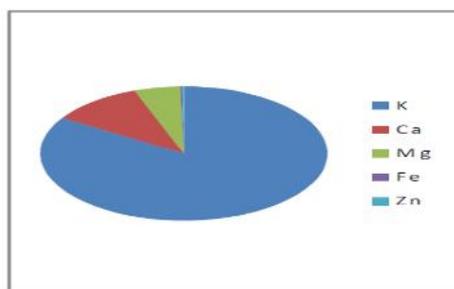
Composés minéraux	Feuilles (mg/Kg)	Fruits (mg/Kg)
Cd	6,45	3,96
Cr	5,12	2,38
Cu	33,55	80,09
Pb	25,81	11,5
Zn	230,36	168,11
Mn	229,49	171,28

Se	17.42	12.29
La	14.09	4.88
Li	41.68	9.59
V	24.39	11.46
Ca	144400	36900
Fe	2300	800
K	127800	297800
Mg	30000	18200

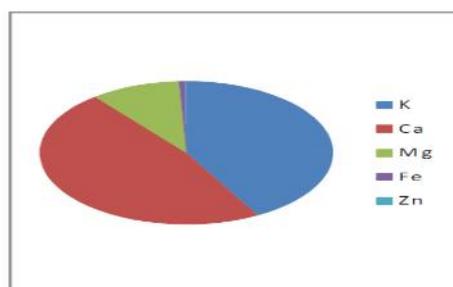
La concentration de potassium (K) varie de 127 800 mg / kg à 297 800 mg / kg dans les fruits et les feuilles de *P.lentiscus* respectivement. Les fruits de *P.lentiscus* ont enregistrés des taux élevés de potassium qui s'accumule principalement au niveau des fruits. Le niveau de calcium, quant à lui, serait plus important dans les feuilles de *Plentiscus*.

Le magnésium (Mg) est également présent en grande quantité principalement au niveau des feuilles car c'est un élément constitutif de la chlorophylle.

On y retrouve aussi d'autres éléments comme Le zinc (Zn) et le fer (Fe).



**Figure I.5.** Composés minéraux des fruits de lentisque [50]



**Figure I.6.** Composés minéraux des feuilles de lentisque [50].

#### I.4.4. Utilisation thérapeutique

Le lentisque est utilisé, traditionnellement, sous plusieurs formes. Des poudres et des décoctions d'écorces et de feuilles sont utilisées pour guérir les troubles gastro-intestinaux, cutanés comme l'eczéma, la diarrhée et les infections de la gorge. Elles sont aussi utilisées en tant que puissant antiulcéreux.

La résine extraite de *Pistacialentiscus* utilisée comme antiseptique en cas de bronchites et autres troubles respiratoires et dans le traitement des maladies du système urinaire. La résine aide à soigner de l'asthme, elle a également des propriétés anti-inflammatoires et antipyrétiques [51].

L'huile extraite des fruits, quant à elle, sert de liniment en cas de douleurs dorsales, conseillée pour les diabétiques, pour le traitement des douleurs d'estomac et en cas de circoncision. De plus, elle est utilisée comme remède d'application locale externe sous forme d'onguent pour soigner les brûlures [47]. La médecine traditionnelle algérienne utilise surtout l'huile grasse obtenue par expression des fruits de lentisque dans le traitement des petites blessures, brûlures légères et érythèmes. L'huile est aussi employée par voie orale contre les problèmes respiratoires d'origine allergique et les ulcères de l'estomac [52].

#### **I.4.5. Propriétés biologiques et pharmacologiques**

La présence dans les huiles végétales, de triglycérides d'acides gras polyinsaturés, de phytostérols, de tocophérols et d'autres constituants sont responsables des propriétés cardioprotective, anti-oxydante, anti-inflammatoire et d'autres activités que revendiquent ces corps gras.

Les acides gras essentiels contenus dans certaines huiles végétales sont indispensables au bon fonctionnement de la cellule, car ils ne peuvent être synthétisés par l'homme du moins en quantité suffisante. Ce caractère indispensable, associé à leur rôle essentiel, explique que leur absence d'apport conduise à des symptômes carenciels cliniques et biologiques [13].

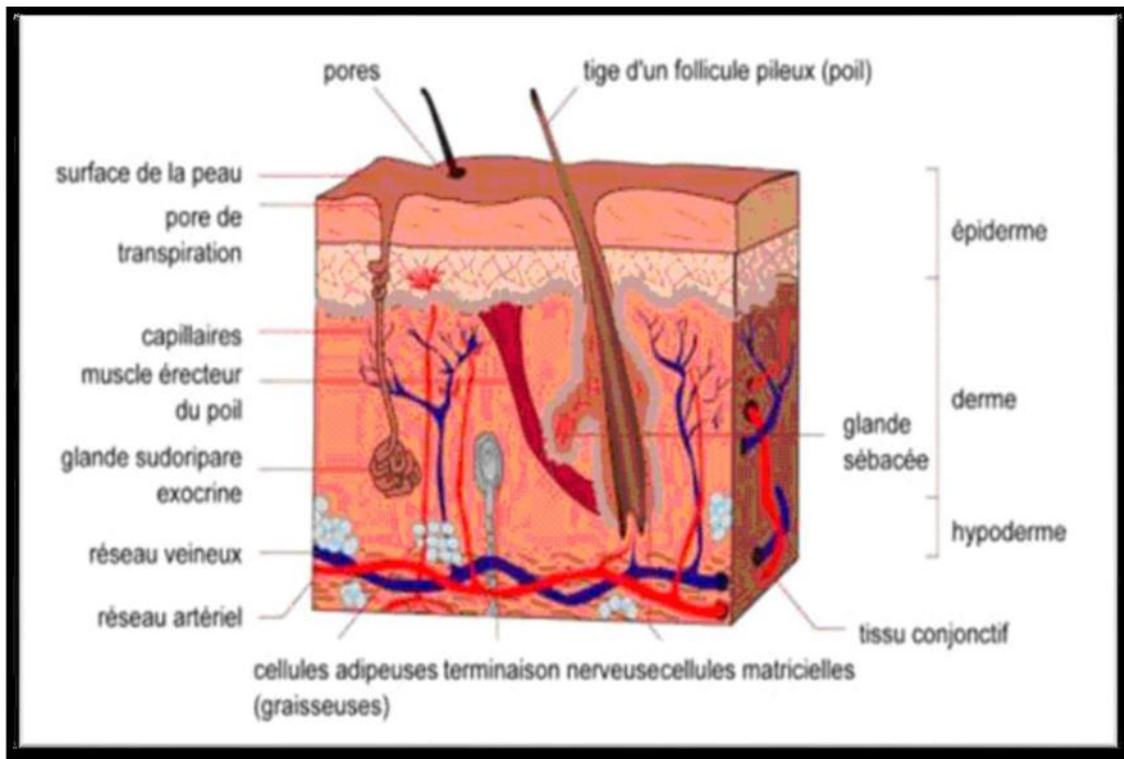
### **I.5. Généralités sur la peau et les brûlures**

#### **Introduction**

La peau constitue un organe complexe. Cette partie donne un aperçu de la structure des principaux compartiments de la peau et des annexes cutanées. Cette partie comprend également le différent type de brûlure sur la peau et leur cicatrisation [53].

#### **I.5.1. La peau**

La peau est l'organe le plus gros de l'organisme, avec une surface d'environ 2 m<sup>2</sup> pour un poids moyen représentant 15 % du poids total d'un adulte, elle est constituée du derme, de l'épiderme et de l'hypoderme.



**Figure I.7.** Structure de la peau [53]

**a) L'épiderme :**

C'est un tissu épithélial pluristratifié d'origine ectodermique correspondant à la couche la plus externe de la peau. Une de ses principales fonctions est celle de barrière entre l'organisme et son environnement extérieur [53].

**b) le derme**

Le derme permet non seulement d'apporter les nutriments, l'immunité et d'autres supports à l'épiderme mais aussi d'avoir un rôle dans la régulation de la température, de la pression et de la douleur. Le derme a une épaisseur de 0,1 à 0,5 cm. C'est un tissu conjonctif composé de fibres de collagène (70%) et de fibres élastiques dans une matrice extracellulaire riche en protéoglycanes et glycoprotéines [54].

**c) L'hypoderme :**

C'est la couche la plus profonde et la plus épaisse de la peau. L'hypoderme est un tissu graisseux ou tissu adipeux blanc, rattaché à la partie inférieure du derme, essentiellement composé d'adipocytes, cellules spécialisées dans le stockage des lipides, regroupés en lobules et séparés par du tissu conjonctif. Il joue le rôle d'isolant thermique, de réserve énergétique et de protection contre les chocs [55].

### **I.5.2.Définition de la brulure**

La brûlure se définit comme la destruction de la peau et des tissus sous-jacents, est une pathologie accidentelle pouvant être extrêmement traumatisante, parfois mortelle, Elle est dite grave lorsque la surface brûlée est supérieure à 10% chez l'enfant, supérieure ou égale à 5% si l'âge est inférieur à un an et enfin toute brûlure grave chez le nouveau-né. La gravité est aussi fonction de la profondeur [56].

### **I.5.3.Différents types de brulures**

On trouve principalement 03 sortes de brulures : les brulures thermiques, les brulures chimiques et les brulures électriques.

#### **a) Les brulures thermiques**

Les brûlures thermiques sont les plus fréquentes soit 90% des cas de brûlures, et sont dues soient à des flammes, à des liquides chauds ou par contact avec un solide brûlant [57].

#### **b) Les brulures chimiques**

Il y a de très nombreux produits chimiques (acides ou bases) qui peuvent léser la peau selon un plus ou moins rapide et plus ou moins profond. Ce processus est en général beaucoup plus lent que lors d'accidents thermiques ou électriques. Elles représentent 3 à 5% de l'ensemble des brûlures [57].

#### **C) Les brulures électriques**

L'électrisation ou électrotraumatisme, est un accident lié au passage de courant électrique dans l'organisme. Elle représente environ 8% des brûlures. Dans près de 80% des cas, l'électrisation s'associe à des brûlures cutanées. La gravité de la brûlure est fonction de l'intensité et de la tension du courant ainsi que de sa localisation et du temps de contact [57].

### **I.5.4.Classification**

On classe les brûlures selon leur gravité.

#### **a)Brulures du premier degré**

Atteignent uniquement l'épiderme. Elles causent une douleur modérée et un érythème (rougeur), mais n'entraînent pas la formation de cloques. Les fonctions de la peau restent intactes [5].

#### **b) Brulures du deuxième degré**

Détruisent l'épiderme et une partie du derme. Elles suppriment partiellement les fonctions de la peau et entraînent une rougeur, la formation de cloques, un œdème et de la douleur. La formation de cloques est due à l'accumulation de liquide tissulaire qui s'insère entre

l'épiderme et le derme. En l'absence d'infection, ce genre de brûlure guérit habituellement en trois ou quatre semaines, mais il peut laisser des cicatrices [58,59].

### c) Brûlures du troisième degré

Détruisent l'épiderme, le derme et le fascia superficiel. Elles suppriment en outre la plus part des fonctions de la peau. La couleur des lésions peu aller du blanc marbré à l'acajou , dans certains cas, ces brûlures ont un aspect sec et carbonisé. Elles causent un œdème considérable. La destruction des terminaisons nerveuses supprime les sensations dans la région atteinte. La régénération est lente ; un abondant tissu de granulation se forme avant de se recouvrir d'épithélium. La formation de tissu cicatriciel (fibrose) est fréquente [58,5].

### I.5.5. Cicatrisation cutanée

La cicatrisation cutanée est un phénomène biologique très complexe, dynamique, qui se met en place après une blessure de manière à rétablir le plus rapidement possible l'intégrité et l'homéostasie de la peau. La fermeture correcte d'une lésion est possible grâce à la coopération entre de nombreux médiateurs solubles (facteurs de croissance et cytokines), la mise en jeu de différents types cellulaires (cellules inflammatoires, endothéliales, sanguines, épithéliales et immunitaires) et les interactions avec la matrice extracellulaire [5].

**Tableau I.6.** Facteurs pouvant avoir un effet néfaste sur la cicatrisation [60].

Facteurs néfastes	Effets possibles sur la cicatrisation
Obésité	Diminution de la vascularisation du tissu adipeux et augmentation de la tension dans la plaie
Tabagisme	Diminution de l'oxygénation de la plaie et anomalies de la coagulation dans les petits vaisseaux sanguins
Age avancé	Affaiblissement des défenses immunitaires et diminution de la résistance aux germes pathogènes
Diabète	Dysfonctionnement leucocytaire, à cause de l'hyperglycémie. Risque d'ischémie régionale en raison d'une oblitération vasculaire ou de l'épaississement de la membrane basale des capillaires
Mauvaise circulation / hypoperfusion	Mauvaise alimentation de la plaie en substances nutritives, en cellules sanguines et en oxygène
Malnutrition	Perturbations de la phase inflammatoire et de la synthèse de collagène

Médicaments immunosuppresseurs	Diminution de la synthèse de collagène
Irradiation de la lésion	Diminution de l'irrigation sanguine par suite du rétrécissement de la lumière vasculaire
Stress important	L'augmentation du cortisol diminue le nombre de lymphocytes circulants et atténue la réaction inflammatoire
Déficit sensitif dans la région de la plaie	Réduction de la réaction inflammatoire et vasomotrice
Corticoïdes	Ralentissement de l'épithélialisation et de la néovascularisation, et inhibition de la contraction



## Chapitre II: Matériel et méthodes d'analyses

L'objectif de ce chapitre est de présenter le différent matériel et méthodes utilisées lors de cette étude, afin de caractériser les matières premières, à savoir :

- L'analyse minéralogique par Diffraction des rayons X (DRX) pour identifier les différentes phases minéralogiques.
- La fluorescence des rayons X.
- La spectroscopie infrarouge permet d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présent dans les matériaux.

## II.1. Matériel utilisé :

En plus de ces matériels de caractérisation, d'autres matériels sont aussi utilisés à savoir

- **Etuve** : nos substances ont été séchées dans une étuve de marque Memmert ;
- **Tamiseuse** : l'opération de tamisage a été réalisée à l'aide d'une tamiseuse de marque FRITTSCH équipée d'une série de tamis AFNOR de différentes dimensions ;
- **Balance** : toutes les pesées ont été réalisées sur une balance analytique de marque SCALTEC SBC32, de précision égale à  $\pm 0,0001$  g ;
- **pH-mètre** : Le pH et la température des solutions ont été contrôlées à l'aide d'un pH-mètre à affichage numérique de marque HANNA pH 211 muni d'une électrode en verre pour la mesure pH et d'une sonde pour la mesure des températures ;
- **Conductimètre** : La conductivité a été contrôlée à l'aide d'un conductimètre à affichage numérique de marque INOLAB conductivité 720  $\mu\text{s}/\text{Cm}$  ;
- **Bains marie** : pour chauffer nos préparations ;
- **Mortier et un pilon** : pour le broyage des matières premières ;
- **Disciateur** ;
- **Plaque chauffante** ;
- **Balance** : pour peser les lapins ;
- **Pied à coulisse** : pour mesurer le diamètre et la longueur de la blessure.

## II.2. Méthodes de caractérisation

### II.2.1. Diffraction des rayons X (DRX)

La structure des échantillons a été caractérisée par diffraction des rayons X, qui est une analyse non destructive utilisée en général pour déterminer la structure cristalline d'un échantillon. Elle permet l'identification des phases argileuses, et des minéraux associés

(impuretés). Les analyses de diffraction de rayon X ont été effectuées sur un appareil diffractomètre Expert pro-PANanalytical de type / MPD en utilisant de raie K du cuivre de longueur d'onde  $\lambda = 0,154\text{ nm}$ .



Figure II.1. Appareil de DRX type PANanalytical

- **Principe :**

Les rayons X sont diffusés sans perte d'énergie par des particules de la matière chargée sont disposées de façon périodique, la quantité de rayonnements diffusée n'est importante que dans les directions pour lesquelles les rayons diffusés sont en phase. On dit alors qu'il y a diffraction. L'observation d'un rayonnement diffracté est donc soumise à des conditions relatives à l'existence d'interférences constructives ou cohérentes. La loi de Bragg établit la condition essentielle à la diffraction, à savoir : deux rayons diffusés par un cristal sont en phase et s'additionnent si la différence entre leurs chemins parcourus au sein du cristal est égale à  $n$  fois ( $n =$  nombre entier) leur longueur d'onde :  $2d \cdot \sin \theta = n \lambda$

Avec :

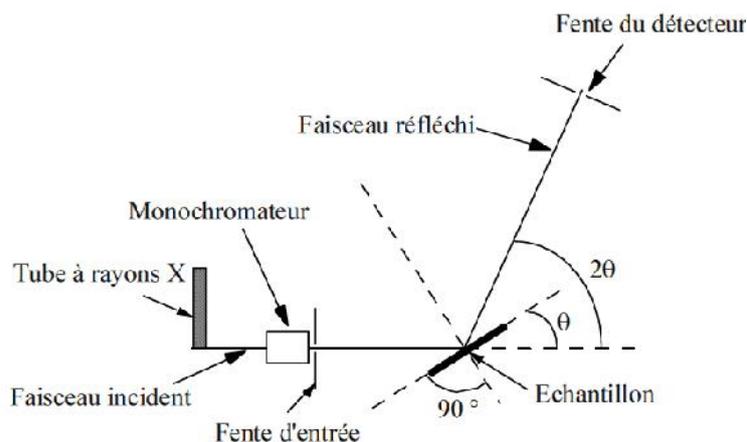
$\lambda$  : la longueur d'onde du rayonnement utilisé ;

$\theta$  : l'angle de réflexion. ;

$d$ : la distance réticulaire entre deux plans atomiques adjacents d'une même famille ;

$n$ : l'ordre de réflexion [61].

Dans le cadre de ce travail, les mesures de diffraction X ont été effectuées sur des échantillons différents. Cette analyse a été réalisée au Laboratoire du génie des procédés.



**Figure II.2.** Principe de fonctionnement de Diffraction des rayons X [62].

- **Conditions expérimentales**

L'échantillon est mis dans un porte échantillon, de sorte que la surface de l'échantillon soit la plus plane possible. Le porte échantillon est ensuite placé sur son support fixé hermétiquement refermé. Le tube à RX et le détecteur quant à eux sont mobiles, ils effectuent des rotations comprises entre  $0^\circ$  et  $160^\circ$ .

### II.2.2.Spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) est une méthode d'analyse basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau [21].



**Figure II.3.** Spectromètre infrarouge

- **Principe**

Le principe de transformation de Fourier (TF) se base sur le fait que chaque fonction peut être décomposée en une somme de fonctions sinusoïdales, chaque fonction sinusoïdale étant définie par deux valeurs : sa fréquence (longueur d'ondes) et son amplitude (intensité).

La transformation de Fourier est une procédure mathématique qui permet de décomposer un interférogramme en une somme de fonction sinusoïdale, représentant chacune une onde donnée. La fréquence et l'amplitude de ces ondes sont calculées à partir des données de l'interférogramme.

En quelques secondes, l'interférogramme est recueilli par le spectromètre, traité par le calcul de transformation de fourier et converti pour donner le spectre entier de l'échantillon [63].

Dans les conditions normales de température et de pression (CNTP), les atomes et groupements fonctionnels, constituant la matière, sont animés de mouvements vibratoires. Si ces constituants sont exposés à un rayonnement électromagnétique dont la fréquence est proche de celle de l'une ou l'autre de leurs vibrations propres, ils entrent en résonance, empruntant pour ce faire, de l'énergie dans le faisceau incident. Il y a alors absorption d'énergie. Sous l'effet d'un rayonnement électromagnétique infrarouge, les liaisons moléculaires absorbent une partie de cette énergie et vibrent selon des mouvements de différents types (vibrations d'élongation ou de déformation). Le domaine infrarouge, dans lequel se trouvent les énergies de vibration des liaisons moléculaires, est divisé en trois zones :

- proche infrarouge :  $\lambda = 0,8 \text{ à } 2,5 \text{ mm}$  (ou  $\nu = 4000 \text{ à } 12500 \text{ cm}^{-1}$ )
- moyen infrarouge :  $\lambda = 2,5 \text{ à } 25 \text{ mm}$  (ou  $\nu = 400 \text{ à } 4000 \text{ cm}^{-1}$ )
- lointain infrarouge :  $\lambda = 25 \text{ à } 1000 \text{ mm}$  (ou  $\nu = 10 \text{ à } 400 \text{ cm}^{-1}$ ) [61].

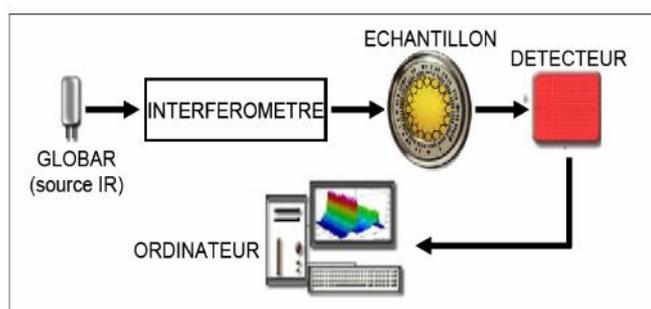


Figure II.4. Schéma de montage d'un spectromètre FT-IR [63].

### • Préparation des pastilles

On mélange environ 80 mg de KBr avec 2 mg de kaolin, puis on prépare la pastille en utilisant une presse hydraulique. Cette pastille est analysée par IR.

Le bromure de potassium (KBr) est soluble dans l'eau, dans l'alcool et dans la glycérine et légèrement soluble dans l'éther. Il est hygroscopique et a une bonne résistance aux chocs thermiques et mécaniques. Même procédé suivi pour la bentonite.

### II.2.3. pH mètre

- **Principe**

Un pH-mètre comporte deux parties :

- Une sonde constituée de deux électrodes trempant dans la solution aqueuse dont on veut mesurer le pH.
- Un boîtier électronique relié à la sonde qui affiche la valeur du pH.



Figure II.5.pH-mètre (HANNA)

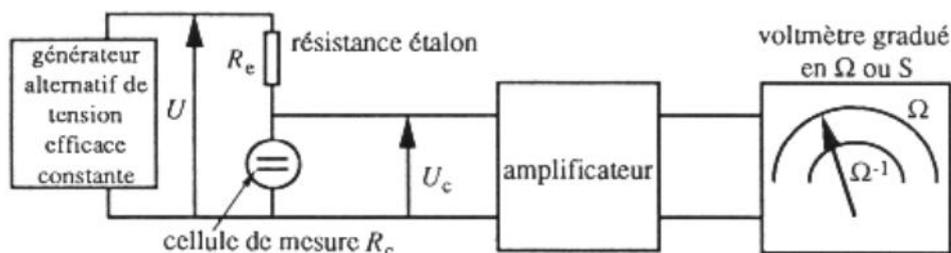
- **Mesure du pH :** Pour la mesure du pH, il faut d'abord placer la solution à analyser sous agitation magnétique ; puis tremper la sonde propre et sèche dans la solution à analyser, attendre la stabilisation de la valeur du pH avant lecture.

### II.2.4 Conductimètre

- **Principe**

Une solution ionique, aussi appelée électrolyte, est conductrice de l'électricité. La présence d'ions, chargés électriquement, assure le caractère conducteur de la solution. La mesure conductimétrique est une méthode d'électroanalyse qui permet de mesurer les propriétés conductrices d'une telle solution. En pratique, on détermine la conductance  $G$  d'un volume d'une solution à l'aide d'une cellule de mesure constituée de deux plaques parallèles de surface immergée  $S$  et séparées d'une distance  $l$ .

La mesure de la conductivité d'une solution s'effectue en émergeant dans la solution une cellule de mesure comportant deux électrodes de platine. Le conductimètre affiche directement une conductivité. Pour permettre une comparaison significative, il est essentiel de réaliser des mesures à température identique. Le schéma de principe d'un conductimètre est représenté sur la figure II.6 suivante.



**Figure II.6.** Schéma de montage d'un conductimètre.

#### II.2.4 Mesure de la densité de l'huile de lentisque

Dans notre cas le liquide utilisé est l'huile de lentisque.

Pour la mesure on a utilisé deux pycnomètres, à l'aide d'une balance on a réalisé les pesées suivantes :

D'abord on a pesé les deux pycnomètres vides et secs ( $M_V$ ), après on les a remplis d'eau distillée jusqu'au trait de jauge puis on a refait la pesée ( $M_E$ ). Après avoir séché deux pycnomètres on les a remplis de l'huile jusqu'au trait de jauge, puis on a mesuré la nouvelle masse ( $M_L$ ).

Les résultats obtenus sont dans le tableau II.1 :

**Tableau II.1.** Les différentes masses mesurées.

	$M_V$ (g)	$M_E$ (g)	$M_L$ (g)
Pycnomètre 1	19,5	29,14	28,42
Pycnomètre 2	18,89	28,64	27,82

Avec :  $M_V$  = la masse du pycnomètre à vide.

$M_E$  = la masse du pycnomètre remplie d'eau.

$M_L$  = la masse du pycnomètre remplie d'huile.

$m_L$  = La masse de liquide contenu dans le pycnomètre.

$m_E$  = la masse d'eau contenue dans le pycnomètre.

On a :

$$m_L = M_L - M_V$$

$$m_E = M_E - M_V$$

L'expression de la densité du liquide est donc :

$$d = \frac{m_L}{m_E} = \frac{M_L - M_V}{M_E - M_V}$$

### II.3 Expérimentation animale

Les jeunes lapins de tailles et de masses variables sont ramenés d'une ferme située à quelques kilomètres de Bejaia. Ils sont de différents sexes (Mâles et femelles).

L'essai a été réalisé sur 25 lapins, pesant entre 120 et 560 g au début de l'expérimentation, issus d'une ferme privée. Les animaux ont été répartis selon leur poids de manière homogène entre les lots.

Les lapins ont été divisés en cinq lots de cinq lapins chacun, chaque lot est gardé dans une cage, et ont été gardé dans des même conditions de température et de luminosité.

Pour distinguer entre les lapins des coupures au niveau de l'oreille à l'aide des ciseaux ont été réalisée sur tous les lapins de chaque cage :

- Le lapin numéro 1 : une coupure au niveau de l'oreille droite ;
- Le lapin numéro 2 : une coupure au niveau de l'oreille gauche ;
- Le lapin numéro 3 : deux coupures au niveau de l'oreille droite ;
- Le lapin numéro 4 : deux coupures au niveau de l'oreille gauche ;
- Le lapin numéro 5 : aucune coupure.

#### II.3.1. Protocole expérimental

Au jour zéro, les lapins ont été anesthésiés avec du chloroforme, une partie de la cuisse gauche de chaque lapin a été tondu avec une lame rasoir 24h avant le début de la manipulation.

Au jour 1, les lapins ont été anesthésiés avec du chloroforme, ensuite une brûlure à été faite sur la cuisse gauche de chaque lapin à l'aide d'une spatule métallique (24mm de diamètre , et 18,6 mm de longueur), préalablement chauffé pendant 4 minute sur une plaque chauffante à 300°C et immédiatement déposé sur la peau du lapin pendant 10 secondes sans exercer aucune force. Apres refroidissement de la spatule métallique, les autres brûlures ont été réalisées de la même façon.

La gravité des brûlures était homogène entre les lots, et l'aspect de celles-ci démontrait qu'elles étaient du 3<sup>ème</sup> degré.

Des mortalités (02 lapins) dues à l'anesthésie ont été observées durant le jour 0. D'autres décès ont été enregistrés par la suite à une anorexie observée chez certains animaux. Les photos représentées sur la figure II.7 illustre la dissection des oreilles des lapins.



**Figure II.7. Modèle expérimentale de brûlure au troisième degré.** A. Les animaux ont été anesthésiés en les plaçant dans un dessiccateur avec un coton imbibé de chloroforme. B. Les animaux ont été rasés sur la zone à brûler à l'aide d'une lame de rasoir. C. Une spatule chauffée à 300 C° a été appliquée sur la zone rasée pendant 10 secondes.

### **II.3.2 Traitement et évaluation du processus cicatriciel**

Quelques heures après que la brûlure ait été effectuée, nous avons observé l'apparition d'un œdème hémisphérique à la surface de la peau. Le traitement des animaux a débuté au jour 1 après réalisation de la brûlure. Les lapins ont été traités en étalant une couche d'environ 1mm d'épaisseur sur la zone de la brûlure à raison d'une application par jour pendant 21 jours.

- **Lots I** : ont été traité par 5 g de kaolin ;
- **Lots II** : la brûlure a été couverte par 2,5g de kaolin ;
- **Lots III** : la brûlure a reçu 5g de la bentonite ;
- **Lots IV** : ont été traité par l'essai témoin ;
- **Lots V** : ont été traité par 2,5 g de la bentonite.



Chapitre III: Caractérisation des matières premières

## Chapitre III : Caractérisations des matières premières

### III.1. Composition chimiques des matières premières

a) **Le kaolin** : Le kaolin utilisé dans cette étude est le kaolin de Djebel Debbagh (DD<sub>2</sub>), il a été obtenu par un traitement mécanique du kaolin DD<sub>1</sub> (kaolin à l'état brut). Le kaolin il est extrait d'un gisement situé à Djebel Debbagh dans la wilaya de Guelma (Algérie). Sa composition chimique est représentée sur le tableau III.1.

**Tableau III. 1 : Composition chimique du kaolin DD2 [16].**

Oxydes (%)	DD2
SiO <sub>2</sub>	45,52
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	38,75
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,04
MnO	0,00
MgO	0,00
CaO	0,18
Na <sub>2</sub> O	0,05
K <sub>2</sub> O	0,03
TiO <sub>2</sub>	0,01
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,00
P.F.	15,44
SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1,17

b) **La bentonite** : la bentonite utilisée dans cette étude est extraite d'un gisement situé à Maghnia (Ouest de l'Algérie). La composition chimique est résumée dans le tableau III.2.

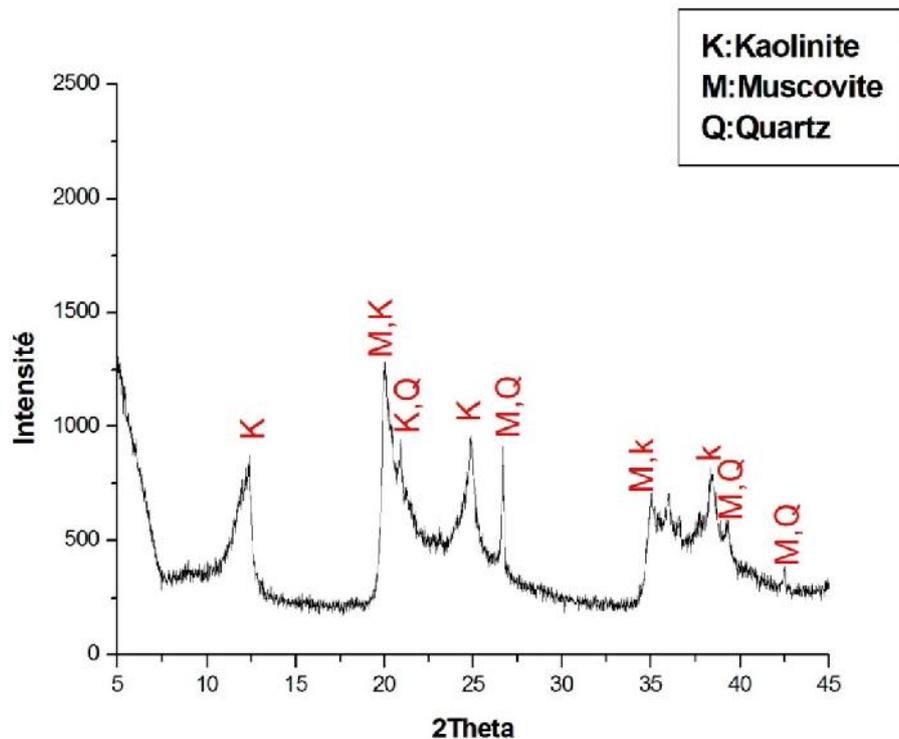
**Tableau III.2.** Composition chimique de la bentonite [32].

Oxydes (%)	Bentonite
SiO <sub>2</sub>	74,2
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	12,3
FeO <sub>3</sub>	3,1
CaO	1,1
MgO	1,1
Na <sub>2</sub> O	0,4
K <sub>2</sub> O	0,5
TiO <sub>2</sub>	0,01
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,01
P.F	6,02
SiO <sub>2</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6,03

Les compositions chimiques des différentes argiles montrent qu'elles sont riches en  $\text{SiO}_2$  et  $\text{Al}_2\text{O}_3$  cela est dû au fait que le kaolin DD2 est riche en kaolinite et que la bentonite est riche en smectite. La bentonite renferme beaucoup plus d'impuretés que le kaolin DD2. La teneur en impureté fer est de 3,1 % pour la bentonite. Les pertes au feu sont relativement plus élevées pour le kaolin que pour la bentonite qui est respectivement de 15,44 et 6,02 %.

### III.2.Composition minéralogique des matières premières

La représentation graphique des analyses minéralogiques des différentes matières premières faites par DRX respectivement pour le kaolin et la bentonite sont représentées sur les figures III.1 et III.2 respectivement.

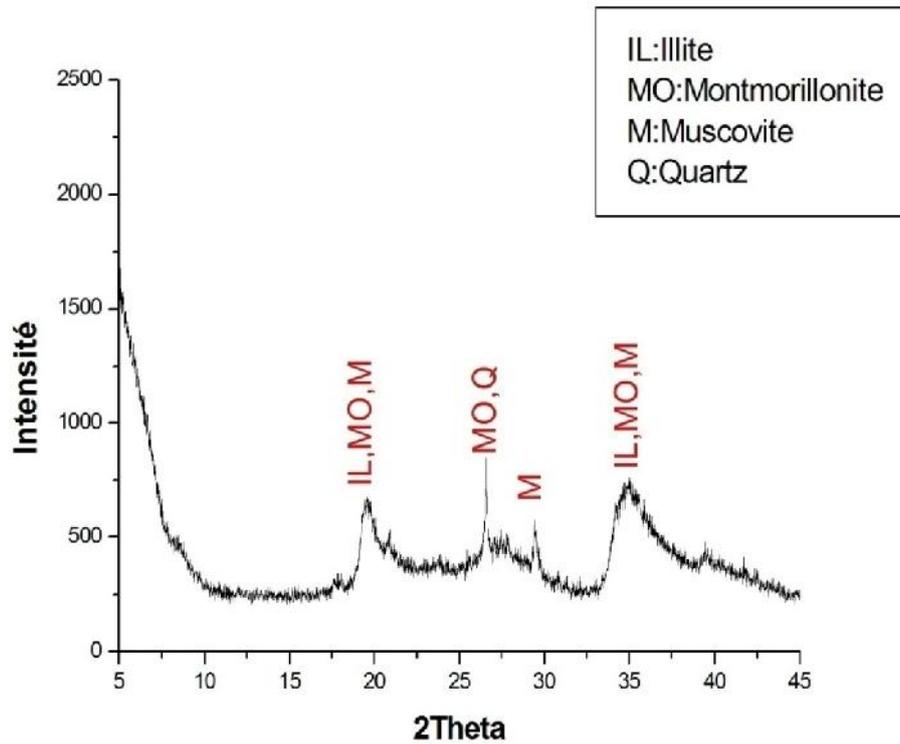


**Figure III.1** : Spectres DRX du kaolin

Le spectre de DRX du kaolin présenté sur la figure III.1 révèle des pics intenses relatifs à trois phases minéralogiques, la Kaolinite, Muscovite et le Quartz. Le pic le plus intense est attribué à la kaolinite a une position  $2\theta = 21,3$  et d'autre minéraux ont été détectés à différents angles de diffraction qui sont présentés sur le tableau III.3 qui suit.

**Tableau III.3.** Différents angles de diffraction du diagramme DRX du kaolin

Minéraux	Kaolinite				Muscovite			Quartz	
2°	12	21,3	25	35,2	21,3	26 ,8	35,5	21	26 ,8



**Figure III.2.** Spectre DRX de la bentonite

L'examen préliminaire du diffractogramme de la bentonite relève la présence des minéraux suivants : Montmorillonite, Muscovite, et l'illite. Le minéral argileux prépondérant est la montmorillonite, caractérisée par un pic intense à la position 26°2 et d'autres minéraux ont été détectés à différents angles de diffraction qui sont résumés sur le tableau III.4.

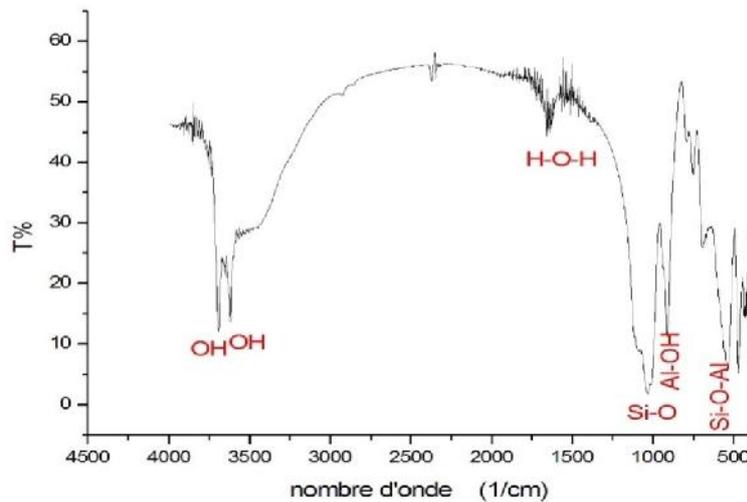
**Tableau III.4.** Différents angles de diffraction du diagramme DRX de la bentonite.

Minéraux	Montmorillonite				Muscovite			Illite		Quartz
2°	19,8	26	35,5	35	19 ,8	29 ,3	35 ,5	19,8	35,8	26

### III.3. Analyse par spectroscopie infrarouge

#### a) Spectroscopie infrarouge du kaolin DD2

Le spectre infrarouge du kaolin représenté par la figure 7 est divisé en 2 zones principales. La première zone correspond aux bandes de fréquences élevées situées entre  $3700 - 3400 \text{ cm}^{-1}$ , la seconde correspond aux fréquences moins élevées situées dans la zone des  $1250 - 400 \text{ cm}^{-1}$ . Les grandes fréquences concernent vibrations des hydroxyles O-H, en revanche les bandes des petites fréquences (partie à droite) concernent les liaisons Al-OH, Si-O, Si-O-Si et Si-O-Al.



**Figure III.3.** Spectre IR du kaolin DD2

Les valeurs des pics ( $\text{cm}^{-1}$ ) et groupements fonctionnels correspondants observés pour le kaolin sont résumés dans le tableau III.5.

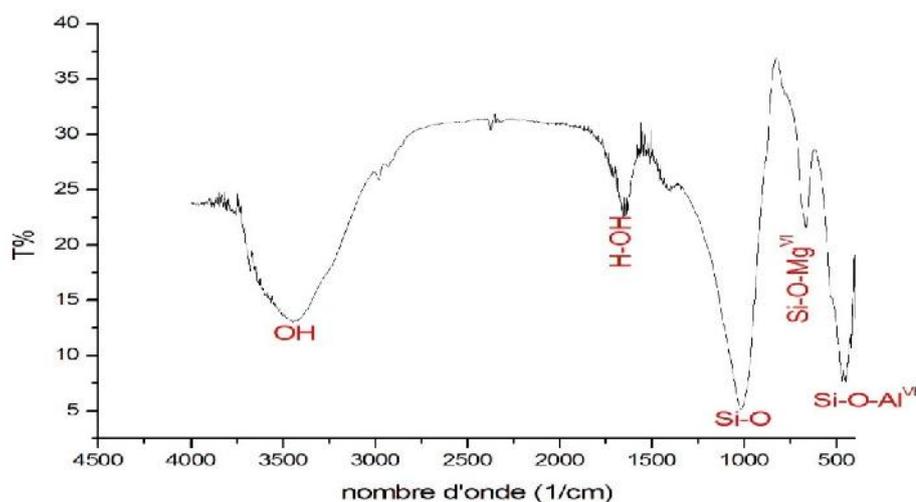
**Tableau III.5.** Valeurs des pics ( $\text{cm}^{-1}$ ) et groupements fonctionnels observés pour le kaolin DD2.

groupements fonctionnels	Valeurs des pics ( $\text{cm}^{-1}$ )
Hydroxyles OH	3694 3669 3648 3621
H-O-H	1634
Al-OH	906
Si-O	1112 984
Translation OH	794 752
Déformation Si-O-Al <sup>VI</sup>	700 488

La bande d'absorption dans l'intervalle 1115- 950  $\text{cm}^{-1}$  correspond à l'élongation de la liaison Si-O et à la liaison par étirement antisymétrique de Si-O-Si. D'après Russel et Fraser, les deux bandes d'intensité faible et pratiquement égale, situées à 798  $\text{cm}^{-1}$  et près de 750  $\text{cm}^{-1}$  observées pour tous les échantillons indiquent la présence de kaolinite.

#### **b) Spectroscopie infrarouge de la bentonite**

L'ensemble des bandes d'absorption relative à la phase argileuse et aux impuretés de la bentonite étudiée, sont examinées et les spectres infrarouges correspondant sont présentés dans la figure III.4.



**Figure III.4.** Spectre IR de la bentonite.

Les valeurs des pics ( $\text{cm}^{-1}$ ) et groupements fonctionnels correspondants observés pour le kaolin sont résumées dans le tableau III.6.

**Tableau III.6.** Valeurs des pics ( $\text{cm}^{-1}$ ) et groupements fonctionnels observés pour la bentonite.

Nombre d'onde ( $\text{cm}^{-1}$ )	Type de vibration
3679,6	-OH des hydroxyles de structure (de la couche octaédrique liés à 2 atomes de Al)
3418,9	O-H de l'eau
1638,4	O-H de l'eau adsorbée entre feuillets et al. O-H de l'eau de constitution
1023,6	Si-O
460,3 et 640,32	Si-O-Al <sup>VI</sup> et Si-O-Mg <sup>VI</sup>

Les bandes d'adsorption observées confirment bien la présence des liaisons caractérisant les montmorillonites. Parmi ces bandes on cite celle qui correspondent aux vibrations des liaisons Si-O, Si-O-Al<sup>VI</sup>, Si-O-Mg<sup>VI</sup>.

### III.4 Caractérisations physico-chimiques de l'huile de lentisque

#### III.4.1 Caractéristiques de l'huile de lentisque

L'huile végétale de *Pistacialentiscus L.* est un produit local qui a été fournie par un herboriste de la région Bejaia. L'extraction de l'huile a été faite par une méthode traditionnelle (pression à froid). L'huile a été conservée à l'abri de la lumière. Dans notre étude l'huile de lentisque est considérée comme un principe actif et aussi comme excipient.

Les paramètres physico-chimiques de l'huile végétale de *PistacialentiscusL.* rapportés dans le tableau III.7, ont révélés que l'huile en question est un liquide visqueux, huileux, de couleur verte, d'odeur et de saveur caractéristiques. Elle est insoluble dans l'eau avec une densité de 0.922.

**Tableau III.7.** Paramètres physico-chimiques de l'huile végétale de *Pistacialentiscus L.*

Paramètres	Résultats
1-Caractères organoleptiques	
-Odeur et saveur	Caractéristique
-Aspect à 20°C	Liquide visqueux non limpide
-Couleur	Vert -caractéristique
-Consistance	Huileux
-Hydrosolubilité	Insoluble
2-Densité à 20°C (g/cm <sup>3</sup> )	0,922

La densité ou masse volumique dépend de la température et de la composition chimique de l'huile. Elle nous renseigne sur la nature de la composition en acides gras, notamment de la longueur de la chaîne, de la présence d'insaturation et de fonctionnalité sur la chaîne carbonée.

La valeur mesurée de la densité de l'huile de lentisque est de 0.925 pour le premier essai et 0,920 pour le second. Ces valeurs sont en accord avec les valeurs signalées par Boukeloua et al. (2012), à savoir une densité de l'ordre de  $0,918 \pm 0,02$  pour l'huile de lentisque.

### III.4.2 Excipients :

a) **Huile de lentisque** : utilisé comme base lipidique dans l'émulsion.

b) **La cire d'abeilles vierge**

Fabriquée par les glandes de l'abeille, cette cire (figure III.5) est récoltée en fin de saison et s'obtient par centrifugation et séparation et séparation du miel par eau bouillante. Nous avons utilisé de la cire jaune, insoluble dans l'eau, partiellement soluble dans l'alcool à 90°, même à chaud, ainsi que dans l'éther éthylique et entièrement soluble dans les huiles fixes et essentielles. Indice d'acide : 17 à 24. La cire est utilisée dans les pommades pour augmenter la consistance. Les pommades contenant une forte proportion de cire sont appelées cérats.



**Figure III.5.** Cire d'abeille utilisée.

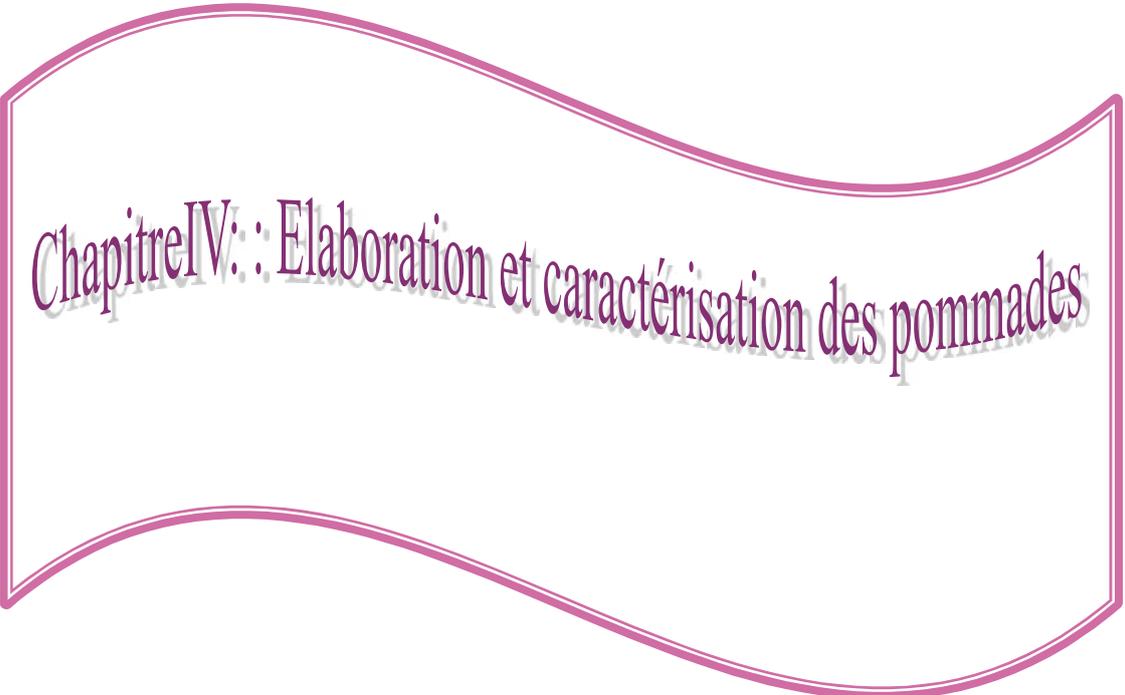
### C) Le borax

Connu depuis l'Antiquité, le mot vient de l'arabe bawraq, le borax est un sel inodore et incolore qui se présente sous forme de paillettes ou de poudre. Le borax est une espèce minérale de formule  $(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})$ , il est aussi appelé tétraborate de sodium décahydraté ou borate de sodium. Cet agent est principalement utilisé en galénique comme agent de neutralisation dans des émulsions particulières : les *Beeswax/Borax* Emulsions. Ce sont des émulsions naturellement de type huile dans l'eau, mais souvent riches en phase grasse et assez consistantes, elles s'appellent les émulsions "cire d'abeille/borax". Elles appartiennent à la grande classe des cold-creams.

Le principe consiste en la neutralisation de la fraction acide de la cire d'abeille par la soude libérée lors de la dissolution du borax.

**III.4.3.L'eau**

L'eau est l'excipient ou véhicule le plus utilisé en pharmacie. La pharmacopée décrit quatre qualités d'eau définies par leur mode d'obtention et des essais. Avant de les étudier, il est important de passer en revue les procédés de purification de l'eau et l'intérêt de chacun d'eux. Nous avons utilisé une eau distillée à un pH de 6,5 et une conductivité de 2,2 $\mu$ s/cm.



Chapitre IV: : Elaboration et caractérisation des pommades

Ce chapitre va traiter les différentes étapes réalisées pour élaborer les pommades de différentes formulations appelées aussi LOTS. On voudrait voir l'effet de l'ajout des argiles sur les caractéristiques des pommades. A cet effet on augmente l'ajout du kaolin de 2,5 et 5 g tout en maintenant constant les autres proportions, les formulations ainsi obtenues sont nommées LOT I et LOT II. Le même travail est réalisé à base de la bentonite, les formulations obtenues sont appelées LOT III et LOT V. Une formulation témoin est réalisée sans ajout d'argile dans le but de voir s'il y a l'amélioration de l'effet cicatrisant sans argile. Cette dernière formulation est nommée LOT IV.

Les caractérisations physico-chimiques des pommades élaborées sont aussi présentées dans ce chapitre.

### **IV.1 Elaboration des différentes pommades :**

La partie expérimentale est scindée en trois parties, à savoir :

- Préparation du kaolin et de la bentonite ;
- Préparation du cérat de Galien ;
- Elaboration d'une pommade à base du cérat de Galien.

#### **IV.1.1.Préparation de la poudre de kaolin et de la bentonite**

Le kaolin est récupéré sous forme de granulé, puis étuvé à 60°C pendant 24h. A l'aide d'un mortier et un pilon on a entamé l'opération du broyage en introduisant de petites quantités du kaolin, une fois qu'on a obtenu une poudre fine on a procédé au tamisage. Cette dernière a été réalisée à l'aide d'un tamis de norme AFNOR de fraction < 63µm. Le même travail est fait pour la bentonite.

#### **IV.1.2.Préparation du cérat de Galien**

- **Cérat de Galien**

La préparation est de nature semi-solide destinée à l'application cutanée, et consiste en une pommade hydrophobe.

C'est une formule pour 100 g de pommade selon les prescriptions générales et les monographies générales de la pharmacopée européenne ainsi que le préambule de la pharmacopée française. Les proportions prises dans ce travail sont présentées dans le tableau IV.1 suivant :

**Tableau IV.1.** Cérat de Galien

Composants	Quantité	Fonction	Référentiel
Cire d'abeille vierge	13,00 g	Epaississant	Ph .Eur .
Huile de lentisque végétale	53,50 g	Emollient /Cicatrisant	Ph .Eur .
Borax	0,50	Conservateur/émulsifiant	Ph .Fr .
Eau distillée	33,00 g	Solvant	Ph .Fr .

Dans une capsule, on fait fondre au bain marie (environ 50°C) la cire d'abeille dans l'huile de lentisque, on verse le mélange dans un mortier. Nous avons dissous le borax dans l'eau. Enfin, incorporer cette dernière solution par petites fractions au mélange huileux précédent en agitant énergiquement jusqu'à obtention d'une masse homogène. Les étapes de mise en œuvre sont présentées dans la figure IV.1 qui suit.



**Figure IV.1.** Etapes de préparation du cérat de Galien. **A.** Les corps gras (huile de lentisque et cire) sont chauffés à 50°C. **B.** la phase aqueuse (borax/eau) est additionnée à la phase huileuse et mélangée jusqu'à refroidissement. **C.** Une crème blanchâtre à jaunâtre est obtenue après émulsion.

#### IV.1.3.Elaboration des pommades à base du cérat de Galien :

Nous avons divisé le cérat par cinq différents échantillons. Nous avons mélangé la même quantité d'argile et d'eau distillée, puis l'incorporation de ce dernier au cérat du Galien. Les échantillons sont conditionnés dans des pots hermétiques.

- L'échantillon numéro I : Nous avons rajouté 5 g de kaolin ;
- L'échantillon numéro II : Nous avons rajouté 2,5 g du kaolin ;
- L'échantillon numéro III : Cérat de Galien avec 5g de la bentonite ;
- L'échantillon numéro IV : Cérat de Galien sans ajout d'argile (témoin) ;
- L'échantillon numéro V : Cérat de Galien plus 2,5 g de la bentonite.

Les différentes formulations sont représentées dans la figure IV.2 qui suit :



**Figure IV.2 Préparation des différentes formulations.** Différentes quantités de Kaolin ou de Bentonites ont été rajoutées à la base de cérat préparée. **A.** Cérat de Galien (traitement témoin). **B.** Cérat de Galien additionné de 5g de Kaolin. **C.** Cérat de Galien additionné de 2,5g de Kaolin. **D.** Cérat de Galien additionné de 5g de Bentonite. **E.** Cérat de Galien additionné de 2,5g de Bentonite

## IV.2 Caractérisations Physico-chimiques des différentes formulations

### IV.2.1 Caractéristiques des pommades élaborées

#### a) Caractère

- Aspect : pommade d'aspect jaunâtre homogène marron pour la dernière (2,5 g de la bentonite) .
- Odeur caractéristique de l'huile de lentisque.
- Solubilité : non miscible à l'eau.

#### b) Classe thérapeutique

Usage dermatologique : émollient et protecteur.

#### c) Mesure de pH et de conductivité électrique

On agite 2g de chaque échantillon avec 100 ml d'eau distillée de conductivité 2,1  $\mu\text{s}/\text{cm}$ , et de pH 6,84 à 24 °C. Les résultats obtenus sont représentés dans les tableaux suivant :

**Tableau IV.2.** Mesure de pH et de la conductivité électrique des différents LOTS

Echantillons	I	II	III	IV	V
pH	7,52	7,63	6,60	6,79	7,15
Conductivité ( $\mu\text{s}/\text{cm}$ )	28,2	19	60,1	26,7	5

Nous remarquons que les suspensions du kaolin sont basiques. Le pH des suspensions de la bentonite est relativement acide, ce qui explique des valeurs élevées de la conductivité des

suspensions de la bentonite par rapport à celles du kaolin, car dans un milieu acide il y a mobilité des ions, ce qui augmente ce paramètre.

## IV.2.2 Analyses minéralogiques des pommades élaborées

### a) A base de kaolin

Les différentes formulations ont été analysées par diffraction des rayons X, leurs diagrammes correspondants sont représentés dans les figures IV. 3 et IV.4. Les DRX des Lots I et II à base de kaolin révèlent les mêmes phases minéralogiques, néanmoins des pics plus intenses caractérisant la présence de Zn et de Ca sont remarqués dans la formulation du LOT II. L'ajout d'une quantité plus que 5 g masque la présence de ces phases. Par ailleurs, la structure de la kaolinite a disparue, cela est certainement dû au broyage intense des matières premières.

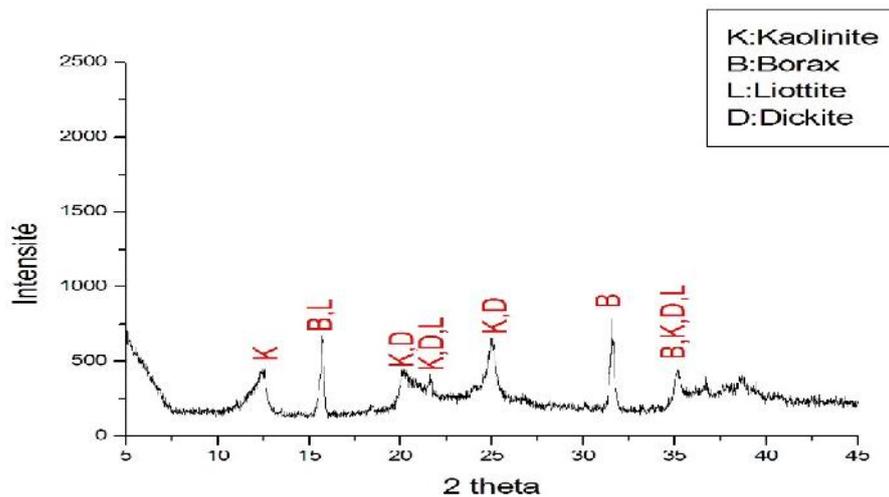


Figure IV.3. Spectres DRX du LOT I.

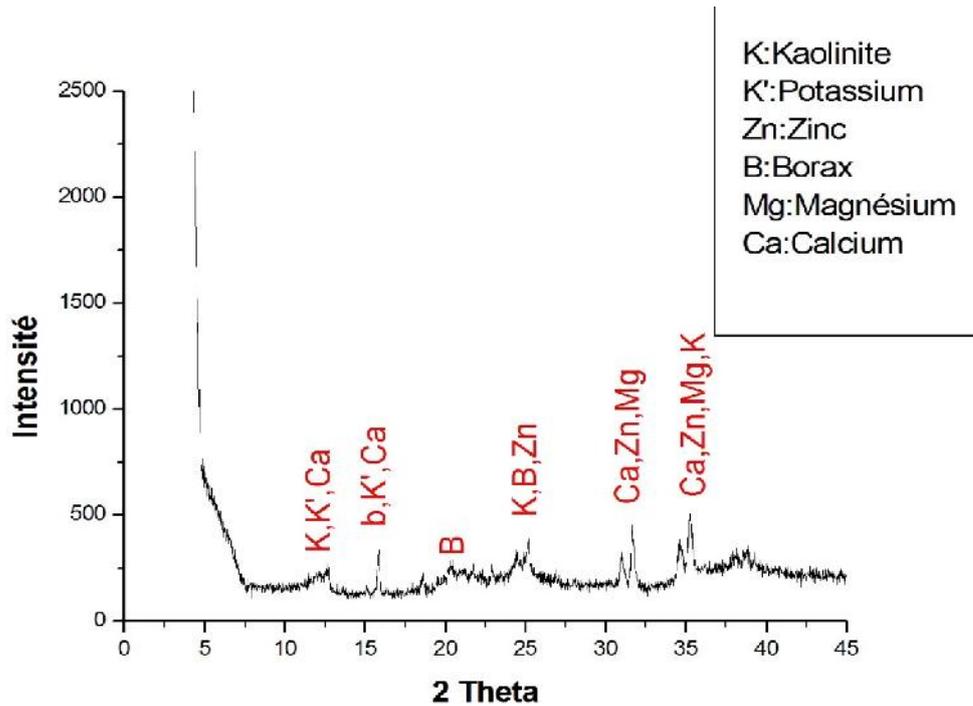


Figure IV.4. Spectre DRX du LOT II

#### b) A base de Bentonite

Les différentes formulations ont été analysées par diffraction des rayons X, leurs diagrammes correspondants sont représentés dans les figures IV.5 et IV.6. Les DRX des Lots III et V à base de bentonite révèlent les mêmes phases minéralogiques, néanmoins des pics plus intenses caractérisant la présence de Mg, Zn et de Ca sont remarqués dans le LOT V que le LOT III. L'ajout d'une quantité plus que 5 g masque la présence de ces phases. Par ailleurs la structure de la smectite composant la bentonite a disparue, cela est certainement dû au broyage intense des matières premières.

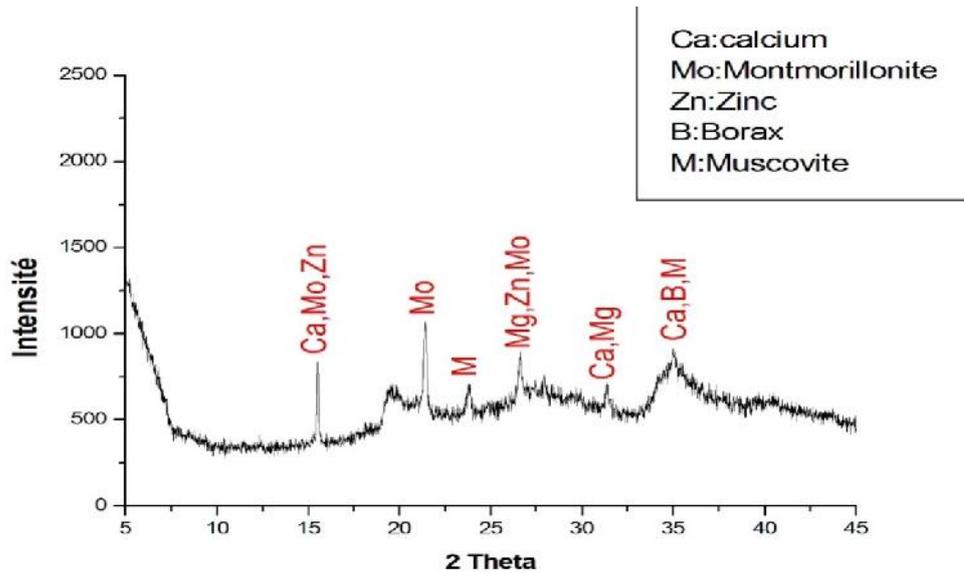


Figure IV.5. Spectres DRX du LOT III

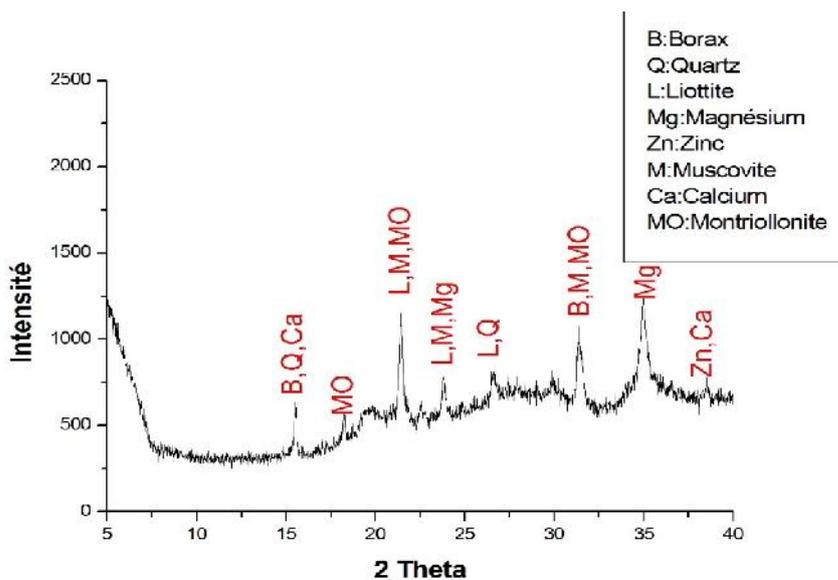


Figure IV.6. Spectres DRX du LOT V.

### IV.3 Application et mise en œuvre du protocole opératoire

#### IV.3.1 Suivi des poids des lapins

Les lapins ont été suivis quotidiennement pour observer tout signe d’anorexie ou de mal nutrition. La prise de poids des lapins a été réalisée une fois par semaine pendant toute la période de l’expérimentation. Les résultats sont dressés dans le tableau IV.3 suivant :

Tableau IV .3 : Poids des lapins durant l'expérimentation

N° du lot	Masses (g)	0 jour	6 <sup>eme</sup> jours	10 <sup>eme</sup> jours	14 <sup>eme</sup> jours	21 <sup>eme</sup> jours
I	1	450	680	708	710	795
	4	470	600	700	700	782
	5	550	780	830	840	860
II	2	480	600	700	782	805
	3	560	787,5	820	840	870
	4	584,5	785	855	865	900
	5	380	786	647	680	700
III	1	120	240	320	345	387
	3	130	240	295	300	389
	4	180	266	290	300	378
IV	1	380,5	588	622	610	640
	2	360	580	660	700	730
	4	455	700	752	780	810
V	1	510	710	822	863	890
	2	500	605	700	762	798
	3	420	510	708	780	820
	4	410	577	605	650	730
	5	550	760	880	885	973

Les poids de tous les lapins augmentent de jour en jour, ils continuent leur croissance malgré la brûlure qu'ils ont subie.

#### IV.3.2 Tests précliniques

Une mesure des cicatrices a été effectuée à partir du 12<sup>eme</sup> jour. Dans cette étude, les brûlures ont été considérées comme ayant une forme hémisphérique parfaite. Deux mesures du diamètre des cicatrices ont été établies sur des axes perpendiculaires. Les volumes des cicatrices ont été donc établis selon la formule suivante :  $a \times b^2 \times 0,52$ . La valeur de (a) étant le diamètre le plus grand, (b) représentant le diamètre le plus petit et 0,52 étant égale à la valeur de  $\frac{\pi}{6}$  divisée par 6. Les volumes obtenus en mm<sup>3</sup> sont présentés dans le tableau IV.4. La moyenne des volumes des cicatrices a été établie pour chaque lot. Les valeurs représentatives de l'évolution des volumes de ces cicatrices en fonction des jours sont représentées dans le tableau IV.5 ci-dessous et le graphe en figure IV.7. Une analyse statistique des volumes cicatriciels a été effectuée via l'analyse de la variance réalisé par le test ANOVA suivi d'un test de Tukey.

**Tableau IV.4** Valeurs approximatives correspondant aux volumes des brûlures pour chaque lot.

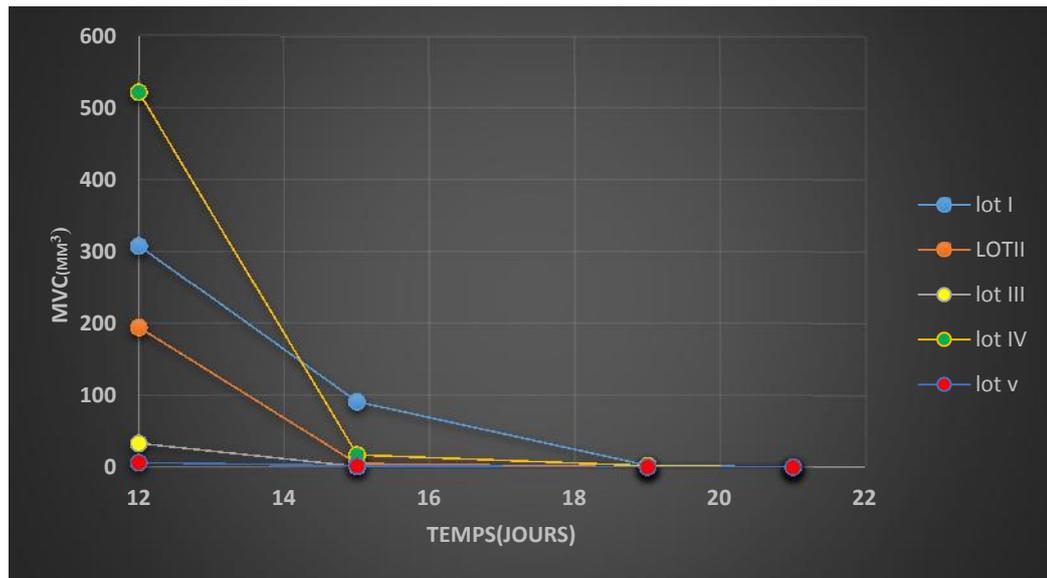
N° des Lot	Lapins	V.C du 12 <sup>eme</sup> jours (mm <sup>3</sup> )	V.C du 15 <sup>eme</sup> jours (mm <sup>3</sup> )	V.C du 19 <sup>eme</sup> jours (mm <sup>3</sup> )	V.C du 21 <sup>eme</sup> jours (mm <sup>3</sup> )
I	1	644	247,5	0	0
	4	106,56	24,5	7,14	0
	5	174,0	0,294	0,0016	0
II	2	129,96	6,77	0,0008	0
	3	215,29	2,83	0,014	0
	4	183,49	0,676	0	0
	5	247,21	9,52	0,086	0
III	1	0,80	0,0	0	0
	3	42,93	3,03	0,001	0
	4	55,66	0,84	0	0
IV	1	838,1	3,70	0,086	0
	2	84,27	3,36	0	0
	4	642,58	44,55	5,50	0
V	1	18,62	9,52	0	0
	2	2,86	0,0064	0	0
	3	5,64	0,0016	0	0
	4	1,03	0,057	0	0
	5	3,17	0,20	0	0

Avec V.C= le volume de la cicatrice

Nous remarquons que les volumes moyens des cicatrices diminuent pour atteindre un volume de 0 mm<sup>3</sup> au bout de 21 jours pour chaque LOT. Cependant il y a probablement des lapins qui répondent favorablement au traitement alors qu'il y a d'autres qui ne répondent pas favorablement. Si on compare entre les 5 formulations au bout de 12 jours de traitement, le volume de la cicatrisation les plus petites sont attribuées à celles à base de bentonite. Par ailleurs, la meilleure formulation qui donne le plus petit volume de cicatrisation est celle à base de 2,5 g de bentonite.

**Tableau IV.5.** Moyennes des volumes de cicatrice dans les différents lots à différents jours.

JOURS	MVC de lot I (mm <sup>3</sup> )	MVC de lot II (mm <sup>3</sup> )	MVC de lot III (mm <sup>3</sup> )	MVC de lot IV (mm <sup>3</sup> )	MVC de lot V (mm <sup>3</sup> )
12	308,186	193,98	33,13	521,65	6,264
15	90,76	4,95	1,29	17,20	1,957
19	2,38	0,025	0	1,86	0
21	0	0	0	0	0



**Figure IV.7. Evolution des volumes des cicatrices en fonction des jours.** La prise des mesures a débuté au 12<sup>ème</sup> jour après disparition totale de l'œdème et l'évolution de la taille des blessures a été suivie jusqu'à disparition totale de celles-ci au 21<sup>ème</sup> jour. Lot I : traité cérat de Galien/5g de Kaolin, Lot II : traité cérat de Galien/2,5 de Kaolin. Lot III : traité cérat de Galien/5g de Bentonite, Lot IV : traité cérat de Galien. Lot V : traité cérat de Galien/2,5g de bentonite.

Nous avons pu observer une diminution du volume cicatriciel à partir du 12<sup>ème</sup> jour dans tous les lots traités que ça soit par la bentonite ou bien par le kaolin (figure IV.7). Alors que le volume de la cicatrice est à 521,65 mm<sup>3</sup> au 12<sup>ème</sup> jour, il n'est que de 308,186 mm<sup>3</sup> et de 193,987 mm<sup>3</sup> dans les lots I et II traités respectivement avec du cérat de Galien additionné de 5g et 2,5g de kaolin (figure IV.8). Cependant les diminutions les plus marquées ont été observées dans les lots III et V traités respectivement avec du cérat de Galien additionné de 5g et 2,5g de Bentonite où nous avons en moyenne des volumes de 33,13 mm<sup>3</sup> (lot III) et 6,264 mm<sup>3</sup> (lot V) (figure IV.8). Cependant, les diminutions du volume cicatriciel observées dans les lots I, II et III se sont avérées statistiquement non significatives. D'autres parts, Une diminution significative du volume de la cicatrice a été retrouvée dans le lot V traité par 2,5 g de bentonite combiné au cérat de Galien (tableau IV.9). Chez les individus des lots III et V traités respectivement au cérat de Galien additionné de bentonite 5g et 2,5g, nous avons également pu constater une amélioration considérable de l'aspect cutané (figure IV.8).

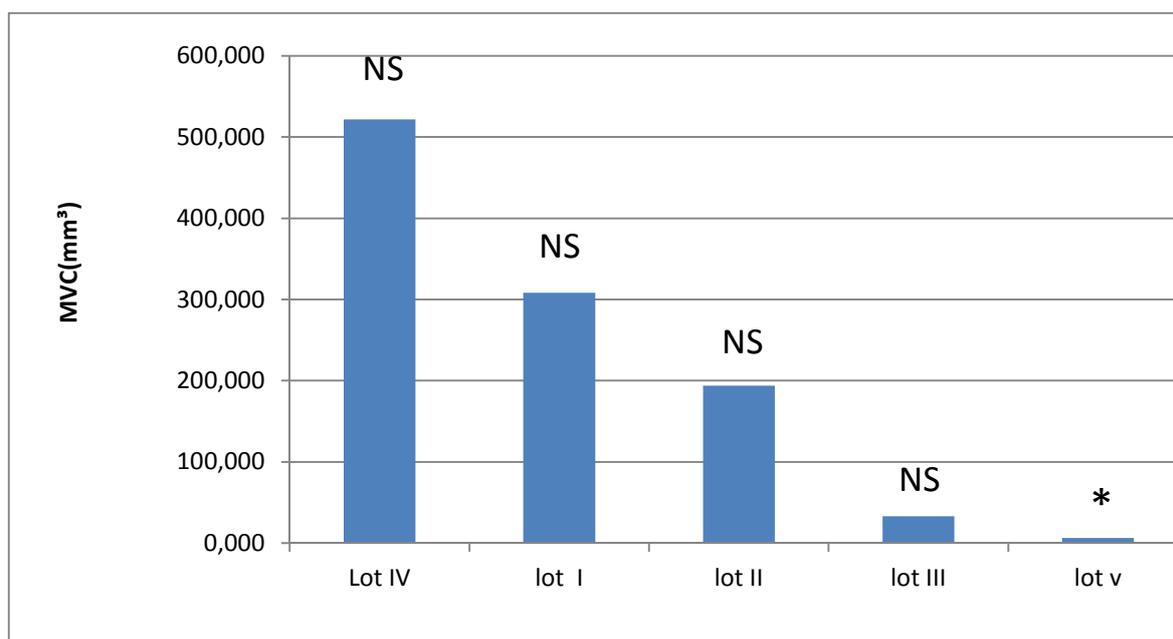
Le calcul des moyennes des volumes pour les différents lots à 12 jours de traitement est résumé dans le tableau IV.6. Nous remarquons que l'écart type est d'autant plus important

pour les différentes formulations sauf pour le LOT V où le test de Tukey répond à la contrainte  $p < 0,05$  portant une valeur de 0,021.

**Tableau IV.6.** Moyennes des volumes de cicatrice dans les différents lots à 12 jours de traitement.

N° des lots	Moyenne $\pm$ écartype	Valeur de $p < 0,05$
I	308,18 $\pm$ 292,77	0,667
II	193,98 $\pm$ 49,98	0,233
III	33,13 $\pm$ 28,71	0,055
IV	521,65 $\pm$ 391,19	-
V	6,26 $\pm$ 7,10	0,021

La représentation graphique de l'évolution des cicatrices à 12 jours de traitement montre que seul la formulation LOT V répond favorablement au traitement, elle est caractérisée par (\*) traduisant le terme valeur significatif établi par le test ANOVA



**Figure IV.8.** Représentation graphique de l'évolution des cicatrices à 12 jours de traitement. Lot I : traité cérat de Galien/5g de Kaolin, Lot II : traité cérat de Galien/2,5 de Kaolin. Lot III : traité cérat de Galien/5g de Bentonite, Lot IV : cérat de Galien. Lot V : traité cérat de Galien/2,5g de bentonite. \* : significatif ; NS : non-significatif.



**Figure IV.9.** Etat de la peau des lapins après 12 jours de traitement. Lot I : traité cérat de Galien/5g de Kaolin, Lot II : traité cérat de Galien/2,5 de Kaolin. Lot III : traité cérat de Galien/5g de Bentonite, Lot IV : cérat de Galien. Lot V : traité cérat de Galien/2,5g de bentonite.

A partir du 12<sup>ème</sup> jour la diminution du volume de la cicatrice est observable chez tous les individus de tous les lots, et on remarque la guérison totale d'un premier lapin traité avec cérat de Galien/2,5g de bentonite. A partir du 15<sup>ème</sup> jour on observe une diminution de pratiquement tous les lots à part le lot 1 qui est stagne relativement. Mais à partir de 19 jours, on observe une guérison quasi complète au niveau de tous les lots.

La diminution de la taille des cicatrices observée dans les lots I et II témoigne d'un effet du kaolin sur la cicatrisation à ces deux doses utilisées. Il semblerait agir de manière plus efficace à 2,5g comparativement à 5g. Cependant, ces résultats ce sont avérés statistiquement non-significatifs. Nous ne pouvons pas définitivement conclure que le kaolin est inefficace en combinaison avec l'huile de lentisque dans le traitement des brûlures, d'autres expériences sur un nombre plus étendu d'animaux seraient à envisager pour exclure totalement cette probabilité. Le fait que le kaolin comporte des impuretés minérales telles que le quartz et la muscovite diminue l'effet cicatrisant de la pommade.

La combinaison entre la bentonite et l'huile lentisque s'est avéré, quant à elle, être plus efficace que l'huile seule ou en combinaison avec le kaolin. Tout comme pour ce dernier, une crème contenant 2,5g semble être plus efficace que celle à 5g de bentonite, comme en témoigne nos résultats.

Cette amélioration du potentiel cicatrisant de l'huile de lentisque par la bentonite pourrait être due au fait que la bentonite est un minéral ayant un espace interfoliaire assez important (14 ), il est considéré comme un adsorbant idéale. A cet effet, les micro-organismes affectant la cicatrice sont doublement traités, d'une part par l'huile de lentisque d'autre part par un échange cationique qui se déroule entre les feuillets de cet argile, ce qui inhibe l'évolution de la plaie.



# Conclusion générale

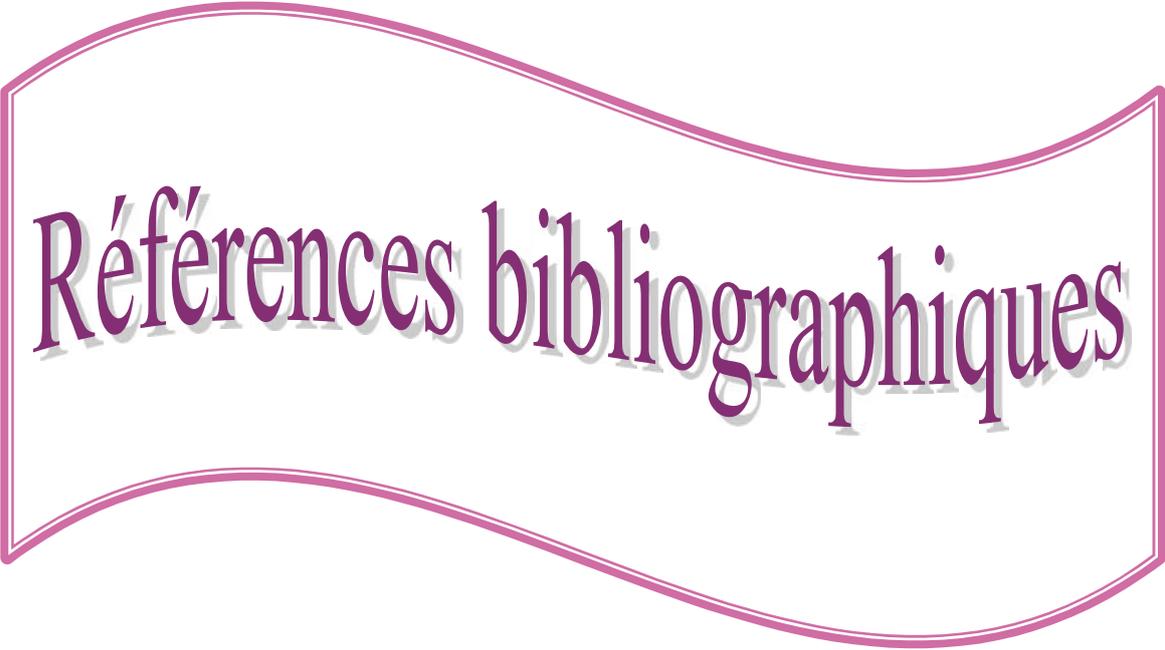
## **Conclusion générale**

Après avoir identifié et caractérisé les substances faisant objet de notre étude à savoir le Kaolin, la Bentonite et l'huile de lentisque, nous avons conçu une crème selon la formulation Gallienne, cette dernière a été testée in vivo sur 05 lots de modèle lapins, ce qui nous a permis de tirer les conclusions suivantes :

- L'analyse par diffraction aux rayons X démontre la dominance de la Kaolinite et de la Montmorillonite respectivement pour le Kaolin et la Bentonite, relatifs à un pic intense attribué à la kaolinite a une position  $2\theta = 21,3$  et un autre pic intense a la position  $2\theta = 26$  caractérisant la montmorillonite. Cependant la présence de minéraux accessoires tels que le quartz, la muscovite a aussi été remarquée
- Les diagrammes de DRX effectués pour les échantillons I, II, III et V représentant dans le même ordre les crèmes obtenue avec des fractions de 5g de kaolin, 2.5g de Kaolin, 5g de Bentonite et 2.5g de Bentonite, offrent une lecture lisible de la composition minérale nouvelle, caractérisée par un ajout de (Borax, Zinc ,potassium et le Magnésium), suite à l'incorporation de l'huile de lentisque, de la cire d'abeilles et du Borax, sans perdre les composés initiaux.
- Les bandes d'absorption observées dans le domaine infrarouge confirme bien aussi la présence des liaisons caractérisant la kaolinite.
- Les spectres IR de la bentonite montrent la présence des liaisons caractérisant les montmorillonites. Parmi ces bandes Si-O, Si-O-Al<sup>VI</sup>.
- L'huile de lentisque utilisée dans le cadre de notre étude, présente une densité de  $d=0,922$ .
- La pommade élaborée offre un aspect jaunâtre homogène, odeur caractéristique de l'huile de lentisque, non miscible à l'eau, pour un usage dermatologique : émollient et protecteur.
- Le pH du la suspension du kaolin est basique. cependant, il est relativement acide pour la suspension de la bentonite
- L'efficacité de l'huile de lentisque est démontrée dans le lot témoin ou la guérison ne laisse aucune cicatrice
- Une association entre la bentonite et l'huile de lentisque a potentialisé les effets cicatrisants de l'huile de lentisque à une dose de 2,5g de bentonite.

## **Perspectives**

En perspective, nous recommandons un traitement au préalable des matières premières (argiles) ainsi que des analyses chimiques des éléments mineurs ou sous forme de trace tels que les métaux lourds (Cr, Pb, Ni, Cd, etc...). Des études plus poussées sur les quantités d'argiles à ajouter et sur les paramètres optimums d'extraction des huiles essentiels de lentisque sont vivement recommandés.



# Références bibliographiques

## Références bibliographiques

- [1] N.Liewig, M.Rautureau et C .Gomes ,Les argiles et la santé :D'hier à aujourd'hui. Etude et gestion des sols, volume 19 ,3et 4,2012-pages 267 à277.
- [2] N.C. Amin, Andjiy, Y.J Akem, F. Yolous, A.Tourenabba , Kra Gabrielle, Minéralogie et physicochimie d'argiles de traitement de l'ulcère de buruli en cote d'ivoire. J. sci. Pharm. biol, Vol.10, n°1 - 2009, pp. 21-30 © EDUCI 2009.
- [3] k.arab, O.Bouchenak, K.Yahiaoui, phytochemical study and evaluation of the antimicrobial and antioxidant activity of oils and phenolic compounds of *pistacia lentiscus L.* Journal of fundamental and applied science,Algérie,30 jaune 2014.
- [4] S.Salhi, M .Faldi, L .Zidane, et A.Douria , Etude floristique et ethnobotanique des plantes médicinales de la ville de Kénitra (Maroc). La zaroa 31 :133-146 (2010).
- [5] Z. Maameri –Habibatni, *Pistacia lentiscus L.*, Evaluation pharmacotoxicologique. Thèse de Doctorat, Université Constantine 1, 2014.
- [6] Z.Belamri, Elaboration et caractérisation des matériaux polycristallins à base de kaolin DD et KT2. Mémoire de magister, Université Mentouri-Constantine, 2008.
- [7] M. Ghayaza, Réactivité argiles-polluants métalliques : simulation des barrières argileuses des sites de stockage des déchets. Thèse de doctorat, Université d'Orléans, 2012.
- [8] O. Bouras, Propriétés adsorbantes d'argiles pontées organophiles : synthèse et caractérisation. Thèse de doctorat, Université de Limoges, 2003.
- [9] Jade Allègre, Les Silicates d'alumine (Argile) en thérapeutique une (ARGILES) en thérapeutique Une pratique coutumière ancienne relayée dans la médecine moderne, Thèse de Doctorat, Université Paris XIII, 2012.
- [10] N. Bougdah, Etude de l'adsorption de micropolluants organiques sur la bentonite. Mémoire de Magister, Université 20 Août 55, Skikda, 2007.

- [11] H. BOULKRAH, Etude comparative de l'adsorption des ions plomb sur différents absorbants. Université du 20 août 1955, Skikda, 2008.
- [12] S. Barama, Développement et synthèse de deux séries de catalyseurs à base de bentonite et d'oxydes mixtes. Application à la déshydrogénation oxydante du méthane. Thèse de doctorat, Université de Houari Boumediene, 2011.
- [13] M. Boutarfa, Caractérisation physique et rhéologique de la bentonite de Maghnia. Mémoire de magister, Université des Sciences et de la Technologie d'Oran, Mohamed Boudiaf, 2012.
- [14] M. El Ouahabi, Valorisation industrielle et artisanale des argiles du Maroc. Thèse de doctorat, Université de Liège, 2013 .
- [15] G.M .Hernandez , Etude expérimentale de la sorption d'eau et du gonflement des argiles par microscopie à Balayage environnmentale (ESEM) Et l'analyse digitale d'images. Thèse de doctorat, 2002.
- [16] N.Bouzidi, Influence des impuretés des kaolins sur les propriétés des produits de cuisson. Thèse de doctorat, Université de Bejaia, 2012.
- [17] M .Djebbar, Argile de Maghnia , purification et adsorption des polluants. Thèse de doctorat, Université d'Oran, 2014.
- [18] A. Talidi, Etude de l'élimination du Chrome et du bleu de méthylène en milieux aqueux par adsorption sur la pyrophyllite traitée et non traitée. Thèse de doctorat, Université Mohammed V- Agdal, 2006.
- [19] O.Bouharoun , D, Djema ,Décoloration des huiles par un support bentonite (argile) et application d'un modèle mathématique. Mémoire de master, Université de Béjaia, 2014.
- [20] N. Barka , L'élimination des colorants de synthèses par adsorption sur un phosphate naturel et par dégradation photocatalytique sur TiO<sub>2</sub> supporté. Thèse de doctorat, Université Ibenzohir Maroc, 2008.
- [21] M .Rahmani, N.Moussaoui, Elimination du Pb<sup>2+</sup> par deux types de kaolins naturel et traités thermiquement. Mémoire de master, Université de Béjaia, 2013.

- [22] M. Taran , E.Aghaie, Designing and optimization of separation process of iron impurities from kaolin by oxalic acid in bench-scale stirred-tank reactor. *Applied Clay Science*, 3 February 2015.
- [23] E. Gámiz, J. Párraga, M. Sánchez-Marañón, M. Melgosa, M.V. Fernández-González, R. Delgado. Is the Pharmacopoeia test a good estimator of the organic impurities in kaolin? *.Applied Clay Science*, 18 January 2011.
- [24] Vernon j. Hurst and Sam m. Pickering, JR , Origin and classification of coastal plain kaolins, southeastern USA, and the role of groundwater and microbial action. *Clays and Clay Minerals*, Vol. 45, No. 2, 274-285, 1997.
- [25] Zoltán . Adamis, József. Fodor, Bentonite, kaolin, and selected clay minerals. World Health Organization Geneva, 2005.
- [26] B. Rabhi, Evaluation des propriétés réfractaires et cimentaires du kaolin de Djebel Debbagh. Thèse de Doctorat, Université M'hamed Bougara-Boumerdes, 2013.
- [27] A. Esharghawi, Élaboration de matériaux poreux à base de mullite par procédé SHS. Thèse de Doctorat, Université de Limo Ges, 2009.
- [28] Choufa Nassima, Epuration des eaux usées : l'élimination des micropolluants dans les eaux usées par un matériau argileux. Mémoire de magister, Université Mohammed Cherif Messaadia Souk Ahras, 2012.
- [29] M. Koneshloo, Caractérisation, estimation et valorisation de gisements d'argiles accliniques du bassin des Charentes. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2007.
- [30] Z.Moussaoui, Intercalation de dendrimères à travers la bentonite sodique. Mémoire de master, Université Abou beker Belkaid- Tlemcen, 2012.
- [31] R .Kanouri et A. Labide, Adsorption du phénol sur la bentonite de Maghnia. Mémoire Master, Université Kasdi Merbah Ouargla, 2012.
- [32] L. Amirouche , Etude du pouvoir de sorption du cuivre (II), du zinc (II) et des poly phénols par les bentonites sous l'effet des irradiations micro-ondes. Mémoire de magister, Université de Tizi-Ouzou, 2011.

- [33] Ko Yeon Choo, Kang Bai, Effects of bentonite concentration and solution pH on the rheological properties and long-term stabilities of bentonite suspensions. *Applied Clay Science*, 6 March 2015.
- [34] S. Paumier, Facteurs déterminant l'organisation et la rhéologie du système argile-eau pour des suspensions de smaltites. Thèses de doctorat, Université de potiers, 2007.
- [35] Siow Chun Lim, Chandima Gomes and Mohd Zainal Abidin Ab Kadir, Characterizing of Bentonite with Chemical, Physical and Electrical Perspectives for Improvement of Electrical Grounding Systems. *International Journal of electrochemical science*, 20 August 2013.
- [36] G. Arthur Cleiyi Ann Robertw. Doehler American Colloid Company, Skokie, Illinois, Industriel application of bentonite.
- [37] G. Derafa, Synthèse et caractérisation de montmorillonite modifiée : Application à l'adsorption des colorants cationiques. Mémoire de magister, Université Ferhat Abbas-Sétif-1, 2014.
- [38] L. Bouna, Fonctionnalisation des minéraux argileux d'origine marocaine par TiO<sub>2</sub> en vue de l'élimination par photocatalyse de micropolluants organiques des milieux aqueux. Thèse de doctorat, Université de Cadi Ayyad, 2012.
- [39] M- R. Boudchicha, Étude de la cristallisation et des propriétés mécaniques et diélectriques de céramiques préparés à partir de kaolin –dolomite. Thèse de doctorat, Université El-Hadj Lakhder –Batna, 2010.
- [40] F. Mehdi, Modification de la bentonite par un sel de diphosphonim – Applications à l'adsorption des colorants textiles (rouge, bleu et jaune Bemacide). Mémoire de master Université Abou beker Belkaid- Tlemcen, 2014.
- [41] F. Derrouche née Touileb, Décoloration par adsorption des eaux résiduaires textiles chargées en colorants acide par les bentonites locales. Mémoire de magister, université M'Hamed Bougara Boumerdes, 2007.
- [42] Janaína Nones , Humberto Gracher Riella , Andrea Gonçalves Trentin, Jader Nones, Effects of bentonite on different cell types: A brief review. *Applied Clay Science*, 15 January 2015.

- [43] Afef Dellai, Henda Souissi, Wahida Borgi, Abderrahman Bouraoui, Nabil Chouchane, Antiinflammatory and antiulcerogenic activities of *Pistacia lentiscus* L. Leaves extracts. Industrial Crops and Products, 3 July 2013.
- [44] R. Alloune , A. Liazid et M. Tazerout, Etudes comparatives de deux plantes oléagineuses locales pour la production du biodiesel en Algérie. Revue des Energies Renouvelables SIENR'12 Ghardaïa (2012).
- [45] A. Ferradji, Activités anti oxydante et anti-inflammatoire des extraits alcooliques et aqueux des feuilles et des baies *Pistacia lentiscus*. Mémoire magister, Université Ferhat Abbas –Setif, 2011.
- [46] A. Andrieu, J-F. Bachet, M. Brunet, C. Charignon, GDB,J. Ferrié, D. Lépine, S. Madiec, D. Niermans, P.Rousset, M-B. Séguy, S.Wafflard, Journal associatif. N°1, P06, 2012.
- [47] A. Boukeloua, A. Belkheri, Z. Djerrou, L. Behri, N. Boulebda, Y. Hamdi- pacha : Acute toxicity of *Opucia ficus indica* and *Pistacia lentiscus* seed oils in mice. Afr J Tradit Complement Altern Med, 9(4):607-611,2012.
- [48] François de Lanfranchi Bui Thi Mai Michel Girard, La fabrication d'huile de lentisque (Linsticu ou chessa) enSardaigne. Journal d'agriculture traditionnelle et de botanique appliquée. 41e année, bulletin n°2,1999. pp. 81-100.
- [49] F.Aouinti, H.Zidane , M.Tahri , J.P.Wathelet, A.Bachiri, Chemical composition, mineral contents and antioxidant activity of fruits of *Pistacia lentiscus* L.form Eastern Morocco. J.Mater. Environ. Sci. 5 (1) (2014) 199-206, 24 July 2013.
- [50] K .Arab, O .Bouchnak, K.Yahiaoui, Phytochemical study and evaluation of the antimicrobial and antioxidant activity of essential oils and phenolic compounds of *pistacia lentiscus* l. Journal of fundamental and applied sciences ISSN 1112-9867, 30 June 2014.
- [51] F.Z. Belfadel : Huile de fruits de *Pistacia lentiscus* caractéristiques et effets biologiques (effet cicatrisant chez le rat). Mémoire de magester, Université de Constantine, 2009.
- [52] A. Boukeloua, Caractérisation botanique et chimique et évaluation pharmacotoxicologique d'une préparation topique à base d'huile de *Pistacia lentiscus* L.Mémoire de magister, Université Mentouri-Constantine, 2009.

- [53] C. Balaguer, et al: Combined strategies for enhancing the transdermal absorption of midazolam through human skin. *J. Pharm. Pharmacol.*, 2010. 62(9): P. 1096-1102.
- [54] F.Coudane : Fonction et régulation des peptidyl-arginine désaminases dans l'épiderme et au cours de la cicatrisation cutanée. Thèse de doctorat, Université de Toulouse III- Paul sabatier, 2009.
- [55] M .Manon : Influence des cosmétiques sur la qualite de vie ; pertience de l'association cew. These de doctorat, Université de Nantes ,2007.
- [56] A. Amengle Lndovi, Aspects épidémiologiques et pronostiques des brulures thermiques graves chez l'enfant. Thèse de Doctorat, Université de Yaounde, 2006.
- [57] B. David Jacob, Evaluation clinique, photographique, et évolutive de la profondeur des brulures : a propos de 1002 cas. Thèses de doctorat, Université Paris 7- Denis diderot, 2008.
- [58] T.Derrickson : Principes d'anatomie et de physiologie.4<sup>eme</sup> édition. Ed:deboek., P. 176-177, 2007.
- [59] Jean Pierre. Haluk, The parfume trees .Bulletin de l'académie Lorraine des sciences, 2005, 44(1-4).
- [60] Z. Djerrou : Etudes des effets pharmacotoxicologiques de plantes médicinales d'Algérie : Activité cicatrisante et innocuité de l'huile végétale de *Pistacia lentiscus L.* Thèse de Mentouri de constantine, 2011.
- [61] D.Samake, Traitement des eaux usées de tannerie à l'aide de matériau à base d'argile .Thèse de doctorat, Université de Joseph Fourier, 2009.
- [62] M.Chayaza : Réactivité argiles-polluants métalliques : simulation des barrières des sites de stockage des déchets.
- [63] S.Khellal ,C.Messara : Caractérisation et valorisation du rejet (marne jaune) issu d'exploitation de minerai de fer d'el- ouenza. Mémoire de master, Université de Béjaia, 2014.

## **Résumé**

L'objectif de ce travail est d'élaborer et de caractériser une pommade cicatrisante à base de matières premières locales. Les argiles types kaolins et bentonites sont les matières de base sont caractérisées par fluorescence X, DRX et infrarouge. La fonction granulométrique < 63µm des matières premières est utilisée pour confectionner 4 types de pommade type cérat de Galien. Les pommades sont appliquées sur de jeunes lapins préalablement brûlés par une spatule métallique et les résultats sont satisfaisants car au bout de 21 jours de traitement les cicatrices ont disparu.

## **Mots clés**

Kaolin, Bentonite, L'huile de lentisque, Cérat de Galien, Brulures.