

N° d'ordre :

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MOULOUD MAMMERI DE TIZI-OUZOU

FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DE CHIMIE



DOMAINE : SCIENCES DE LA MATIERE
FILIERE : CHIMIE

MEMOIRE DE MASTER

SPECIALITE : CHIMIE PHARMACEUTIQUE

THEME

**Elaboration et caractérisation d'une pommade à base
d'oxyde de Zinc et d'huile essentielle du Myrte
commun**

Présenté par : **BENTAHA Dyhia**
BELMOUHOUB Zaina

Soutenu, le 18/10/2021 devant le Jury composé de :

<i>Nom et Prénom</i>	<i>Grade</i>	<i>Affiliation</i>	<i>Qualité</i>
<i>Mr YEFSAH Said</i>	<i>professeur</i>	<i>UMMTO</i>	<i>Président</i>
<i>Mme OUAMROUCHE Amel</i>	<i>MAA</i>	<i>UMMTO</i>	<i>Examinatrice</i>
<i>Mme AIT MEDJBER Farida</i>	<i>MCB</i>	<i>UMMTO</i>	<i>Promotrice</i>

Remerciements

Ce mémoire est le résultat d'un travail de recherche. En Préambule, après avoir rendu grâce à dieu le tout puissant et le miséricordieux, Nous tenons à remercier vivement tous ceux qui de près ou de loin ont participé À la réalisation de ce modeste travail.

*Nous tenons à exprimer toute notre reconnaissance à Madame **AIT MEDJBER Farida** malgré ses Multiples obligations nous a suivi pas à pas dans la réalisation de ce travail, Votre Gentillesse, vos compétences, votre encadrement a toujours suscité notre profond respect.*

*Nous tenons de tout cœur à exprimer notre reconnaissance à Monsieur **YEFSAH**, Professeur à l'université Mouloud Mammeri de Tizi Ouzou d'avoir accepté de présider le juré, pour ses orientations, ses conseils et sa disponibilité.*

*Nous ne manquerons pas de remercier Madame **OUAMROUCHE Amel**, Maitre assistante à l'université Mouloud Mammeri de Tizi Ouzou qui nous a fait l'honneur d'examiner ce travail.*

*Nous voudrions exprimer aussi notre gratitude à toute notre équipe de travail au sein de
Laboratoire de notre faculté.*

Nous nous acquittons, enfin, volontiers d'un devoir de gratitude et de remerciement à Tous nos enseignants pour les enseignements qu'ils ont bien voulu nous donner durant notre formation. Ils ont fait de leurs mieux afin de nous fournir une formation efficiente, nous espérons que notre conduite et notre apprentissage ont laissé une bonne impression auprès des personnels administratifs et enseignants.

*Nous remercions toute l'équipe de laboratoire **LPCM** de l'**UMMTO**.*

Dédicaces

A mon très cher père Mohouhand

Tu as toujours été pour moi un exemple du père respectueux, honnête, je tiens à honorer l'homme que tu es. Grâce à toi papa j'ai appris le sens du travail et de la responsabilité. Je voudrais te remercier pour ton amour, ta générosité, ta compréhension... Ton soutien fut une lumière dans tout mon parcours. Aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour l'estime et le respect que j'ai toujours eu pour toi.

A ma très chère mère Malika

Source inépuisable de tendresse, de patience et de sacrifice. Ta prière et ta Bénédiction m'ont été d'un grand secours tout au long de ma vie.

Quoique je puisse dire et écrire, je ne pourrais exprimer ma grande affection et ma profonde reconnaissance Pour tous les sacrifices consentis et tes précieux conseils, pour toute ton assistance et ta présence dans ma vie.

Tu ma aidé et soutenu pendant de nombreuses années avec à chaque fois une attention renouvelée. Puisse Dieu, tout puissant te combler de santé, de bonheur et te procurer une longue vie.

Ce modeste travail est le fruit de tous les sacrifices que vs aviez déployés pour mon éducation et ma formation. Je vs aime papa et maman ; je prie le tout-puissant pour qu'il vous accorder une bonne santé et une vie longue et heureuse.

A mon cher fiancé Samir

Depuis que je t'ai connu, tu n'as cessé de me soutenir et de m'épauler, tu me voulais toujours le meilleur.

Ton amour ne m'a procuré que confiance et stabilité, Tu as partagé avec moi les meilleurs moments de ma vie.

Aux moments les plus difficiles tu étais toujours à mes cotés, Je te remercie de ne m'avoir jamais déçu.

Aucun mot ne pourrait exprimer ma gratitude, mon amour et mon respect.

Je remercie Allah qui a croisé nos chemins, qu'il nous procure santé et longue vie.

A mes chères sœurs Lycia et Ghalia

A tous les moments d'enfance passés avec vous mes sœurs, en gage de ma profonde estime pour l'aide que vous m'avez apporté. Vous m'avez soutenu, réconforté et encouragé.

Merci d'être capable de me brasser quand j'ai besoin d'être réveillée et de me donner le petit coup de pied au derrière dont j'ai besoin pour continuer d'avancer.

Je vous aime et je vous souhaite tout le bonheur du monde

A ma chère belle famille MEBARKI

Vous m'avez accueilli les bras ouverts.

Je vous dédie ce travail en témoignage de mon grand respect et mon estime envers vous.

J'implore dieu qu'il vous apporte bonheurs et santés

A ma chère grand-mère Yamina

Ceci et ma profonde gratitude pour ton éternel amour, Que ce travail soit le meilleur cadeau que je puisse t'offrir.

Puisse Dieu, tout puissant te combler de santé, de bonheur et te procurer une longue vie.

A Mes chers grands pères; BENTAJHA Ahmed, LOUNACI Mohand et ma chère grand-mère Fatma

Qui ont été toujours dans mon esprit et mon cœur toute au long de mon travail.

Que vous reposiez dans le paradis.

A ma chère binôme Zaina et sa famille

Je te suis reconnaissante pour tous les efforts que tu as fournis pour la réalisation de ce travail.

Je te souhaite de la réussite; une vie pleine de santé, bonheurs et amours.

A mes adorables chats qui me décompressent et me font oublier la pression et la fatigue.

A tous ceux qui ont contribué a la réalisation de ce travail de près ou de loin.

Dédicaces

A l'homme de ma vie, mon exemple éternel, mon soutien Moral

(Mon grand père)

Ma source de joie et de bonheur, celui qui s'est toujours sacrifié pour me voir réussir

(Papa)

La Flamme de mon cœur, ma vie et mon bonheur

(Ma grand-mère)

A la lumière de mes jours, la source de mes efforts

(Maman).

Aucune dédicace ne saurait être assez éloquente pour Exprimer ce que vous méritez pour tous les sacrifices que Vous n'avez cessé de me donner depuis ma naissance, durant Mon enfance et même à l'âge adulte. Je vous dédie ce travail en témoignage de mon profond Amour. Puisse Dieu, le tout puissant, vous préserve et vous Accorde santé, longue vie et bonheur.

Ma petite sœur Sarah, source d'espoir et de motivation

Sans oublié ma Grand-mère que j'aime tant (Que dieu l'accueil dans son vaste paradis).

A ma grande et adorable famille, oncles, tantes et spécialement cousins et cousines, avec tout mon amour envers vous.

A toutes mes amies tout particulièrement à Lamia.

Nany qui, au fil du temps, est devenue une sœur, et grâce à qui ce long parcours et ces durs mois de travail ne ressemblaient qu'à de vrais moments de plaisir et de partage

Un énorme Merci pour l'une des personnes les plus chères à mon cœur.

Je le dédie également, à ma très cher binôme Dyhia, Je te suis reconnaissante pour tous les efforts que tu as fourni pour la réalisation de ce travail, Je tiens également a remercié ses parents qui m'ont toujours accueillis très chaleureusement, ses sœurs et son fiancé qui nous a énormément aidé.

Enfin, je dédie ce mémoire à chacun qui a participé à sa réalisation de près ou de loin, merci à tous.

Zaina

Sommaire

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction générale

1

Chapitre I : Synthèse bibliographique

I.1-Les nanoparticules

2

I.1.1-Généralités sur les nanoparticules

2

I.1.2-Origines et natures des nanoparticules

2

I.1.3-Application des nanoparticules

2

I.2-L'oxyde de zinc ZnO

2

I.2.1-Définition

3

I.2.2-Propriétés de ZnO

3

I.2.2.1-Propriétés cristallines

3

I.2.2.2-Propriétés optiques

4

I.2.2.3-Propriétés physico-chimique de ZnO

4

I.2.3-Méthodes de synthèses de ZnO

5

I.2.3.1-Méthode mécano chimique sans solution

5

I.2.3.2- Méthode Sol-Gel

5

I.2.3.3-Pyrométallurgie

5

I.2.3.4-Co-précipitation

5

I.2.4-Diagramme de pourbaix

6

I.2.5-Domaine d'application et activité thérapeutique de ZnO

6

I.2.6-Médicaments à base de l'oxyde de zinc

7

I.3-Extraction des huiles essentielles

8

I.3.1-Définition

8

I.3.2-Méthodes d'extractions des huiles essentielles

8

I.3.2.1-Distillation à la vapeur

8

I.3.2.2-Extraction assistée par micro-ondes

9

I.3.2.3-Extractions au CO₂ supercritique

9

I.3.2.4-Hydro-distillation

10

I.3.3-Caractéristiques physico-chimiques des huiles essentielles	10
I.3.4-Rendement en huiles essentielles	10
I.3.5-Conservation des huiles essentielles	11
I-4-Généralités sur le myrte commun	11
I.4.1-Description botanique de la plante	11
I.4.2-Composition chimiques de la plante	13
I.4.2.1-Composition chimique des extraits de myrte commun	13
I.4.2.2-Composition chimique des huiles essentielles de myrte commun	13
I.4.3-Propriétés pharmacologique et quelques applications du myrte	13
I-5-Formulation des pommades.	14
1.5.1-Définition d'une pommade	14
a) Pommades hydrophobes ou lipophiles	14
b) Pommades absorbant l'eau	14
c) Pommades hydrophiles	14
I.5.2-Procèdes général de préparations	14
a- Mélange par fusion	15
b- Mélange par trituration	15
I.5.3-Tests sur les pommades	15

Chapitre II : Méthodes de synthèses et caractérisation

II.1- Matériels utilisés et méthodes expérimentales.	16
II.1.1- Matériels et produits chimiques	16
II.1.2- Méthodes et techniques expérimentales	17
A. Synthèse de la poudre de l'oxyde de Zinc (ZnO)	17
A.1- Protocole expérimental	17
A.1.1- Mode Opérateur	18
a. Préparation des solutions mères	18
a.1- Préparation de la solution de chlorure de Zinc	19
b.2- Préparation de la solution de l'hydroxyde de Sodium	19
b. Préparation des solutions filles	19
b.1- Préparation de la solution de Chlorure de Zinc 0,5M	20
b.2- Préparation de la solution de l'hydroxyde de Sodium 0,5M	20
B. Matière végétale et extraction des huiles essentielles	20

B.1- Matière végétales	20
B.2-Extraction des huiles essentielles	21
C. Formulation de la pommade	21
C.1- Protocole expérimental pour la formulation de la pommade	22
II.2- Méthodes de caractérisation	22
II.2.1- Analyse microscopique par microscope optique	22
II.2.2- Diffraction des rayons X (DRX)	22
II.2.3- Propriétés optiques à U.V Visible	23
II.2.4- Spectroscopie infrarouge	24
II.2.5- Mesure de densité	24
II.2.6- Activité anti microbienne	25
II.2.7- Indices chimiques et physiques	27
a. Indice chimiques	27
a.1-Indice d'acides	27
a.2-Indice d'ester	28
a.3-Indice de saponification	28
b. Indices physique	28
b.1-indice de réfraction	28
b.2- Pouvoir rotatoire	29
b.3- Potentiel pH	30
II.2.8- Analyses phytochimiques	30
II.2.8.1-Criblage des flavonoïdes	31
II.2.8.2-Criblage des tanins	31
II.2.8.3-Criblages des saponosides	31
II.2.8.4-Criblages des terpénoides	31
II.2.8.5-Criblage des stérols	31
II.2.8.6-Criblage des alcaloïdes	31

Chapitre III : Résultats et discussion

III.1- L'oxyde de Zinc	32
III.1.1- Analyse macroscopique	32
III.1.2- Rendement	32
III.1.3- Analyse microscopique	32

III.1.4- Mesure de densité	32
III.1.5- U.V Visible	33
III.1.6- La spectroscopie infrarouge	33
III.1.7- La diffraction des rayons X (DRX)	34
III.1.8- Activité antibactérienne	35
III.2-L'huile essentielle de Myrte communis	36
III.2.1-Le rendement d'extraction	36
III.2.2-Les indices chimiques	36
a. Indice d'acide	36
b. Indice d'ester	36
c. Indice de saponification	36
III.2.3-Indices physiques	36
a. Densité relative	36
b. Indice de réfraction	36
c. Pouvoir rotatoire	37
d. Potentiel Hydrogène	37
III.2.4-Tests phytochimiques	37
III.2.5-Spectroscopie infrarouge	39
III.2.6-Activité antibactérienne	40
III.3-La pommade préparée	41
III.3.1- Analyse organoleptiques	41
III.3.2- Essai d'homogénéité	41
III.3.3- Mesure du PH	41
III.3.4- Test de tolérabilité cutanée	42
Conclusion générale	44
Références bibliographiques	45

Liste des tableaux

Tableaux	page
Tableau I.1 : Propriétés physico-chimique de ZnO	4
Tableau II.1 : Matériels et produits utilisés	16
Tableau III.1 : Rendement des échantillons synthétisés	32
Tableau III.2 : Mesures de densité des échantillons poudres	32
Tableau III.3 : Les principaux groupements des poudres de ZnO	34
Tableau III.4 : Résultats des antibiogrammes des échantillons de ZnO	35
Tableau III.5 : Résultats et interprétation des tests phytochimiques	37
Tableau III.6 : Les principaux groupements de notre huile essentielle	40
Tableau III.7 : Résultats des antibiogrammes de notre huile essentielle	40

Listes de figures

Figure	page
Figure I.1 : forme cristallographique de ZnO	3
Figure I.2 : Diagramme de Pourbaix	6
Figure I.3 : Montage d'une distillation à la vapeur	8
Figure I.4 : Montage d'une extraction par micro-onde	9
Figure I.5 : Montage d'une extraction au CO ₂ supercritique	9
Figure I.6 : Montage d'une extraction par hydro-distillation	10
Figure I.7 : Feuilles du myrte commun	12
Figure I.8 : Fleurs de myrte commun	12
Figure II.1 : Montage goutte à goutte	17
Figure II.2 : Mélange instantané	18
Figure II.3 : Appareil de Filtration.	18
Figure II.4 : Etuve.	18
Figure II.5 : Lavage, rinçage et séchage des feuilles de myrte	21
Figure II.6 : extraction des huiles essentielles de myrte à l'aide d'un appareil type Clevenger	21
Figure II.7 : Formulation de la pommade	22
Figure II.8 : Microscope optique utilisé	22
Figure II.9 : Diffractomètre	23
Figure II.10 : Le principe de fonctionnement de l'appareil de l'UV	23
Figure II.11 : Appareil infrarouge	24
Figure II.12 : préparation de la suspension bactérienne	26
Figure II.13 : écouvillonnage de la boîte à gélose	26
Figure II.14 : dépôt de l'huile essentielle sur les disques	27
Figure II.15 : Réalisation des puits sur gélose et dépôt de ZnO	27
Figure II.16 : Réfractomètre	29
Figure II.17 : polarimètre utilisé	29
Figure II.18 : préparation des extraits des feuilles	30
Figure III.1 : Spectres UV-Visible des poudres de ZnO	33
Figure III.2 : Spectres infrarouge des poudres de l'oxyde de zinc	33
Figure III.3 : Diffractogrammes des poudres de ZnO	34
Figure III.4 : Test Ph	37
Figure III.5 : spectre infrarouge de l'huile essentielle de myrte.	40
Figure III.6 : Mesure du pH de la pommade	42
Figure III.7 : Application de la pommade sur peau saine.	42
Figure III.8 : Application et résultat de la pommade sur une plaie.	43

Liste des abréviations

Abréviations	Significations
UV	UltraViolet
HE	Huile Essentielle
PA	Principe Actif
DRX	Diffraction des Rayons X
MEB	Microscopie Electronique à Balayage
IR	Infrarouge
PHE	Poids de l'Huile Essentielle
PMVS	Poids de la Matière Végétale Sèche
PH	Potentiel Hydrogène

Introduction générale



Introduction générale

L'industrie pharmaceutique est l'un des secteurs d'activité les plus importants au monde, du fait qu'elle présente un intérêt vital sur la santé publique.

Depuis la nuit des temps, l'homme est habitué à utiliser les plantes pour leurs propriétés médicinales et nutritives. Les produits naturels présentent un grand intérêt comme matière première destinée aux différents secteurs d'activité tels que le cosmétique, la pharmacie et l'agroalimentaire. L'Algérie, par sa situation géographique au centre de la méditerranée, abrite une végétation riche et diversifiée. Un grand nombre de plantes aromatiques y poussent spontanément notamment le myrte commun qui est riche en huiles volatiles.

Au cours de ces dernières années, plusieurs recherches se sont focalisées sur les nanomatériaux, en raison de leurs applications en optique, en biologie, en médecine,...etc

Les nanoparticules de ZnO ont récemment attiré l'attention des chercheurs, en raison de leurs vastes applications biomédicales telles que les activités anti-inflammatoire, antimicrobienne et cicatrisante.

Ce travail s'inscrit dans le cadre de la valorisation des plantes médicinales de notre région dans la formulation d'une pommade à base d'une huile essentielle extraite et d'un nanomatériau synthétisé au laboratoire.

Le présent travail est organisé comme suit :

- Une introduction générale présentant un aperçu global de notre étude.
- Le premier chapitre consiste en une synthèse bibliographique consacrée principalement à une étude théorique de l'oxyde de Zinc, de l'huile essentielle du Myrte Commun et de la pommade.
- Le deuxième chapitre décrit d'une part ; les différentes étapes expérimentales suivies pour la synthèse des poudres de ZnO, l'extraction de l'huile essentielle du Myrte Commun et la formulation de notre pommade et d'autre part ; les différentes techniques de caractérisation.
- Le troisième et dernier chapitre illustre les résultats obtenus et leurs interprétations.
- Une conclusion générale retraçant l'ensemble de tous les résultats de notre étude.

Chapitre I : Synthèse bibliographique



Synthèse bibliographique

Dans ce chapitre nous nous sommes intéressées à une étude théorique des nanoparticules de l'oxyde de zinc, des huiles essentielles et leurs différentes méthodes d'extraction, la description de myrte commun ainsi que son utilisation thérapeutique enfin des généralités sur la pommade et sa formulation.

I.1-Les nanoparticules

I.1.1-Généralités sur les nanoparticules

La nanotechnologie qui traite de la matière à l'échelle nanométrique est un domaine multidisciplinaire en pleine croissance où les méthodes de synthèse utilisées offrent aux nanoparticules une taille mieux contrôlée et un taux de production plus élevé. Les nanoparticules en raison de leurs propriétés distinctives (surface/volume) sont utilisables dans différents domaines, notamment l'électronique, l'optoélectronique, la bio-nanoscience, la communication, la biomédecine et l'industrie pharmaceutique [1].

I.1.2-Origines et natures des nanoparticules

Les nanoparticules sont issues de plusieurs origines : une origine naturelle (incendie de forêt, éruption de volcan...), une origine anthropogénique non intentionnelle (poussières, aérosols ultrafins ...), ou une origine anthropogénique intentionnelle (nanoparticules produites dans les usines ou les laboratoires de recherche). Les nanoparticules peuvent être de nature minérale (graphite, hématite, silicasol...), métallique (dioxyde de titane, dioxyde de silice, oxyde de zinc...) ou organique (polystyrène, nylon...) [2].

I.1.3-Application des nanoparticules

Les nanoparticules sont couramment utilisées dans plusieurs produits notamment les produits cosmétiques et pharmaceutiques.

L'utilisation des nanoparticules dans les cosmétiques génère des produits avec une texture améliorée, une couleur plus éclatante et une plus grande pénétration dans la peau [3].

Les propriétés distinctives de ces nanoparticules sont d'un intérêt particulier pour l'industrie des soins de la peau [3].

I.2-L'oxyde de zinc ZnO

L'oxyde de zinc (ZnO) est l'un des nanoparticules les plus étudiées en raison de sa polyvalence et sa multifonctionnalité. Le ZnO possède des propriétés physiques et chimiques très intéressantes qui en font un candidat approprié pour un grand nombre d'applications, allant de l'optique (pour ses fortes propriétés d'absorption des UV) aux sciences de

l'environnement, en passant par la biomédecine. Par ailleurs, la polyvalence de ZnO est également due à l'existence de nombreuses morphologies présentant des surfaces spécifiques très élevées [4].

I.2.1-Définition

L'oxyde de zinc est un composé chimique inorganique binaire composé d'éléments de zinc (Zn) et d'oxygène (O) de formule ZnO [5], généralement il apparaît comme une poudre blanche qui est largement utilisée comme additif dans de nombreux matériaux. Le ZnO est communément appelé blanc de zinc ou zincate, se produit naturellement dans la croûte terrestre sous la forme d'un minéral appelé zincite il apparaît dans la nature sous forme de minerai rouge contenant beaucoup d'impuretés notamment le manganèse [6].

Il peut aussi être synthétisé de manière artificielle sous forme massive [7].

Le ZnO est thermo chromique, incolore au-dessus d'une certaine température et stable à température ambiante. Il possède des propriétés mécaniques et électriques très particulières qui lui permettent d'avoir un large éventail d'applications [7].

Cette poudre blanche est insoluble dans l'eau et l'alcool mais soluble dans la plupart des acides et des bases en raison de ses propriétés amphotères [6].

Le ZnO est un semi-conducteur II-VI présentant à la fois un comportement ionique et covalent de type n avec une large gamme de propriétés attrayantes telles qu'une énergie de liaison élevée (60 meV) une large bande interdite (3,37 eV) et une bonne stabilité chimique à température ambiante [5,6,8].

Le ZnO présente également un intérêt pour l'industrie pharmaceutique et cosmétologique (pansement dentaire, crème solaire, pommade ...) [9].

I.2.2-Propriétés de ZnO

I.2.2.1-Propriétés cristallines

Le ZnO peut être synthétisé en 3 structures cristallines possibles qui sont la blende de zinc, la wurtzite et le sel gemme [4].

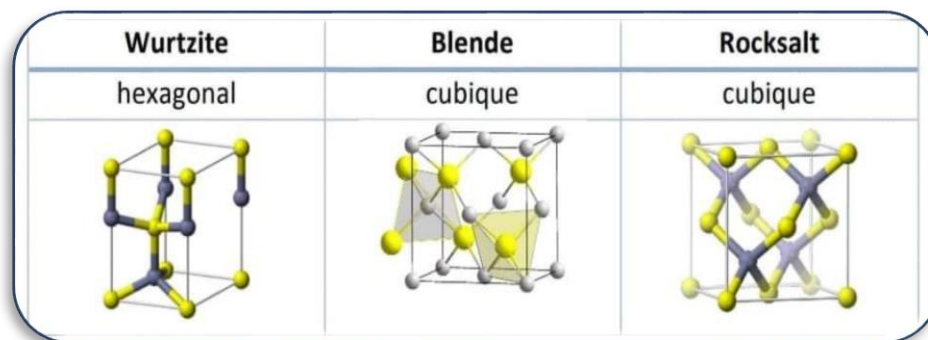


Figure I.1 : Forme cristallographique de ZnO [4].

La forme la plus stable thermodynamiquement est la structure hexagonale de type Wurtzite. Son aptitude à réfléchir la lumière UV explique son utilisation en tant que filtre UV dans les produits de protection solaire [10] le ZnO est formé de cellules élémentaires tétraédriques où l'atome de zinc est au centre et les atomes d'oxygène aux quatre coins. Toutes les unités tétraédriques sont empilées et orientées dans une direction, produisant la symétrie hexagonale wurtzite [4].

La structure cubique blende présente une structure de mélange de zinc tandis que le ZnO avec un réseau de sel gemme (Rocksalt) est assez rare [4].

I.2.2.2-Propriétés optiques

L'oxyde de zinc fait parti de la famille des oxydes semi conducteurs transparents et présente une forte absorption des rayonnements ultraviolets [11].

Sa transparence élevée dans la région visible [12], son absorbance (200-350nm), son émission (500-600nm) [4] et son indice de réfraction (1,7–2) lui permettent d'agir comme un revêtement antireflet [12].

En raison de l'avantage des propriétés d'absorption anti-UV du ZnO, il est de plus en plus utilisé dans les produits de soins privés, tels que les cosmétiques et les crèmes solaires [13].

I.2.2.3-Propriétés physico-chimiques de ZnO

Tableau I.1 : Propriétés physico-chimiques de ZnO [6]

Propriétés	Valeurs
Formule chimique	ZnO
Aspect (couleur, forme)	Poudre blanche
Masse molaire (g/mol)	81,39
Masse volumique (g/cm ³)	5,6 pour le cristal hexagonal 5,47 pour le corps amorphe
Solubilité dans l'eau (25°C) (mg/L)	1,6
Point de fusion (°C)	1975
Point d'ébullition (°C)	2360
Structure	Hexagonale
Indice de réfraction	1,7–2

I.2.3-Méthodes de synthèse de ZnO

Le ZnO peut être obtenu de manière conventionnelle à grande échelle grâce à diverses techniques chimiques et mécaniques telles que les méthodes sol-gel, co-précipitation, hydrothermales et mécano chimiques.

I.2.3.1-Méthode mécano chimique sans solution

La préparation mécano chimique est une méthode de synthèse qui s'effectue en deux étapes. La première étape consiste à broyer deux mélanges de poudres de $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ et $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ pendant un certain temps pour former des nanoparticules de $\text{ZnC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

La deuxième étape est la décomposition thermique des nanoparticules obtenues à très haute température (400 à 550°C) pour obtenir des NP de ZnO.

Les avantages de cette méthode sont les faibles coûts de production, la grande homogénéité de la structure cristalline et de la morphologie [14].

I.2.3.2- Méthode Sol-Gel

La technique sol-gel est simple et peu coûteuse. Cette méthode peut être divisée en deux étapes principales qui sont la solvataion et la polymérisation. Le précurseur de Zn est d'abord dissous dans un solvant, puis un agent chélatant est ajouté à la réaction. Le mélange est laissé jusqu'à ce que des substances de type gel soient obtenues à la fin [14] [5].

I.2.3.3-Pyrométallurgie

Le procédé pyrométallurgique est un procédé de chauffage à haute température utilisé dans l'industrie. Classé en deux processus : processus direct et processus indirect. Le procédé direct (procédé américain) et le procédé indirect (procédé français). Le procédé américain est moins susceptible d'être appliqué en raison des plus faibles pureté et rendement obtenus à la fin du processus par rapport au procédé français [5].

I.2.3.4-Co-précipitation

La co-précipitation est une méthode bien connue appliquée pour préparer des nanoparticules de ZnO à partir d'une solution de sel de Zn impliquant l'utilisation d'agents réducteurs chimiques dans lesquels l'hydroxyde de sodium est couramment utilisé. Dans un processus de co-précipitation typique, le précipité peut être obtenu par le mélange du précurseur de Zn et de l'agent réducteur. Un lavage à l'eau distillée ou à l'éthanol suivi d'un séchage ont été effectués [5].

I.2.4-Diagramme de pourbaix

D'après le diagramme de pourbaix Zn(OH)_2 précipite dans un domaine de pH compris entre 7,5 et 14.

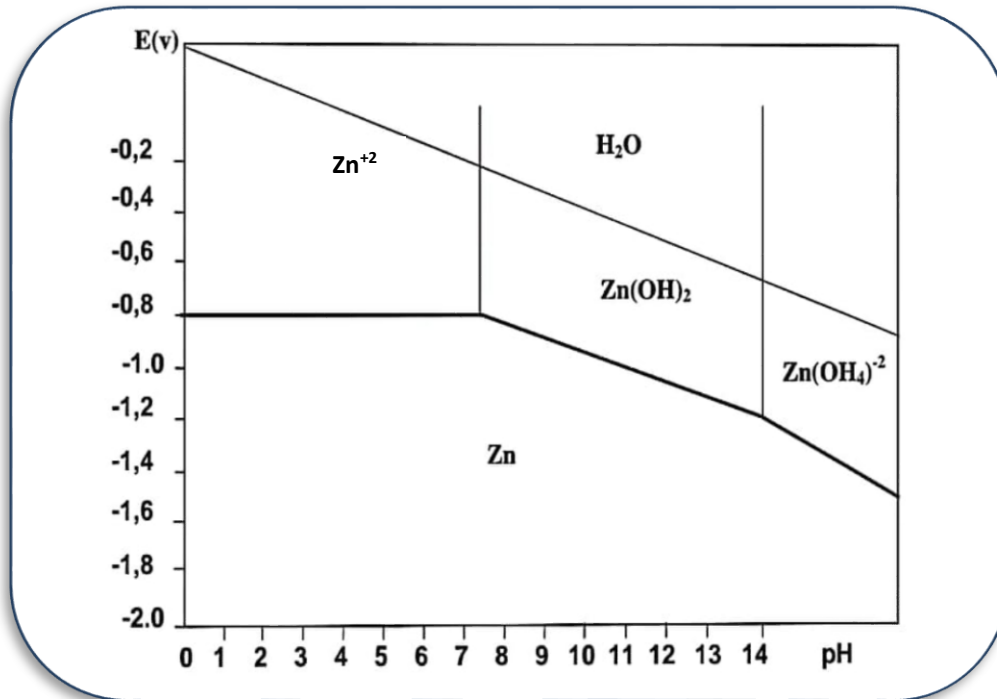


Figure I.2 : Diagramme de Pourbaix [15]

I.2.5-Domains d'applications et activités thérapeutiques de ZnO

L'oxyde de zinc a trouvé une utilisation dans un large domaine d'applications médicale et cosmétique [17].

Les nanoparticules de ZnO ont récemment attiré les chercheurs, en raison de leurs vastes applications biomédicales telles que les activités photo catalytique, anti-inflammatoire, antimicrobienne, cicatrisante, anticancéreuse, anticorrosive, antioxydante, antiseptique, antidiabétique, livraison de gènes ainsi que dans la bio détection et la nano médecine [16].

Ces applications sont dues à sa biodégradabilité, sa biocompatibilité et sa faible toxicité [16].

Il est incorporé dans les produits diététiques des suppléments et des comprimés de vitamines essentiels pour le corps humain [17].

Aussi utilisé dans les rubans, les plâtres médicaux, certains dentifrices et dans les ciments dentaires [17].

I.2.6-Médicaments à base de l'oxyde de zinc

I.2.6.1-BAUME AGHATOL, pommade

C'est une pommade protectrice et calmante. Elle est utilisée dans le traitement d'appoint des brûlures superficielles peu étendues [18].



I.2.6.2-BRULEX, pommade

Médicament dermatologique émollient et protecteur, utilisé pour le traitement d'appoint des brûlures superficielles de faible étendue [18].



I.2.6.3-OXYPLASTINE, pommade

Protecteur cutané indiqué en cas d'irritation de la peau, notamment en cas d'érythème fessier (fesses rouges) du nourrisson [18].



I.2.6.4-TITANOREINE, crème

C'est une préparation qui traite les manifestations douloureuses et prurigineuses anales en particulier dans la crise hémorroïdaire [18].



I.3-Extraction des huiles essentielles

I.3.1-Définition

Une huile essentielle est la fraction odorante volatile extraite des végétaux. C'est le parfum concrétisé de la plante, un véritable concentré. Elle peut être extraite de différentes parties végétales : les feuilles, les fleurs, l'écorce, le bois, le zeste et bien d'autres encore : les grains, le fruit, les baies...etc. La norme ISO 9235 définit l'huile essentielle comme « un produit obtenu à partir d'une matière première d'origine végétale après séparation de la phase aqueuse par des procédés physiques » [19].

Les huiles essentielles extraites de certaines plantes odoriférantes ont prouvé leur valeur inestimable pour la santé. Les huiles essentielles sont à la fois des parfums et des remèdes naturels et comme l'ensemble des plantes médicinales ont un rôle de médicament, leurs actions thérapeutiques sont souvent puissantes et nécessitent qu'elles soient utilisées de manière appropriée [20].

I.3.2-Méthodes d'extractions des huiles essentielles

Les huiles essentielles peuvent être isolées des plantes aromatiques en utilisant un certain nombre de techniques d'extraction Parmi elles ;

I.3.2.1-Distillation à la vapeur

La plupart des huiles essentielles sont obtenues par distillation et distillation à la vapeur. Cette opération se fait dans un distillateur. Le matériel végétal supporté par une grille ou une plaque perforée placée à une distance adéquate du fond de l'alambic, rempli d'eau. Les vapeurs appliquées par une chaudière traversent la matière végétale en transportant les molécules aromatiques vers un système de refroidissement. La différence de densité entre la phase aqueuse (eau floral) et la phase organique (huile essentielles) permet la séparation des deux entités. Les parties insolubles sont séparées de l'eau par décantation pour donner l'huile essentielle [21].

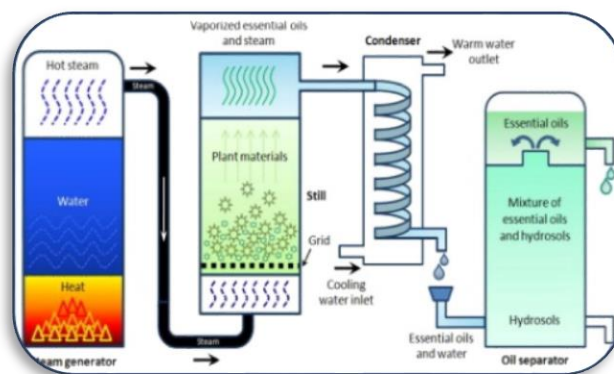


Figure I.3 : Montage d'une distillation à la vapeur [21].

I.3.2.2-Extraction assistée par micro-ondes

Ce procédé consiste à placer une partie de montage d'hydro-distillation dans le four micro-onde. Le matériel végétal est donc placé en présence d'une quantité d'eau suffisante dans un ballon disposé dans l'enceinte du four à micro-onde. Le système de réfrigération ainsi que la partie prévue pour la récupération des essences sont situés à l'extérieur du four [22]. Cette technique d'extraction s'avère très avantageuse et permet d'obtenir des produits à haute valeur ajoutée. L'avantage de ce procédé est de réduire considérablement le temps de distillation et d'augmenter le rendement [21].

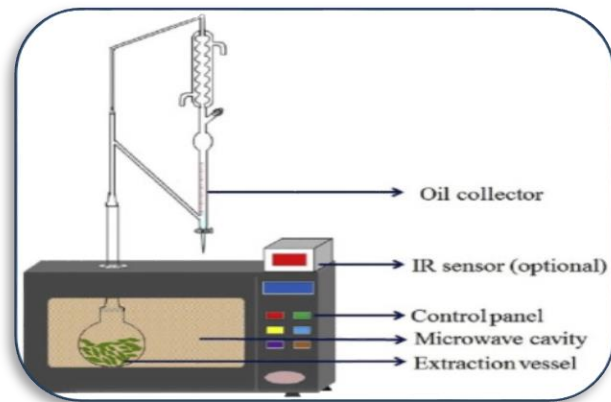


Figure I.4 : Montage d'une extraction par micro-onde [21].

I.3.2.3-Extractions au CO₂ supercritique

La technique est basée sur la solubilité des constituants dans le CO₂ et son état physique. De par cette propriété permet l'extraction dans le domaine supercritique et la séparation dans le domaine gazeux. Dans cette technique, un flux de CO₂ à haute pression provoque l'éclatement des poches d'essence et entraîne les huiles essentielles ensuite récupérées.

Le procédé consiste à placer les végétaux préalablement broyés dans un autoclave puis les mettre en contact avec le CO₂ supercritique qui en extrait les composés. Dans le séparateur, le CO₂ redevient gazeux et se sépare totalement de l'extrait [23].

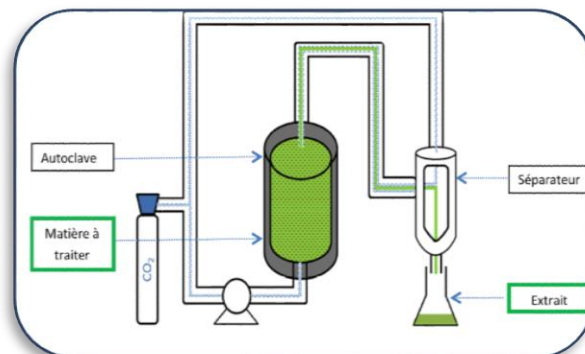


Figure I.5 : Montage d'une extraction au CO₂ supercritique [23].

I.3.2.4-Hydro-distillation

L'hydro-distillation avec un appareil de type Clevenger est une technique inscrite à la Pharmacopée Européenne [24]. La plante est mise en contact avec de l'eau dans un ballon qui est ensuite porté à ébullition à pression atmosphérique. Les vapeurs hétérogènes sont condensées et les huiles essentielles se séparent par différence de densité [21].

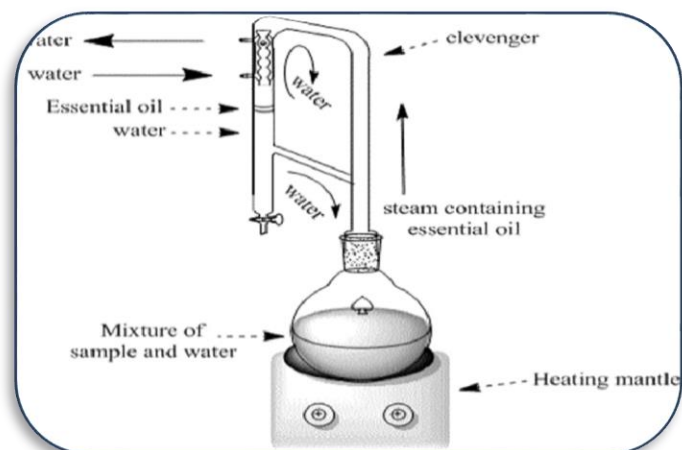


Figure I.6 : Montage d'une extraction par hydro-distillation [25]

I.3.3-Caractéristiques physico-chimiques des huiles essentielles

Les huiles essentielles se caractérisent principalement par leur volatilité à température ambiante et également par leur solubilité dans les solvants organiques et l'alcool. Ils peuvent être entraînés par la vapeur d'eau malgré leur faible solubilité dans l'eau. Les HE sont très rarement colorés, avec une forte odeur et saveur Leur densité est en général inférieure à celle de l'eau. Le stockage des huiles essentielles nécessite l'obscurité et l'humidité en raison de la sensibilité à la lumière et à l'oxydation [21].

I.3.4-Rendement en huiles essentielles

La teneur en huile essentielle varie en fonction des drogues, mais en général très faible, inférieur à 1%. Le volume de matériel à récolter est souvent important ce qui explique les coûts élevés de certaines Huiles essentielles [22].

La méthode d'obtention des HE intervient de façon déterminante dans le rendement en huile et dans la composition de cette dernière [2].

Le rendement de l'huile essentielle est le rapport entre le poids d'huile essentielle extraite et le poids de biomasse végétale séchée, il est exprimé en pourcentage (%) [26].

$$R(\%) = \frac{PHE}{PMVS} \times 100$$

Avec :

R(%) : Rendement en huile essentielle.

PHE : Poids de l'huile essentielle (g).

PMVS : Poids de la matière végétal séchée.

I.3.5-Conservation des huiles essentielles

Très volatiles par nature, les HE peuvent rapidement perdre leurs propriétés. Très vite, elles commencent à vieillir, généralement au bout de 6 mois. Au mieux, elles peuvent conserver leurs propriétés thérapeutiques pendant environ trois ans. Pour cela, elles doivent être impérativement gardées à l'abri de l'air, de l'humidité, de la lumière, de la chaleur, et contenues dans des flacons en verre opaques ou teintés (en bleu ou brun) hermétiquement clos, entreposés debout [27].

I-4-Généralités sur le myrte commun

L'Algérie est un pays doté d'un patrimoine floristique très diversifié, particulièrement dans le domaine des plantes aromatiques. Un exemple illustratif de l'importance de la richesse de la flore est le myrte commun [28].

En effet, dans l'histoire de la médecine traditionnelle, les utilisations connues, mais aussi les preuves apportées de validation scientifique de son application thérapeutique sont légion [28].

I.4.1-Description botanique de la plante

Myrtus communis L., communément appelé Myrte, est un arbuste aromatique à feuilles persistantes de la famille des Myrtacées, répandu dans tout le bassin méditerranéen [28]. La plante pousse abondamment du nord-ouest à l'est de la Méditerranée, y compris les pays limitrophes et l'Asie occidentale, ainsi que les régions égéennes (la Turquie). Le myrte est originaire du sud de l'Europe, de l'Afrique du Nord et de l'Asie occidentale [29]. Connue sous le nom berbère de *Tarihand*, en corse *morta* ou *mortula* et en espagnol *arrayan*, *mirto*, *mortella*, *mortin* [28].

En Algérie, il pousse à l'état sauvage dans tout l'Atlas *tellien*, les zones côtières, les collines intérieures et les zones forestières du Nord, où il est connu sous le nom de « *rihan* » [30].

C'est un arbuste ou un petit arbre sclérophylle à feuilles persistantes de 1,8 à 2,4 m de hauteur, avec un petit feuillage et une écorce profondément fissurée. Le vrai myrte se caractérise par ses branches, qui forment une tête pleine et serrée, recouverte d'une épaisse couche de feuilles persistantes ovales, aiguës, entières, coriaces et ponctuées mesurent 3 à 5 cm de long [29] de couleur vert foncé brillant [28] (figure I.7).

Les fleurs de myrte, odorantes de couleur blanches, poussent à l'aisselle des feuilles menues d'un long pédoncule, mesurent jusqu'à 3 cm de diamètre, elles comportent jusqu'à 50 étamines proéminentes jaunes [28] (figure I.8).

Le fruit est une baie à plusieurs graines qui est de forme sphérique avec une couleur rouge foncé à violette [11]. La période de floraison est de mai à juin et la période de maturation s'étend de septembre à janvier. Le fruit est d'abord amer, puis sucré à maturité. Cette plante est très résistante à la sécheresse et n'a besoin que de peu d'eau [31].



Figure I.7 : Feuilles du myrte commun



Figure I.8 : Fleurs de myrte commun

I.4.2-Composition chimiques de la plante

I.4.2.1-Composition chimique des extraits de myrte commun

Le profil des extraits de *M. communis* L. constitue des composés poly phénoliques, qui sont regroupés en trois grandes classes chimiques ; les acides phénoliques, les tanins et les flavonoïdes. La composition des extraits peut varier considérablement, selon l'organe végétal utilisé pour l'extraction, les extraits de feuilles contiennent une quantité significativement plus élevée de composés phénoliques totaux que les extraits de baies [29].

I.4.2.2-Composition chimique des huiles essentielles de myrte commun

Les composés d'huiles essentielles de *M. communis* L dépendent des parties de la plante utilisées pour la préparation de l'huile et peuvent être classés en trois catégories principales : les terpènes (hydrocarbures mono terpéniques et hydrocarbures sesquiterpéniques), les terpénoïdes (mono terpènes oxygénés et sesquiterpènes oxygénés) et les phénylpropanoïdes mais aussi en hydrocarbures et composés oxygénés [29].

Les principaux constituants de la composition de l'huile essentielle de feuille sont le α -pinène, le 1,8-cinéole et le β -pinène. Les principaux composants de l'huile essentielle de la fleur sont le α -pinène et le 1,8-cinéole, ainsi que d'autres composés tels que le limonène, l'eugénoïl, le α -terpinéol, le linalol et le méthyl eugénoïl [29].

I.4.3-Propriétés pharmacologique et quelques applications du myrte

Myrtus communis L est l'une des espèces végétales les plus utilisées en médecine populaire en raison de ses effets potentiels sur la santé [32].

Toutes les parties de la plante ont été utilisées dans de nombreuses médecines traditionnelles contre la douleur, la raideur des jambes et des bras et les brûlures d'estomac [33].

Largement utilisées dans l'aromathérapie grâce aux huiles essentielles qu'elles renferment [28] et en décoction ou en infusion pour traiter plusieurs maladies humaines telles que les troubles pulmonaires, le diabète, les hémorroïdes, l'inflammation et la cicatrisation des plaies [32].

Ces huiles essentielles sont utilisées dans les industries pharmaceutiques comme anti-catarrhales et pour traiter les affections thoracique ainsi qu'en cosmétiques et dans l'alimentaires [28].

Les décoctions de baies ont été utilisées pour baigner les nouveau-nés à la peau rouge et les feuilles dans les lavages endoloris [28].

Une infusion des feuilles et des jeunes branches de cette plante est stimulante, antiseptique, astringente et hypoglycémiant, et considérée comme un remède contre l'eczéma., asthme, troubles gastro-intestinaux, infections urinaires et la diarrhée [31].

Les feuilles sont aussi utilisées comme remède contre les affections des voies respiratoires [28].

Ses feuilles broyées en poudre, sont utilisées pour préparer un cérat contre le panaris et les maladies des ongles, tandis que les fleurs utilisées pour noircir les cheveux [28].

En outre, une décoction des fruits de cette plante est utilisée comme agents anti diarrhéiques, anti hémorroïdaires et pour traiter les maladies de la bouche et des yeux [31].

Le myrte commun possède alors une large gamme de propriétés thérapeutiques qu'on pourra citer comme suit :

- Anti diabétique
- Antihypertenseur
- Anti inflammatoire
- Antifongique
- Anticancéreuse
- Antimicrobienne
- Antihémorragiques
- Cicatrisante

I-5-Formulation des pommades.

1.5.1-Définition d'une pommade

Une pommade est une préparation médicamenteuse semi-solide de consistance molle, destinée à être appliquée sur la peau ou sur les muqueuses, composée d'un excipient gras et d'un ou plusieurs principes actifs qui y sont dissous ou émulsionnés [34].

Il existe trois types de pommades ; pommades hydrophobes, pommades absorbant l'eau et pommades hydrophiles.

a) Pommades hydrophobes ou lipophiles

Pommade n'absorbant pas d'eau, ou de très petites quantités d'eau [35]

b) Pommades absorbant l'eau

Pommades capables d'absorber des quantités appréciables d'eau [35]

c) Pommades hydrophiles

Pommades constituées d'excipients miscibles à l'eau [35]

I.5.2-Procèdes général de préparation

Dans la formulation d'une pommade, le choix de l'excipient est basé sur certains critères :

- Il doit être bien toléré et son pouvoir allergisant doit être faible.
- Il doit faciliter la pénétration des principes actifs dans les tissus.
- Il doit être suffisamment stable et permettre une bonne conservation
- Lavable à l'eau

a- Mélange par fusion

La Fusion se fait sur un bain-marie dans un mortier en acier ou en porcelaine.

L'incorporation du Principe actif se fait selon sa nature :

- **Principe actif solide**

-S'il est soluble dans la base, on l'ajoute à la base encore liquide à une température aussi basse que possible.

-S'il est soluble dans les composants il sera soluble et mélangé.

-S'il est insoluble, doit être d'abord tamisé puis ajouté au moment de la solidification en mélangeant constamment pour éviter la sédimentation.

- **Principe actif liquide**

-S'il est non sensible à la chaleur, on l'ajoute juste au moment de l'épaississement de la pommade.

-S'il est sensible à la chaleur on l'ajoute après refroidissement.

b- Mélange par trituration

Si le Principe actif est liquide ou solide insoluble dans toutes les composantes de la base, on commence par un tamisage pour obtenir une poudre relativement fine (250 μm) à moins qu'une poudre fine ou très fine (180 μm , 120 μm) soit exigée. Puis on passe à la trituration qui peut être faite avec une plaque et une spatule ou avec un mortier et un pistil [35].

I.5.3-Test sur les pommades

Plusieurs tests peuvent être réalisés sur des pommades. Parmi ceux-ci nous pouvons citer :

- Analyse organoleptiques (aspect, couleur, odeur).
- Essai d'homogénéité
 - ✓ Examen macroscopique
 - ✓ Examen microscopique
- Mesure de PH
- Test de tolérabilité cutanée [36].

Chapitre II : Méthodes de synthèses et de caractérisation



Méthodes de synthèses et de caractérisation

Dans ce chapitre nous avons présenté les matériels et les produits chimiques utilisés, la synthèse des poudres de ZnO, l'extraction de l'huile essentielle de Myrte Commun et la formulation de la pommade ainsi que les caractérisations effectuées.

II.1- Matériels utilisés et méthodes expérimentales

II.1.1- Matériels et produits chimiques

Tout le matériel et les produits chimiques utilisés pour la synthèse de la poudre de l'oxyde de Zinc, l'extraction de l'huile de Myrte Commun et la préparation de la pommade sont consignés dans le Tableau II.1.

Tableau II.1 : Matériels et produits utilisés.

Matériels et verreries	Appareils utilisés	Produits
Verres de montre et cristallisoirs	Balances électroniques.	Chlorure de Zinc ($ZnCl_2$)
Béchers et pissettes	Agitateurs	Hydroxyde de sodium (NaOH)
Eprouvettes et entonnoirs	pH mètres	Ethanol 95% et Acétone
Fioles jaugées et burettes	Dispositif de filtration	Eau distillée et glaçons
Spatules et tiges en verre	Appareil à glace	Feuilles de myrte commun
Barreaux aimantés	Etuve	Phénolphtaléine
Papier para film	Chauffes ballons	Pierres ponces
Boîtes Pétries et boîtes stériles	Bain thermostat	HCl 0,5N
Mortier et piston	Plaques chauffantes	KOH 0,01N
Clevenger et réfrigérant à reflux	Elévateurs	Mg
Ballons 2l et 250ml	Réfractomètre	$FeCl_3$
Epindorfs	Polarimètre	Chloroforme
Tubes à essais / Support	Densitomètre	H_2SO_4
Papier PH et papier filtre		Anhydride acétique
Boîtes de pétrie en géloses		Réactifs de Mayer et de Wagner
Ecouvillons		Eau physiologique
Pipettes pasteur et micro pipette		Staphylococcus aureus
Bec bensen		Escherichia coli
Disques stériles		Vaseline et huile de vaseline
Thermomètre		Poudre de ZnO synthétisé
		Huile essentielle de myrte extraite

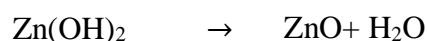
II.1.2- Méthodes et techniques expérimentales

A. Synthèse de la poudre de l'oxyde de Zinc (ZnO)

Les poudres de ZnO ont été élaborées par co-précipitation. Le but principal est la synthèse de ces poudres à partir des chlorures de zinc et de l'hydroxyde de sodium selon deux chemins différents :

- par versement de l'hydroxyde de sodium par goutte à goutte.
- par mélange de l'hydroxyde de sodium et du chlorure de zinc.

La synthèse est basée sur les réactions suivantes :



A.1- Protocole expérimental

Le précipité de l'hydroxyde de zinc a été obtenu par mélange de deux solutions de même volume (250ml) et équimolaires (0,5M) de chlorure de zinc et de l'hydroxyde de sodium selon deux chemins différents sous agitation magnétique pendant 2 heures et à PH contrôlé (7,5-12) jusqu'à obtention d'un flocculat blanc.

- Suivant le premier chemin (Echantillon A), le mélange a été réalisé en ajoutant à la solution de chlorure de zinc (ZnCl_2), l'hydroxyde de sodium (NaOH) goutte à goutte pendant 15 minutes et laisser sous agitation magnétique pendant 2 heures (figure II.1).
- Suivant le deuxième chemin (Echantillon A), les deux précurseurs (chlorure de zinc (ZnCl_2) et l'hydroxyde de sodium (NaOH)) ont été mélangés instantanément (figure II.2).

Après avoir plongé les mélanges dans un bain d'eau glacée, les précipités ainsi obtenus ont été séparés par filtration sous vide (figure II.3). Ils ont été lavés plusieurs fois avec de l'eau distillée puis avec de l'éthanol et enfin séchés, jusqu'à masse constante, dans une étuve (figure II.4) à 70°C.



Figure II.1 : Montage goutte à goutte



Figure II.2 : Mélange instantané

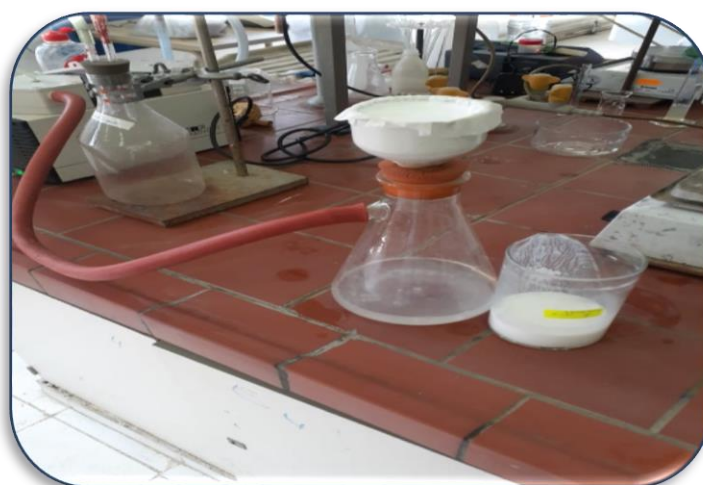


Figure II.3 : Appareil de Filtration.



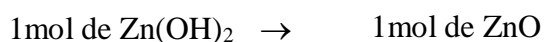
Figure II.4 : Etuve.

A.1.1- Mode Opérateur

a-Préparation des solutions mères

Pour préparer 40g de ZnO, nous avons d'abord calculé les masses de ZnCl₂ et de NaOH nécessaires.

+ Calcul de la masse de ZnCl₂ :



$$M_{\text{ZnCl}_2} = 136,4 \text{ g/mol}$$

$$M_{\text{ZnO}} = 81,4 \text{ g/mol}$$

$$\Rightarrow \boxed{m_{\text{ZnCl}_2} = 67,02 \text{ g}}$$

+ Calcul de la masse de NaOH :



$$M_{\text{ZnCl}_2} = 136,4 \text{ g/mol}$$

$$M_{\text{NaOH}} = 2 \times 40 \text{ g/mol}$$

$$\Rightarrow \boxed{m_{\text{NaOH}} = 39,30 \text{ g}}$$

a.1- Préparation de la solution de chlorure de Zinc

- Peser une masse de 67,02g de poudre de ZnCl₂ séchée au préalable.
- Verser la poudre dans un bécher.

- Ajouter un peu d'eau distillée pour le dissoudre (dégagement de chaleur donc la réaction est exothermique).
 - Verser la solution dans une fiole de 250ml.
 - Ajouter de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge.
- La solution obtenue est de concentration 1,96M.

a.2- Préparation de la solution de l'hydroxyde de Sodium

- Peser 39,30g des cristaux de NaOH.
 - Verser les cristaux dans un bécher.
 - Ajouter l'eau distillée pour les dissoudre (réaction exothermique).
 - Verser la solution dans une fiole de 250ml.
 - Ajouter de l'eau distillé jusqu'à trait jauge.
- La concentration de la solution obtenue est 3,92M.

b-Préparation des solutions filles

Par dilution des solutions mères, 250ml de chaque solution à 0,5M ont été préparées en utilisant la loi de dilution

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

b.1- Préparation de la solution de Chlorure de Zinc 0,5M

Calcul du volume (V_1) à prélever de la solution mère de $ZnCl_2$

$$V_1(ZnCl_2) = \frac{C_2V_2}{C_1} = \frac{0,5 \times 250}{0,96}$$

$$\Rightarrow V_1 = 63,8ml$$

Avec :

V_1 : Volume prélevé de la solution mère de $ZnCl_2$.

V_2 : Volume prélevé de la solution fille $ZnCl_2$.

C_1 : Concentration de la solution mère.

C_2 : Concentration de la solution fille.

b.2- Préparation de la solution de l'hydroxyde de Sodium 0,5M

Calcul du volume (V_1) de la solution mère de NaOH

$$V_1(ZnCl_2) = \frac{C_2V_2}{C_1} = \frac{0,5 \times 250}{0,392}$$

$$\Rightarrow V_1 = 31.9\text{ml}$$

Avec :

V_1 : Volume prélevé de la solution mère de NaOH.

V_2 : Volume prélevé de la solution fille NaOH.

C_1 : Concentration de la solution mère.

C_2 : Concentration de la solution fille.

B. Matière végétale et extraction des huiles essentielles

B.1- Matière végétale

L'espèce *Myrtus Communis* a été récoltée dans le village Cheurfa n'Bahloul dans la commune d'AZAZGA de la wilaya de TIZI-OUZOU durant le mois de juin 2021.

Les feuilles du myrte ont été lavées à l'eau du robinet puis séchées dans un endroit sombre, sec et aéré pendant environ 6 à 10 jours (figure II.5).



Figure II.5 : Lavage, rinçage et séchage des feuilles de myrte

B.2-Extraction des huiles essentielles

Après séchage de la matière végétale, les feuilles de cette dernière ont été broyées afin de réaliser l'extraction de leurs huiles essentielles par la méthode d'hydro-distillation à l'aide d'un appareil type Clevenger.

Cent cinquante grammes (150g) de la matière végétale sèche avec 1,5L d'eau distillée ont été placés dans un ballon de 2L, l'ensemble a été porté à ébullition pendant 2h30 (figure II.6) ; le chauffage permet l'éclatement des glandes contenant l'huile essentielle dans la structure végétale et la libération des molécules volatiles. Les Des vapeurs hétérogènes condensées sur la surface froide conduisent à une phase organique (huile essentielle), celle ci a été séparée de l'hydrolat par décantation puis récupérée dans des épindorfs et conservée à une température de $4 \pm 1^\circ \text{C}$ dans l'obscurité.



Figure II.6 : Extraction des huiles essentielles de myrte à l'aide d'un appareil type Clevenger.

C. Formulation de la pommade

Dans le but de mettre au point notre pommade nous avons procédé au protocole suivant pour la formulation ;

C.1- Protocole expérimental pour la formulation de la pommade

À l'aide d'un mortier en porcelaine, 10g de la poudre de ZnO ont été broyés jusqu'à avoir une poudre très fine. On dépose la poudre obtenue dans un creuset déposé sur un bain-marie à 40°C. On ajoute par petites quantités, en triturant 10g de l'huile de vaseline. Dans un second temps on ajoute en triturant, par petites quantités, 80g de vaseline. On mélange jusqu'à obtenir une pâte homogène, laisser refroidir. En dernier lieu on ajoute en triturant ,1g d'huile essentielle de myrte pour produire la pommade.



Figure II.7 : Formulation de la pommade

II.2- Méthodes de caractérisation

II.2.1- Analyse microscopique par microscope optique

Le microscope optique permet de visionner la morphologie de notre poudre.



Figure II.8 : Microscope optique utilisé.

II.2.2- Diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X sur poudre est une technique particulièrement adaptée à l'étude des matériaux cristallins. Le principe consiste à envoyer sur un échantillon pulvérulent un faisceau de rayons X et le rayonnement réfléchi, par les plans du réseau de Bragg à différents angles, est envoyé sur un détecteur. Ce dernier envoie le signal détecté vers un ordinateur qui donne les angles θ de diffraction des plans (hkl) et l'intensité des raies de diffraction. Le logiciel donne également les distances (d) entre les plans de Bragg de la maille, la composition chimique et le système cristallin du matériau analysé.

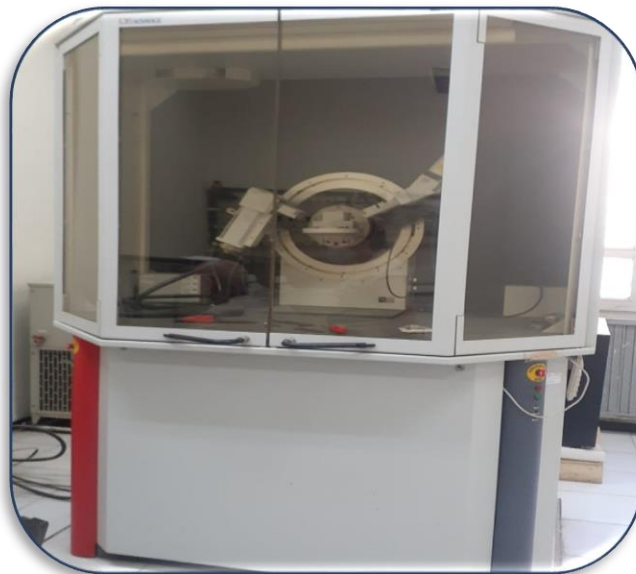


Figure II.9 : Diffractomètre

II.2.3- Propriétés optiques à U.V Visible

Le spectrophotomètre est constitué d'une lampe comme source lumineuse, d'un monochromateur et d'un détecteur. Il est équipé d'un double faisceau qui permet de soustraire l'influence du substrat et d'acquérir le spectre de transmission de la seule couche étudiée [36].

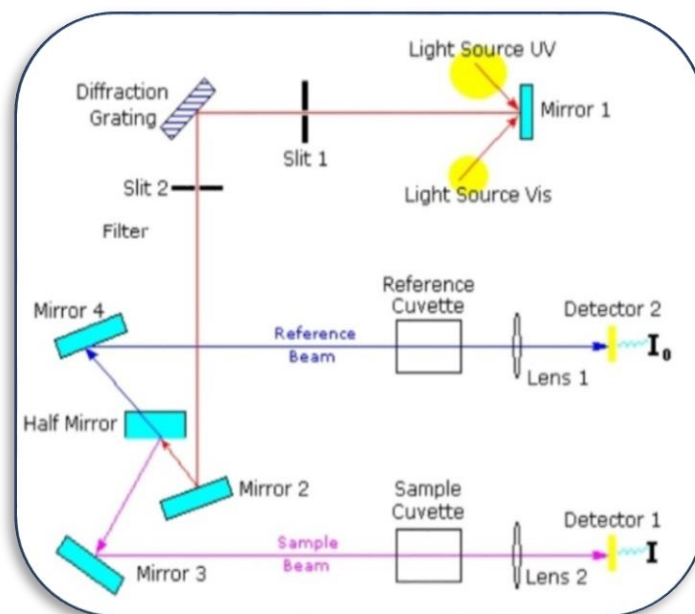


Figure II.10 : Le principe de fonctionnement de l'appareil de l'UV.

II.2.4- Spectroscopie infrarouge

La spectroscopie infrarouge permet de déterminer la nature des liaisons chimiques présentes dans une molécule et d'identifier les groupements moléculaires.

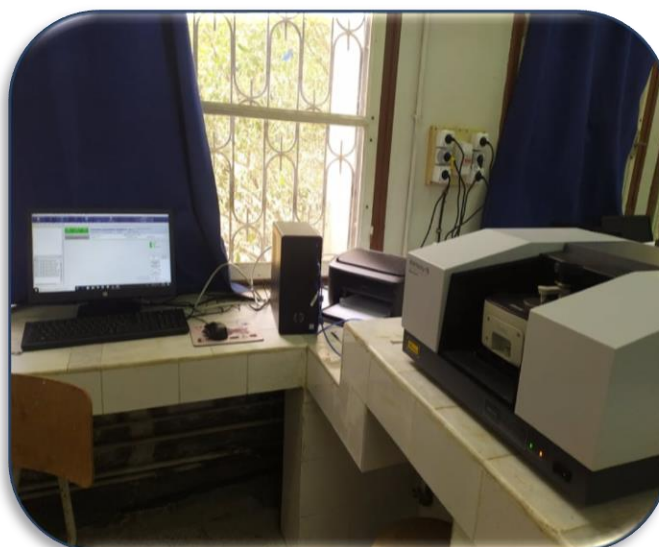


Figure II.11 : Appareil infrarouge utilisé

II.2.5- Mesure de densité

La densité d'un corps est le rapport entre sa masse volumique et la masse volumique d'un corps pris comme référence (eau) dans des conditions de pression et de température préalablement définies.

a. Mesure de la densité d'une poudre.

La densité d'une poudre est donnée par la relation :

$$d = m/v \text{ (g/cm}^3\text{)}.$$

m = masse de la poudre.

v = volume de la poudre

La masse d'une poudre est mesurée à l'aide d'une balance analytique.

Le volume d'une poudre est déterminé par *déplacement d'un volume d'eau* dans un pycnomètre. Le protocole suivant permet sa détermination :

On pèse la poudre et on obtient la masse m_1 = masse de la poudre

On pèse le pycnomètre vide on obtient la masse $m_2 = m_{\text{pyc}}$.

-On remplit d'eau le pycnomètre jusqu'au trait de jauge. On pèse l'ensemble ce qui nous donne $m_3 = m_2 + m_{\text{eau}}$ d'où on tire la masse de l'eau $m_{\text{eau}} = m_3 - m_2$; $m_{\text{eau}} = V_{\text{eau}} = V_1$

Car $d_{\text{eau}} = 1$

$V_1 = m_3 - m_2 \equiv$ Volume d'eau que contient le pycnomètre.

-On introduit la poudre de masse m_1 dans le pycnomètre rempli d'eau jusqu'au trait de jauge. Une telle opération déplace un volume d'eau équivalent au volume d'eau. L'excès d'eau va déborder. On ajuste le volume d'eau dans le pycnomètre jusqu'au trait de jauge. Le volume d'eau V' restant dans le pycnomètre est inférieur à V_1 . On pèse l'ensemble (pycnomètre + eau + poudre). On obtient $m_4 = m_2 + m'_{\text{eau}} + m_1$. D'où on tire

$$m'_{\text{eau}} = m_4 - m_2 - m_1. \quad m'_{\text{eau}} = V'_{\text{eau}} \quad \text{car } d_{\text{eau}} = 1. \quad V'_{\text{eau}} = m_4 - m_2 - m_1.$$

$V'_{\text{eau}} + V_{\text{poudre}} = V_1$ on en déduit que $V_{\text{poudre}} = V_1 - V'_{\text{eau}}$

or on a $V_1 = m_3 - m_2$ et $V'_{\text{eau}} = m_4 - m_2 - m_1$ $V_{\text{poudre}} = m_3 - m_2 - m_4 + m_2 + m_1$

$$V \text{ poudre} = m_3 - m_4 + m_1 \text{ d'où}$$

$$d_{\text{poudre}} = m_1 / m_3 - m_4 + m_1$$

✚ La densité de l'huile essentielle est donnée suivant cette loi :

$$d_{20}^{20} = \frac{M_2 - M_0}{M_1 - M_0}$$

En raison de la petite quantité de l'huile essentielle qu'on a obtenue, nous avons réalisé le test de densité dans des épindorfs de 1,5ml.

Avec :

M₀: Masse du pycnomètre (g).

M₁: Masse du pycnomètre rempli d'eau (g).

M₂: Masse du pycnomètre rempli de l'huile essentielle (g).

II.2.6- Activité anti microbienne

L'activité antibactérienne a été réalisée au niveau du laboratoire de microbiologie de centre Hospitalo-universitaire de Tizi Ouzou.

Dans notre travail, nous nous sommes intéressés à la méthode de diffusion sur disques pour l'huile essentielle et la méthode de diffusion par puits pour la poudre de ZnO.

La méthode de diffusion sur disques consiste à mesurer in vitro l'effet antibactérien de l'huile essentielle tandis que la méthode de diffusion par puits a été utilisée pour évaluer l'activité antibactérienne des poudres de ZnO synthétisées. Elles sont équivalentes à un antibiogramme ; dans ce cas l'antibiotique est remplacé par l'huile essentielle de myrte et la poudre de ZnO, ces méthodes fournissent des résultats préliminaires sur la sensibilité des souches et les activités antibactériennes, grâce aux diamètres des zones d'inhibition apparaissant autour des disques et des puits mesurés en millimètres.

La sensibilité de l'huile essentielle et de la poudre de ZnO a été classée par le diamètre des halos d'inhibition [37].

- Non sensible (-) pour des diamètres inférieur ou égale à 8mm.
- Sensible (+) pour des diamètres de 9 à 14mm.
- Très sensibles (++) pour des diamètres de 15 à 19mm.
- Extrêmement sensible (+++) pour des diamètres supérieur à 20mm.

Les deux souches bactériennes (*Staphylococcus aureus*, *Escherichia Coli*) sont repiquées par la méthode des stries sur gélose Mueller Hinton, puis incubées à l'étuve à 37°C pendant 24 heures. A partir de ces cultures jeunes, des colonies pures sont isolées pour préparer

l'inoculum bactérien. Chaque colonie est mise en suspension dans 2,5ml d'eau physiologique stérile.

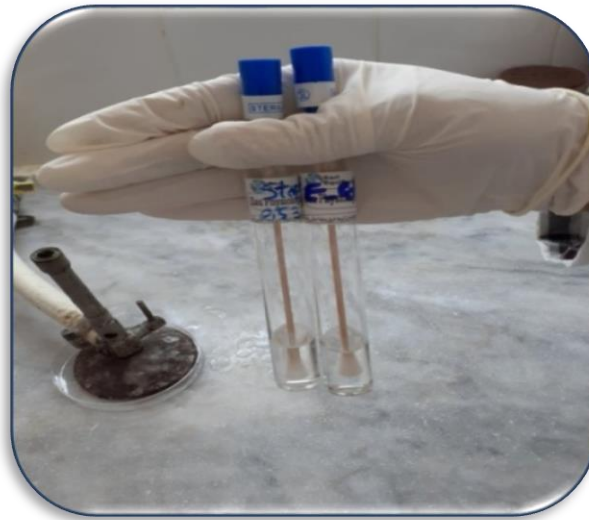


Figure II.12 : préparation de la suspension bactérienne

L'ensemencement de l'inoculum est réalisé par écouvillonnage, en effectuant des stries serrées sur la gélose ; cette opération est répétée 3 fois en tournant la boîte de 60°.



Figure II.13 : écouvillonnage de la boîte à gélose

Les disques stériles de papier Wattman de 6mm de diamètre sont déposés directement sur le milieu gélose puis 10 μ L de l'HE sont déposées.

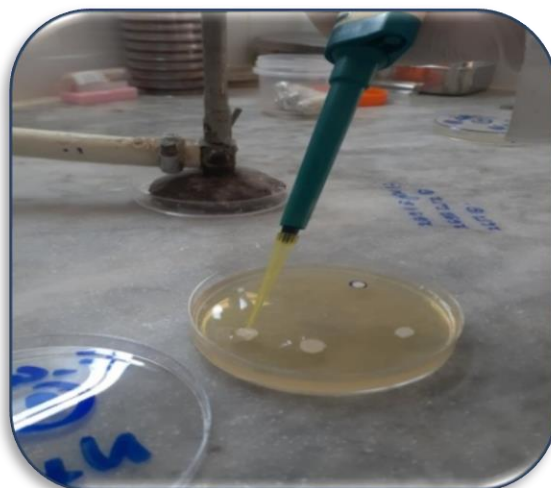


Figure II.14 : dépôt de l'huile essentielle sur les disques

Des puits d'environ 10 mm ont été forés à l'aide d'une pipette pasteur puis la poudre de Zinc est directement déposée.

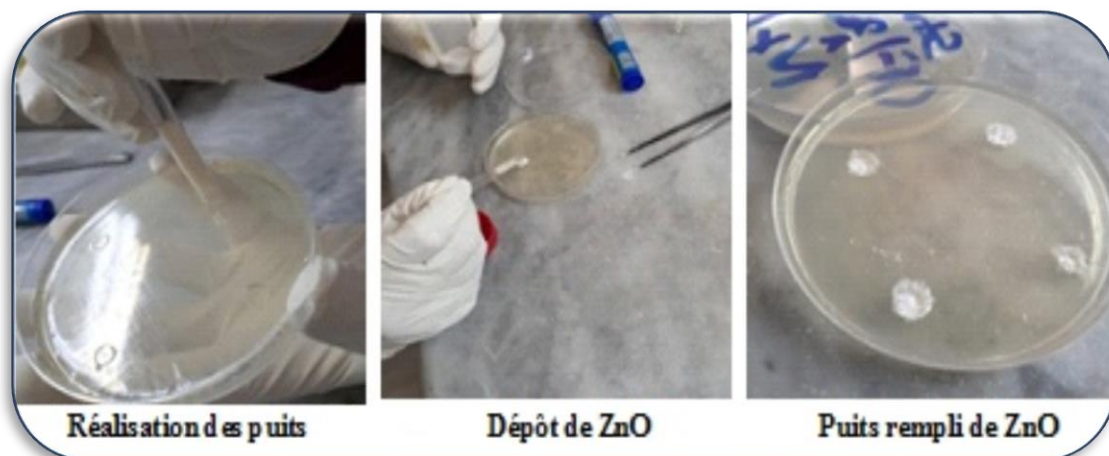


Figure II.15 : Réalisation des puits sur gélose et dépôt de ZnO

Après incubation à 37°C durant 24 heures, les diamètres clairs d'inhibition autour des disques et des puits sont mesurés.

II.2.7- Indices chimiques et physiques

a. Indice chimiques

a.1-Indice d'acides

C'est la masse de KOH exprimée en milligrammes, nécessaire pour la neutralisation des acides libres présents dans 1g de substance. En versant successivement dans un Erlenmeyer 20ml d'éthanol à 95%, 0,5g d'huile essentielle, 2gouttes de phénolphaléine puis titrer le mélange avec une solution alcoolique de KOH à 0,01 N.

L'indice d'acide est calculé selon la formule suivante :

$$IA = \frac{56,1 \times V \times N}{m}$$

Avec :

V : Volume de KOH utilisé pour le titrage (ml)

N : Normalité de la solution de KOH

m : masse de la prise d'essai (g)

a.2-Indice d'ester

C'est le nombre qui exprime en mg la quantité d'hydroxyde de potassium nécessaire à la saponification des esters présent dans 1g de substance : Introduire dans un ballon 0,25g d'huile, 2,55ml de KOH à 0,5N, quelques pierre ponce afin d'homogénéiser l'ébullition durant le chauffage, adapter le réfrigérant à reflux au ballon sur un bain d'eau bouillante pendant 1h. Remplacer le chauffe ballon par un cristalliseur rempli de glace, couper la circulation d'eau dans le réfrigérant une fois le ballon refroidi, retirer le ballon et le placer sur un agitateur magnétique et ajouter 2,5ml d'eau et quelques gouttes de phénolphtaléine puis titrer le mélange réactionnel avec HCl à 0,5N (des essais à blanc dans les mêmes conditions sont toujours nécessaires).

L'indice d'ester est calculé par :

$$IE = \frac{28,05(V_0 - V)}{m}$$

Avec :

V₀ : Volume de la solution HCl pour l'essai à blanc (ml).

V : Volume de la solution HCl utilisé pour l'essai de l'huile essentielle (ml).

m : masse de l'huile essentielle (g).

a.3-Indice de saponification

C'est le nombre qui exprime en milligrammes la quantité d'hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation des acides libres et à la saponification des esters présents dans 1g de substance.

$$IS=IE+IA$$

b. Indices physique

b.1-indice de réfraction

Les indices de réfraction des huiles essentielle sont mesurés avec un réfractomètre. Cet appareil est basé sur le principe de la déviation angulaire provoquée par la réfraction de la lumière.

Cet indice est le rapport entre le sinus des angles d'incidence de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée, passant de l'air à l'HE maintenant à une température constante.



Figure II.16 : Réfractomètre

b.2- Pouvoir rotatoire

Un tube de 250mm de longueur à été rempli d'eau distillée, celui-ci est placé dans le polarimètre afin d'étalonner l'appareil. Une fois le tube vidé, il est nettoyé avec de l'éthanol, séché pour ensuite y mettre l'huile essentielle de façon que le tube soit plein. Le tout est placé de nouveau dans le polarimètre afin de le confronter à la lumière polarisée durant 10 à 15min.



Figure II.17 : polarimètre utilisé

Le pouvoir rotatoire est donné par la relation suivante :

$$\alpha_D = \frac{A}{L} \times 100$$

Avec :

α_D : Pouvoir rotatoire

A : angle de rotation (en degré ou milliardième)

L : longueur du tube utilisé (mm)

b.3- Potentiel pH

Le pH mesure l'activité chimique des ions hydrogènes (H⁺) en solution. Plus couramment, il mesure l'acidité ou la basicité d'une solution, permettant ainsi de savoir si une solution est acide, basique ou neutre.

✚ Le pH de l'huile essentielle de Myrte est mesuré suivant ce protocole

En mettant quelques gouttes de notre huile essentielle sur un papier PH. Un changement de couleur a été remarqué puis une comparaison a été faite avec une gamme de couleurs variant selon PH.

✚ Le pH de notre pommade est mesuré suivant ce procédé :

Diluer 1g de la pommade formulée dans 10 ml d'eau distillée chaude puis faire la mesure à l'aide d'un pH mètre [38].

II.2.8- Analyses phytochimiques

Deux extraits de feuilles de myrte ont été obtenus par deux méthodes (infusion et macération). Six tests phytochimiques ont été réalisés sur les extraits (les cinq premiers sur l'extrait obtenu par infusion et le sixième sur celui obtenu par macération).



Verser 100ml d'eau distillée dans 10g de feuilles de myrte sèches et réaliser laisser 30 à 60 min puis réaliser la filtration.

Laisser 20g de feuilles de myrte sèches dans 150ml d'eau distillée pendant 24h puis réaliser la filtration.

Figure II.18 : préparation des extraits des feuilles

II.2.8.1-Criblage des flavonoïdes

Les flavonoïdes sont des molécules très répandues dans le règne végétal. Ils font partie de la classe des poly phénols et des principaux métabolites secondaires des plantes :

Elles sont obtenues en mélangeant 5ml d'extrait obtenu par infusion à 4ml d'éthanol et 1ml d'HCl avec quelques grammes de Mg dans un tube à essai. On observe la coloration.

II.2.8.2-Criblage des tanins

Les tanins sont des poly phénols que l'on trouve dans de nombreux végétaux tels que les écorces d'arbre et les fruits :

On les obtient par un mélange d'1ml d'extrait à 1ml d'eau avec quelques gouttes de FeCl₃ dans un tube à essai. On observe la coloration.

II.2.8.3-Cribrages des saponosides

Introduire 10 ml d'extrait dans un tube à essai, bien les agiter pendant 15secondes puis laisser reposer pendant 15min. On observe la hauteur de la mousse.

II.2.8.4-Criblage des stérols

Mélanger 5ml de d'extrait avec quelques gouttes d'anhydride acétique et d'une goutte de H₂SO₄. On observe une coloration.

II.2.8.5-Cribrages des terpénoïdes

Dans un tube à essai, mélanger 5ml d'extrait à 2ml de chloroforme avec 3ml de H₂SO₄. On observe deux phases colorées.

II.2.8.6-Criblage des alcaloïdes

Mélanger dans un tube à essai 10ml du macéra avec quelques gouttes de réactif de Mayer

Dans un autre tube à essai mettre 10ml du macéra avec quelques gouttes de réactif de Wagner.

On observe un précipité.

Chapitre III :

Résultats et discussion



Résultats et discussion

Ce chapitre sera consacré pour les résultats obtenus ainsi que leurs interprétations.

III.1- L'oxyde de Zinc

III.1.1- Analyse macroscopique

On remarque les mêmes caractéristiques pour les deux méthodes de synthèse utilisées.

Couleur : blanche.

Odeur : sans odeur.

Aspect : poudre fine.

III.1.2- Rendement

Le calcul du rendement a été effectué en utilisant cette équation :

$$R\% = \frac{m_{\text{exp}}}{m_{\text{théo}}} \times 100$$

Tableau III.1 : Rendement des échantillons synthétisés

Echantillon / Masse	Théorique (g)	Expérimentale (g)	Rendement (%)
A	39,87	29,9212	75,04
B	39,87	29,7689	74,66

Les rendements des deux échantillons sont du même ordre de grandeurs aux erreurs expérimentales près.

III.1.3- Analyse microscopique

La répartition des particules des deux échantillons est non homogène et une différence de taille et de forme des particules ont été observées par microscopie optique.

III.1.4- Mesure de densité

Les densités des échantillons de ZnO sont données dans le tableau III.2.

Tableau III.2 : Mesures de densité des échantillons poudres

Echantillon / Densité	Théorique	Expérimentale	$\Delta d/d(\%)$
A	5,8	4,85	16,4
B	5,8	5	13,8

L'erreur relative est importante.

III.1.5- U.V Visible

Les spectres UV-visible d'absorption en fonction de la longueur d'onde des échantillons sont donnés dans la figure III.1.

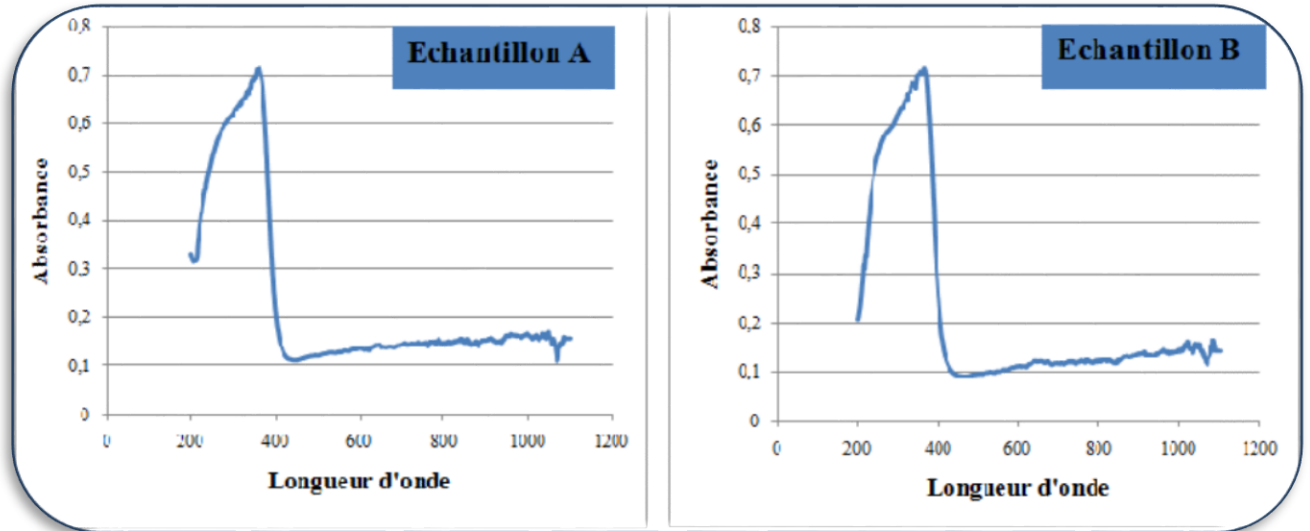


Figure III.1 : Spectres UV-Visible des poudres de ZnO.

Les spectres montrent que les échantillons A et B absorbent dans le même domaine que celui rapporté par la littérature (200-350nm) et que l'intensité des pics d'absorbance est la même.

III.1.6- La spectroscopie infrarouge

Les résultats d'analyse IR sont donnés sur la figure III.2

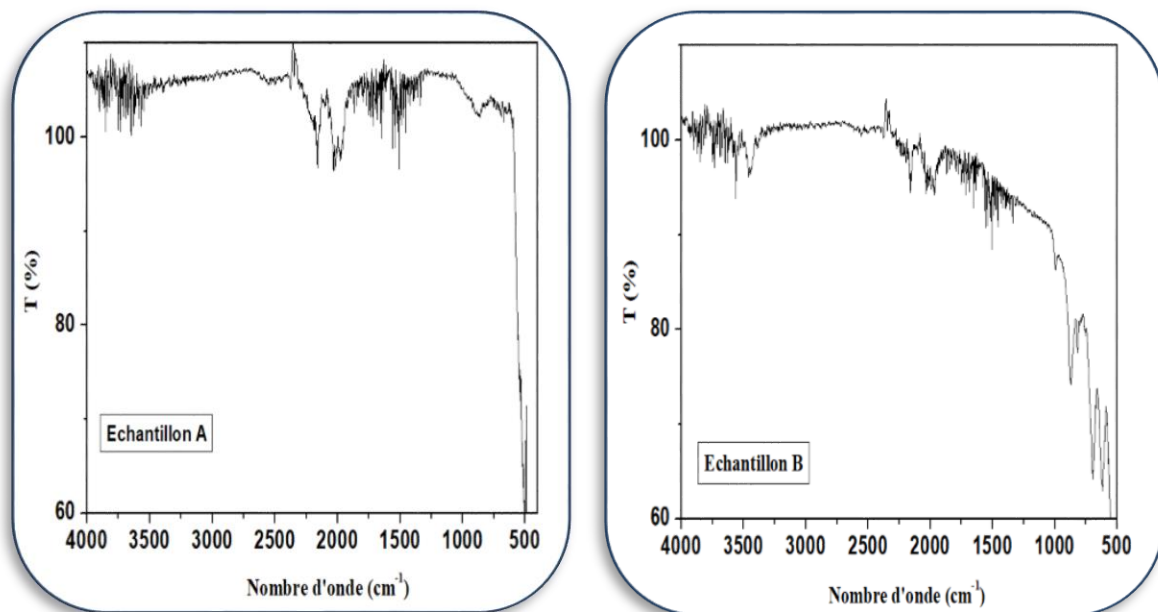


Figure III.2 : Spectres infrarouge des poudres de l'oxyde de zinc.

Les résultats d'interprétation des spectres IR sont illustrés dans le tableau III.3.

Tableau III.3 : les principaux groupements des poudres de ZnO

Echantillon	Bande cm^{-1}	Intensité	Attribution
A	500 cm^{-1}	Intense	Liaison Zn-O
	700 cm^{-1}	Faible	Liaison Zn-O
	$(1300-1400) \text{ cm}^{-1}$	Faible	déf. O-H
	$(3500-4000) \text{ cm}^{-1}$	Faible	al. O-H
B	$(500-600) \text{ cm}^{-1}$	Large et intense	Liaison Zn-O
	700 cm^{-1}	Moyenne	Liaison Zn-O
	$(1300-1400) \text{ cm}^{-1}$	Moyenne	déf. O-H
	$(3500-4000) \text{ cm}^{-1}$	Faible	al. O-H

La liaison Zn-O est dans l'intervalle de $400 - 700 \text{ cm}^{-1}$ [39] cela signifie que les pics 500 cm^{-1} et 700 cm^{-1} représentent clairement la liaison Zn-O. les pics entre $1300-1400 \text{ cm}^{-1}$ sont attribués à la vibration de déformation de la liaison O-H. La liaison localisée à l'intervalle $3500-4000 \text{ cm}^{-1}$ est attribué à la liaison O-H relative à la présence de l'eau libre, cette liaison est le résultat des conditions expérimentales. Les deux spectres IR caractérisent ZnO obtenu par la méthode de précipitation.

III.1.7- La diffraction des rayons X (DRX)

Les diffractogrammes des échantillons sont présentés dans la figure ci-dessous :

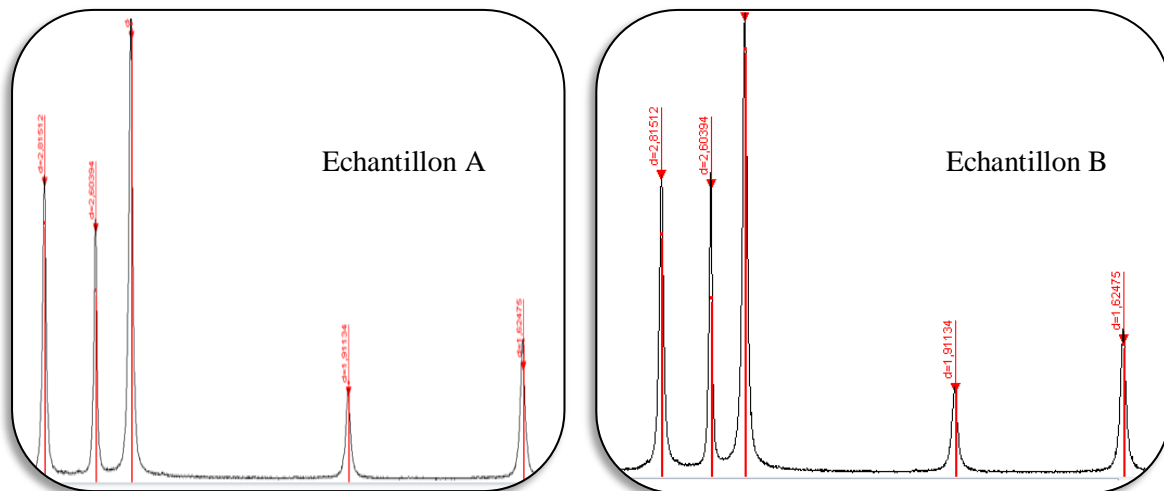






Figure III.3 : Diffractogrammes des poudres de ZnO

Les deux diffractogrammes sont identiques, constitués de cinq pics importants, où le plus intense correspond à la distance $d_{hkl}=2,47608$. Les quatre autres raies correspondent bien aux distances inter-réticulaires appartenant à l'oxyde de zinc. (cf fiche JCPDS en annexe).

III.1.8- Activité antibactérienne

Les résultats des antibiogrammes de notre poudre de ZnO sont regroupés dans les tableaux suivants.

Tableau III.4 : Résultats des antibiogrammes des échantillons de ZnO

Souche bactérienne	Echantillon A	Echantillon B
	Diamètre d'inhibition en mm	
<i>Staphylococcus aureus</i>	 <p>28mm</p>	 <p>23mm</p>
<i>Escherichia Coli</i>	 <p>24mm</p>	 <p>23mm</p>

La *Staphylococcus aureus* est extrêmement sensible à la poudre de ZnO avec une zone d'inhibition de 28mm pour l'échantillon A et de 23mm pour l'échantillon B.

L'*Escherichia coli* a montré une bonne sensibilité par rapport à la poudre de l'oxyde de zinc avec une zone d'inhibition de 24mm pour l'échantillon A et 23mm pour l'échantillon B.

III.2-L'huile essentielle de Myrte commun

III.2.1-Le rendement d'extraction

Le rendement d'extraction de l'huile essentielle du Myrte Commun est de 0,32%.

Avec :

$PHE = 0.49g$ (*Poids de l'huile essentielle*)

$PMVS = 150g$ (*Poids de la matière végétal séchée*)

Ce rendement est très faible ce qui est probablement dû à la région d'origine de la plante, la période de la récolte ainsi qu'aux conditions de l'extraction.

III.2.2-Les indices chimiques

a. Indice d'acide

L'indice d'acide de notre huile essentielle est de 0,8976.

Avec :

$V = 0,8ml$ de KOH.

$N = 0,01N$ (*Normalité de KOH*).

$m = 0,5g$. (*masse de l'huile essentielle*).

En réalité, une huile essentielle fraîche contient très peu d'acides libres. Selon ISO 709:2001, l'indice d'acide doit être pris dans l'intervalle 0,5 - 2.

Notre résultat est inférieur à 2 ce qui traduit la bonne conservation de l'huile essentielle.

b. Indice d'ester

La valeur d'indice d'ester de l'huile essentielle du Myrte Commun est de 44,88.

Avec :

$V_0 = 2,3ml$ (*Volume de HCl pour l'essai à blanc*).

$V_1 = 1,9ml$ (*Volume de HCl pour l'essai de l'huile*).

$m = 0,25g$ (*masse de l'huile essentielle*).

c. Indice de saponification

L'indice de saponification est la somme des indices d'acide et d'ester, sa valeur est de 45,77.

III.2.3-Indices physiques

a. Densité relative

La densité de notre huile essentielle est de 0,8741, ce qui indique que cette huile est vierge selon les valeurs de densité données par la pharmacopée française comprise entre 0,873-0,920.

b. Indice de réfraction

La valeur d'indice de réfraction de notre huile essentielle donnée par le réfractomètre est de 1,47.

Cette valeur comprise entre 1,460-1,472 (Pharmacopée française), indique que notre huile est relativement pure.

c. Pouvoir rotatoire

La valeur de l'angle de rotation optique de notre huile essentielle est de $+30,48^\circ$, elle est comprise entre $+15^\circ$ et $+45^\circ$ (selon la Pharmacopée française).

Avec :

$A = 76,2^\circ$ (Angle de rotation lu).

$L = 250\text{cm}$ (Longueur du tube du polarimètre).

d. Potentiel Hydrogène

Le pH de l'huile essentielle du Myrte Communis, obtenu sur le papier pH est de 5. C'est une valeur comprise dans l'intervalle de pH caractéristique des huiles essentielles (4 - 6).

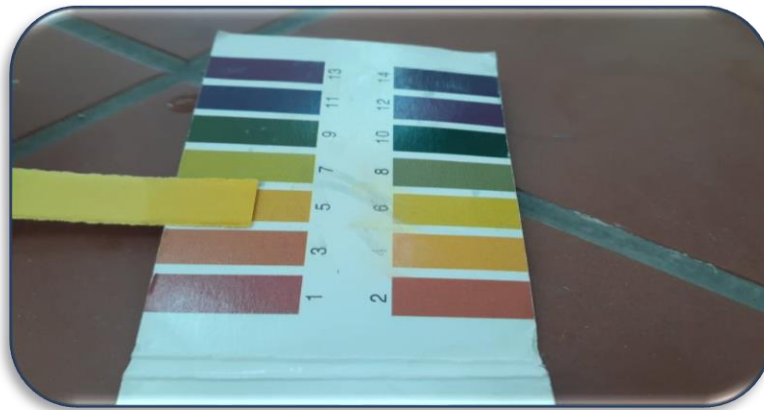
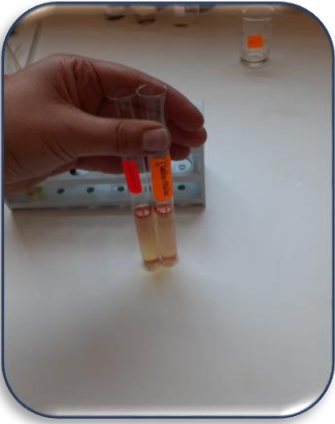


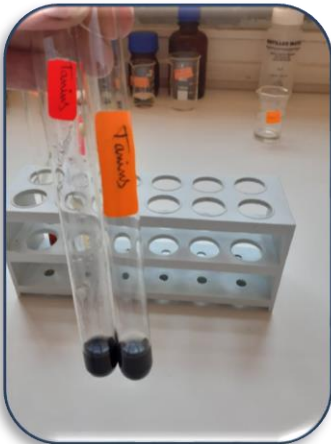


Figure III.4 : Test pH



III.2.4-Tests phytochimiques

Les résultats des tests de notre huile essentielle sont illustrés dans le tableau III.5.

Tableau III.5 : résultats et interprétation des tests phytochimiques

Test phytochimique	Photo du résultat	Interprétation du résultat
Les flavonoïdes		Coloration marron clair en présence des flavonoïdes. ++

<p>Les tanins</p>		<p>Coloration vert bleu en présence des tanins.</p> <p>+++</p>
<p>Les saponosides</p>		<p>Si la hauteur de la mousse formée est supérieure à 1cm donc y'a présence des saponosides.</p> <p>---</p>
<p>Les stérols</p>		<p>Coloration mauve violette en présence des stérols.</p> <p>---</p>

<p>Les terpénoides</p>		<p>Formation de deux phases et une couleur marron à l'interface en présence des terpénoides.</p> <p>+++</p>
<p>Les alcaloïdes</p>		<p>Formation d'un précipité en présence des alcaloïdes pour le réactif de Mayer.</p> <p>Formation d'un précipité rouge en présence des alcaloïdes pour le réactif de Wagner.</p> <p>---</p>

Avec:

+++ : Extrêmement présent.

---- : Pas présent.

Les travaux antérieurs sur les tests phytochimiques ont montré que le myrte commun de la région d'Azazga est riche en divers métabolites secondaires. Ceci explique l'intérêt et l'attention particuliers portés par les chercheurs à travers les études scientifiques sur cette plante. La présence de ces métabolites secondaires au niveau du myrte commun étudié explique son fort pouvoir thérapeutique. Par conséquent, ces résultats expliqueraient la large utilisation de cette plante dans la médecine traditionnelle par la population locale.

III.2.5-Spectroscopie infrarouge

La figure III.5 Présente les spectres de l'analyse infrarouge de notre huile essentielle et leurs interprétations sont données dans le tableau III.6

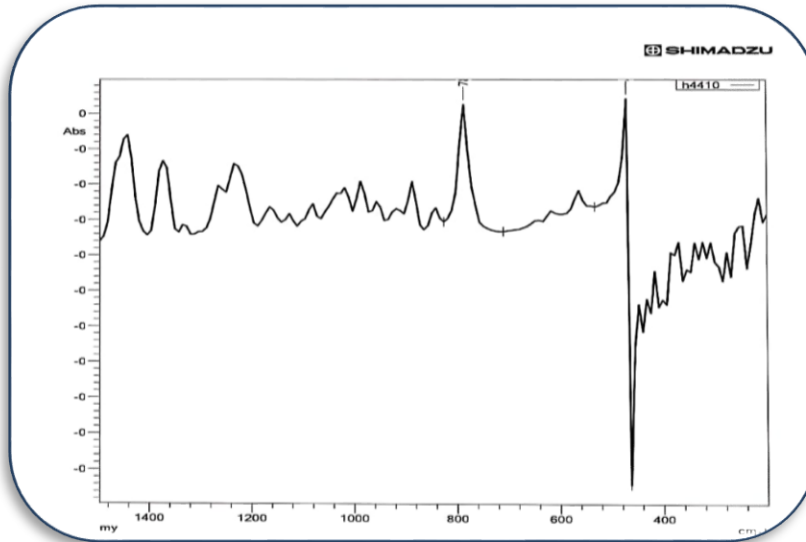


Figure III.5 : spectre infrarouge de l’huile essentielle de myrte.


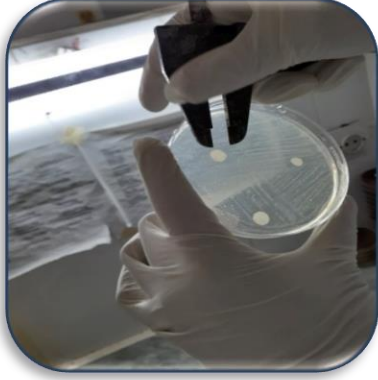
Tableau III.6: les principaux groupements de notre huile essentielle

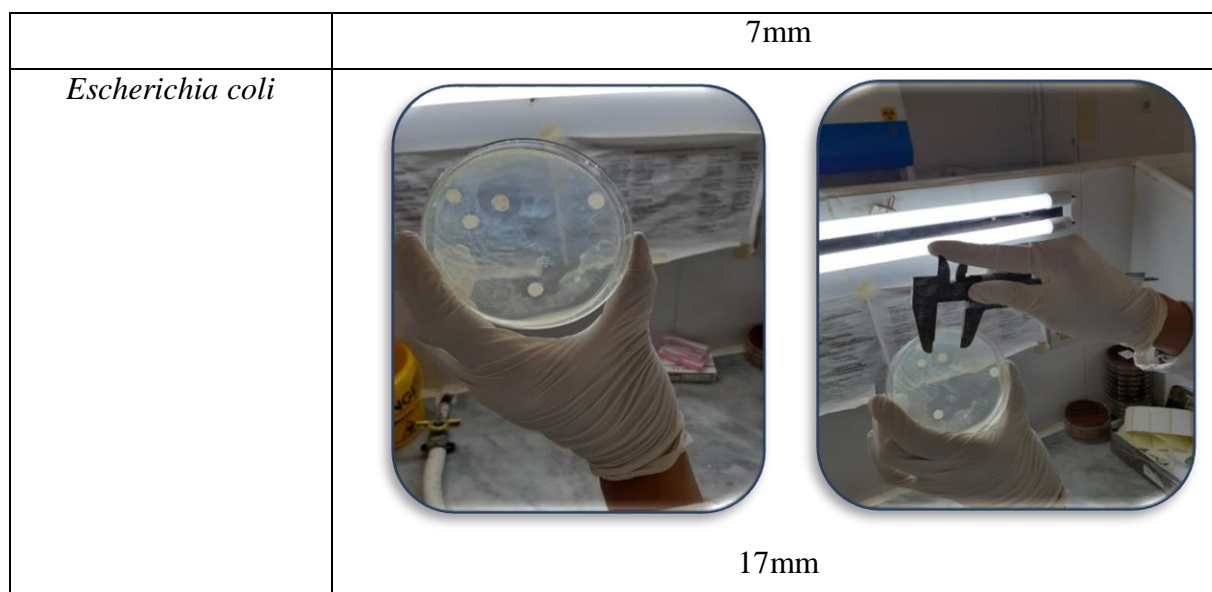
Huile essentielle	Domaine spectral cm^{-1}	Intensité	Attribution
Huile de myrte commun	400-600	Forte	Allongement C-I
	800-1300	Faible	Allongement C-C
	1280-1380	Moyenne	Déformation O-H dans le plan
	1400-1480	Moyenne	Déformation C-CH ₂ et C-CH ₃

III.2.6-Activité antibactérienne

Les résultats des antibiogrammes de notre huile essentielle sont regroupés dans le tableau suivant.

Tableau III.7 : Résultats des antibiogrammes de notre huile essentielle.

Souches bactériennes	Huile essentielle de myrte commun	
	Diamètre d’inhibition en mm	
<i>Staphylococcus aureus</i>		



La *Staphylococcus aureus* n'a montré aucune sensibilité par rapport à l'huile essentielle de myrte commun.

L'*Escherichia coli* a montré une bonne sensibilité par rapport à l'huile essentielle de myrte commun avec une zone d'inhibition de 17mm.

III.3-La pommade préparée

III.3.1- Analyse organoleptiques

- ✓ Aspect : consistante
- ✓ Couleur : blanche
- ✓ Odeur : odeur de l'huile essentielle du Myrthe Commun

III.3.2- Essai d'homogénéité

- ✓ Examen macroscopique

Apparition des agrégats sur la surface et cela est dû à la trituration manuelle

- ✓ Examen microscopique

Une répartition non homogène de la pommade et les particules sont rassemblées sous forme de petits agrégats dus à une préparation manuelle du mélange de nos constituants.

III.3.3- Mesure du pH

La valeur du pH de notre pommade est 5,23. Cette valeur est légèrement au dessus de la limite supérieure du pH recommandé pour les pommades dermiques (4,2 - 5).



Figure III.6 : Mesure du pH de la pommade

III.3.4- Test de tolérabilité cutanée

Nous avons appliqué notre pommade sur deux volontaires et aucune irritation n'est apparue.

Le résultat est représenté dans la figure III.7.



Figure III.7 : Application de la pommade sur peau saine.

Nous avons appliqué notre pommade sur une volontaire ayant un problème de peau (plaie). Elle a été appliquée 1 fois par jour pendant 4 jours. Le résultat a été plutôt positif et représenté dans la figure III.8.



Figure III.8 : Application et résultats de la pommade sur une plaie.

Conclusion générale



Conclusion générale

Cette étude s'inscrit dans le cadre d'un mémoire de fin d'études, dont l'objectif est l'élaboration et la caractérisation d'une pommade à base d'oxyde de zinc synthétisé et de l'huile essentielle de Myrte commun de la région d'Azazga. Le choix s'est porté sur le Myrte commun afin de valoriser les plantes de la région.

Le travail que nous avons entrepris consiste :

- La synthèse de l'oxyde de zinc par la méthode de précipitation suivant deux chemins différents (A et B). Plusieurs tests de caractérisation ont été effectués sur ces poudres tels que : la densité, l'UV, l'IR, la DRX et l'activité antimicrobienne.
- L'extraction de l'huile essentielle des feuilles du Myrte commun par hydro-distillation à l'aide d'un appareil type Clevenger a donné un rendement de 0,32%. Plusieurs tests de caractérisation ont été réalisés dont l'activité anti microbienne, le criblage des métabolites secondaires et les indices physiques et chimiques.
- La formulation d'une pommade ainsi que sa caractérisation ont été réalisés. Des essais de la pommade élaborée sur deux peaux saines et une peau ayant des plaies légères ont été réalisés.

Les principaux résultats ont montré que :

- Les deux échantillons de poudre de ZnO (A et B) absorbent dans le même domaine UV-Visible de 200 à 350nm.
- Les deux bactéries (Staphylococcus aureus et Escherichia Coli) ont montré une bonne sensibilité aux deux échantillons de ZnO.
- Les tests phytochimiques ont confirmé la richesse de notre huile essentielle en divers métabolites secondaires et sa bonne conservation.
- L'Escherichia coli a montré une bonne sensibilité par rapport à l'huile essentielle contrairement à la staphylococcus aureus.
- La pommade formulée n'a causé aucune irritation cutanée.
- L'activité thérapeutique de la pommade a donné des résultats satisfaisants.

Pour conclure, l'huile essentielle de Myrtus Communis, peut être considérée comme un agent antimicrobien prometteur pour l'industrie pharmaceutique. Ce qui fait que le Myrte Commun est un patrimoine à préserver et à valoriser.

*Références
bibliographiques
Et annexe*



Références bibliographiques

- [1] AkbarJan F.,Wajidullah R., NaimatUllah S., Usman M. 2021. Exploring the environmental and potential therapeutic applications of Myrtus communis L. assisted synthesized zinc oxide (ZnO) and iron doped zinc oxide (Fe-ZnO) nanoparticles. Journal of Saudi Chemical Society, vol 25, 7, P 101278.
- [2] J.C.Dubus E., Bosdure M., David N., Stremmer L. 2010. Nanoparticles and health. Archives de Pédiatrie, vol 17, 6, P 600-601.
- [3] Marissa D., Newman MD., MiraStotland MD., Jeffrey I., EllisMD.2009. The safety of nanosized particles in titanium dioxide– and zinc oxide–based sunscreens. Journal of the American Academy of Dermatology, Vol 61, 4, P 685-692.
- [4] Laurenti M., Cauda V. 2017. ZnO Nanostructures for Tissue Engineering Applications. Nanomaterials. Vol 7, 11, P 374.
- [5] Yin YinChan Y., Ling P., Steven L., Woon C. 2021. Facile green synthesis of ZnO nanoparticles using natural-based materials: Properties, mechanism, surface modification and application. Journal of Environmental Chemical Engineering. vol9, 4, P 105417.
- [6] Wojnarowicz J., Tadeusz Chudoba T., Witold Lojkowski Wi. 2020. A Review of Microwave Synthesis of Zinc Oxide Nanomaterials: Reactants, Process Parameters and Morphologies. Nanomaterials MDPI, Vol10, 6, P 1086.
- [7] Bouakkaz N., Karrai Z. 2020. Activité antimicrobienne des nanopoudres (NPs) d'oxyde de zinc (ZnO) contre les germes des infections nosocomiales. Master. Université Larbi Ben M'Hidi Oum el Bouaghi.
- [8] Zhang Y., Tapas R N., Hao H., Cai W.2013. Biomedical Applications of Zinc Oxide Nanomaterials. HHS Public Access, P 1633–1645.
- [9] Omhane K. 2018. Etude des propriétés physico-chimique des nanopoudres de ZnO : Al synthétisée par le procédé sol gel. Master. Université Mohamed Boudiaf – M'sila.
- [10] Charline Vaudour. 2014. Les nanoparticules dans les produits cosmétiques : cas du TiO_2 et du ZnO . monographie de cosmétologie. Université de Québec à Chicoutimi.
- [11] Baraa Y., Hussein A., Mishaal M. 2021. Green synthesis of ZnO nanoparticles in grape extract: Their application as anti-cancer and anti-bacterial. Materials Today : Proceedings, vol 42, 3, P 18-26.

- [12] Jung D. 2010. Syntheses and characterizations of transition metal-doped ZnO. Solid State Sciences, Vol 12, 4, P 466-470.
- [13] Wirunchit S., Gansa P., Koetniyom W. 2021. Synthesis of ZnO nanoparticles by Ball-milling process for biological applications. materialstoday: proceeding.
- [14] Jinhuan J., Jiang P., Jiye.2018. The Advancing of Zinc Oxide Nanoparticles for Biomedical Applications. BIOINORGANIC CHEMISTRY AND APPLICATIONS. Vol 10. 1155. p 1062562.
- [15] <https://www.acclermont.fr/disciplines/fileadmin/user_upload/SciencesPhysiquesEtChimiques/prepa/mortier/chimie/materiaux/SmortierBlaisePascalPC_E_ph.pdf > [consulté le 30/09/2021].
- [16] Aisida S., Batool A., Khan F., Rahman L., Mahmood L., Ahmad I., Zhao T., Maaza M., Ezema F. 2020. Calcination induced PEG-Ni-ZnO nanorod composite and its biomedical applications. Materials Chemistry and Physics. Vol 255, P123603.
- [17] Singh S.C., Singh D.P., Tiwari R.S., Srivastava O.N. 2014. Metal oxide nanostructure, synthesis characterization and application. School of physical sciences California USA.
- [18] Dictionnaire des médicaments le vidal.
- [19] PIERRON Charle. 2014. Les huiles essentielles et leurs expérimentations dans les services hospitaliers de France : exemples d'applications en gériatriegérontologie et soins palliatifs.THESE.Universite de LORRAINE.
- [20] Lardry J-M.,Haberhorn V. 2007. L'aromathérapie et les huiles essentielles. Kinésithérapie, la Revue, vol7, 61, p14-17.
- [21] Diass K; Brahmi F ; Mokhtari O ; Abdellaoui S; Hammouti B. 2021. Biological and pharmaceutical properties of essential oils of Rosmarinus officinalis L. and Lavandula officinalis L. materials today proceedings, vol45, 8, p7767-7773.
- [22] Bousbia N. 2011. extraction des huiles essentielles riches en anti-oxydant à partir de produits naturels et de co-produit agroalimentaires.université d'Avignon, institut national agronomique (El Harach ,Algerie).
- [23] < <https://www.pierrefranchomme-lab.com/module/wtblog/post/41-1-extraits-co2-des-huiles-essentielles-plus-riches.html> > [consulter le 20/09/21].

- [24] Giacometti J; Kovačević DB; Putnik P; Gabrić D; Bilušić T; Krešić G; Stulić V; J.Barba F; Chemat F; Barbosa-Cánovas G; Jambrak AR. Extraction of bioactive compounds and essential oils from mediterranean herbs by conventional and green innovative techniques: A review. Food research international, Vol113, p 245-262.
- [25] Assessing the kinetic model of hydro-distillation and chemical composition of Aquilaria malaccensis leaves essential oil - Scientific Figure on ResearchGate. system_fig1_308574938 [consulté le 20/09/2021] <https://www.researchgate.net/figure/Hydro-distillation-Clevenger-apparatus-system_fig1_308574938>
- [26] Brahmi F; Mokhtari O; Legssyer B; Hamdani I; Asehraou A; Hasnaoui I; Rokni Y; Diass K; Oualdi I; Tahani A. 2021. Chemical and biological characterization of essential oils extracted from citrus fruits peels. Materials proceedings. Vol45, 8, p7794-7799.
- [27] Lardry J-M; Haberkorn V. 2007. Les huiles essentielles : principes d'utilisation. Kinésithérapie, la Revue, vol7, 61, p18-23.
- [28] Bouzabata A. 2017. Secrets de la pharmacopée : Le myrte commun. [Consulté le 16/09/2021]. <<https://www.scidev.net/afrique-sub-saharienne/analysis-blog/secrets-de-la-pharmacopée-le-myrte-commun/>>.
- [29] Aleksic V; Knezevic P. 2014. Antimicrobial and antioxidative activity of extracts and essential oils of Myrtus communis L. Microbiological Research, vol169, 4, p240-254.
- [30] Bouzabata A ; Cabral C; Gonçalves MJ; Cruz MT; Bighelli A; Cavaleiro C; Casanova J; Tomi F; Salgueiro L. 2015. Myrtus communis L. as source of a bioactive and safe essential oil. Food and Chemical Toxicology, vol15, p166-172.
- [31] jabri M-A; Rtibi K; Sakly M; Marzouki L; Sebai H. 2016. Role of gastrointestinal motility inhibition and antioxidant properties of myrtle berries (Myrtus communis L.) juice in diarrhea treatment. Biomedicine & Pharmacotherapy, vol84, p1937-1944.
- [32] Yangui I; Younsi F; Ghali W; Boussaid M; Messaoud C. 2021. Phytochemicals, antioxidant and anti-proliferative activities of Myrtus communis L. genotypes from Tunisia. South African Journal of Botany, vol137, p35-45.
- [33] Ozcan O; Ipekci H; Alev B; Ustundag UV; Ak E; Sen A; Alturfan EE; Sener G; Yarat A; Cetinel S; Akbay TT. 2019. Protective effect of Myrtle (Myrtus communis) on burn induced skin injury. Burns, vol45, 8, p1856-1863.
- [34] < <https://www.cnrtl.fr/definition/pommade> > [consulter le 21/09/21].
- [35] < <https://pharmacie.hug.ch/sites/pharmacie/files/ens/cours/pfpq/PPPQ08-P4.pdf> > [consulter le 21/09/21].

Références bibliographique

- [36] Basile YA; Théodore ED; Fernique KK; Noël ZG. 2019. Formulation Galénique d'une Pommade Antimicrobienne à Base d'un Extrait Hydroalcoolique de *Aspilia africana* (Pers.) C.D. Adams var. *africana*, une Plante de la Pharmacopée Africaine. *European Journal of Scientific Research*, vol153, p207-222.
- [37] Gherbi S; Dahmoun A. 2013. Elaboration et caractérisation des nanostructures d'oxyde de zinc par le procédé chimique (cbd). master. université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou faculté des sciences .
- [38] Attou A. 2017. Détermination de la composition chimique des huiles essentielles de quatre plantes aromatiques de l'ouest algérien étude de leurs activités antioxydant et antimicrobienne. Doctorat. Université Abou Bekr Belkaid Tlemcen.
- [39] Sonogo R; Konipo A; Magia A; Arama A; Bougoudogo D. 2016. Formulation d'une pomade dermique à base d'extrait de *Mitracaptus scaber* (zucc). *Pharma.méd*, p159-170.
- [40] Nazir Kayani Z; Iqbal M; Riaz S; Zia R; Nasseem S. 2015. Fabrication and properties of oxid film prepared by sol-gel dip coating method. *Materials Science-Poland*, vol33, 3, p515-520.

Annexe

Fiche ASTM de ZnO

2.81467	564	1	0	0	
2.60355	415	0	0	2	
2.47608	999	1	0	1	Strongest line.
1.91127	211	1	0	2	
1.62505	305	1	1	0	
1.47738	268	1	0	3	
1.40733	40	2	0	0	
1.37856	217	1	1	2	
1.35859	106	2	0	1	
1.30177	17	0	0	4	
1.23804	33	2	0	2	
1.18153	17	1	0	4	
1.09315	67	2	0	3	

fiche ASTM zno

Résumé

Le but de notre travail est l'élaboration et la caractérisation d'une pommade à base de l'oxyde de zinc et de l'huile essentielle du Myrtus Communis par la méthode de fusion. Pour cela nous avons opté à la synthèse de la poudre de l'oxyde de zinc par la méthode de co-précipitation en suivant deux chemins (goutte à goutte et instantané) et l'extraction de l'huile essentielle du Myrte Communis par la méthode d'hydrodistillation. Différentes méthodes de caractérisations ont été effectuées sur nos poudres et l'huile essentielle tel que l'analyse microscopique, l'UV, l'IR et l'activité anti microbienne, l'étude phytochimique et les indices physiques et chimiques ont été réalisés sur l'huile essentielle du Myrte et pour accomplir un test de tolérabilité cutané a été effectué sur notre pommade.

Les résultats expérimentaux obtenus confirment, la richesse de notre huile essentielle en métabolites secondaires et peut être considéré comme agent antimicrobienne prometteur dans l'industrie pharmaceutique.

Mots clés : pommade, oxyde de zinc, huile essentielle du Myrtus Communis, co-precipitation, hydrodistillation, fusion, caractérisation.

Abstract

The aim of our work is the elaboration and characterization of an ointment based on zinc oxide and essential oil of Myrtle Communis by the fusion method. For this we opted for the synthesis of zinc oxide powder by the method of co-precipitation following two paths (drop by drop and instantaneous) and the extraction of the essential oil of Myrtle Communis by the method of hydrodistillation. Different methods of characterization were carried out on our powders and essential oil such as microscopic analysis, UV, IR and anti microbial activity, phytochemical study and physical and chemical indices were carried out on the essential oil of Myrtle and to accomplish a skin tolerability test was carried out on our ointment.

The experimental results obtained confirm, the richness of our essential oil in secondary metabolites and can be considered as promising antimicrobial agent in the pharmaceutical industry.

Keywords : ointment, zinc oxide, essential oil of Myrtle Communis, co-precipitation, hydrodistillation, fusion, characterization.