

République Algérienne Démocratique Et Populaire
Ministère De l'Enseignement Supérieur Et de la Recherche Scientifique
Université M'HAMED BOUGARA –Boumerdès-



Faculté Des Sciences
Département De Biologie
Mémoire de fin d'études
En vue de l'obtention du diplôme de Master académique
En Science de la nature et de la vie
Option: Biochimie Appliquée
Thème

***Etude de pierre d'alun d'Algérie : En vue d'une
application pharmaceutique.***

Réalisé par :

M^{elle} : AYADI Fatiha

M^{elle} : RAHMANE Ouarda

Soutenu devant le jury composé de :

M^{me} FAZOUANE F.	Professeur	UMBB	Présidente
M^r HALET F.	Maître de Conférences B	UMBB	Examineur
M^{me} DIDOUCHE Y-F.	Maître de Conférences B	UMBB	Encadreur

Année Universitaire : 2016/2017

Dédicace

Avec l'aide de dieu le tout puissant qui m'a donné la volonté, la patience et m'a éclairé les chemins du savoir, j'ai pu réaliser ce modeste travail que je dédie:

Aux deux personnes les plus chères à mon cœur mes parents :

C'est grâce à votre aide et sacrifice que ma tâche finisse leur bonheur.

Merci pour avoir veillé sur moi.

Quoi que je puisse dire et quoi que je puisse faire je ne vous remercierais jamais assez;

Que dieu puisse vous gardez éternellement heureux.

*A ma très chère maman **Nouara** qui m'a tant aidé avec son soutien et prières pour que je réussite dans ma vie. Elle est ma source de courage. Je lui exprime toute ma reconnaissance.*

Merci Maman.

*A mon très cher papa **Azize** pour ces encouragements, son soutien et son sacrifice à fin que rien n'entrave le déroulement de mes études.*

Merci Papa.

*A mes chers frères que je les respecte **Halim** et **Adel** et leur femmes **Célia** et **Imen** pour leurs soutiens moraux et matériels. Sans oublier l'adorable **Zako**, que je le souhaite beaucoup de succès dans ses études et dans sa vie.*

*A mes chères sœur que je les aime **Lynda** et **Soraya** et leurs époux **Abdellah** et **Ismail**.*

*A mes neveux et nièces et spécialement mon très chère **Mouadh**.*

*A ma très chère grand-mère **Zahra**, que dieu la garde pour nous.*

*A tous la famille **Rahmane** (grande et petite).*

*A mon binôme et très chère amie : **Dilla**, avec qui je partage ce travail, j'ai partagé les bonnes et les mauvais moments des années d'étude. Merci pour ton sérieux et tous les sourires, je dirai une vraie bénédiction et toute la famille **Ayadi**.*

A qui m'ont soutenu en moral pendant mes années d'études mes chères amies :

***Sarah, Hanane, Nada, Meriem, Lamis, Karima, Thoraya et Randa** ; pour les chaleureux moments que je passe toujours avec eux.*

A toute la promotion de biochimie appliquée (2016/2017).

A tous ceux que j'aime et je respect.

Ouarda

Dédicace

Tout d'abord l'avantage à Allah le tout puissant de m'avoir donné la force, le courage et la patience tout au long de ce travail.

Je dédie ce modeste travail :

*A ma très chère maman **Zohra**, la femme idéale, qui a œuvré pour ma réussite par son amour, son soutien et prières, tous les sacrifices consentis et ses précieux conseils, pour toute son assistance et sa présence dans ma vie, merci et mille fois merci Maman pour toutes les valeurs que tu m'as inculquées, que dieu la protège et donnera une longue vie.*

*A mon très cher père **Abdelkader**, je lui dédie avec fierté ce mémoire qui reflète le fruit de l'éducation leur sacrifice et leur assistance et de l'attention qu'il m'a tant réservé, je suis très reconnaissante et j'aurai tant aimé partager la joie de ma réussite avec lui, que dieu te garde pour nous.*

*A mes très chers frères que je les respecte : **Amine**, sa femme **Sabrina**. **Ismail**, sa femme **Sarah**, et leurs enfants. Et à mon très cher frère **Mohamed**.*

*A mes très chères sœurs que je les aime : **Amina**, son marie **Mohamed**. **Soumia**, son marie **Fouad**. **Asmaa**, son marie **Hichem**, et leurs enfants.*

*A ma très chère petite sœur **Khaoula**, que je la souhaite beaucoup de succès dans ses études et dans sa vie.*

*A ma très chère grande mère **Yamina**, que dieu la garde pour nous.*

*A toutes la famille **Ayadi**.*

*A mon adorable binôme : **Ouarda** que je respecte, merci pour tous les moments que nous avons partagé pour réaliser ce travail dont nous gardons un excellent mémorable souvenir, et a toute la famille **Rahmane**.*

*A mes très chères amies : **Sarah**, **Nadia**, **Meriem**, **Lamis**, **Karima**, **Hanan**, **Randa** et **Thoraya** ; avec qui je passé d'agréable moments inoubliables.*

A toute la promotion de master II en biochimie appliquée 2016/2017.

A tous ceux que j'aime et que je respect.

Fatiha

Remerciements

Nous remercions tout d'abord Allah qui nous a guidées sur le chemin du savoir et a ouvert les portes des connaissances et nous a donné le courage, la force et la volonté pour réaliser ce modeste travail.

*Nous adressons nos sincères respectueuses reconnaissances et remerciements à notre encadreur **M^{me} DIDOUCHE Fadhila Yasmina** Maître de conférences B à la faculté des sciences de l'UMBB, de nous avoir fait bénéficier de ces remarque, ses fructueux conseils, son aide et pour ses orientations.*

Nous remercions les membres de jury, qui ont accepté de nous aider à franchir cette étape importante qu'est la soutenance.

*En premier lieu, nous remercions **Mme FAZOUANE F.** Professeur à la faculté des sciences (UMBB), qui nous a fait l'honneur de présider le jury.*

*Nous remercions très respectueusement **Mr HALET F.** Maitre conférence B à l'UMBB qui a consacré son temps précieux pour examiner notre travail.*

On tient à remercier nos parents car ce travail représente un petit fruit de leur souffrance et qui sans eux on ne peut traverser ces longues années d'études et de travail.

Nous tenons également à remercier les équipes des laboratoires de FS et FSI qui ont prêté main forte à l'élaboration des analyses inhérentes à cette partie.

*Nos plus chaleureux remerciements s'adressent à **M^{me} Samira**, pour son aide et sa gentillesse.*

Enfin, Nos remerciements s'adressent à tous ceux qui ont contribué de près et de loin à la réalisation de ce modeste travail.

Abréviation

Abréviations

BB : Bio Bain de Bouche.

CMI : Concentration Minimale Inhibitrice.

Cm : Centimètre.

Cm⁻¹ : Centimètre moins un.

Cm³ : Centimètre cube.

D: Bio Dentifrice.

d: diamètre.

Fig : Figure.

FTIR: Infra Rouge à Transformée de Fourier.

g : gramme.

h: heure.

IR: Infra rouge.

Kbr : Bromure de Potassium.

M : Molarité.

ml : millilitre.

MH : Muller-Hinton.

min : minute.

mm : millimètre.

nm : nanomètre.

pH : potentiel d'Hydrogène.

T : Température.

Te : Témoin.

µs : micro sinus.

°C : Degré Celsius.

% : pourcentage.

Liste des Tableaux

Et

Des Figures

Liste des figures

Figure 1 : Alun Brillant.....	Annexe 1
Figure 2 : Alun poudre.....	Annexe 1
Figure 3 : Alun cristal.....	Annexe 1
Figure 4 : Alun d'Algérie.....	Annexe 1
Figure 5 : Alun de Maroc.....	Annexe 1
Figure 6 : Alun de Yémen.....	Annexe 1
Figure7 : Réduction de bloc en poudre.....	p 17
Figure 8 : Poudre d'alun.....	p 17
Figure 9 : Etude de l'activité antimicrobienne par la méthode de disque.....	p 26
Figure 10: Spectrogramme IR de la pierre d'alun d'Algérie.....	P 31
Figure 11 : Spectrogramme IR de la pierre d'alun de Maroc.....	P 31
Figure 12 : Spectrogramme IR de la pierre d'alun de Yémen.....	p 32
Figure 13 : Diagramme représentant la contrainte de cisaillement des trois aluns en fonction de taux de cisaillement.....	P 33
Figure 14 : Courbe représente la viscosité des trois aluns en fonction de taux de cisaillement.....	p 34
Figure 15 : Bio dentifrice.....	P 35
Figure 16 : Bio bain de bouche.....	p 35
Figure 17 : Spectrogramme IR du Bio bain de bouche.....	p 37
Figure 18 : Spectrogramme IR du bio dentifrice.....	p 38
Figure 19 : Diagramme représentant la contrainte de cisaillement des produits finit en fonction de taux de cisaillement.....	p 39
Figure 20 : Courbe représente la viscosité des produits finit en fonction de taux de cisaillement.....	p 40

Liste des tableaux

Tableau 1 : Variétés des produits d'alun naturel.....	p 8
Tableau 2 : Les souches Microbiennes utilisées pour l'évaluation de l'activité antimicrobienne.....	p 18
Tableau 3 : Matériel non biologique.....	Annexe 1
Tableau 4 : Constituants du bio dentifrice.....	p 21
Tableau 5 : Constituants du Bio bain de bouche.....	p 23
Tableau 6 : Diamètre de la zone d'inhibition.....	p 26
Tableau 7 : Pourcentage d'inhibition.....	p 27
Tableau 8 : Paramètres physico-chimiques de la matière première (Alun liquide).....	p 30
Tableau 9 : Les caractères des produits finis.....	P 35
Tableau 10 : Paramètres physico-chimiques du bio dentifrice.....	p 36
Tableau 11 : Paramètres physico-chimiques du Bio bain de bouche.....	p 36
Tableau 12 : Résultats de l'activité antimicrobienne du bio dentifrice et du Bio bain de bouche.....	p 41
Tableau 13 : Résultats se l'activité antifongique du bio dentifrice et Bio bain de bouche..	p 43
Tableau 14 : Résultats de test d'efficacité d'un bio dentifrice.....	p 44
Tableau 15 : Résultats de test d'efficacité d'un Bio bain de bouche.....	P 45

Sommaire

Sommaire

Dédicaces	I
REMERCIEMENTS	III
LISTE DES ABBREVIATIONS	IV
Liste des figures	V
Liste des tableaux	VI

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

Etude bibliographique

Chapitre I: Généralité

I. Historique et origine	5
I.1 Historique	5
I.2 Origine	6
II. Composition	7
II.1 Les trois catégories d'alun	7
II.1.1 L'alun naturel	7
II.1.2 L'alun artificiel.....	9
II.1.2.1 L'alun d'alunite	9
II.1.2.2 L'alun du schiste pyrite.....	9
II.1.3. L'alun de synthèse	10
II.1.3.1 L'alun d'ammonium hydraté.....	10
II.1.3.2 L'alun d'ammonium anhydre.....	11
III. Application	11
IV. Propriété physique et d'application	13
IV.1 Propriété physique	13
IV.2 Propriété d'application.....	13
V. Influence de la pierre d'alun	14

Etude expérimentale

Chapitre II: Matériel et méthodes

Objectif.....	16
I. Matériels	17
I.1 Matériels biologique.....	18
I.2 Matériels non biologique.....	18
II. Méthodes	18
II.1 Analyse de matière première (la pierre d'alun)	18
II.1.1 Paramètre physico chimique	18
II.1.2 Spectrométrie d'absorption Infrarouge	19
II.1.3 Etude Rhéologique.....	20
II.2 Formulation d'un Bio dentifrice et d'un Bio Bain de bouche.....	21
II.2.1 Formulation de Bio dentifrice.....	21
Procédé de fabrication.....	22
II.2.2 Formulation de Bio bain de bouche.....	23
Procédé de fabrication.....	24
II.3 Contrôle des produits finis.....	24
II.3.1 Contrôle de qualités.....	24
• Paramètre organoleptiques.....	24
II.3.2 Analyse des produits finis.....	24
II.3.2.1 Paramètre physico chimique.....	24
II.3.2.2 Spectrométrie d'absorption infra rouge (IR).....	25
II.3.2.3 Etude Rhéologique.....	24
II.3.2.4 Etude bactéricide des produits finis.....	25
II.3.2.5 Etude fongique des produits finis.....	28
II.3.2.6 Test d'efficacité.....	29

Chapitre III: Résultats et discussions

III.1 Analyses de la matière première.....	31
III.1.1 Paramètre physico chimique.....	31

III.1.2 Résultats de Spectrométrie infrarouge IR.....	32
III.1.3 Résultats d'étude rhéologique.....	34
III.2 Analyses des produits finis.....	36
III.2.1 Paramètres organoleptique.....	36
III.2.2 Paramètres physico chimique.....	37
III.2.3 Résultats de Spectrométrie infra rouge IR.....	38
III.2.4 Résultats d'étude rhéologique.....	40
III.2.5 Résultats d'étude bactéricide.....	42
III.2.6 Résultats d'étude fongique.....	44
III.2.7 Résultats de test d'efficacité.....	45
Conclusion générale	48
Références bibliographiques	
Glossaire	
Annexes	

Introduction

INTRODUCTION GENERALE

Les Biomatériaux, en occurrence ceux utilisés en parapharmacie atteignent leurs limites d'utilisation en biotechnologie ces dernières décennies (**Makri, 2015**). Ces dernières années, le recours aux biomatériaux alternatifs, tels que la pierre d'alun et autres sont d'actualité. Elles offrent l'opportunité d'augmenter d'une façon significative des services de soins palliatifs, les atouts qu'offre la pierre d'Alun sont connus depuis la nuit des temps.

Ce produit naturel était très populaire, très utilisé et donc d'une importance capitale Indispensable à l'exercice de certains métiers, dans la fabrication de nombreux produits, à la santé de l'homme et dans l'art, il était précieux.

Il est à l'origine de leur utilisation en médecine comme hémostatiques, et pour favoriser la cicatrisation des plaies, et utilisé aussi comme traitement des affections banales et dermatologiques et dans les soins dentaires (**Delange, 2011**).

L'alun s'utilise dans différentes domaines ; comme astringent pour les petites blessures provoquées par le rasoir, dans la mégisserie pour le blanchiment des peaux et dans l'industrie du papier pour le collage. Il fixe les matières colorantes : il est employé en teinture comme mordant (**Ecodis, 2010**).

Pour le présent travail, nous avons utilisés des échantillons de la pierre d'alun provient de différents pays ; de l'Algérie (El Oued), de Maroc (Agadir) et de Yémen(Sanaa).

Nous volons valoriser cette pierre à travers une étude scientifique, en fait la formulation d'un bio dentifrice et d'un bio bain de bouche, l'utilisation de cette poudre d'alun en ont été le principale objectif. Afin de diminuer les risques sanitaires de la vie par les formulations chimiques inconnues.

Pour cette raison, nous avons jugé notre dévolu sur ce thème pour la rareté de son inexploitation a part que la littérature nous évoqué par NAPLES et LIPARI (**Picon, 2005**), et la Chine (**Vacca, 2003**). Et son intérêt scientifique occulté de nous jours.

Ce travail est subdivisé en trois chapitres complémentaires :

Le premier chapitre est consacré à une étude bibliographique composé d'un historique et l'origine d'alun, leur composition, ces principales applications, ces propriétés physique et d'application et son Influence.

Le deuxième chapitre concerne l'étude expérimentale ou nous avons présenté le matériel employé et la méthodologie adoptée.

Le troisième Chapitre est consacré aux résultats obtenu et leurs interprétations.

Cette étude se termine par une conclusion générale.

Etude bibliographique

Chapitre I: Généralité

I. Généralité

I : Historique et Origine

I.1 Historique

L'alun est connu depuis l'Antiquité mais surtout à partir de l'époque médiévale jusqu'à nos jours.

C'est en Orient que l'alun a commencé à être connu. On ne sait pas précisément à quel endroit ni à quelle époque il a été fabriqué, mais l'une des plus anciennes mines était à Rocca (« roche »), une ville de Syrie. Cette version est néanmoins contestée par certains scientifiques. Ils hésitent à croire que le nom (alun de roche) vienne de cette ville.

Plutôt que de l'état natif du sulfate double d'alumine et de potasse disposé en roche dans certaines localités, ou de la forme que l'on donnait à ce sel dans les fabriques d'Orient (**Delange, 2011**).

L'alun comme la plupart des terres a été considéré longtemps comme un élément indissociable. Cependant, en 1754, Marggraff, chimiste de Berlin, montre qu'il est composé de l'acide du vitriol [acide sulfurique] et d'une terre, qu'il arrive à séparer. Il étudie longuement cette terre d'alun, à laquelle Guyton de Morveau, collaborateur de Lavoisier, donne en 1787 le nom d'alumine (du latin *alumen*, pour l'alun) dans la nouvelle et monumentale nomenclature chimique qu'il met en place avec Lavoisier, de Fourcroy, Berthollet.

En 1807, Humphrey Davy, chimiste et physicien anglais (1778-1829) tente de décomposer l'alumine entre deux électrodes alimentées par une pile de Volta. Cette méthode vient de lui permettre d'isoler les bases de la potasse et de la soude. « Potassium et sodium sont les noms que je me suis risqué à proposer pour les deux nouveaux corps », écrit-il.

Le nom aluminium est dérivé d'alun. Comme souvent, le corps pur est connu bien après les substances composées dans lesquelles il intervient (**Pascaud, 1997**).

I.2 Origine

L'alun (du grec *alos*, sel) est chronologiquement le premier minéral d'aluminium. C'est un sulfate double d'aluminium et de potassium, dont on tirera l'alumine (**Pascaud, 1997**).

L'alun se forme partout où des roches schisteuses grillées et lessivées. Ces schistes provenaient de Smyrne (Asie Mineure), de Rome ou Merseburg (Allemagne) Ou une terre argileuse se trouve au contact de l'acide sulfurique. Elle existait dans presque tous les volcans brûlants, et qu'on la rencontrait aussi dans les volcans éteints. (**Wefers, et Mistra, 1987 ; Ecodis, 2010**).

Les Grecs (utilisaient l'alun de Mélos) et les Romains préféraient celui de Chypre. Mais ils se ravitaillaient aussi à la Solfatare près de Naples, où la mine alumineuse se présentait sous la forme d'une terre blanche qu'on acheminait dans des amphores (**Delange, 2011**).

Certains gisements d'alunite au Maghreb là où la chaleur terrasse, ont fait l'objet d'une exploitation suffisamment importante pour que les sources antiques et médiévales en fassent mention.

Les plus riches de ces gisements furent sans doute ceux de Kharga et Dakhkla en Egypte.

L'exploitation de ces gisements fut sans doute abandonnée à cause de la concurrence des aluns de Phocée (Turquie) qui sont de qualité supérieure.

Sur les terres papales plus précisément sur les monts de Tolfa (Italie) un massif montagneux de la chaîne des Apennins situé dans la province de Rome, il trouvera une grande mine.

Au Sahara, l'alun est relativement fréquent, les gisements les plus importants se trouvent sur la bordure tassilienne de l'Ahaggar : au nord dans le Mouydir et l'Ahnet, dans l'est, sur la bordure externe du Tassili n'Ajjer (**Lange et Mauny, 1986**).

Au Yémen, une mission de prospection des ressources minéralogiques signale un gisement d'alun autour de sources chaudes de cette zone volcanique proche de Dhamar (**Martin, 1988**).

II : Composition

L'alun ou les aluns sont généralement des sulfates complexes d'aluminium et d'un ou plusieurs autres métaux: potassium, sodium, (ammonium), magnésium, fer, etc.

On admet que c'est à la présence de l'ion Al^{+++} que les aluns doivent leurs propriétés les plus caractéristiques, et particulièrement celles qui permettent leur utilisation en teinturerie. Mais d'autres cations peuvent avoir un rôle comparable, et d'autres espèces minérales servir de mordant.

Il existe 3 types de pierre d'alun : alun naturelle, artificiel, et synthétique.

II.1 Les trois catégories d'aluns

II.1.1 L'alun naturel

Sont des sulfates qui résultent de l'action de fluides acides d'origine fumerollienne, hydrothermale, sur des roches riches en aluminium de quelque nature qu'elles soient.

Mais à cause du rôle important quoique non exclusif que jouent dans ces phénomènes les émanations liées au volcanisme, ce sont fréquemment dans des formations volcaniques que se rencontrent les gisements d'aluns naturels. Il s'en trouve aussi dans d'autres types de formations, notamment dans des argiles et plus particulièrement des schistes argileux ayant subi des actions hydrothermales acides, les quelles sont d'ailleurs fréquemment liées à l'altération de gisements métalliques sulfurés. Enfin on notera que les gisements d'aluns ne se constituent pas nécessairement à l'endroit même où se sont produites les altérations acides **(Beadnell, 1909)**.

Les aluns naturels couvrent une très grande variété de produits et que la prédominance des aluns artificiels qui s'instaurera progressivement au cours du bas Moyen Age et au début de l'époque moderne.

Les différents produits d'Alun naturel sont regroupés dans le tableau 1.

Tableau 1: Variétés des produits d'alun naturel (Palache, et al., 1951 ; Singer, 1948).

Alun naturel	Formule chimique	
Alun de potassium	$K Al (SO_4)_2 \cdot 12 H_2O$	Le second est relativement rare, le premier un peu moins, quoique fréquent.
Alun d'ammonium	$NH_4 Al (SO_4)_2 \cdot 12 H_2O$	
Halotrichite	$(Mg. Fe) Al_2 (SO_4)_4 \cdot 22 H_2O$ (avec $Fe > Mg$)	Se rencontrent le plus souvent dans la nature. Arrive souvent que ces aluns cristallisent en
Pickéringite	$(Mg. Fe) Al_2 (SO_4)_4 \cdot 22 H_2O$ (avec $Fe < Mg$)	donnant des filaments (le nom d'halotrichite venant de là), ce qui les a fait désigner comme "aluns de plume".
Tamarugite	$NaAl(SO_4)_2 \cdot 6 H_2O$	Le premier de ces deux composés est encore un sulfate d'aluminium complexe, le second (rare) un sulfate simple d'aluminium, l'un et l'autre pouvant servir de mordant et se trouvant fréquemment mêlés aux précédents.
Alunogène	$Al_2 (SO_4)_3 \cdot 18 H_2O$	
Halite ou sel gemme	$Na Cl$	Ces composés qui les accompagnent souvent dans leurs gisements.
Chloromagnésite	$MgCl_2$	À l'exception des cinq premiers, ce sont des corps pratiquement insolubles dans l'eau, et inertes, et sont fréquemment mêlés aux aluns naturels dont ils contribuent à altérer la qualité.
Lawrencite	$FeCl_2$ ou $(Fe. Ni) Cl_2$	
Molysite	$FeCl_2$	
Salammoniac ou salmiac	NH_4Cl	
Gypse	$CaSO_4 \cdot 2H_2O$	
Anhydrite	$CaSO_4$	
Kaolinite	$Al_2 Si_2O_5 (OH)_4$	
Alunite ou pierre à alun	$KAl_3(SO_4)_2 (OH)_6$	
Jarosite	$KFe_3 (SO_4)_2 (OH)_6$	
Silice	SiO_2	

II.1.2 Les aluns artificiels

Ces aluns sont produits par artifice, ou par un effet de l'art, et ne sont donc pas recueillis tout formés dans la nature comme c'est le cas pour les aluns naturels. Ils sont de deux sortes : les aluns d'alunite et les aluns du schiste pyriteux.

- **L'alun d'alunite** : De formule $KAl_3(SO_4)_2(OH)_6$. L'alunite ou pierre à alun se présente sous forme d'une roche de couleur blanche, parfois jaunâtre ou rosâtre, fréquemment associée à la kaolinite et à la silice. Une partie, généralement faible, du potassium peut être remplacée par le sodium (natroalunite) (**Palache, et al., 1951**).

L'alunite résulte en principe de l'action de fluides acides d'origine fumerollienne (ou de fluides acides résultant par exemple de l'oxydation d'amas sulfurés comme les pyrites) sur des roches volcaniques riches en feldspaths potassiques, les trachytes et les andésites notamment ou, plus rarement, sur d'autres types de roches ayant des pourcentages élevés d'alumine Al_2O_3 et de potasse K_2O . Les processus de transformation des roches en alunite, ou alunisation, s'accompagnent très souvent de processus de kaolinisation et de silicification.

À la différence des aluns naturels, l'alunite est pratiquement insoluble dans l'eau (**Lombardi, 1977**).

L'alun d'alunite qui est toujours de l'alun de potassium, $KAl(SO_4)_2 \cdot 12 H_2O$, malgré la présence éventuelle d'un peu de sodium, remplaçant une petite partie du potassium, ce qui n'en modifie guère les caractéristiques. En revanche la couleur de l'alun d'alunite peut varier (**Pegolotti, 1936**).

- **Les aluns du schiste pyrite** : Ce sont un ensemble de roches qui constituent la matière première utilisée pour la fabrication d'aluns artificiels, selon des processus autres que celui de l'alun d'alunite. Ces "schistes pyriteux" sont riches en aluminium (Al) et en soufre (S). Ils se présentent sous des formes variées, souvent schisteuses comme leur nom l'indique, et pouvant être alors friables ou compacts, parfois terreux et presque dépourvus de consistance.

Il s'agit en principe de roches sédimentaires, de couleur généralement sombres, brunes ou noires. Ces couleurs sombres sont dues à la présence de carbone et/ou de matières organiques.

Les alunières dont les schistes pyriteux constituaient la matière première pouvaient donc fabriquer, selon la nature des ajouts introduits (volontairement ou non) en cours d'opération, les deux aluns suivants, ou un mélange des deux :

- . $KAl(SO_4)_2 \cdot 12 H_2O$: Alun de potasse.
- . $NH_4 Al (SO_4)_2 \cdot 12 H_2O$: Alun d'ammonium.

À ces deux produits de base, il faut rajouter extrait des eaux-mères qui restent après cristallisation de l'alun, un autre produit :

- . $Fe(SO_4)_2 \cdot 7 H_2O$ - vitriol vert ou couperose ou mélangérite.

On a vu en effet que le procédé de fabrication de l'alun des schistes pyriteux laissait des eaux-mères qui renfermaient souvent de façon prépondérante du sulfate de fer (alors que les eaux-mères des aluns d'alunite étaient constituées presque uniquement d'une solution appauvrie d'alun de potassium, que l'on recyclait). Le sulfate de fer contenu dans les eaux-mères des aluns des schistes pyriteux pouvait en être extrait facilement (**Picon, 2005**).

II.1.3 L'alun de synthèse

« *Ammonium alum* » est différent, car l'ammonium remplace le potassium dans sa formule chimique. Les premiers essais de synthèse de l'alun, par action de l'acide sulfurique sur une argile préalablement grillée, et addition d'une lessive de potasse, sont probablement dus au chimiste allemand Marggraf (**Beylot, 2011**).

- **L'alun d'ammonium hydraté** : Est un sulfate double d'aluminium et d'ammonium Hydraté de formule brute $(NH_4)_2 SO_4, Al_2(SO_4)_3, 24H_2O$. Cette formule peut être simplifiée et s'écrire $NH_4Al(SO_4) 12H_2O$.
- **L'alun d'ammonium anhydre $NH_4Al(SO_4)_2$** : Il s'obtient par déshydratation de l'alun à une température supérieure à 200°C. Dans notre cas, l'alun est, soit déshydraté dans un four tubulaire sous atmosphère contrôlée, soit dans un réacteur permettant d'opérer sous "vide" ou sous de fortes pressions de vapeur d'eau. Le produit sera maintenu dans un dessiccateur sous vide ou sera directement analysé pour éviter sa réhydratation (**Mauss, 1994**).

II.2. Les forme d'alun

Il existe trois formes d'alun :

Deux formes d'hydratation : l'alun brillant et l'alun poudre.

Une forme déshydraté : c'est l'alun cristal, (Annexe I) (Vacca, 2003).

III : Application

La pierre d'alun (produit naturel) était très populaire, très utilisé et donc d'une importance capitale indispensable à l'exercice de certains métiers, dans la fabrication de nombreux produits, à la santé de l'homme et dans l'art, il était précieux (Delange, 2011).

Ses utilisations sont nombreuses et couvrent à la fois les domaines de la vie courante et d'occupations spécialisées. Comme utilisations banales, on peut citer :

La purification de l'eau potable boueuse : Qui utilise les propriétés d'absorption de l'alumine libérée par sa solubilisation dans l'eau provoquant la sédimentation des éléments en suspension.

La réparation des objets de pierre cassés : En association à du gypse pour la fabrication d'une colle (Vacca, 2003).

La conservation des produits alimentaires: Comme le séchage du poisson.

La facilité d'emploi: Il suffit de l'appliquer en sortant de la douche, après s'être séché et avoir légèrement humidifié le cristal. Rien à voir avec les déodorants habituels qui souvent laissent des traces sur les vêtements, et parfois bloquent tout le processus de transpiration (La pierre d'alun, 2017).

En cosmétologie : La pierre d'alun est un cristal blanc translucide et inodore utilisé après rasage pour stopper l'hémorragie ou comme anti-transpirant pour ses pouvoirs astringent et hémostatique. En fait, elle n'empêche pas la transpiration. Cette pierre dépose une fine couche saline à la surface de la peau, qui empêche la prolifération des bactéries et donc la libération des mauvaises odeurs. Son usage s'est grandement popularisé dans le domaine cosmétique et plus particulièrement dans les déodorants. On la retrouve également dans les dentifrices, les rouges à lèvres, les teintures capillaires et les après shampooings (Beylot, 2011 ; Faure, 2012 ; ASEF ; McGrath, 2003).

En teinturerie : Les Berbères ont utilisé très tôt, l'alun pour le mordantage qui permet de fixer les couleurs sur les fils de laine et plus tard de coton; Certes toutes les teintures n'exigent pas l'utilisation d'un mordant, mais la plupart le demandent, l'alunage améliorant de surcroît la tenue des tissus.

Cet emploi de l'alun est considéré comme une matière colorante du cuir alors qu'en fait il agit comme un tanin végétal, est plutôt réservé à des productions soignées, fines et souples (**Lange, et Mauny, 1986**).

En médecine: L'alun est utilisé comme médicament en Chine, il a les propriétés d'assécher et d'obturer les sources de liquides. Pour ce qui est du traitement des affections banales, ses usages principaux se trouvent dans les domaines de l'hygiène buccale et des soins dentaires, du traitement des blessures occasionnées par les morsures d'animaux et enfin dans celui d'affections dermatologiques.

La pierre d'alun est utile pour stopper les petits saignements des coupures ou encore pour guérir un aphte. Elle est particulièrement recommandée pour les personnes ayant la peau sensible après épilation par exemple (**Vacca, 2003 ; Pierre d'alun vertus, 2017**).

En ignifugation : La présence d'eau dans la formule des aluns explique leurs propriétés ignifuges, les aluns fondant autour de 100°C dans leur eau de constitution (ou de cristallisation), et la perdant progressivement à plus haute température. Aussi, lors d'une tentative d'inflammation de bois imprégnés d'alun, se forme-t-il une gaine protectrice de vapeur d'eau qui arrête la combustion. C'est une propriété qui était connue et mise à profit dans l'Antiquité pour l'ignifugation de machines de guerre et de navires (**Picon, 2005**).

IV : Propriété Physique et D'application

IV.1. Propriété Physique

Formule : Alun de potasse $KAL(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$.

Etat physique : Solide cristallin, Poudreux, Blanc, Incolore, Transparent, Cassure Conchoïdale, ne se clive pas.

Masse molaire : 474.39 g /mol.

Solubilité : Soluble dans l'eau, qui en dissout une centaine de gramme par litre à 20°C et plus de 1200 grammes à 80°C.

Décomposition : Il se décompose aux environs de 100°C en sulfate d'aluminium et de potassium anhydre, donc ne pas dépasser 85°C.

Point de fusion : Fusible à 92°C (fusion aqueuse), il se prend en une masse vitreuse au refroidissement qui est dit (alun de roche) ; à 200°C il devient anhydre, c'est alun calciné.

PH : < 3.3 solution aqueuse 0.2M (Pierre d'alun, 2017).

Densité : L'alun liquide compris entre 1.2 à 1.36 (Univar Inc 2015).

IV.2. Propriété D'application :

Anti transpirant : La pierre d'alun laisse une fine couche saline sur la peau et combat les bactéries qui causent les odeurs. Elle limite la sudation, neutralise la transpiration.

L'astringent : Provoque la contraction des tissus et des vaisseaux sanguins et qui stimule la coagulation du sang.

Hémostatique : La pierre d'alun est utile pour stopper les petits saignements des coupures et permet d'apaiser les éraflures ou encore pour guérir un aphte ou tous les autres problèmes buccaux-dentaires (Amazon, 2017).

Propriétés hypoallergéniques : La pierre d'alun est un produit parfaitement toléré par tous, même par les peaux les plus sensibles.

Sans odeur : La pierre d'alun n'a pas d'odeur et n'interagira pas avec votre parfum.

Economique : Une pierre d'alun de 60 g a une durée d'utilisation d'environ une année.

Remarquablement efficace : La pierre d'alun assure fraîcheur et propreté tout au long de la journée. Ceux qui l'ont essayé l'ont définitivement adopté (**OSMA, 2017**).

V. Influence de la Pierre d'alun

Les composés libérés par la pierre d'alun naturelle suite à un contact avec l'eau (ions sulfate, ions potassium et hydroxyde d'aluminium) soient stables.

L'hydroxyde d'aluminium peu soluble reste à la surface de la peau. Il n'y aurait donc pas de passage transcutané d'aluminium, ce qui suppose que ce produit est inoffensif.

De plus, aucune étude scientifique n'a encore montré le passage transcutané des sels présents dans la pierre d'alun naturelle. Par contre, la pierre synthétique se comporterait comme les chlorures d'aluminium les sels qui y sont présents traverseraient la paroi cutanée (**Batiste, E., 2014**).

Chapitre II :
Matériels et Méthodes

OBJECTIF :

Le but de ce travail consiste en la valorisation de la pierre d'alun d'usage domestique, nous concernant l'élaboration de formulation pharmaceutique hygiénique possède un effet bactéricide.

La réalisation de cette étude s'est déroulée dans la période allant du mois février au mois du mai au niveau de laboratoire de biochimie, département de biologie, faculté de science, UMBB.

Les objectifs fixés sont :

1. Caractérisation de la pierre d'alun par analyses physico-chimique, spectrométrie IR et une étude Rhéologique,
2. Formulation de bio dentifrice et de bio bain de bouche à base de la pierre d'alun.
3. Caractérisation physico-chimique et contrôle organoleptique des produits finis.
4. Etude rhéologique et spectrométrie IR des produits finis.
5. Pouvoir de bio dentifrice et de bio bain de bouche à base de la pierre d'alun à débarrasser la bouche de la plaque bactérienne par une étude bactéricide.

II. Matériels et Méthodes

Au cours de ce travail, nous avons d'abord récupéré la matière première qui est la poudre d'alun qui va subir les analyses suivantes : Infra rouge (IR), et la Rhéologie. Puis nous procédons à une formulation d'un bio dentifrice et d'un bio bain de bouche à base de la pierre d'alun, qui subiront à leurs tours différentes analyses inhérentes.

Ces analyses ont été réalisées au niveau des laboratoires de l'Université M'Hamed Bougera Boumerdes.

I. Matériels

Le matériel utilisé comporte la pierre d'alun et un matériel biologique qui sont les microorganismes, ainsi qu'un matériel non biologique comprenant les appareils, les produits, les verreries...

- **La pierre d'alun :** Pour le présent travail, nous avons utilisés des échantillons de la pierre d'alun (matière première) dans la synthèse de bio dentifrice et de bio bain de bouche, ces échantillons provient de différents pays ; l'un est l'alun d'Algérie (El Oued), l'autre est l'alun de Maroc (Agadir) et enfin l'alun de Yémen (Sanaa); (Annexe D).
- **Récupération de la matière première :** La matière première se trouvant sous forme de bloc, il faudra la réduire en poudre, nous utiliserons pour cela un mortier et un pilon jusqu'à l'obtention d'une poudre très fine.



Figure 7 : Réduction de bloc en poudre(Original).



Figure 8 : Poudre d'alun(Original).

I.1. Matériels biologiques

- **Les souches microbiennes utilisées** : L'activité antimicrobienne de bio dentifrice et de bio bain de bouche est évaluée sur trois souches bactériennes pathogènes et une moisissure provenant du laboratoire de recherche de la faculté des sciences de l'université de Boumerdes. Leur classement est présenté dans le tableau 2.
- **Tableau 2** : Les souches microbiennes utilisées pour l'évaluation de l'activité antimicrobienne.

Nom de la souche	Type	Gram
<i>Staphylococcus aureus</i>	Bactérie	(+)
<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	Bactérie	(-)
<i>Echerichia coli</i>	Bactérie	(-)
<i>Aspergillus niger</i>	Moisissure	/

I.2. Matériel non biologique : Utilisé pour réaliser cette étude est composée de verrerie, appareillage, réactifs et solutions (Tableau 3, Annexe II).

II. Méthodes

II.1. Analyse de matière première (la pierre d'alun) : Paramètre physico-chimiques, Spectrométrie infrarouge (IR) et Etude Rhéologique.

1. Paramètre physico-chimiques : Pour déterminer les paramètres physico-chimiques de la pierre d'Alun il faut la rendre en solution, qui en dissout 4 g d'Alun dans 40 ml d'eau distillé.

pH : Indique la concentration en H^+ , paramètre évalue l'acidité ou la basicité. Est déterminé par un pH-mètre électronique (HANNA), en prenant soins que l'électrode soit complètement immergée dans l'échantillon.

Conductivité : (ms/cm) Est déterminée par un conductimètre (JENWAY), c'est l'aptitude des ions existants dans une solution à conduire le courant.

Densité : (g/cm^3) La densité relative à $T/20^\circ\text{C}$ est de rapport de la masse par son volume à une température donnée. A l'aide d'un densimètre la densité a été mesurée, en prenant en considération que le densimètre flotte dans l'échantillon (**Didouche, 2012**).

Indice de réfraction : Est le rapport entre la vitesse de la lumière dans le vide et la vitesse de la lumière dans le milieu, est déterminé par une réfractométrie (Bellingham+Stanley Limited BS) (**Cardo-sabian, 2008**).

2. Spectrométrie d'absorption infrarouge

FTIR permet d'obtenir des informations sur les liaisons chimiques et la structures moléculaire des matériaux analysées en détectant la présence de groupes fonctionnels par le mode vibratoire de leurs liens. La zone balayée pour des fenêtres en KBr est de 4000 à 400cm^{-1} . L'appareil utilisé est une spectrométrie de transformation de Fourier infrarouge (JASCO FT/IR-4100) (**Rouessac, et Rouessac, 2004**).

Mode Opérateur

L'échantillon solide peut être préparé de cette manière :

Une quantité de l'échantillon (l'Alun) avec un sel purifié spécialement (comme le bromure de potassium KBr) afin de supprimer les effets de diffusion des gros cristaux.

Ce mélange poudreux est ensuite comprimé dans une presse (compresse de pastille) afin de fournir une pastille translucide au travers de laquelle un faisceau de spectromètre peut passer.

Il est important de savoir que les spectres obtenus peuvent présenter de légères différences entre eux en raison des états physiques des échantillons (Annexe 03) (**Abadi, et Omri, 2014**).

3. Etude rhéologique : Son domaine d'application couvre l'ensemble des fluides complexes, tels que les polymères, les suspensions colloïdales, les émulsions et les tensioactifs. Il est nécessaire de connaître le comportement de ces matières pour leur mise en œuvre (**Ben Azouz, 2010**).

3.1 Rhéologie des Fluides : Il est défini comme un milieu contenu déformable, sans rigidité et qui peut s'écouler (**Coussot et Grossiord, 2002**).

3.2 Comportement des Fluides en Rhéologie : Newton considère un liquide au repos comme un ensemble de couches moléculaire disposées parallèlement.

3.2.1 Les fluides Newtoniens : A ce groupe appartiennent divers liquides purs, défini par la viscosité absolue.

3.2.2 Fluides Non Newtoni : On distingue deux types de fluides :

A. Fluide sans Contrainte Seuil

- **Rhéofluidifiant (Shear thinning or Pseudo plastic) :** La viscosité diminue lorsque le taux de cisaillement croît.
- **Rhéopaississant (Shear Thickening or Dilatant) :** La viscosité augmente lorsque le taux de cisaillement croît.

B. Fluide à Contrainte Seuil

Plastique : La déformation apparaît après application d'une contrainte seuil. (**Hadj Larbi, 2012**).

Mode Opérateur :

Cette étude a été réalisée par des spécialistes au sein de laboratoire de recherche (UR/ MPE) FSI UMBB Boumerdes

Ils ont utilisé le rhéomètre ADVANCED Rheometer (AR 2000), avec la géométrie Cylindre Conique et la géométrie Vanne Rotor pour nos échantillons (Annexe 03).

II.2. Formulation d'un Bio dentifrice et d'un Bio bain de bouche

La synthèse du bio dentifrice et de bio bain de bouche c'est effectué dans laboratoire de biochimie à une température ambiante de 25° C

1. Formulation de Bio dentifrice

Les bio dentifrice utilisés par le public pour éviter les ingrédients artificiels (édulcorants, détergent,.....). Cependant on y retrouve les mêmes ingrédients de base qu'un dentifrice ordinaire, à la différence qu'on privilégie l'emploi de substances naturelles. Ces dentifrices contiennent rarement du fluorure et coûtent relativement cher (**Rouhaud, 2010**).

Un dentifrice est une suspension homogène d'un abrasif solide, pulvérulent, insoluble dans l'eau, dans un milieu suffisamment visqueux pour assurer la stabilité de l'ensemble. L'addition de produits moussants ou détergents renforce les propriétés de nettoyage de l'abrasif. Il est souvent nécessaire d'ajouter des agents épaississants et des conservateurs. Les produits peuvent être colorés et leur goût ajusté à l'aide de composés aromatiques associés à des édulcorants. Le dentifrice comporte en outre un ou plusieurs principes actifs qui lui confèrent des propriétés spécifiques (**Cheikh, M.F.K., 2007**).

Un dentifrice est conçu pour éliminer les dépôts protéiniques avant la formation des structures plaquettaires. Sa composition doit être abrasive pour permettre le nettoyage des surfaces émaillées, des produits d'humification, des agents épaississants, et des conservateurs. Le produit leur goût ajusté à l'aide de composés aromatiques.

Nous résumons les composés nécessaires pour la formation de notre bio dentifrice :

1. Abrasif : C'est pour éliminer la plaque dentaire, dans cette bio dentifrice il s'agit de la pierre d'alun. Le choix des abrasifs est conditionné par leur pouvoir d'abrasion : trop faible il est inefficace, trop important il raye l'émail qui recouvre les dents.

2. Humectant : Il prévient le durcissement du mélange. Nous utilisons dans ce but des polyalcools à chaîne courte : le glycérol qui donne une sensation de chaleur.

3. Liant et gélifiants : Le liant a pour fonction d'empêcher les solides de se séparer de la préparation. Ce sont des molécules à longue chaîne tel le sel de sodium de la carboxyméthylcellulose et l'agar-agar.

- 4. Aromatisant:** Ce sont des huiles essentielles insolubles dans l'eau telle l'huile de menthe.
- 5. Conservateurs :** Nous avons utilisé comme conservateur l'huile essentielle de citron et le benzoate métrodénazol.
- 6. Agent anti hypersensibilité dentaire :** Comme le nitrate de potassium.
- 7. L'eau :** L'eau utilisée est l'eau distillée (**Hadj Larbi, 2012**).

- **Procédé de fabrication :** Réalisé suivant le protocole selon **Hadj Larbi (2012)**. A partir des constituants décrits en haut, nous effectuons tous les pesées nécessaires pour formuler notre bio dentifrice à base de la pierre d'alun (Tableau 4).

Tableau 4 : Constituants de la pâte bio dentifrice.

Constituants	Pourcentage (%) massique des composants dans 100g de préparation
<u>A</u>	
Glycérol	25.00
<u>B</u>	
Le sel de sodium de carboxyméthylcellulose	00.50
L'agar agar	01.00
L'eau	30.00
Métrodénazol Banzoate	00.20
L'huile de citron	01.00
Nitrate de potassium	00.80
<u>C</u>	
Carbonate de sodium	01.00
L'alun	39.50
<u>D</u>	
L'huile de menthe	01.00

1. Préparation du mélange **B** : Tous les additifs ont été dissous dans l'eau, en agitant pendant 10 minutes.
2. Nous ajoutons le mélange **B** dans **A**, et nous maintenons l'agitation pendant 45 min, jusqu'à l'obtention d'un gel homogène.
3. Nous introduisons par la suite du mélange **C** progressivement dans **A+B**, que l'on laisse remuer légèrement pendant 30 min à l'aide d'un agitateur.
4. En phase finale, nous ajoutons l'huile essentiel de menthe, suivit d'une agitation de 5 minutes.

2. Formulation de Bio Bain de Bouche

Il s'agit selon *le Medical Dictionary for the health Professions and Nursing (Farlex 2012)* d'une solution aqueuse antiseptique et calmante utilisée pour nettoyer la cavité orale et traiter les troubles de la muqueuse buccale. Ainsi, il est généralement admis que l'utilisation du bain de bouche ne remplace pas le brossage des dents, ni l'utilisation du fil dentaire (**Mahieu, A., 2014**).

Le Bio Bain de Bouche, (à base de produits naturels) est de toute évidence utilisé sans risque sans effets secondaires. Par conséquent, il est la solution à de nombreux problèmes de bouches, mais il s'utilise aussi à titre préventif et pour des besoins de confort (**Marylène, 2017**).

Le Bain de Bouche à base de la pierre d'Alun, qu'est une pierre naturelle aux multi usages déjà prouvées ses vertus pour la santé. Avéré en tant que solution pour le nettoyage de l'intérieur de la bouche, lutte contre la mauvaise haleine causée par l'odeur de la cigarette et autres. C'est un véritable nettoyeur et désinfectant procurant propreté, fraîcheur et astringence, et ce, par ses principes actif inégalés (**LMA, 2017**).

- **Procédé de fabrication** : Réalisé suivant le protocole selon **Wertz (2011)**. Les principaux constituants sont présentés dans le tableau 5; sauf à la place de bicarbonate nous avons utilisé la poudre de la pierre d'alun.

Tableau5 : Constituants de Bio Bain de Bouche.

Composant	Quantité
Alun d'Algérie	02.00 g
Chlorure de sodium	00.50 g
Essence de menthe	02.00 ml
Eau distillé	100.00 ml

1. Les constituants poudreux (Alun et Chlorure de sodium) ont été dissous dans l'eau distillée, en agitant pendant 20 min jusqu'à l'obtention d'une solution homogène.
2. A la fin nous ajoutons l'essence de menthe au mélange et en maintenant l'agitation durant 10 minutes.

II.3. Contrôles des Produits finis

1. Contrôles de qualités

- **Paramètre organoleptiques** : L'examen des caractéristiques macroscopiques constitue la première approche de la qualité de la préparation et doit faire l'objet d'une étude approfondie de la part du fabricant, afin de lui permettre l'observation de toute anomalie. En effet, des modifications perçues au niveau des caractéristiques visuelles, olfactives, sont des indicateurs possibles d'une dégradation de causes diverse (oxydation, variation de pH) (**Guedouari, 2012**).

2. Analyses des produits finis : paramètre physico chimique, Spectrométrie Infrarouge, Etude rhéologique, Etude bactéricide, Etude fongique et Test d'efficacité.

2.1. Paramètre physico chimique : pH, Conductivité, Densité et L'indice de réfraction ont été déjà montrés dans les pages 18 et 19.

2.2. Spectrométrie d'absorption infra rouge (IR) : L'utilisation de la spectrométrie infra rouge (IR) pour l'étude de nos produits, nous préparons tout d'abord une pastille à base de KBr à l'aide d'un compresse mécanique (compresse à pastille), ensuite l'échantillon est étalé sur la pastille et laissé séché pendant quelques secondes. Nous faisons passer sur le spectromètre IR et nous obtenons les spectres (**Chikhouné, 2011**) (Annexe 03).

2.3. Etude Rhéologique : L'étude rhéologique a porté essentiellement sur la détermination de la viscosité, ceci permet l'évolution des forces de cohésion s'exerçant entre les molécules liquides. Ce sont des forces de viscosité qui freinent la déformation d'un fluide et caractérisent sa facilité d'écoulement, l'appareil utilisé a été déjà décrit précédemment (Annexe 03).

2.4. Etude bactéricide : La recherche de l'activité antimicrobienne et antiseptique consiste à estimer l'inhibition de la croissance des micro-organismes (bactéries) soumis à nos formulations (bio dentifrices et bio bain de bouche), ceci par la méthode de diffusion sur milieu gélosé en utilisant des disques stériles (Aromatogramme). Cette méthode consiste à mettre en évidence une éventuelle activité antibactérienne de nos produits (**Hadj Larbi, 2012**).

- **Aromatogramme :** La technique consiste à utiliser des disques stériles en cellulose de 6 mm de diamètre, imprégnés dans les produits et déposés à la surface d'une gélose inoculée avec les souches microbiennes testées.

La diffusion des produits dans la gélose, permet d'inhiber la croissance des germes tout autour du disque, ceci permet d'avoir, comme résultat positif, après incubation une zone claire est distincte autour des produits appelé zone d'inhibition.

Les résultats sont évalués par la mesure de diamètre de la zone d'inhibition en mm. Plus le diamètre de cette zone est grand, plus la souche est sensible aux produits. Plus il est petit, plus la bactérie est plus résistante (**Fauchère, et Avril, 2002**).

1. Protocole expérimentale

1.1. Revivification des souches microbiennes : La revivification des souches microbiennes est une étape nécessaire avant leur utilisation car leur activité biologique est nulle, à la raison d'obtention d'une culture jeune et pure. Elle consiste à ensemercer en stries la surface de la gélose nutritif préalablement coulée et solidifiée dans les boîtes de pétrie quelques colonies des souches conservées pour les bactéries.

Les boîtes de pétrie renfermant chacune une souche microbienne sont incubées à 37°C pendant 24 h pour les bactéries.

1.2. Préparation des disques : Des disques de 6 mm du papier wattman sont mis dans l'autoclave pendant 20 minutes à 120 °C.

1.3. Préparation de l'inoculum : A partir des cultures jeunes préparées, nous prélevons quelque colonie des bactéries dans 9 ml d'eau physiologique stérile, nous agitons ensuite les tubes au vortex pendant quelques secondes. L'inoculum doit être utilisé dans les 15 min suivant sa préparation. Puis nous réalisons une lecture de la densité de chacune des suspensions microbiennes préparées, à l'aide d'une spectrophotométrie à une longueur d'onde de 620 nm. Donc l'absorbance doit être comprise entre 0.22 et .032 pour les bactéries.

1.4. Préparation des milieux de culture avec des suspensions microbiennes : Cette étape consiste à liquéfier les milieux gélosés, le milieu Muller-Hinton (MH) pour les bactéries.

Dans un bain-marie à 95° C, puis nous coulons aseptiquement le milieu en surfusion dans des boîtes de pétrie à raison de 15 ml par boîte. Nous laissons refroidir et solidifier sur la paillasse puis nous réalisons l'ensemencement par écouvillonnage à l'aide d'un coton-tige stérile contenue des suspensions microbiennes.

1.5. Dépôt de disque : Une fois le milieu de culture qui contient les suspensions microbiennes est solidifié. Nous prélevons aseptiquement à l'aide d'une pince stérile un disque absorbant stérile de 6 mm et l'imbiber avec le produit jusqu'à imprégnation totale du disque, puis nous le déposons sur la gélose préalablement préparée. Enfin, les boîtes sont ensuite fermées et laissés diffuser sur la paillasse pendant 30 min.

1.6. Incubation : Les boîtes de pétrie ont été incubées à 37° C pendant 24 h pour les bactéries (Annexe 03).

1.7. Résultat : La lecture des résultats se fait par la mesure du diamètre de la zone d'inhibition autour de chaque disque à l'aide d'une règle en mm.

Tableau 6 : Diamètre de la zone d'inhibition (Duraffourd, et al., 1990).

Diamètre de la zone d'inhibition	Résultats
$d < 8\text{mm}$	Souche résistante (-)
$9\text{ mm} \geq d \leq 14\text{ mm}$	Sensible (+)
$15\text{mm} \geq d \leq 19\text{ mm}$	Très sensible (+ +)
$d > 20\text{ mm}$	Extrêmement sensible (+ + +)

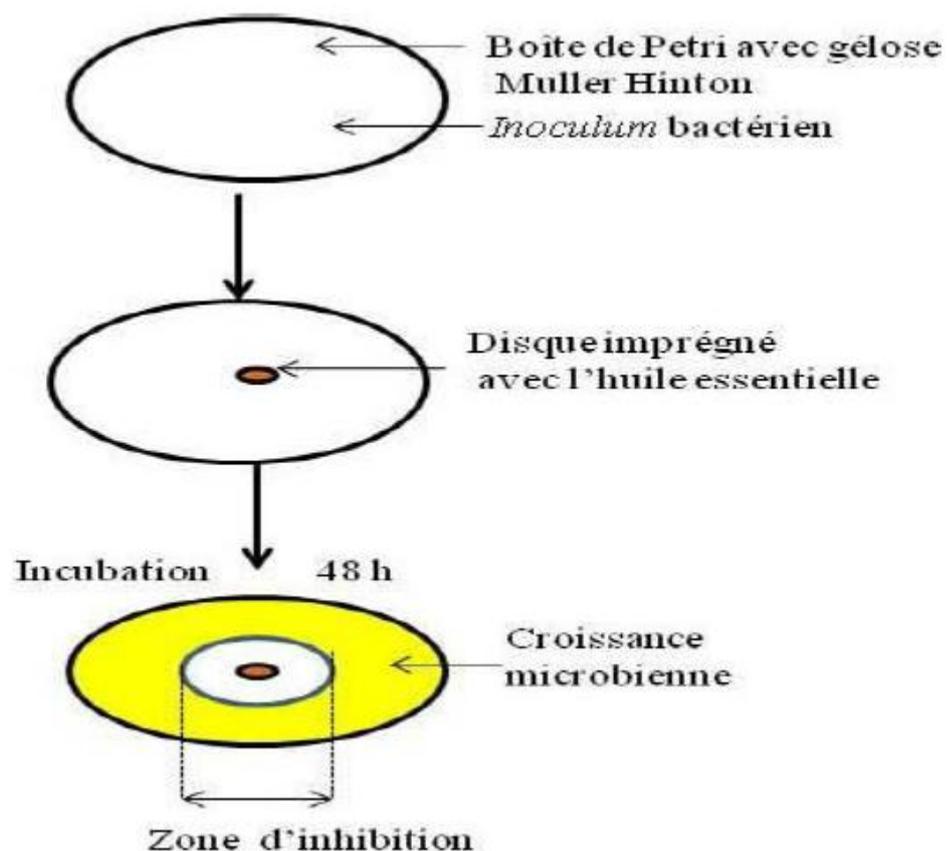


Figure 9 : Etude de l'activité antimicrobienne par la méthode de disque (Mnayer, 2014).

2.5. Etude fongique

Nous avons essayé d'évaluer l'activité antifongique de nos produits en se basent sur la méthode de contact direct sur milieu gélosé.

1. Protocol expérimental : Cette technique consiste à mélanger 1 ml de nos produits avec 9 ml du milieu sabouraud, dans un tube à essai stérile. Après agitation, le contenu a été versé dans une boîte de pétrie.

Une boîte contenant le milieu sabouraud a été utilisé comme témoin négative.

Un disque de champignon a été implanté au centre de chaque boîte (traité et témoin), ces dernières sont ensuite incubées à 30°C pendant 7 à 8 jours (Annexe 03).

2. Résultats : La suivie de la croissance fongique a été effectuée tous les deux jours jusqu'à la fin de la durée appropriée d'incubation où l'on procéda à la mesure des diamètres d'*Aspergillus* pour dégager le pourcentage d'inhibition ou taux d'inhibition, calculé comme suit :

$$\% \text{ d'inhibition} = ((MIc - MI t) / MIc) \times 100$$

MIc : Diamètre d'*Aspergillus* des colonies dans la boîte témoin (control).

MI t : Diamètre d'*Aspergillus* des colonies dans les boîtes traité.

L'extrait est qualifié de :

Tableau 7: Pourcentage d'inhibition.

Pourcentage	Résultats
75% - 100%	Très actif: La souche fongique est très sensible.
50% - 75%	Actif: La souche fongique est sensible.
25% - 50%	Moyennement actif: La souche fongique est limite.
0% - 25%	Peu ou pas actif: La souche est peu sensible ou résistance.

A l'issue de ces données, tout extrait ayant présenté un pourcentage d'inhibition supérieur à 50% sur une souche fongique est sélectionné pour la détermination de la concentration minimale inhibitrice (CMI) (Rotimi *et al.*, 1988 ; Alcamo, 1984).

2.6. Test d'efficacité :

Nous avons essayé de confirmer l'efficacité de nos produits par des tests de salive.

1. Protocole expérimental

Test 1: Après avoir mangé, à l'aide d'un coton-tige les microbes contenus dans la bouche ont été prélevés et mélangés séparément avec une quantité de notre (bio dentifrice et bio bain de bouche) jusqu'à imprégnation totale du disque, puis on le dépose sur la gélose préalablement préparée.

Test 2 : La bouche a été lavée par le (bio dentifrice et bio bain de bouche), le disque a été imprégné totalement par les microbes de la bouche puis on le dépose sur la gélose.

Enfin, les boîtes sont ensuite fermées et laissées diffuser sur la paillasse pendant 30 min puis incubée à 37° C pendant 24 h.

2. Résultats : La lecture des résultats se fait par la mesure du diamètre de la zone d'inhibition autour de chaque disque à l'aide d'une règle en mm.

Chapitre III :
Résultats et Discussions

III. Résultats et Discussion

III.1. Analyses de la matière première

III.1.1. Paramètres physico-chimiques

Les paramètres physico-chimiques de la matière première (Alun liquéfié) sont rassemblés dans le Tableau 8.

Tableau 8: Paramètres physico-chimiques de la matière première.

Paramètres physico-chimiques	pH	Conductivité (ms/cm)	Densité (g/cm ³)	Indice de Réfraction
Valeur	3.27	3.40	1.22	1.34219

pH : le pH initial de l'eau distillé est de 6.8, et la valeur de l'alun liquéfié est de 3.27, et ce, est inférieur à 3.3 solution aqueuse à 0.2 M. Cette acidité contribue à anéantissement des microbes, si le pH est acide les microbes se développeront moins bien, d'ailleurs la stabilité d'une préparation est considérée comme assurée dans le cas d'un pH (acidité) < 4.5 (**Isabelle, 2017**).

Conductivité : L'Alun liquide est en habilité de transmettre une charge, car les sels minéraux sont de bons conducteurs (**Québec, 2015**).

Densité : Les résultats de la densité de la pierre d'alun liquéfié est de 1.22 répondant aux données de la littérature qui atteste que la densité d'alun liquéfié est compris entre 1.2 et 1.36, ce qui explique la lourdeur du produit. Ce qui définit une assurance que la pierre d'alun est de bonne qualité et a conservé toutes les propriétés physico chimique (**Univar Inc 2015**).

Indice de réfraction : Pour certains auteurs, le faible indice de réfraction indique une moindre réfraction de la lumière ce qui favoriserait son utilisation dans les produits cosmétiques (**Boukhatem, et al., 2010**).

Au regard des résultats acceptables d'analyses physico-chimiques de la pierre d'alun, cette dernière mérite une place dans les produits pharmaceutiques pour plus d'informations nous avons utilisé des méthodes spectrales pour confirmer nos résultats.

III.1.2. Résultats de spectrométrie infrarouge IR

Les spectres de transmission des trois aluns d'Algérie, Maroc et de Yémen figurent sur les spectrogrammes (Fig 10,11 et 12).

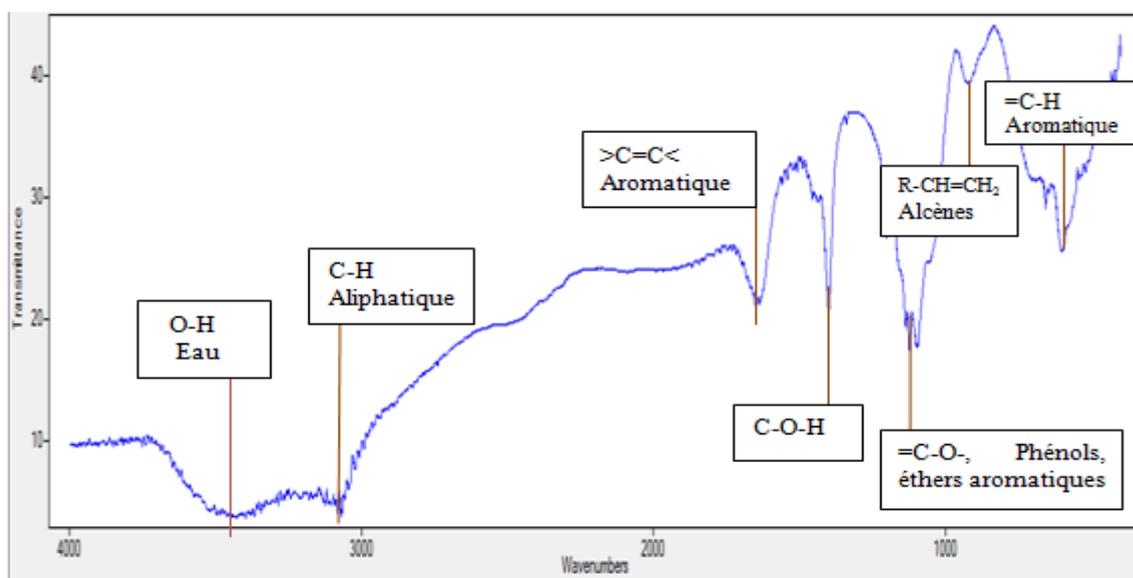


Figure 10 : Spectrogramme IR de la pierre d'alun d'Algérie.

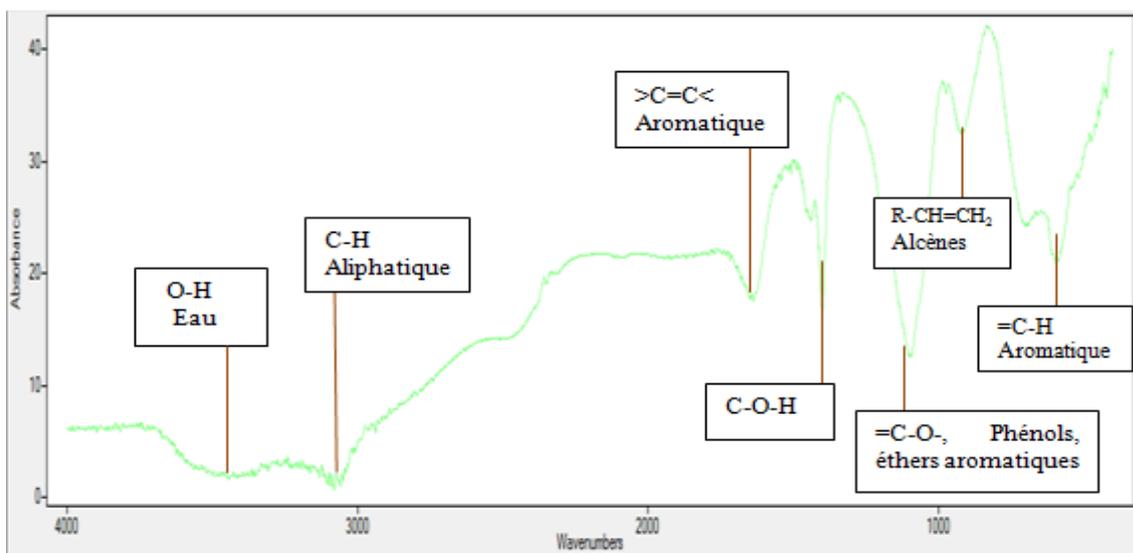


Figure 11 : Spectrogramme IR de la pierre d'alun de Maroc

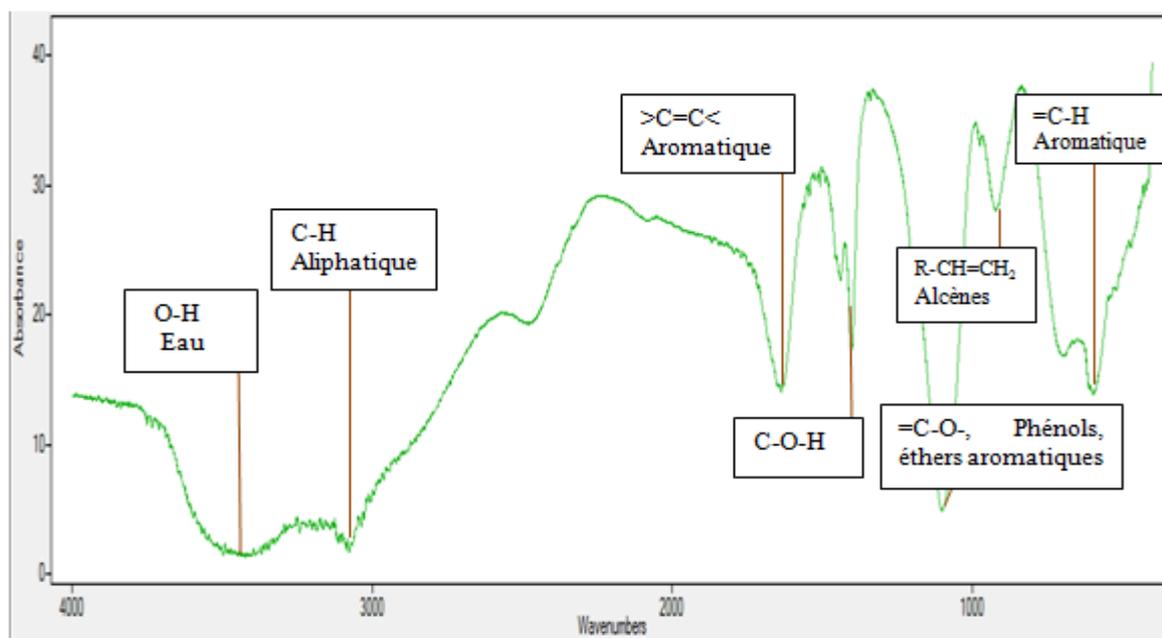


Figure 12 : Spectrogramme IR de la pierre d'alun de Yémen.

La bande d'absorption rencontrée à $[3125-3700\text{cm}^{-1}]$, corresponde à la vibration d'élongation O-H qui caractérise la liaison hydrogène correspondant à l'eau endogène de la pierre d'alun.

La bande d'absorption rencontrée à $[3000-3100\text{cm}^{-1}]$, corresponde à la vibration d'élongation $=\text{C-H}$ aromatiques parfois noyée dans les élongations C-H qui caractérise les aliphatique responsable de l'odeur.

La bande d'absorption rencontrée à $[1600-1685\text{cm}^{-1}]$, corresponde à la vibration d'élongation (fréquence faible à cause de la conjugaison) $>\text{C}=\text{C}<$ aromatique responsable de l'odeur.

La bande d'absorption rencontrée à $[1395-1440\text{cm}^{-1}]$, corresponde à la vibration de déformation pour C-O-H.

La bande d'absorption rencontrée à $[1000-1300\text{cm}^{-1}]$, corresponde à la vibration d'élongation $=\text{C-O-}$ qui caractérise les phénols et éthers aromatiques responsable de l'odeur.

La bande d'absorption rencontrée à $[910-990\text{cm}^{-1}]$, corresponde à la vibration de déformation qui caractérisent les alcènes $\text{R-CH}=\text{CH}_2$.

La bande d'absorption rencontrée à $[700-900\text{cm}^{-1}]$, corresponde à la vibration de déformation $=\text{C-H}$ qui caractérise les aromatique responsable de l'odeur (Abadi et Omri, 2014 ; Chikhoun, 2011).

Au vu des résultats obtenus nous réalisons que les trois Aluns ont les mêmes groupements fonctionnels et même structure chimique donc la région n'influe pas.

La superposition des spectres de trois Aluns est bien confondu (Annexe 04).

Une étude rhéologique s'impose pour l'étude de notre Alun liquéfié.

III.1.2. Résultats d'étude rhéologique

Nous avons utilisé le rhéomètre ADVANCED Rheometer (AR 2000), avec la géométrie Cylindre Conique. Les courbes qui traduisent graphiquement l'équation rhéologique d'état sont appelées rhéogramme. Les résultats sont présentés dans les figures 13 et 14.

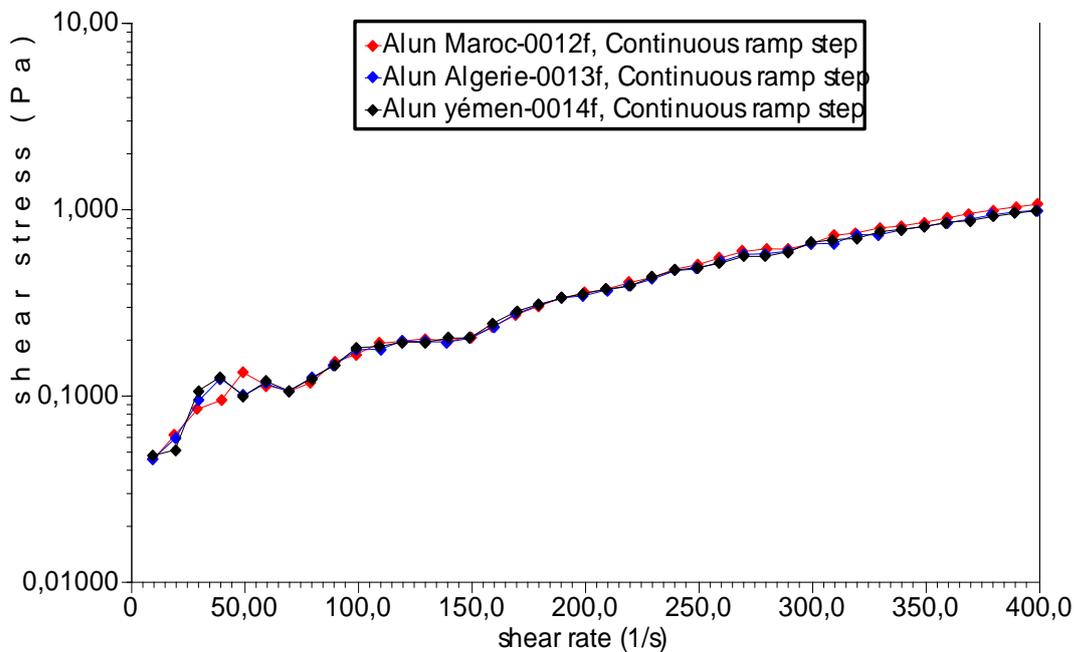


Figure 13 : Diagramme représentant la contrainte de cisaillement des trois aluns liquéfiés en fonction de taux de cisaillement.

D'après la (Fig 13) il est clair que la valeur de la contrainte de cisaillement des trois aluns croît avec la vitesse de cisaillement, mais que le rapport entre ces deux grandeurs va dépendre des propriétés du liquide considéré.

Ce rapport de la contrainte à la vitesse de cisaillement est appelé coefficient de viscosité. Celle-ci étant la capacité d'un fluide à s'écouler, en mécanique des fluides (**Couarraze et Grossiord, 1983 ; Grossiord et Quemada, 2001; Aboke et al., 2008**).

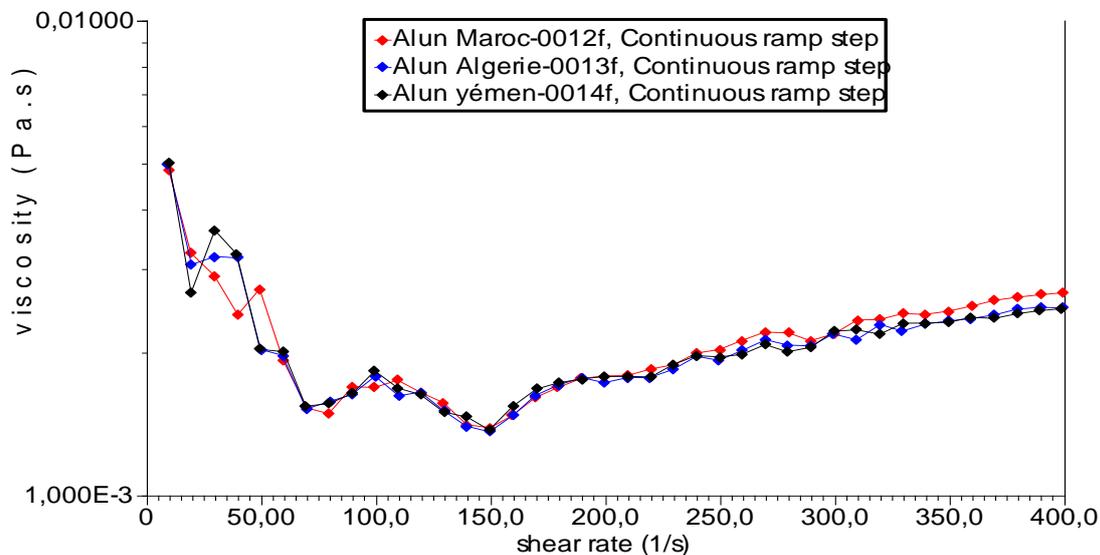


Figure 14: Courbe représente la viscosité des trois aluns liquéfiés en fonction de taux de cisaillement.

La viscosité est définie par la relation : $\eta = \sigma / v$

Avec :

σ : La contrainte de cisaillement.

v : la vitesse de cisaillement correspondante.

Elle est basée sur la mesure des forces de cisaillement, et permettant la mesure de la viscosité dynamique exprimée en pascal / seconde (**Guedouari, 2012**).

D'après la Fig 14, nous remarquons que la viscosité diminue et le taux de cisaillement augmente à certain seuil. Ce qui définit que notre matière présente des propriétés visqueuses de même qu'élastiques appelé fluide viscoélastique; c'est à dire, elle emmagasine une partie de l'énergie de déformation dans leur structure et en perd une partie par l'écoulement (**Chikhouné, 2011**).

III.2. Analyse des produits finis

Les figures 15 et 16 présentées par photos, apparentent clairement l'état organoleptique de nos produits synthétisés à savoir le bio dentifrice voir Fig 15 ainsi que le bio bain de bouche Fig 16.

III.2.1. Paramètres organoleptiques :



Figure 15: Bio dentifrice(Original).



Figure 16: Bio bain de bouche(Original).

Les paramètres organoleptiques des produits finis sont consignés dans le Tableau 9.

Tableau 9 : Les caractères des produits finis (Hadj Larbi, 2012).

Paramètres	Bio dentifrice	Bio bain de bouche
Aspect	Onctueux	Liquide
Couleur	Vert clair	Vert clair
Odeur	Fraicheur de menthe	Fraicheur de menthe

Homogénéité :

La Figure 15, montre la consistance de notre bio dentifrice. La vérification se fait à l'œil nu, nous remarquons une bonne répartition des produits avec absence de grumeaux qui témoignent leur homogénéité.

Pour le bio bain de bouche (Fig 16), nous remarquons également une homogénéité et limpidité du produit (Guedouari, 2012).

L'essai de nos deux produits nous laisse une sensation agréable de propreté, nous précisons que pour le rinçage avec le bio bain de bouche une sensation manifeste d'astringence ce qui contribue fraîchement à l'assainissement de la gencive.

Ces résultats apparents se confirment par le bais des résultats physico chimique suivant.

III.2.2. Paramètres physico-chimiques

Les paramètres physico-chimiques des produits finis sont rapportés dans les Tableaux 10 et 11 avec: Tableau 10 pour le bio dentifrice et Tableau 11 pour le bio bain de bouche.

Tableau 10: Paramètres physico-chimiques de bio dentifrice.

Paramètres physico-chimiques	pH	Conductivité (ms/cm)	Densité (g/cm ³)	Indice de Réfraction
Valeur	4.5	2.19	1.31	1.37341

Tableau 11 : Paramètres physico-chimiques de bio bain de bouche.

Paramètres physico-chimiques	pH	Conductivité (ms /cm)	Densité (g/cm ³)	Indice de Réfraction
Valeur	3.5	6.27	1.010	1.33619

pH: Le pH de la pâte du bio dentifrice est de 4.5, ce qui peut être correspond au pH acide de la pierre d'alun et celui du bio bain de bouche est de 3.5 étant dans le même ordre d'acidité, la littérature nous confirme que la limite d'un pH = 4.5 est importante car c'est la limite à partir de laquelle les microbes pathogènes ne se multiplient plus (**Isabelle, 2017**).

Conductivité: Les valeurs obtenues indique que la conductivité de bio dentifrice est évidemment inférieure à celle de bio bain de bouche qui due à la présence de chlorure de sodium dans la composition de bio bain de bouche, mais ils restent des bons transmetteurs du courant.

Densité: Relativement aux résultats, les valeurs obtenues sont en norme. Ce qui explique la lourdeur du bio dentifrice et la légèreté de bio bain de bouche (**Hadj Larbi, 2012**).

Indice de réfraction: D'après les résultats les valeurs sont faibles ce que indiquent que la pâte de bio dentifrice et le bio bain de bouche ont une faible réfraction de la lumière favorisant leurs implication dans la réalisation des produits pharmaceutiques (**Boukhatem, et al., 2010**).

Au vu des résultats obtenus nous confirmons que nos produits sont de bonnes qualités, nous permettant de vérifié leur composition chimique par spectroscopie IR.

III.2.3. Résultats de spectrométrie IR :

Les spectrogrammes (Fig 17 et 18) traduisent pour l'essentiel des vibrations révélatrices de bio bain de bouche et de bio dentifrice à savoir Fig 17 pour bio bain de bouche ainsi que le bio dentifrice Fig18.

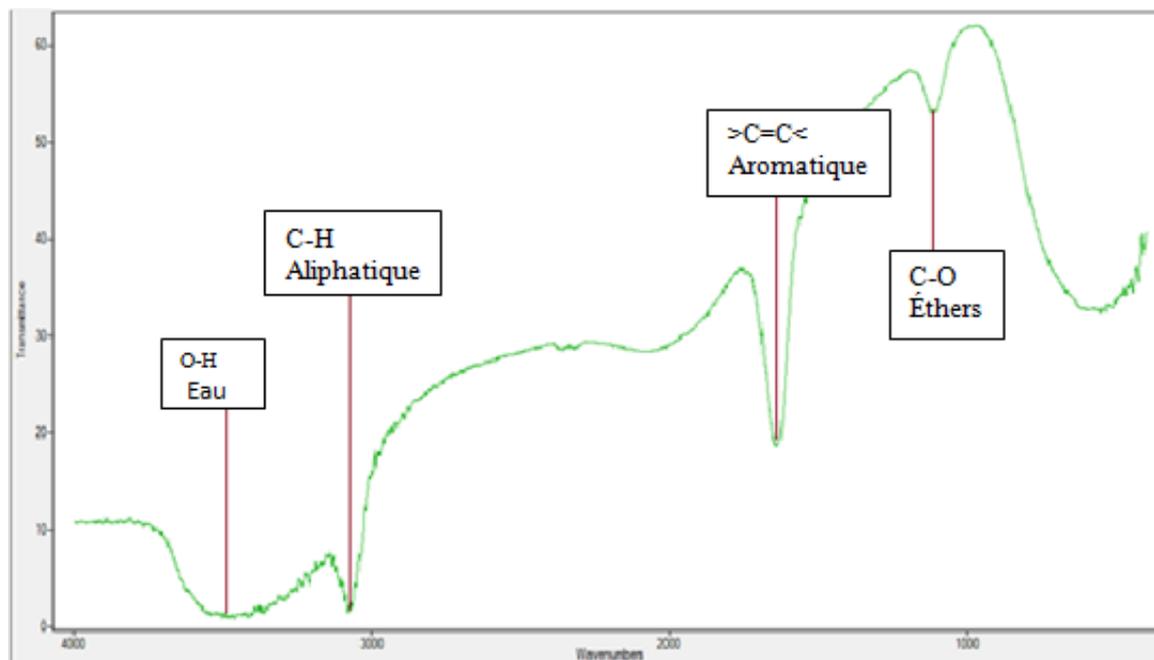


Figure 17:Spectrogramme IR de bio bain de bouche.

La bande d'absorption rencontrée à $[3125-3700\text{cm}^{-1}]$, corresponde à la vibration d'élongation O-H qui caractérise la liaison hydrogène correspondant à l'eau de préparation.

La bande d'absorption rencontrée à $[3000-3100\text{ cm}^{-1}]$, corresponde à la vibration d'élongation aromatique parfois noyée dans les élongations C-H qui caractérise l'aliphatique responsable de l'odeur.

La bande d'absorption rencontrée vers 1640 cm^{-1} corresponde à la vibration d'élongation $>\text{C}=\text{C}<$ aromatique responsable de l'odeur.

La bande d'absorption rencontrée à $[1000-1150\text{ cm}^{-1}]$, corresponde à la vibration d'élongation C-O qui caractérise les éthers C-O-C.

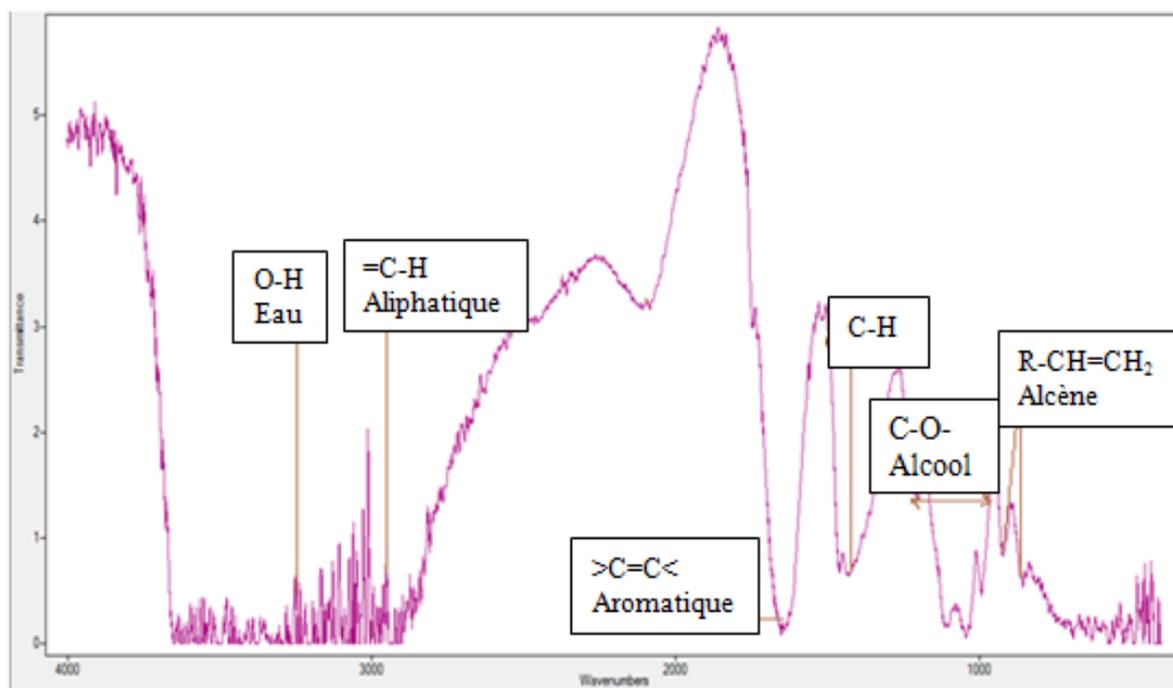


Figure 18 : Spectrogramme IR de bio dentifrice.

La bande d'absorption rencontrée à $[3125-3700\text{ cm}^{-1}]$, corresponde à la vibration d'élongation O-H qui caractérise la liaison hydrogène correspondant à l'eau de préparation.

La bande d'absorption rencontrée à $[3000-3100\text{ cm}^{-1}]$, corresponde à la vibration d'élongation $=\text{C}-\text{H}$ aromatiques parfois noyée dans les élongations C-H qui caractérise les aliphatiques responsable de l'odeur.

La bande d'absorption rencontrée vers 1640 cm^{-1} corresponde à la vibration d'élongation $>\text{C}=\text{C}<$ aromatique responsable de l'odeur.

La bande d'absorption rencontrée vers 1450 cm^{-1} correspond à la vibration de déformation C-H dans CH_2 .

Les bandes d'absorptions rencontrent vers 1200cm^{-1} , 1100cm^{-1} , 1043 cm^{-1} correspond à la vibration d'élongation C-O- qui caractérise l'alcool qui provient de glycérol.

Les bandes d'absorption rencontre vers 990 cm^{-1} , 910 cm^{-1} correspond à la vibration de déformation R-CH=CH_2 qui caractérise les alcènes (Abadi, Omri, 2014 ; Chikhoun, 2011).

Il est à remarque que les bandes d'absorption définissant le bio dentifrice sont similaire à celle du bio bain de bouche.

Cette étude de l'infrarouge nous a conduits à une vérification comportementale de l'écoulement d'un fluide visqueux ou pâteux.

III.2.4. Résultats d'étude rhéologique

Pour l'étude rhéologique, nous avons utilisé le rhéomètre ADVANCED Rheometer (AR 2000), avec la géométrie Cylindre Conique pour le bio bain de bouche et la géométrie Vanne Rotor pour le bio dentifrice. Les résultats sont présentés dans les Fig19 et 20.

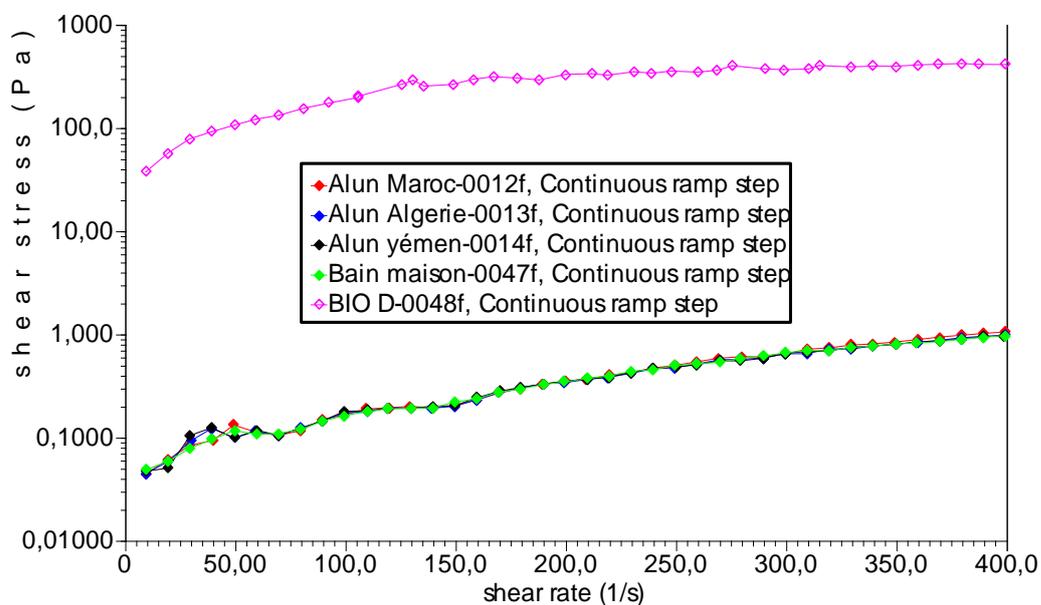


Figure 19 : Diagramme représentant la contrainte de cisaillement des produits finit en fonction de taux de cisaillement.

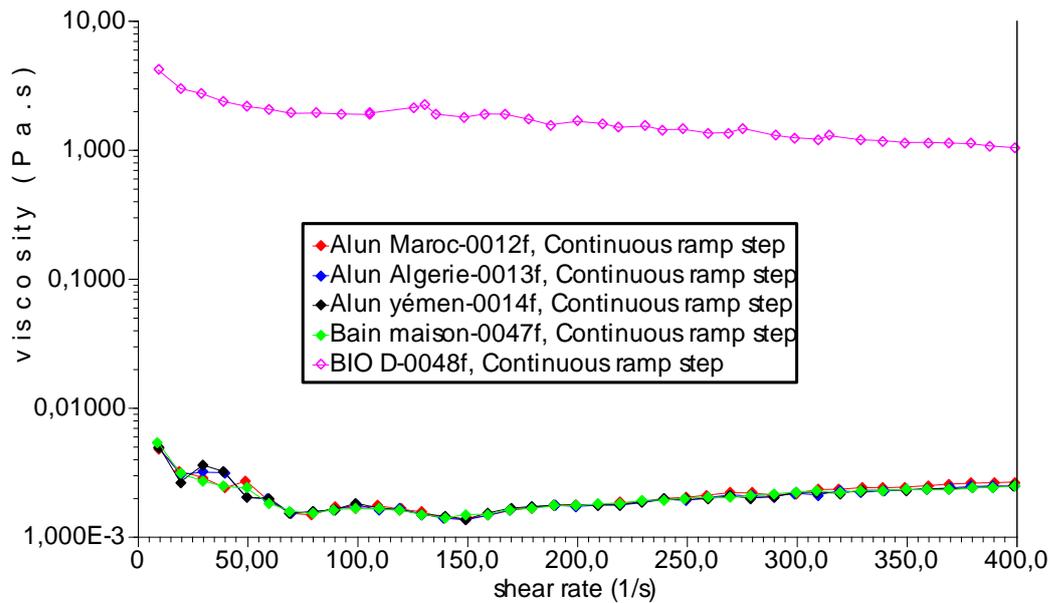


Figure 20: Courbe représente la viscosité des produits finit en fonction de taux de cisaillement.

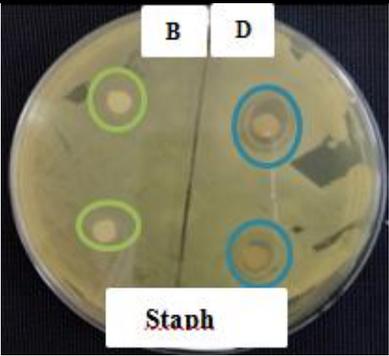
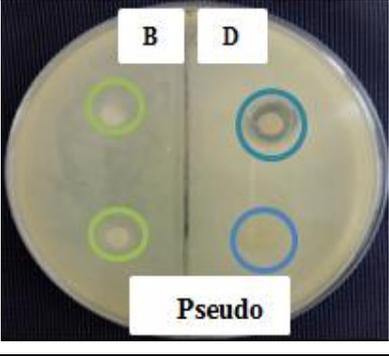
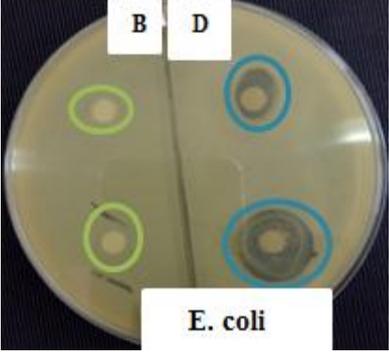
Le graphe indiquant la viscosité en fonction du taux de cisaillement montre que le bio dentifrice et le bio bain de bouche étudiés sont du type dit « rhéo-fluidifiant » car la viscosité diminue lorsque le taux de cisaillement augmente (Fig 20). C'est le cas des bons produits qui sont fluides à l'étalement mais plus visqueuses au toucher (**Guedouari, 2012**). D'après **Hadj Larbi (2012)**, la nature des produits sont des fluides non Newtonien à seuil.

Une seconde interprétation consiste à remarquer que la viscosité de bio dentifrice plus élevé par rapport à celle du bio bain de bouche, cette augmentation s'explique par la concentration du l'onctuosité du bio dentifrice.

III.2.5. Résultats d'étude bactéricide

Les résultats de l'étude bactéricide sont regroupés dans le Tableau 12.

Tableau 12: Résultats de l'activité antimicrobienne de bio dentifrice et de bio bain de bouche, avec B (bio bain de bouche) et D (bio dentifrice).

Souches	Evaluation du test de l'effet bactéricide	Diamètre moyen en (mm)	
		Bio bain de bouche	Bio dentifrice
<i>Staphylococcus aureus</i>		16 mm ± 3.265	18 mm ± 2.943
<i>Pseudomonas aeruginosa</i>		16 mm ± 1.631	20 mm ± 2.160
<i>Echerichia Coli</i>		18 mm ± 1.632	28 mm ± 1.632

Pour chaque souche testée, nous avons mesuré le diamètre d'inhibitions dont la valeur moyenne résulte de trois essais.

L'étude bactéricide a été effectuée par la méthode de diffusion sur gélose (la méthode du disque absorbant). Elle montre que la pâte bio dentifrice et le bio bain de bouche à base de la pierre d'alun possèdent une activité bactéricide sur les différentes souches. A remarque que la sensibilité des souches varie d'une souche à l'autre.

D'après le tableau nous pouvons conclure que : Le bio dentifrice et le bio bain de bouche à base de la pierre d'alun inhibent les souches étudiées et entraînent des variations de diamètre, et ce, en fonction de l'espèce considéré.

Le bio dentifrice est faiblement actif sur *Pseudomonas aeruginosa* avec un diamètre d'inhibition de 18 mm par contre nous constatons une sensibilité extrêmes et un très bon effet par *Staphylococcus aureus* et *Echerichia Coli* vis-à-vis de la pâte dont le diamètre est de 20 mm et 28 mm successivement.

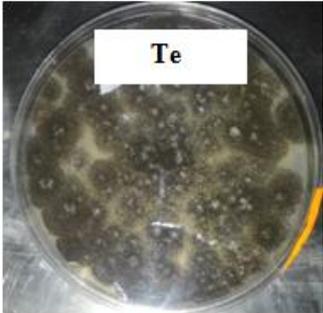
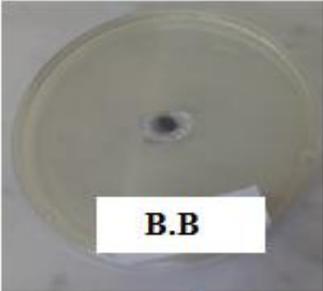
Le diamètre d'inhibition du bio bain de bouche est compris entre 16 et 18 mm. Les niveaux de sensibilité des bactéries vis-à-vis le bio bain de bouche sont relativement proches ; pour *Staphylococcus aureus* et *Pseudomonas aeruginosa* leur diamètre est de 16 mm et pour *Echerichia Coli* le diamètre est de 18 mm Tableau 12 (Duraffourd, et al., 1990).

Le bio dentifrice et le bio bain de bouche possèdent des capacités hautement bactéricides. Ils sont particulièrement efficaces contre les micrococcaceas (bactérie gram positives) et ont des répercussions sur l'inhibition des bactéries gram négatives Tableau 12 (Castillo, 2014)

III.2.6. Résultats d'étude fongique

Les résultats de l'étude fongique sont présentés dans le tableau 13.

Tableau 13 : Résultats de l'activité antifongique de bio dentifrice et bio bain de bouche.

Echantillon	Evaluation du test de l'effet fongique	Diamètre en (mm)
Témoin		85 mm
Bio dentifrice		8 mm
Bio bain de bouche		23 mm

Pour chaque essai, nous avons mesuré le diamètre d'inhibition.

L'étude fongique a été effectuée par la méthode de contact direct sur milieu gélosé.

Les résultats, mettent en évidence l'existence d'une bonne activité antifongique à l'encontre de la souche fongique.

Notre bio dentifrice et bio bain de bouche à base de la pierre d'alun sont résistants à *l'Aspergillus niger*.

Le bio dentifrice est très actif sur (*A. n*) dont le pourcentage d'inhibition est de 90%, ce qui explique que la souche fongique est très sensible.

De plus, le bain de bouche est actif sur (*A. n*) avec un pourcentage de 73%, ce qui explique que la souche fongique est sensible Tableau 13 (Rotimi et al., 1988; Alcamo, 1984).

D'après l'étude bactéricide et fongique, nous concluons que la pierre d'alun possède des propriétés antimicrobiennes relativement puissantes qui détruisent les bactéries et qui résiste aux champignons. Cette synergie la rend donc particulièrement efficace pour l'usage qui leur attribué dans le domaine des cosmétiques (Castillo, 2014).

III.2.7. Résultats de test d'efficacité

Les résultats de test d'efficacité sont présentés dans les tableaux 14 et 15 à savoir Tableau 14 pour le bio dentifrice et Tableau 15 pour le bio bain de bouche.

Tableau 14 : Résultats de test d'efficacité d'un bio dentifrice.

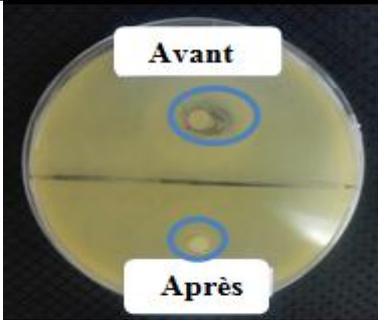
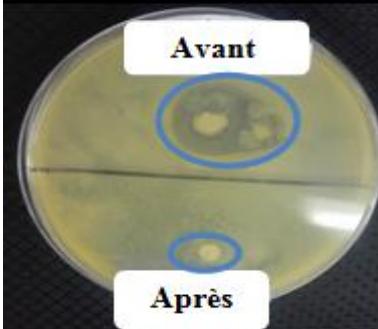
Souches	Evaluation du test de l'effet bactéricide	Diamètre d'inhibition en (mm)
<i>Echerichia coli</i>		20 mm
		12 mm
<i>Staphylococcus aureus</i>		30 mm
		16 mm

Tableau 15 : Résultats de test d'efficacité d'un bio bain de bouche.

Souches	Evaluation du test de l'effet bactéricide	Diamètre d'inhibition en (mm)
<i>Echerichia coli</i>	Avant	24 mm
	Après	14 mm
<i>Staphylococcus aureus</i>	Avant	26 mm
	Après	12 mm

La mesure du diamètre d'inhibition pour chaque souche testée pour le test de la salive avant et après traitement.

Après le lavage nous remarquons que quel que soit le Gram de la souche, le diamètre d'inhibition diminue, et ce, pour le bio dentifrice.

Le lavage par le bio bain de bouche a donné des résultats similaires ce qui nous conduit à conclure que nos produits ont une bonne efficacité à l'encontre des souches microbiennes de la bouche (Tableau 14 et 15).

Conclusion Générale

CONCLUSION GENERALE

Ce travail a porté à la formulation d'un bio dentifrice et d'un bio bain de bouche à base de la pierre d'alun à effet pharmacologiques. Ce travail a nécessité une batterie d'analyse de pointe.

Le contrôle de la matière première apporté sur une analyse physico chimique, Les paramètres organoleptiques, l'analyse par la spectrométrie infrarouge, la formulation de bio dentifrice et de bio bain de bouche, détermination du comportement rhéologique et une recherche antimicrobienne de bio dentifrice et du bio bain de bouche formulé à base de la poudre d'alun.

Le contrôle de la matière première apporté sur une analyse physico chimique donnant des résultats conformes aux normes.

Les paramètres organoleptiques, nos produits nous laisse une sensation agréable de propreté et d'astringence ce qui contribue fraîchement à l'assainissement de la gencive.

Les résultats obtenus lors de l'analyse par spectrométrie IR, nous identifier les composés moléculaires organiques et nous examiner les structures moléculaires contenant dans la poudre d'Alun, le bio dentifrice et dans le bio bain de bouche.

L'élaboration de la synthèse de bio dentifrice et de bio bain de bouche c'est effectué dans un laboratoire salubre à une température ambiante de 25°C, dans les deux cas nous n'avons rencontré aucune embuche de préparation qui ont facilité les analyses ultérieurs inhérente a nos produits.

Il a été constaté d'après les résultats de l'étude rhéologique que l'augmentation de la concentration de la poudre d'alun augmente l'onctuosité du bio dentifrice.

Le bio dentifrice et le bio bain de bouche à base de la poudre d'alun possèdent une activité bactéricide et fongique sur les différentes souches microbiennes.

Nous pouvons conclure que la poudre d'Alun est un outil excellent pour l'hygiène buccale. Etant aisément disponible dans cette partie du monde et peu coûteux.

Cette réalisation de la formulation de bio dentifrice et de bio bain de bouche à base de la pierre d'alun est unique en ce genre d'après nos recherche bibliographique nous n'avons trouvé aucun référence faisant allusion a notre étude.

Comme perspectives Il serait souhaitables de compléter et d'améliorer cette étude par :

- Etude Approfondie de l'efficacité de la pierre d'Alun.
- Détermination des métaux contenant dans la pierre d'Alun par Spectrométrie d'adsorption atomique.
- Détermination de la structure macroscopique par le MEB (Microscope électronique a balayage).
- Nécessité de d'autres tests de toxicité.
- Détermination de la rémanence.
- Conformité par rapport à législation.

Références Bibliographiques

Références Bibliographiques

Abadi, Kh., Omri, R., 2014. Etude vérificatif de la validité des concentrations des quelques composés actifs dans les médicaments commercialisés.63p. Mémoire Master Académique : Génie des procédés : Génie chimique : Université El Oued.

Aboke, C., Benarou, A., Dolez, M., Guillet, K., Jamet, E., Moreau, A., Moutouvirin, A., Poirier, M. et Ranga, P. 2008. Le beurre et la margarine : Rapport de rhéologie. Ecole Supérieure de Microbiologie et Sécurité Alimentaire de Brest (ESMISAB), Université de Bretagne Occidentale. 105p.

Alcama. E. I. (1984). Fundamentals of Microbiology. Ed: Addison-Wesly publishing company. London. Pp 310-341.

Amazon, 2017. Disponible sur : < www.la-pierre-alun.com/proprietes-vertus-pierre-alun >. (Consulté le 10 février 2017).

ASEF, 2017. Association Santé Environnement France. L'aluminium, ce métal qui nous empoisonne. Disponibles sur : < <http://www.asef-asso.fr/production/laluminium-ce-metal-qui-nous-empoisonne-la-synthese-de-lasef/> >. (Consulté le 15 février 2017).

Batisse, E., 2014. L'aluminium, un produit dangereux pour la santé présent en thérapeutique et en cosmétique : mythe ou réalité ?. Thèse doctorat. Université De Lorraine. Faculté De Pharmacie. p 82.

Beadnell, H. J. L., 1909. An Egyptian Oasis, An account of the Oasis of Kharga in the Libyan Desert, with Special Reference to History, Physical Geography and Water Supply, London, 1909.physiques,volume 1.

Ben azouz, K., 2010. Relation entre propriétés rhéologiques et structure microscopique de dispersions de particules d'argile dans des dispersions de polymères. Université de Haute Alsace-Mulhouse.

Beylot, G., 2011. Les soins déodorants et anti transpirants. Actualités pharmaceutiques, 509 : pp. 51-54.

Boukhatem, M., Hamaidi, M., Saidi, F., Hakim, Y., 2010. Extraction, composition et propriétés physico-chimiques de l'huile essentielle du Géranium Rosat (*Pelargonium graveolens L.*) cultivé dans la plaine de Mitidja (Algérie)- Revue « Nature & Technologie ». Vol. 03. pp. 37-45. Blida (ALGERIE).

Cardo-sabian, M., 2008. Réfraction et Indice de Réfraction. Disponible sur : < <http://www.dicoptic.izispot.com/> >. (Consulté le 31 mai 2017).

Castillo, D., 2014. DESS De Cosmétologie : Les sels d'aluminium. Université du Québec à Chicoutimi. 34p.

Cheikh, M.F.K., 2007. Etude de la qualité des pâtes dentifrices commercialisées en Mauritanie : norme de présentation et teneur en fluorures. Thèse, faculté de médecine de pharmacie et d'odontostomatologie, Dakar, 36p.

Chemtrade, 2016. Alun liquide. Disponible sur : < <http://www.chemtradelogistics.pdf.com>>. Consulté (le 05 mai 2017).

Chikhoun, A., 2011. Texture d'une margarine nouvellement formulée et effet des huiles incorporées (Hydrogénées et interstérifiées). Mémoire magister. Université Mentouri-Constantine, P : 9.

Couarraze, G., et Grossiord, J.L., 1983. Initiation à la rhéologie. Ed: Tech et Doc. 27-28.

Coussot, Ph. et Grossiord, J.L. 2002. Comprendre la rhéologie : de la circulation du sang à la prise du béton EDP Sciences.

Delange, J., 2011. La pierre d'alun. 2011. Edition chariot d'or. Disponible sur : < <http://www.editions-chariot-dor.fr.pdf> >. (Consulté le 22 janvier 2017).

Didouche, Y. F., 2012. Valorisation d'un déchet industriel impact écologie économique. Thèse doctorat. Université M'Hamed Bougara Boumerdes, pp: 55, 56, 58.

Duraffourd, C., Dhervicont, L. et Lapraz, L.C., 1990. Cahier de phytothérapie clinique, Examen de laboratoire galénique, Elément thérapeutiques synergiques. Tome 1, ED MASSON, Paris, p: 89.

Ecodis, 2010. Sel d'alun. Pentures naturelles kreiderzeit. D. 31196 sehlem.Pdf.

Fauchere, J.L., et Avril, J.L., 2002. Bactériologie générale et médicale .Ellipses, Paris, p : 365. Disponible sur : <http://www.unitheque.com/livre/ellipses/Bacteriologie_generale_et_medicale-1724.html >. (Consulté le 03 mai 2017).

Faure, S., 2012. Soins de l'hyper hidrose : antiperspirants et règles hygiéno-diététiques. Revue du podologue, 46 : pp. 29-31.

Guedouari, R., 2012. Etude Comparative Pharmacognosie des Différentes Parties du *Laurus Nobilis L.* Essais de Formulation Thérapeutiques. 143 p. Mémoire de Magister : Génie des Procédés Chimiques et Pharmaceutiques : Industrie Pharmaceutique, pp. 111-112-113.

Grossiord, J.L., et Quemada, D., 2001. In : « Des concepts aux outils ». Comprendre la rhéologie de la circulation du sang à la prise du béton. Ed : EDP Sciences. pp. 9-31.

Hadj Larbi, Kh., 2012. Etude rhéologique et bactéricides d'une pâte dentifrice à base de siwak. Mémoire de Magister : génie des procédés. Faculté des hydrocarbures et la chimie.

Isabelle, 2017. Les microbes. Disponible sur : < <http://www.asso-alpe.fr/fichiers/isabelle/Microbes.pdf> >. Consulté (le 23 mai 2017).

La pierre d'alun, 2017. Disponible sur : < www.pierre-alun.com/pierre-d-alun/vertus.html >. (Consulté en février 2017).

Lange, D., et Mauny, R., 1986. « Alun », in Gabriel Camps (dir.), *4 / Alger – Amzwar*, Aix-en-Provence, Edisud (« Volumes », no 4), [En ligne], mis en ligne le 01 décembre 2012, Disponible sur : < <http://encyclopedieberbere.revues.org/2455> >. [Consulté le 24 janvier 2017].

LMA, 2017. Le Marche Africain. Disponible sur : < <http://www.lemarcheafricain.com> >. (Consulté le 18 février 2017).

Lombardi, G., 1977. Alunite in Italy. Occurrence and genesis, in: Proc. 8th Int. Kaolin Symposium and Meeting on Alunite, Madrid-Rome, A-3, pp. 1-19.

Mahieu, A., 2014. Bains de bouche : Quelle classification adopter afin d'en faciliter la prescription? .52 p. Thèse de doctorat : Collège des Sciences de la Santé : UFR des Sciences Odontalgiques.

Mnayer. D., 2014. Eco-Extraction des huiles essentielles et des arômes alimentaires en vue d'une application comme agents antioxydants et antimicrobiens. Thèse doctorat. Autre. Université d'Avignon. P 53.

Martin, J., Younos, Ch., Chevin, J. C., Lazrek, M. Ch., 1988. L'Alun du Yémen. In: Revue d'histoire de la pharmacie, 76^e, n°278, pp. 273-284. Disponible sur : < <http://www.persee.fr/doc/pharm> >.

Mauss F., 1994. Etude De La Décomposition Thermique De L'alun D'ammonium. Thèse doctorat. Génie des procédés. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 129p.

McGrath, K.G., 2003. An earlier age of breast cancer diagnosis related to more frequent use of antiperspirants/deodorants and underarm shaving. *European Journal of Cancer Prevention* 12, pp.479-485.

OSMA, 2017. OSMA laboratoire. Disponible sur < <http://www.alterafrica.com/pierre-alun.html> >. (Consulté le 13 février 2017).

Palache, Ch., Berman, H., Frondel, C., 1951. *The System of Mineralogy of J.D. Dana and E.S. Dana*, 7e édition, vol. II, New York.

Pascaud, C., 1997. Le développement du procédé Hall- Héroult et son accompagnement par la propriété industrielle, *Cahiers d'histoire de l'aluminium*, 20, Paris, pp. 61-86.

Pegolotti F.B., 1936. *La pratica della mercatura*, éd. A. Evans, Cambridge, Mass., The Medieval Academy of America, no 24.

Picon, M., 2005. *L'Alun de méditerranée*. Ouvrage. Naples/Aix-en-Provence. pp13-32.

Pierre d'alun, 2017. Disponible sur : < www.alun.fr/deodorant/pierre-alun/8-structure-chimique-et-physique-pierre-alun >. (Consulté le 14 mars 2017).

Québec, 2015. Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. Détermination de la conductivité : méthode électrométrique. MA.115- Cond. 1.1, rév.1, Ministère du développement durable, de l'environnement et de la lutte contre les changements climatiques, 9 p.

Rotimi. V.O, Laughon. B.E. Barlet. J. S. et Mosadomi. H. A. (1988). Activities of Nigerian Chewing sticks extract against *Bacterioides gingivalis* and *Bacterioides melaninogenicus*. Thèse de Doctorat. 119 p.

Singer, Ch., 1948. *The Earliest Chemical Industry 1 An Essay in the Historical Relations of Economies and Technology illustrated from the Alum Trade*, London, 337 p. (The Folio Society).

Univar Inc, 2015. Fiche signalétique. Aluminium sulphate 48 % solution. Disponible sur : <https://www.plantproducts.com/fr/image/aluminum_sulphate_48_FTSS_EXP2018-06-08.pdf>. (Consulté le 17 mai 2017).

Vacca, S., 2003. Préparation et usages de l'alun blanc(BAIFAN) dans la Chine de la fin des ming. Disponible sur : < http://www.gis.reseau-asie.Org/uploaded_files/congress/t_01_vaacca_stephane.pdf >. (Consulté le 26 janvier 2017).

Références Bibliographiques

Wefers, K., et Mistra, C., 1987. Oxides and hydroxides of aluminum. Alcoa Technical Paper n°19 revised, Alcoa Laboratories.

Wertz, A., 2011. Cliniques universitaires saint Luc. Soins de Support en Oncologie. Disponible sur : < <http://www.farm.ucl.ac.be/cfcl/conferences> >. (Consulté le 06 mars 2017).

Willy, R., 2010. Le point sur les dentifrices. 144p. Thèse d'état : Chirurgie dentaire. Université de Nantes.

GLOSSAIRE

GLOSSAIRE

Alumine : Le terme alumine englobe des composés chimiques de formule Al_2O_3 hydratés ou anhydres.

Anti transpirant : Est un régulateur qui influe sur la sécrétion de sueur, en évitant la sensation désagréable d'humidité sous les aisselles. Lui, masque les mauvaises odeurs, tout en agissant sur le flux de transpiration grâce à un actif anti-transpirant de type sels d'aluminium.

Astringence : Désigne une capacité à contracter les muqueuses et resserre les tissus ou diminue la sécrétion.

Fumerolle : Fissure ouverte par laquelle s'échappent des gaz volcaniques plus ou moins chauds.

Hémostase : Est l'ensemble des phénomènes physiologiques qui concourent à la prévention et à l'arrêt des saignements.

Hydrothermales et fumerolliennes : Sont ses zones d'observation privilégiées de l'activité d'un volcan.

Hydrothermale : Sont des sources d'eau chaude observées au niveau des dorsales océaniques.

Hypoallergénique : Fait référence à un produit spécialement formulé pour minimiser les risques d'allergie liés à son utilisation.

Ignifugation : Consiste à protéger, diminuer, contrôler ou retarder la combustion des matériaux inflammable. Cela consiste à protéger les matériaux combustibles contre la chaleur et le feu.

Kaolinite : Est un minéral argileux composé de silicate d'aluminium hydraté, de formule $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ du groupe des silicates.

Schistes Argileux : Sont des roches cohérentes, finement cristallisées, dans lesquelles on peut rencontrer du quartz, de la calcite, de la pyrite.

ANNEXES

Annexe 01

1. Les trois formes d'alun :

- L'alun se présente sous deux formes d'hydratation différentes :

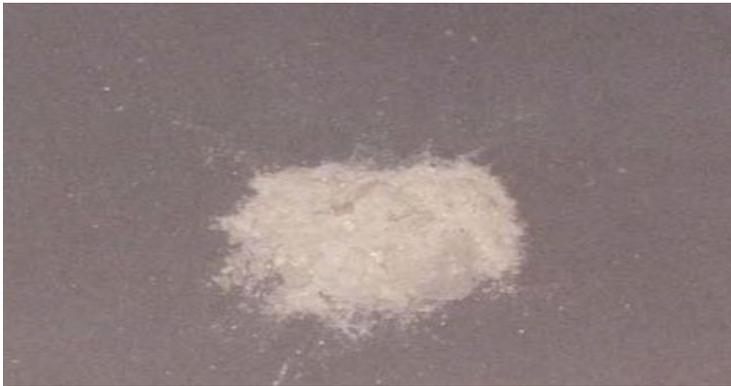


Figure 1 : Alun brillant $\text{K Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$.

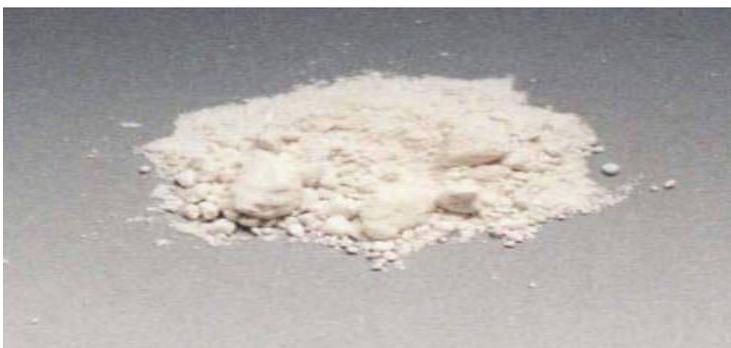


Figure 2 : Alun poudre $\text{K Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$.

- Le cristal totalement déshydraté :



Figure 3: Alun cristal $\text{K Al}(\text{SO}_4)_2$ (Vacca, 2003).

2. Les trois aluns étudiés



Figure 4: Alun d'Algérie (Original).



Figure 5: Alun de Maroc (Original).



Figure 6: Alun de Yémen (Original).

Annexe 02

Le matériel utilisé est indiqué dans le tableau 3.

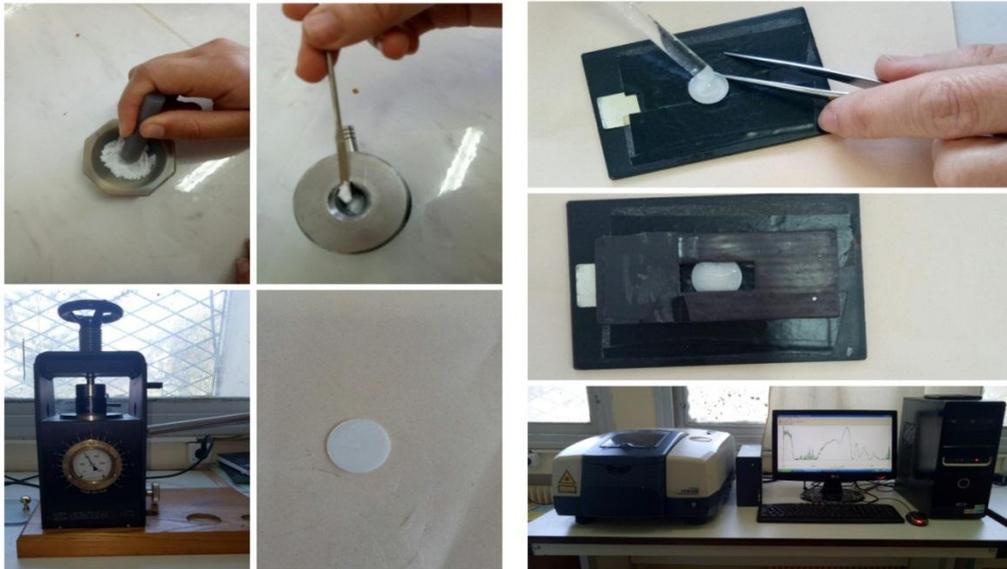
Tableau 3 : Matériel non biologique.

Appareillage et autres	Réactifs et solutions	Milieux de cultures
<p>Etuve, Autoclave, Bain marie, Balance, Vortex, Agitateur, Réfrigérant, Bec benzène, pH mètre, Conductimètre, Densimètre, Rhéomètre, Spectromètre, Boîtes de pétrie, Pince stérile, Seringue, Papier Whatman, Pipette graduée, Erlenmyer, Eprouvette graduée, Béchers, Règle en mm, Les Tubes à essai, Disque stérile, Coton tige stériles, Pipette pasteur, Tamis 50µm, Tubes à vise stérile, Mortier, Pilon.</p>	<p>Eau physiologique. Eau de javel. Eau distillé. KBr.</p>	<p>Muller-Hinton. Sabauraud.</p>

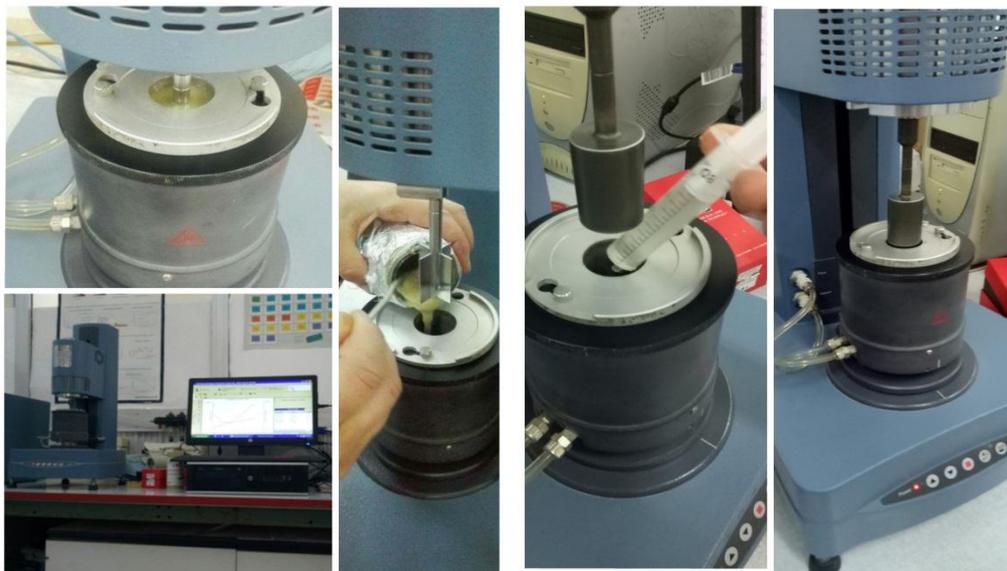
Annexe 03

Les méthodes d'analyses

Spectrométrie IR (Photos original)



Etude rhéologique (Photos original)



Etude bactéricide (Photos original)

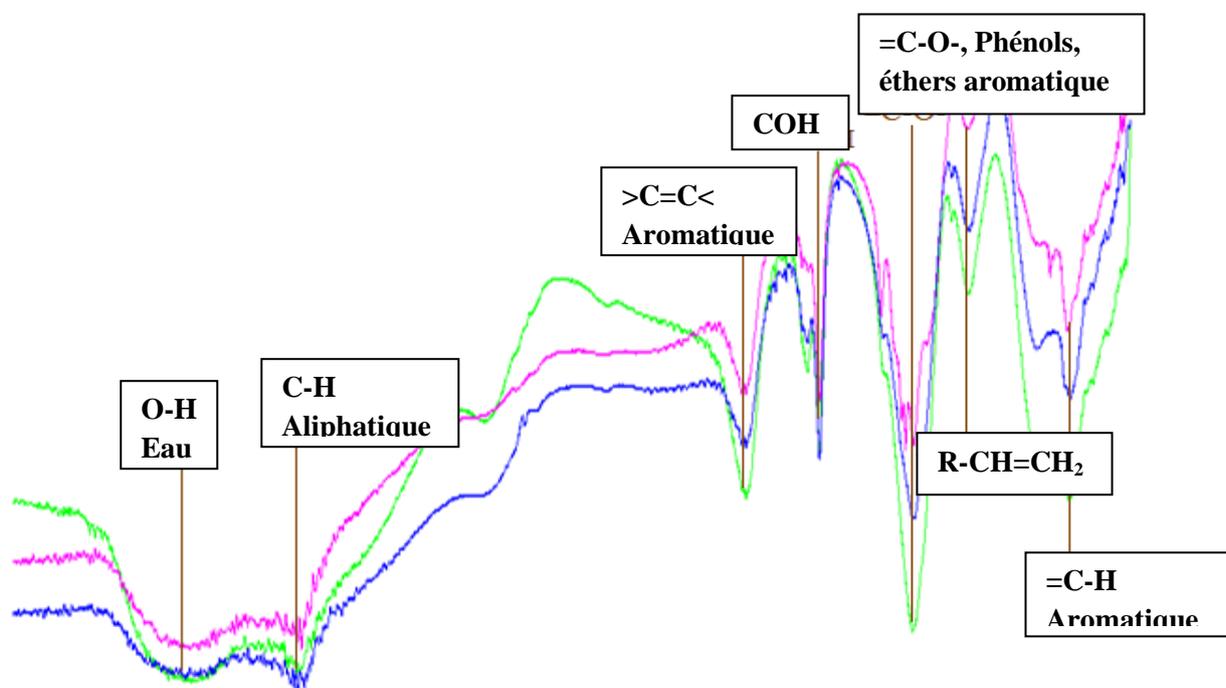


Etude fongique (Photos original)



Annexe 04

Figure : Spectrogramme des trois Aluns.



Résumé :

Notre travail a été orienté vers la formulation d'un bio dentifrice et d'un bio bain de bouche à base de la pierre d'Alun, ces derniers ont été soumis à des analyses physico chimiques tel que le pH, la densité, la conductivité et l'indice de réfraction et à des analyses spectrales dont Les bandes d'absorption qui caractérise les aliphatiques responsable de l'odeur et les liaisons hydrogènes sont les plus rencontrés, Les paramètres organoleptiques montre leurs homogénéité et leur limpidité.

Leurs comportement a été déterminé par une étude rhéologiques, cette étude a permis la qualification que le bio dentifrice et le bio bain de bouche sont du type rhéo-fluidifiant, les résultats de leurs efficacité a été évalué par la détermination de l'activité antimicrobienne, ils sont actifs sur les souches microbiennes testés.

Les résultats d'analyses physico-chimiques de la pierre d'alun ont montré que cette dernière mérite une place dans les produits pharmaceutiques et les méthodes spectral nous corroborer nos résultats.

Tous nos résultats nous confirmons que nos produits sont de bonnes qualités.

Mots clé : Pierre d'Alun, Bio Dentifrice, Bio Bain de Bouche, Activité antimicrobienne, Rhéologie

الملخص:

لقد وجه عملنا نحو صياغة معجون أسنان و غسول الفم يحتويان على حجرة الشبة، كانوا قد تعرضا لتحاليل فيزيو كيميائية مثل درجة الحموضة، الكثافة، الموصلية، و معامل الانكسار و إلى تحليل تحت الأشعة الحمراء حيث أن نطاقات الامتصاص المسؤولة عن الروائح الاليفاتية و روابط الهيدروجين هي الأكثر تلبية، المعايير الحسية أظهرت تجانس و نقاوة المنتجات.

ثم تحديد تركيبتهما من خلال الدراسة الغيولوجية، سمحت هذه الدراسة بتأهيل أن معجون الأسنان و غسول الفم الحيويين هما من نوع rhéo-fluidifiant، تم تقييم نتائج فعاليتهما من خلال نشاطهما المضاد للميكروبات، إذ أنهما ذو مفعول إيجابي على جميع السلالات المختبرة.

أظهرت نتائج التحاليل الفيزيو كيميائية لحجرة الشبة أنها تستحق مكانا في المستحضرات الصيدلانية و التحاليل تحت الأشعة الحمراء أكدت ذلك.

نتائجنا تؤكد أن منتجاتنا ذو نوعية جيدة.

كلمات المفتاح : حجرة الشبة، معجون أسنان حيوي، غسول الفم حيوي، النشاط مضاد للميكروبات، الدراسة الغيولوجية

Summary :

Our work has been oriented towards the formulation of a bio dentifrice and a mouthwash based on Alum stone, the latter have been subjected to physico-chemical analyzes such as pH, density, conductivity and the refractive index and spectral analyzes of which the absorption bands which characterizes the aliphatic responsible for the odor and the hydrogen bonds are the most encountered. The organoleptic parameters show their homogeneity and their clarity.

Their behavior was determined by a rheological study, this study allowed the qualification that the bio dentifrice and the bio-mouthwash are of the rheo-fluidizing type, the results of their efficacy was evaluated by the determination of the antimicrobial activity, They are active on the tested microbial strains.

The results of physico-chemical analyzes of alum stone have shown that this last deserves a place in pharmaceuticals and spectral methods corroborate us results.

All our results confirm that our products are good qualities.

Key words: Alum stone, Bio Toothpaste, Bio Mouthwash, Antimicrobial activity, Rheology