

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

UNIVERSITÉ de BLIDA 1

Faculté de Technologie

Département de Génie des Procédés



Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de

MASTER EN GENIE DES PROCEDES

Spécialité : Génie des polymères

Thème

**Formulation d'un gel antiseptique à base d'un
tensioactif naturel extrait des fruits du Sapindus
Mukorossi**

Présenté par :

AZZAZ Rim

ZERFA Fatma

Encadré par :

Promoteur : A. DJALAB

Co-promotrice : Pr. A. HADJ-ZIANE

Année universitaire 2020/2021.

Remerciements

Nous tenons tout d'abord à remercier et en premier lieu ALLAH, le Tout Puissant et Miséricordieux qui nous a donné la force, la volonté et le courage pour mener à fin ce modeste travail.

Ce travail a été réalisé à l'un des laboratoires Pédagogiques du département de Génie des Procédés.

Nos sincères remerciements et notre profonde reconnaissance vont à nos chers parents.

Nous tenons à remercier particulièrement Mr Fettaka responsable du Master Professionnel Polymère et promoteur Mr Djalab et Co Promotrice Mme Hadj Ziane pour leurs conseils et leurs soutiens tout au long de l'élaboration de ce travail.

Nous adressons nos remerciements aux membres du jury pour avoir accepté d'évaluer ce modeste travail.

Nos pensées vont à tous les enseignants (es) qui ont participé à notre formation sans oublier le personnel technique et administratif.

Finalement, un grand merci à tous ceux et celles qui d'une manière ou d'une autre nous ont aidé et soutenu de près ou de loin.

Merci

Dédicace

Je dédie ce mémoire à :

Mes chers parents ma mère et mon père pour leurs encouragements et leurs sacrifices

Mon frère Walid et mes sœurs : Djamila, Yasmin et Rahaf

Mon Maré : Sahraoui Tahar Abdallah

Mon neveu et ma nièce : Mountassir et Aridj

Mes grandes mères

Ma famille : Azzaz et Arabe

Sabrin et Yousra de laboratoire d'hygiène de Tipaza

Toutes mes amies et tous mes camarades et mon groupe de travail

Toutes les stagiaires de ma section.

Tous mes professeurs qui ont contribué à ma réussite dans mes études universitaires.

Tous ceux que j'aime.

Merci

RYM

Dedicace

Grâce à Dieu qui m'a donné le pouvoir et le courage à accomplir notre travail.

A mes parents

Avec un énorme plaisir, je dédie ce modeste travail à mes très chers parents, source de tendresse, d'amour

A ma chère mère, un symbole de grandeur pour la patience, le sacrifice et l'amour.

A mon cher père, si nous réussissons aujourd'hui c'est grâce à lui, je le remercie de nous avoir donné tant de force et d'être toujours là pour nous.

Je remercie mes sœurs Asma et Safia et mes cousine Zineb et Khadidja pour leur soutien envers moi et d'amour et à mon très cher frère Lounas. Je remercie toutes mes tantes et oncles et toute la famille Zerfa et Bibi.

Tous mes professeurs qui ont contribué à ma réussite.

Enfin je le dédie à tous mes amis (es) et à tous ceux qui me connaissent.

Merci

Fatma

الملخص

الهدف من هذه الدراسة هو تثمين مستخلصات ثمار سابا ندوس موكوروسي في صيغة هلام مطهر أظهر الاستخلاص بالنقع من المستخلصات من المادة النباتية وجود كمية كبيرة من الصابونين، والتي تم تأكيد تركيبها بالطرق الطيفية مثل الأشعة فوق البنفسجية مع أقصى امتصاص عند 203.5 نانومتر والأشعة تحت الحمراء التي أثبتت وجود تجمعات مميزة. تم تحديد خصائص المنظف عن طريق اختبار الرغوة والتركيزات الحرجة للميسلار. أظهرت الاختبارات الميكروبيولوجية نشاط مضاد للفطريات قوي ضد المبيضات البيض أظهرت تركيبة الهلام المختارة نسيجاً مشابهاً للمواد الهلامية التجارية مع ثبات مُرضٍ لمدة شهر واحد، وهو ما أكدته التحليلات الريولوجية.

الكلمات المفتاحية : سابا ندوس موكوروسي، النشاط الميكروبيولوجي، الجل المطهر، مؤشر الرغوة

Abstract

The objective of this study is the valorization of extracts of the fruit of *Sapindus Mukorossi* in the formulation of an antiseptic gel.

The extraction by maceration of extracts from the plant material revealed the presence of a significant quantity of saponins, the structure of which was confirmed by spectroscopic methods such as UV with a maximum absorption at 203.5 nm and IR which has proved the existence of characteristic groupings. Detergent properties were determined by foam test and critical micellar concentrations. Microbiological tests have shown strong antifungal activity against *candida albicans*

The gel composition chosen exhibited a texture similar to commercial gels with satisfactory stability for the duration of 1 month, which was confirmed by rheological analyzes.

Keywords : *Sapindus mukorossi*, microbiological activity, antiseptic gel, foam index

Résumé

L'objectif de cette étude est la valorisation des extraits du fruit du *Sapindus Mukorossi* dans la formulation d'un gel antiseptique.

L'extraction par macération des extraits de la matière végétale a révélé la présence d'une quantité importante de saponines dont la structure confirmée par des méthodes spectroscopiques telles que l'UV avec un maximum d'absorption à 203.5 nm et l'IR qui a prouvé l'existence des groupements caractéristiques. Les propriétés détergentes ont été déterminées par le test de mousse et les concentrations micellaires critiques. Les tests microbiologiques ont mis en évidence une forte activité antifongique contre *candida albicans*

La composition du gel choisie a présenté une texture similaire aux gels commerciaux avec une stabilité satisfaisante pour la durée de 1 mois, ce qui a été confirmé par des analyses rhéologiques

Mots-clés : *Sapindus mukorossi*, activité microbiologique, gel antiseptique, indice de mousse

Liste de tableaux :

N°	Titre	Page
Tableau I.1	Les antiseptiques et spectre d'activité	6
Tableaux II.2	Matériel et Produits	29
Tableau III.3	Déférentes formulation	36
Tableau IV.4	résultat obtenu pour la présence de saponine dans la plante par le calcul de l'indice de mousse	37
Tableau IV.5	Résultat obtenu pour la présence de saponine dans la plante par le calcul de l'indice de mousse de rapport 1/10 à PH=4.	38
Tableau IV.6	Résultat obtenu pour la présence de saponine dans la plante par le calcul de l'indice de mousse de rapport 1/10 à PH=8.	39
Tableau IV.7	Résultat obtenu pour la présence de saponine dans la plante par le calcul de l'indice de mousse de rapport 1/20 à PH=4.	39
Tableau IV.8	Résultat obtenu pour la présence de saponine dans la plante par le calcul de l'indice de mousse de rapport 1/20 à PH=8.	40
Tableau IV.9	l'indice de mousse en fonction de PH.	41
Tableau IV.10	Bandes IR observées dans le spectre infrarouge de la matière active du fruit de l'arbre Sapindus mukorossi	43
Tableau IV.11	Bandes IR observées dans le spectre infrarouge de Saponine avec l'eau distillé.	44
Tableau IV.12	Bandes IR observées dans le spectre infrarouge de Saponine avec (éthanol + eau)	45
Tableau IV.13	l'évolution de tension superficielle en fonction de la concentration de Saponine dans l'eau distillée (rapport 1/5).	46
Tableau IV.14	l'évolution de tension superficielle en fonction de la concentration de Saponine dans l'eau distillée (rapport 1/10)	47
Tableau IV.15	l'évolution de conductivité en fonction de la concentration de Saponine dans l'eau distillée (rapport 1/5).	47
Tableau IV.16	l'évolution de conductivité en fonction de la concentration de saponine dans l'eau distillée (rapport 1/10).	48
Tableau IV.17	Variation de CMC en fonction de différents rapports de solution.	49
Tableau IV.18	Tableau de PH de produit	52

Liste des figures

N°	Titre	Page
Figure I.1	Texture du gel	4
Figure I.2	Technique de friction des mains avec la solution hydro-alcoolique	10
Figure II. 3	Fruits de Sapindus Mukorossi	13
Figure II.4	Les sucres les plus courants au niveau des saponosides	17
Figure II.5	Les principaux squelettes triterpéniques	17
Figure II.6	Le principal squelette stéroïdique	18
Figure II.7	Couplage entre les différents phénomènes lors de l'extraction solide-liquide	26
Figure III.8	La poudre de saponines	30
Figure III.9	Filtration sous gravitation	31
Figure III.10	Gélose fusionnée dans des boites de pétri	35
Figure IV.11	Test de présence des saponines	37
Figure IV.12	Test de présence des saponines à PH= 4.	38
Figure IV.13	Test de présence des saponines à PH= 8.	39
Figure IV.14	Test de présence des saponines à PH= 4.	40
Figure IV.15	Test de présence des saponines à PH= 8.	40
Figure IV.16	Histogramme de l'indice de mousse en fonction de PH	41
Figure IV.17	Spectre UV-visible de Saponine avec (éthanol +eau).	42
Figure IV.18	Spectre infrarouge de la poudre de la matière active du fruit de l'arbre Sapindus mukorossi	43
Figure IV.19	Spectre infrarouge de Saponine avec l'eau distillé	44
Figure IV.20	Spectre infrarouge de Saponine avec (éthanol + eau).	45
Figure IV.21	l'évolution de tension superficielle en fonction de la concentration de Saponine avec l'eau distillée (rapport 1/5).	46

Figure IV.22	L'évolution de tension superficielle en fonction de la concentration de saponine dans l'eau distillée (rapport 1/10).	47
Figure IV.23	L'évolution de conductivité en fonction de la concentration de saponine dans l'eau distillée (rapport 1/5).	48
Figure IV.24	L'évolution de conductivité en fonction de la concentration de saponine dans l'eau distillée (rapport 1/10).	48
Figure IV.25	les antibiogrammes de Staphylococcus aureus et Escherichia Coli et champignon avec l'extrait du fruit de Sapindus mukorossi.	49
Figure IV.26	les antifongigrammes de candida albicans avec l'extrait brut du fruit de Sapindus mukorossi	50
Figure IV.27	Produit fini de la formule n°1.	51
Figure IV.28	Produit fini de la formule n°2.	51
Figure IV.29	Produit fini de la formule n°3	52
Figure IV.30	Courbe d'écoulement du gel issu de l'extrait aqueux	53
Figure IV.31	Courbe d'écoulement du gel issu de l'extrait hydro-alcoolique (Eau/Ethanol)	54

Sommaire

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale.....1

Partie théorique

Chapitre I : Généralités sur les Gels

I. Introduction.....2

I.1. Les germes présents dans les mains.....2

I.2. Méthodes d'hygiène des mains.....2

I.3. Généralités sur les gels.....3

I.3.1. Définition des gels.....3

I.3.2. La gélification.....4

I.4. Les gels hydro alcooliques.....4

I.4.1. Définition des gels hydro alcooliques.....4

I.4.2. La formule générale des gels hydro-alcooliques.....4

I.4.2.1. Le principe actif (antiseptique).....5

I.4.2.2. Émollient.....6

I.4.2.3 Agent Gélifiant.....7

I.4.2.4 .Additifs.....8

I.5. Efficacité des gels hydro-alcoolique.....	8
I.6. Utilisation des gels hydro-alcooliques.....	8
I.7. La technique de friction des mains avec un gel hydro-alcoolique.....	10
I.8. Les avantages des gels hydro-alcoolique.....	10
I.9. Les inconvénients des gels hydro-alcooliques.....	11

Chapitre II : Les saponines

II. Introduction.....	12
II.1. Présentation de la plante SAPONINES MROKOSSI.....	12
II.1.1. Historique.....	12
II.1.2. Description.....	12
II.1.3 Classification taxonomique.....	13
II.1.4. Les caractéristiques physiques.....	13
II.1.5. Les utilisations de Sapindus Mukorossi.....	14
II.1.6 .Chimie de fruit.....	14
II.2. Les saponines.....	14
II.2.1. Définition.....	14
II.2.2. Les sources des saponines.....	15
II.2.2.1 les saponines dans le règne végétal.....	15
II.2.2.2. Les saponines dans le règne animal.....	16
II.2.3. La structure des saponines.....	16
II.2.3.1. Les saponines à génines tri terpéniques.....	17
II.2.3.2. Les saponines à génines stéroïdique.....	18
II.2.4. Les propriétés des saponines.....	18

II.2.4.1. Les propriétés physicochimiques.....	18
II.2.4.2. Les activités biologiques des saponines.....	19
II.2.4.3. Les saponines en tant que bio surfactants.....	20
II.2.5. Les tensioactifs naturels.....	20
II.2.5.1. Définition.....	20
II.2.5.2. Application des bio surfactants.....	21
II.2.5.3. Les saponines sont des bio surfactants non ioniques	21
II.2.5.4. Les bio tensioactif du fruit du Sapindus Mukorossi.....	22
II.2.6. Toxicologie.....	22
II.3. Extraction solide-liquide de la matière végétale.....	22
II.3.1 Extraction solide-liquide.....	22
II.3.1.1 Les facteurs influençant l'extraction.....	23
II.3.1.2 La cinétique d'extraction.....	24
II.3.1.3 Évaluation du potentiel extractible.....	25
II.3.2 Extraction solide-liquide des métabolites secondaire d'origine	
Végétale.....	25
II.3.2.1 Extraction des saponines et des sapogénines.....	26
II.3.2.1.1 Le prétraitement de l'échantillon.....	26
II.3.2.1.2 L'extraction des saponines par solvant.....	27
II.3.2.1.2.1 Le solvant d'extraction.....	27
II.3.2.1.2.2 Les méthodes d'extraction par solvant.....	27

Chapitre III : Partie experimental

III. Objectif.....	29
--------------------	----

III.1. Matériel	29
III.2. Mode opératoire.....	29
III.2.1.Prétraitement de la plante.....	30
III.2.2.Traitement des poudres	31
III.2.2.1.Extraction de Sapindus mukorossi.....	31
III.2.2.2. La centrifugation.....	31
III.2.2.3.La filtration.....	31
III.3.Caractérisation de saponines.....	32
III.3.1.Test de présence de saponines par le calcul de l'indice mousse.....	32
III.3.2.Technique spectrométrique.....	32
III.3.2.1.Spectrométrie UV-visible.....	32
III.3.2.2. spectroscopie infrarouge.....	33
III.3.2.3.Déterminer la concentration micellaire critique (CMC).....	33
III.3.2.4.Détermination de la concentration micellaire critique par le calcul de la tension superficielle	34
III.3.2.5.Détermination de la concentration micellaire critique par le calcul de la conductivité	34
III.3.3.Les analyses microbiologie.....	34
III.3.3.1.Préparation des milieux de culture.....	34
III.3.3.2.Ensemencement.....	35
III.3.3.3.Dépôt des disques.....	35
III.4. La formulation.....	36

Chapitre IV : Résultats et discussions

IV. Résultats de Caractérisation de saponines.....	37
IV.1. Test de présence de saponines par calcul l'indice de mousse	37
IV.1.1. Test de présence de saponines par calcul l'indice de mousse rapport 1/10 à	
pH= 4 et 8.....	37
IV.1.1.a. Test de présence à pH=4.....	38
IV.1.1.b. Test de présence à pH=8.....	39
IV.2. Résultats des techniques spectroscopies.....	41
IV.2.1. Spectrométrie UV-visible.....	41
IV.2.2. Spectrométrie infrarouge.....	42
IV.3. Déterminer la concentration micellaire critique avec les différents rapports.....	46
IV.3.1. Déterminé le CMC avec la tension superficielle.....	46
IV.3.2. Déterminé le CMC avec la conductivité.....	47
IV.4. Analyse microbiologie.....	49
IV.5. Caractérisation physico-chimie de gel.....	51
IV.5.1. Potentiel d'hydrogène.....	52
IV.5.2. Evaluation de la stabilité.....	52
IV.5.3. Analyses rhéologiques.....	52
Conclusion générale.....	55
Références Bibliographies.....	57

Abréviations

SHA : Solution hydro-alcoolique

OMS : Organisation Mondiale de la Santé

PHA : Produit hydro-alcoolique

MH : Muller Hinton

CMC : Concentration micellaire critique

pH : potentiel d'Hydrogène

µm : Micromètre

°C : degré Celsius

IR : infrarouge

UV : ultra-violet

Tour : tour de rotation

min : minute

ml : millilitre

cm : centimètre

mN : milli Newton

m/V : masse/volume

I : indice de mousse

nm : nanomètre

NaOH : hydroxyde de sodium

µS : micro semences

Introduction générale

Avec la propagation de la pandémie du COVID 19 depuis 2019, plusieurs industriels en collaboration avec les chercheurs se sont orientés vers la mise sur le marché de moyens de protection adéquats pour lutter contre d'éventuelles contaminations.

Les gels antiseptiques ont pris grande part dans ces recherches et particulièrement ceux à base de produits naturels compte tenu de l'aspect environnemental et économique.

Dans ce contexte précis s'inscrit notre problématique, il s'agit d'élaborer un gel antiseptique en utilisant les extraits du *Sapindus mukorossi* comme base lavante et aussi comme principe de par les effets biologiques et particulièrement antimicrobiens reconnus pour cette espèce végétale.

En effet, l'arbre *Sapindus mukorossi* connu par les populations depuis longtemps sous la dénomination de l'arbre à savon contient des fruits non comestibles et qui constituent un déchet encombrant pour l'environnement. Ces fruits contiennent de la saponine ; un tensioactif naturel

Ces fruits ont depuis longtemps été utilisés pour le lavage du linge et tous autres textiles compte tenu de la qualité du lavage et son efficacité

Pour se faire, ce mémoire a été structuré comme suit :

Le premier chapitre une synthèse bibliographique comprenant des généralités sur les gels

Le deuxième chapitre est une présentation générale des fruits du *Sapindus mukorossi*.

Le troisième chapitre concerne la partie expérimentale et les techniques utilisées dans l'extraction des matières biologiquement actives et les méthodes de caractérisation physico-chimiques, spectroscopiques et rhéologiques

Le dernier chapitre est dédié à la présentation des résultats avec des interprétations

Enfin, ce mémoire est achevé par une conclusion générale avec des recommandations et perspectives pour la continuité de l'étude.

Partie Théorique

Chapitre I: Généralités sur les Gels

I. Introduction :

L'hygiène des mains est l'un des éléments de l'hygiène dans la vie quotidienne. D'un point de vue anatomique, les mains sont l'outil de préhension de l'homme et lui servent à interagir avec son environnement. Cet environnement externe est peuplé par la flore bactérienne ou virale, mais aussi par les salissures et les éléments toxiques. Entré en contact et colonisées par ces agents, les mains participent à véhiculer ces éléments. La pratique de l'hygiène des mains contribue à réduire ou à limiter le risque de transmission de germes, de micro-organismes aux personnes ou objets manipulés par ces mêmes objets [1].

I.1. Les germes présents dans les mains :

Les germes présents sur la peau sont classés en deux groupes : la flore résidante et la flore transitoire.

➤ **La flore résidante** est constituée de micro-organismes ancrés de façon permanente au niveau des couches superficielles de la peau. Cette flore bactérienne varie qualitativement et quantitativement d'un site à un autre chez un même individu ainsi que d'un individu à un autre. Elle se renouvelle régulièrement et elle est rarement à l'origine d'infections. Elle est composée de bactéries aérobies, surtout de cocci à Gram positif (*Staphylococcus epidermoïdes*, corynébactéries, principalement *Propionibacterium acnes*, *Micrococcus species*).

➤ **La flore transitoire** (ou commensale) est composée le plus souvent de bactéries saprophytes, issues de l'environnement (eau, plantes...) et parfois de bactéries pathogènes provenant de la flore commensale des patients soignés. Sa composition varie au cours de la journée en fonction des activités et des contacts auxquels la peau a été soumise. Cette flore est la principale cause d'infections croisées. Elle est constituée par des bactéries à Gram négatif (*Entérobactéries*, *Pseudomonas...*) et des bactéries à Gram positif (*Staphylococcus auréus*, *Streptococcus* et *Candida albicans*) [1].

I.2. Méthodes d'hygiène des mains :

Il existe deux méthodes d'hygiène des mains :

➤ Le lavage des mains :

Le lavage des mains au savon et à l'eau est indiqué lorsque les mains sont visiblement sales.

➤ La friction hydro-alcoolique :

La méthode la plus efficace pour une hygiène des mains optimale est la friction des mains avec un produit hydro-alcoolique.

La friction hydro-alcoolique doit être réalisée quand les mains visiblement non souillées. Cette méthode est aussi appelée antiseptie des mains ou désinfection des mains par friction. C'est une désinfection des mains réalisée avec un produit spécifique. (Produits hydro-alcoolique). Elle est plus rapide, plus efficace et mieux tolérée que le lavage des mains au savon et à l'eau [2].

I.3. Généralités sur les gels :

I.3.1. Définition des gels :

Le terme « gel » échappe à toute définition précise. Le gel est un état de la matière. Il s'agit généralement d'une solution ou une suspension colloïdale qui subit une transformation physique ou chimique conduisant à un état semi-solide tout en conservant une grande partie du solvant à l'intérieur de sa structure [3].

Un gel macromoléculaire est une matrice polymère gonflée par une grande quantité de solvant. Les chaînes polymères sont connectées entre elles, formant un réseau qui sert à retenir le liquide et qui donne au gel sa rigidité.

Les gels sont doux et humides, ils ressemblent à des matériaux solides mais ils sont capables de subir de grandes déformations. Les gels sont constitués d'au moins deux composants :

➤ **Le gélifiant** : c'est le composé dispersé ou solubilisé formant le réseau du gel. Il présente une mobilité réduite, tout comme un solide.

➤ **Le solvant** : ce composé possède un comportement de type liquide [4].



Figure I.1 : texture du gel

I.3.2. La gélification :

En chimie la gélification est un processus aboutissant à la formation d'un gel, lors du passage de l'état fluide ou liquide à un état presque solide appelé état gel. Elle peut être forcée par l'apport de gélifiants qui augmente la viscosité.

En biologie, la gélification est un passage en masse du milieu réactionnel lors de polycondensation d'un mélange de monomère possédant plus de deux fonctions propres à réagir [4].

I.4. Les gels hydro alcooliques :

I.4.1. Définition des gels hydro alcooliques :

Le gel hydro-alcoolique est une solution permettant de se nettoyer et se désinfecter les mains sans eau ni savon. Il est apprécié notamment pour sa forme compacte dit 'de poche'. Sa composition est principalement à base d'alcool (éthanol) à 70% qui joue un rôle antiseptique. Contrairement au savon, il ne permet pas de se débarrasser d'une saleté lors de l'application cutanée. Son action est essentiellement bactéricide. Une simple friction des mains de 30 secondes permet d'éliminer 99.99% de germes présents [5].

I.4.2. La formule générale des gels hydro-alcooliques :

Selon la formule de l'organisation mondiale de santé le gel hydro-alcoolique est composé d'un principe actif est l'alcool, l'eau, émoullient et un gélifiant.

I.4.2.1. Le principe actif (antiseptique) :

Un antiseptique est un produit qui permet de supprimer ou d'empêcher le développement des bactéries ou des virus. Il est utilisé sur la surface d'un Corp. Les antiseptiques peuvent être fongicides, (contre les champignons), bactécides (contre les bactéries), virucides (contre les virus) ou sporicides (contre les spores). Ou empêchement l'infection en détruisant les microbes.

Les alcools sont les premiers antiseptiques à avoir été utilisés en friction. Les principaux alcools utilisés sont l'éthanol, l'isopropanol et le n-propanol. Les équivalences entre ces différents alcools sont les suivantes : n-propanol 42% = Isopropanol 60% = éthanol 77%. L'activité de l'alcool dépendant de sa concentration, son efficacité diminue rapidement sur les mains humides. Les alcools sont les antiseptiques ayant la plus grande rapidité d'action.

Leur rémanence est faible, compte tenu de leur pouvoir d'évaporation, mais cet inconvénient est contrebalancé par leur forte activité bactéricide. Il n'y a pas d'induction de résistances démontrée aux alcools. Les inconvénients des alcools sont liés au fait qu'ils assèchent la peau, ce qui rend nécessaire son association à un émollient pour assurer une bonne tolérance.

Aussi, leur efficacité est diminuée, par dilution, sur les mains humides, ce qui explique pourquoi on ne doit pas les employer que sur des mains sèches. La concentration en alcool s'appelle le degré alcoométrique. Il est défini par la pharmacopée comme « la teneur en éthanol d'un liquide exprimé par le nombre de volumes d'éthanol mesurés à 20 +/- 0,1 °C, contenus dans 100 volumes de ce liquide. Ce nombre donne le titre alcoométrique volumique exprimé en pourcentage pour cent v/v. Cette teneur peut également être exprimée en grammes d'alcool pour 100 g de liquide. Ce nombre donne le titre alcoométrique massique pour cent m/m. ». Il a été démontré que les solutions qui contiennent de 60 à 80 % d'éthanol sont les plus efficaces [6].

Tableau I.1 : les antiseptiques et spectre d'activité :

Famille antiseptique	Gram +	Gram -	Mycobactérie	Levures	Moisissures	Virus Nus	Virus enveloppés	Spores
<i>Biguanides chlorhexidine</i>	+	+	+/-	+	+/-	+/-	-	-
<i>Alcool (éthanol à 70° isopropylique 60°)</i>	+	+	+	+/-	+/-	+	+	-
<i>Tensio-actifs ammoniums quaternaires</i>	+	+/-	-	+	+	+/-	-	-
<i>Diamidine (hexamine)</i>	+/-	-	-	-	-	-	-	-
<i>Oxydants (eau oxygénés 3%)</i>	+	+	-	+	+	+/-	+	-
<i>Carbanilides</i>	-	-	-	-	-	-	-	-
<i>Colorants</i>	-	-	-	-	-	-	-	-

+ produits actifs

+/- produits inconstamment actifs

- produits inactif

➤ Spectre d'activité d'alcool

D'après le tableau

- L'alcool éthylique à 70° possède une activité antibactérienne sur les bactéries Gram+ et Gram -, liée à la dénaturation des protéines bactériennes.
- Il est dépourvu d'action sur les spores.
- Actif sur *Mycobacterium tuberculosis*.
- Virucide de façon variable [6].

➤ Duré d'activité

Activité antimicrobienne brève car l'alcool est très volatil [6].

I.4.2.2. Émollient :

Un usage fréquent des solutions hydro-alcooliques pour l'hygiène des mains peut causer une sécheresse de la peau à ce niveau à moins qu'un émollient ou produit similaire soit ajouté à la formulation de la solution de friction en vue de protéger la peau des mains.

La présence d'un émollient est indispensable pour garantir un bon état cutané et favoriser ainsi l'observance de la méthode de friction hydro-alcoolique des mains.

Ainsi, dans plusieurs études des solutions hydro-alcooliques ou des gels contenant des émollissants ont causé moins d'irritation ou de sécheresse de la peau par rapport aux détergents antimicrobiens testés. Les principaux émollissants utilisés sont la glycérine, l'alcool myristique, la triéthanolamine, l'hydroxy urée, la diméthicone (huile de silicone) [7].

I.4.2.3 Agent Gélifiant :

Ils vont permettre la préparation de gels hydro-alcooliques qui sont des produits semi-solides constitués de liquides gélifiés à l'aide d'agents gélifiants appropriés tels que l'amidon, les dérivés de la cellulose, les carbomères ou des silicates de magnésium [8].

Les texturants gélifiants sont des substances qui permettent de donner aux aliments la consistance d'un gel. Ce sont des macromolécules hydrophiles d'origine naturelles semi-synthétique ou synthétique capable de former des gels emprisonnant une grande quantité de solvant. En faible quantité ils sont épaississants. De façon générale ils apportent de la consistance aux produits cosmétique en améliorant leur stabilité [3].

➤ Agents gélifiants naturels :

a. D'origine végétale

Pectine, gomme de guar, amidon, obtenus à partir de graine ou pépins de fruits ou de légumes.

b. D'origine minérale

Sont représenté par la silice colloïde appelée aussi gel de silice et silicates.

➤ Agents gélifiants synthétiques :

a. Styrène, acrylates copolymère, acrylate crosspolymer :

Un agent filmogène produit un film contenu sur la peau les cheveux ou les angles. Tous les acrylates sont comme ça, très filmogène est très plastifiant.

b. Carbomères : les carbomères sont des polymères synthétiques hydrophiles d'acide acryliques. On les retrouve dans la cosmétique et la pharmacie [3].

I.4.2.4 .Additifs :

Pour l'enrichissement de gel on ajout des additifs comme des vitamines, colorants, parfums, ALEO VERA.

I.5. Efficacité des gels hydro-alcoolique :

L'efficacité des produits hydro-alcooliques dépend de plusieurs facteurs comme :

- Le type d'alcool utilisé. Une étude de 2004 a testé plusieurs solutions hydro-alcooliques à 70% d'éthanol ou 70% de n-propanol ou 70% d'isopropanol contre certains virus. L'éthanol, après 30 secondes d'exposition a montré une activité virucide supérieure aux autres SHA. Nous pouvons donc citer l'éthanol comme étant l'alcool possédant la meilleure activité virucide
- La concentration en alcool,
- Le temps de contact, varient selon les différentes formulations
- Le volume de SHA utilisé,
- L'état des mains lorsque la SHA est appliquée.
- La méthode de friction.

Comme vu précédemment, l'addition de Chlorhexidine, d'ammoniums quaternaires, de triclosan mais aussi d'émollients et de conservateurs permet d'augmenter l'efficacité et la rémanence des produits hydro-alcooliques qui les contiennent [5].

I.6. Utilisation des gels hydro-alcooliques :

Les gels hydro-alcooliques sont très utilisés aujourd'hui, que ce soit dans le domaine public et dans le domaine privé. L'utilisation d'un gel hydro-alcoolique est préconisée :

1. En médecine :

- Leur usage est recommandé par l'OMS dans le cadre du plan de lutte contre les infections nosocomiales.
- Leur utilisation est recommandée dans la pratique des soins de santé.

- Leur utilisation en remplacement ou en complément du lavage chirurgical se généralise dans les blocs opératoires.
- Afin de prévenir la transmission d'herpès, de gastro-entérite, de grippe [5].

2. En santé public :

- Partout où le nettoyage des mains à l'eau et au savon est impossible.
- Passage aux toilettes publiques.
- Utilisation des transports en commun.
- Contact avec une surface à risque élevé de contamination ou contaminée.
- Mouchage et éternuement.
- Dans l'école et les maisons de retraite [5].

I.7. La technique de friction des mains avec un gel hydro-alcoolique :

La figure illustre les sept étapes obligatoires à réaliser lors de la désinfection des mains par friction hygiénique [2].



Figure I.2 : technique de friction des mains avec la solution hydro-alcoolique.

I.8. Les avantages des gels hydro-alcooliques :

Les produits hydro-alcooliques présentent de nombreux avantages que l'on peut

Citer :

- Ils sont simples à utiliser et sont prêts à l'emploi, ce qui favorise une bonne observance en général.
- Ils sèchent rapidement 30 secondes.
- Ils permettent un gain de temps (déplacement et enchaînement de soins...) et une certaine économie car leur utilisation ne nécessite ni eau, ni savon, ni papier.
- Leur accessibilité est immédiate (chambre du patient, chariots de soins, poches),

- Ils peuvent être utilisés par tous.
- Leur efficacité est supérieure à celle du lavage des mains au savon.
- Ils possèdent une bonne tolérance cutanée [7].

I.9. Les inconvénients des gels hydro-alcooliques :

Les produits hydro-alcooliques présentent également quelques inconvénients que l'on ne peut négliger :

- Ils ne possèdent aucune activité contre les spores et les parasites,
- Ce sont des produits inflammables qui nécessitent certaines précautions d'utilisation et de stockage. Les PHA doivent être tenus à l'écart de toute flamme, de matériel électrique ou de tenue en polyester pouvant favoriser de l'électricité statique. Ils doivent également être conservés à l'abri de la chaleur et du rayonnement solaire direct.
- Ils sont inutilisables sur des mains souillées, mouillés ou lésées ou lors du port de gants poudrés (inhibition de l'action antiseptique de l'alcool) [6].

CHAPITE II : **Les saponines**

II. Introduction :

Sapindus Mukorossi est un genre d'arbres de la famille des sapindacées. On le trouve dans toutes les régions tempérées chaudes et tropicales de la planète, en particulier en Asie. Il en existe des espèces feuillues et d'autres sempervirentes [9].

II.1. Présentation de la plante Saponines Mukorossi :

II.1.1. Historique :

Le Sapindus figure parmi les végétaux introduits, en Algérie, par la pépinière du Gouvernement colonial français, un des plus intéressants est une espèce du genre Sapindus importée en 1845 [10]. Cet arbre, qui provenait des collections du Muséum, s'est rapidement développé et, en 1859, des jeunes sujets étaient déjà mis en vente sous le nom de Sapindus indicus. En 1867, M. Hardy, dans une très intéressante note à la société d'Acclimatation, appelle l'attention sur la fructification abondante des Sapindus élevés à la Pépinière du Gouvernement ou Jardin d'Essai. Ce Sapindus est d'origine japonaise. C'est le Sapindus Mukorom légèrement modifié, ce qui justifie sa dénomination de Sapindus nilia appliquée à la forme fertile susceptible d'être cultivée. Le fruit est formé par une coque charnue, luisante, devenant coriace, gommeuse, translucide par la dessiccation. [11]

II.1.2 Description :

C'est un petit arbre au tronc court, dépassant rarement une douzaine de mètres de hauteur, et dont le feuillage alterne et de forme arrondie est constitué de tiges de 15 à 40 cm.

Ses fruits, mûrs en automne, sont réunis en grappes de drupes translucides de 1 à 2 cm de diamètre et dotés d'une fine peau, de couleur jaune-orangé au début, puis jaune-marronné de plus en plus foncée en mûrissant, et contenant de 1 à 3 graines. [12]



Figure II. 3 : Fruits du Sapindus Mukorossi

II.1.3. Classification taxonomique :

Nom scientifique : Sapindus Mukorossi

Nom communs : Sapindus, savonnier, arbre au savon, bois de panama, bois mousseux, fausse saponaire, noix de lavage, savonnette.

Nom communs (en Hindi): Ritha, reetha, aritha, dodan, doadni, kanma, et thali

Nom anglais: Wingleaf soapberry, soapberry ouest, jaboncillo.

Nom arabe : sajrette essaboun. [13]

II.1.4. Les caractéristiques physiques :

- L'humidité : Sapindus Mukorossi doit pousser dans un environnement humide et pas trop froid. Dans les régions à hiver doux, il peut être planté en pleine terre.
- La lumière : La plante de noix de lavages 'acclimate à toutes sorte de lumière, elle aime aussi bien la lumière indirecte du soleil que les rayons directs. En ce qui concerne les lumières artificielles pour une culture intérieure, préférer des néons.
- La température : Sapindus Mukorossi pousse très bien lorsque la température varie de 10 à 30°C, en dessous, la plante pousse beaucoup moins vite, et au-dessus, la plante peut pousser très vite mais il lui faut en compensation beaucoup d'humidité. Durent les trois premières années, cultiver Sapindus en pot avant de la transplanter à l'extérieur [14].

II.1.5. Les utilisations de *Sapindus Mukorossi* :

L'utilisation des noix de lavage est particulièrement recommandée aux :

- Nettoyage des bijoux.
- Shampoing.
- Toilette des animaux de compagnie.
- Nettoyant universel ménager.
- Détergent.
- Savon liquide pour les mains.
- Produit phytosanitaire. [15]

II.1.6 .Chimie du fruit :

Les fruits de *Sapindus* sont riches en saponine, un détergent naturel antibactérien qui protège le noyau. Contrairement aux idées reçues, c'est le noyau qui est toxique et non la saponine de *Sapindus Mukorossi*. On l'appelle l'arbre à savon, qui pousse en Inde et plus particulièrement dans les contreforts de l'Himalaya, est utilisé comme détergent par les Indiens. *Sapindus Mukorossi* n'est pas toxique et est utilisé en médecine ayurvédique pour guérir les maladies de la peau. Les Indiens l'utilisent autant comme shampoing que comme détergent. [10]

Constituants chimiques :

Les principaux constituants des fruits *Sapindus Mukorossi* sont les saponines (10%-11,5%), les sucres (10%) et mucilage (10%). Les saponines sont des métabolites secondaires dans les plantes avec des activités biologiques divergentes Ces saponines sont un mélange de Sapindosides.

II.2. Les saponines :

II.2.1. Définition :

Les saponines sont une grande famille de substances structurellement liées composés d'aglycones stéroïdes ou triterpénoïdes (sapogénine) liés à une ou plusieurs fractions d'oligosaccharides par une liaison glycosidique. L'aglycone, ou sapogénine, peut contenir un ou plusieurs c-c insaturé. La chaîne oligosaccharidique est normalement attachée à la position C₃ (Monodesmosidique), mais beaucoup de saponines ont une fraction

supplémentaire de sucre à la position C₂, C₂, 6 ou 8 (bidesmosidique). La grande complexité de la structure du saponine due à la variabilité de la structure de l'aglycone, la nature des chaînes latérales et la position de rattachement de ces groupements sur l'aglycone. La partie hydratée de carbone se compose de pentoses, hexoses ou des acides uroniques. En raison de cette complexité, les saponines sont difficiles à classer.

Ils tirent leur nom du latin Sapo signifiant savon en raison de leur propriété à former des solutions moussantes en présence d'eau. [16]

Les saponines, également appelées glycosides de saponine, constituent un vaste groupe d'hétérosides complexes appartenant aux terpènes cyclique ou aux stéroïdes. Une saponine est issue de la combinaison chimique d'un sucre (glucide) et d'un stéroïde, d'un stéroïde alcaloïde ou d'un triterpène. Certaines compositions de l'art antérieur comprennent des saponines stéroïdiennes. Douées de propriétés tension actives, les saponines font mousser leurs solutions et servent de détergent, par exemple de savons végétaux. Elles ont été également proposée pour traiter l'hypercholestérolémie, comme anticancéreux ou comme adjuvants dans les vaccins. Les saponines sont détergents, hémolytique, chélatrices du fer, du zinc et du calcium. Les saponines se fixent sur les stérols membranaires, l'ergostérol des cellules fongiques et le cholestérol des cellules humaines. [17]

II.2.2. Les sources des saponines :

La présence des saponines a été reportée dans plus de 100 familles de plantes.

II.2.2.1 les saponines dans le règne végétal :

Les sources des saponines consommables sont les légumes (pois, pois chiche, haricot, les arachides, lentille, avoine, l'ail (gallique) asperges, thé, épinards, betteraves et igname. [18]

Les majeures sources des saponines non alimentaires mais utilisées dans la santé et l'industrie sont : l'arbre de savon *Quillaya saponaria*, fenugrec, marronnier, licorice, saponaire (saponine officinaux), Mojave yucca, [19] comme elles ont été trouvées dans les sécrétions défensives de certaines insectes.

Les espèces d'une même plante peuvent contenir un mélange complexe de saponines. La composition en saponines d'une partie de la plante est affectée par : l'espèce de la plante,

l'origine génétique, la partie de la plante examinée, les facteurs environnementaux et agronomiques associés à la croissance de la plante, par le traitement comme le stockage et le procéder [20]

II.2.2.2. Les saponines dans le règne animal :

Dans le règne animal, on n'a retrouvé ces produits que chez les échinodermes. Ainsi, de grandes quantités de ceux-ci ont été retrouvées dans les tissus d'étoiles de mer et de concombres de mer, tandis que chez les ophiures, les échinides et les crinoïdes, ces substances ont été retrouvées en traces. [21]

II.2.3. La structure des saponines :

Au niveau structural, les saponines sont classées en deux groupes en fonction de la nature de leur génine qui peuvent être de type stéroïdique ou triterpénique. Les unités saccharides qui constituent les saponines sont communes : glucose, galactose, arabinose, rhamnose, xylose, fucose et acide glucuronique. La partie sucre de la molécule peut compter jusqu'à 11 oses liés à la génine par une liaison de type acétal. Habituellement, la liaison glycosidique s'effectue entre une seule section saccharidique et le groupement hydroxyle en position 3 de la génine monodesmoside. Toutefois, un deuxième chaînon peut s'ajouter par une liaison ester avec le carboxyle en position 28 pour donner une bidesmoside. Ces bidesmosides facilement converties en monodesmosides par hydrolyse chimique ou enzymatique, sont de loin les saponines les plus fréquentes de la pharmacopée végétale. [22]

Les sucres rencontrés au niveau des saponosides sont [23].

- Des hexoses (D glucose, D galactose).
- Des pentoses (D et L arabinose et D xylose).
- Des méthyl- pentoses (L Rhamnose et quinovose).
- Des acides uroniques (acide D glucuronique et acide galacturonique).

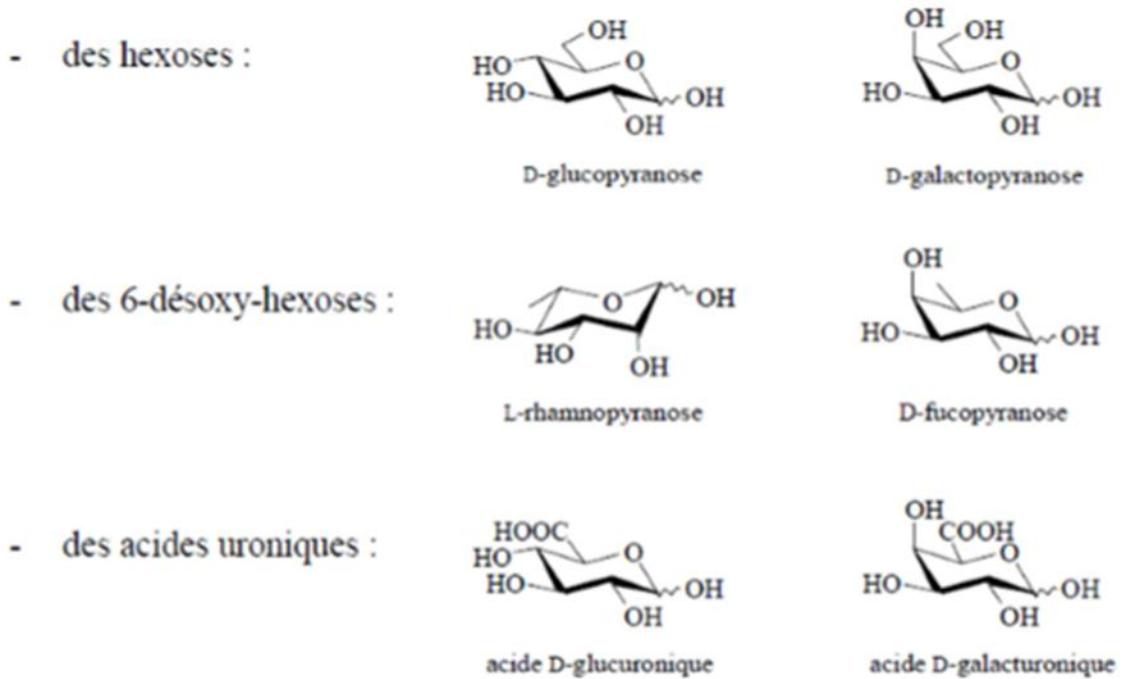


Figure II.4 : Les sucres les plus courants des saponosides.

II.2.3.1. Les saponines à génines triterpéniques :

Les saponines à génines triterpéniques sont les plus courantes. Elles possèdent un squelette à 30 carbones et peuvent être classées en 10 sous-groupes selon la structure des triterpènes [23]. Les dammaranes, tricullanes, cucurbitanes et lanostanes sont tétracyclique, tandis que les lupanes, hopanes, oléananes, taraxastéranes, ursanes et cycloartanes sont pentacyclique. Structure de type oléanane est de loin la plus rencontrée. [24,25]

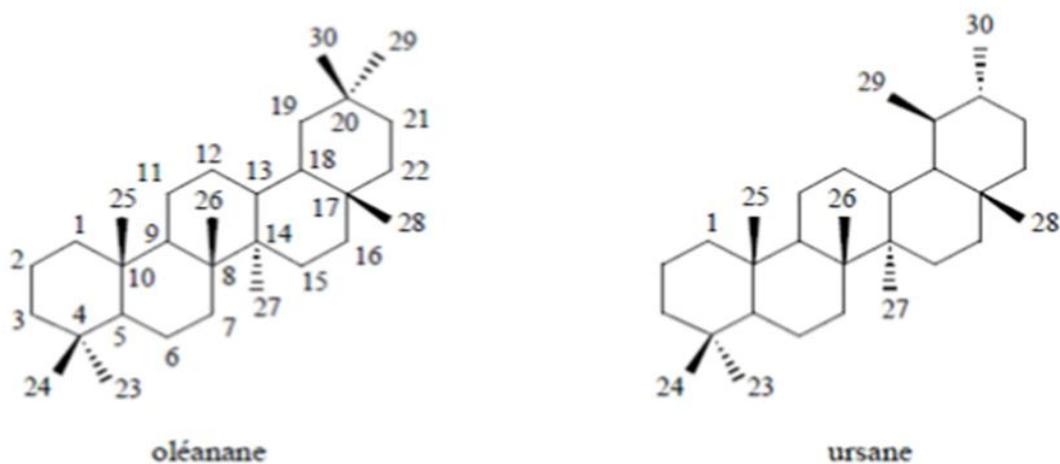


Figure II.5 : Les principaux squelettes triterpéniques.

II.2.3.2. Les saponines à génines stéroïdique :

Les saponines à génine stéroïdique sont moins courantes. Elles possèdent un squelette à 27 carbones qui comporte habituellement six cycles, appelés spirostane [23]. Quand l'hydroxy du carbone 26 est engagé dans une liaison avec un ose, la structure reste alors pentacyclique et est appelée furostane..

Chaque squelette, triterpénique ou stéroïdique, étant décliné en une série de dérivés, la structure de la génine est un facteur important dans la variabilité des saponines existantes. [26]

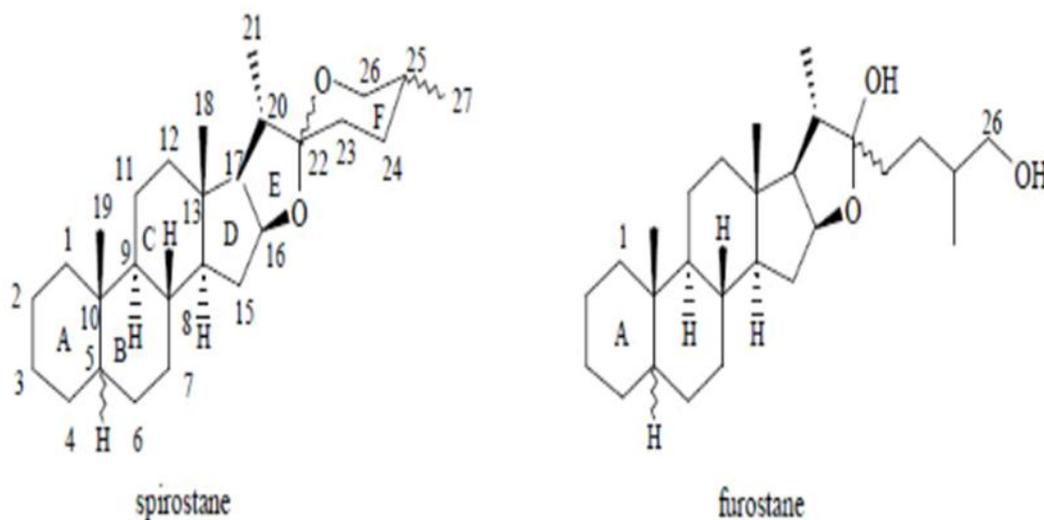


Figure II.6 : Le principal squelette stéroïdique.

II.2.4. Les propriétés des saponines :

La complexité structurale des saponines implique différentes propriétés physiques, chimiques et biologiques et quelques-unes seulement sont communes avec tous les membres de ce groupe divers.

II.2.4.1. Les propriétés physicochimiques :

Leur nature amphiphile leur confère les propriétés d'agents de surface, détergent, mouillant, émulsifiant, moussant. Ils forment des micelles dans des solutions aqueuses dont la taille et la structure dépendent du type de saponines.

Les saponines possèdent un ensemble de propriétés physico-chimique qui facilitent leur caractérisation, éventuellement, le pouvoir apyrogène, l'action hémolytique et la saveur

âcre. Ils se trouvent généralement sous forme de poudre blanche non cristallisée et sont solubles dans l'eau et les solvants organiques polaires comme les alcools dilués. Ils sont pratiquement insolubles dans les solvants organiques apolaires comme l'acétone, l'éther et l'hexane. Ces composés existent dans la plante sous forme d'un mélange complexe de molécules de structures très proches et de propriétés physicochimiques similaires.

Les propriétés des micelles formées telles que la CMC et le nombre d'agrégation sont affectées par la température, la concentration du sel et le pH. L'incorporation du cholestérol dans les micelles de saponines augmente leur CMC, leur taille, leur viscosité et leur nombre d'agrégations ce qui entraîne l'augmentation de la solubilité du cholestérol d'un facteur de 10^3 à la température ambiante.

L'interaction de stérols, des minéraux et des protéines avec les saponines conduit à des modifications des propriétés physicochimiques et de l'activité biologiques de ces composés. La nature et l'effet de l'interaction type protéine-saponine dépendent du type de protéine, du mélange de saponines et de la température. [27]

II.2.4.2. Les activités biologiques des saponines :

La littérature scientifique rapporte des propriétés médicinales très variées :

Anti-carcinogénique, anti-inflammatoire, anti-tumorale, antivirale, antifongique, antithrombique, cardiovasculaire, cytotoxique, immun modulateur, spermicide et molluscicide. [28]

- **Activité hémolytique** : les saponines varient considérablement dans leur capacité de lyser les érythrocytes. Les bidesmosides sont généralement moins hémolytiques que les monidesmosides.
- **La capacité de complexation des stéroïdique** : les saponines forment des complexes insolubles avec le cholestérol et autres stérols. Cette affinité est plus prononcée avec les saponines stéroïdes et glycoalcaloïdes qu'avec les terpenoïdes.
- **Activité biocide** : les monodesmosides montrent une bonne activité fongitoxique ou fongistatique et une faible activité antimicrobienne. [27]

II.2.4.3. Les saponines en tant que biosurfactants :

La consommation annuelle mondiale de tensioactifs représente aujourd'hui 12 millions de tonnes, dont environ 3 millions pour l'Europe, ce qui représente un chiffre mondial de 13 milliards d'euros. 75 à 80% de ces composés amphiphiles sont issus de la pétrochimie.

Il s'avère que dans un contexte de développement durable et en réponse à la mise en place actuelle de la réglementation REACH, de nouveaux tensioactifs sont à développer à partir de matières premières naturelles renouvelables. Les prévisions de leur consommation incitent un accroissement significatif de leur production. Pour satisfaire cette demande, il est nécessaire de développer de nouvelles molécules amphiphiles répondant aux nouveaux besoins et exigences des industriels, produits performants à coût réduit, et des consommateurs, produits éocompatibles ayant un impact réduit sur l'environnement. Les procédés mis en œuvre pour fonctionnaliser les matières premières végétales respectant au mieux les principes de la chimie verte :

1/ Réduit des déchets, 2/ conception de produits non toxiques, 3/ utilisation de voies de synthèse moins nocives, 4/ utilisation de ressources renouvelables, 5/ utilisation d'un processus catalytique à la place de réactifs en proportion stœchiométrique, 6/ réduction des dérivés chimiques, 7/ respect de l'économie d'atomes, 8/ utilisation de conditions opératoires et des solvants à impact sanitaire réduit, 9/ amélioration des rendements énergétiques,

10/ conception de produits biodégradables, 11/ analyse des émissions en temps réel pour lutter contre la pollution et 12/ réduction des risques d'accidents.

II.2.5. Les tensioactifs naturels :

II.2.5.1. Définition :

Un tensioactif naturel est issu des ressources naturelles d'origine animale ou végétale. Ainsi un tensioactif dont l'une de ses parties, hydrophobe ou hydrophile, est obtenue à partir d'une source naturelle est appelé tensioactif naturel ou biotensioactif.

Les tensioactifs naturels doivent être obtenus par des procédés de séparation tels que l'extraction, la précipitation ou la distillation qui n'introduisent pas de pollution.

Ils sont groupés en trois catégories selon leur origine : microbienne, animale (lécithine, la gélatine, caséine) ou végétale (les saponines). La plus part des biosurfactants sont

anioniques ou non ioniques, rare sont les cationiques (comme ceux qui contiennent un groupe amine). [29]

II.2.5.2. Application des biosurfactants :

Les biosurfactants offrent des avantages sur les surfactants synthétiques en termes de leur dérivation de ressources naturelles renouvelables, faible ou non toxicité, biodégradabilité, excellente activité de surface, possibilité de réutilisation par régénération, spécificité élevée, efficacité sous conditions de pH et de température extrêmes. Les principales fonctions des biosurfactants incluent la solubilisation, l'émulsification, la dispersion, leur capacité d'agent moussant, mouillant et détersif, et dans certains cas antimicrobien bactéricide, fongicide, molluscicide, larvicide et désodorisant. Par conséquent l'intérêt apporté aux biosurfactants est en hausse continuellement, ils sont utilisés dans l'industrie seule ou mélangés avec d'autres biosurfactants ou surfactants synthétiques pour offrir les caractéristiques de performance désirées. Dans l'industrie alimentaire, les biosurfactants agissent comme agent émulsifiant, moussant, stabilisant, antioxydant et antiadhésif. Les applications agricoles et environnementales sont les domaines majeurs d'utilisation des biosurfactants où ils jouent un rôle important dans la remédiation des sols et la production du pétrole (huile), l'élimination des plantes pathogènes, comme ils ont trouvé l'application dans les détergents, la peinture et la cosmétique. [29]

II.2.5.3. Les saponines biosurfactants non ioniques :

Les tensioactifs non ioniques (NI) ont les propriétés suivantes :

- Ils sont compatibles avec toutes les autres classes de tensioactifs.
- Ils sont plus solubles dans les solvants polaires et non polaires que les tensioactifs ioniques.
- Ils ont de bonnes propriétés toxicologiques.
- Ils ne possèdent pas de charge électrique..

Comme :

- Les détergents domestiques ;
- Les liquides pour la vaisselle ;
- Les shampooings ;
- Les formulations phytosanitaires ;

- Les produits pour le travail des métaux.
- Ils sont moins moussants mais les mousses sont plus stables et résistantes au rinçage.
- Ils ont en général une toxicité aiguë moins forte (irritation de la peau et sensibilisation) et, pour cette raison, sont particulièrement appréciés par l'industrie cosmétique et pharmaceutique. [30]

II.2.5.4. Les biotensioactif du fruit du Sapindus Mukorossi :

Les saponines brutes obtenues des péricarpes du Sapindus Mukorossi qui se développent en Chine et au Japon ont été utilisées comme détergent naturel, comme stabilisateur des mousses dans les extincteurs chimiques au Japon.. Pour leur activité anti dermatophyte, elles sont des matières premières dans le domaine cosmétique.[31]

II.2.6. Toxicologie :

Les diverses saponines ont un goût aigre et acide. Elles ne sont pratiquement pas toxiques, si elles sont consommées par les animaux à sang chaud. Cependant, ce sont de véritables toxines dangereuses si elles sont injectées directement dans le sang, car elles dissolvent rapidement les globules rouges

La toxicité des saponines aux espèces homéothermiques par voie orale est de (50-100 mg/kg). Les saponines montrent différents spectres de toxicité des applications parentérales ou intraveineux (LD50 0,7-50 mg/kg).

La toxicité des saponines aux animaux à sang froid dépend du mode d'administration, de la source, de la composition et de la concentration des saponines.[32]

II.3. Extraction solide-liquide de la matière végétale :

II.3.1 Extraction solide-liquide :

L'extraction solide-liquide est l'opération fondamentale qui a pour but d'extraire, de séparer, de dissoudre soit par immersion soit par percolation d'un liquide, un ou plusieurs composants (liquide ou solide) mélangés à un solide. C'est une opération de transfert ou d'échange de matière entre une phase solide, qui contient la matière à extraire et une phase liquide : le solvant d'extraction. [33]

De la percolation à l'infusion en passant par la macération ou la décoction, chaque terme évoque une mise en œuvre domestique d'un procédé d'extraction solide-liquide, dont le solvant est généralement de l'eau ou de l'alcool. [34]

L'extraction solide-liquide à partir de la matrice végétale est une opération unitaire complexe en raison de la nature même du substrat. Les résistances au transfert de matière dues à la structure végétale et la localisation des composés recherchés peuvent être déterminantes. [35]

La complexité de la structure et la variabilité (avec les saisons, les récoltes,...) de la matière végétale ainsi que la variété des composés à extraire (différents poids moléculaires, polarité, lien avec la structure,...) ont conduit à l'apparition d'une grande variété de technologies d'extraction. [34]

Le transfert de matière se réalise entre deux phases hétérogènes et la vitesse apparente d'extraction dépend de plusieurs phénomènes :

- Pénétration du solvant dans la matrice solide.
- Libération du soluté dans le solvant.
- Diffusion de la solution enrichie vers l'extérieur de la particule.
- Transfert de la solution enrichie dans tout l'environnement. [33]

II.3.1.1 Les facteurs influençant l'extraction :

Les phénomènes de transfert de soluté dans le solide, en l'occurrence la matière végétale, sont affectés par plusieurs facteurs caractérisant la matière solide, le soluté et le solvant, ainsi que par les conditions opératoires. [36]

- **Influence du solide** : le solide a une double influence sur le transfert de matière, l'un par sa taille, l'autre par sa structure.
- **Influence du soluté** : le soluté à extraire influence la diffusion de par sa structure moléculaire, sa taille, sa localisation, sa répartition et ses liaisons dans la matière végétale avec d'autres composés.
- **Influence du solvant** : les solvants souvent utilisés sont : l'eau, les alcools (méthanol, éthanol), les hydrocarbures (hexane) et le CO₂ supercritique. [36]

Le choix du solvant se fait selon plusieurs critères :

- La solubilité des composants spécifiques dans le solvant.

- La régénération du solvant si celui-ci doit être réemployé. Il ne doit pas former d'azéotrope avec un des composés qu'il solubilise et sa chaleur latente doit être faible.
 - La tension interfacial et la viscosité, car le solvant doit correctement mouiller la matrice solide.
 - Idéalement il doit être non toxique, stable, non réactif, non inflammable, inoffensif pour l'environnement et peu coûteux. [37]
- **Influence de la température :** l'élévation de la température augmente la solubilité et la diffusivité de la solution et réduit sa viscosité. Mais elle augmente aussi la perméabilité des parois cellulaires et donc diminue la sélectivité comme elle peut dégrader certaines structures thermostables. [38]
- **Influence de l'agitation :** Une agitation mécanique des particules dans le solvant permet le maintien en suspension de celle-ci et l'homogénéisation du milieu. Elle a donc une grande influence sur le transfert de matière à l'interface solide-liquide. [34]
- **Influence de l'humidité :** En règle générale, les matières végétales sont séchées pour faciliter leur conditionnement et surtout leur stockage. Un surplus d'humidité peut donc détériorer le substrat. De plus, lors de l'utilisation des solvants hydrophobes, la diffusivité est inversement proportionnelle à la teneur en eau du solide. [33]

II.3.1.2 La cinétique d'extraction :

Le transfert de soluté du solide vers le liquide se produit grâce à la convection, la diffusion moléculaire et la diffusion par mélange. Lors de la percolation, la diffusion moléculaire dans le solide est l'étape limitant.

Certains facteurs influent sur la cinétique d'extraction tels que :

- La taille et la forme des particules ;
- La distribution de tailles ;
- Le gonflement de la matière ;
- Le changement de structure de la matière. [33]

II.3.1.3 Évaluation du potentiel extractible :

En extraction solide-liquide, une des principales questions réside dans la détermination de la teneur initiale de la matrice végétale en soluté, appelée aussi le potentiel plante. Cette donnée est essentielle si l'on veut établir des bilans matières, parler d'efficacité (rendement du procédé) ou comparer des résultats issus d'essais sur différents lots de plante. Car la matière végétale est une matière évolutive dont la teneur en solutés ne peut être garantie à un instant donné que pour un lot déterminé. Le potentiel plante varie selon l'origine de la plante, les conditions de culture et de stockage. [39]

II.3.2 Extraction solide-liquide des métabolites secondaire d'origine

Végétale :

L'extraction du métabolite secondaire végétal peut se réaliser par trois techniques différentes utilisant soit des solvants, soit de la vapeur, soit des fluides supercritiques [40].

Chacune a ses avantages et ses inconvénients. Le coût total est étroitement lié à la technologie nécessaire pour atteindre en toute sécurité la température et la pression exigées par la méthode choisie. C'est pourquoi l'extraction par solvant est souvent préférée par rapport aux autres techniques.

Le choix du solvant est primordial pour obtenir une bonne extraction des molécules visées tout en respectant des contraintes de sécurité et de coût économique.

Le choix de l'équipement va conditionner le procédé mis en œuvre (fonctionnement continu ou discontinu, taille des lots, mode de contact solide-liquide), et la nature des opérations connexes (filtration). [33,34]

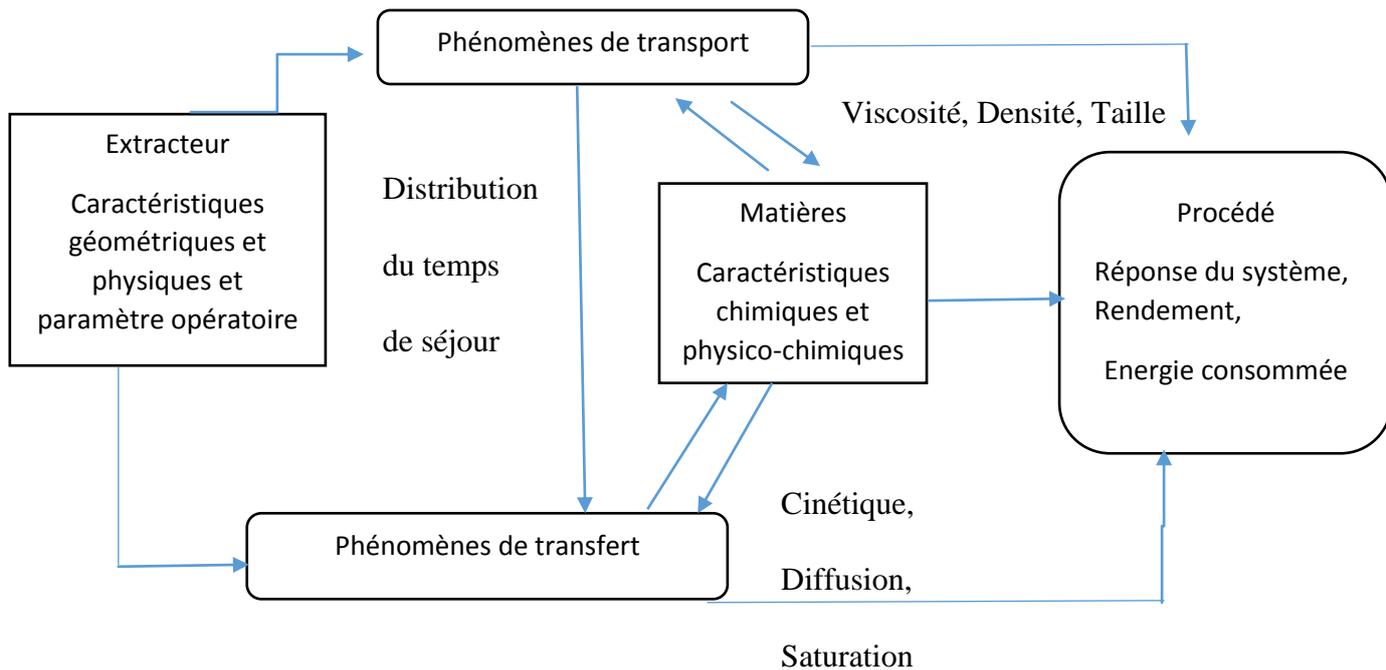


Figure II.7 : Couplage entre les différents phénomènes lors de l'extraction solide-liquide.

II.3.2.1 Extraction des saponines et des sapogénines :

L'intérêt commercial prépondérant des saponines, leur extraction, leurs applications et la mise en évidence de leurs bienfaits sur la santé ont conduit au développement de leur production à partir des sources naturelles à une échelle commerciale.

La première étape dans la fabrication de saponines implique leur extraction à partir de la matrice de la plante, et comme dans tout processus d'extraction le solvant d'extraction, les conditions d'extraction (comme la température, le temps, le pH, la qualité de solvant) et les propriétés de la matière (la composition et la taille des particules) sont les facteurs majeurs qui déterminent l'efficacité et les propriétés du produit fini.

II.3.2.1.1 Le prétraitement de l'échantillon :

Les étapes de prétraitement sont entreprises afin d'accroître l'extraction. Elles incluent : le séchage, la réduction de la taille des particules. La réduction de la taille des particules (par broyage) est souvent effectuée pour améliorer l'efficacité de transfert de masse lors de l'extraction [27].

II.3.2.1.2. L'extraction des saponines par solvant :

À première vue, et en raison de la bonne solubilité de la plupart des saponines dans l'eau], il sera juste de penser qu'une macération ou un chauffage à reflux dans ce solvant polaire permettrait leur extraction. Cependant, la lyophilisation subséquente de l'extrait peut entraîner l'hydrolyse des bidesmosides. Par conséquent, l'extraction des saponines se fait habituellement à l'aide d'alcools comme le méthanol ou l'éthanol à différentes concentrations dans l'eau. [41]

II.3.2.1.2.1. Le solvant d'extraction :

L'eau, les alcools (méthanol et éthanol) ou les mélange (eau + alcool) sont largement utilisés pour l'extraction des saponines de la matrice des plantes.

D'autres solvants ont été utilisés dans l'extraction des saponines incluant les solutions aqueuses de surfactants, les solutions alcooliques de l'acide glycyrrhizique a augmenté le rendement [27].

- **Effets du solvant sur le rendement d'extraction :** le choix du solvant pour une application particulière doit se baser sur l'effet du solvant sur le rendement, la pureté des saponines et la composition des mélanges de saponines. Le rendement de saponines obtenues par l'extraction avec l'alcool aqueux (40-80%) est plus élevé que celui obtenu par l'extraction avec l'eau ou l'alcool pur.
- **Effets de la température :** La température peut affecter le rendement et la composition.

II.3.2.1.2.2. Les méthodes d'extraction par solvant :

Notamment en théorie, il existe différentes méthodes d'extraction des métabolites secondaires. L'une de ces méthodes est adoptée par notre laboratoire. Les étapes essentielles sont :

- la macération : Une opération qui consiste à laisser la poudre du matériel végétal en contact prolongé dans un solvant pour en extraire les principes actifs. C'est une extraction qui se fait à température ambiante.
- Extractions successives de type liquide-liquide par des solvants de polarité croissante. [43]

Les autres méthodes sont :

- La lixiviation
- Extraction par chauffage à reflux
- La percolation
- Macération
- La décoction
- L'infusion
- La digestion
- L'élution.

Partie expérimentale

III. Objectif du travail :

Notre objectif principal s'inscrit dans le cadre de la valorisation des extraits des fruits d'une espèce végétale très disponible en Algérie. Cette matière active pourrait contribuer à la formulation d'un gel antiseptique. Nous avons opéré comme suit :

Mettre en évidence les propriétés tensioactives du fruit de l'arbre du *Sapindus mukorossi* tel que la propriété de moussage

Evaluer les activités biologiques des extraits de cette plante, en particulier les activités microbiologiques

Proposer une formulation d'un gel antiseptique à base de saponines extraites du *Sapindus mukorossi* et le comparer à un produit commercial.

III.1. Matériel :

Tableaux II.2. Matériel et Produits :

Matériel	Produits chimiques	Les appareils utilisés
Becher	Glycérol	Conductimètre
Erlenmeyer	Ethanol	Centrifugeuse
Eprouvette gradué	NaOH	pH mètre
Burette	Carbopole 940	Tensiomètre
Pipete	Conservateur	Spectrophotomètre d'adsorption atomique (IR, UV
Papier filtre	Vitamine E	Agitateur
Boite de pétri	Tension actif extrait de fruit se <i>Sapindus mukorossi</i>	Balance
Tube d'essai		
Entonnoir		

III.2. Modes opératoires :

Toutes nos expériences ont été réalisées à l'un des laboratoires pédagogiques du département de Génie des Procédés.

III.2.1. Prétraitement de la plante :

III.2.1.a. Lavage :

Pour éliminer toutes impuretés, nous avons lavé les fruits du *Sapindus mukorossi* à l'eau de robinet puis à l'eau distillée.

III.2.1.b. Séchage :

Ces mêmes fruits ont été séchés dans l'étuve à une température ne dépassant pas les 40°C afin d'en conserver la composition chimique.

III.2.1.c. Le broyage :

Après séchage, nous avons réduit en poudre les fruits du *Sapindus* par broyage après les avoir débarrassés de leurs noix.

III.2.1.d. Le tamisage :

Après broyage, l'opération de tamisage a été effectuée sur des tamis à différents diamètres des pores. Nous avons choisi un tamis avec un diamètre des pores de 100 μm . (sachant que plus la taille des particules est petite et plus on obtient une meilleur extraction). Après cette opération, les poudres ont été conservées dans des flacons à l'abri de l'humidité et la lumière.



Figure III.8 : la poudre de saponines.

III.2.2. Traitement des poudres :

Au cours de cette étape, les poudres subissent une série d'opérations en l'occurrence :

- L'extraction
- La centrifugation
- La filtration

III.2.2.1. L'extraction :

Parmi les nombreuses techniques d'extraction, nous avons choisi la macération. C'est une technique où on immerge la matière végétale dans un liquide froid afin d'en extraire les espèces chimiques solubles dans ce liquide.

La poudre a été mélangée dans les solvants d'extraction sous agitation mécanique pendant 24h à température ambiante.

III.2.2.2. La centrifugation :

Des solutions de l'extrait ont été mises dans une centrifugeuse à raison de 500 tours/mn pendant 30 mn pour avoir une séparation maximale.

III.2.2.3. La filtration :

La figure ci-dessous illustre un montage d'une filtration d'un mélange solide-liquide.

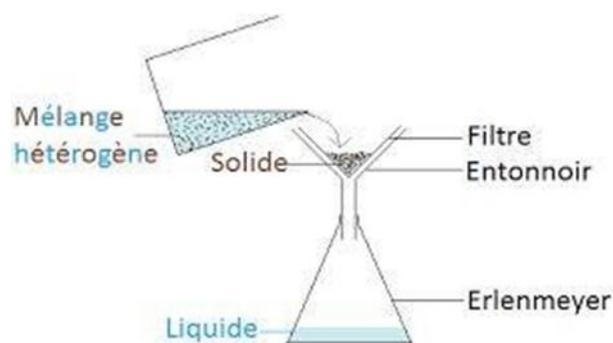


Figure III.9 : Filtration sous gravitation.

III.3. Caractérisation de saponines :

III.3.1. Test de présence de saponines par le calcul de l'indice de mousse :

La présence des saponines est déterminée qualitativement par le calcul de l'indice de mousse. Nous utilisons l'expérience suivante :

Prendre 2g de poudre de fruit pour préparer une décoction avec 100 ml d'eau. On porte à l'ébullition pendant 30 min, après refroidissement et filtration, on réajuste le volume à 100 ml à partir de cette solution mère. On remplit 10 tubes à essai avec 1, 2, 3 10 ml, le volume final étant réajuste à 10 ml avec l'eau distillée. Chacun de ces tubes est agité avec énergie pendant 15 secondes. Après le repos 15 min en position verticale, on relève la hauteur de la mousse persistante en cm, et l'indice de mousse est calculé selon la formule suivante :

$$I = \frac{h \cdot 5}{(0,01 \cdot X)}$$

I : l'indice de mousse en (cm/ml)

H : hauteur de la mousse en (cm)

X : le volume de solution mère en (ml)

La présence de saponines dans le fruit du Sapindus serait confirmée avec un indice supérieur à 100.

III.3.2 Technique spectrométrique :

III.3.2.1 Spectrométrie UV-visible :

Méthode analytique qualitative qui consiste à mesurer l'absorbance ou la densité optique d'une substance chimique donnée en solution. Plus cette espèce est concentrée plus elle absorbe la lumière dans les limites de proportionnalités énoncées par la loi de Beer-Lambert.

La densité optique des solutions est déterminée par un spectrophotomètre préalablement étalonné sur la longueur d'onde d'absorption de l'espèce chimique à étudier.

Protocole expérimental :

Dans un premier temps on fait des dilutions sur l'échantillon.

Dans une cuve en Quartz de 1 cm de largeur, on introduit l'extrait brut éthanoïque à analyser, environ 1ml, après quelques minutes l'absorbance est lue au spectrophotomètre UV-visible.

Avant cette procédure on étalonne d'abord l'appareil par le blanc de l'extrait.

III.3.2.2. Spectroscopie infrarouge :

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier est une technique de mesure pour l'acquisition de spectres infrarouge. Le spectre infrarouge permet de repérer les fonctions chimiques présentes comme les groupements cétones, alcool, acide carboxylique acétate, qui caractérise la plupart des triterpènes [44]. Les spectres sont enregistrés à température ambiante à l'aide d'un spectrophotomètre piloté par un ordinateur grâce à un logiciel spécial.

Protocole expérimental :

Prendre une petite quantité de poudre mélangée à 10 g de KBr, pour préparer une pastille en KBr qui donnera le spectre IR de l'échantillon.

Les spectres sont enregistrés à température ambiante par un spectrophotomètre piloté par un ordinateur utilisant un logiciel spécial.

III.3.2.3. Détermination de la concentration micellaire critique (CMC) :

Les molécules tensioactives possèdent la propriété d'abaisser la tension de surface de l'eau distillé (64,69 mN/m).

La propriété principale des tensioactifs est de pouvoir s'auto-organiser. Cette tendance est d'habitude caractérisée par la concentration micellaire critique (CMC). En dessous de la CMC, le tensioactif forme une couche en surface du liquide et le reste est dispersé dans la solution. Lorsqu'on augmente la quantité de tensioactif, sa concentration augmente de manière proportionnelle jusqu'à atteindre une valeur limite : la CMC.

Graphiquement, on détermine le logarithme de la CMC au point de discontinuité de la courbe ce qui permet d'aboutir à la concentration micellaire critique CMC.

III.3.2.4.Détermination de la concentration micellaire critique par le calcul de la tension superficielle :

Le principe :

Une lame en verre parfaitement propre d'épaisseur constante et longueur L est plongée dans la solution de l'extrait du Sapindus Mukorossi, afin de mesurer la force d'arrachement de la lame ; une fois les valeurs stables, on note la tension superficielle. À partir de la solution mère de l'extrait, nous avons préparé différentes solutions diluées.

III.3.2.5.Détermination de la concentration micellaire critique par le calcul de la conductivité :

Le principe :

On prépare des solutions à différents rapports avec différentes concentrations puis on mesure la conductivité au moyen d'un conductimètre.

III.3.3.Les analyses microbiologie :

Matériels utilisés :

L'évaluation de l'activité antimicrobienne de l'extrait a été réalisée par la méthode classique selon les étapes suivantes :

- a) Les disques utilisés proviennent du Laboratoire de Microbiologie, de la Filiale ANTIBIOTICAL- SAIDAL.
- b) Les Souches microbiennes utilisées proviennent du Laboratoire d'hygiène de la wilaya de Tipaza. Les souches de référence utilisée étaient les bactéries Staphylococcus aureus, Escherichia Coli ATCC dans le milieu Muller Hinton.

III.3.3.1.Préparation des milieux de culture :

Protocole expérimental :

Liquéfier les milieux de culture Muller Hinton (bactéries) et Sabourau (levures et champignons) gardé en surfusion dans une étuve à 45C°.

Sous hotte à flux laminaire, verser aseptiquement les milieux de culture gélosés sur les boites de pétri a raison de 15 ml par boite

Laisser refroidir et solidifier à température ambiante et conserver dans des conditions évitant toute modification de leur composition selon la figure ci-après :

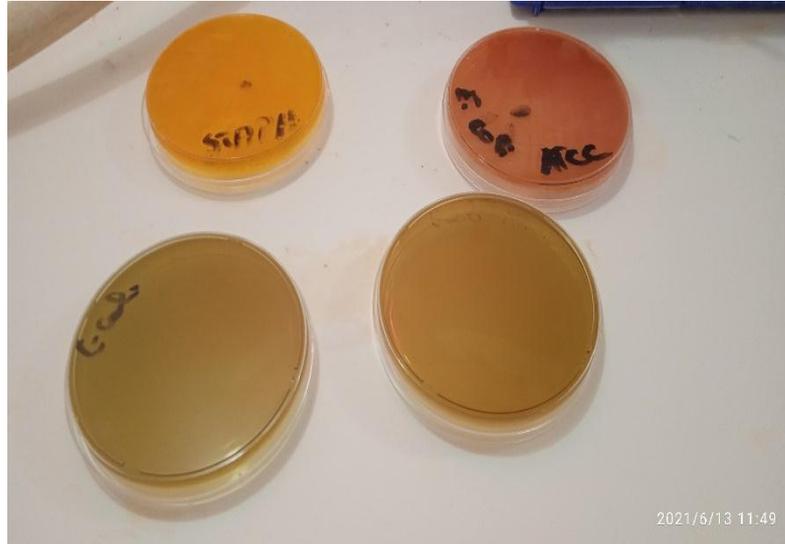


Figure III.10 : Gélose fusionnée dans des boites de pétri.

III.3.3.2.Ensemencement :

Imbiber aseptiquement un écouvillon avec la suspension microbienne.

Essorer l'écouvillon en pressant fermement et en tournant sur la paroi interne de tube afin de le décharger du sur plus de suspension ensemencer aseptiquement une boite de pétrie en frottant délicatement l'écouvillon sur la surface de la gélose en stries sérés en tournant la boite à 45°c de façon a croisé les stries finir l'ensemencement en passant l'écouvillon sur la périphérie de la gélose.

III.3.3.3.Dépôt des disques :

Les disques absorbants sont stérilisés et imbibés par l'extrait et sont déposés sur la surface de gélose inoculée à l'aide des écouvillons avec les souches testées. Les boites de pétri sont incubées à l'étuve (24h à 37°C pour les bactéries et 48h à 25°C pour les levures et les moisissures).

III.4. La formulation :

Mode opératoire :

2g de Carbopole sont mélangé à 82.98 d'eau et laisser agiter jusqu'à ce que le Carbopole se dissout. La solution obtenu est agitée pendant 15 mn à l'aide de l'Ultra Turrax jusqu'à gélification. A cette solution, on ajoute 10% de solution (eau + saponines), 5% de glycérol et quelques gouttes d'hydroxyde de sodium pour avoir un pH entre 6 et 7. A ce mélange, on ajoute 0.02 % vitamine E (environ 3 gouttes) comme conservateur. L'agitation continue jusqu'à la formation d'un mélange homogène visqueux. D'autres formulations ont été préparées selon ce mode opératoire.

Tableau III.3. Différentes formulation :

quantité/formue	F1	F2	F3
de solution mère	10%(eau + saponines)	10%(saponine/ eau/éthanol)	10% (eau +saponines)
glycérol	5%	5%	5%
vitamine	0 .02%	0 .02%	0 .02%
Carbopole	2%	2%	1%
Eau	82.98	82.98	83.98
NAOH	Des gouttes	Des gouttes	Des gouttes

Résultats et Discussions

IV. Résultats de Caractérisation de saponines :

IV.1. Test de présence de saponines par calcul l'indice de mousse :

Les résultats de la stabilité de mousse sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau VI.4 : résultat obtenu pour la présence de saponine dans la plante par le calcul de l'indice de mousse :

Tubes	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Vmère (ml)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
H (cm)	1,3	2,5	2,9	4	4,5	5	4,1	5,8	6,7	6,9
I	650	625	483,33	500	450	416,66	292,85	362,5	372,2	345

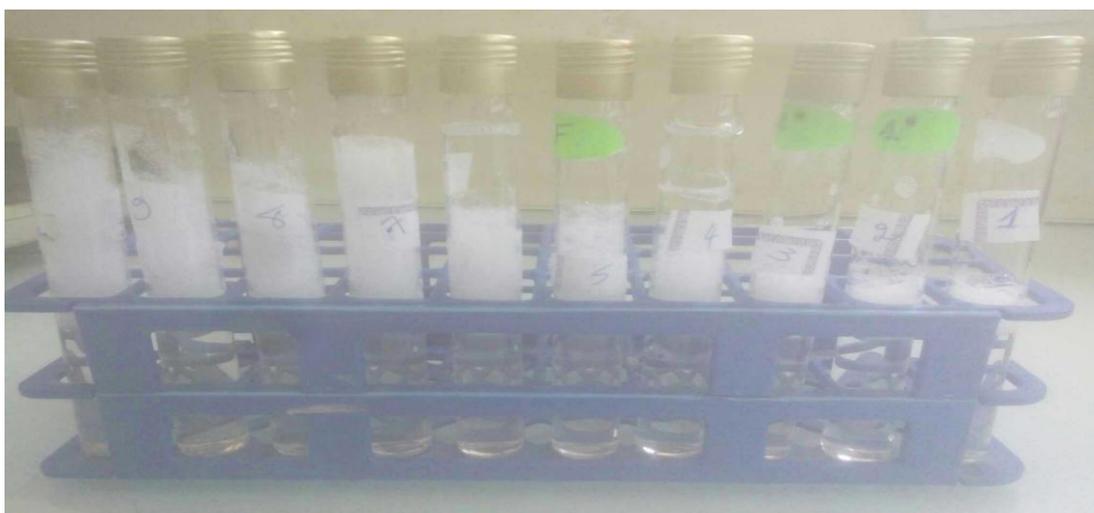


Figure IV.11 : Test de présence des saponines

D'après les valeurs de l'indice de la mousse obtenue qui toujours supérieur à 100 dans le fruit du *Sapindus mukorossi* et la formation de la mousse donc on à confirmer la présence de saponine dans la plante.

IV.1.1. Test de présence de saponines par calcul l'indice de mousse rapport 1/10 à pH= 4 et 8 :

Les résultats de la stabilité de mousse sont regroupés dans le tableau suivant :

IV.1.1.a. Test de présence à pH=4 :

Tableau IV.5 : Résultat obtenu pour la présence de saponine dans la plante par le calcul de l'indice de mousse de rapport 1/10 à pH=4 :

Tubes	1	2	3	4	5
V mère (ml)	1	2	3	4	5
H (cm)	0,4	0,5	0,6	2	2,5
I	200	125	100	250	250



Figure IV.12 : Test de présence des saponines à pH= 4.

IV.1.1.b. Test de présence à pH=8 :

Tableau IV.6 : Résultat obtenu pour la présence de saponine dans la plante par le calcul de l'indice de mousse de rapport 1/10 à pH=8 :

Tubes	1	2	3	4	5
V mère (ml)	1	2	3	4	5
H (cm)	8	9	6	8,8	6,1
I	4000	2250	1000	1100	610

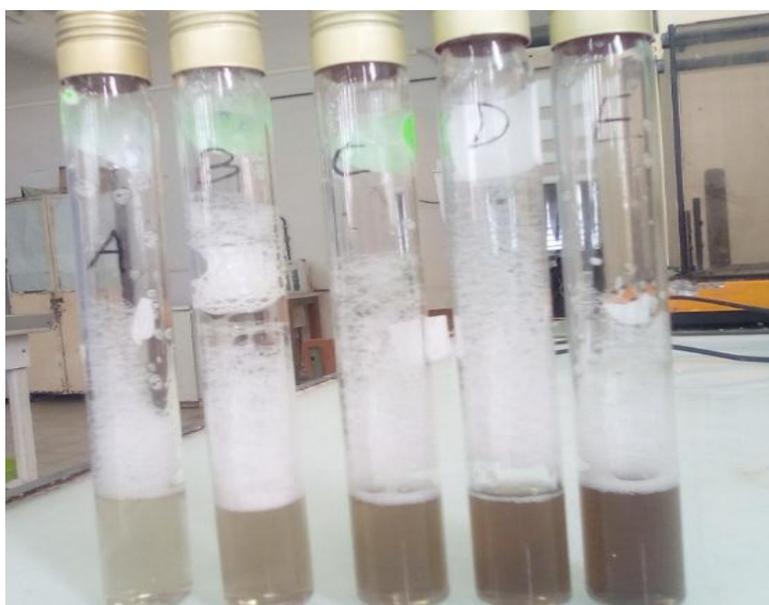


Figure IV.13 : Test de présence des saponines à pH= 8.

On change le rapport travaillé ou rapport 1/20 :

RAPPORT 1/20 pH=4 :

Tableau IV.7 : Résultat obtenu pour la présence de saponine dans la plante par le calcul de l'indice de mousse de rapport 1/20 à pH=4 :

Tubes	1	2	3	4	5
V mère (ml)	1	2	3	4	5
H (cm)	2,9	1,9	1,5	1,8	1,9
I	1450	475	250	225	190



Figure IV.14 : Test de présence des saponines à pH= 4.

A pH=8 :

Tableau IV.8 : Résultat obtenu pour la présence de saponine dans la plante par le calcul de l'indice de mousse de rapport 1/20 à pH=8 :

Tube	1	2	3	4	5
V mère (ml)	1	2	3	4	5
H (cm)	5	5,5	5	5,7	5,2
I	2500	1375	833,33	721,5	520

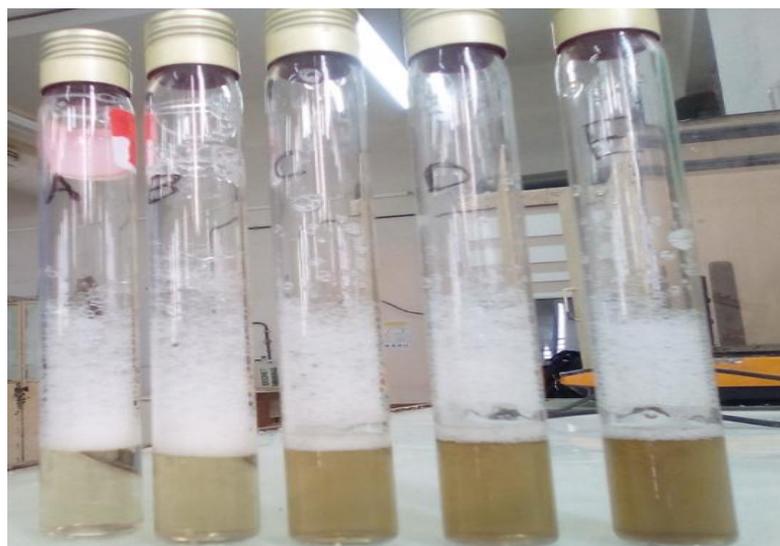


Figure IV.15 : Test de présence des saponines à pH= 8.

Tableau IV.9 : l'indice de mousse en fonction de pH :

	Indice de mousse (rapport 1/10)	Indice de mousse (rapport 1/20)
pH=4	185	518
pH=8	1792	1189,966
pH=12	190,66	181,33

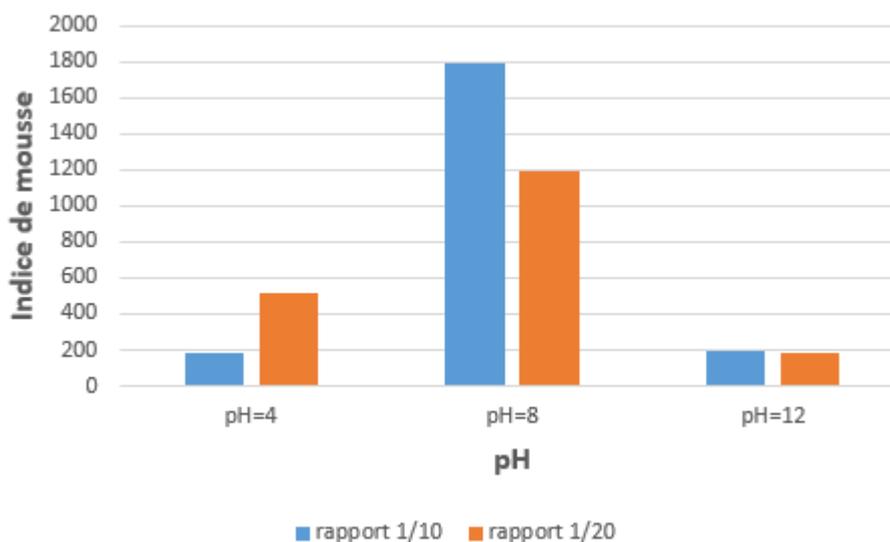


Figure IV.16 : Histogramme de l'indice de mousse en fonction de pH

On remarqué que comme en augmenté le pH l'indice de mousse augmente.

IV.2. Résultats des techniques spectroscopies :

IV.2.1. Spectrométrie UV-visible :

Les spectres d'absorption en UV-visible de l'extrait ont été obtenus par un balayage spectral entre 200 et 400nm.

Ce spectre (figure IV.17) montre trois longueurs d'onde du maximum d'absorption 203,5 nm ,235.5 nm et 343,5 nm.

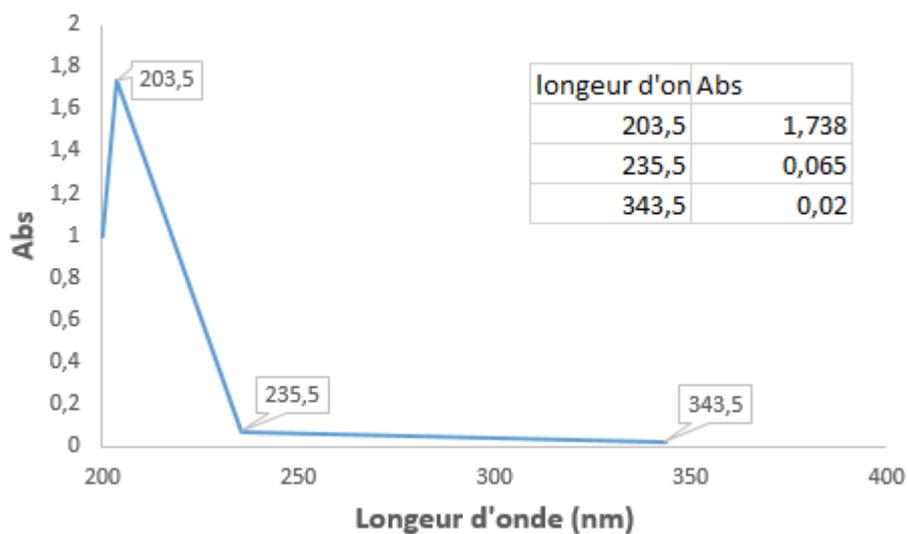


Figure IV.17 : Spectre UV-visible de Saponine avec (éthanol +eau).

IV.2.2.Spectrométrie infrarouge :

Des études par spectroscopie-infrarouge ont été effectuées sur un spectromètre à la température ambiante (nombre d'onde compris entre 400 et 4000 cm^{-1})

L'échantillon de la poudre de la matière active du fruit de l'arbre Sapindus mukorossi :

Le spectre infrarouge est représenté sur la figure suivante et Les bandes les plus intenses sont reportées dans le tableau suivant :

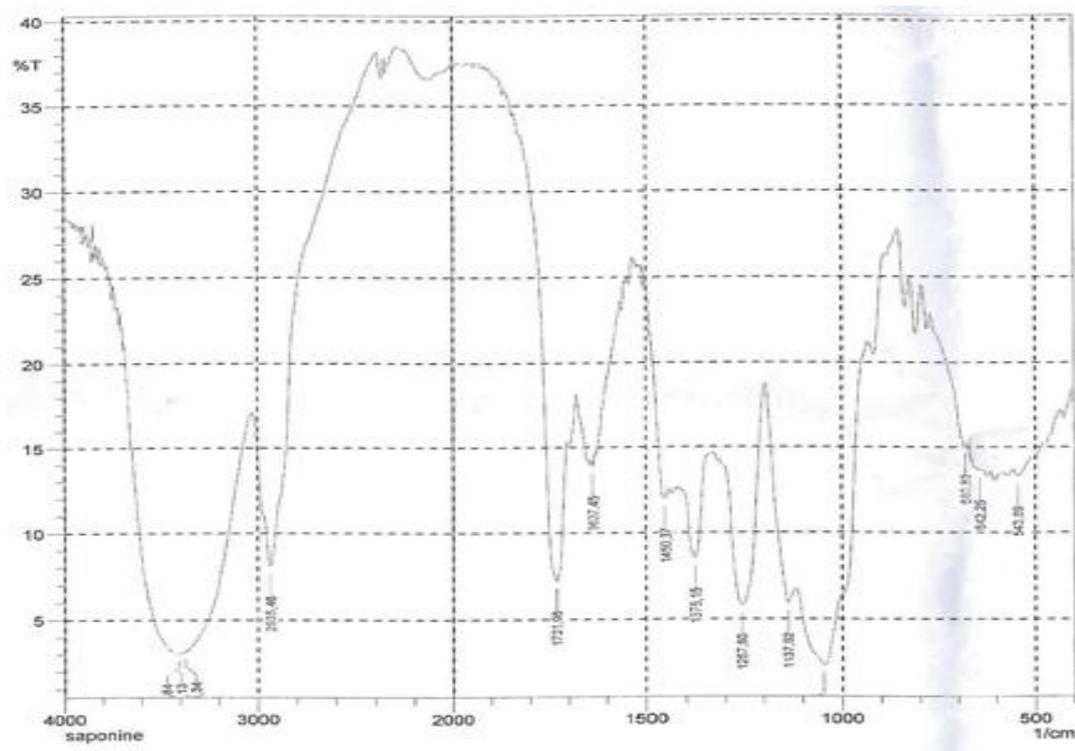


Figure IV.18 : Spectre infrarouge de la poudre de la matière active du fruit de l'arbre Sapindus mukorossi.

Tableau IV.10 : Bandes IR observées dans le spectre infrarouge de la matière active du fruit de l'arbre Sapindus mukorossi :

bandes (cm-1)	Les liaisons	Composé	Intensité
3411,84	O-H	Des groupes hydroxyles	Forte
2935,96	C-H	Alcane	Forte
1731,96	C=O	Groupe de l'acide ou de l'ester carboxylique	Forte
1637,45	C=C	Alcène (fraction de saponine)	Moyenne
1450,37 - 1375,15	C-C	Alcane	Moyenne
1257,50	C-O	Acide	Variable
1137,92 – 1047	C-O	Alcools tertiaires et secondaires	Forte
680,83 – 543,89	C-C	Alcane	Variable

L'échantillon de Saponine avec l'eau distillé :

Le spectre infrarouge est représenté sur la figure suivante et Les bandes les plus intenses sont reportées dans le tableau suivant :

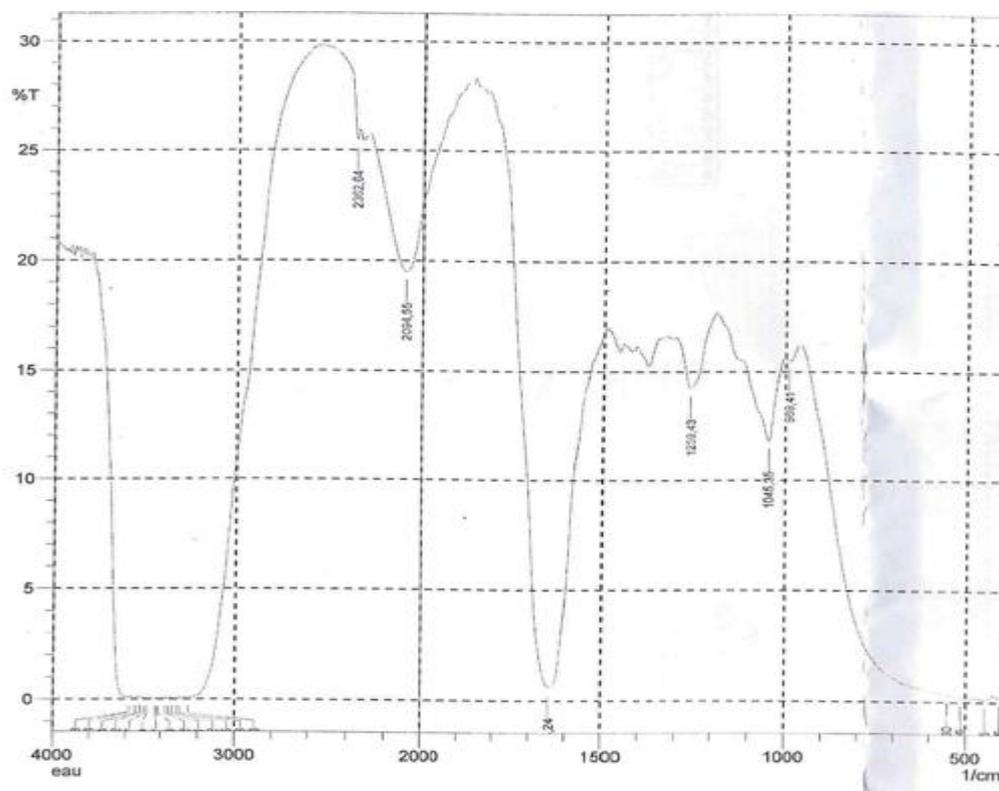


Figure IV.19 : Spectre infrarouge de Saponine avec l'eau distillé.

Tableau IV.11 : Bandes IR observées dans le spectre infrarouge de Saponine avec l'eau distillé :

Bande (cm-1)	Les liaisons	Composé	Intensité
3489,28 - 3251,76	O-H	Des groupes hydroxyles	Forte
2362,64-2094,55	C≡C	Alcyne	Variable
1643,24	C=C	Alcène	Forte
1259,43	C-O	Acide	Moyenne
1045,35	C-O	les alcools tertiaires et secondaires	Variable
986,41 - 406,95	C-C	Alcane	Moyenne

L'échantillon de Saponine avec (éthanol + eau) :

Le spectre infrarouge est représenté sur la figure suivante et Les bandes les plus intenses sont reportées dans le tableau suivant :

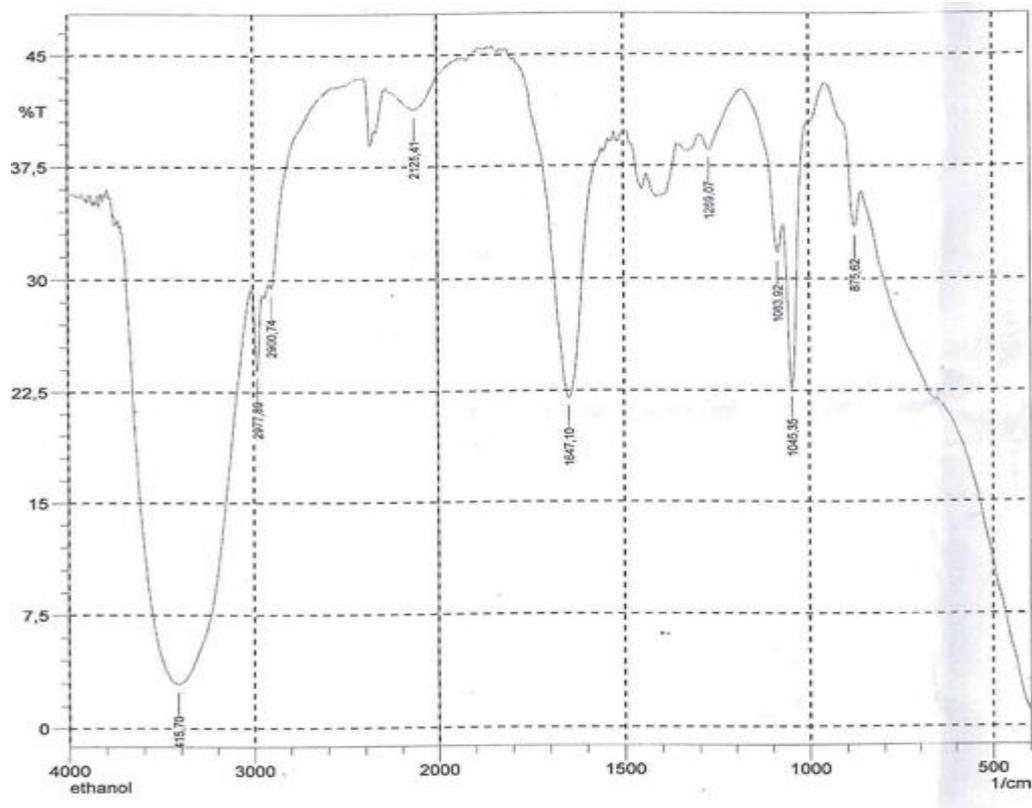


Figure IV.20 : Spectre infrarouge de Saponine avec (éthanol + eau).

Tableau IV.12 : Bandes IR observées dans le spectre infrarouge de Saponine avec (Éthanol + eau) :

Bande (cm-1)	Les liaisons	Nature	Intensité
3415,70	O-H	Des groupes hydroxyles	Forte
2977,89 – 2900,74	C-H	Alcane	Variable
2125,41	C≡C	Alcyne	Moyenne
1647,10	C=C	Alcène	Variable
1269,07	C-O	Acide	Moyenne
1083,92 – 1045,35	C-O	les alcools tertiaires et secondaires	Variable
875,62	C-C	Alcane	Moyenne

Comparaison des trois spectres IR des Saponine avec l'eau, Saponine avec (éthanol + eau) et de poudre de saponine nous permet de tirer les remarques suivantes :

- Une superposition entre les trois spectres.
- Présence des bandes à 2900-2977 représentant les vibrations d'élongation des C- H aliphatiques dans le spectre de la poudre et de Saponine avec (éthanol +eau) et pas dans Saponine avec l'eau.

IV.3.Déterminer la concentration micellaire critique avec les différents rapports :

IV.3.1.Déterminé le CMC avec la tension superficielle :

Tableau IV.13 :l'évolution de tension superficielle en fonction de la concentration de Saponine avec l'eau distillé (rapport 1/5) :

TS (mN/ m)	37, 02	39, 67	41, 91	44, 96	54, 71	60, 02							
C (g/L)	0,2	0,2	0,0 95	0,0 64	0,0 54	0,0 43	0,0 36	0,0 31	0,0 27	0,0 24	0,0 21	0,0 18	0,0 16

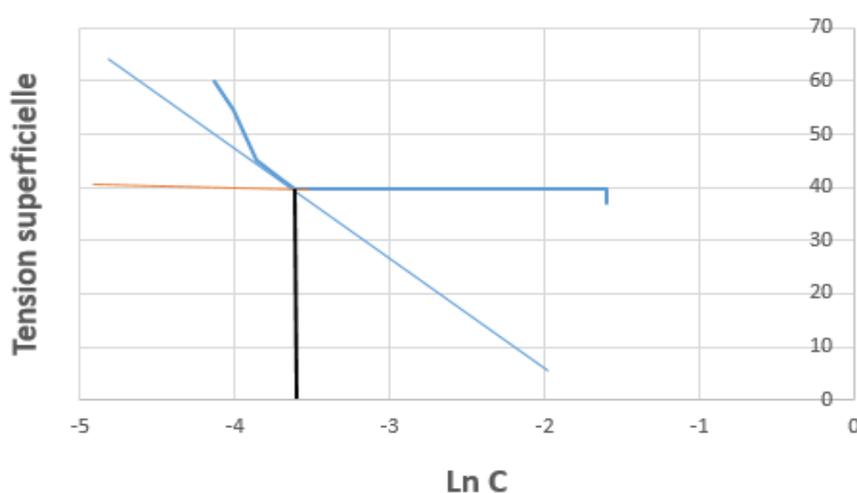


Figure IV.21 :l'évolution de tension superficielle en fonction de la concentration de Saponine avec l'eau distillée (rapport 1/5).

Chapitre IV : Résultats et discussions

Tableau IV.14 : l'évolution de tension superficielle en fonction de la concentration de Saponine avec l'eau distillé (rapport 1/10) :

TS (mN/m)	39,67	39,67	39,67	39,67	41,91	44,35	47,81	55,95	57,78
C (g/L)	0,1	0,2	0,105	0,071	0,054	0,031	0,027	0,018	0,015

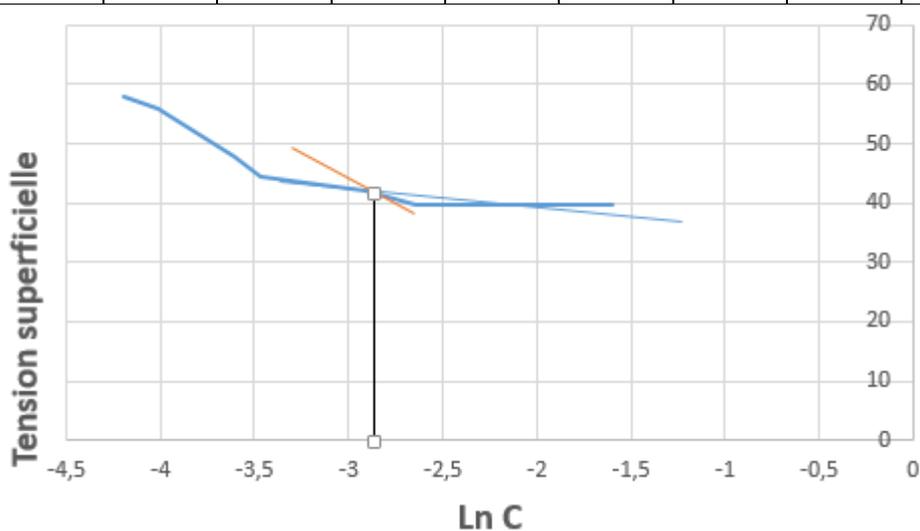


Figure IV.22 : l'évolution de tension superficielle en fonction de la concentration de Saponine avec l'eau distillée (rapport 1/10).

IV.3.2. Déterminé le CMC avec la conductivité :

Tableau IV.15 : l'évolution de conductivité en fonction de la concentration de Saponine avec l'eau distillé (rapport 1/5) :

Cond (μS)	1539	1000	98,7	25,74	12,87	7,05	3,80	3,15	3,12	4,55	3,31
C (g/L)	0,2	0,095	0,043	0,036	0,031	0,027	0,024	0,021	0,02	0,018	0,016

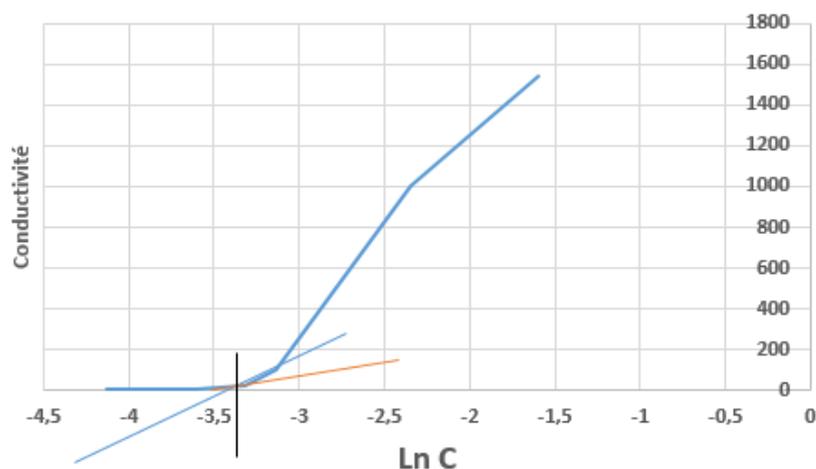


Figure IV.23 : l'évolution de conductivité en fonction de la concentration de l'extrait dans l'eau distillé (rapport 1/5).

Tableau IV.16 : l'évolution de conductivité en fonction de la concentration de Saponine avec l'eau distillé (rapport 1/10) :

Con d (μS)	185, 1	10,3	7,42	6,33	5,26	5	3,99	3,64	3,1 8	2,99	2,44	2,02
C (g/L)	0,10 5	0,05 4	0,04 3	0,03 6	0,03 1	0,02 7	0,02 4	0,02 1	0,0 2	0,01 8	0,01 6	0,01 5

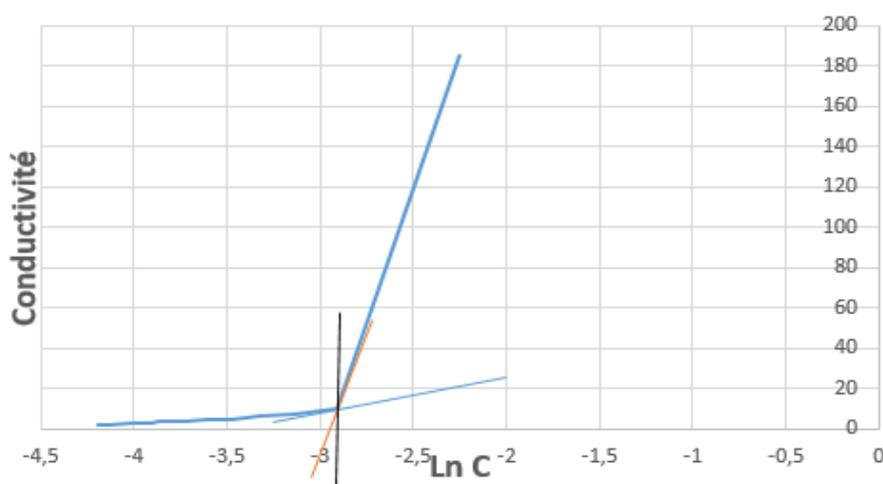


Figure IV.24 : l'évolution de conductivité en fonction de la concentration de Saponine avec l'eau distillée (rapport 1/10).

Tableau IV.17 : Variation de CMC en fonction de différents rapports de solution :

Type de rapport de solution	Rapport 1/5	Rapport 1/10
CMC	0,036 g/L	0,054 g/L

La CMC est donc la concentration totale en tensioactif pour laquelle un nombre constant et petit de molécules de surfactant sont sous forme agrégées.

La plupart des bio surfactants ont des CMC faibles et nombre d'agrégation supérieur aux surfactants synthétiques : leur efficacité est donc meilleure. Les CMC obtenues pour les bio surfactants varient en général de 1 à 200 mg/L.

IV.4. Analyse microbiologie :

Activité antimicrobienne :

Cette étape est basée sur l'étude du pouvoir antibactérien de l'extrait a été effectuée par un test appelé « antibiogramme » qui est une méthode des disques absorbants.

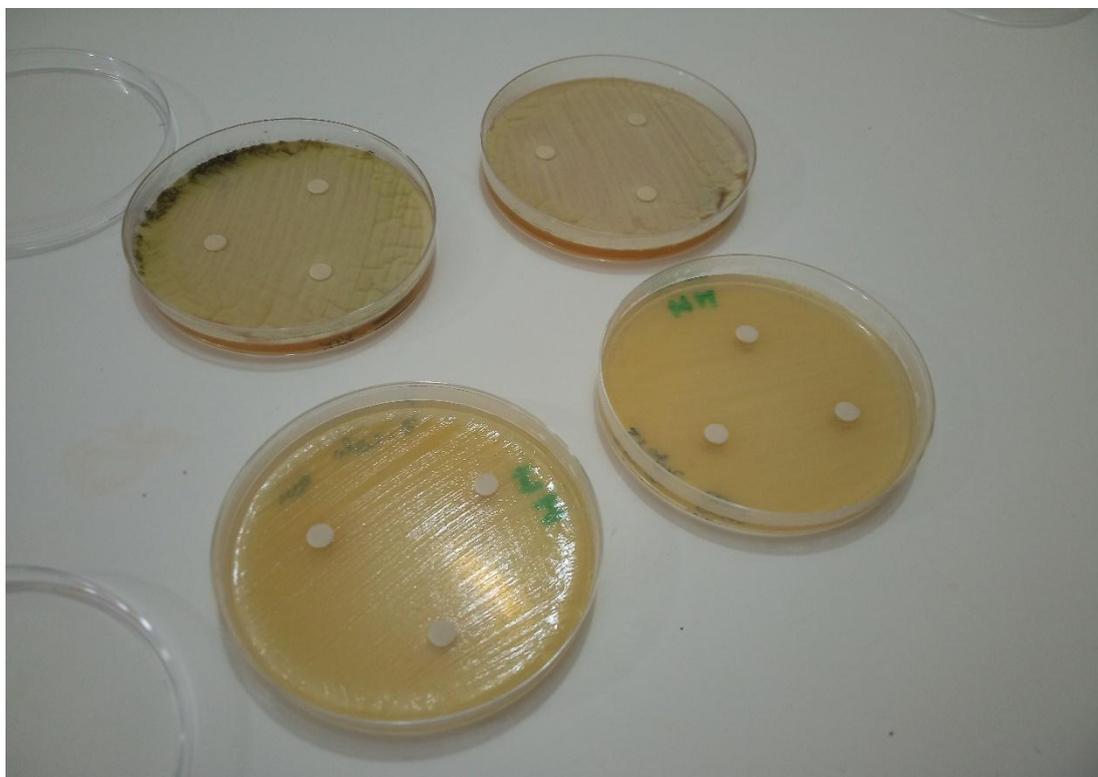


Figure IV.25 : les antibiogrammes de Staphylococcus aureus et Escherichia coli et champignon avec l'extrait du fruit de Sapindus mukorossi.

Chapitre IV : Résultats et discussions

Le figure 25 illustrent les photographies des boîtes de pétri de l'action bactéricide de l'extrait brut du fruit de *Sapindus mukorossi*, obtenus après l'incubation des germes testés pendant 24h. L'examen des résultats obtenus montre que l'extrait brut du fruit de *Sapindus mukorossi* ne possède aucune activité antimicrobienne vis-à-vis des trois souches bactériennes, à savoir : *staphylococcus aureus*, *Escherichia Coli* et champignon (les *aspergillus*) et l'absence de la zone d'inhibition pour toutes les souches bactériennes montrent que ces dernières sont résistantes à l'extrait avec l'eau et à l'extrait avec éthanol + eau de la coquille de *Sapindus mukorossi*.



Figure IV.26 : les antifongigrammes de candida albicans avec l'extrait brut du fruit de *Sapindus mukorossi*.

La figure 26 montre les photographies des résultats d'action fongicide de l'extrait brut du fruit de *Sapindus mukorossi* obtenus après l'incubation des germes testés pendant 48h. L'analyse des résultats montre que l'extrait brut du fruit de *Sapindus mukorossi* possède un effet inhibiteur important vis-à-vis *candida albicans*. D'après résultats nous pouvons considérer que ces *Candida* sont des germes microbiens très sensibles envers l'extrait brut du fruit de *Sapindus mukorossi*. Par contre cet extrait n'a pas empêché la croissance avec les *aspergillus*.

Ces résultats montrent que l'extrait brut du fruit de *Sapindus mukorossi* possède une très forte activité antifongique contre *Candida albicans*.

IV.5. Caractérisation physico-chimie de gel :

Formule n°1 :

Le produit final est présenté dans la figure suivante :



Figure IV.27 : Produit fini de la formule n°1.

Formule n°2 :



Figure IV.28 : Produit fini de la formule n°2.

Formule n°3 :



Figure IV.29 : Produit fini de la formule n°3.

IV.5.1.Potentiel d'hydrogène :

Tableau IV.18 : Tableau de pH de produit :

Echantillon	pH avant ajusté NaOH	pH après ajusté NaOH
Echantillon de formule n°1	4,09	6,5
Echantillon de formule n°2	4	7

IV.5.2.Evaluation de la stabilité :

On met les gels dans des tubes de centrifugation à 300 (tour/min) pendant 20. Les résultats de la centrifugation se sont montrés aucun déphasage. Donc il s'agit d'une stabilité de mélange.

IV.5.3.Analyses rhéologiques :

Sur le rhéogramme montrant l'évolution de la viscosité apparente en fonction de la vitesse de cisaillement à une échelle logarithmique et en utilisant le logiciel STATISTICA, on remarque bien que les courbes d'écoulement comportent plus d'un comportement. En effet, nous observons deux zones ; pour un cisaillement très faible allant jusqu'à 0.05 s^{-1} , la viscosité est quasiment constante et alors le comportement est Newtonien. Au-delà de

cette vitesse, la viscosité diminue rapidement, par déstructuration des structures via un comportement rhéofluidifiant.

Selon le système d'extraction Il existe deux modèles rhéologiques qui peuvent répondre à ce comportement rhéofluidifiant, à savoir le modèle de Carreau pour le système Eau (figure IV.30) et celui de Cross pour le système Eau/Ethanol (figure IV.31).

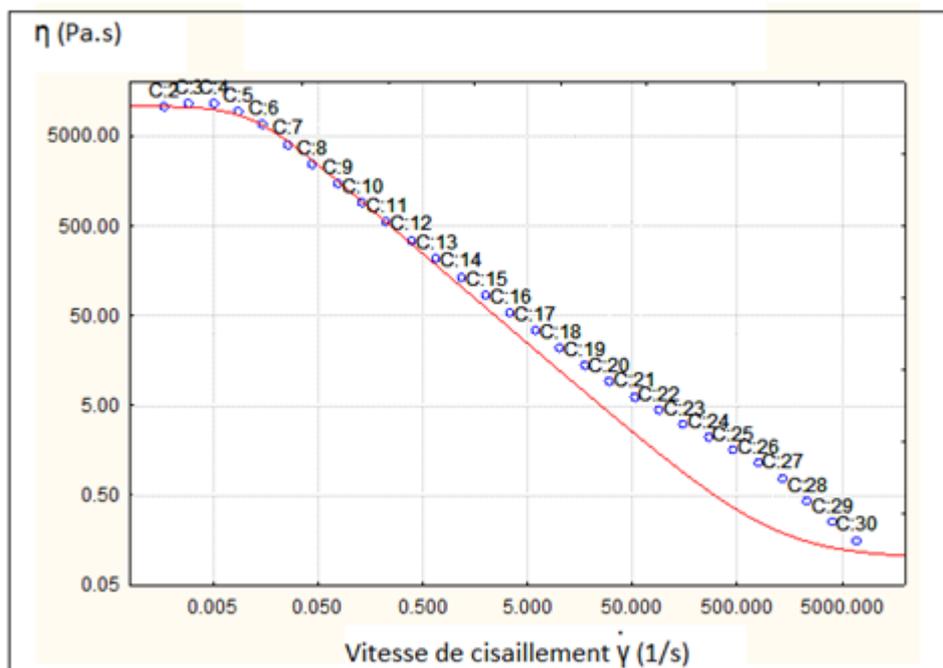


Figure IV.30 : Courbe d'écoulement du gel issu de l'extrait aqueux

Système	η_0 (Pa.s)	η_∞ (Pa.s)	Equation	Modèle appliqué
Extrait aqueux (Eau)	10740.4	0.100	$\eta = (1 + (a \cdot x)^2)^{-p}$	Carreau avec $p=0.50$; $a=87.68$ et $R=0.99$
Extrait hydro-alcoolique Eau/Ethanol	8492.4	0.369	$\eta = \eta_0 + (\eta_0 - \eta_\infty) / (1 + (K \cdot \gamma)^p)$	Cross Avec $K=43.83$; $p=1.18$ et $R=0.99$

En comparant les deux résultats, η_0 de l'extrait aqueux est supérieure à celle de l'extrait hydro-alcoolique. Le second étant plus destructurable que le premier.

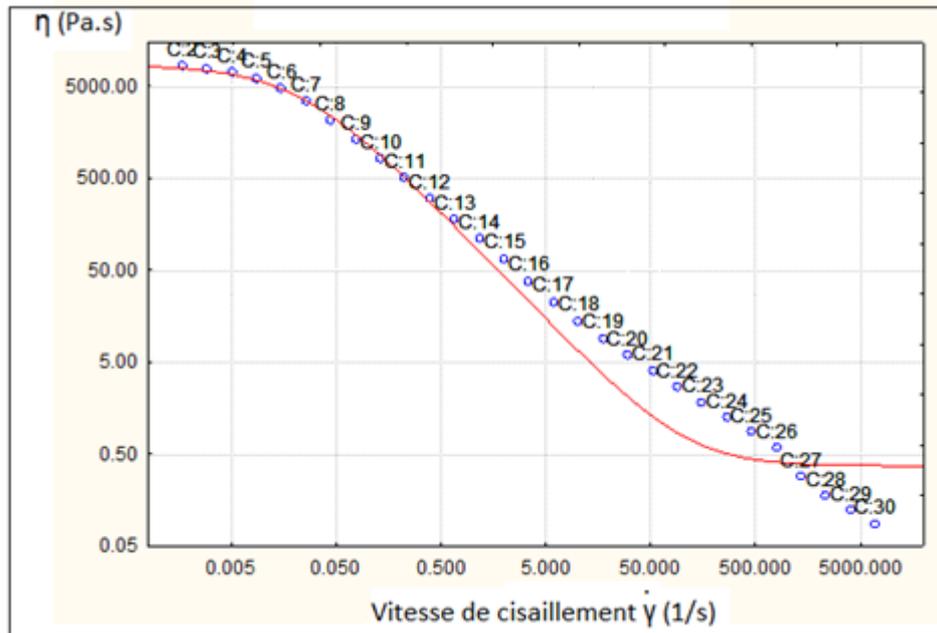


Figure IV.31 : Courbe d'écoulement du gel issu de l'extrait hydro-alcoolique (Eau/Ethanol)

Conclusion générale

L'objectif de notre travail était l'utilisation des extraits du fruit de l'arbre *Sapindus Mukorossi* dans la formulation d'un gel antiseptique, matière végétale très disponible en Algérie et connue pour sa richesse en saponines et les fruits sont abandonnés et rejetés dans l'environnement.

A l'issue de notre étude, les résultats clés ont été obtenus et peuvent être résumés aux points suivants ;

- La caractérisation phytochimique des écorces des fruits du *Sapindus* a montrés sa richesse en saponines ; un tensioactif naturel présentant des activités interfaciales ; ceci a été confirmé par des tests physico-chimiques en particulier le test de mousse.
- La caractérisation de l'extrait par spectroscopie infrarouge a permis de mettre en évidence la qualité structurale de l'extrait qui est composée essentiellement de groupements organiques caractéristiques de cette espèce végétale
- Les tests d'activités biologiques effectués sur l'extrait brut du fruit de *Sapindus mukorossi* montrent que ce dernier possède un pouvoir antimicrobien très fort vis-à-vis les levures. Ce résultat montre clairement que l'extrait brut du fruit de *Sapindus mukorossi* est doté d'un large spectre d'activité inhibitrice sur les microorganismes testés, ce qui lui confère une aptitude pour l'utiliser dans des formulations pharmaceutiques et particulièrement les gels

Les résultats de ces recherches ont permis de contribuer à la valorisation des extraits dans le secteur pharmaceutique, notamment pour leur activité antifongique sur les bactéries pathogènes.

Comme toute recherche préliminaire, cette étude ouvre des perspectives pour la continuité des travaux ; quelques recommandations sont à prescrire :

- Etudier d'autres parties de l'arbre du *Sapindus Mukorossi* (noyau du fruit, feuilles, les tiges, les racines).
- Utilisé le plan d'expériences dans la formulation pour optimiser la formulation
- Utiliser les différentes techniques d'extraction pour une optimisation de la matière active.

A l'issue de cette étude, et vue les caractéristiques et l'efficacité exceptionnelle de l'extrait issu de cet arbre, il est de notre devoir d'encourager le reboisement de cet arbre dans d'autres régions de l'Algérie surtout près des rivières et des lacs.

Références Bibliographiques

- [1]. Z. ZOUAOUI, S. ERROUANE, A. KENDI. Les infections associées aux soins et l'hygiène des mains. 3^{ème} journée de l'infirmier en hématologie 2016.
- [2]. Guide d'hygiène des mains 'l'organisation mondiale de la santé'. Hygiène des mains pourquoi, comment et quand Révision : août 2009.
- [3]. SPRINGINSFELD Fabrice Thèse pour l'obtention de Diplôme d'Etat de Docteur en Pharmacie. Mécanismes de gélification et comportement rhéologique d'émulsions d'alcanes partiellement cristallisés. Université PIERRE ET MARIE CURIE – PARIS VI 2009.
- [4]. BOUNOUIRA Fouad. Thèse pour l'obtention de Diplôme d'Etat de Docteur en Pharmacie. Les gels, aspects théoriques et Applications. Université MOHAMMED V – RABAT 2015.
- [5]. Marie TRAVKINE Thèse pour l'obtention de Diplôme d'Etat de Docteur en Pharmacie. L'intérêt des produits hydro-alcooliques en milieu hospitalier, collectivité et milieu individuel et familial. Université de LORRAINE 2012.
- [6]. GARNIER Henri Thèse pour l'obtention de Diplôme d'Etat de Docteur en Pharmacie. Les produits hydro-alcooliques : de l'hôpital au grand public, synthèse des informations à l'usage du pharmacien. Université JOSEPH FOURIER de GRENOBLE 2010.
- [7]. SAMAKE Sabiha DIALLO Thèse pour l'obtention de Diplôme d'Etat de Docteur en Pharmacie. Mise en place de la stratégie multimodale de l'OMS pour La promotion de l'hygiène des mains au chu Gabriel Tour ̢ dans le département de médecine : état des lieux. Université des sciences, des techniques et des technologies de BAMAKO, 2011 /2012.
- [8]. Guide de production de formulation des produits hydro-alcoolique recommandé par l'OMS.
- [9]. Md. Abdul Halim shah. , Kajal dutta and dibakar chandra deka, 2014. Fatty acid composition of Sapindus mukorossi seed oil. Pleagia research Library, 5(4) :43-50.
- [10]. La flore de Mostaganem, "le Sapindus mukorossi, l'arbre à savon ou noix de lavage", (2010).
- [11]. Trabut, L. et Mares, R. "l'Algérie agricole en 1906", bibliothèque nationale de France, (1906).
- [12]. <https://www.Formad-environnement.org/savonnier>
- [13]. Suhagia B.N., Rathod I.S., Sunil sindh, 2011. Sapindus mukorossi (AREETHA). International journal of pharmaceutical sciences and reseach (IJPSR), vol.2(8) :1905-1913.
- [14]. <http://www.Ethnoplants.com/Sapindus mukorossi-noix de lavage/Index.html>.
- [15]. <http://www.noix-de-lavage.be/questions-noix-de-lavage.html>.
- [16]. Gauthier, C., "Glysidation de triterpènes pentacycliques de type lupane et évaluation in vitro de leur potentiel anticancéreux", thèse de doctorat, université du Québec, (2006).

- [17]. MADINIER, Isabelle GÉRIBALDI Mireille, WIPO Patent Application WO/2010/072923.
- [18]. Chan, P., Mak, M., Wang, Y., "composition comprising triterpene Sapindus and compounds with angeloyl functional group, methods for preparing same and uses thereof" (2009).
- [19]. Hostettmann and Marston, "Sapindus, Chemistry and pharmacologie of Natural product", (1995), 19-51.
- [20]. Fenwick, G.R, Prince, K.R, Tsukamoto, C., and Okubo, K., "saponins. In toxic substances in crop plants", Edited by J.P.D'Mello, C.M. Diffins, and J.H. Duffus. The Royal Society of Chemistry, Cambridge, UK. (1991), 285-327.
- [21]. Mackie, A.M, Singh, H.T., et Owen, J.M. "Studies on the distribution, biosynthesis and function of steroidal saponins in echinoderms". *Comp. Bioch. Physi.* 56B, (1977), 9-14.
- [22]. Bruneton, J., "Pharmacognosie. Phytochimie des plantes médicinales", Technique et Documentation Lavoisier, Paris, 2^{ème} Ed, (1999), 915 P.
- [23]. Chwalek, M, "hémisynthèse de saponosides à hédéragénine. Etude de l'influence de la chaîne osidique sur la chaîne hémolytique", thèse de doctorat, université de Reims, Champagne Ardenne, (2004).
- [24]. Vincken J.P., Heng L., de Groot A., Gruppen H, 2007. Saponins, classification and occurrence in the plant kingdom. *Phytochemistry* 68,3, 275-297.
- [25]. Bruneton J, 2009. Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales 4th édition. TEC & DOC Lavoisier, médicales internationales, France.
- [26]. Skhirtladze A., Perron A., Montoro P., Bendze M., Kemertelidze E., Pizz C, 2011. Steroidal saponins from yucca gloriosa L. Rhizomes : LC-MS profiling, isolation and quantitative détermination. *Phytochemistry* 72, 1, 126-135.
- [27]. Gl-stndag, Z ; Mazza, G, "Saponins : Properties, Applications and Processing", redOrbit, (2007).
- [28]. Sparg, S. G. ; Light, M. E ; van Staden, J. "Biological activities and distribution of plant saponins". *J. Ethnopharmacol.* 94, (2004), 219-243.
- [29]. Qingyi, X., Mitsutoshi, N., and al. , "Biosurfactants for Microbubble Preparation and Application", *International Journal of Molecular Sciences*, 12, (2011), 462-475.
- [30]. Guido, B, "Tensioactifs non ioniques, Mise en œuvre industrielle" technique de l'ingénieur, J 2 265, (2004).
- [31]. Poincare-N, H., "Etude cinétique et thermodynamique de réactions d'échange de protons et complexation de cations métalliques en milieu micellaire", Thèse de doctorat (2009).

- [32]. Schwarz, M. W., "Saponins", Ullmann's Encyclopedia of industrial Chemistry (2000), 423-485.
- [33]. Leybros, J. et Fremeaux, P., "extraction solide-liquide – Aspects théoriques. Techniques de l'ingénieur (traité Génie des procédés)". J 2780.
- [34]. Poirot, R., "Méthodologie pour le passage en continu d'extraction de soluté à partir de matière végétale", thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, (2007).
- [35]. Moulin, J., Pareau, D., Rakib M. et Stambouli. M., "Cinétique du transfert de matière entre deux phases". Techniques de l'ingénieur (traité Génie des procédés), J 1075.
- [36]. Lalou, A., "Mise au point d'un procédé d'extraction des hémicellulose à partir d'un substrat végétal lingo-cellulosique : application au cas des coques de tournesol", thèse de doctorat, Institut National Polytechniques de Toulouse, (1995).
- [37]. Aguilera, J.M., "Solid liquid extraction", Food Sciences and Technology, 128, (2003), 35-55.
- [38]. Chambers, C., Exaudi-Larsen, K. and Price, W., "Aqueous extraction of solutés from orange : à kinetic study". Food Chemistry, 57 (4), (1996), 483-486.
- [39]. Simeonov, E., Tsibranska, I. and Minchev, A., "Solid-liquid extraction from plants experimental Kenetics and modelling". Chemical Engineering Journal, 73, (1999), 255-259.
- [40]. Starmans, D.A.J. and Nijhuis, H.H., "Extraction of se condary métabolites from plant material", A review, Trends in Food sciences and Technology, 7, (1996), 191-196.
- [41]. Zou, C.-C ; Hou, S.-J ; Shi, Y. ; Lei, P.-S. and liang, X.-T ; "The synthesis of gracillin and dioscin : two typical representatives of spirostanol glycosides". Carbohydr. Res, 535, (2003), 721-727.
- [42]. Robinet, F-G, "Saponosides stéroïdes et triterpéniques de synthèse", thèse de doctorat, l'Ecole polytechnique Fédérale, Zurich.
- [43]. Sukhdev, S. H., Gennaro, L., and al. , "Extraction Technologies for Médicinal and Aromatic Plants", International centre for science and high Technology, Trieste, (2008), 67-69.
- [44]. Ahmed, S.M., Sandra, G et Gustavo, B. "Antinociceptive activity of triterpenes isolated from clusia ellipticifolia". rev.col.cienc.quim. farm, 33, (2004), 156-162.