

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université A. M. OULHADJ - Bouira
Faculté des Sciences et des Sciences Appliquées
Département de Génie des Procédés



Mémoire

Présenté par

BEN YUCEF Hayat

DJEDIAT Mouna

Pour l'obtention du diplôme de

MASTER

Filière: GENIE DES PROCEDES
Spécialité : Génie chimique

**Etude biologique des huiles essentielles du
mentha spicata et formulation d'un lave-mains**

Soutenu le 22 /07/ 2019

Devant le jury composé de :

M. LOUNICI Hakim	Professeur	UAMO, Bouira	Président
Mme MANSOURI Lynda	MCB	UAMO, Bouira	Examinatrice
Mme ARBIA Lila	MCB	UAMO, Bouira	Examinatrice
Mme GUEDOUARI Ratiba	MAA	UAMO, Bouira	Promotrice

Remerciements

La réalisation de ce mémoire a été possible grâce au concours de plusieurs personnes à qui je voudrais témoigner toute ma gratitude.

Le premier remerciement à Allah tout-puissant qui nous a donné la volonté, la santé et le courage pour réaliser ce travail.

Comme nous présentons nos remerciements :

A Mm.GUEDOUARI RATIBA la promotrice de notre mémoire. Nous les remercions pour ses conseils et tous les efforts qu'il a consenti tout au long de l'élaboration de ce modeste travail.

Nous adresse nos plus vifs remerciements à Monsieur le Professeur lounisihakim pour m'avoir fait l'honneur de présider mon jury et nous remercions également Mm.HADIOUCHE DALILA chef de département

Nos reconnaissances vont également envers tous **les enseignants du département de génie des procédés, Mm :A. zaabar ,Mm : S.ziani ,Mm :S.aitali ,Mm :L.mansouri, M :Aoujit**

Nous voulons à remercier spécialement **monsieur LAOURI, pour** leurs conseils.

Nous tiens à exprimer toute ma reconnaissance à tous les travailleurs de l'entreprise ENAD SHYMECA l'unité de lakhdaria ,et surtout **chef de laboratoire Mm :Ammad ,ingénieure de laboratoire Mm :R.chaibi , chef de service Mm :ch.skourali ,chef de contrôle de qualité Mm :H.sidi Ali et monsieur**, nous les remercions pour leur conseils , leurs encouragements et faciliter le travail Tout au long de notre stage merci bien .

Nous remercions sincèrement tous **les ingénieurs du laboratoire de génie des procédés** pour leurs conseils et leurs critiques. Et accepté de répondre à nos questions lors de nos recherches.

Un grand merci à les ingénieurs de SM ,**Mm :Hamani ,Mm :kachekar et Mm :Dahmanikhalida,** pour aider et pour l'encouragement.

Nous remercions aussi **M^{lle} :saadailhem** ,étudiante au faculté SNV ,pour les produit et les information ,merci pour votre gentillesse.

nous allons vouloir exprimer notre reconnaissance envers nos amis et nos collègues qui ont pris en charge leur soutien moral et intellectuel tout au long de ma démarche, en particulier **:iman,loubna,B.sarah ,lamia ,hayat ,fariza,zahida,M.sarah,hakima,louiza,**

H.sarah, H.khadidja.

Merci à tout

Dédicace

Je dédie ce travail à mes très chère parents qui a su m'éduquer

m'instruire et qui représente un modèle pour moi ;

A mes sœurs et mes frères qui ont toujours

été présentes pour moi ;

A tous les étudiants de notre promotion

Master « génie des procédés » ;

Enfin, à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin

dans la réalisation de ce travail.

Benyoucef Hayat

Dédicace

D'un sentiment plein d'amour, de sincérité et fidélité, je dédie ce travail :

A mes chères parents AHMED et HADDA

A qui je dois ce qui je suis.

Pour votre amour, votre compréhension ; votre patience et votre tendresse sont toujours pour moi sans limite, bous m'avez soutenu le long de mes études et vous avez tout sacrifié pour ma réussite, que Dieu vous garde en bon santé.

A ce qu'est toujours mon meilleur exemple dans la vie : mon mari « Salim », pour les sacrifices qu'il a consentis pour mon avenir et pour son soutien moral qu'il n'a cessé d'offrir.

A le prince de ma vie mon cher fils : Eyad Rassim.

A ma sœur : Douniazed et son fils Ishek et son mari.

A mes frères : Khalil et Saïd.

A toute ma famille « Djediat » et la famille « Megeullati » .

A tous mes amis qui m'ont toujours encouragé, et à qui je souhaite plus de succès.

A tous ceux que j'aime.

Merci.

MOUNA

Sommaire

SOMMAIRE

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Introduction générale1

Chapitre I : Généralités sur les huiles essentielles

I.1. Historique sur l'utilisation des huiles essentielles	2
I.2. Définition	2
I.3 .composition chimique des huiles essentielles	3
I.3.1.Les composés terpéniques :.....	3
I.3.2.Composés aromatiques.....	4
I.4.Variation de la composition en huiles essentielles	4
I.5.Propriétés physico-chimiques des huiles essentielles	4
I.6.Méthode d'extraction des huiles essentielles :.....	5
I.7.Domains d'utilisation des huiles essentielles.....	7
I.7.1.Dans les industries agro-alimentation	7
I.7.2.La médecine et l'industrie pharmaceutique	7
I.7.3.L'industrie de la parfumerie et de la cosmétique	7
I.8. Situation économique des huiles essentielles	7
I.9.Précautions et astuces des huiles essentielles	9

Chapitre II : *Mentha spicata*

II.1.Histoire de la menthe	10
II.2. Définition de Menthe verte (<i>Mentha spicata</i>)	10
II.3.Origines	10
II.4. Description.....	11
II.5.Habitat	12
II.6.Phénologie	12
II.7.Composition d'huile essentielle de la menthe verte dans différent pays.....	12
II.8.Les Propriétés de la menthe verte.....	13
II.9.Utilisation de la menthe verte	13
II.10.Utilisation thérapeutique d'HE de <i>mentha spicata</i>	14
II.11.Précautions d'utilisation d'huiles essentielle de la menthe verte	15

Chapitre III : Les détergents

III.1. Historique des détergents	16
III.2. Définition d'un détergent	16
III.3. Définition d'un détergent liquide	16
III.4. Définition des tensioactifs	16
III.5. Les propriétés des agents tensioactifs	17

Chapitre IV : Méthodes et matériels

IV.1. Matériels techniques	18
IV.1.1. Verrerie et appareillage	18
IV.1.2. Solvant	18
IV.1.3. Les souches microbiennes :	19
IV.1.4. Milieu de culture utilisé	19
IV.2. Matériel végétale	19
IV.3. Classification botanique	19
IV.4. Préparation de la matière végétale	20
IV.5. Séchage	20
IV.6. Broyage	20
IV.7. Perte à la dessiccation	20
IV.8. Dosage des cendres	21
IV.8.1. Dosage des cendres totales	21
IV.8.2. Dosage des cendres sulfuriques	21
IV.8.3. Cendres chlorhydrique (cendres non solubles dans l'acide chlorhydrique)	22
IV.9. Etude phytochimique	22
IV.9.1. Détermination des alcaloïdes dans la drogue végétale	22
IV.9.2. Flavonoïdes (anthocyanes)	22
IV.9.3. Détermination des stéroïdes dans la drogue végétale	23

IV.9.4. Détermination des saponisides dans la drogue végétale	23
IV.9.5. Détermination des coumarines dans la drogue végétale	23
IV.9.6. Détermination des glucosides dans la drogue végétale	23
IV.9.7. Détermination de l'amidon dans la drogue végétale	23
IV.9.8. Détermination de mucilage dans la drogue végétale	23
IV.10. Méthode d'extraction des HEs	24
IV.11. Rendement	24
IV.12. Etude cinétique	24
IV.13. les Caractéristique organoleptiques	25
IV.13.1. Caractéristique organoleptiques	25
IV.13.2. Les analyse physico-chimique	25
IV.13.2.1. Analyses physiques des HE	25
IV.13.2.2. Analyse chimique	25
IV.14. Formulation de la lave-main	29
IV.14.1. Contrôle des matières premières à la réception	29
IV.14.2. Les composants de la formule	29
IV.14.3. Les étapes de la préparation	30
IV.14.4. Contrôle du produit fini	30
IV.14.5. Les caractéristique organoleptiques et physico-chimiques	31
IV.14.5.1. Les Caractéristique organoleptiques :	31
IV.14.5.2. Les analyses physico-chimiques :	31
IV.16. Activité biologique :	35
IV.16.1. Activité antimicrobienne des HE et lave main :	35
IV.16.2. Evaluation de l'activité antioxydante	35

Chapitre V : Résultats et discussion

V.1. Extraction des huiles essentielles	36
V.2.Perte à la dessiccation.....	36
V.3.Dosage des cendres	36
V.4.Analyse phytochimique	36
V.5.Le rendement	39
V.6.Influence du temps d'extraction sur le rendement en huile essentielle	39
V.7.Caractéristique organoleptique et physico-chimiques d'EH de <i>mentha spicata</i>	40
V.7.1.Caractéristique organoleptique	40
V.7.2.Les analyses physico-chimiques	41
V.7.2.1. Les analyses chimiques	41
V.7.2.2.les analyse physique.....	41
V.8.La formulation de lave-main	42
V.8.1.Les Caractéristique organoleptique et physico-chimiques de lave-main	42
V.8.1.1.: Les Caractéristique organoleptique.....	42
V.8.1.2.Les analyses physico-chimiques de lave-main	42
V.9.Activités biologique	42
V.9.1.Activité macrobiennes	42
V.9.2.Activité antioxydante.....	45
Conclusion générale	46
Liste des références bibliographique	

Liste des figures

Figure I. 1-Structure de l'isoprène (C ₅ H ₈)	3
Figure I. 2-Répartition des taux de production d'HE (en parties estimées) par pays à travers Le monde durant l'année 2018	8
Figure II. 1-la morphologie de la menthe verte.....	11
Figure II. 2-l'inflorescence et feuille de la menthe verte	12
Figure III.1-Représentation schématique d'une molécule tensioactive	16
Figure IV. 1- broyeur électrique.....	20
Figure IV. 2- menthe broyé	20
Figure IV. 3- un dessiccateur	21
Figure IV. 4-Installation d'hydrodistillation	24
Figure IV. 6-Refractomètre digital	25
Figure IV. 7- un densimètre	26
Figure IV. 8-la mesure de pH par pH-mètre	31
Figure IV. 9-La détermination de la densité	32
Figure IV .10-détermination de taux d'écoulement	33
Figure IV. 11-réalisation de l'activité antimicrobienne	Erreur ! Signet non défini.
Figure V 1-L'évolution du Rendement de l'HE en fonction du temps (mentha spicata)	39
Figure V 2-Effect d' Escherichia coli sur (.HE ; ..HE+DMSO) et LM	43
Figure V 3-Effet de staphylococcus sur (. HE /.. HE+DMS) et LM.....	44
Figure V 4-Effet de pseudomonas sur (.HE ; ..HE+DMSO) et LM.....	44
Figure V 5-Effet des champignons sur HE de mentha spicata et LM.....	44
Figure V 6-Pourcentage d'inhibition pour l'huile essentielle de mentha spicata	45
Figure V 7-Pourcentage d'inhibition pour la vitamine C.....	46

Liste des tableaux

Tableau I. 1-avantage et inconvénients des différents procédés d'extraction	5
Tableau I. 2-Production mondiale (2008) des plus importantes huiles essentielles.....	8
Tableau II. 1-principaux composition des HE de mentha spicata dans différent pays	13
Tableau IV. 1-Les réactifs utilisés.....	18
Tableau IV. 2 - Les bactéries testées	19
Tableau IV. 3-Les champignons testés	19
Tableau IV. 4-classification da la menthe verte[38]	19
Tableau IV. 5-Les composants de la formule.....	29
Tableau IV. 6-Caractéristique organoleptique	31
Tableau V. 1-Perte à la dessiccation	36
Tableau V. 2-résultat de dosage des cendres.....	36
Tableau V.3-Résultat de l'étude phytochimique.....	37
Tableau V. 4-Résultat de rendement	39
Tableau V. 5-L'étude cinétique d'HE	39
Tableau V. 6-Caractéristique organoleptique d'EH de mentha spicata	40
Tableau V. 7-Les résultats des indices physicochimiques	41
Tableau V. 8-Les Analyses physiques	41
Tableau V. 9-Caractéristique organoleptique de lave-main.....	42
Tableau V. 10-les analyses physico-chimiques de lave-main.....	42
Tableau V. 11-les diamètres d'inhibition en mm d'HE et lave main sur les mécribienne.....	43
Tableau V. 12-Pourcentage d'inhibition pour l'huile essentielle de mentha spicata	45
Tableau V.13-Pourcentage d'inhibition pour l'huile essentielle de mentha spicata	46

Liste des abréviations

HE : Huile essentielle

Cm : centimètre

ml : Millilitre

% : pourcentage

°C : degré Celsius

m : mètre

G : gramme

AFNOR : Association Française de normalité

H : heure

Mn : minutes

H : taux d'humidité

IA : indice d'acide

IE : indice d'ester

IS : indice de saponification

IR : indice de réfraction

DGCCRF : la Direction générale de la concurrence, de la consommation et de la répression des fraudes

MV : matière végétale

HD : hydro distillation

Mol : mole

L : litre

m : masse

V : volume

M : masse molaire

C : concentration

MS : matière sèche

Liste des abréviations

IP : L'indice de peroxyde

Kg : kilogramme

mm : millimètre

MA : matière active

MP : matière première

LM :lave-main

DMSO :le diméthylsulfoxyde

IND :industriel

Introduction

Introduction générale

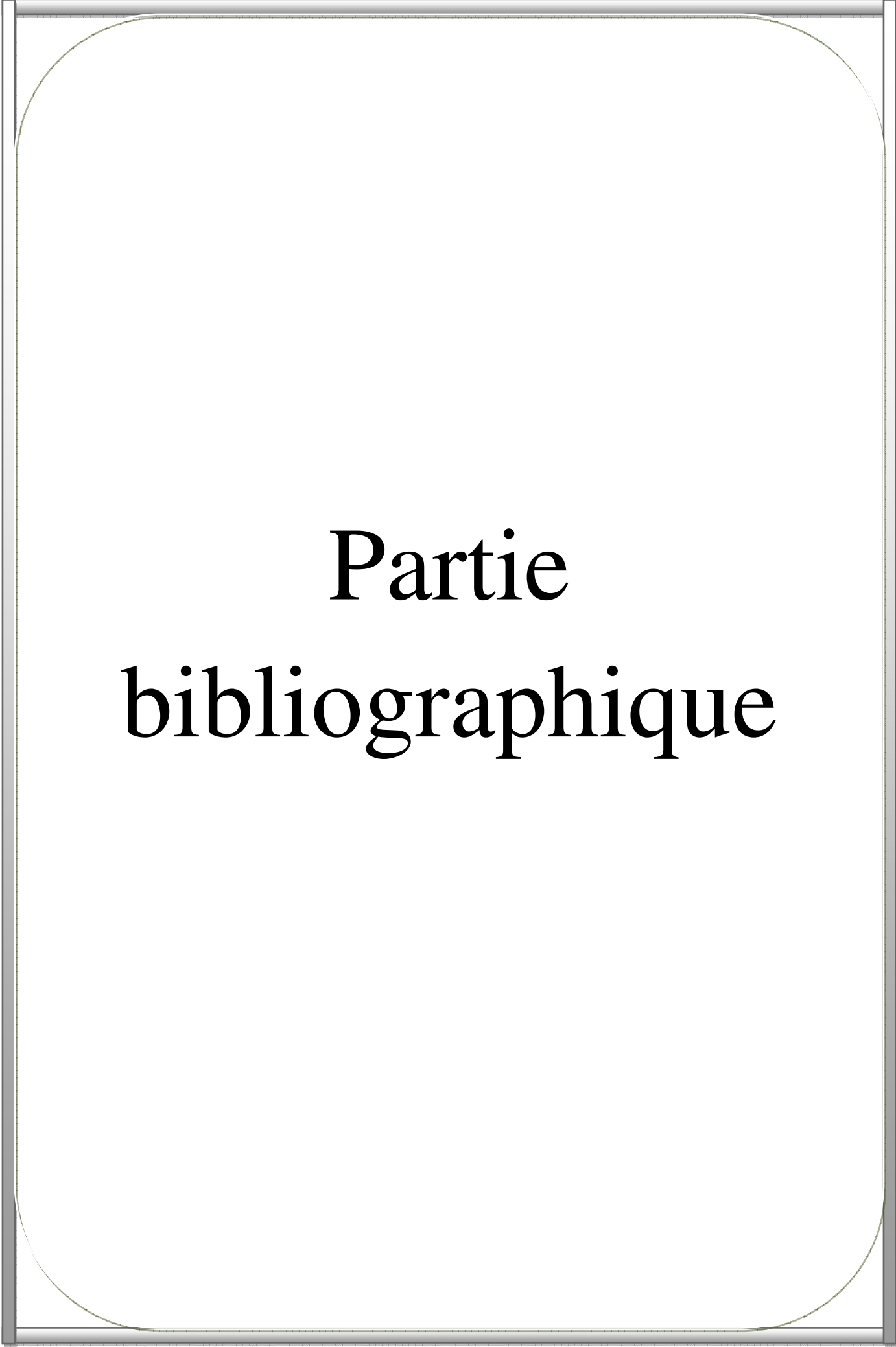
Les plantes aromatiques et médicinales représentent une source inépuisable de remèdes traditionnels et efficaces grâce aux principes actifs qu'elles contiennent : alcaloïdes, flavonoïdes, hétérosides, saponosides, quinones, vitamines,...et huiles essentielles[1].

En effet, les huiles essentielles sont des principes actifs issus du métabolisme secondaire des plantes médicinales, ils ont été utilisés depuis l'antiquité et ils sont largement employés de nos jours, pour leurs propriétés biologiques (antimicrobienne, antioxydante, analgésique, anti- inflammatoire, anti-cancérigène, antiparasitaire, insecticide...)et leurs applications dans de multiples et diverses industries : alimentaire, cosmétique, parfumerie et pharmacie[2].

L'importance économique que représentent ces essences du fait de leurs propriétés biologiques, thérapeutiques, odoriférantes..., de leur impact au niveau de l'environnement et de leur utilisation dans le traitement de certaines maladies infectieuses pour lesquelles les antibiotiques de synthèse sont de moins en moins actifs ou dans la conservation des aliments contre l'oxydation comme alternatives aux produits chimiques de synthèse suscite de plus en plus l'intérêt des biologistes, des médecins et des chimistes. Par ailleurs, l'utilisation de nouvelles techniques faisant appel aux critères de chimie verte et de développement durable pour l'extraction de substances bioactives, est devenue fortement intéressant car il répond aux enjeux scientifiques et aux problèmes économiques et environnementaux actuels [3].

Nous avons étudié, en particulier, la plante de menthe classique verte connue sur le nom de *Mentha spicata* de la région de Bouira, cette plante est une source très riche en composant phénolique et par conséquent ils pourraient posséder de fortes propriétés antioxydantes antimicrobiennes[04]. Puis nous avons formulés un savon liquide à base d'huile essentielle de *mentha spicata*.

Le présent travail a été divisé en deux parties, une partie théorique et une partie pratique. La première partie englobe trois chapitres, généralité sur l'extraction des huiles essentielles , description et propriétés de *mentha spicata* et des généralités sur les détergents et la deuxième partie inclus deux chapitres ,les méthodes et les techniques utilisées pour la réalisation de ce travail, à savoir: l'extraction des huiles essentielles par hydrodistillation, l'analyse physico-chimique, l'activité bactériologique et l'activité antioxydante . Le second chapitre expose les résultats et leurs interprétations. Finalement, nous terminons notre travail par une conclusion.



Partie bibliographique

Chapitre I

Généralités sur les huiles essentielles

I.1. Historique sur l'utilisation des huiles essentielles

Durant des millénaires, l'homme luttait contre les maladies avec les seuls remèdes, les plantes et les huiles essentielles.

Les origines de l'aromathérapie remonteraient à plus de 5000 ans. Manifestement, les anciens Égyptiens ont été les premiers à faire un vaste usage des herbes aromatiques. Ils les employaient à des fins religieuses, cosmétiques aussi bien que médicales.

À partir de la fin des années 1970 et le début des années 1980, l'aromathérapie et l'utilisation des huiles essentielles deviennent un volet important des soins de santé alternatifs et holistiques. Aujourd'hui, en France et en Italie, l'aromathérapie peut être pratiquée par les médecins, tandis qu'en Angleterre et en Allemagne, ce sont des praticiens de santé.

Dans les autres pays industrialisés, l'intérêt pour l'aromathérapie s'est considérablement développé au cours des dernières années. On ne dénombre actuellement pas moins de 200 variétés d'huiles essentielles aromathérapeutiques en vente libre [05].

I.2. Définition

Les huiles essentielles (HEs) sont des liquides organiques, ils sont également appelés huiles volatiles ou éthers qui sont sécrétés par de minuscules structures situées dans les diverses parties d'une plante - les graines, les herbes, les racines, les écorces, les tiges, les fruits, les fleurs, les résines, les zestes et les bois de plantes [6].

L'Agence Française de Normalisation (AFNOR) donne la définition suivante (NF T 75-006) : L'huile essentielle est le produit obtenu à partir d'une matière première végétale. Elle tire son nom de la plante dont elle provient. Par exemple, « l'huile essentielle de la fleur de lavande serait appelée huile de lavande ». Se compose généralement d'une combinaison complexe, il est soumis à la réglementation des produits cosmétiques, des biocides, ou des médicaments. L'apparence des huiles essentielles varie de l'incolore à n'importe quelle couleur de l'arc-en-ciel; de la jaune pâle au rouge foncé voire brun, en passant par le vert émeraude ou encore le bleu, parfois, la couleur de l'huile fait ressortir ses qualités thérapeutiques. Leur densité est le plus souvent inférieure à l'eau. Elles ont un indice de réfraction élevé, et le plus souvent sont douées de pouvoir rotatoire. Elles sont très peu solubles dans l'eau [7].

Selon la Direction générale de la concurrence, de la consommation et de la répression des fraudes (DGCCRF), l'huile essentielle est "une substance odorante volatile extraite par entraînement à la vapeur d'eau, soit par distillation sèche, soit par un procédé mécanique approprié sans chauffage, à partir de plantes" [8].

I.3. composition chimique des huiles essentielles

Les huiles essentielles sont des mélanges complexes et variables de constituants appartenant exclusivement à deux groupes caractérisés par des origines biogénétiques distinctes:

Les terpènes volatils et les composés aromatiques dérivés du phénylpropane [09].

On retrouve plus d'un millier de composants chimiques dans les huiles essentielles, on distingue :

I.3.1. Les composés terpéniques

Il s'agit d'une famille de composés largement répandus dans le règne végétal. Ils sont formés par la combinaison de 5 atomes de carbone (C₅) nommée : isoprène (Figure 1)

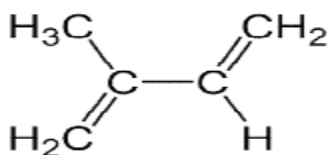


Figure I.1-Structure de l'isoprène (C₅H₈)

Ils sont classés selon :

- Leurs fonctions : alcools (géraniol, linalol), esters (acétate de linalyle), aldéhydes (citral, citronellal), cétones (menthone, camphre, thuyone), éthers-oxydes (cinéole) ;
- Leur structure : linéaire (farnésène, farnésol) ou cyclique.

Il convient à souligner que seuls les terpènes de faible masse moléculaire (mono – et sesquiterpènes) sont rencontrés dans les huiles essentielles leur conférant un caractère volatil.

- **Monoterpène**

Ces composés monoterpéniques se retrouvent dans presque toutes les huiles essentielles et ont une structure de 10 atomes de carbone et au moins une double liaison. Les 10 atomes de carbone sont dérivés de deux unités d'isoprène.

- **Sesquiterpènes**

Ces sesquiterpènes sont constitués de 15 atomes de carbone et ont des actions pharmacologiques complexes. Nous pouvons examiner ici le chamazulène, qui se trouve dans la camomille allemande. Il a des propriétés anti-inflammatoires et antiallergiques.

I.3.2.Composés aromatiques

Dérivés du phénylpropane Ils sont beaucoup moins fréquents dans les huiles essentielles que les composés terpéniques. Ils comprennent :

- Aldéhyde: « cinnamaldehyde », ex : huile essentielle de cannelle
- Alcool: « cinnamic alcohol »
- Phénols: « chavicol », « eugénol », ex: huile essentielle de girofle (eugénol)

I.4.Variation de la composition en huiles essentielles

Bien qu'il existe des variations évidentes dans la composition des huiles essentielles entre des huiles de différentes espèces du même genre (par exemple, menthe poivrée menthe verte), de nombreux facteurs influencent la composition des huiles de différents spécimens de la même espèce. Le plus influent est celui de la localisation géo-climatique, car il donne lieu à différents chimotypes d'huiles essentielles. D'autres facteurs qui affectent les ratios de molécules d'huile essentielle fabriquées par la plante incluent le type de sol, stade de vie de la plante (avant ou après la floraison) et même le moment du jour où la récolte est terminée [10].

I.5.Propriétés physico-chimiques des huiles essentielles

Les huiles essentielles possèdent en commun un certain nombre de propriétés telle : Liquide à température ambiante, volatiles et très rarement colorées.Elles ne sont pas solubles dans l'eau mais en revanche elles sont solubles dans les solvants organiques et les huiles végétales.

Leurs densités sont inférieures à « 1 » sauf exceptions (huiles essentielles de cannelle, girofle en particulier).Chaque substance a son indice de réfraction spécifique. Leur conservation doit


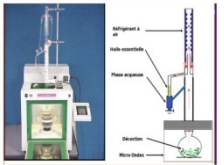
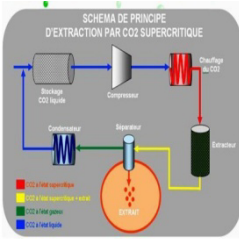

se faire à l'abri de la lumière (flacons en verre fumé) et de l'humidité. Elles sont incolores à jaune pâle mais il existe toutes fois des exceptions [11,12].

I.6.Méthode d'extraction des huiles essentielles

Comme les huiles essentielles sont des extraits de plantes, elles sont soumises à plusieurs processus et peuvent varier selon: où ils sont cultivés, le climat, l'altitude, le sol, les méthodes Agricoles étalement de la récolte. Il est donc très important que le matériau de départ utilisé pour produire l'huile essentielle représente le produit naturel de la plante, afin de produire une huile de la plus haute qualité. En raison de leurs différences de distribution, il existe plusieurs méthodes de production des huiles essentielles [13].Le tableau ci-dessous présente quelque méthode d'extraction des HES avec leurs avantages et inconvénients :

Tableau I.1-avantage et inconvénients des différents procédés d'extraction [14].

Méthodes	Figures	Avantages	Inconvénients
Hydro distillation		<p>Le rendement en HE très élevé ; Essence en bonne qualité, très concentrée ; Contact direct entre matière végétale-eau.</p>	<p>Perte d'une partie d'essence par vaporisation, oxydation. Procédé violent.</p>
Entrainement a la vapeur		<p>Convient à la majorité des plantes sauf jasmin ; Gain de temps : la distillation commence juste après le chargement ; Efficacité d'extraction.</p>	<p>Nécessité d'acquérir une source de vapeur externe : chaudière vapeur gazoil, gaz, bois ou électrique.</p>
		<p>Les températures très faibles qu'elle</p>	<p>Cette pratique, entièrement manuelle et très onéreuse ;Cout</p>

<p>Enfleurage</p>		<p>nécessite. on l'utilise surtout pour des plantes fragiles qu'une distillation endommagerait</p>	<p>très élevé. La durée nécessaire est très longue</p>
<p>Micro-onde</p>		<p>L'extraction assistée par micro-ondes est plus rapide ; la consommation de solvants est plus faible et si besoin, des températures plus élevées peuvent être utilisées.</p>	<p>Les coûts de l'investissement sont plus élevés ; Les matières thermosensibles peuvent être dégradées.</p>
<p>CO2 supercritique</p>		<p>C'est un produit naturel, abondant dans la nature et disponible ; Il est non toxique, inerte, inodore, incolore et insipide ; C'est une technologie Bio, non polluante et sans effluents.</p>	<p>le coût élevé des équipements.</p>
<p>Ultrason</p>		<p>Rapide & extraction efficace ; Processus doux et non thermique ; Extraits de haute qualité ; Rendement élevé.</p>	<p>Les coûts de l'investissement sont un peu plus élevés.</p>

I.7.Domains d'utilisation des huiles essentielles

Les HE peuvent être utilisés dans différents secteurs tel que :

I.7.1.Dans les industries agro-alimentation

Les HES sont utilisées comme condiments, aromates ou épices .C'est le cas des essences de gingembre, de girofle, de vanille, de basilic de poivre et de citrus. On note leur intégration aussi dans les boissons, les produits laitiers, les soupes, les sauces, les snacks, les boulangeries ainsi que la nutrition animale[15].

I.7.2.La médecine et l'industrie pharmaceutique

Les propriétés pharmacologique des HEs leurs confèrent un pouvoir antiseptique contre les bactéries, champignons, et levures, en plus des propriétés bactériostatiques, bactéricides, vermicide, fongicides, antiseptique, insecticides .Des propriétés spasmolytiques et sédatif : certain drogues à HE (menthe) sont réputées efficace pour diminuer les spasmes gastro-intestinaux[16].

I.7.3.L'industrie de la parfumerie et de la cosmétique

Les huiles essentielles sont des ingrédients qui entrent fréquemment dans la composition des parfums et des savons. A ce titre, elles sont considérées comme des ingrédients et la réglementation européenne relative aux cosmétiques ne leur est pas directement applicable. On les retrouve aussi dans les préparations pour bains intégrées aux huiles de massage, leur teneur ne doit pas passer 3à 4 % .Le menthol par exemple, trouver une utilisation variée dans les produits tels que les dentifrice, mousses, nettoyantes, aliments, cigarette et des préparations pharmaceutique orales [17].

I.8. Situation économique des huiles essentielles

Les quantités d'huiles essentielles produites dans le monde varient considérablement. La production annuelle de quelques huiles essentielles dépasse 35 000 tonnes tandis que d'autres ne peuvent atteindre que quelques kilogrammes. Certains chiffres d'estimation de la production, en Tonnes[18], basées sur l'année 2004 sont indiqués dans le Tableau (2) :

Tableau I. 2-Production mondiale (2008) des plus importantes huiles essentielles

Huiles essentielles	Production en Tonnes	Principaux producteurs pays
Huile d'Orange	51 000	Etats-Unis, Brésil, Argentine
Huile de Menthe des champs	32 000	Inde, Chine, Argentine

<i>(Mentha arvensis)</i>		
Huile de Citron	9 200	Argentine, Italie, Espagne
Huile d'Eucalyptus	4 000	Chine, Inde, Australie,
Huile de Menthe Poivrée	3 300	Inde, Etats-Unis, Chine
Huile de Menthe Verte	1 800	Etats-Unis, Chine
Huile de Feuilles de Clous de Girofle	1 800	Indonésie, Madagascar

Les principaux pays producteurs d'huiles mentionnés ci-dessus, il y en a beaucoup d'autres, moins importants, comme l'Allemagne, Taiwan, le Japon, la Jamaïque, et les Philippines. La Figure(02) montre les principaux pays producteurs d'huiles essentielles à travers le monde (2008).

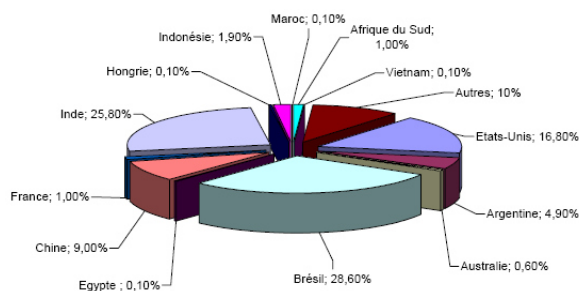


Figure I.2-Répartition des taux de production d'HE (en parties estimées) par pays à travers Le monde durant l'année 2018

I.9.Précautions et astuces des huiles essentielles

- Assurez-vous de conserver les huiles essentielles hors de la portée des enfants.
- Évitez les huiles essentielles dans les yeux, le nez ou les oreilles.
- Ne prenez pas d'huiles essentielles en interne. Même de petites quantités peuvent être toxiques et potentiellement mortelles si ingérées.
- Si vous travaillez avec des huiles essentielles (par exemple, fabriquez vos propres lotions, bougies ou sels de bain), veillez à travailler dans un endroit bien ventilé

ou à faire des pauses pour sorti

- N'oubliez pas non plus que la limite de sécurité pour les femmes enceintes ou allaitantes.
- Si vous envisagez d'utiliser des huiles essentielles pour soigner un problème de santé, consultez d'abord votre médecin **[19]**.

Chapitre II

Mentha spicata

II.1.Histoire de la menthe

La découverte et l'utilisation de la menthe verte remonte aux XIII^e et XVII^e siècles. Les Egyptiens ont utilisé cette plante pour la conservation des momies, probablement en raison de son fort arôme ; ils l'ont utilisée avec le myrte et le romarin durant les cérémonies funéraires, afin de masquer l'odeur des cadavres [20].

II.2.Définition de Menthe verte (*Mentha spicata*)

La menthe verte (*Mentha spicata*) est une plante vivace de la famille des Lamiacées et qui porte aussi différents noms comme la « menthe en épi », la « menthe douce ». Cette espèce peut atteindre 60 cm de hauteur. Elle est pourvue de stolons qui assurent sa multiplication, ce qui peut la rendre envahissante. Ses feuilles, d'un vert profond, ils sont lancéolées et avec des bords en dents de scie. Ce feuillage porte des glandes sécrétant une essence. Ses fleurs, rosées ou blanches, se réunissent en épi et apparaissent en été [21].

II.3.Origines

Les origines de la menthe sont encore bien imprécises, la zone géographique de départ étant un des rares faits où les auteurs se retrouvent : elle viendrait d'une vaste région englobant le nord de l'Afrique, le bassin méditerranéen, l'Europe et le proche-orient. Elle est aujourd'hui retrouvée partout dans le monde, d'ailleurs elle est parfois considérée comme envahissante. La diversité des sols et les multiplications ont donné de nombreuses espèces, certaines études ont d'ailleurs montré que *mentha spicata* serait le résultat d'une hybridation entre *mentha longifolia* et *mentha suaveolens*.

Les origines de la *Mentha spicata* sont incertaines. Selon certains botanistes, elle serait le résultat d'une hybridation très ancienne entre *Mentha rotundifolia* et *Mentha longifolia*. Il semblerait que la menthe verte soit originaire de l'Amérique du nord [22].

II.4. Description

Plante vivace, robuste, de 50 cm à 1 mètre, d'un vert sombre, à odeur suave très pénétrante.

- **Feuille :**

Les feuilles sont opposées persistantes, subsessiles, lancéoléesaiguës, dentées en scie, vertes sur les 2 faces, glabres ou presque glabres. L'implantation des feuilles est paripennée et décussées (avec un angle de 90°).

- **Fleur :**

Les fleurs poussent en grappe à l'aisselle de la feuille. Elles sont zygomorphes et hermaphrodites. Les fleurs sont rosées ou lilas, en épis terminaux peu denses, longs, grêles, linéaires-aigus ; bractées et dents du calice linéaires, glabres ou ciliées ; pédicelles et tube du calice glabres ; corolle glabre en dedans ; carpelles ovoïdes. La fleur présente une bractée qui dépasse les pièces florales, la fleur est pentamère oligostémone et ses pétales sont soudés (gamopétales).

- **Inflorescence**

L'inflorescence est indéfinie en épi cylindrique dense.

- **Tige**

La tige de la menthe verte est dite quadrangulaire (carrée) ascendante (orthotrope).

Elle est de couleur pourpre. La taille de la menthe verte peut atteindre au maximum une hauteur de 1,20 mètre mais en moyenne varie entre 0,30 et 0,60 m Les tiges glabres ou glabrescentes, rameuses. La menthe verte est une plante à rhizomes traçants.

- **Racines :**

La racine est une racine pivotante qui dure plus de 3 ans. On les trouve en dessous de chaque pied, des rhizomes (tiges souterraines) servent à la propagation de la plante.[23]



Figure II.1-la morphologie de la menthe verte

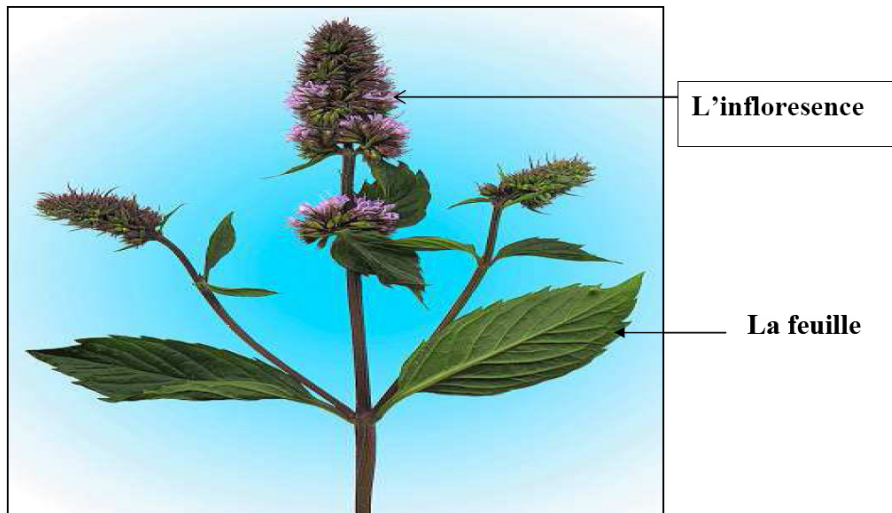


Figure II.2-l'inflorescence et feuille de la menthe verte

II.5.Habitat

La menthe verte pousse essentiellement sur les terrains riches profonds et frais, elle n'aime pas les sols calcaires. On la trouve surtout en basse altitude dans les régions tempérées entre 400 et 1800 mètres. Elle préfère les lieux ensoleillés à semi ombragés.

II.6.Phénologie

La menthe verte fleurit de la fin du printemps au début de l'automne (de juin à septembre/octobre), parfumée et mellifère. Ses feuilles sont persistantes.

II.7.Composition d'huile essentielle de la menthe verte dans différent pays

1 à 2.5% d'huile essentielle ;22 à 42% menthol (camphre de menthe) ;50% de carvone ;30% menthone ;jusqu'à 10% menthyles esters (acétate, isovalerate) ;autres terpénoïdes (pulegone, piperitone. menthofurane, pinéne, 1-limonéne, cadinéne, phellandréne acétaldéhyde, isovalérique aldehyde, amyl alcool, dimethyl sulfide) la présence de 0,1 % de jasmone, améliore nettement la qualité de l'huile essentielle [24].

II. Tableau 1-principaux composition des HE de mentha spicata dans différent pays[25].

Constituants principaux	Algérie	Tunisie	Brésil	Iran
Carvone	64%	(40,8% ±1,23%)	60.07%	(78.8%)
Limonene	19%	(20,8% ± 1,12%)	/	(11.5%)
1 ,8cineole	2.5%	(2,2% ± 0,25%),	(2.04e28.81%)	/

II.8.Les Propriétés de la menthe verte

Les propriétés de l'huile essentielle de Menthe verte s'expliquent par la présence de composés actifs à l'origine présents dans les plantes fleuries de *Mentha spicata*(ou *viridis*) [26].

- Cholagogue (favorise l'excrétion biliaire) ;
- antibactérienne ;
- anti-inflammatoire ;
- Cicatrisante ;
- Anti-oxydante ;
- Calmante, relaxante ; Les cétones de l'huile essentielle de menthe verte ont une action relaxante sur le système nerveux (en inhibant certains messagers spécifiques), ce qui aide à limiter les états d'anxiété ou de stress chronique ;
- Odeur très agréable.

II.9.Utilisation de la menthe verte

La menthe est une plante aromatique dont on connaît tous le goût, que l'on soit amateur de Get 27, de chewing-gums rafraîchissants, de Mint Julep ou de thé. Loin de cet usage classique, cet aliment fréquent dans nos cuisines a trouvé un tout autre usage,

dans les produits de soin et d'hygiène. Tour d'horizon des différents rôles de la menthe.

- **La menthe aromatise des boissons**
- **La menthe parfume la bouche :** La menthe, connue pour ses vertus rafraîchissantes, est très présente dans les dentifrices.
- **La menthe rafraîchit le cuir chevelu :** Plus rarement, on trouve de la menthe dans les shampoings. Là encore, ce sont ses vertus rafraîchissantes qui sont prisées : le menthol rafraîchit le cuir chevelu, limitant ainsi les démangeaisons, après un shampoing, en plus de laisser un parfum fort agréable sur vos cheveux.
- **La menthe vivifie la peau :** On la trouve fréquemment dans des savons.
- **La menthe éveille la cuisine [27].**

II.10. Utilisation thérapeutique d'HE de *mentha spicata*

La Menthe (*Mentha Spicata*), est parmi les plantes aromatiques et médicinales très utilisée dans les domaines pharmaceutiques et médicinales tel que :

- **Dans le traitement des flatulences**

Les informations ont été extraites de bases de données internationales accessibles, de livres traditionnels, de ressources électroniques et de données non publiées. L'huile essentielle de *M. spicata*, dont le principal composant est la carvone, est efficace dans le traitement des flatulences liées à l'indigestion, à la césarienne et à la dysménorrhée. En outre, il peut réduire l'intensité de la douleur lors de la coloscopie ou de la dysménorrhée. Aucun effet dangereux n'a été signalé pour l'huile essentielle *M. spicata*, si elle est utilisée à des doses appropriées. L'huile essentielle de *M. spicata* peut être utilisée pour traiter d'autres troubles intestinaux douloureux et flatulents, tels que le syndrome du côlon irritable (IBS), qui nécessite des essais cliniques plus approfondis pour démontrer son potentiel.

- **anti arthrose**

L'arthrose, principale cause de douleurs musculo-squelettiques chroniques, touche les personnes âgées de 45 ans et plus. Les traitements antalgiques de première ligne ont rapporté des effets minimaux à court terme. L'utilisation d'huiles essentielles comme analgésique a récemment augmenté. Différentes études sur les animaux ont révélé

les effets analgésiques de l'huile essentielle de *M. spicata* et de ses principaux composés, tels que la carvone, le limonène et le menthol, ainsi que l'efficacité et l'innocuité de l'huile de Menthe verte pour réduire la douleur ont été confirmés chez les patients souffrant d'arthrose.

- **L'irritabilité nerveuse et de l'insomnie**

Des études colombiennes ont confirmé l'utilisation de *M. spicata* dans le traitement de l'irritabilité nerveuse et de l'insomnie non seulement dans les Caraïbes, en Colombie. En fait, ces espèces végétales sont utilisées depuis des siècles comme sédatifs ou pour traiter l'anxiété et les affections neurologiques (insomnie, stress et excitation) en Europe, en Asie et en Amérique. De plus, *M. spicata* est utilisé à diverses fins dans la médecine traditionnelle à travers le monde [25].

II.11.Précautions d'utilisation d'huiles essentielle de la menthe verte

L'huile essentielle de Menthe Verte est à utiliser avec précaution. Sa composition riche en cétones la rend fortement neurotoxique et abortive. Elle est donc interdite aux bébés, enfants et femmes enceintes. L'utilisation par voie orale est réservée au thérapeute et toute utilisation cutanée doit se faire en dilution à 20 % dans une huile végétale. Enfin, cette huile essentielle ne doit pas être diffusée pure [28].

Chapitre III

Les détergents

III.1. Historique des détergents

Les premiers détergents synthétiques apparurent, pendant la première guerre mondiale, en Allemagne en raison de la pénurie de corps gras. Entre les deux guerres, furent développés des détergents synthétiques fabriqués à partir du benzène et hydrocarbures issus de kérosène. Ces détergents sont des produits chimiques utilisés pour l'hygiène depuis des années et considérés comme élément essentiel pour l'homme dans le monde.

On les trouve dans le domaine de nettoyage et de stérilisation, ils permettent aussi d'éliminer les salissures, les microbes pour conserver la santé d'une façon générale. [29]

III.2. Définition d'un détergent

Le terme de détergent est parfois employé abusivement pour désigner les composés tensioactifs : par définition, un détergent possède un pouvoir nettoyant (élimination des impuretés) ; il s'agit donc d'un composé tensioactif ou le plus souvent d'un mélange de composés tensioactifs (formulation détergente). Par contre, un composé tensioactif peut ne pas présenter de propriétés détergentes. Aujourd'hui, les détergents liquides sont devenus indispensables dans la vie quotidienne. [30]

III.3. Définition d'un détergent liquide

On appelle détergent liquide toute substance ou mélange de tensioactifs et d'autres auxiliaires destinés au processus de lavage ou de nettoyage. Les tensioactifs à la base de la formulation des détergents liquides sont disponibles dans une grande variété de formes selon leur utilisation. [31]

III.4. Définition des tensioactifs

Les molécules tensioactives, communément appelées tensioactifs, sont des composés à caractère amphiphile. Ils sont constitués de deux parties dont l'affinité avec l'eau est différente : la partie polaire est soluble dans l'eau désignée comme « tête hydrophile » tandis que la partie apolaire hydrophobe est appelée « chaîne lipophile ». La Figure (1) donne une représentation schématique des molécules tensioactives. [32]



III. Figure 1- Représentation schématique d'une molécule tensioactive

On distingue généralement 4 types de molécules tensioactives en fonction de la charge électrique portée par la partie hydrophile, qui conduit à des propriétés et des utilisations différentes :

- Les tensioactifs dits **anioniques** portent une charge négative sur la partie hydrophile, tels les carboxylates, sulfonates, sulfates, etc. Ces tensioactifs ont souvent une affinité pour les surfaces polaires et sont utilisés comme détergents, dispersants, agents moussants.... Par contre, ils peuvent être irritants pour la peau.

- Les tensioactifs dits **cationiques** ont une partie hydrophile portant une charge positive, comme les sels d'ammonium. Ils sont souvent antimicrobiens, antistatiques, et utilisés pour assouplir les tissus. Par contre, leur production est plus coûteuse que celle des tensioactifs anioniques.[33]

- Les tensioactifs appelés **zwitterioniques** ou **amphotères** ont une partie hydrophile globalement neutre mais présentant à la fois une charge positive et une charge négative, tel que les aminoacides, bétaïnes, etc. Ils ont une faible toxicité, sont plus sensibles au pH et possèdent une bonne capacité pour stabiliser les mousses. [32]

Par contre ils sont très coûteux à produire et par conséquent ne sont utilisés que pour des applications de spécialité.

- Les tensioactifs **non-ioniques** sont caractérisés par une partie hydrophile ne présentant aucune charge, et comprennent les alcools ethoxylés, les alkylphénols ethoxylés, les alkyl poly glycosides, les esters d'acides gras et les amides.

Ces tensioactifs sont souvent stables dans une eau un peu dure, de faible toxicité et doux .[33]

III.5. Les propriétés des agents tensioactifs

Les deux propriétés essentielles des composés tensioactifs qui permettent de comprendre les phénomènes observés et qui déterminent leurs domaines d'application sont :

- L'adsorption aux interfaces qui provoque une diminution des tensions interfaciales. Cette propriété est responsable des phénomènes de mouillage, de dispersion, de détergence et d'émulsification ;
- L'autoagrégation en solution ou micellisation qui gouverne les propriétés de solubilisation et de microémulsification.[34]

Partie pratique

Chapitre IV

Matériels et méthodes

Objectifs

L'objectif du présent travail a consisté principalement en la valorisation des huiles de la menthe vert commerciale et extraites.

Les principaux objectifs sont :

- Contrôle de qualité du matériel végétal ;
- Identification et étude phytochimique des extraits de feuilles de la menthe ;
- Extraction des huiles essentielles ;
- Analyse qualitative et quantitative des extraits obtenus (HEs) ;
- Essai de formulation lave-main à base des HEs extraites et leurs analyses

IV.1. matériels techniques

IV.1.1.Verrerie et appareillage

Balance analytique , broyeur ,bêchers , fioles ,ballon de 1L , chouffe ballon , flacons ,Ampoule à décanter , pipette et micropipette , réfrigérants , supports , tubes à essais , verre de mante, spatule , creuset, dessiccateur ,éprouvettes graduées ,entonnoirs en verre , papier filtre ,agitateur, ph mètre, une sonde de pH-mètre ,densimètre, viscosimètres, boîte pétri , pince ,pipette pasteur ,tube à vis

IV.1.2.Solvant

Tableau IV.1-Les réactifs utilisés

Solvant	M (g/mol)	Formule	Marque
Diethyle éther	74,12	(C ₂ H ₅) ₂ O	BIOCHEM
Ethanol	46	CH ₃ CH ₂ OH	Honey Well
Méthanol	32,04	CH ₄ O	SIGMA ALDRICH
Phénolphtaléine	318,32	C ₂₀ H ₁₄ O ₄	BIOCHEM
Chloroforme	119,38	CHCl ₃	BIOCHEM
Acide sulfurique	98,08	H ₂ SO ₄	BIOCHEM
Acide acétique	60,05	CH ₃ COOH	BIOCHEM
Iodure de potassium	166	KI	
Hydroxyde de potassium	56,10	KOH	BIOCHEM
Iode	126,90	I	BIOCHEM
Amidon	106	(C ₆ H ₁₀ O ₅) _n	BIOCHEM
Chlorure de fer	162,2	FeCl ₃	BIOCHEM






IV.1.3. Les souches microbiennes

Les souches microbiennes utilisées dans la présente étude étaient trois bactériennes, provenant essentiellement de l'hôpital de Thénia et cinq champignons provenant de laboratoire de biologie (département SNV).

Tableau IV.2 - Les bactéries testées

Nom de la souche	Gram	Famille	Origine
<i>Escherichia coli</i>	Négatif	<i>Enterobacteriaceae</i>	ATCC 25922
<i>Pseudomonas</i>	Négatif	<i>pseudomonadaceae</i>	ATCC 27853
<i>Staphylococcus</i>	Positif	<i>Staphylococcaceae</i>	ATCC 25923

Tableau IV.3- Les champignons testés

Nom de souche	Fusarium Sp ₂	Aspergillus Sp	Fusarium Sp	cladosporium	Altarmara
Image					

IV.1.4. Milieu de culture utilisé : On a utilisé deux milieux de culture : Muller-Hinton : pour les bactéries ; PDA : pour les champignons

.IV.2. Matériel végétale :

Des plantes de *Mentha spicata* ont été fraîchement achetées en mars, avril et mai 2019 à la localité de Bouira.

IV.3. Classification botanique

IV. Tableau 4-classification de la menthe verte [38]

règne	Plantae
Classe	Triaperturées évoluées
Ordre	Lamiales
Famille	Lamiaceae
Genre	Mentha
Espèce	<i>Mentha spicata</i>

IV.4.Préparation de la matière végétale

Les feuilles sont séparées des rameaux et les pédicelles sont enlevés des feuilles. Le tri est effectué en écartant toute feuille tachetée ou malade [36].

IV.5 .Séchage

Les échantillons ont été séchés sur des tamis à l'air libre et l'abri de la lumière et de l'humidité [36].

IV.6 .Broyage

Cette opération a été réalisée le séchage des plantes récoltées dans un broyeur électrique la marque (CRRRAFT).



Figure IV.1- broyeur électrique



Figure IV.2- menthe broyé

IV.7.Perte à la dessiccation

Mode opératoire

Peser rapidement 1g de la MV dans une capsule à fond plat de diamètre 50mm et 30mm de hauteur , dessèches dans l'étuve à 100-105 °C durant 2h .Placer dans un dessiccateur contenant du gel de silice en hydre [42] .Laisser refroidir puis peser ,la perte en masse a été déterminée comme suit :

$$Pd = \frac{P1 - P2}{P1} \times 100$$

Pd :perte à la dessiccation (%) ;

P1 :poids initial de l'échantillon (g) ;

P2 : poids de l'échantillon après séchage (g).



Figure IV.3- un dessiccateur

IV.8.Dosage des cendres

IV.8.1.Dosage des cendres totales

Elle caractérise la quantité de substance résiduelles non volatilisées lorsque l'échantillon de drogue est complètement calciné.

Mode opératoire

Chauffer au rouge un creuset de porcelaine pendant 30min .Laisser refroidir dans un dessiccateur contenant du gel de silice anhydre, puis peser. Introduire dans le creuset 1g de la drogue pulvérisée .Dessécher pendant 1h à 100-105°C, incinérer dans un four à moufle à une température de 600±25°C jusqu'à masse constante.[37] La masse résiduelle a été déterminée comme suit :

$$CT = \frac{PF - PV}{PE} \times 100$$

CT : cendre totale (%) ;

PV : poids vide du creuset(g) ;

PE: poids de la prise d'essai(g) ;

PF : poids final du creuset (g).

IV.8.2.Dosage des cendres sulfuriques

Ce sont des substances résiduelles non volatilisées lorsque l'échantillon de drogue est calciné avec l'acide sulfurique concentré ces cendres déterminent la quantité des substances inorganiques contenues dans la drogue [37].

Mode opératoire

Chauffer un creuset de porcelaine à 600±50°C pendant 30min .Laisser refroidir dans un dessiccateur sur gel de silice peser. Placer ensuite 1g de la matière pulvérisée .Humecter la matière avec une quantité suffisante de H₂SO₄ dilué (environ 1M) et chauffer lentement jusqu'à carbonisation complétée de la matière .Après refroidissement,

humecter le résidu avec un peu de H₂SO₄ dilué au demi, chauffer de la même manière jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de dégagement de fumées blanches. Calciner ensuite à 600±50°C jusqu'à incinération complète du résidu. Laisser refroidir le creuset dans un dessiccateur, puis peser.

IV.8.3. Cendres chlorhydrique (cendres non solubles dans l'acide chlorhydrique)

Mode opératoire

Dans le creuset, ajouter au résidu obtenu, lors de la détermination des cendres sulfurique ou totale, 15 ml d'eau et 10ml HCl à 10%. Recouvrir d'un verre de montre et faire bouillir doucement pendant 10min. Filtrer le résidu et laver à l'eau très chaude. Dessécher et incinérer jusqu'au rouge sombre. Laisser refroidir au dessiccateur et peser dans le même creuset. [37]

IV.9. Etude phytochimique

IV.9.1. Détermination des alcaloïdes dans la drogue végétale

a. Principe

La mise en évidence des alcaloïdes consiste à les précipiter à l'aide de l'un de six réactifs de précipitation à savoir : réactif de DRAGENDORFF, réactif de MAYER, réactif de HAGER, réactif de BERTRANDE, réactif de WAGNAR et le réactif de SONNENSCHNEIN. [37]

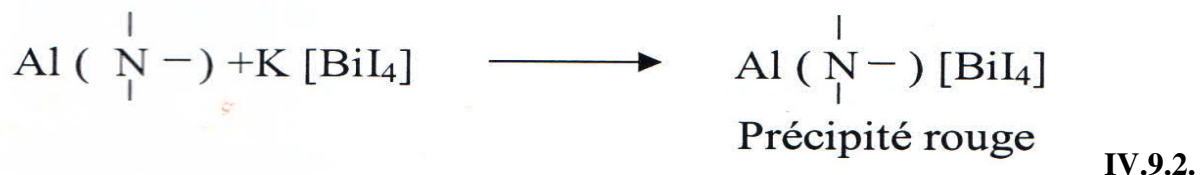
b. Extraction

Introduire 10g de poudre végétale à analyser dans un erlenmeyer de 250ml, ajouter 100ml d'acide sulfurique à 10%, puis boucher l'erlenmeyer. Agiter et laisser macérer pendant 24h à la température de laboratoire. Filtrer et laver de façon à obtenir 50ml de filtrat.

c. Réactions de précipitations

Introduire 1 ml de filtrat dans un tube à essais, ajouter cinq gouttes de réactif dragendorff. En laissant reposer 10 minutes. En présence d'alcaloïdes, le réactif de dragendorff, donne un précipité rouge-orange.

d. Réaction caractéristique



Flavonoïdes (anthocyanes)**Principe**

En présence de NH_4OH , H_2SO_4 . Les anthocyanes donnent une coloration. A 5ml de l'infusé, ajouter 5ml de H_2SO_4 concentré puis 5ml de NH_4OH . Si la coloration s'accroît par acidification, puis vire au bleu violacé en milieu basique, on peut conclure la présence d'anthocyanes [37].

IV.9.3. détermination des stéroïdes dans la drogue végétale Test de Laskowski

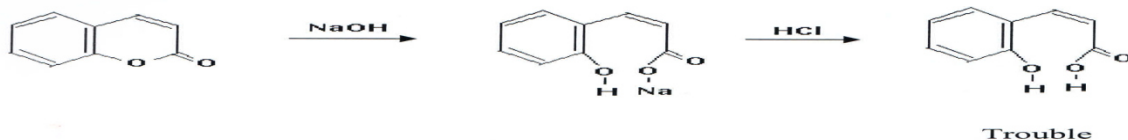
5 gouttes de H_2SO_4 concentré sont ajoutées à 1ml d'extrait, l'observation d'une coloration rouge dans chaque extrait indique la présence de stéroïdes [38].

IV.9.4. détermination des saponisides dans la drogue végétale Test de mousse

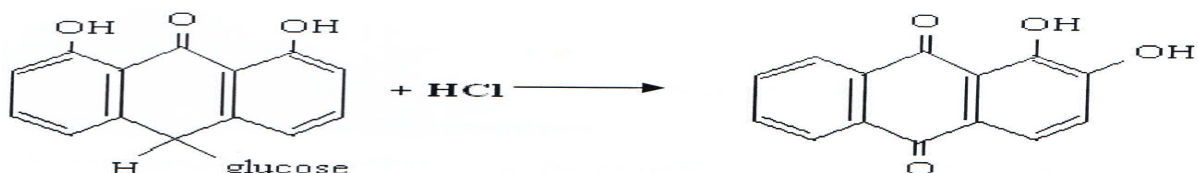
Dans un tube à essai 1ml d'infusé et agite vigoureusement pendant 2min. l'observation de mousse indique la présence de saponisides dans la drogue [39].

IV.9.5. Détermination des coumarines dans la drogue végétale

Faire bouillir a reflux 2g de poudre dans 20ml d'alcool éthylique on le fait bouillir pendant 15mn puis filtrer après refroidissement a 5ml de filtrat ajouter 10 gouttes de la solution alcoolique de KOH a 10% et quelques gouttes d' HCl a 10% [40].

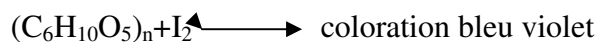
Réaction caractéristique :**IV.9.6. détermination des glucosides dans la drogue végétale****a. Principe**

Mettre deux gouttes de l'acide sulfurique sur une masse de la poudre végétale. En présence de glucosides, la masse se colore en rouge brique, puis en violet [37].

b. La réaction

IV.9.7.Détermination de l'amidon dans la drogue végétale

A 2g de la poudre, végétale rajouter quelques goutte d'iode I_2 , la couleur bleu- violet indique la présence d'amidon dans la drogue végétale [41] .

Réaction caractéristique :**IV.9.8.Détermination de mucilage dans la drogue végétale**

Nous avons introduit 1ml du décocté à 10 % dans un tube à essai et ajouté 5ml d'éthanol absolu. Après une dizaine de minute, l'obtention d'un précipité floconneux par mélange, indique la présence de mucilages [39].

IV.10.Méthode d'extraction des HEs

L'extraction des huiles essentielles est effectuée par hydro distillation (100 g de MV durant 3 heures), en utilisant un appareil d'hydro distillation simple . Cette opération a été menée au sein du laboratoire de génie des procédés [37].

Mode opératoire

La plante est mise en contact avec de l'eau dans un ballon lors d'une extraction au laboratoire. Le tout est ensuite porté à ébullition. Les vapeurs sont condensées dans un réfrigérant et les HE se séparent de l'eau par différence de densité, les parties insolubles dans l'eau de condensation sont décantées et, en raison de sa plus faible densité, l'huile essentielles place au dessus de la phase aqueuse. La phase aqueuse contenant les composés hydrosolubles est appelée eau de distillation (ou hydrolat).

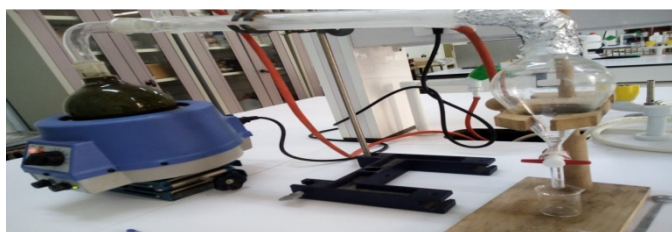


Figure IV. 4-Installation d'hydrodistillation

IV.11.Rendement

Le rendement en huile essentielle est le rapport entre le poids de l'huile extraite et le poids de la plante à traiter [40].

Le rendement, exprimé en pourcentage est calculé par la formule suivante :

$$R\% = \frac{MHE}{Ms} \times 100$$

R : Rendement d'HE en % ;

Ms : La masse sèche de la matière végétale en (g) ;

MHE : La masse de l'huile essentielle recueillie en (g).

IV.12.Etude cinétique

L'étude de la cinétique d'extraction consiste à étudier l'évolution du rendement en huile essentielle à différents temps par la méthode d'HD (figure4).

La cinétique a été explorée en effectuant des prélèvements horaires à intervalles réguliers sur les phases aqueuses et organiques durant l'hydro distillation .Afin d'en récupérer des quantités significatives et mesurables [36].

IV.13. les Caractéristique organoleptiques et physico-chimiques de l'huile essentielle

IV.13.1.Caractéristique organoleptiques

L'analyse sensorielle est une source d'information essentielle qui, reflète les attentes et les tendances des consommateurs .L'analyse a été effectuée en observant et inhalant directement l'huile essentielle [41] .

Dans cette étude, trois critères sont considérés pour évaluer la qualité organoleptique :

L'odeur ;

La couleur ;

L'aspect .

IV.13.2.Les Analyses Physico-chimique

IV.13.2.1.Analyses physiques des HE

✓ **Indice de réfraction selon la norme :NF T 75-112 juin 1982**

Elle effectuée à l'aide d'un réfractomètre permettant avec une précision de $\pm 0,0002$, la lecture direct des indices de réfraction situés entre 1,3000 et 1,7000.



Figure IV.5-Refractomètre digital

Mode opératoire

- Régler le réfractomètre en mesurant les indices de réfraction des produits étalons (eau distillée, d'indice de réfraction 1.3330 à 20°C).
- Vérifier que le réfractomètre est maintenu à la température à laquelle les lectures doivent être effectuées, la température de référence étant de 20°C.
- Placer l'échantillon pour essai dans le réfractomètre, attendre que la température soit stable, puis effectuer la mesure [43].

✓ **Mesure de la densité selon la norme : NF T 75-111 juin 1982**

C'est le rapport de la masse d'un certain volume d'HS à 20°C, à la masse égale d'un volume d'eau distillée à 20°C.

Principe

Elle est effectuée à l'aide d'un pycnomètre d'un millilitre de volume, à la température de 20°C [43].

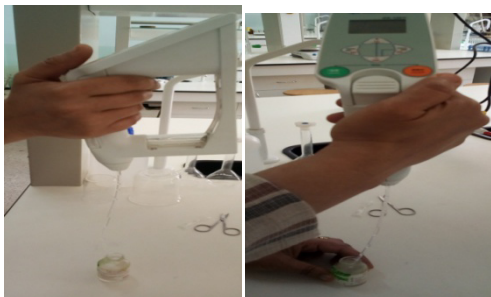


Figure IV.6-un densimètre

✓ Mesure de pH

L'abréviation de potentiel d'hydrogène, mesure l'activité chimique des ions hydrogènes (H⁺) (appelés aussi couramment protons) en solution. Plus couramment, le pH mesure l'acidité ou la basicité d'une solution. Il s'agit d'un coefficient permettant de savoir si une solution est acide, basique ou neutre. Elle est acide si son pH est inférieur à 7, neutre s'il est égal à 7, basique s'il est supérieur à 7.

Mode opératoire

Cette mesure a été effectuée à l'aide d'un papier pH

IV.13.2.2. Analyse chimique

✓ Indice d'acide (IA) : NF T 75-103

Nombre en milligramme d'hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation des acides libres dans un gramme d'huile essentielle [43].

Mode opératoire

Introduire la prise d'essai dans la fiole. Ajouter 5ml d'éthanol, et 5 gouttes de phénolphthaléine neutralisée le liquide avec la solution d'hydroxyde de potassium (0.1mol/l) contenue dans la burette.

Calcul:

$$IA = \frac{56.11 \times V \times C}{m}$$

Ou

V: Volume en ml de KOH utilise ;

m :Masse en g de la prise d'essai ;

C :Concentration exacte de KOH (0.1) en mol/l.

✓ Indice d'ester (IE) : NF T 75-104 juin 1982

Nombre en milligramme d'hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation des acides libérés par l'hydrolyse des esters contenus dans un gramme d'huile essentielle [43].

Mode opératoire

On prend 0.5ml de l'échantillon pour essai. Introduit la prise d'essai dans le ballon, puis à l'aide d'une burette ajouter 15 ml de la solution de KOH (0.5 mol/l). Puis on place un réfrigérant ascendant on plonge l'ensemble dans un bain marie, on chauffe jusqu'à ébullition

pendant 30 min .On détermine la fin de la réaction de saponification lorsqu'on obtient une solution transparent et homogène (absence de trace d'huile).Laisser refroidir le ballon et démontrer le réfrigérant .Ajouter 5 gouttes de solution de phénolphtaléine titrer l'excès de KOH avec la solution d'acide chlorhydrique à 0.5 mol/l ,on réalise parallèlement un essai à blanc dans la même condition c'est-à-dire 15ml de solution de KOH titrée par HCl 0.5N la différence des volumes dépensés lors du titrage de l'essai à blanc et de l'échantillon correspondant à la quantité de KOH dépensé pour la saponification et pour la neutralisation des acides libres contenus dans l'échantillon

.Calcul :

$$IE = \frac{28.05}{m} \times (V0 - V1) - IA$$

Ou :

V0 : Volume en ml d'HCl pour le blanc ;

V1:Volume en ml d'HCl pour la détermination ;

m: Masse de la prise d'essai ;

IA : indice d'acide.

✓ **Indice de saponification**

C'est le nombre de milligrammes de KOH nécessaire pour neutraliser l'acidité libre de saponifier à chaud les ester de 1g de lipide

$$IS = IE - IA$$

IS : Indice de saponification ;

IA : Indice d'acide ;

IE : indice d'ester [44].

✓ **Indice de peroxyde (IP) (en meq d'O₂ peroxydique /Kg d'huile)**

Cet indice nous donne la quantité de peroxyde présent dans l'échantillon, cettedernière étant exprimée en milliéquivalents d'oxygène actif contenu dans un kilogramme de produit, oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode .En effet, cet indice nous permet d'évaluer l'état de fraîcheur de l'huile [44].

Mode opératoire

- 5gd'huile de la menthe et mélanger avec 12ml de chloroforme ; le tout est agité.
- 18ml d'acide acétique glacial ainsi que 1ml d'Iodure de potassium KI sont ajoutés.
- Le mélange est agité pendant 1mn à l'abri de la lumière et à une température ambiante.
- 75ml d'eau distillé sont additionnés suivi d'un titrage de l'iode libéré avec une solution thiosulfate de sodium [C(Na₂S₂O₃)] à 0.01N en agitant vigoureusement et en employant la solution d'amidon (1g/100ml) comme indicateur jusqu'à disparition de la couleur. Un essai à blanc est effectué simultanément.

L'indice de peroxyde en milliéquivalents d'O₂/kg est calculé selon l'équation :

$$\text{IP (meqd'O}_2\text{/kg)} = \frac{(V-V_0) \times N}{M} \times 100$$

V : est le volume de thiosulfate de N_a de l'échantillon (ml) ;

V₀ : est le volume requis pour titrer le blanc (ml) ;

N : est le titre exact de thiosulfate de N_a utilisé (mol/L) ;

M : est la prise d'essai (g) .

✓ **Acidité (A%)**

Mode opératoire

La détermination est effectuée sur l'échantillon filtré. 2.5g d'huile de la menthe en épi es dissout dans 100ml du mélange éthanol/éther di éthylique(V/V), puis titré , en agitant , avec la solution d'hydroxyde de potassium (KOH) à 1N en présence de 0.3ml de la solution de phénolphthaléine à 1% dans l'éthanol , jusqu'à virage de l'indicateur (coloration rose) .L'acidité, exprimée en pourcentage est égal à :

$$\text{A}\% = \frac{V \times C \times M}{10 \times m} \times 100$$

A : Est le volume en ml de la solution titrée de KOH utilisé (ml) ;

C : Est la concentration exacte, en mol/l, de la solution titré de KOH utilisé (ml) ;

M : Est le poids molaire, en g/mol, de l'acide adopté pour l'expression du résultat (=282) ;

m : est la prise d'essai (g) [44].

IV.14. Formulation de la lave-main

IV.14.1. Contrôle des matières premières à la réception

✓ **Détermination de la matière active anionique** **L'objet** Ce mode opératoire spécifie les règles applicables pour déterminer la MA anionique dans les matières premières.

Matériels

Balance analytique, bécher, fiole 50ml, agitateur, pipette 25ml, éprouvette et burette

Réactifs

Eau distillée, chloroforme, indicateur mixte et chlorure de benzetonium.

Mode opératoire : (voir l'annexe)

✓ **Détermination de pH à l'état pur par pH mètre**

L'objet

Ce mode opératoire spécifie les règles applicables pour la détermination du pH à l'état pur par un pH mètre.

Matériel

Bécher et pH mètre.

Mode opératoire (voir l'annexe).

✓ **Détermination de la densité par l'aéromètre**

Matériels

Eprouvette, thermomètre, et Aéromètre (densimètre).

Mode opératoire (voir l'annexe).

IV.14.2. Les composants de la formule

Pour la préparation du détergent lave main, les composants illustrés dans le tableau suivant ont été utilisés :

Tableau IV.5- Les composants de la formule

Composants	Rôle	Composants	Rôle
eau déminéralisée	Composant principale	Agent de conservation	Améliorer la qualité
Tension active anionique	Mousse	Huile essentielle	Antiseptique et parfumer
protecteur dermique	Protégé les main	Sel(NaCl)	protecteur dermique
Bétaïn	Protecteur dermique	Colorant	Coloration

IV.14.3. Les étapes de la préparation

Etape 01

Dans un bécher mettre une quantité d'eau avec la tension actif sous agitation attendre jusqu'à homogénéisation puis ajouter le COD.

Etape 02

Ajouter la bétaine pour augmenter la viscosité de détergent et toujours sous agitation puis ajouter le sel jusqu'à ce que le sel se dissolve après on peut ajouter le conservateur et la couleur mais goutte à goutte jusqu'à obtenez la couleur que vous voulez, puis on ajoute l'huile essentielle on divers quantité sous agitation jusqu'à ce que nous arrivons à l'odeur distinctive puis on arrêté l'agitation et on le mettre dans des flacons.

IV.14.4. Contrôle du produit fini

Control de qualité

Le responsable de laboratoire doit organiser cette opération donc il fait le calcul la matière active qui est le pourcentage de tensioactif dans le produit.

Mode opératoire

En pèse 4,142g de lave-main qu'on met dans une fiole jaugé de 500ml, on ajoute de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge puis on agite pour obtenir une solution homogène.

On remarque la formation d'une mousse et pour l'éliminer on ajoute de l'éthanol. Avec une pipette on prélève 25ml de la solution présidente puis on la met dans un bécher, par addition de 10ml de l'eau et 15 ml de l'indicateur chloroforme .On titre par chlorure de benzéntanium et on arrête le titrage quand la phase intérieur change sa couleur de rose au bleu en prend les mesures puis on calcule le pourcentage de la matière active (MA) d'après la relation suivante :

$$MA (\%) = \frac{V \times T \times M \times 100 \times 1000}{2 \times 25 \times 1000 \times P}$$

Tel que :

P : poids pesé pour la prise d'essai (mg) ;

M : masse molaire de lave main (g /mol) ;

T : molarité de la solution de chlorure de benzénatanium (mol /l) ;

V : volume de la solution chlorure de benzéntanium (ml).

IV.14.5. Les caractéristiques organoleptiques et physico-chimiques**IV.14.5.1. Les caractéristiques organoleptiques****Tableau IV. 6- Caractéristique organoleptique**

Aspect	Liquide visqueux claire
Couleur	Jaune, vert, orange
Odeur	Citron, pomme, menthe, pêche

IV.14.5.2. Les analyses physico-chimiques**✓ La mesure de pH****Le matériel nécessaire**

Un pH-mètre ; Un bécher ; Des solutions tampon pour l'étalonnage de pH-mètre ; Une sonde de pH-mètre ;

Mode opératoire

D'abord on vérifie si le pH est étalonné sinon on fera l'étalonnage, en utilisant des solutions tampon. On remplit le bécher avec la solution dont on veut déterminer le pH puis on trempe la sonde du pH-mètre (*HA NNA*) dans le bécher et on lit la valeur du pH affichée.



Figure IV. 7-la mesure de pH par pH-mètre

✓ **Détermination de la densité**

Le matériel nécessaire

Un densimètre ,Une éprouvette.

La méthode

Dans le laboratoire, il existe plusieurs densimètres portant des valeurs de densité différente. L'ingénieur doit choisir le densimètre approprié à chaque solution .Si la densité de la solution est dans le domaine, la valeur de la densité est prise en considération sinon il ya lieu de signaler ce qui ne vaps dans le produit préparé.



Figure IV. 8-La détermination de la densité

✓ **Détermination de temps d'écoulement**

C'est le temps qui s'écoule entre le moment ou le produit essayé commence à couler de l'orifice de la coupe remplie, et le moment ou l'écoulement du produit cesse d'être continu au voisinage de l'orifice.

Mode opératoire

En bouchant l'orifice avec le doigt, rempli la coupe avec l'échantillon fraîchement tamisé, exempt de bulles, en versant lentement pour éviter la formation de bulles d'air. S'il se forme des bulles, les laisser monter à la surface et les éliminer. Éliminer tout ménisque formé à l'aide de la règle à araser sur le pourtour de la coupe, ou en faisant glisser sur le bord une plaque de verre plane à arêtes arrondies de manière qu'il se forme pas bulles d'air entre le verre et la surface de l'échantillon. Tirer ensuite horizontalement sur le bord de la coupe, de manière que, lorsque la plaque est enlevée, le niveau de l'échantillon affleure de bord supérieur de la coupe.



Figure IV.9-détermination de taux d'écoulement

IV.16.Activité biologique**IV.16.1.Activité antimicrobienne des HE et lave main**

L'utilisation thérapeutique rationnelle des HEs nécessite une détermination précise du pouvoir antimicrobienne de l'essence. En effet, la croissance de l'activité de l'essence est un élément indispensable pour l'établissement de formulation et prescription efficaces [45].

Les essais expérimentaux sont effectués au sein du Laboratoire de génie des procédés (Bouira).

✓ Evaluation qualitative de l'activité antimicrobienne

La technique que nous avons utilisée pour évaluer l'activité antimicrobienne de nos produits (HEs et lave main à base des HEs) est l'aromatogramme ou la méthode de diffusion en milieu gélosé en utilisant des disques stériles en cellulose.

Cette méthode utilisée par certains auteurs est la technique que nous avons utilisée pour évaluer l'activité inhibitrice de nos produits (HEs du *mentha spicata*, des lave-main à base d'huile essentielle) [46,47,48].

✓ Protocole expérimental

L'évolution qualitative de l'activité antimicrobienne de nos produits, consiste à estimer l'inhibition de la croissance des microorganismes (bactéries et champignon) en contact de différents produits, et ceci par la méthode de diffusion sur plaque de gélose (diffusion sur milieu gélosé) en utilisant des disques de cellulose préalablement stérilisés par lumière UV de 6mm de diamètre. En ce qui concerne les lave main formulés, volume de 0.1mm³ est déposé au centre de chaque boîte à l'aide d'une seringue stérile [49].

✓ Préparation de l'inoculum

La méthode de préparation des inoculum est celle préconisée par la SFM (communiqué de 2005) qui consiste à préparer, à partir d'une culture de 18-24h pour les bactéries et de 96h pour les champignons sur le milieu gélosé, une suspension en solution saline d'eau physiologique stérile (0.9% NaCl) à une concentration de 10⁷ à 10⁸ g/ml. Cette suspension obtenue par la détermination de la transmittance allant de 22% à 32% pour les bactéries et entre 2% et 3% pour les champignons et cela à une longueur d'onde de 620nm (standardisation de l'antibiogramme selon l'OMS, 1999).

✓ Diffusion sur milieu gélosé

La méthode de diffusion sur milieu gélosé a été réalisée sur le milieu Muller-Hinton (M-H) (pour les bactéries) et PDA (pour les champignons). On fait fondre les deux milieux dans un bain marie à 95°C, puis on verse simultanément et aseptiquement une première couche de chaque milieu dans une boîte de pétri à raison de 15ml par boîte avec 3 répétition par couche de chaque milieu dans une boîte de pétri à raison de 15ml par boîte.

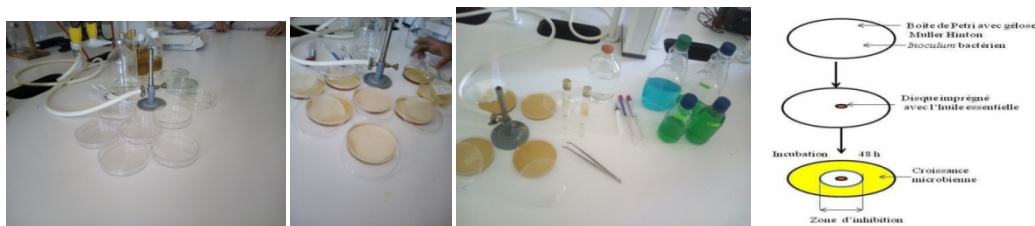


Figure IV. 10-réalisation de l'activité antimicrobienne

Après refroidissement à température ambiante, on ensemence 200µl de la suspension de chaque souche par la méthode du Râteaux et on laisse solidifier sur la paillasse. À l'aide d'une pince stérile, on prélève un disque de cellulose préalablement stérilisé par lumière UV de 6mm de diamètre, et on l'imbibe d'HE pure, on dépose le disque sur la surface gélosée sèche des

boite de pétri .En ce qui concerne les lave main formulées, un volume de 0.1 mm³ est déposé au centre de chaque boite à l'aide d'une seringue stérile. Puis nous laissons les boites durant 20min à la température ambiante pour permettre la diffusion de l'échantillon .Elles sont ensuite mises à l'étuve à 37°C pendant 24h pour les bactérieset à 25°C pendant 96h pour les champignons [50,51].

Le pourcentage d'inhibition est calculé par la formule suivante :

$$\% \text{Inhibition} = \frac{D_{\text{test}}}{D_{\text{boite de pétri}}} \times 100$$

D_{test} : diamètre de la zone d'inhibition.

D_{boite de pétri} : diamètre de la boite de pétri.

IV.16.2. Evaluation de l'activité antioxydante

L'activité antioxydante in vitro a été évaluée par la mesure du pouvoir de piégeage du radical DPPH (1,1- Diphenyl-2-picrylhydrazyl) selon la méthode décrite par Burits e tBucar , où 100 µl de chacune des solutions méthanoïques de l'huile essentielle testées à différentes concentrations sont mélangées avec 5 ml d'une solution méthanoïque de DPPH (0,004 %). Après une période d'incubation de 30 minutes à la température du laboratoire, l'absorbance est lue à 517 nm. L'inhibition du radical libre DPPH par la vitamine C a été également analysée à la même concentration pour comparaison. On détermine les paramètres de calcul de l'activité antioxydante pour la vitamine C et pour l'huile essentielle (Pourcentage d'inhibition,). Tous les essais ont été effectués en triple.

✓ Détermination du pourcentage d'inhibition

Selon Sharififar et al.L'inhibition du radical libre de DPPH en pourcentage (I%) est calculée de la manière suivant :

$$I\% = \frac{\text{Ablanc} - \text{Aéchantillon}}{\text{Ablanc}} \times 100$$

Avec :

Ablanc : Absorbance du blanc (contenant tous les réactifs excepté le composé d'essai ;

Aéchantillon : Absorbance du composé d'essai [52].

Chapitre V

Résultats et discussion

V.1. Extraction des huiles essentielles

Les feuilles séchées et broyées ont subi une hydrodistillation simple durant 3h. Les huiles essentielles sont récupérées et conservées dans des flacons opaques à l'abri de la lumière et de la chaleur pour éviter toute réaction d'oxydation.

Les HEs sont conservées à 4°C pour les utilisations ultérieures.

V.2. Perte à la dessiccation

Résultat

Tableau V. 1-Perte à la dessiccation

Les feuilles de <i>mentha spicata</i>	Norme
7.98%	Inferieur à 10%

Discussion

La perte à la dessiccation permet de déterminer le poids perdu de la matière végétale à l'étuve, le résultat obtenu, montre que la poudre de la menthe a perdu 7.98% de leurs poids massique lors de la dessiccation. Donc on peut dire que la plante contient un taux très faible d'eau.

V.3. Dosage des cendres

Tableau V.2-résultat de dosage des cendres

Les cendres	Moyenne (%)	Norme
Cendre totale	12.72 ±0.38	<10
Cendre sulfurique	15.55 ±0.77	<10
Cendre chlorhydrique	1.33±0	<0.5

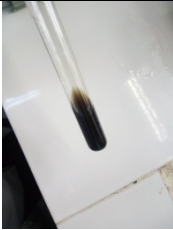
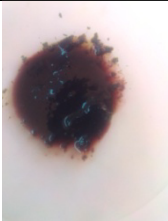
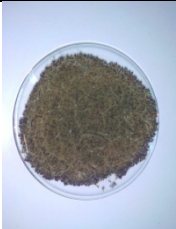
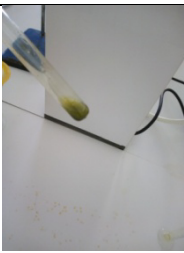

Discussion




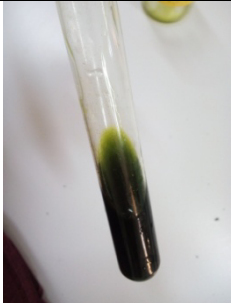

D'après le tableau 2 on remarque que le pourcentage des cendres sulfurique est le plus élevé, suivi par le pourcentage des cendres totale, tandis que le pourcentage des cendres chlorhydrique est faible, ce qui montre une forte teneur en substance minérales (> 15%), et d'autre part et une contamination par la poussière ou le sable (> 1.33).

V.4. Analyse phytochimique

La phytochimie est une étude qui permet de donner la composition générale de la plante étudiée. Les résultats des analyses phytochimique sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau V.3-Résultat de l'étude phytochimique

Classe chimique	résultat	Image
Tanins catéchétiques	+	
Glucoside	+	
amidon	+	
Anthracéniques libres	-	
Saponine	+	

Flavonoïdes anthocyanes	-	
stéroïdes	-	
Mucilage	+	
coumarine	-	
Alcaloïde	+	

+ : présence - : absence

Discussion

D'après le tableau des résultats phytochimique on remarque que :

Tanins catéchétiques, Glucoside, l'amidon et saponine donnent des réactions positive ce qui indique leur présence dans la matière sèche.

Stéroïdes, Flavonoïdes anthocyanes, coumarine et Anthracéniques libres sont absents dans la menthe verte.

Des apparitions de flocons prouve la présence de mucilage dans la plante étudiée. Notre étude phytochimique réalisée sur la plante *Mentha Spicata* a montré des résultats qui sont déjà confirmés avec d'autres travaux, à savoir la présence de certaines familles chimiques. Par contre, on constate l'absence d'autres familles chimiques. Ceci peut être

expliqué par une différence au niveau de plusieurs paramètres soient géographiques, physicochimiques ou biologiques tels que : la différence du site de récolte y compris l'environnement de la plante, la lumière, les précipitations, la topographie, la saison, le type de sols, la période de récolte, le patrimoine génétique, la procédure d'extraction utilisée, la partie de la plante étudiée ou leurs produits phytochimiques

V.5.Le rendement

Tableau V. 4-Résultat de rendement

Echantillon	Rendement
Matière sèche <i>dementha spicata</i>	1.0109

Discussion

La matière sèche de *M.spicataa* révélé un rendement de 1.0109%, ce rendement est acceptable selon les normes.

V.6.Influence du temps d'extraction sur le rendement en huile essentielle

La durée d'extraction est théoriquement le temps nécessaire à la récupération de la totalité de l'huile contenue dans la matière végétale.

Le rendement (R) en HE est déterminé par rapport à 100g de matière sèche .

Tableau V.5-L'étude cinétique d'HE

T(min)	0	30	60	90	120	150	180	210
m(g)	0	0.3396	0.5128	0.6029	0.7522	0.8761	1.0109	1.0109
v(ml)	0	0.5	0.9	1.15	1.4	1.6	1.8	1.8
R%	0	0.3396	0.5128	0.6029	0.7522	0.8761	0.0109	1.0109

La cinétique d'extraction de l'HE par HD a été effectuée à différents temps pendant 3h30.

La détermination de l'évolution du rendement de l'HE en fonction du temps est illustrée dans la Figure 01.

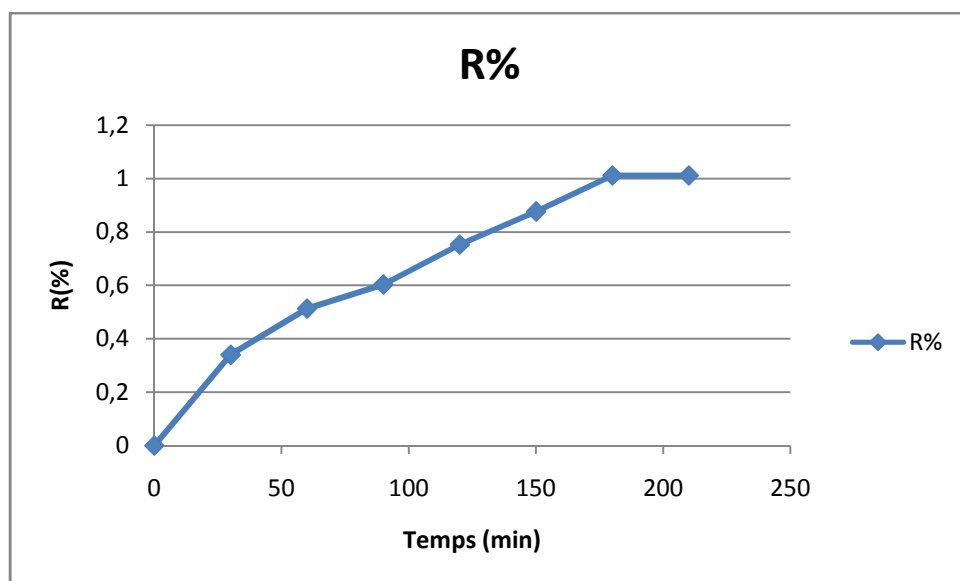


Figure V.1-L'évolution du Rendement de l'HE en fonction du temps (mentha spicata)

Discussion

La cinétique se divise en trois étapes :

- Dans la 1^{ère}, nous observons un palier pour un rendement nul, correspondant à la phase de chauffage de la matrice.
- La seconde correspond à un saut marqué de la quantité d'HE récupérée (30-150mn).
- En fin, au cours de la 3^{ème} étape, la courbe tend vers un second palier qui correspond au rendement maximum possible à atteindre.


En effet, le rendement augmente rapidement durant les premières 150mn. Ce qui correspond à 80% de la totalité d'huile stockée dans la matière sèche.

V.7.Caractéristique organoleptique et physico-chimiques d'EH de *mentha spicata*

V.7.1.Caractéristique organoleptique

Le tableau(V.6) montre une comparaison entre les caractéristiques de notre huile essentielle extraite de la menthe verte avec les normes d'AFNOR.

Résultat**Tableau V.6- Caractéristique organoleptique d'EH de mentha spicata**

<i>Mentha spicata</i>	Aspect	Couleur	Odeur	HE obtenu
Norme AFNOR	Liquide mobile, limpide	Presque incolore à jaune pale	Caractérisation fraîche, plus ou moins mentholée selon l'origine	
HE étudiée	Liquide mobile	Jaune pale	Fraiche mentholé	

Discussion

Selon le tableau (V.6) l'aspect, la couleur et l'odeur de l'huile essentielle étudiée sont les mêmes pour les normes d'AFNOR.

V.7.2. Les analyses physico-chimiques**V.7.2.1. Les analyses chimiques****Résultats****Tableau V.7- Les résultats des indices physicochimiques**

	IA	IE	IS	Acidité %	IP	PH
HE de <i>Mentha spicata</i>	6.7332	15.7068	22.4	0.2244	1	6.5
Norme AFNOR	-	-	-	≥0.8	-	6 à 7

Discussion

Dans la mesure du pH de l'HE de la menthe vert on a trouvé la valeur de $\text{pH}=6$, d'où on peut dire que la menthe verte étudiée a un pH presque acide. Cette acidité est due à la composition chimique des HES, qui se considère comme donneur des (H^+).

Le résultat d'indice d'acide prouve la présence des acides libre dans 1g de substance et indique que la conservation de HE est bonne.

On remarque d'après le résultat obtenu que, l'HE présent un taux d'acidité dans la norme.

Le résultat d'IP est très faible, ce qui confirme que l'échantillon n'est pas exposé à l'air ou à l'oxydation parce que les corps gras peuvent s'oxyder en présence d'oxygène et certain facteurs favorisant (température élevé, eau, enzyme, trace de métaux : Cu, Fe.....).

V.7.2.2.Les analyses physiques

Résultat

Tableau V.8-Les Analyses physiques

Analyse	IR	Densité
HE mentha spicata	1.4850	0.925
Norme AFNOR	1.484-1.491	0.917 à 0.937

Discussion

Notre indice de réfraction mesuré est conforme aux normes. Généralement l'IR est utilisé pour l'identification et comme critère de pureté des HE et de composé liquide divers. Chaque substance a son indice de réfraction spécifique.

Plus l'IR d'un produit est de valeur attendue, plus sa pureté est grande. Cette pureté est définie dans des intervalles considérés comme acceptable. Dans ce cas on peut considérés que notre HE est pure.

Rappelons que la densité est directement et étroitement liée aux températures de mesure, autant la température augmente, autant la densité basse. D'après le résultat on remarque que la densité est conforme aux normes AFNOR.

V.8. La formulation de lave-main

V.8.1. Les Caractéristiques organoleptique et physico-chimiques de lave-main

V.8.1.1.: Les Caractéristiques organoleptiques

Résultat

Tableau V.9-Caractéristique organoleptique de lave-main

Aspect	Liquide visqueux claire
Couleur	Vert
Odeur	Menthe

Discussion

Selon le tableau 9 l'aspect, la couleur et l'odeur de lave-main sont conforme pour les normes d'entreprise.

V.8.1.2. Les analyses physico-chimiques de lave-main

Résultat

Tableau V.10-les analyses physico-chimiques de lave-main

L'analyse	pH	Densité	MA	T d'écoulement
LM	7.07	1.031	5.52%	1min
Norme	6±1%	1.03±0.01	6±1%	1à2min

Discussion :

D'après les normes de l'entreprise on peut conclure que notre résultat est conforme.

V.9. Activités biologiques

V.9.1. Activité microbienne

La sensibilité des souches microbienne testées est déterminée par la méthode des disques, en mesurant les diamètres des zones d'inhibition autour des disques.

Résultat

Les résultats des tests de l'activité antimicrobienne des huiles essentielles de *mentha spicata* et LM sont regroupés dans le tableau(V.10).

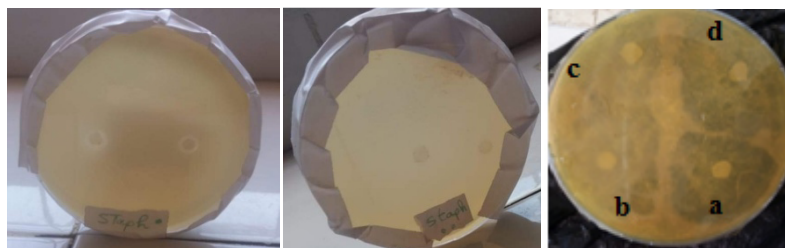
Tableau V.11-les diamètres d'inhibition en mm d'HE et lave main sur les microbiennes

Souche		HE	HE+DMSO	LM	LM0.2	LM0.3	LM IND
E. Coli	DI	15mm	5mm	12mm	10mm	11mm	10mm
	PI	16.66%	5.55%	13.33%	11.11%	12.22%	11.11%
pseudo	DI	6mm	10mm	25mm	35mm	40mm	25mm
	PI	6.66%	11.11%	27.77%	38.88%	44.44%	27.77%
Steph	DI	10mm	8mm	20mm	25mm	30mm	20mm
	PI	11.11%	8.88%	22.22%	27.77%	33.33%	22.22%
Altar	DI	13mm	-	30mm	20mm	43mm	30mm
	PI	14.44%	-	33.33%	22.22%	47.77%	33.33%
Fusa Sp₂	DI	12mm	-	20mm	22m	17mm	35mm
	PI	13.33%	-	22.2%	24.4%	18.8%	38.8%
Fusa Sp	DI	12mm	-	20mm	20mm	32mm	28mm
	PI	13.33%	-	22.2%	22.2%	35.5%	31.1%
clad	DI	10mm	-	30mm	35mm	40mm	25mm
	PI	11.11%	-	33.33%	38.88%	44.44%	27.77%
Asars sp	DI	10mm	-	30mm	45mm	55mm	25mm
	PI	11.1%	-	33.33%	50%	61.11%	27.77%

DI :diamètre d'inhibition en mm ; PI :pourcentage d'inhibition



Figure V.2-Effet d' Escherichia coli sur (.HE ; ..HE+DMSO) et LM



FigureV. 3-Effet de staphylococcus sur (. HE /.. HE+DMS) et LM



Figure V.4-Effet de pseudomonas sur (.HE ; ..HE+DMSO) et LM

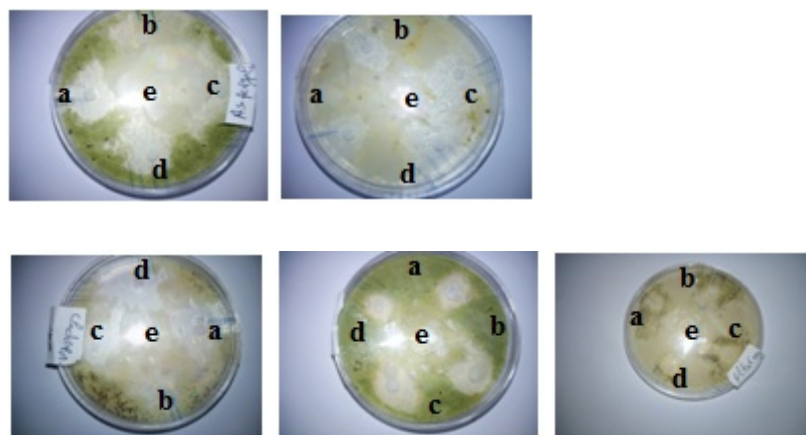


Figure V.5-Effet des champignons sur HE de mentha spicata et LM

Avec : a LM → 0% ; b LM à → 0.2% ; e → HE
 c LM → à 0.3% ; d → LM entreprise ;

Discussion

L'évaluation qualitative de l'activité antimicrobienne de l'huile essentielle de *mentha spicata* et de lave-main formulé a été faite sur 3 bactéries (une à gram+ et deux autres à gram-) et sur cinq champignons (*Altarmara*, *Fusarium Sp₂*, *Fusarium Sp*, *cladosparium* et *Aspergilassp*), par la méthode des aromagrammes. Le pouvoir antimicrobien de tous ces produits est obtenu par la mesure des diamètres des zones d'inhibition (mm). Le diamètre moyen de la zone d'inhibition observé autour des disques imprégnés dans l'HE pure, dans lave-main après 24h d'incubation à 37°C pour les bactéries et après 96h à 25°C pour (*Altarmara*, *Fusarium Sp₂*, *Fusarium Sp*, *cladosparium* et *Aspergilassp*), ainsi que leurs pourcentages d'inhibition sont résumés dans le tableau (V.10).

Les huiles essentielles pure du *mentha spicata* présentent des activités sur toutes les souches bactériennes testées. Les diamètres d'inhibition varient de 40 à 55mm, le plus grand diamètre d'inhibition obtenu avec lave-main contre *pseudomonas*, *Altarmara*, *cladosparium* et

Aspergillus est le plus petite avec l'HE contre *Pseudomonas* et aussi on peut citer que l'HE +DMSO contre *Staphylococcus*.

Notre huile essentielle de *Mentha spicata* possède également une activité fortement inhibitrice sur les souches *Escherichia coli*, *Fusarium Sp2*, *Fusarium Sp*.

V.9.2. Activité antioxydante

L'activité antioxydante de l'huile essentielle de *mentha spicata* de la région de Bouira a été évaluée par la méthode de réduction de DPPH• on le comparant par l'acide ascorbique comme antioxydant de référence.

Résultat :

Tableau V.12-Pourcentage d'inhibition pour l'huile essentielle de mentha spicata

Essai	C (mg/ml)	Moyenne (I%)	Essai	C (mg/ml)	Moyenne (I%)
1	43.02	77.75 ±8.08	6	1.34	-2.32 ± 4.69
2	2.51	33.84 ±5.25	7	0.67	-5.28 ± 5.33
3	10.75	26.88 ±6.33	8	0.33	-4.31 ± 5.22
4	5.37	15.79 ±5.94	9	0.16	-8.12 ± 4.35
5	2.68	23.66 ± 9.60	10	0.08	-7.80 ± 14.95

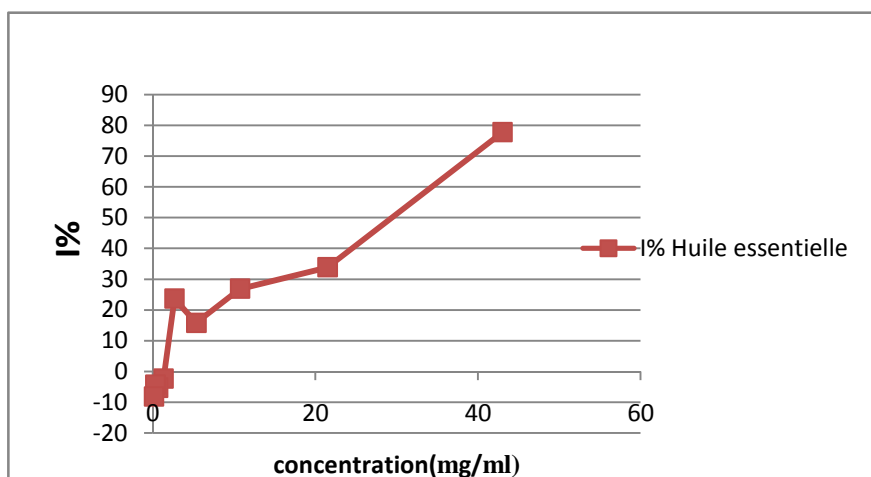
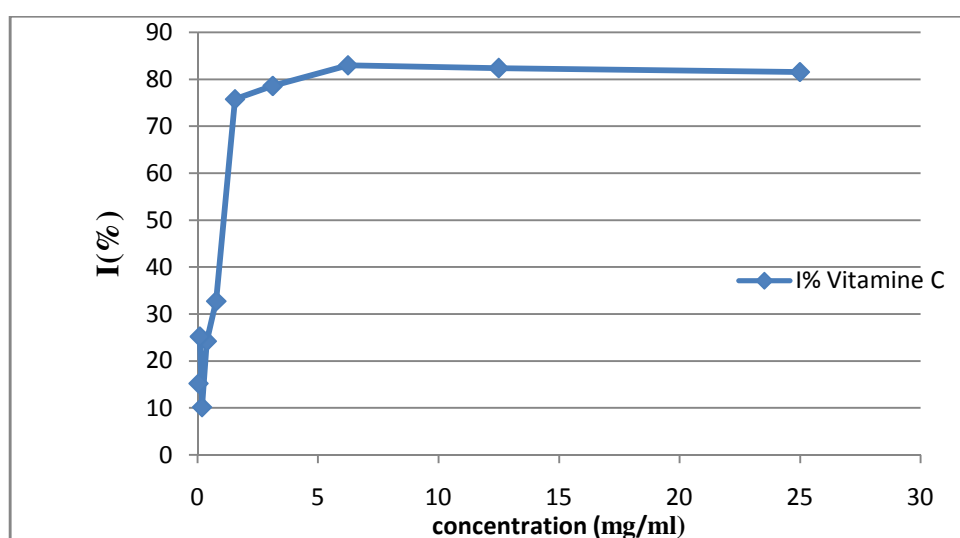


Figure V.6-Pourcentage d'inhibition pour l'huile essentielle de mentha spicata

Tableau V. 13-Pourcentage d'inhibition pour l'huile essentielle de mentha spicata

Essai	C (mg/ml)	Moyenne (I%)	Essai	C (mg/ml)	Moyenne (I%)
1	25	81.56 ± 1.24	6	0.78	32.75± 7.17
2	12.5	82.39 ± 0.96	7	0.39	24.24 ± 3.37
3	6.25	82.97 ± 1.35	8	0.19	10.18± 5.87
4	3.12	78.59± 1.7	9	0.09	25.20 ± 6.41
5	1.56	75.75± 1.46	10	0.04	15.215± 5.17

**Figure V.7-Pourcentage d'inhibition pour la vitamine C**

Discussion

Les résultats obtenus de pourcentage d'inhibition du radical DPPH sont enregistrés dans la figure (V.7). Il semble que le pourcentage d'inhibition du radical libre augmente avec l'augmentation de la concentration soit pour la vitamine C ou pour l'huile essentielle de *mentha spicata*.

On remarque que le pourcentage d'inhibition du radical libre pour l'huile essentielle est inférieur à celui de la vitamine C pour toutes les concentrations utilisées. Pour une concentration de 43,025 mg/ml, l'huile essentielle a révélé un pourcentage d'inhibition de 77,75±8,08 % tandis que la vitamine C est inhibée avec 81,56±1,24 % de DPPH avec concentration de 25mg/ml.

Conclusion générale

Conclusion générale

La menthe est une plante médicinale aromatique très recherchée par les industries pharmaceutiques, l'aromathérapie, et plusieurs domaines. La détermination de rendement, des caractéristiques organoleptiques des huiles essentielles ont été étudiés.

D'après le criblage phytochimique on peut dire qu'il ya des alcaloïdes, des tanins et des glucosides dans la plante étudiée.

Les analyses physico-chimiques de l'HE de *mentha spicata* combinant , l'indices de saponification, l'indice de peroxyde, l'indice d'acide, l'indice d'ester, l'acidité, l'indice de réfraction sont en accord avec ceux des normes AFNOR.

L'évaluation des propriétés biologiques est une tâche intéressante et utile, en particulier pour trouver de nouvelles sources d'agents antioxydant et antimicrobiens naturels.

Dans ce contexte, nous avons essayé d'évaluer l'activité antioxydante de l'huile extraite de la menthe verte cultivée à Bouira en comparaison avec l'antioxydant synthétique l'acide ascorbique . Dans la présente étude, l'huile essentielle de menthe et la vitamine C ont pu réduire le radical DPPH• traduit par changement de couleur de solution DPPH méthanolique. Pour une concentration de 43.02 mg/ml, de l'huile essentielle a révélé un pourcentage d'inhibition de $77,75 \pm 8.08 \%$ tandis que la vitamine C est inhibée avec $81,56 \pm 1,24 \%$ de DPPH avec une concentrations de 25mg/ml . Alors, cette huile peut être considérée comme un agent antioxydant naturel capable d'empêcher l'oxydation et l'altération de certains aliments.

Les huiles essentielles de *mentha specata* et le savon liquide formulé on été testés par la méthode de diffusion sur disques solide, pour leur pouvoir inhibiteur contre un ensemble des bactéries et des champignons. Le diamètre d'inhibition varie de 10mm jusqu'au 55mm , ce qui montre que les produits testés présentent une activité antimicrobienne sur tous les souches microbienne.

Il serait intéressant de mener une étude plus approfondie sur cette plante et autres plantes médicinales afin d'isoler, de purifier et identifier les principes actifs ayant des activités biologiques.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1]. **A.Beloued**, Plantes médicinales d'Algérie, OPU, Alger 1998.
- [02].**J.P. Lafon, C.Tharaud-Prayer, et G.Lévy**-Biologie des plantes cultivées. Tome 1 : organisation,
Physiologie de la nutrition, Editions Tec & Doc Lavoisier, p. 240, Paris 1988.
- [03]. **D. El Abed, et N. Kambouche**-Les Huiles essentielles, Editions Dar El Gharb, 2003.
- [04].**G. Richter**. Métabolisme des végétaux: Physiologie et Biochimie, Presses Polytechniques Et Universitaires Romandes, p. 526 ,1993.
- [05].**B. Fanny**- Thèse sur: Effet larvicide des huiles essentielles sur stomoxys calcitrans à la réunion, Université Paul_Sabatier de Toulou-28-19, 2008.
- [06].**H.Arnold**-ARomatherapy Therapy Basics.pp23.second edition, british.2003.
- [07].**W. Dhifi, S. Bellili, S. Jazi, N.Bahloul, W. Mnif**-Essential Oils' Chemical Characterization and Investigation of Some Biological Activities: A Critical Review-article.Vol.3(4),USA. Sep 22.2016.
- [08]. https://www.sciencesetavenir.fr/sante/huiles-essentielles-une-medecine-alternative-naturelle-qui-n-est-pas-sans-risque_122322.
- [09].**L.Leila**- EVALUATION DE L'ACTIVITE ANTIBACTERIENNE D'HUILES ESSENTIELLES MAROCAINES SUR AGGREGATIBACTER ACTINOMYCETEMCOMITANS : ETUDE IN VITRO-thèse Doctorat, Université Mohammed V, Maroc.24 Février 2015.
- [10]. **E.JOY BUWLES**-the chemistry of Aroma therapeutic Oils-3rd edition, Australia.2003.
- [11].**A.B.Siddique,S.M.Mizanur Rahman**-chemical composition of essential oil by different extraction methods and fatty acid analysis of the leaves of Stevia RebaudianaBertoni-Arabian journal of chemistry.Vol.9.pp1185-1189, Saudi.november2016.

Références bibliographiques

[12].<http://www.au-bonheur-dessences.com/huiles-essentielles/composition-chimique-des-huiles-essentielles>.

[13].**H.Arnold**-Aromatherapy Therapy Basics.pp25.second edition, british.2003.

[14].**H. H. A. Rassem, A .H. Nour, R M. Yunus**- Techniques for Extraction of Essential Oils from Plants: A Review- Australian Journal of Basic and Applied Sciences.Vol. , 10(16).pp117-127,Australia.November 2016.

[15].**Ch. EL KALAMOUNI** - Caractérisations chimiques et biologiques d'extraits de plantes aromatiques oubliées de Midi-Pyrénées-thèsedoctorat, Toulouse.13Décembre2010.

[16].**C.Adaoust**-L'utilisation des huiles essentielles à but thérapeutique n'est pas sans risque. Avant d'en inhaler, de vous en enduire ou d'en diffuser chez vous-article,France.24/10/2018.

[17]. fiches pratique les huiles essentielles DGCCRF – DECEMBRE 2018

[18].**N.Bousbia**-Extraction des huiles essentielles riches en anti-oxydants à partir de produits naturels et de coproduits agroalimentaires-Doctorat, Alger.10juillet2011.

[19]. **C.Wong**-How to Use Essential Oils for Aromatherapy-verywellhealth,American. May04, 2019.

[20].**E.Teuscher,R.AntonetA. Lobstein** .Plantes aromatiques : épices, aromates, condiments et huiles essentiels : Edition Tec et Doc, Lavoisier. P310-318.2005.

[21].**H.EL-Haoud, M.Boufellous, A.Berrani, H.Tazougart, R.Bengueddour**-PhytochmecolScreeningof A medicinal plant: *MenthaSpicata* L.-American Journal of Innovative Research and Applied Sciences,Maroc.25/10/2018.

Références bibliographiques

[22].**P.Carlier-Loy-menthaspicata** : Description et Utilisations en thérapeutique Et en agriculture comme anti germinatif sur la pomme de terre, université de Picardie jules verne, France.29/juin/2015.

[23].**S.Douay** L3 SVB-Monografiede la menthe verte-Fiche Systématique des Angiospermes. L3SV 2008-2009.

[24].**H.L.Chakravarty**-Plant wealth of IRAQ- Edition SREE SARASWATY PRESS, India, pp359.1976.

[25].**M.Mahboubi-Menthaspicata** L. essential oil, phytochemistry and its effectiveness In flatulence-Journal of Traditional and Complementary Medicine, Iran.28 septembre2018.

[26] .**M. Karima, M. Salima**-Evaluation de l'activité antioxydant des extraits de *Menthaspicata*-Master, Université de Bejaia, Algérie.2018.

[27].<https://www.passeportsante.net/fr/Solutions/HuilesEssentielles/Fiche.aspx?doc=huile-essentielle-menthe-verte> .

[28].<https://revelessence.com/huile/menthe-verte/>.

[29].**A.chatarbache** -Etude et synthèse de composés tensioactifs à bas de souches naturelles et obtention de détergent industriels biodégradable -Magister, université de Constantine, algérie.2007.

[30].**Ch. LARPENT**,Constantes chimiques des solvants et produits Tensioactifs,

Technique de l'ingénieur .Vol.1.1995 .

[31].**S .Aitouche, Z. Tanina**- formulation et étude de la stabilité d'une détergente liquide vaisselle Pril Isis -Master, université de Bejaïa, Algérie.2017.

Références bibliographiques

- [32]. **G. Dauvergen**-Synthèse et étude physico-chimique de nouveaux tensioactifs utilisables Pour la cristallisation 2D sur film lipidique et l'étude des protéines membranaires- Doctorat, Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse, Marseille.2010.
- [33]. **C. Rondel** - Synthèses et propriétés de mélanges de nouvelles molécules Polyfonctionnelles lipopeptidiques tensioactives-Doctorat, l'université de Toulouse .2009.
- [34] .**Ch. LARPENT**-Propriétés des agents tensioactifs, technique de l'ingénieur. Vol.1 .1995.
- [35]. **A.Benabdallah, C.Rahmoune, M.Boumendjel, O. Aissi. et C.Messaoud** .Total phenolic content and antioxidant activity of six wild *Mentha species* (Lamiaceae) from northeast of Algeria. Pacific Journal of Tropical Biomedicine, 6(9):762-780.(2016).
- [36] .**D.BenHassine, H.Ben Ismail , J.Chokri, kh.Mohamed Larbi**-Huile essentielle d'Eucalyptus oleosa: extraction, Composition chimique et Activité Antimicrobienne- article. PP42, Tunis. 28 septembre 2010.
- [37] .**R paris**, Moyes H-Précis de matière médicale-Tome 1, édition MASSON, Paris. 1976.
- [38]. **Niare A** - Etude de la phytochimie et des activités pharmacologiques de *syzygium guineense* Willd. (Myrtaceae)- thèse de doctorat. Université de BAMAKO. MALI. 2006.
- [39] .**Ousman mamadou A** - Etude phytochimique et de l'activité antipaludique in vivo et in vitro De *Momordica balsamina* Linn. (Cucurbitacée) - thèse de doctorat. Université de Bamaco. Mali. 2005.
- [47]. **Souley amadou B**- Etude de la phytochimie et des activités biologiques de *Combretum glutinosum* Perr. Ex DC (Combretaceae)- thèse de doctorat. Université de BAMAKO. MALI. 2005.

Références bibliographiques

- [41]. **E.ChristyJeyasselan,P.T.JustinJashothan** –In vitro control of Staphylococcus aureus (NCTC 6571) and Escherichia coli (ATCC 25922) by RicinuscommunisL,Asian Pacific Journal Of Tropical Biomedicin. pp 717-721.Sri lanki.2012.
- [42]. **W.Hensel** -350 plante médicinales ,2eme Edition, délaçhause etniestlé(Paris) ,2008.
- [43].AFNOR, Association Française de Normalisation, Recueil de normes françaises « Huiles essentielles », AFNOR, Paris. AFNOR NF T 75-006.2000.
- [44]. **G.Bensalem**- l’huile de lentisque (PistaciaLentiais .L)sans l’est Algérien caractéristique Physico-chimique et composition en acide gras, Magister, université Constantine 1, France, 2015.
- [45]. **V.Billerbeck** - Huiles essentielles et bactéries résistantes aux antibiotiques-Phytothérapie. Vol.5,pp.249-253. 2007.
- [46]. **C. Bekhechi, F. Atik-Bekkara, D. Abdelouahid** -Composition et activité antibactérienne Des huiles essentielles d’Organumglandulosum d’Algérie- Phytothérapie. Vol.6. pp.153-159.2008.
- [47] **.L. Scorzoni, T. Benaducci, A.M.FAlmeida,SilvaD.H.S, V.SBolzani, Mendes-M.J.SGiannini**– Comparative study of disk diffusion and micro dilution methods for evaluation of antifungal activity Of natural compounds against medical yeasts Candida spp and Cryptococcus sp-Rev. Ciênc. Farm. BásicaApl., Vol. 28 (1).pp.25-34. Brazil. 2007.
- [48]. **G.Yakhlef1, S. Laroui1,L.Hambaba1,M.Aberkane, A. Ayachi** -Évaluation de l’activité Antimicrobienne de Thymus vulgaris et de Laurusnobilis, plantes utilisées en médecine traditionnelle –

Références bibliographiques

Phytothérapie. Vol. 9. pp. 209-218. Batna (Algérie). 2011.

[49]. Evaluation qualitative de l'activité antimicrobienne des huiles essentielles et extraits naturels

De plantes - SAIDAL-CRD. Documents de référence : pharmacopée européenne 2002.

[50]. **Y.Haddaf, J.Kaloustain, P.Giordan, A.Chefrour, L.Abou, C.Mikail, H.Portugal** -

Composition chimique et activité antifongique des huiles essentielles de thymus vulgaris L. et de thymus

Numidicuspoiret d'Algérie - 6ème symposium international d'aromathérapie scientifique et plantes

Médicinales. Grasse. France. 2004.

[51]. **C.Mutai, C.Bii, C.Vagias, D. Abatis, V. Roussis**- Antimicrobienne activity of Acacia mellifera

Extracts and lupanetripenes -Journal of Ethnopharmacology, 10. 1016/j.jep.02.007.2009.

[52]. **M.Barkat, I.I.Laib**- Composition chimique et activité antioxydant de l'huile essentielle

Des fleurs sèches de Lavandula officinalis -Revue de génie industriel -pp 46 ,54 .Algérie. 06 .2011.

Annexes

Annexes

Annexe 01 :

Préparation de l'infusé :

Dans un erlenmeyer de 250ml .introduire 5g de poudre végétale dans 100ml d'eau distillé bouillante.

Fermer avec un verre de montre .laisser infuser pendant 15mn puis filtrer sur papier filtre et rincer le résidu avec un peu d'eau distillée chaude de manière à obtenir 100ml de filtra.

Préparation du décocté à 10% :

A l'aide d'un erlenmeyer de 250ml, faire une décoction de 10g de poudre dans 100ml d'eau distillée .Chauffer pendant15mn tout en maintenant une ébullition modérée. Filtrer après refroidissement et ajuster à 100ml.

Préparation du reactif de Dragendroff

Solution a :0.85g de nitrate de bismuth +40ml d'eau distillée +10ml d'acide acétique

Solution b :8g d'iode de potasium +2ml d'eau distillée .

On mélange a+b.

15ml de mélange +20ml d'acide acétique puis compléter a 100ml d'eau distillée.

Préparation la gélose PdA :

La gélose PdA a été préparé au niveau de laboratoire de génie des procédés

Les ingrédients

- 200g pomme de terre dans un litre eau .

- 20g glucose

- 20g agar

Annexes

Annexe 02

Définition des bactéries testées

a- *Staphylococcus aureus*

Les staphylocoques sont des cocci à Gram positif qui tendent à se grouper en amas. Une espèce, *Staphylococcus aureus* (staphylocoque doré), tient une place très importante dans les infections communautaires et nosocomiales.

b- *Escherichia coli*

Escherichia coli (bacille à Gram négatif), commensal du tube digestif, est la bactérie la plus fréquemment impliquée dans les infections urinaires. Elle peut aussi provoquer des diarrhées par des mécanismes très divers, ainsi que diverses infections communautaires ou nosocomiales.

c- *Pseudomonas aeruginosa*

Un certain nombre de bacilles à Gram négatif de l'environnement se comportent comme des bactéries opportunistes et sont souvent à l'origine d'infections nosocomiales. Il s'agit souvent de bactéries résistantes à de nombreux antibiotiques. Une des plus redoutables est *Pseudomonas aeruginosa* (Philippon, 1995).

Les milieux de culture

Les milieux de culture utilisés pour la réalisation des tests antimicrobiens sont les suivants :
La gélose Mueller Hinton pour l'étude de la sensibilité des bactéries aux différents extraits de plantes.

Annexes

Annexe 03

Les appareils utilisés :



Etuve fermé de type memmer



Autoclave



Four à moufle

Annexes

Annexe 03

Présentation de l'unité

L'entreprise nationale des détergents et des produits d'entretien (ENAD) est issue de la restriction de la société nationale des industries chimique (SNIC) dont le siège est installé au niveau du boulevard HASSIBA BEN BOUALI dans la wilaya d'ALGER.

Elle est chargée, dans le plan national de développement des activités de production d'entretien et dérivé, elle présente des produit de meilleure qualité et conformément à la réglementation et arrive toujours à satisfaire les besoins de ses clients. L'UNAD compte six unités de production dont celle de LAKHDARIA qui s'appelle SHYMICA.

Les travaux de construction de l'unité des produits d'entretien de LAKHDARIA ont débuté en 1976, le début de montage des machines en octobre 1977, les essais internes ont débuté en juin 1979 et la réception définitive de l'unité en juillet 1979. Cette unité est située à 80Km (45 Km par autoroute est -ouest) de l'est d'ALGER, environ 5 Km de la daïra de LAKHDARIA et environ 45 Km à l'ouest de chef -lieu de la wilaya de BOUIRA.

L'ENAD a été créé en 1982, son activité consiste en la production, le développement et la commercialisation des produits détergents, des produits d'entretien ménager et automobile en plus des produits d'hygiène corporelle.

Résumé :

Notre travail se base principalement sur une étude d'huiles essentielles de *mentha spicata*, leurs propriétés physico-chimique et votre activité biologique. La menthe verte, largement répandue en Algérie, de la famille des Lamiacées est une plante herbacée indigène de plusieurs propriétés thérapeutique (antiseptique, antinévralgique, analgésique, antimicrobienne, antioxydante). L'extraction des huiles essentielles de *mentha spicata*, accomplie par Hydrodistillation , a donné un rendement de 1.01% acceptable et peut être rentable à l'échelle industrielle . L'étude du pouvoir antioxydant par la méthode de DPPH• a montré l'existence d'une activité antioxydante de l'huile essentielle de *mentha spicata*, où nous avons trouvé pour une concentration de 43.02 mg/ml de l'huile essentielle a révélé un pourcentage d'inhibition de $77,75 \pm 8,08$ % tandis que la vitamine C a inhibé avec $81,56 \pm 1,24$ % de DPPH pour une concentration de 25 mg/ml . La détermination de l'activité antimicrobienne par la méthode du diffusion sur disques solide, a donné un bon diamètre d'inhibition allant jusqu'au 15mm. Dans ce travail nous sommes intéressés aussi à la formulation du savon liquide et leurs effets antimicrobienne, le diamètre de cet effet atteint jusqu'au 55mm.

ملخص

يعتمد عملنا أساساً على دراسة الزيوت العطرية للنعناع وخصائصها الفيزيائية والكيميائية ونشاطها البيولوجي. النعناع ، الموزع على نطاق واسع في الجزائر ، لعائلة Lamiaceae هو عشب أصلي له العديد من الخصائص العلاجية (مطهر ، مضاد للألم ، مسكن ، مضاد للميكروبات ، مضاد للأكسدة). أعطى استخراج الزيوت العطرية من النعناع ، الذي تم إنجازه عن طريق Hydrodistillation ، غلة مقبولة قدرها 1.01 % ويمكن أن تكون مربحة على نطاق صناعي. أظهرت دراسة قدرة مضادات الأكسدة باستخدام طريقة DPPH • وجود نشاط مضاد للأكسدة في الزيت العطري لسبيكة النعناع ، حيث وجدنا بتركيز قدره 43.02 ملجم / مل من الزيت العطري. تثبيط النسبة المئوية 77.75 ± 8.08 % في حين أن فيتامين C يحول دون 81.56 ± 1.24 % من DPPH بتركيز 25 ملغ / مل. أعطى تحديد نشاط مضادات الميكروبات من خلال طريقة نشر القرص الصلب قطر تثبيط جيد يصل إلى 15 ملم. في هذا العمل ، نحن مهتمون أيضاً بصياغة الصابون السائل وتأثيراته المضادة للميكروبات ، حيث يصل قطر هذا التأثير إلى 55 م

Summary

Our work is mainly based on a study of mentha spicata essential oils, their physico-chemical properties and your biological activity. Spearmint, widely distributed in Algeria, of the Lamiaceae family is a native herb with several therapeutic properties (antiseptic, antinevralgic, analgesic, antimicrobial, antioxidant). The extraction of the essential oils of mentha spicata, accomplished by Hydrodistillation, gave an acceptable yield of 1.01% and can be profitable on an industrial scale. The study of the antioxidant power by the method of DPPH • showed the existence of an antioxidant activity of the essential oil of mentha spicata, where we found for a concentration of 43.02 mg / ml of the essential oil revealed a percentage inhibition of $77.75 \pm 8.08\%$ while vitamin C inhibited with $81.56 \pm 1.24\%$ of DPPH for a concentration of 25 mg / ml. The determination of the antimicrobial activity by the solid disc diffusion method gave a good inhibition diameter of up to 15 mm. In this work we are also interested in the formulation of liquid soap and their antimicrobial effects, the diameter of this effect reaches up to 55mm.