



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي



Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة غرداية

N° d'enregistrement

Université de Ghardaïa

.....

كلية العلوم والتكنولوجيا

Faculté des Sciences et de la Technologie

قسم هندسة الطرائق

Département de Génie des Procédés

Mémoire

Pour l'obtention du diplôme de Master

Domaine: Sciences et Technologie

Filière: Génie des Procédés

Spécialité: Génie Chimique.

Thème

**La caractérisation d'huile de cade de deux origines et
l'évaluation de leurs utilisations dans la désinfection d'eau**

Par

MIMOUNI Ouahiba

Devant le jury composé de:

MANSOURI Khaled	MCB	Université de Ghardaïa	Examineur
BOUAMEUR Kheira	MCB	Université de Ghardaïa	Examineur
HELLALI Naima	MCB	Université de Ghardaïa	Encadreur
CHOUIREB Mustafa	Docteur	Université de Ghardaïa	Co-encadreur

Année universitaire 2020/2021

Remerciements

Avant toutes choses, je remercie Dieu, le tout puissant, pour m'avoir donné la force et la patience.

J'exprime d'abord mes profonds remerciements à madame HELALI Naima , Maitre de conférence à l'université de Ghardaïa pour m'avoir fait confiance et accepté de m'encadrer, de m'avoir encouragé, orienté et conseillé,. Je la remercie vivement Pour son soutien et sa grande générosité.

J'adresse mes sincères remerciements à mon co-encadreur, Docteur Chouireb mustafa, pour tous les efforts qu'il a consenti tout au long de l'élaboration de ce travail. Ses encouragements, et ses précieux conseils, Je le remercie pour sa disponibilité et sa patience.

J'exprime toute ma reconnaissance envers les membres de jury : Professeur :Bouameur Kheira et Professeur Mansouri Khaled d'avoir accepté d'examiner mon travail

Aux personnels du laboratoire de l'Université de Ghardaïa, laboratoire l'Algérienne des eaux, et laboratoire LTPS (Laboratoire Travaux Publique Sud) pour leur aide.

À tous mes amis.

À toute personne qui a participé de près ou de loin, directement ou indirectement, Et j'espère que ce travail soit la bonne expression de ma gratitude.

DEDICACES

Je dédie ce modeste travail

A la plus chère au monde « ma mère »

A mon Très chère « père » qui m'a toujours soutenu,

et qu'a été

Toujours présent pour moi

A mon cher frère

A toute ma famille paternelle et maternelle

A tous mes collègues et amis(es)

Et a toute personne qui me connaît.

Résumé

Le huile de Cade ou Gatran extraire par distillation du bois de petits arbustes de la famille de *Juniperus oxycedrus*. Elle est utilisée traditionnelle comme une valeur thérapeutique désinfectantes, antiseptiques et répulsives, car il assure une bonne santé c'est une véritable panacée, Elle utilisée aussi pour parfumer les eaux de consommation dans le sud algérien. Elle enduit en général le fond des jarres à eau, les cruches et l'intérieur des guerba, sans compréhension de la raison de cette rituelle traditionnelle.

La présente étude vise principalement à la comparaison entre les caractéristiques physico-chimique des deux types de Gatrans extraire dans deux différents région de l'Algérie à savoir Gatran de M'sila extraire à la région de l'Est dans la Wilaya de M'sila, et le Gatran de Djelfa extraire à la région de l'Ouest dans la wilaya de Djelfa. Ainsi nous avons examiné les qualités antibactériennes de ces deux types de Gatrans sur les eaux usées épurées de la station d'épuration de la ville de Ghardaïa (Algérie).

D'après les résultats de la comparaison entre les deux Gatrans, le Gatran de M'sila contient plus de molécules ionique qui caractérise la capacité des matériaux à diffuser la chaleur, conduire l'électricité ou laisser passer un fluide, et contient des molécules plus visqueux par rapport au Gatran de Djelfa. Les résultats de la chromatographie sur couche mince et chromatographie sur colonne montrent que le Gatran M'sila présente un nombre de molécules beaucoup plus important que celle de Djelfa.

Les résultats des analyses bactériologiques effectuées sur des échantillons composés d'un mélange d'eaux épurées et d'huile de cade ont montrés une très bonne efficacité des deux types de Gatrans pour l'élimination des germes pathogènes existants dans les eaux épurées jusqu'au 99%.

Mots clé : Gatran de M'sila, Gatran de Djelfa, analyses bactériologiques, CCM, Chromatographie par colonne.

مأخص

القطران المستخرج بالتقطير من خشب الشجيرات الصغيرة لعائلة العرعر أو أكسيديروس. يستخدم تقليديا كمطهر وطارد للحشرات نظرا للقيمة العلاجية، كما أنه يستخدم لتعطير مياه الشرب في جنوب الجزائر. عادة ما يغطي قاع جرة الماء والأباريق وداخل القربة ، دون فهم سبب الحقيقي لهذه العادات التقليدية. تهدف الدراسة الحالية بشكل رئيسي إلى المقارنة بين الخصائص الفيزيائية والكيميائية لنوعين من مستخلص القطران في منطقتين مختلفتين من الجزائر وهما مستخلص قطران المسيلة في المنطقة الشرقية في ولاية المسيلة و قطران الجلفة المستخرج من المنطقة الوسطى في ولاية الجلفة. كذلك قمنا بفحص الصفات المضادة للبكتيريا لهذين النوعين من القطران على مياه الصرف الصحي المصفاة من محطة معالجة مياه الصرف الصحي في مدينة غرداية (الجزائر).

وفقاً لنتائج المقارنة بين النوعين من القطران ، يحتوي قطران المسيلة على المزيد من الجزيئات الأيونية التي تميز قدرة المواد على نشر الحرارة وتوصيل الكهرباء أو السماح بمرور السائل ، وتحتوي على جزيئات أكثر لزوجة مقارنة بقطران الجلفة. تظهر نتائج كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة وكروماتوغرافيا العمود أن قطران المسيلة يحتوي على عدد من الجزيئات أكبر بكثير من عدد الجزيئات في قطران الجلفة. أظهرت نتائج التحاليل البكتريولوجية التي أجريت على عينات مكونة من خليط من الماء النقي و القطران فعالية جيدة جداً لنوعي القتران في القضاء على الجراثيم المسببة للأمراض الموجودة في المياه النقية بنسبة تصل إلى 99%.

الكلمات المفتاحية: قطران المسيلة ، قطران الجلفة ، التحليلات البكتريولوجية ، الكروماتوغرافيا على الطبقة الرقيقة ، كروماتوغرافيا العمود.

Abstract

Cade or Gatran oil extracted by distillation from the wood of small shrubs of the family of *Juniperus oxycedrus*. It is traditionally used as a disinfectant, antiseptic and repellent therapeutic value, because it ensures good health, it is a real panacea. It is also used to perfume drinking water in southern Algeria. It usually coats the bottom of water jars, jugs and the inside of guerba, without understanding the reason for this traditional ritual.

The present study aims mainly at the comparison between the physico-chemical characteristics of the two types of Gatrans extract in two different regions of Algeria namely Gatran de M'sila extract in the Eastern region in the Wilaya of M'sila, and the Gatran of Djelfa extract to the western region in wilaya of Djelfa. We therefore examined the antibacterial qualities of these two types of Gatrans on the purified wastewater from the sewage treatment plant in the city of Ghardaïa (Algeria). According to the results of the comparison between the two Gatrans, M'sila's Gatran contains more ionic molecules which characterizes the ability of materials to diffuse heat, conduct electricity or allow a fluid to pass, and contains more molecules. viscous compared to the Gatran of Djelfa. The results of thin layer chromatography and column chromatography show that Gatran M'sila has a much larger number of molecules than that of Djelfa.

The results of bacteriological analyzes carried out on samples composed of a mixture of purified water and cade oil showed very good efficacy of the two types of Gatrans for the elimination of pathogenic germs existing in purified water up to 99%.

Keywords: Gatran de M'sila, Gatran de Djelfa, bacteriological analyzes, TLC, column chromatography.

Table des matières

Liste des abréviations	I
Liste des figures	II
Liste des tableaux	III
Introduction Générale	02
Chapitre I – Généralité sur les Goudrons végétaux	
I.1 Définitions des goudrons	05
I.2 Les Goudrons végétaux	05
I.2.1 Le goudron de pin ou goudron de Norvège (pine tar)	05
I.2.2 Le goudron de hêtre	06
I.2.3 L'huile de bouleau	06
I.2.4 L'huile de cèdre	07
I.2.5 L'huile de cade	07
I.3 Technique d'extraction et de distillation des goudrons végétaux	07
I.3.1 Carbonisation ou distillation sèche	08
I.3.2 Les fours	08
I.3.3 Les techniques de distillation	10
I.3.2.1 Distillation per descensum	10
I.3.2.2 Distillation per ascensum	10
I.4 Espèces utilisées pour la production d'huile de cade	11
I.4.1 Le Cadier Juniperus oxycedrus	11
I.4.2 Le Genévrier thurifère	11
I.4.3 L'espèce Juniperus oxycedrus	13
I.4.5 Taxonomie	15
I.4.6 Répartition géographique	15
Chapitre II – Généralité sur les huiles de cade	
II.1 Introduction	18
II.2 Composition de l'huile de cade	18
II.3 Caractères organoleptiques de l'huile de cade	20
II.4 Propriétés et physico-chimiques de l'huile de cade	21
II.5 Propriétés pharmacologiques de l'huile de cade	22
II.6 Toxicité de l'huile de cade	23
II.7 Utilisations de l'huile de cade dans l'industrie	24
II.7.1 Utilisations cosmétiques	24
II.7.2 Utilisations en médecine vétérinaire	25
II.7.3 Utilisations en médecine humaine	26
II.7.4 Utilisations phytopharmaceutiques	30
Chapitre III – Matériels et Méthodes	
III.1 Matériels et méthodes	32

III.1.1 But de travail	32
III.1.2 Matériel végétal	32
III.1.3 Echantillonnage de la matière végétale	32
III.1.4 Matériel de laboratoire	32
III.2 Caractérisation de l'huile de cade	33
III.2.1 Caractéristiques organoleptiques	33
III.2.2 Caractéristiques physiques et chimiques	33
III.2.3.1 Densité relative	33
III.2.3.2 Viscosité dynamique	33
III.2.3 Analyse chromatographique sur couche mince	35
III.2.4.1 Préparation de la plaque CCM	35
III.2.4.2 Préparation de l'éluant	36
III.2.4.3 Réalisation du CCM	36
III.2.4.4 Révélation UV et calcul de Rf	37
III.2.4 Fractionnement par chromatographie sur colonne	38
III.3.5.1 Préparation de la colonne	38
III.3.5.2 Réalisation de l'essai	38
III.3 Effet antibactérienne d'huile de cade	39
III.3.1 Prélèvement de l'eau à analyser	39
III.3.2 Pour l'analyse d'eau usée	39
III.3.3 Matérielles et solutions de préparation des échantillons	39
III.3.4 Mode Opératoire	39
III.3.5 Analyse des germes choisis	40
III.3.5.1 Les coliformes Totaux	40
III.3.5.2 Les coliformes fécaux	41
III.3.5.3 Les Streptocoques Fécaux (SF)	41
III.4 Conclusion	41
Chapitre IV – Résultats et discussion	
IV.1 Introduction	43
IV.2 Caractères organoleptiques et physico-chimiques	43
IV.2.1 Calcul des paramètres physique	44
IV.3 Résultat de l'analyse chromatographique sur couche mince	44
IV.4 Résultat de la chromatographie sur colonne	46
IV.4.1 Résultat de la chromatographie sur colonne de goudron noir de M'sila	46
IV.4.2 Résultat de la chromatographie sur colonne de Gatran Djelfa	48
IV.5 Effet antibactérienne d'huile de cade	50
IV.6 Conclusion	52
Conclusion Générale	54
Références bibliographiques	57

Liste des abréviations

ADE	Algérienne des eaux
CCM	Chromatographie sur couche mince
CF	Coliformes fécaux
CT	Coliformes Totaux
GDj	Gatran Djelfa
GMs	Gatran M'sila
LTPS	laboratoires des travaux publics de Sud
OMS	Organisation mondiale de santé
pH	potentiel d'hydrogène
Rf	Rapport frontale
SF	Streptocoques Fécaux
STEP	Station d'épuration
T	Température
TDS	Total dissolved solid
UV	Ultra violé

Liste des figures

Figure 1 : Anciens fours à cade	9
Figure : Coupe longitudinale d'un four à cade.....	10
Figure 3 : L'arbre de Juniperus thurifera.....	12
Figure 4 : Feuille jaune aciculaire de Sabina.....	12
Figure 5 : Ecailles adultes squamiformes de L Sabina.....	13
Figure 6 : Branche de cadier	14
Figure 7 : Baies du cadier.....	14
Figure 8 : β -cadinène.....	18
Figure 9 : Cadinol	19
Figure 10 : Viscosimètre.....	34
Figure 11 : pH-mètre	35
Figure 12 : Conductivity-mètre.....	35
Figure 13 : Plaque CCM.....	36
Figure 14 : Cuve.	37
Figure 15 : Plaque sous une lampe UV.	37
Figure 16 : Colonne de chromatographie.....	38
Figure 17 : Echantillons après préparation.....	40
Figure 18: Chromatographie sur couche mince guetran de M'sila.....	45
Figure 19:Chromatographie sur colonne de Guetran de M'sila.....	46
Figure 20: 04 fractions du Guetran M'sila.....	47
Figure 21 : Résultat de chromatographie sur couche mince de 4 fractions de M'sila.....	47
Figure 22: Chromatographie sur colonne de Guetran Djelfa.....	48
Figure 23 : les 04 fractions du Guetran Djelfa.....	49
Figure 24 : Résultat de chromatographie sur couche mince de 4 fractions de Djelfa	49
Figure 25 : Comparaison entre le dénombrement des germes pathogènes entre eaux traité et désinfecté	51

Liste des tableaux

Tableau 1 : Taxonomie de Junipérus Oxycedrus	15
Tableau 2 : Composants de l'huile de cade.....	19
Tableau 3 : Composition de l'huile de cade.....	20
Tableau 4 : Composition de la pommade Laccoderme.....	27
Tableau 5 : Compositions de glycérolés.....	30
Tableau 06 : Résultats des caractéristiques physico-chimique pour Guetran M'sila et Djelfa.....	43
Tableau 07 : Caractéristiques physiques de Guetran M'sila et Djelfa.	44
Tableau 08 : Résultats de la séparation des principaux composants de guetran M'sila et djelfa par CCM.....	45
Tableau 09 : Résultats du rapport frontale de la séparation des principaux composants Guetran M'sila.....	48
Tableau 10 : Résultats du Rf de la séparation des principaux composants Guetran Djelfa	49
Tableau 11 : Résultats du dénombrement des germes pathogène pour Guetran Djelfa	50
Tableau 12 : Résultats du dénombrement des germes pathogène pour Guetran M'sila	51
Tableau 13 : Résultats du dénombrement des germes pathogène pour Guetran Djelfa	51

*Introduction
Générale*

Introduction général

L'extraction du goudron végétal est connue en Afrique du Nord et au Sahara depuis des temps très anciens, sans que nous puissions dater exactement ses origines.

Le goudron correspond à ce que l'on appelle, Kedrân (mot d'origine arabe) est employé chez les Touaregs pour désigner tout goudron d'origine minérale, alors que ce même vocable chez les arabophones (el qatrân, elgedrân) désigne soit le goudron d'origine végétale, soit celui d'origine minérale (appelé aussi el godron, déformation du français « goudron » qui lui aussi vient du mot arabe). en Algérie et au Maghreb, qatran (en berbère le seul dialecte a employé un terme propre, berkânda) est un produit très utilisé dans la magie. On le fabrique à partir de la distillation du bois de diverses essences : différentes variétés de genévrier, pin d'Alep, cèdre, tamaris... Dans le Hoggar, on produit même une variété de goudron à base de pépins de coloquinte, appelé berkânda.

Actuellement le gatran le plus connus en Algérie c'est le goudron extrait par distillation du bois de genévrier de *J.oxycedrus*, qu'ils l'ont utilisé dans l'imperméabilisation des outres en peau de chèvre. Hormis le pays touareg qui utilise surtout le beurre fondu pour préparer, après tannage, les outres, le reste du Maghreb affectionne particulièrement le gatran dans les outres réservées à l'eau de boisson. ils attribue toujours au gatran une certaine valeur antiseptique, et thérapeutique en médecine humaine et en médecine vétérinaire. mais cela ne veut pas dire que le gatran n'a aucun risque, le huile de cade ou bien le gatran renferment un grand nombre de molécules très actives qui peuvent être fatales pour l'Homme, si elles sont mal employées. C'est pourquoi il est important de connaître au maximum les différentes molécules que l'on peut trouver dans le goudron afin de les utiliser sans danger.

La fabrication de huile de cade en Algérie est basée toujours sur des méthodes traditionnelles d'extraction, elle se fait dans l'est, le centre et l'ouest de notre pays. Dans ce contexte sont-ils de la même caractéristiques physico-chimique et bactériologique les différents Gatran extraire dans les différents régions de notre pays ? Dans quel genre d'industrie utilise-t-il le Gatran ?

L'objectif de notre étude est la caractérisation de deux types d'huile de cade extraire a partir de deux différents région de l'Algérie qui sont : Gatran de M'sila dans la région de l'est et Gatran de Djelfa dans la région du centre.

Ainsi afin d'examiner l'effet anti bactérien de ces deux types de Gatran on va les testés sur les différentes bactéries existants dans les eaux épurées de la station d'épuration de Ghardaïa.

Afin d'aboutir à notre objectifs, notre travail est organisé en quatre chapitres, ou dans le premier on va présenter une Généralité sur les Goudrons végétales qui comporte brièvement quelques notions sur les goudrons, la production d'huile de cade et ses propriétés.

Ensuite une Généralité sur l'huile de cade va être présentée dans le deuxième chapitre.

Dans le troisième intitulé matériels et méthodes on va présenter les différentes méthodes et matériels utilisées pour la réalisation de notre travail.

Les résultats issus de ce travail ainsi que leurs discussions vont être présenté dans le quatrième chapitre. Et en terminera notre travail par une conclusion générale qui synthétise l'ensemble des résultats obtenus, et dans laquelle quelques perspectives vont être proposées.

Chapitre I :

*Généralité sur les
Goudrons végétaux*

I.1 Définitions des goudrons

Les goudrons se définissent par leur mode d'obtention. En effet, ils sont produits à partir de combustibles portés à haute température. Il existe plusieurs types de combustibles tels que les végétaux (pin, hêtre, bouleau, cèdre et cade), la houille ou le schiste (origine pétrolifère). Ces différents combustibles donnent des goudrons de nature différente [1].

On peut les classer plus précisément en 3 groupes :

- Les goudrons de bois (goudron de pin, goudron de hêtre, huile de bouleau, huile de cèdre, huile de cade) ;
- les goudrons fossilifères (goudrons de houille) ;
- les goudrons sédimentaires (origine schisteuse, origine pétrolifère) [2]

Lorsque les combustibles sont portés à une température importante, différents gaz sont produits et un liquide sombre et insoluble dans l'eau s'écoule, c'est le goudron.

Les goudrons ont pour caractéristiques une couleur brune, une densité importante une forte odeur aromatique et une viscosité plus ou moins importante.

Ils diffèrent par leurs compositions, leurs procédés d'obtention et leurs degrés de pureté [1].

On peut noter tout de même des composés communs. Ainsi, les goudrons réunissent la plupart des espèces moléculaires fondamentales tels que des acides, des phénols, des hydrocarbures paraffiniques ou aromatiques [3].

I.2 Les Goudrons végétaux

Les Goudrons végétaux se distinguent en plusieurs types tels que :

I.2.1 Le goudron de pin ou goudron de Norvège (pine tar)

Le goudron de pin est obtenu par distillation sèche de bois résineux. C'est une distillation per descensum. Pour la réalisation de celle-ci, racines, troncs et copeaux de pins sont utilisés.

On distingue le goudron de Norvège utilisé en pharmacie, du goudron des Landes. Le goudron de Norvège est obtenu à partir de deux espèces de pins : *Pinus sylvestris* et *Pinus ledebourii* alors que le goudron des Landes est obtenu à partir de *Pinus maritima* [1].

Le goudron de pin a eu, au cours des siècles, de multiples applications.

La première utilisation du goudron de pin fut l'enduit et le calfeutrage des coques de bateaux. Il est ensuite remarqué pour ces propriétés cicatrisantes ce qui amène à l'employer contre les démangeaisons et la gale [4].

Sous forme d'eau de goudron, il est ensuite indiqué dans le traitement des bronchites chroniques car il permet de fluidifier les sécrétions bronchiques. Il est également préconisé par extension contre la tuberculose pulmonaire.

Il existe d'ailleurs des médicaments vétérinaires à base de goudron de pin présentant des indications très variées. Ainsi, Réducine Absorbent est une pâte externe destinée aux douleurs, engorgements des membres ainsi qu'aux « boiteries » des chevaux, juments et poulains. *Vet Onguent Noir Biototal* et *Argiletz Horse Onguent de Pieds* sont d'autres produits destinés à la cicatrisation des cornes et des sabots de pied des chevaux [1].

I.2.2 Le goudron de hêtre

Obtenu à partir du hêtre, *Fagus sylvatica*, il est aussi appelé « beech tar ». Sa composition est très différente de celle des goudrons résineux.

Le goudron de hêtre pourrait permettre de modifier une partie de la parakératose (phénomène important chez les personnes atteintes de psoriasis) en orthokératose (augmentation de l'orthokératose jusqu'à 19%) et de diminuer l'afflux de sang au niveau des lésions psoriasiques [5, 6].

I.2.3 L'huile de bouleau

Le bouleau appartient à la famille des *Bétulacées* (ordre des Fagales) et au genre *Betula*. Ce dernier comporte à travers le monde une quarantaine d'espèces. Trois sont présentes en France : *Betula verrucosa*, *Betula nana* et *Betula pubescens*. L'huile de bouleau, également dénommée essence blanche ou « birch tar oil », est produite à partir des espèces *Betula verrucosa* et *Betula pubescens* par distillation à la vapeur d'eau [7].

Autrefois, l'huile de bouleau était utilisée non seulement dans le traitement des cuirs mais également en médecine, dans des préparations destinées au traitement de maladies de peau telles que l'eczéma et le psoriasis. Ces préparations étaient appliquées essentiellement sur le

cuir chevelu. L'un de ses intérêts résidait dans le fait qu'elle masquait l'odeur d'autres constituants [8].

I.2.4 L'huile de cèdre

Le genre *Cedrus* regroupant les cèdres appartient au groupe des conifères. Il fait partie de la famille des Pinacées (pins) et de la sous-famille des *Abiétacées* (sapins). Il existe quatre espèces de cèdre dont le cèdre du Liban (*Cedrus libani*), le cèdre de l'Himalaya (*Cedrus deodora*), le cèdre de Chypre (*Cedrus brevifolia*) et enfin le cèdre de l'Atlas (*Cedrus atlantica*). C'est ce dernier que l'on retrouve en France, dans le bassin méditerranéen.

Le goudron de cèdre est obtenu à partir du cèdre de l'Atlas. L'huile de cèdre, et elle, extraite du goudron. De par son odeur moins prononcée, elle est souvent utilisée à la place de l'huile de cade [9].

I.2.5 L'huile de cade

L'huile de cade appelé également "Gatran" est obtenue par carbonisation du tronc et des grosses branches des vieux cadiers, les jeunes ne donnant pas d'huile. Il faut distinguer l'huile de cade vraie, de l'huile de cade dite vétérinaire qui se forme au cours de la préparation du goudron de pin (liquide noirâtre surnageant) [1].

L'huile de cade n'est pas le seul produit que l'on peut tirer du cadier. Il existe des dérivés de l'huile empyreumatique. Ce sont des produits obtenus par différents procédés.

Tout d'abord, le distillat moléculaire est récupéré en pulvérisant l'huile de cade vraie sur un corps chauffé à 80°C dans une enceinte soumise à une basse pression de l'ordre de 3.10⁻⁴ bar [17]. L'huile essentielle de cade, quant à elle, provient de l'entraînement à la vapeur d'eau de l'huile de cade vraie. Elle renferme des éléments phénoliques de l'huile de cade vraie [11].

I.3 Technique d'extraction et de distillation des goudrons végétaux

Ils existent plusieurs techniques d'extraction et de distillation des goudrons végétaux parmi lesquelles nous avons :

I.3.1 Carbonisation ou distillation sèche

La carbonisation est une distillation sèche qui dissocie par la chaleur seule, les substances végétales en produits résiduels et en produits distillés [12].

Il existe deux types de distillation : la distillation per descensum et la distillation per ascensum. La distillation per descensum est un procédé utilisant une température d'environ 200°C à 250°C permettant de récupérer l'huile s'écoulant du bois sans qu'il y ait de phénomène d'évaporation. C'était la méthode de distillation utilisée dans les anciens fours à cade. La distillation per ascensum, quant à elle, utilise une température d'environ 400°C.

L'huile s'évapore alors puis est refroidie et se condense sur les parois. On récupère ainsi l'huile de cade. C'est par ce deuxième type de distillation que l'huile de cade commercialisée est produite [15].

La pyrogénéation du bois, à l'abri de l'air, a longtemps été une méthode d'obtention de la poix à partir des résineux (pins) et de l'huile de cade à partir de *Juniperus oxycedrus*. Les mêmes types de fours ont pu servir à l'une ou l'autre production ou parfois même aux deux alternativement [12].

I.3.2 Les fours

Autrefois, les fours étaient des constructions massives faites de pierres sèches et recouvertes de terre (figure 6). Ils ont été utilisés jusqu'au milieu du XXème siècle. L'intérieur du four était constitué d'une grande fosse centrale d'environ deux mètres de profondeur sur un mètre de diamètre. Cette fosse était faite de briques et d'argile. Son fond avait une forme particulière d'entonnoir permettant de récupérer l'huile de cade (figure 6). En arrière de cette fosse, se trouvait la chambre de chauffe. C'est dans celle-ci que l'on allumait un feu afin d'avoir un chauffage maximal d'environ 250°C, cette température permettant une exsudation de l'huile sans que celle-ci ne s'évapore ni ne s'enflamme [12].

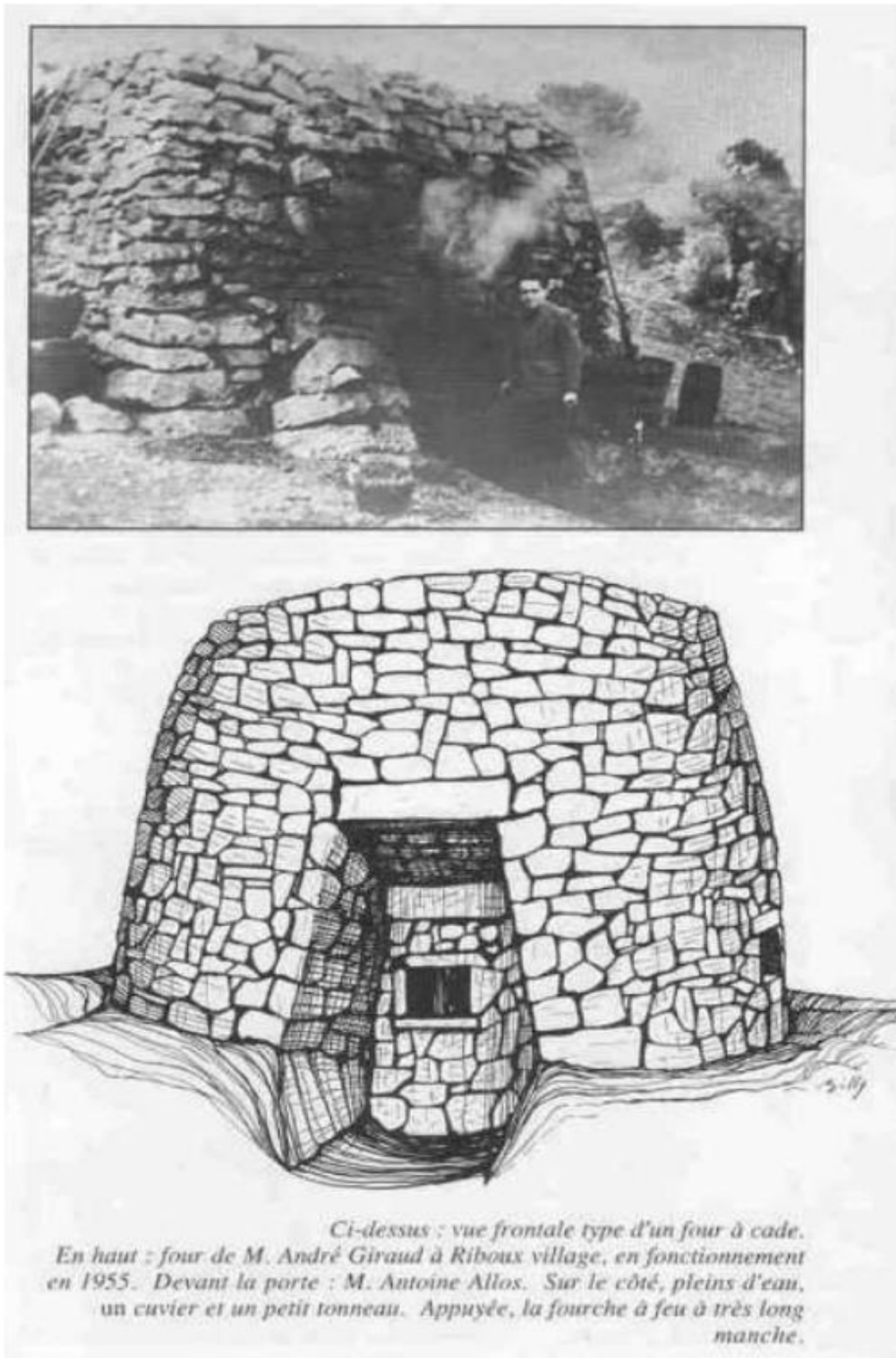


Figure 1 : Anciens fours à cade [14]

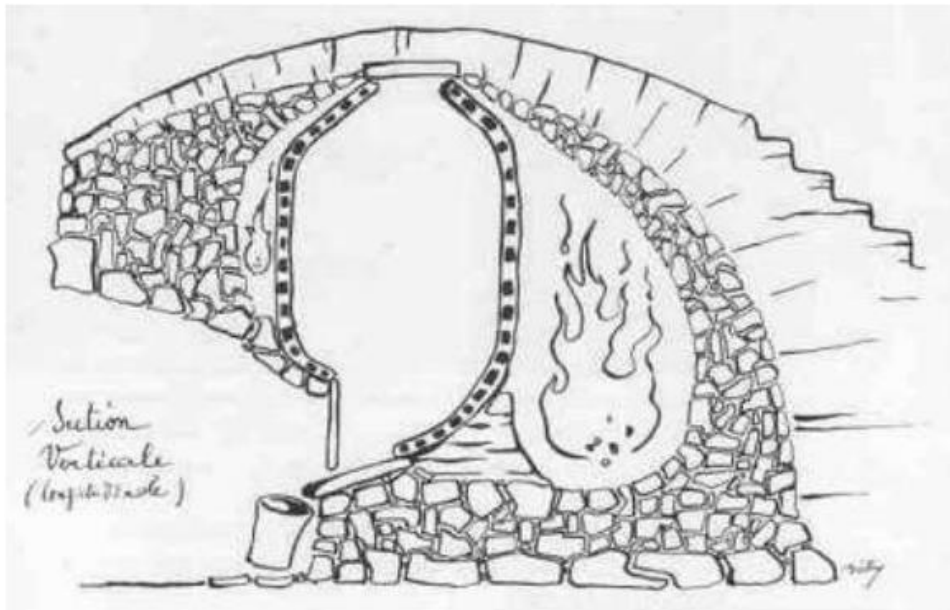


Figure 2 : Coupe longitudinale d'un four à cade [14]

I.3.3 Les techniques de distillation

I.3.2.1 Distillation per descensum

Ces fours anciens utilisaient la distillation per descensum : le bois était placé dans la fosse où il était chauffé à une température d'environ 200°C. Le goudron s'exsudait du bois ainsi et était recueilli à l'extrémité de la fosse dans un récipient. Il s'écoulait tout d'abord un liquide aqueux de couleur brun rougeâtre puis celui-ci devenait plus épais et plus foncé [15].

En dernier lieu une décantation d'une durée de huit jours au minimum permettait de récupérer le liquide surnageant : l'huile de cade [16].

I.3.2.2 Distillation per ascensum

A la différence des anciens fours, la société de M. BOISSIER utilise un procédé per ascensum : le bois est placé dans une cuve de distillation où il est chauffé à une température supérieure. Ici, l'huile se vaporise (température de 400°C) au fur et à mesure de son exsudation. Les vapeurs sont refroidies par des plaques métalliques et récupérées dans une cuve de condensation, puis un tuyau conduit le liquide condensé dans une cuve de décantation. La décantation dure une dizaine de jours. Il se forme alors trois couches. La couche inférieure est composée d'une grande quantité d'eau et n'a aucune valeur. Elle est donc rejetée. La deuxième couche ou couche médiane est un mélange d'huile et d'eau de couleur noir et d'aspect sirupeux. Ce produit

n'est pas commercialisable. Enfin, la couche supérieure correspond à l'huile de cade vraie. La distillation per ascensum fournit un meilleur rendement que celui des fours anciens. Ainsi, pour 1300 kg de tronçons de cade, on obtient 70 à 80 litres d'huile [16].

I.4 Espèces utilisées pour la production d'huile de cade

Il existe plusieurs espèces pour la production de l'huile de cade, que l'on citeront ci-après :

I.4.1 Le Cadier *Juniperus oxycedrus*

L'origine étymologique du nom *Juniperus* est mal connue. En effet, *Juniperus* dériverait des mots celtes gen, qui désigne un petit buisson et prus signifiant âpre. Selon une deuxième hypothèse, *Juniperus* viendrait du latin junior qui veut dire jeune et parere qui signifie enfanter. En effet, certains genévriers étaient employés autrefois pour faciliter les contractions utérines [10].

Les genévriers sont des résineux méditerranéens non cultivés. Ils appartiennent à la famille des Cupressacées. Ce sont, d'ailleurs, les seuls représentants spontanés de cette famille. Les genévriers se trouvent dans les régions méridionales de l'Europe, du nord de l'Afrique et même en Iran. Présents en Corse et dans le midi de la France, ils sont très souvent associés aux forêts de chênes verts, aux garrigues et aux maquis [11].

Le genre *Juniperus* regroupe environ une cinquantaine d'espèces dans le monde.

Seulement cinq sont répertoriées en France :

- *Juniperus oxycedrus* L., genévrier oxycèdre, cadier ;
- *Juniperus communis* L., genévrier commun, genièvre ;
- *Juniperus phoenicea* L., genévrier rouge, mourven ;
- *Juniperus sabina* L., sabine ;
- *Juniperus thurifera* L., genévrier à encens [10].

I.4.2 Le Genévrier thurifère

Aiwal ou Hazenzna en berbère, est une espèce emblématique des montagnes du bassin ouest-méditerranéen. Si cette espèce a fait l'objet de nombreuses études dans différents domaines en Europe et au Maroc, il n'en est pas de même pour l'Algérie.

Le Genévrier thurifère de la région des Aurès occupe cinq localités d'inégale importance.

D'une part, l'analyse des paramètres relatifs à sa structure morphologique ainsi qu'à sa physiologie montre que ceux-ci ne diffèrent pas beaucoup de ceux des autres individus de la Méditerranée occidentale [10].



Figure.3 : L'arbre de *Juniperus thurifera*.

La *sabine* se trouve au niveau des rochers et rocailles des hautes montagnes. Cette espèce préfère les terrains calcaires, croît entre 1400 et 2500 m d'altitude dans les Alpes et entre 1400 et 1800 m dans les *Pyrénées* [11].



Figure.4 : Feuille jaune aciculaire de Sabina.



Figure.5 : Ecailles adultes *squamiformes* de *L Sabina*

Constitue un élément résiduel extrêmement localisé en Afrique du Nord où il est uniquement présent dans très rare localité sur le lapiaz très arrosés du Djurdjura (moins de cent individus). Il mérite d'être au moins signalé pour sa valeur historique et biogéographique. Les trois stations de *J. sabina* qui sont décrites par Toumi A. elles se retrouvent au niveau d'Aswel, Issig-Issig et Azrou Ougougam [15].

I.4.3 L'espèce *Juniperus oxycedrus*

Oxycedrus vient des mots grecs *oxys* qui signifie pointu et *cedrus* désignant le cèdre [10].

Comme tout genévrier, le cadier peut se présenter sous trois formes différentes.

On distingue couramment deux sous-espèces:

- *J. oxycedrus subsp. oxycedrus*, à port érigé, à feuilles très étroites, à fruits petits;
- *J. oxycedrus subsp. macrocarpa*, plus buissonnant et à gros fruits.

Il peut prendre l'aspect d'un arbre, mais, le plus souvent, c'est celui d'un arbuste ou même d'un buisson à feuilles épineuses qui reste vert toute l'année. Ce sont les incendies de forêt qui sont la cause de cet aspect. En effet, le cadier repousse sous forme de rejets multiples ce qui lui donne la forme d'un buisson [12].

Etant une plante dioïque, le cadier porte des chatons mâles jaunâtres ou des galbules femelles verdâtres.

Il présente des aiguilles, groupées par trois mesurant 10 à 25 millimètres de longueur, d'une couleur verte plus sombre que les autres genévriers. Elles sont perpendiculaires au rameau et présentent deux raies blanches de stomates, séparées par la nervure centrale, sur leurs faces supérieures (figure 4). Les baies du cadier, globuleuses, sont de couleur brun-rouge et de la taille d'un pois chiche (figure5). Les racines et les branches sont très ramifiées, sans orientation particulière. Le bois, fauve et rougeâtre, est très dur, compact et ligneux. On distingue trois zones de la périphérie vers le centre : l'aubier, la zone médiane et le duramen.

Ce dernier est la zone la plus riche en oléorésine. Elle contient de l'oléorésine solidifiée qui baigne dans de l'oléorésine plus fluide. Il est donc nécessaire de pratiquer une distillation pour obtenir l'huile de cade. Seuls la feuille et le bois possèdent les canaux sécréteurs contenant l'oléorésine [13].



Figure 6 : Branche de cadier [14]



Figure 7 : Baies du cadier [14]

I.4.4 Taxonomie

Sa taxonomie est confi gurée dans le tableau suivant :

Tableau 1 : Taxonomie de Junipérus Oxycedrus

Embranchement	Spermaphytes
Sous-Embranchement	Gymnospermae
Classe	Vectrices ou conifères
Ordre	Coniférales
Famille	Cupressacées
Floraison	Mai
Pollinisation	Anémogame
Dissémination	Endozoochore
Genre	Juniperus
Espèce	J.Oxycedrus
Nom commun	Genévrier Oxycedres –Cadier
Nom vernaculaire	Taga–عرعار (dans l'Est Algérien)

I.4.5 Répartition géographique

Le genévrier cade est sensible au froid, il se trouve dans les stations arides et ensoleillées, rocailleuses, plutôt sur calcaire ou sur sols acides, mais il supporte les sols siliceux, où il est fréquemment associé au chêne vert et au chêne kermès. C'est un élément important de la strate arbustive méditerranéenne jusqu'à 1200 Km (du Maroc à l'Iran, on le rencontre dans l'ensemble du bassin (Garnie 1961). Il existe encore en Espagne et aussi en Europe, dans les montagnes méridionales sur les sols calcaires.

a. Morphologie générale et végétative

C'est un arbre de 1 à 9 m et pouvant atteindre les 14 mètres, mais dont les dimensions sont en général beaucoup plus modestes (1 à 2 mètres, parfois moins). Écorce grise ou rougeâtre, à rameaux marqués de 3 angles portant des feuilles groupées, étalées et étoilées de 12 à 25 mm de longueur à pointe fréquente. Se présentant sous forme d'aiguilles. Ces aiguilles, à pointe fine et piquante, sont disposées en verticilles de 3 sur 6 rangs. Leur face supérieure porte deux bandes blanches, ce qui permet de faire la distinction avec le genévrier commun (aiguilles à une seule bande blanche).

Les inflorescences se trouvent sur des pieds différents, les mâles jaunâtres, petits et ovoïdes. Les cônes femelles (les fruits ou les graines) prennent peu à peu l'apparence de baies, les écailles soudant les unes aux autres. Ces cônes arrivent à maturité au bout de deux ans environ, formant des baies brun-rouge (de 6 à 11 mm)

b. Parties Utilisées

Actuellement sont essentiellement utilisées comme condiments :

- Elles servent à aromatiser la choucroute et certaines charcuteries en aromatisent également leurs pâtés.
- Plusieurs alcools blancs. Le genièvre de l'est de la France est le produit d'une redistillation d'une eau de vie de grains où l'on a fait macérer des baies.

Le bois des genévriers est dur, compact, imputrescible et surtout aromatique. L'ennemi des tronçonneuses de par sa dureté et dont le bois de cœur est quasiment imputrescible, le bois peut être utilisé dans la statuaire, on en a fait aussi des linteaux de portes et des plaques ou objets anti-insectes et anti-mites à glisser dans les penderies. Il est également recherché en tournerie pour son odeur agréable et la beauté de ses cernes. En élevage, sous forme de piquets de clôture, avec le défaut d'être très cassant. Est utilisé comme : marqueterie, sculpture ; excellent combustible utilisé pour parfumer et fumer poissons et viandes.

Chapitre II:

Généralité sur l'huile de cade

II.1 Introduction

L'huile de Cade ou Gatran extraire par distillation du bois de petits arbustes de la famille de *Juniperus oxycedrus*. Elle est utilisée traditionnelle comme une valeur thérapeutique désinfectantes, antiseptiques et répulsives, car il assure une bonne santé c'est une véritable panacée, Elle utilisée aussi pour parfumer les eaux de consommation dans le sud algérien. Elle enduit en général le fond des jarres à eau, les cruches et l'intérieur des guerba, sans compréhension de la raison de cette rituelle traditionnelle.

II.2 Composition de l'huile de cade

Selon la durée et la température de la pyrogénéation, on obtient des mélanges de compositions différentes. L'huile de cade se caractérise par :

- Une proportion élevée d'hydrocarbures dont le benzène, le toluène, le naphthalène, le méthyl-naphthalène, le phénanthrène et surtout le cadinène ;
- Un alcool sesquiterpénique : le cadinol ;
- Des phénols dont le gaïacol de formule $C_7H_8O_2$ (2-méthoxyphénol), le crésol et la résorcine (benzène-1,3-diol) ;
- Des acides pyroligneux dont l'acide acétique, majoritaire. Ces acides, en faible quantité, proviennent de la distillation du bois [11].

Une des caractéristiques de l'huile de cade est la présence d'un sesquiterpène bicyclique : le cadinène de formule $C_{15}H_{24}$. Plusieurs isomères sont présents dont le principal est le β -cadinène (figure 8). Les autres isomères sont le δ -cadinène, le γ -2 cadinène et le γ -1 cadinène. Le cadinène, extrait de l'huile de cade par distillation, se présente sous la forme d'un liquide incolore, peu odorant et fluide [19].

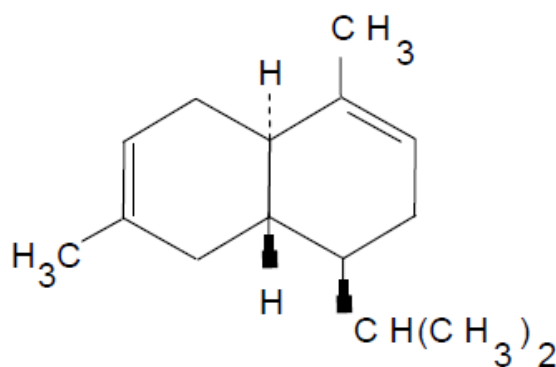


Figure 8 : Le β -cadinène [14]

Le cadinol, alcool sesquiterpénique (C₁₅H₂₆O) (figure 9), est très abondant dans l'huile essentielle de cade (40%) mais moins dans l'huile (10%), étant partiellement détruit au cours de la pyrolyse [19].

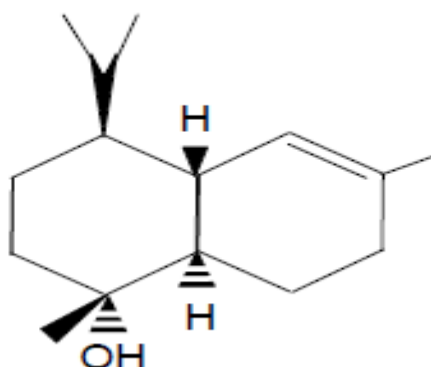


Figure 9 : Le cadinol [19]

Les principaux composants de l'huile de cade sont regroupés dans le tableau 2.

Tableau 2 : Composants de l'huile de cade [19]

Nom	Formule brute	Formule développée
Benzène	C ₆ H ₆	
Toluène	C ₆ H ₅ CH ₃	
Naphtalène	C ₁₀ H ₈	
Cadinène	C ₁₅ H ₂₄	Mélange de 3 isomères
Cadinol	C ₁₅ H ₂₆ O	
Gaïacol	C ₇ H ₈ O ₂	
Crésol	C ₇ H ₈ O	
Résorcine	C ₆ H ₆ O ₂	

Les constituants des compositions de l'huile de cade sont regroupés dans le tableau ci-dessous

Tableau 3 : La composition de l'huile de cade est constituée de:

Sesquiterpènes: 70 %-	L β Caryophyllène
	-L Cadinène
	-Cedrène
Sesquiterpènes alcool: 5 à 10 %	-Pseudo cédrol:50 %
	-Sesquiterpènes alcools
Cétones et Aldéhydes 3 à 4 %	
Phénols 0,3 %	
Acides 0,7 %	

L'huile de cade et les goudrons végétaux en général ne comportent pas de composés azotés tels que la pyridine ou la quinoléine. La pureté et la falsification du goudron de cade peuvent être contrôlées en réalisant les essais prévus à la Pharmacopée [18].

Parfois, de l'huile essentielle de bergamote est ajoutée dans les préparations à base d'huile de cade ce qui permet de masquer l'odeur forte de cette dernière.

II.3 Caractères organoleptiques de l'huile de cade

L'huile de cade, ou goudron de cade, est un extrait végétal du bois d'un conifère, le Genévrier oxycedre, obtenu par pyrogénéation. Elle est caractérisée par une odeur forte, âcre, piquante et piqueuse et de densité allant de 0,95 et 1,03 à 20 °C. Selon l'Association Française de Normalisation, les huiles de cade doivent avoir une densité comprise entre 0,9 à 1 à 20°C. Son pH allant de 3,28 à 3,69, respectivement pour l'huile de cade diluée et pure, L'indice de réfraction à 20°C est de 1,511. C'est un liquide sirupeux, de couleur brun-rougeâtre ou noir brun, d'aspect homogène, à odeur forte et empyreumatique particulière. Insoluble dans l'eau, partiellement soluble dans l'alcool, l'éther, l'acide acétique, le benzène et le chloroforme Elle ne contient pas des glycérides et de l'acide gras, donc non saponifiable. Dans l'eau, il forme des gouttelettes qui ne remontent que lentement à la surface [19]

La composition chimique de l'huile de cade est parfaitement connue. Les principaux composants de l'huile de cade sont :

-Le Cadinène: composé sesquiterpénique, cyclique (C₁₅H₂₄). Il se trouve à des proportions allant de 58 à 70%

-L' α -Pinène: terpène cyclique (C₁₀H₁₆).

-Le Camphène: terpène bi cyclique (C₁₀H₁₆) constitué par méthène-2 diméthyl-3,3-dicyclo (1,2,2) heptane (formule de Wagner),

-Le Borneol: Alcool bicyclique (C₁₀H₁₈O),

Quant aux composés phénoliques, caractérisant l'odeur typique de l'huile de cade, ils confèrent à cette dernière l'action antiseptique recherchée et obtenue lors de l'utilisation de cette huile dans l'eau de boisson pour le traitement des affections urinaires [23]

L'huile de cade présente de larges vertus pharmacologiques, alimentaires, et vétérinaires, attribue les propriétés curatives de l'huile de cade dans le traitement des maladies de la peau au cadinène.

II.4 Propriétés et physico-chimiques de l'huile de cade

De couleur noire ou brun foncé, l'huile de cade vraie est un liquide épais et homogène. Son odeur est particulière, très forte, empyreumatique et désagréable. Sa densité est légèrement inférieure à celle de l'eau soit 0,97 à 20°C. Selon GRANGER, la densité n'est pas un mode d'identification de l'huile de cade car elle varie en fonction du mode de préparation. En effet, elle sera plus importante si le taux de phénol est plus élevé. Celui-ci ne doit cependant pas dépasser 40%. L'huile de cade communique à l'eau une réaction acide.

Elle doit, en contact avec une solution de chlorure ferrique, la colorer en rouge.

L'huile de cade doit être, d'après la Pharmacopée, lévogyre, la déviation étant au minimum de 4.

Il semblerait que le pouvoir rotatoire de l'huile de cade dépende des proportions de cadinène (pouvoir rotatoire de +80,39°) et de cadinol (pouvoir rotatoire de -64,83°) [18].

L'huile de cade, partiellement soluble dans l'alcool à 90°, est insoluble dans l'eau. Par contre, elle se dissout entièrement dans l'éther, l'acide acétique cristallisé, le benzène et le chloroforme. Elle est miscible aux huiles, aux graisses et à la vaseline. Lorsque l'on mélange de l'eau à l'huile de cade, il se forme des globules remontant lentement à la surface [1].

Enfin, si l'on traite cinquante grammes d'huile par de la soude, il doit résulter au minimum trente grammes d'un résidu insoluble [18].

II.5 Propriétés pharmacologiques de l'huile de cade

L'huile de cade possède différentes actions pharmacologiques. Elle est antiprurigineuse, *kératolytique*, cicatrisante, antiseptique, antifongique et *arthropodicide*.

Parmi ces propriétés, deux sont caractéristiques du goudron de cade : les actions antiprurigineux et *kératolytique*. Celles-ci sont dues à divers constituants. L'action anti- prurigineuse est essentiellement due à la présence de phénols tels que les crésols. L'action kératolytique est liée aux crésols et à la résorcine. L'action kératolytique est plus importante pour l'huile de cade que pour le goudron de houille. Ceci est dû à la teneur en résorcine plus importante dans l'huile de cade [19].

En plus de ces deux actions, elle est antiseptique et cicatrisante pour différentes plaies et blessures. L'antisepsie est vraisemblablement due à la teneur en crésols [17].

L'huile de cade possède également un pouvoir parasiticide. En effet, elle est à la fois arthropodicide et antifongique.

Pendant la seconde guerre mondiale, étant donné qu'il y avait pénurie de produits soufrés et de corps gras, l'huile de cade a été utilisée, associée à de la poudre de diatomées, dans le cadre du traitement de la gale occasionnée par un acarien du genre *Sarcoptes*.

De plus, de par ses composés phénoliques, l'huile de cade a une action fongistatique. Elle est active sur les trichophytons, *Candida albicans*, *Cryptococcus* sp. et *Aspergillus* sp.

Bien que l'huile de cade soit souvent incorporée dans les shampooings antipelliculaires, peu d'études démontrent l'activité réelle sur *Malessezia furfur* impliquée dans le pityriasis capitis et les dermites séborrhéiques. Cette activité a été déterminée avec un produit dérivé de l'huile de cade, le distillat moléculaire de cade. Celui-ci a une composition proche de celle de l'huile de cade vraie. Il a été démontré que la concentration minimale inhibitrice (CMI) du distillat moléculaire de cade était inférieure à 1mg/ml. On peut donc supposer que l'huile de cade a une certaine activité antifongique vis-à-vis de *Malessezia furfur*.

Etant donné la présence de molécules plus actives sur les agents fongiques, l'huile de cade est, de nos jours, peu utilisée dans cette indication [11].

II.6 Toxicité de l'huile de cade

Une substance, quelle qu'elle soit, appliquée sur la peau peut provoquer des réactions cutanées d'intolérance, soit par causticité directe (irritation), soit par réaction du système immunitaire (allergie de contact) [11].

Des tests d'irritation ont été effectués avec divers extraits de bois de cade purs à 3% et à 20% dispersés dans de la vaseline blanche puis appliqués sur le dos de 25 sujets. Il apparaît que l'huile empyreumatique est irritante. En effet, des érythèmes ont été signalés. De plus, on note que plus la concentration en huile de cade est élevée, plus l'irritation est importante [25].

Le pH semble intervenir dans le pouvoir irritant de l'huile de cade. En effet, l'huile de cade, très irritante, a un pH très acide ($\text{pH} < 5$) comparé à celui d'autres extraits de cade, qui eux, sont beaucoup moins irritants.

Des tests déterminant le pouvoir allergisant de l'huile de cade ont été réalisés. Divers extraits de cade dont l'huile empyreumatique ont été testés à des doses infra-irritatives, c'est-à-dire à une concentration de 3% (dispersés dans de la vaseline blanche). Tous les tests se sont révélés négatifs [11].

En ce qui concerne la photosensibilisation, des extraits analogues ont été appliqués sur la peau pendant 24h. A la fin de ce délai, une irradiation UV (émis par un simulateur solaire) a été réalisée. Les tests se sont, également, révélés négatifs.

L'huile empyreumatique de cade à 3% n'a donc entraîné ni réaction allergique, ni réaction photo-allergique [11].

Cependant d'autres études rapportent l'apparition d'une dermatite allergique de contact due aux goudrons végétaux. Ce phénomène allergique pourrait être la conséquence d'une sensibilisation croisée avec le goudron de houille [20].

L'huile de cade contient des hydrocarbures aromatiques polycycliques tel que le benzopyrène réputé cancérigène. Le benzopyrène ($\text{C}_{20}\text{H}_{12}$) a donc été dosé dans l'huile de cade. Le résultat

est de 8000 pg/kg ce qui fait de l'huile de cade la fraction la plus riche en benzopyrène parmi les produits extraits de *Juniperus oxycedrus*. En effet, l'huile de cade rectifiée contient une dose de 20 pg/kg. De plus, une étude menée sur différents échantillons de peaux humaines et murines ainsi que sur des poumons de souris montrent qu'il y a des transformations au niveau de l'ADN des cellules traitées. En effet, il y a formation d'adduits persistants au niveau de l'ADN. Cette étude montre également que l'huile de cade occasionne un taux d'adduits plus important que le goudron de houille [21].

Peu d'études ont été menées pour connaître le réel impact, au niveau de l'organisme humain, de ces hydrocarbures contenus dans l'huile de cade. L'huile essentielle de cade, ayant une composition assez proche de l'huile de cade vraie, est suspectée d'avoir des propriétés cancérigènes. Il serait intéressant d'avoir plus de données sur le possible effet cancérigène de l'huile de cade afin de garantir une sécurité d'emploi des cosmétiques contenant ce goudron [22].

II.7 Utilisations de l'huile de cade dans l'industrie :

L'huile de cade tirée du bois de petits arbustes de la famille des genévriers, Sa composition est complexe et caractérisée par une proportion élevée d'hydrocarbures tels que le cadinène. De par cette composition complexe, *antipurigineux*, *kératolytique*, cicatrisant, antiseptique, antifongique et arthropodicide. Grâce à ses propriétés, elle est souvent utilisée pour l'usage insecticide, en médecine vétérinaire et humaine en médecine notamment en dermatologie et cosmétologie.

II.7.1 Utilisations cosmétiques

Autrefois, l'huile de cade était utilisée, en cosmétologie, par les femmes de la campagne provençale afin d'obtenir une chevelure luisante (2 à 3 gouttes d'huile de cade suffisaient) [84].

Aujourd'hui, l'huile de cade est employée dans certains shampooings. L'huile de cade vraie est utilisée dans ITEM shampooing® dermatologique traitant cadique salicylé à l'huile de cade. Il est composé d'acide salicylique à 0,5%, d'huile de cade à 3%, et d'excipients dont l'eau, le laurylsulfate de sodium, le lauryl polyglucose, le polysorbate-80, le lauroyl avoine aminoacides, du chlorure de sodium, du caramel et des parabens. Il est conseillé dans le traitement du psoriasis du cuir chevelu, des croûtes de lait et en association aux traitements médicaux tel que

la PUVAthérapie. Il est donc indiqué aussi bien chez les adultes que chez les enfants ou nourrissons. Il permet de diminuer les démangeaisons et les irritations. Un à deux lavages par semaine sont conseillés. Le shampooing est à appliquer sur cheveux mouillés et à laisser agir quelques minutes. Il faut ensuite le rincer soigneusement. Il est préférable d'éviter le contact avec les yeux.

L'huile est également présente dans le shampooing Ramet huile de cade. C'est un shampooing antipelliculaire s'utilisant comme le précédent. Il contient 0,2% d'huile de cade.

Un autre shampooing, Hegor shampooing à l'huile de cade, est à base de goudron de cade. Contrairement aux autres shampooings à base d'huile de cade, ce shampooing est utilisé lorsque le cuir chevelu est sec

La fabrication de plusieurs shampooings à base d'huile de cade a été arrêtée en

décembre 2006. Il s'agit de différentes présentations du shampooing Xour® traitant antipelliculaire à l'huile de cade. Ces shampooings contenaient 0,4% d' l'huile de cade et étaient indiqués dans l'hygiène des cuirs chevelus présentant des pellicules.

Le goudron de cade n'est que peu présent dans les shampooings. Il est largement substitué par l'huile essentielle de cade [23, 24].

Aujourd'hui, l'huile de cade, grâce à son pouvoir réducteur et kératoplastique, est principalement utilisée sous forme de shampooings dans le traitement des états pelliculaires, du psoriasis du cuir chevelu et des états séborrhéiques. L'huile de cade permet d'assainir l'épiderme et de soulager le prurit dans le cadre de traitement des états desquamatifs, ichthyosiformes et séborrhéiques du cuir chevelu [12].

II.7.2 Utilisations en médecine vétérinaire

L'huile de cade, par ses propriétés antiseptiques, antiparasitaires et acaricides, fut employée en médecine vétérinaire.

Jusqu'au dix-neuvième siècle, l'huile de cade était employée contre la gale, les teignes, et l'eczéma des animaux [12].

Lorsque des animaux présentaient des symptômes de gale, l'huile de cade était appliquée sur les zones touchées par les acariens (Demodex ou Sarcoptes scabiei).

Par contre lorsqu'il s'agissait de teignes, l'huile de cade était souvent associée à du soufre ou de l'iode. Ces associations que l'on dénommait respectivement dénisol et cadiode étaient diluées avec un excipient gras afin de les appliquer sur les zones atteintes.

L'huile de cade fut utilisée contre l'eczéma des chiens ou des chats ou encore des chevaux et des bovins. Quand la phase aiguë de l'eczéma était terminée, il pouvait subsister une desquamation et un épaissement de l'épiderme. Pour lutter contre ces inconvénients, une pommade à base d'huile de cade était appliquée en alternance avec une pommade à l'oxyde de zinc [14].

L'huile de cade était parfois employée dans les fissures des sabots des équidés et dans une affection que l'on appelle « piétin » chez le mouton, sorte de pododermite végétante détruisant le plancher du sabot. Aujourd'hui, les vétérinaires y ont encore parfois recours lorsque les thérapies modernes ont échoué [12].

II.7.3 Utilisations en médecine humaine

A côté de la médecine vétérinaire, l'huile de cade fut largement employée en médecine humaine.

Son champ d'application était large car elle pouvait être prescrite aussi bien dans le traitement de maladies pulmonaires que pour des douleurs dentaires ou certaines maladies oculaires. Cependant, les indications majeures étaient les mêmes qu'en médecine vétérinaire à savoir la gale, les teignes, mais aussi la pelade, les alopecies pityriasiques et séborrhéiques, l'eczéma et le psoriasis [14].

Elle fut également utilisée en usage interne, dans le cadre de traitement des lithiases biliaires, de néphrites chroniques mais surtout en tant qu'antihelminthique, chez les enfants qui présentaient une affection vermineuse. Dans cette dernière indication, l'huile de cade était employée à la dose d'une vingtaine de gouttes par jour. Avec l'apparition de nouveaux médicaments, ces utilisations furent restreintes [25].

A partir du dix-neuvième siècle, l'huile de cade fut, du fait de ses actions kératolytique et anti-prurigineuse majoritairement employée dans le cadre du traitement du psoriasis sous forme d'onguents et de pommades. Les médecins avaient remarqué que ses applications avaient l'avantage de ne pas produire d'irritation de la peau saine [14].

Elle constituait également un bon traitement pour les eczémas notamment les eczémase compliquant d'impétigos [26].

Il existe, dans cette indication, une spécialité pharmaceutique à base d'huile de cade : **Laccoderme**. Les composants de cette pommade sont présentés dans le tableau II.

Tableau 4 : Composition de la pommade Laccoderme [26]

	Pour 100 g	Pour un tube
Huile de cade rectifiée	6g	2.28g
Huile composée de jusquiame	6g	2.28g
Acide salicylique	0.9g	0.34g

Les excipients sont au nombre de quatre dont l'alcool cétylique, le stéarate de propylèneglycol et la vaseline.

Cette pommade à base d'huile de cade, présentée dans un tube de 38g, est indiquée dans le traitement d'appoint du psoriasis et des dermites séborrhéiques. Elle permet de lutter contre l'épaississement de l'épiderme et de réduire les démangeaisons. Si la spécialité est destinée au cuir chevelu, la posologie sera de trois applications par semaine raie par raie. Un shampooing devra être effectué le lendemain matin afin d'éliminer les résidus de pommade. Si les lésions se situent sur le reste du corps, la posologie est de deux applications par jour. Pour une bonne efficacité, il faut étaler la pommade sur les lésions et faire pénétrer par de légers massages.

Cette pommade est contre-indiquée si le patient présente une hypersensibilité aux salicylés ou à l'un des autres composants.

Cette spécialité n'est pas remboursée par les organismes d'assurance maladie depuis octobre 2006.

L'huile de cade est également utilisée sous forme de pain dermatologique pour l'hygiène des peaux grasses [19].

La spécialité Caditar 35% est une solution pour application cutanée contenant 35g d'huile de cade pour 100g de spécialité. Les excipients constituant la solution sont le laurylsulfate de trolamine, le laurate de sorbitane, le polysorbate 20 et l'eau purifiée.

Tout comme **Laccoderme**, Caditar 35% est indiqué dans le traitement d'appoint du psoriasis et des dermites séborrhéiques. La solution doit être diluée avant l'emploi. Elle peut être utilisée, en bain de 10 à 15 minutes, à raison de 2 à 4 cuillères à soupe pour une baignoire d'eau chaude. Elle peut être également utilisée en application locale sur une compresse, la dilution étant d'un quart à une cuillère à café de solution par litre d'eau. Contrairement à

Laccoderme, la solution **Caditar** est remboursée à 35% par les organismes d'assurance maladie [19].

De moins en moins de préparations magistrales à base d'huile de cade sont prescrites.

Pourtant un certain nombre de formules de pommades sont disponibles :

Huile de cade	10g
Oxyde jaune de mercure	1g
Résorcine	1g
Ichthyol	1g
Soufre précipité	1g
Acide chrysophanique	1g
Axonge a chaud	5g
Vaseline	10g
Lanoline	10g

En 1940, une pommade destinée au traitement du psoriasis du cuir chevelu est réalisée, elle aussi, au préparatoire de l'hôpital St Louis [27] :

Acide salicylique	5g
Huile de cade	20g
Lanoline	30g
Vaseline	30g

Cette formule est destinée au cuir chevelu mais elle a l'inconvénient d'être grasse.

Aussi, on peut la remplacer par la préparation suivante :

Acide salicylique	2g
Huile de cade	20g
Onguent Roche-posay	80g

L'onguent Roche-Posay est moins gras que la lanoline et la vaseline ce qui rend la

Il existe également une crème à base d'huile de cade utilisée lors d'eczéma séborrhéique. Sa formule est la suivante : formulation plus agréable pour le patient [27].

Il existe également une crème à base d'huile de cade utilisée lors d'eczéma séborrhéique. Sa formule est la suivante :

Soufre précipité	3g
Huile de cade	10g
Onguents roche-posay	30g

En effet, le traitement de l'eczéma séborrhéique est surtout local. On désinfecte tout d'abord avec une solution antiseptique puis on peut appliquer un topique à base de soufre et d'huile de cade telle que la formule ci-dessus.

On distingue également des glycérolés. La formule de base d'un glycérolé à base d'huile de cade est la suivante [27] :

Huile de cade	30g
Glycérolé d'amidon	70g

L'huile de cade est difficilement miscible au glycérolé d'amidon. Pour éviter cette difficulté, il est préférable de délayer l'amidon dans une partie de la glycérine et de mélanger l'autre partie à l'huile de cade. L'ensemble doit être porté à une température d'environ 100°C et doit être remué continuellement. Il faut retirer du feu la capsule et ne cesser d'agiter que lorsque le refroidissement est complet. La préparation a alors l'aspect d'un vernis noir.

Il existe des variantes de la formule précédente. Ainsi, l'exemple suivant (tableau 5) est fourni par le préparatoire de l'hôpital de St Louis [27].

Tableau 5 : Compositions de glycérolés [27]

	Faible	Fort
Extrait fluide de panama	1g	5g
Huile de cade	14g	45g
Glycérolé d'amidon	86g	50g

Sans l'extrait, l'huile de cade ne pourrait pas être émulsionnée au glycérolé. Or l'huile de cade peut être irritante si elle n'est qu'en suspension [64].

Enfin, on peut noter l'existence de gel contenant de l'huile de cade [19] :

Huile de cade	4g
Acide salicylique	3g
Provegol baume rinçage	193g

II.7.4 Utilisations phytopharmaceutiques

Il a été montré que le goudron de cade pouvait être un antiparasitaire important en phytopharmacie.

En effet, il possède des propriétés fongistatiques, insecticides et ovicides. Ainsi, l'huile de cade combat le corynéum, les rouilles, le lichen et les pourridies. Les propriétés insecticides et ovicides sont illustrées par la destruction des pucerons, des charançons, des anthonomes, des scolytes et des lucanes.

En résumé, l'huile de cade est utilisée, principalement l'hiver, dans le traitement des végétaux pour assurer la destruction des parasites [14].

Chapitre **III**:
Matériels
et
Méthodes

III.1 Matériels et méthodes**III.1.1 But de travail**

Notre étude consiste à la caractérisation physico-chimique de goudron noir de genévrier commercialisé dans le marché du nord et de sud de l'Algérie, leur effet antibactérien et introduction à la valorisation de leur utilisation dans l'industrie.

III.1.2 Matériel végétal :

Notre étude a porté uniquement sur les goudrons végétaux de genévrier ou de l'espèce *Juniperus oxycedrus* (Gatran).

III.1.3 Echantillonnage de la matière végétale

L'échantillonnage de goudron noir de *Juniperus oxycedrus* (Gatran) a été réalisé au niveau de deux stations, situées dans la wilaya de Djelfa et la wilaya de M'sila.

Après extraction du Goudron noir (Gatran pur), une opération de séparation naturelle s'effectue au moment de son stockage dans des barils, entre l'extrait du goudron noir noirâtre (extrait du Gatran) et un autre produit rougeâtre moins visqueux s'appelle traditionnellement M'hal (المهل).

III.1.4 Matériel de laboratoire

- Plaque de CCM (silice)
- Cuve en verre munie avec couvercle
- Capillaire
- Une colonne en verre
- Bechers
- Pipettes pasteurs
- Propipettes
- Papier absorbant
- Entonnoir
- Coton
- Supports et tube a essais

Appareillage

- Ph-mètre
- Lampe UV
- Conductivité mètre
- Viscosimètre
- Densimètre

➤ Balance

III.2 Caractérisation de l'huile de cade (Gatran)

III.2.1 Caractéristiques 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 en inhalant directement l'huile de cade. L'évaluation des propriétés organoleptiques constitue généralement une partie des études visant à analyser les facteurs qui affectent la qualité d'huile de cade. La couleur de l'huile de cade est un paramètre très important pour certaines applications, en la déterminant directement par les yeux.

III.2.2 Caractéristiques physiques et chimiques

Les goudrons végétaux sont caractérisés par leurs propriétés physiques (densité, viscosité, conductivité, salinité, ...) ainsi que leurs propriétés chimiques dont le plus courant est l'indice d'acidité ou le pH, la chromatographie sur couche mince et par colonne. Ces propriétés ont été évaluées avec des essais au niveau du : laboratoire de l'Université de Ghardaïa, laboratoire algérienne des eaux, et laboratoire LTPS (Laboratoire Travaux Publics Sud) :

III.2.3.1 Densité relative

Elle représente le rapport de la masse d'un volume de liquide (huile de cade pour notre cas) par la masse du même volume d'eau. Elle est sans unité et varie en fonction de la température. La densité relative est mesurée par deux appareils : le densimètre et le pycnomètre.

III.2.3.2 Viscosité dynamique

Elle représente la capacité d'un fluide à s'écouler et à "s'accrocher" à son support à une température donnée. La viscosité est mesurée avec un viscosimètre.

On a fait ces essais au niveau du laboratoire LTPS avec un appareil (BROOFIELD METEK DV2T VISCOMETER) qui mesure la viscosité, la densité, la température tout en même temps avec une vitesse de rotation sélectionnée.



Figure 10 : viscosimètre

- a. **Conductivité** : elle caractérise la résistance au passage du courant ou de la chaleur dans un matériau homogène ou une solution . La conductivité électrique ne peut se mesurer qu'avec un conductimètre.
- b. **La salinité** : est depuis 1978 officiellement mesurée à partir de la conductivité électrique de l'eau à une certaine température et pression. La salinité (S) d'un échantillon d'eau est donnée par le rapport K de la conductivité électrique de cet échantillon d'eau de mer à 15 °C et à la pression atmosphérique normale, avec la conductivité d'une solution de chlorure de potassium (KCl) dans laquelle la fraction en masse de KCl est 0,0324356, à la même température et même pression. Si ce rapport K est égal à 1 on dit que la salinité est de 35. La salinité n'est plus présentée comme un rapport de masse. Elle s'exprime sans unité, comme le pH, mais on trouve encore des salinités exprimées en ‰, en g/kg ou en psu (practical salinity unit). .
- c. **Le TDS** : sont les **Total Dissolved Solids** Les « Dissolved Solids » se réfèrent à tous minéraux, sels, métaux, cations ou anions dissous dans l'eau. signifie total des solides dissous et représente la concentration totale des substances dissoutes dans l'eau.
- d. **Le pH** : donne une indication sur l'acidité ou l'alcalinité du milieu, il est déterminé à partir de la quantité d'ions d'hydrogènes libres (H⁺) contenue dans l'extrait.

Pour mesurer le pH de nos échantillons, on trempe l'électrode du pH-mètre dans le bécher de l'échantillon, on laisse stabiliser un moment, puis on note le pH. Le résultat est donné directement sur l'afficheur de l'appareil pH-mètre.

Les essais ont été effectués au niveau du laboratoire de l'Algérienne des eaux



Figure 11 : pH-mètre



Figure 12 : conductivity-mètre

III.2.3 Analyse chromatographique sur couche mince

La CCM est une technique analytique basée sur le partage des solutés entre un adsorbant fixe insoluble (phase stationnaire) et une phase liquide (phase mobile). Chacun des solutés est soumis à une force de rétention par adsorption et une force d'entraînement par la phase mobile. L'équilibre résultant aboutit à une migration différentielle des solutés de l'échantillon à analyser, ce qui permet leur séparation (Richard et Thurston, 1986).

La méthode permet de déterminer la teneur en aflatoxine B1 des échantillons. La limite inférieure du dosage est de 0,01 mg/kg (10 ppb) (Krivobok, 1983).

III.2.4.1 Préparation de la plaque CCM

Nous avons utilisé une plaque gel de silice 60 (0,25 mm), (Figure 16), à 1 ou 1,5 cm du bord inférieur, tracer délicatement au crayon un trait fin (ligne de dépôt). La ligne de dépôt ne devra pas tremper dans l'éluant.

marquer sur la ligne de dépôt les emplacements correspondant aux échantillons à déposer en gardant un espace entre les échantillons. Repérer par un chiffre ou une lettre les emplacements.

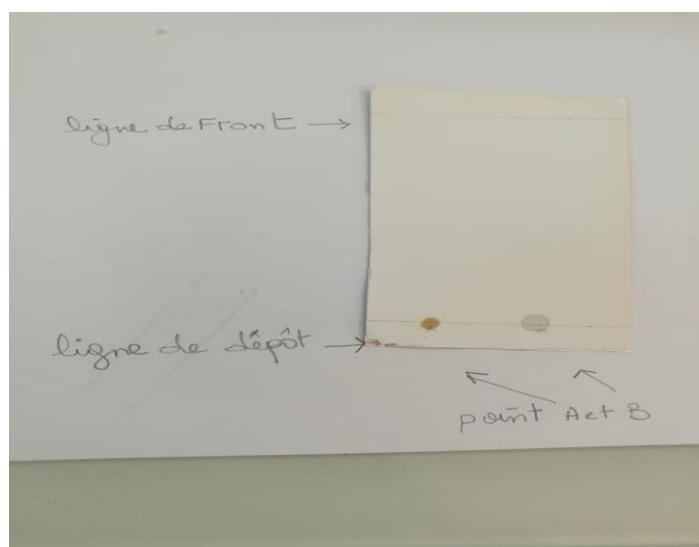


Figure 13 : plaque CCM

III.2.4.2 Préparation de l'éluant

Pour notre cas nous avons choisi comme éluant pour la phase non polaire (basic), le Benzène / Ethanol (90 :10) pour affiner la séparation en fonction de la polarité des composés.

III.2.4.3 Réalisation du CCM

Sur la ligne de dépôt, une goutte de chaque types (M'sila et Djelfa) de huile de cade dilué et de M'hal ont été déposés sur leurs marques respectives à l'aide d'un curdon .

La plaque a été placée verticalement dans la cuve préalablement saturée par les vapeurs de la phase mobile : la ligne de dépôt doit être au-dessus du niveau du solvant. Puis on l'a fermée.

La phase mobile contenue dans la cuve monte le long de la plaque. Après 1h d'élution la plaque a été retirée et laissée sécher à l'air libre.



Figure 14 : la cuve.

III.2.4.4 Révélation UV et calcul de Rf

Sécher la plaque à l'aide d'un séchoir, en suite la révélation a été réalisée par l'utilisation d'une lampe UV

Certains composés sont colorés : il n'est pas nécessaire de les révéler. La plupart sont incolores. On utilise la méthode UV pour révéler les plaques.

- Si la plaque est fluorescente, sous une lampe UV, toute la plaque apparaît verte sauf là où sont les taches que l'on entoure au crayon.
- Les dérivés aromatiques absorbent dans l'UV. Placer la plaque sous une lampe UV et entourer les taches colorées.

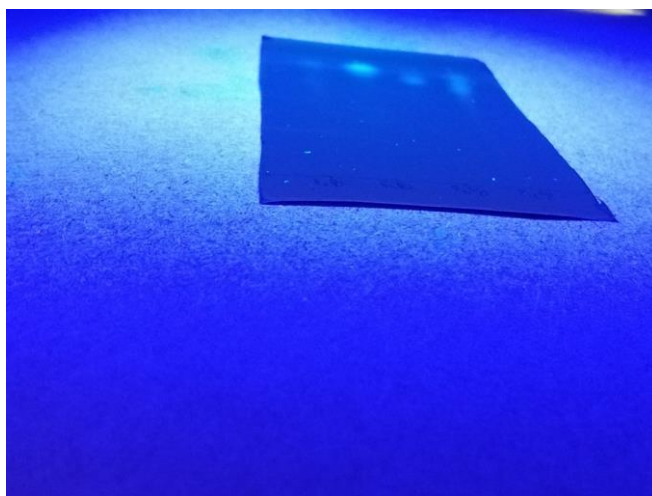


Figure 15 : Plaque sous une lampe UV.

III.2.4 Fractionnement par chromatographie sur colonne

III.3.5.1 Préparation de la colonne

Dans notre cas nous avons utilisés une pipette à pasteur comme colonne, afin de minimiser la quantité de Gel de silice utilisé pour réaliser l'essai. La colonne est remplie d'une phase stationnaire qui peut être de la silice. Un mélange de composés est placé en haut de la colonne. Selon la nature de l'éluant et du contenu de la colonne, certaines molécules sont plus facilement éluées que d'autres et la séparation des composés du mélange est ainsi permise.

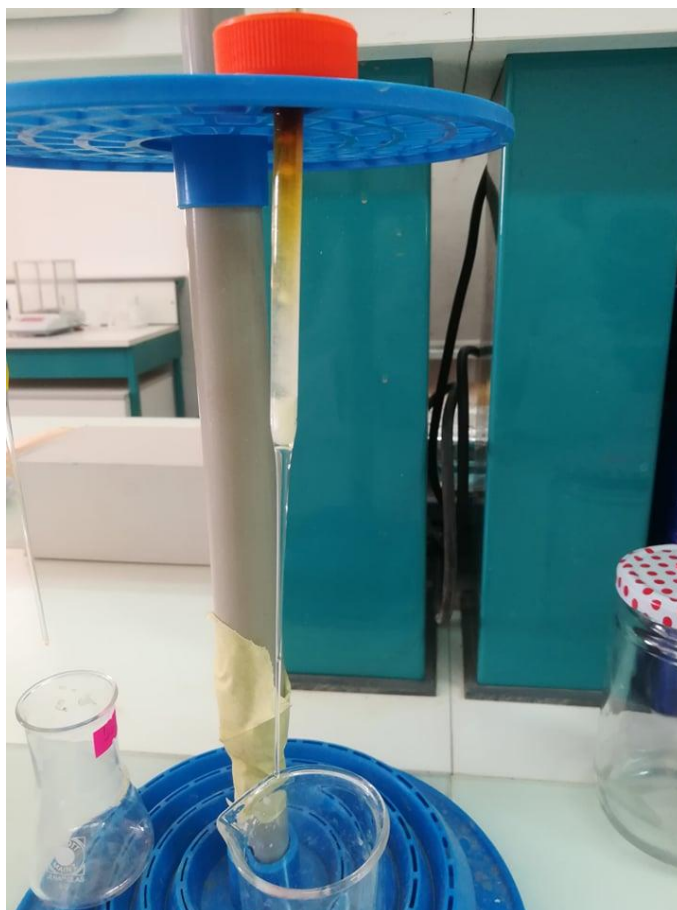


Figure 16 : la colonne de chromatographie

III.3.5.2 Réalisation de l'essai

Le silice est mis en suspension dans le premier éluant puis coulé dans la colonne. Le premier mélange de solvant est ensuite élué, sur la colonne jusqu'à ce que la silice soit tassée et stabilisée. L'extrait à fractionner est dissout dans le premier mélange de solvants puis déposé sur la colonne sous forme sèche ou liquide à l'aide d'une pipette. Quand la phase stationnaire est de la silice. L'éluution des composés par différents mélanges de solvants (Benzène / Ethanol) successifs est alors réalisée en veillant à ne jamais laisser la colonne s'assécher. Les

fractions sont alors récoltées dans des tubes à essai. Le suivi de l'élution des composés se fait sur CCM.

III.3 Effet antibactérienne d'huile de cade

Afin d'évaluer la capacité de désinfection de huile de cade on a étudié l'effet de ce dernier sur les germes pathogène existants dans les eaux épurées de la station d'épuration de la ville de Ghardaïa

III.3.1 Prélèvement de l'eau à analyser

Le prélèvement se fait à la sortie de la station de Kef Edoukhane Ghardaïa (eaux épurées), dans des conditions réglementaires d'hygiène. Les eaux ont été prélevées dans des flacons stériles.

III.3.2 Pour l'analyse d'eau usée:

On a préparé trois (3) échantillons pour étudier l'effet d'huile de cade sur quelque germe pathogène existant dans les eaux épurées, après un temps de contact de 30 min. Entre les eaux épurées et l'huile de cade, on effectue le dénombrement de quelques germes tels que les coliformes totaux CT, les coliformes fécaux CF et les SF [28]

III.3.3 Matérielles et solutions de préparation des échantillons

- Huile de cade de M'sila et Djelfa
- Eaux épurées
- Flacons en verre stérilisé de 250 ml.

III.3.4 Mode Opérateur

Préparer les échantillons de la manière suivante :

On verse le volume de l'huile de cade selon le cas dans des flacons en verre stérilisés de 250 ml, après avoir séché durant 30 minute et ils sont remplis d'eau traité de la STEP.

- L'échantillon 1: eaux épurées
- L'échantillon 3: 1 l eaux épurées + 1 ml de l'huile de cade de M'sila
- L'échantillon 4: 1 l eaux épurées + 1 ml de l'huile de cade de Djelfa

- Laisser les échantillons pendant 30 min
- Faire les analyses des différents germes choisis
- Après chaque analyse on note le dénombrement des germes trouvés (Figure 17)



Figure 17 : les échantillons après préparation

III.3.5 Analyse des germes choisis :

En raison de la diversité des espèces bactériennes, virales et parasitaire, des germes test vont être analysés qui représenteront par la suite l'aspect microbiologique de ces eaux. Une analyse de l'eau brute a été effectuée en se basant sur la recherche et le dénombrement des paramètres suivants : Coliformes totaux CT ; Coliformes fécaux CF et les Streptocoques Fécaux.

III.3.5.1 Les coliformes Totaux

Les coliformes totaux sont des entérobactéries qui incluent des espèces bactériennes qui vivent dans l'intestin des animaux homéothermes, mais aussi dans l'environnement en général (sols, végétation et eau). Ce groupe bactérien est utilisé comme indicateur de la qualité microbienne de l'eau parce qu'il contient notamment des bactéries d'origine fécale, comme *Escherichia coli* (*E. coli*). Ce sont des bactéries en forme de bâtonnets, aérobies ou anaérobies facultatives, possédant l'enzyme β -galactosidase, qui permet de libérer un agent chromogène utilisé dans des milieux de culture servant à les identifier [29]. Les principaux genres bactériens inclus dans le groupe sont: *Citrobacter*, *Enterobacter*, *Escherichia*, *Klebsiella* et *Serratia* [30]

III.3.5.2 Les coliformes fécaux

Les coliformes fécaux renferme toutes les espèces bactériennes faisant partie de la famille des Enterobacteriaceae qui sont aérobies ou anaérobies facultatives.

L'espèce caractéristique et principale des coliformes thermotolérants est Escherichia coli, mais d'autres souches de coliformes, telles Citrobacter spp, Enterobacter spp et Klebsiella spp, peuvent aussi se reproduire dans un milieu lactosé à 44,5°C [30].

Les coliformes thermotolérants (fécaux) doivent également produire une réaction positive à l'épreuve de l'ONPG (enzyme β -galactosidase) et une réaction négative à l'épreuve de la cytochrome-oxydase. Un autre test, le test du MUG (4-méthylumbelliferyl- β -D-glucuronide), s'il est positif, identifie formellement la présence de E. coli et l'origine fécale obligatoire de la contamination.

Les coliformes thermotolérants (fécaux) sont des micro-organismes indicateurs d'une pollution d'origine fécale humaine ou animale. Ils sont généralement en nombre inférieur aux coliformes totaux et indiquent qu'il y a contamination récente ou constante.

III.3.5.3 Les Streptocoques Fécaux (SF) :

Les streptocoques fécaux sont des hôtes normaux de l'intestin de l'homme et des animaux à sang chaud. Leur recherche associée à celle des coliformes fécaux constitue un bon indice de contamination fécale.

Les streptocoques fécaux sont toujours présents dans les matières fécales en nombre variable, mais généralement beaucoup plus faible que celui d'E. Coli. Dans l'eau, ils meurent et disparaissent sans doute à peu près dans les mêmes délais qu'E. Coli, et d'habitude plus rapidement que les autres coliformes [30].

III.4 Conclusion

Dans ce chapitre on a présenté les différents essais effectués, les matériels utilisés et les modes opératoires de quelques essais. Les résultats obtenus ainsi que leurs discussions vont être présentés dans le chapitre suivant.

Chapitre IV:
Résultats et
discussions

IV.1 Introduction

Au cours de ce chapitre, on va présenter les résultats d'analyses et les discussions des essais effectués tel que les caractéristique physico-chimique, les paramètres microbiologiques des eaux usées épurées traités par l'huile de cade, chromatographie sur couche mince et par colonne, les résultats trouvés sont montrés ci-dessous :

IV.2 Caractères organoleptiques et physico-chimiques

L'huile de cade est un liquide épais et visqueux, à odeur empyreumatique, à saveur brûlante, la densité est inférieure à celle de l'eau, insoluble dans l'eau, soluble dans de nombreux solvants organiques et incomplètement dans l'alcool. L'indice de réfraction à 20°C est de 1,511.

D'après les essais effectués au niveau du laboratoire ADE (l'Algérienne des eaux) en date du 22 Avril 2021 nous avons obtenus les résultats suivants :

Tableau 06 : Résultats des caractéristiques physico-chimique pour Guetran M'sila et Djelfa

Paramètres		turbidité	Conductivité (us/cm)	salinité	TDS (mg/l)	T°C	pH
Résultats	GMs	/	232	0	137	26,4	3,4
	GDj	/	35,8	0	21	26,3	3,6

Les résultats obtenus montrent qu'il existe une grande différence entre les deux paramètres de la conductivité et le TDS entre le Gatran de djelfa et le Gatran de M'sila. Pour la salinité la valeur est 0 pour les deux types de Gartan.

D'après ces résultats on remarque que le Gatran de M'sila contient plus de molécules ionique qui caractérise la capacité des matériaux à diffuser la chaleur, conduire l'électricité ou laisser passer un fluide, par rapport au Gatran de Djelfa.

IV.2.1 Calcul des paramètres physique

Les résultats de la viscosité dynamique ont été effectués au niveau du laboratoire LTPS

Tableau 07 : Résultats de la viscosité et la densité pour Guetran M'sila et Djelfa

Paramètres		Vitesse de rotation (tour /min)	T [°] c	Densité	Viscosité (mPa/s)
Résultats	GMs	50	31,9	0,95	1544
	GDj	50	31,5	0,94	420

D'après les résultats obtenus on remarque que la viscosité dynamique mesuré de Guetran M'sila est plus élevée que celle de Djelfa dans presque la même température calculée.

Alors on peut dire que le Gatran de M'sila contient des molécules plus visqueux que les molécules de Gatran Djelfa.

IV.3 Résultat de l'analyse chromatographique sur couche mince

Diverses techniques analytiques sélectives et sensibles sont utilisées pour le profil métabolique des extraits de plantes. Les techniques chromatographiques sont les plus utilisées.

Dans le but de séparer et savoir les compositions des Gatran et des M'hal des deux types de Gatran M'sila et Djelfa. Nous avons effectué une chromatographie sur couche mince. Le système de solvant de migration utilisé est un mélange composé de (95% de benzène et 5% d'éthanol). Après une révélation des plaques CCM par un procédé physique. Les taches sont colorées et rendues visible et facilement observable sur la plaque (radiation UV à 365 nm). Les figures 38 et 39 présentent les résultats de la chromatographie et permettront de calculer le rapport frontal (Rf). Les tableaux 15 et 16 illustrent les résultats des valeurs de rapports frontaux (Rf).

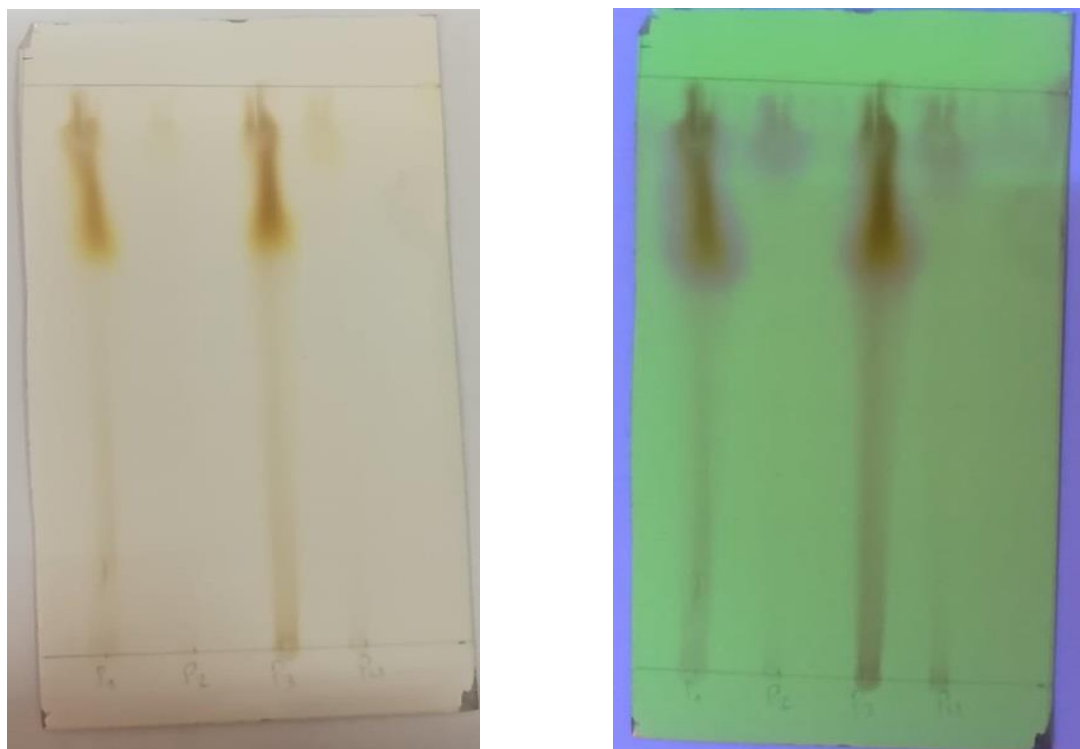


Figure 18: Chromatographie sur couche mince Gatrane de M'sila

(Visible et sous UV à 365 nm) ; phase non polaire

Tableau 08 : Résultats de la séparation des principaux composants des deux Gatrane par CCM.

	P1(Gatrane de Djelfa)	P2(M'hal de djelfa)	P3(Gatrane de Mssila)	P4(M'hal de Mssila)
Rapport frontal	0.125 - 0.162	0.802	0.123 - 0.164	0.648
	0.2 - 0.212	0.833	0.23 - 0.232	0.748
	0.287 - 0.437	0.925	0.267 - 0.437	0.813
	0.515 - 0.585		0.502- 0.576	0.925
	0.613 - 0.687		0.623 - 0.697	
	0.75 - 0.8		0.75- 0.81	
	0.887 - 0.937		0.886 - 0.906	
	0.95		0.925- 0.947	

L'analyse de la plaque CCM a montré la présence de 38 spots. Sachant que :

- P1(Gatrane de Djelfa)** : 15 spots dans la phase non-polaire.
- P2(M'hal de djelfa)**: 3 spots dans la phase dans la phase non-polaire.
- P3(Gatrane de Mssila)**: 16 spots dans la phase dans la phase non-polaire.
- P4 (M'hal de Mssila)**: 4 spots dans la phase dans la phase non-polaire.

Les résultats montrent la présence de 12 spots dont 15 pour le M'hal de djelfa et 12 spots dont 16 pour le M'hal de M'sila.

On conclut que le Gartan de M'sila présente un nombre des molécules beaucoup plus importantes que celles de Djelfa.

Par ailleurs, les travaux de Keum en 2007 ont montré que le goudron végétal contient environ deux cent vingt molécules dont les constituants majeurs sont les mono terpènes, les sesquiterpènes ou les diterpènes.

IV.4 Résultat de la chromatographie sur colonne :

IV.4.1 Résultat de la chromatographie sur colonne de goudron noir de M'sila

La figure ci-dessous montre l'appareillage réalisé pour effectuer la chromatographie sur colonne pour Gatran M'sila

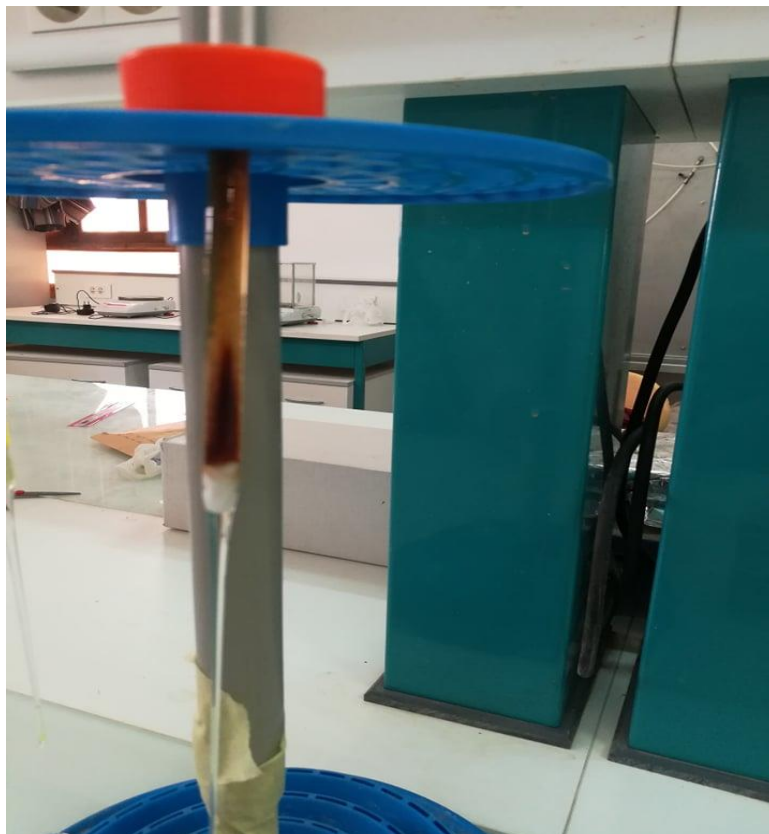


Figure 19:Chromatographie sur colonne de Guetran de Mssila

La figure suivante montre les quatre fractions issues de la chromatographie sur colonne pour Gatran M'sila



Figure 20: les 04 fractions du Gatran M'sila

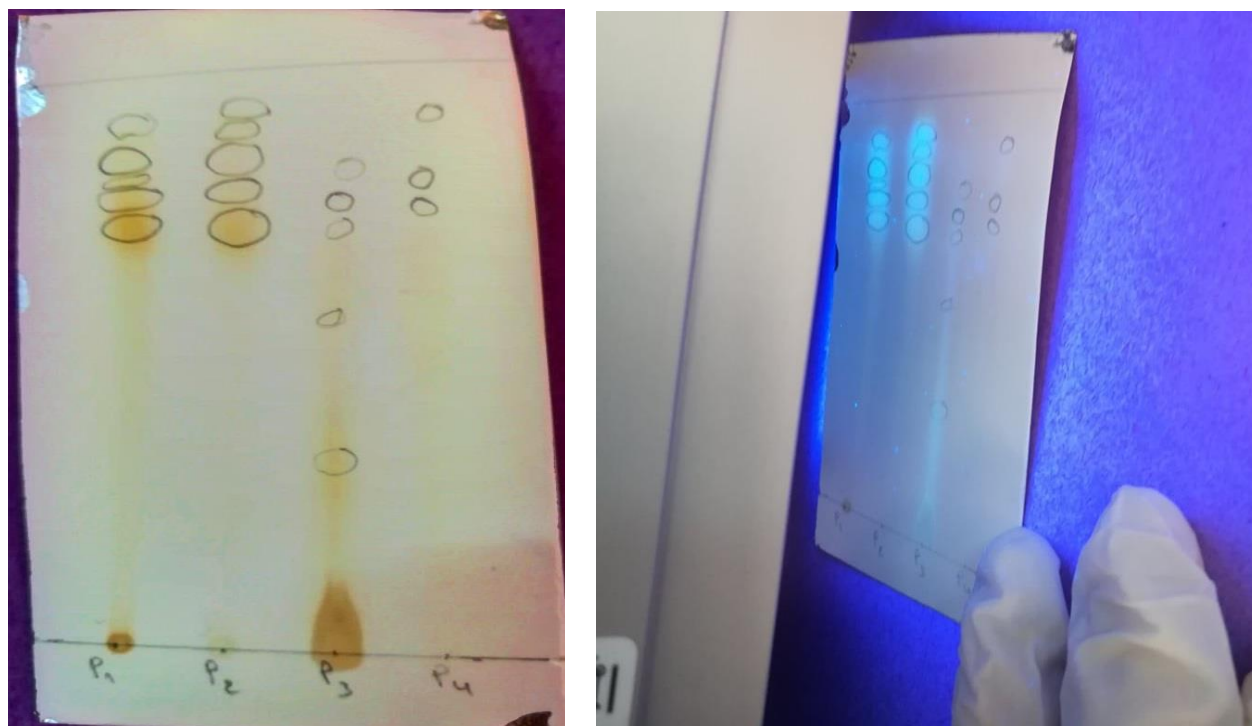


Figure 21 : Résultat de chromatographie sur couche mince de 4 fractions de M'sila (Visible et sous UV à 365 nm)

Tableau 09 : Résultats du rapport frontal de la séparation des principaux composants Guetran
M' sila

	P1(F1 G.M'sila)	P2(F2 G.M'sila)	P3(F3 G.M'sila)	P4(F4 G.M'sila)
Rapport frontal	0.425	0.714	0.311	0.740
Rf	0.535	0.779	0.551	0.792
	0.660	0.844	0.714	0.909
	0.779	0.909	0.753	
	0.811	0.941	0.818	
	0.844			

L'analyse de la plaque CCM montre la présence de 17 spots. Sachant que :

- P1(F1 G.M'sila)** : 6 spots dans la phase non-polaire.
- P2(F2 G.M'sila)**: 5 spots dans la phase dans la phase non-polaire.
- P3(F3 G.M'sila)**: 5spots dans la phase dans la phase non-polaire.
- P4(F4 G.M'sila)**: 3 spots dans la phase dans la phase non-polaire.

IV.4.2 Résultat de la chromatographie sur colonne de Gatran Djelfa

La figure ci-dessous montre l'appareillage réalisé pour effectuer la chromatographie sur colonne pour Gatran Djelfa.



Figure 22: Chromatographie sur colonne de Gatran Djelfa

La figure suivante montre les quatre fractions issues de la chromatographie sur colonne pour Gatran Djelfa

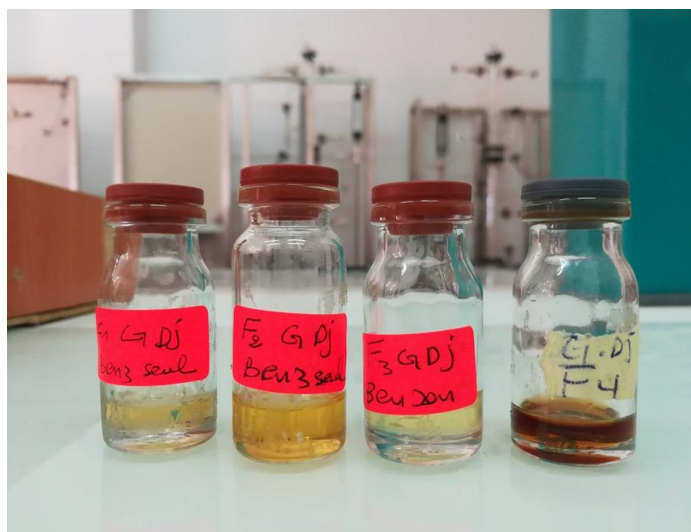


Figure 23 : les 04 fractions du Gatran Djelfa



Figure 24 : Résultat de chromatographie sur couche mince de 4 fractions de Djelfa (Visible et sous UV à 365 nm)

Tableau 10 : Résultats du Rf de la séparation des principaux composants Guetran Djelfa

	P1(F1 G.Djelfa)	P2(F2 G.Djelfa)	P3(F3 G.Djelfa)	P4(F4 G.Djelfa)
Rapport frontal	0.925	0.925	0.827	0.765
Rf				0.827
				0.888

L'analyse de la plaque CCM montre la présence de 17 spots. Sachant que :

- **P1(F1 G. Djelfa)** : une spot dans la phase non-polaire.
- **P2(F2 G. Djelfa)**: une spot dans la phase dans la phase non-polaire.
- **P3(F3 G. Djelfa)**: une spot dans la phase dans la phase non-polaire.
- **P4(F4 G. Djelfa)**: 3 spots dans la phase dans la phase non-polaire.

L'analyse effectuée de la chromatographie sur couche mince à montrer la présence des composées polaire, intermédiaires, et apolaire. Elle à démontré aussi l'existence de six éléments chimiques dans quatre fractions qui compose le guetran de Djelfa et dix-neuf pour les quatre fractions de guetran de M'sila.

IV.5 Effet antibactérienne d'huile de cade

Cette analyse bactériologique a pour but la recherche et le dénombrement des germes existant Il faut signaler qu'un examen bactériologique ne peut être interpréter que s'il est effectué sur un échantillon correctement prélevé dans un récipient stérile, selon un mode opératoire précis évitant toutes les contaminations accidentelles, correctement transporté au laboratoire et analysé sans délai ou après une courte durée de conservation dans des conditions satisfaisantes.

Les paramètres microbiologiques des eaux usées épurées traités par l'huile de cade, on va les comparées avec les normes exigées par l'OMS pour le rejet des eaux épurées en milieu naturel.

Les résultats d'analyses des 3 échantillons sont regroupés dans les tableaux suivant:

Tableau 11 : Résultats du dénombrement des germes pathogène pour l'eau épurée

	Echantillon 1 (Eaux épurées)		
Germe	CT	CF	SF
Norme (U/100ml)	5000	2000	1000
Qualité (U/100ml)	4.10 ⁴	43.10 ³	2400

Les résultats du tableau 1 sont présenté graphiquement dans la figure 25 ci-dessous

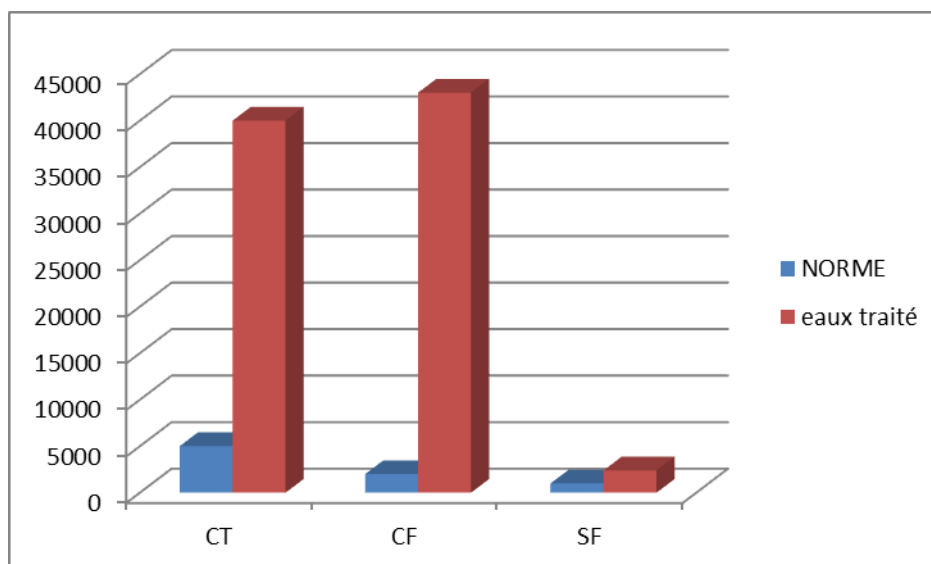


Figure 25 : dénombrement des germes pathogènes entre eaux épurée et normes

Le tableau 12 ci-dessous présente les résultats de dénombrement des germes pathogène pour Gatran M’sila

Tableau 12 : Résultats du dénombrement des germes pathogène des eaux épurée pour Gatran M’sila

	Echantillon 2 (Eaux épurées + 1ml getran M’sila)		
Germe	CT	CF	SF
Norme (U/100ml)	5000	2000	1000
Qualité (U/100ml)	0	0	0

Le tableau 13 ci-dessous présente les résultats de dénombrement des germes pathogène pour Gatran Djelfa

Tableau 13 : Résultats du dénombrement des germes pathogène des eaux épurée pour Gatran Djelfa

	Echantillon 3 (Eaux épurées + 1ml Getran Djelfa)		
Germe	CT	CF	SF
Norme (U/100ml)	5000	2000	1000
Qualité (U/100ml)	0	0	0

D’après les tableaux 12 et 13, nous remarquons que les eaux usées épurées sont chargées en germes pathogènes variant de $4 \cdot 10^4$ U/100ml pour les CT $43 \cdot 10^3$ U/100ml pour les CF et 2400 U/100ml pour les SF.

Ainsi une diminution totale du nombre de bactéries CT, CF et SF pour une concentration de Gatran (0,1ml/l), donc la désinfection est totale pour cette valeur de concentration.

D'après les résultats obtenus le nombre des germes a totalement diminué après traitement (test) avec l'huile de cade.

La dose de Gatran nécessaire pour la désinfection totale des germe pathogènes est doit être supérieur ou égale à 1 ml de l'huile de cade par 1 litre d'eau usée épurée (valeur à partir de laquelle les échantillons sont totalement désinfectés)

IV.6 Conclusion

D'après les résultats des caractéristiques physiques obtenus le Gatran de M'sila a présenté des valeurs plus importantes que le Gatran de Djelfa.

Ainsi l'analyse effectuée de la chromatographie sur couche mince à montrer la présence des composées polaire, intermédiaires, et apolaire. Elle a démontré aussi l'existence de six éléments chimiques dans quatre fractions qui compose le Gatran de Djelfa et dix-neuf pour les quatre fractions de Gatran de M'sila. Il faut signaler que la variation des teneurs en goudron n'est pas seulement due aux expositions géographiques mais à d'autres facteurs écologiques (altitude, sol, etc.), c'est pour cela qu'il faut mener une étude détaillée sur l'effet des facteurs écologiques sur le rendement et la composition de ces huiles.

Les résultats des analyses bactériologiques effectuées sur des échantillons composés d'un mélange de 1l d'eaux épurées et 0.1ml d'huile de cade ont montrés une très bonne efficacité de ce dernier pour l'abattement des germes pathogènes existants dans les eaux épurées.

Conclusion générale
et
perspectives

Conclusion générale et perspectives

Conclusion générale et perspectives

Cette étude concerne la caractérisation de deux types d'huile de cade extraire dans deux différentes région de l'Algérie à savoir : - Gatran de M'sila dans la région de l'est et Gatran de Djelfa dans la région du centre. Et d'examiner l'effet anti bactérien de ces deux types de Gatran on a les testés sur les différentes bactéries existants dans les eaux épurées de la station d'épuration de Ghardaïa.

D'après la comparaison entre les deux types de Gatran le guetran de M'sila contient plus de molécules ionique qui caractérise la capacité des matériaux à diffuser la chaleur, conduire l'électricité ou laisser passer un fluide, et contient des molécules plus visqueux par rapport au Gatran de Djelfa. Les résultats de la chromatographie sur couche mince et chromatographie sur colonne montrent que le Gatran M'sila présente un nombre de molécules beaucoup plus important que celle de Djelfa.

Les résultats de cette étude ont montré que la situation géographique agit sur le rendement des Gatrans; le Gatran de M'sila présente des caractéristiques beaucoup plus importante que celle de Djelfa.

L'analyse effectuée la chromatographie sur couche mince à montrer la présence des composées polaire, intermédiaires, et apolaire dans les deux types de Gatrans. Elle a démontré l'existence de six éléments chimiques dans quatre fractions qui compose le Gatran de *Djelfa* et dix-neuf éléments chimiques pour les quatre fractions de Gatran de M'sila.

Il faut signaler que la variation des teneurs en goudron n'est pas seulement due aux expositions géographiques mais à d'autres facteurs écologiques (altitude, sol, etc.), c'est pour cela qu'il faut mener une étude détaillée sur l'effet des facteurs écologiques sur le rendement et la composition de ces huiles.

Le traitement biologique utilisé dans la STEP de Ghardaïa n'élimine pas les germes pathogènes existant dans les eaux usées, pour cette raison nous avons envisagé d'utilisé l'huile de cade comme désinfectant.

Les résultats des analyses bactériologiques effectuées sur des échantillons composés d'un mélange d'eaux épurées et d'huile de cade ont montrés une très bonne efficacité des deux types de Gatrans pour l'élimination des germes pathogènes existants dans les eaux épurées jusqu'au 99%.

Comme perspectives, nous proposons que cette étude soit poursuivie par des analyses plus approfondis pour les fractions extraire des Gatrans, pour définir leurs compositions chimique exacte, que les rapports frontaux obtenus soient mis en valeur pour l'identification des

Conclusion générale et perspectives

substances ou des produits correspondants. Ainsi nous proposons d'examiner les qualités antibactériennes de ces fractions.

De façon générale, l'huile de cade a un effet antimicrobien marquée vis-à-vis des bactéries étudiées, sur les souches des références et un bon effet sur des souches clinique issues d'infections urinaires ce qui explique son utilisation dans la pharmacopée traditionnelle comme plante médicinale à effet anti-infectieux.

La fabrication du goudron végétal et de l'huile de cade est aujourd'hui très réduite étant donné l'usage généralisé des contenants à eau de fabrication industrielle, en matière plastique ou en métal, et de produits vétérinaires et pharmaceutiques facilement accessibles. Seuls quelques amateurs d'outres à eau en peau de chèvre enduite de goudron, à Ghardaïa ou dans quelques oasis sahariennes, peuvent encore s'offrir une eau fraîche, désaltérante et parfumée plus savoureuse que celle des réfrigérateurs ou des bouteilles d'eau minérale.

*Références
Bibliographiques*

- [1] DORVAULT F. L'officine Vigot Ed, 23ème Ed, 1994, Evreux.
- [2] LORETTE G., VAILLANT L. Traitements locaux en dermatologie Coll. Dermatologie pratique, 1995, 174-178
- [3] PIPET C. Contribution à l'étude des goudrons utilisés en dermatologie et en cosmétologie Thèse, Doctorat Pharmacie, 1986, Paris
- [4] GALL Y., LITOUX P. Les goudrons en pratique dermatologique. Bulletin d'esthétique Dermatologique et Cosmétologique, 1989, 48, 25-35
- [5] BOSMAN B., MATTHIESEN T., HESS V., FRIDERICHS E. A quantitative method for measuring antipsoriatic activity of drugs by the mouse tail test. Skin pharmacol., 1992, 5, 41-8
- [6] STABERG B., KLEMP P. Skin blood flow in psoriasis during Goeckerman or beech tar therapy. Acta. Derm. Venereol. 1984, 64, 331-64
- [7] ROUSSILLAT M. Le bouleau Ed Actes sud, 1995, 11-81
- [8] TOTH J. Le cèdre de France Ed L'Harmattan, 2005, 7-31
- [9] BERTAUDIÈRE-MONTES V., MONTES N. Le genévrier Ed Actes Sud, 2004, 12-71
- [10] LACHAT B. Juniperus oxycedrus L ; Le cadier et son huile Thèse, Doctorat Pharmacie, 1990, Besançon
- [11] LUCAS E. Un produit d'avenir en thérapeutique dermatologique : le distillat moléculaire de cade Thèse, Doctorat Pharmacie, 2000, Montpellier
- [12] PORTE L. Fours à cade, fours à poix dans la Provence littorale Ed Les Alpes de Lumière, 1994, 3-26
- [13] REYNAUD J. La flore du pharmacien Ed Tec et doc, 2002, 115
- [14] CHUYEN C. Sur la composition des essences de genévrier commun de l'oxycèdre et du goudron de cade. Thèse Doctorat Pharmacie, 1985, Marseille
- [15] DEMARLE E. Juniperus communis L. et Juniperus oxycedrus L. : genévriers utiles Thèse Doctorat Pharmacie, 2001, Montpellier
- [16] BOULAL K. Etude de l'intolérance cutanée à diverses concrètes et absolues végétales utilisées en parfumerie et à divers extraits de bois de cade Thèse Sciences, Doctorat chimie, 1990, Montpellier

- [17] MOUSSERON M., GRANGER R., RONAYROUX M. Sur la constitution de l'essence et de l'huile pyrogénée de *Juniperus oxycedrus* L. C.R. Acad. Sci., 1939 ; 208 : 1411-1413
- [18] FERNET P., HUERRE R. Traitement externe des dermatoses. Etude des produits chimiquement définis ou de composition complexe employés en dermatologie. Nouvelle pratique dermatologique. Ed Masson et Cie, 1936 ; tome VIII : 458-548
- [19] CHALCHAT J.C., GARRY R.P., MICHET A. Chemical composition of the hexane fraction of empyreumatic wood oils from *Juniperus oxycedrus* and *Juniperus phoenica* L. Flavour fragrance J, 1988, 3, 19-22
- [20] KULJANAC I., KNEZEVIC E., CVITANOVIC H. Epicutaneous patch test results in patients with allergic contact dermatitis in Karlovac county : a retrospective survey Acta Dermatovenerol. Croat., 2006, 14, 156-9
- [21] ROESYANTO ID., VAN DER AKKER TW., VAN JOOST TW. Wood tars allergy, cross-sensitization and coal tar Contact Dermatitis. 1990, 22, 95-8
- [22] SCHOKET B., HORKAY I., KOSA A., PALDEAK L., HEWER A., GROVER PL., PHILLIPS DH. Formation of DNA adducts in the skin of psoriasis patients, in human skin organ culture, and in mouse skin and lung following topical application of coal tar and juniper tar J. Invest. Dermatol. 1990, 94, 241-6
- [23] IARC Site internet www.monographs.iarc.fr Mise à jour du 23 janvier 2006
- [24] ALLIANCE HEALTHCARE Répartiteur Base de données : Alliance Pharmathèque Juin 2007
- [25] VIDAL Dictionnaire Edition 82, 2006, Issy-les-Moulineaux
- [26] ANTOGNARELLI C. Traitement du psoriasis par les goudrons : passé et présent Thèse, Doctorat Pharmacie, 1995, Paris
- [27] HAMBAL A. Cadiet et huile de cade (*Juniperus oxycedrus* L. et Pix Cadi) Thèse Doctorat Pharmacie, 1982, Montpellier
- [28] ZVIAK C. Sciences des traitements capillaires Ed. Masson, 1988 [29] MAUTRAIT C., RAOULT R. Guide pratique des dermatoses et soins courants à l'officine. Ed Masson, 1994
- [29] Archibald, 2000; CEAEQ, 2015a; Edberg et al, 2000; Santé Canada, 2012; WHO, 2011
- [30] CEAEQ, 2015a; Santé Canada, 2012; WHO, 2011.