

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université A.MIRA-BEJAIA

Faculté de Technologie

Département de Génie des Procédés

Mémoire de fin de cycle

Présenté par

IKHLEF Kahina et BENCHARIF Zakia

Pour l'obtention du diplôme de

Master

Filière : Génie des Procédés

Option : Science et Technologie du Médicament

Thème

**Valorisation du kaolin dans le domaine parapharmacologique :
Elaboration d'une poudre pour désinfection dentaire**

Soutenue le : 04 juil. 2017

Devant le Jury composé de :

Président	Mr	KETRANE.R	Professeur	à l'Université A.MIRA-Bejaia
Promoteur	Mr	AKDIM .A	MAA	à l'université A.MIRA-Bejaia
Examinatrice	M^{me}	BOUCHAL .F	MCA	à l'Université A.MIRA-Bejaia

Année Universitaire : 2016/2017

Année Universitaire : 2016/2017

Remerciements

Au terme de ce modeste travail, nous tenons à exprimer nos remerciements les plus sincères, tout d'abord au « BON DIEU » pour la patience et la santé qui nous a été utile tout au long de notre parcours

Nous tenons à exprimer notre gratitude en vers notre encadreur Mr AKDIM Abdel ghani qui nous à fait bénéficier de son savoir scientifique, de sa compétence et leur disponibilité à tout moment on tien également à remercier les membres de jury qui ont pris la peins d'examiner ce travail.

ZAKIA

KAHINA

;

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail :

A Mes chers parents

Nous remercions pour m'avoir donné la chance

De découvrir le monde du savoir

A mes très chers frères ; karim, lekhal , razik et zahir

A ma très chère sœur samira

*A tous mes amis (es) ; bibia , siham , hanane et
kahina et nadjwa*

A tous ceux qui sont dans mes pensées et que Je n'ai pas cités ;

ZAKIA

Sommaire

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction générale 1

Chapitre I : Synthèse bibliographique

Partie I : Généralité sur les argiles et les kaolins..... 3

I .Les argiles 3

I .1 .Origine..... 3

I.2. Définition 3

I.3.Structure 4

I.4.Classification..... 4

I.5.Caractéristiques physico-chimiques 6

I .6.Extraction et traitement 8

I .7.Les différentes formes galéniques..... 9

I.8. Formes commerciales à l'officine 10

Erreur ! Signet non défini.I.9.Déférentes utilisation de l'argile 10

II .Les kaolins 12

II.1.Historique..... 12

II .2.Définition 13**Erreur ! Signet non défini.**

II.3.Origine des kaolins et minéraux associés 13

II.3.1. Les kaolins primaires ou résiduels13

II.3.2.Les kaolins secondaire14

II.4. Structure du kaolin.....15

II.5. Propriétés du kaolin	15
II.5.1. Propriétés physico-chimiques	15
II.6. Composition chimique	16
II.7. Structure cristalline	16
II.8. Humidité du kaolin	17
II.9. Extraction du kaolin	17
II.10. Traitement du kaolin	18
II.11. L'utilisation du kaolin	19
II.11.1. Principaux usages industriels du kaolin	19
II.11.2. Utilisation moderne pharmaceutique	19
II.11.3. Autres utilisations du kaolin	20
II.12. Spécification des kaolins de pharmacopée	20
Partie II : Protection dentaire	20
II.1. Définition des dents	20
II.2. Les différentes classes des dents	21
II.3. Formule dentaire	22
II.4. Les tissus dentaires	22
II.5. Quelques conseils	23
II.6. Les maladies dentaires	24
II.6.1. Maladies bucco-dentaires	24
II.6.2. Maladies parodontales	24
II.7. Les produits de traitement dentaire	27
II.7.1. Les produits naturels	27
II.8. Les produits médicaux	28
II.9. Les produits de traitement dentaire à base de kaolin et d'argile..	28
Erreur ! Signet non défini.	
Chapitre II : Matériels et Méthodes	

I. Formulation d'une poudre dentaire	30
I.1. Définition de la poudre dentaire.....	30
I.2. Protocole de préparation de la poudre dentaire	30
I.3. Mode opératoire de formation de la poudre dentaire	33
II. caractérisation de la poudre dentaire	34
II.1. Matériel utilisé	35
II.2. Méthodes de caractérisation.....	35
III.2.1. Analyse UV-visible	35
III.2.2. Analyse par spectrométrie infrarouge à Transformée de Fourier.....	36
III.3. Les tests réalisés pour contrôler la poudre dentaire	36
III.3.1. Potentiel Hydrogène (PH)	36
III.3.2. Recherche de l'activité antibactérienne de la poudre dentaire	36
III.3.3. L'absorption atomique.....	37
Chapitre III : Résultats et discussions	
Introduction	39
III.1. Séchage Cinétique	39
III.2. Taux d'humidité des feuilles de framboise, rumex crépu et eucalyptus globulus.....	40
III.3. L'analyse par UV-visible du kaolin.....	44
III.4. Analyse par infrarouge pour du kaolin et de la poudre dentaire	45
III.5. Les résultats des tests pour l'identification de la poudre dentaire	49
III.6. Activité antibactérienne	49
III.6.1. Les résultats de premier test d'activité antibactérienne.....	49
III.6.2. Les résultats de deuxième test d'activité antibactérienne.....	50
III.6.3. Activité antibactérienne des composés de la poudre dentaire	51
III.7. Les résultats pour l'analyse de Spectromètre Atomique les métaux lourds dans le dentifrice sont plomb, cuivre et le cadmium	53
Conclusion générale	56

Références Bibliographiques

Liste des Tableaux

N°	Titre	Page
1	la teneur massique d'un kaolin brut	14
2	Les propriétés générales du kaolin.	15
3	Diamètres d'inhibitions de la croissance bactériennes par la poudre dentaire	46
4	Diamètres d'inhibitions de la croissance bactériennes par la poudre dentaire	47
5	Diamètres d'inhibitions de la croissance bactériennes par la poudre dentaire	48

Liste des Figures

N°	Titre	Page
1	Structure octaédrique de $\text{Al}(\text{OH})_6$.	4
2	Structure tétraédrique du silicium.	4
3	Kaolin naturelle	13
4	Structure cristalline de la kaolinite $((\text{OH})_8 \text{Al}_4\text{Si}_4\text{O}_{10})$.	17
5	coupe d'une dent	21
6	présente la masse des feuilles de rumex crépu et les feuilles framboises en fonction de temps.	39
7	Le spectre de l'analyse UV-visible du kaolin.	41
8	Le spectre résultat de l'analyse par UV-visible de la poudre dentaire relatif à notre poudre dentaire.	42
9	présente le spectre d'analyse infrarouge pour le kaolin.	43
10	présent le spectre infrarouge pour la poudre dentaire.	44
11	Spectre de l'analyse de l'infrarouge de kaolin et la poudre dentaire (la différence)	45
12	Diamètre d'inhibition de la croissance bactérienne par la poudre dentaire	46
13	Diamètre d'inhibition de la croissance bactérienne par la poudre dentaire.	47
14	Inhibition de la croissance bactérienne par la poudre dentaire	48
15	Diamètre d'inhibition de la croissance bactérienne par les constituants de la poudre dentaire.	49
16	Diamètre d'inhibition de la croissance bactérienne par les constituants de la poudre dentaire.	49

CEC : Capacité d'échange cationique.

PCC : Carbonate de calcium précipité.

E.coli : Escherichia coli.

Sp : Espèce.

P : Pseudomonas.

Al_2O_3 : Alumine.

Fe_2O_3 : Oxyde de fer III.

MgO : Oxyde de magnésium.

MnO : Oxyde de manganèse.

HCO_3 : Bicarbonate ou hydrogénocarbonate.

PF : Perte au feu.

CaO : Oxyde de calcium.

TiO_2 : Dioxyde de titane.

KAlSi_3O_8 : Microcline.

SiO_2 : Dioxyde de silicium.

$\text{Al}(\text{OH})_3$: Hydroxyde d'aluminium.

K_2O : Oxyde de potassium.

ENOF : Entreprise nationale des produits miniers non ferreux et des substances utiles SPA.

Introduction générale

Introduction générale

L'argile est l'un des matériaux les plus anciens utilisés par l'être humain. Elle a une structure spécifique, ainsi que des propriétés multiples, les argiles répondent à des nombreuses indications. L'argile est déformable, transformable, adhérente, coulante, glissante, fixante et a ainsi de nombreuses capacités parmi les quelles le transport, la capture, la libération des substances liquides, gazeuses, mais également solides, vivantes, et mortes.

Les argiles sont des matières premières naturelles utilisées depuis l'antiquité dans des nombreux domaines. Ces matériaux argileux constituent souvent des mélanges naturels complexes des minéraux dont la granulométrie et les propriétés physico-chimiques sont très variables.

Sa richesse minérale en oligo-éléments fait un outil dans la santé, le bien-être, la beauté, l'entretien du corps, de la maison, des constructions, dans l'industrie. Ces éléments ne dépassant pas le micron, on peut leur attribuer, en santé, le bénéfice d'une forme d'oligo-métallo-thérapie conférant certaines de leurs propriétés à l'argile.

Le kaolin est une argile blanche fait partie de notre environnement, elle est douce et plastique composée principalement de fines particules sous forme de plaquettes. Ses utilisations sont multiples sa blancheur et sa plasticité le rendent particulièrement approprié pour un usage extensif comme charge, agent d'allongement, matière première pour la céramique et comme pigment. C'est également une matière première importante pour les réfractaires, et un catalyseur dans les industries du ciment et des fibres de verre.

Le kaolin est utilisé dans des nombreuses applications, c'est un minéral unique qui reste chimiquement inerte sur une plage relativement large de pH et possède un excellent pouvoir couvrant lors de son utilisation comme pigment ou agent d'étirement pour les applications de revêtement et de bouchage. Il est également non abrasif et possède une faible conductibilité thermique et électrique.

L'être humain s'intéresse depuis très longtemps à son apparence physique. Cette apparence tient une part importante dans les rapports entre individus. Le sourire est un des éléments le plus remarquable lorsqu'un individu communique. Dans les sociétés occidentales, la blancheur dents a été considérée très tôt comme un critère de beauté. Dans notre travail on

Introduction générale

a fait une poudre dentaire pour blanchir et éliminer les infections des dents, et pour cela on a suivi le plan suivant :

- Le premier chapitre présentera la généralité des argiles et de kaolin (synthèse bibliographique)
- Le deuxième chapitre présentera les matériels et méthodes, en plus, des caractéristiques des appareillages et des produits utilisés, des méthodes de caractérisation des matrices solides, de quantification du soluté et des protocoles expérimentaux utilisés.
- Le troisième chapitre sera consacré à la présentation et au commentaire des différents résultats obtenus.

Chapitre I

Introduction

Dans ce premier chapitre, nous entamerons une définition générale sur les argiles et plus particulièrement sur les kaolins comme matière argileuse, Une description sera alors établie afin de mieux connaître les propriétés de ces derniers et leur comportement vis-à-vis du traitement thermique, industriel et pharmaceutique en générale.

Partie I : Généralité sur les argiles et les kaolins

I .Les argiles

I.1 .Origine

Il s'agit de minéraux formés au cours des temps géologiques par altération de diverses roches silicatées de surface ou de proche surface, selon les conditions locales d'hydratation, de drainage, d'hydrolyse et de pression, et selon les climats. Les argiles sont le devenir de ces roches lorsque, remontant des profondeurs par le jeu de la tectonique des plaques, elles se font agresser par les dures conditions de la surface : oxygène, gaz, carbonique, variations de température, ruissellement. Ce sont des structures qui se sont adaptées à ce changement de milieu : les roches se réorganisent en se structurant davantage, puisque les silicates d'alumine sont des cristaux, un motif répétitif de silice SiO_2 , d'alumine Al_2O_3 et d'eau H_2O [1].

I.2. Définition

De manière générale, le mot argile sert à désigner l'ensemble des particules dont la taille est inférieure à $2\ \mu\text{m}$. En termes de taille de grain, le mot argile à deux sens. Il désigne d'abord les particules faites des minéraux argileux dont les cristaux excèdent parfois $2\ \mu\text{m}$. Les minéraux argileux proviennent essentiellement de l'altération chimique de certains minéraux composant la roche. Cette altération chimique agit de façon que certains minéraux silicates, comme les micas ou les feldspaths sont transformés en d'autres espèces minérales (kaolinite, illite, Montmorillonite), souvent de granulométrie plus fine. Les minéraux argileux sont surtout de la famille de silicates, formés à base de silice (Si) et d'oxygène (O), tels que le quartz et les feldspaths. Le mot minéral argileux comprend les minéraux qui font partie du groupe des phyllosilicates, appelés aussi silicates de structure lamellaires.

Le terme argile désigne ensuite les débris les plus fins de la désagrégation-altération physique des roches appelés la farine de roche ($d < 2\ \mu\text{m}$). Cette farine peut contenir une proportion de minéraux argileux plus ou moins importante [2].

I.3. Structure

Les d'argile sont formées par un empilement parallèle de feuillets élémentaires dont le squelette est essentiellement constitué par les ions oxygènes et hydroxyles. Les cations beaucoup plus petits se logent dans les cavités du squelette.

a) Couche octaédrique

Cette structure est composée de deux feuillets d'oxygène ou hydroxyles compacts dans lesquelles des ions d'aluminium sont incrustés.

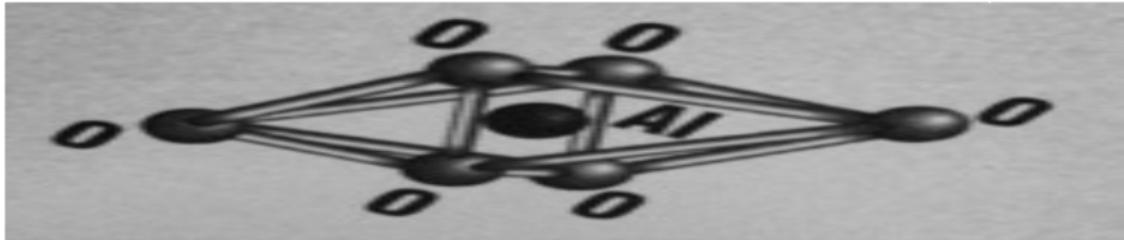


Figure 1 : Structure octaédrique de $\text{Al}(\text{OH})_6$ [3].

b) couche tétraédrique

Dans chaque couche tétraédrique, un atome de silice se trouve au centre d'un tétraèdre à équidistance des quatre atomes d'oxygènes ou d'hydroxyles. Les groupes tétraèdres de silice sont disposés en réseau hexagonal qui se répète à l'infinie pour former une feuille de composition $\text{Si}(\text{OH})_4$.



Figure 2: Structure tétraédrique du silicium [3].

I.4. Classification

Différentes classifications des phyllosilicates ont été proposées. La première se base uniquement sur la charge du feuillet et sur le nombre d'atomes métalliques en couche octaédrique. La deuxième prend en compte la localisation des substituants, leurs distributions et le type des cations compensateurs et la troisième sur la couleur [4].

La classification la plus classique est basée sur l'épaisseur et la structure du feuillet. On distingue ainsi quatre groupes :

- **Minéraux à 7 Å** : Le feuillet est constitué d'une couche tétraédrique et d'une couche octaédrique. Il est qualifié de T : 0 ou 1 : 1, son épaisseur est d'environ 7 Å.
- **Minéraux à 10 Å** : Le feuillet est constitué de deux couches tétraédriques et d'une couche octaédrique. Il est qualifié de T : 0 : T ou de type 2 : 1, son épaisseur est d'environ 10 Å.
- **Minéraux à 14 Å** : Le feuillet est constitué de l'alternance de feuillets T : 0 : T et de couches octaédriques interfoliaires.
- **Minéraux interstratifiés** : L'épaisseur du feuillet est variable. Ces minéraux résultent du mélange régulier ou irrégulier d'argiles appartenant aux groupes ci-dessus. La valeur de la charge permanente du feuillet a servi de critère pour établir une classification des phyllosilicates 2 : 1 [4].

a) Principaux groupes d'argiles

Les groupes d'argiles les plus importants sont :

- **Kaolin**

Le kaolin est une roche constituée principalement de kaolinite. Cette argile blanche, douce, friable, réfractaire, contient autant d'aluminium que de silice [5].

- **Smectites**

Cette famille d'argile regroupe les montmorillonites, les bentonites, les saponites, les nontronites, les beidellites, ... [6] Ces différentes argiles sont connues pour leur capacité à piéger les molécules d'eau.

- **Montmorillonite**

Argile la plus communément récoltée, elle est généralement vendue verte mais peut-être trouvée sous d'autres coloris : grise, blanche et bleutée [7].

- **Attapulгите ou Bentonite**

Argiles attapulгите ou bentonite, ont un fort pouvoir absorbant. Retrouvées dans la composition de pansements gastriques, dans le traitement d'ulcère de l'estomac, constipation, diarrhée, reflux gastrique [8].

- **Illites**

La composition d'illite est riche en calcium (14%), en fer (9%) et pauvre en magnésium. Elle présente un bon pouvoir d'absorption environ 25 % de son poids et un faible pouvoir d'adsorption [9].

- **Vermiculites**

Les vermiculites sont des argiles ayant une origine volcanique, riches en magnésium [10].

- **Chlorites**

Ce nom leur a été attribué pour leur couleur verdâtre, du grec « chloros » signifiant vert. Des chlorites de couleur jaune, rouge ou blanche sont également retrouvés [11].

- **Minéraux argileux inter-stratifiés**

C'est le nom donné aux argiles dont la structure par alternance de feuillets de natures différentes correspond à une étape de transformation d'un minéral argileux à un autre [12].

b) Principales couleurs d'argiles

Les argiles ne sont pas identifiées par leur couleur. Une couleur peut être attribuée à plusieurs types d'argiles. La variation de couleur constatée est fonction de la concentration en oxyde de fer [13].

On compte la couleur : Verte, blanche, rose, rouge, jaune.

I.5. Caractéristiques physico-chimiques

- **Absorption et adsorption**

L'intérêt des argiles en thérapeutique est lié à leurs propriétés de surface et réactivité qui leur confèrent des propriétés d'adsorption, chélation et capture des particules externes, ainsi qu'à leur capacité d'absorption, aux propriétés spécifiques des silicates et des alumines qui les composent, et à celles de leurs ions de compensation.

- **L'absorption** est la propriété que présentent les solides et les liquides de retenir certaines substances (gaz ou liquides) dans la totalité de leur volume (comme dans une éponge).

- **L'adsorption** est un phénomène de surface par lequel des atomes ou des molécules de gaz ou de liquides (adsorbats) se fixent sur une surface solide (**adsorbant**) selon divers processus plus ou moins intenses. Un atome adsorbé est un adatome. Ce phénomène a une très grande importance dans l'évolution de nombreuses réactions chimiques [1].

- **Ionisation**

Des substitutions d'atomes, par exemple substitution d'aluminium par du fer ou du magnésium dans les couches octaédriques, ou substitution de silicium dans les couches tétraédriques, surviennent dans ces minéraux au cours de leur formation.

- **Surface spécifique**

La surface spécifique des silicates d'alumine hydratés est considérable. En effet, en milieu liquide les particules d'argile ne s'entassent pas en conglomérats, mais s'étalent sous forme d'un film continu.

- **Adhérence et capacité de fixation**

Lorsque les feuillets d'argile se fixent sur un support, l'adhérence qui en résulte est efficace.

- **Cavités hexagonales**

En surface des argiles, l'arrangement des oxygènes et des tétraèdres conduit à la formation de cavités de forme hexagonale, zones basales vides d'électrons, qui ont une importance notable car elles facilitent l'interaction avec des molécules ou des ions extérieurs.

La superposition des cavités hexagonales des feuillets crée un couloir électrostatique, dont le rôle peut-être déterminant en thérapeutique.

- **Echanges d'eau**

La réactivité des argiles en milieu aqueux est aussi corrélée à la capacité d'échange d'eau.

Celle-ci est plus ou moins étroitement liée à la structure :

- Eau libre entre les particules (macroporosité, capillarité, eau dite hygroscopique) ;
- Eau captée entre les différents feuillets par les ions de compensation (nanoporosité, eau dite d'hydratation), et qui permet l'écartement de ces mêmes feuillets ou « gonflement » ;
- Eau intégrée à la structure même des feuillets (hydroxyles, eau dite de constitution ou de cristallisation), qui ne sera libérée que lorsque celle-ci seront détruites, par une trop forte cuisson [1].

- **Composition chimique**

Actuellement, les chercheurs s'intéressent tout particulièrement aux échanges de macro et micro éléments véhiculés par les argiles. Les travaux de Louis Camille Maillard, avaient mis en évidence le fait que le soufre, lorsqu'il est sous forme colloïdale, peut être absorbé à 100% par les organismes vivants, contrairement à la forme neutre amorphe ou cristalline. La forme colloïdale le rendrait aussi biodisponible que lorsqu'il est ingéré dans les acides aminés soufrés. Lorsqu'elles sont en suspension, les argiles sont des colloïdes, et en tant que tels semblent servir de banque d'échange pour tous ces éléments. Des recherches portent aussi sur le rôle des argiles en tant que condensateurs énergétiques, car les charges portées par les feuillets superposés sont très proches mais ne se touchent pas. Il semblerait que les silicates d'alumine agissent à la manière de nos enzymes, orientant les molécules, facilitant leurs rencontres tout en leur imposant une forme en « 3D » particulière (stéréochimie), dans un rôle de biocatalyseurs [1].

I.6.Extraction et traitement

➤ Extraction

Les minerais d'argiles, exploités la plupart du temps à ciel ouvert, sous forme de gisements plus ou moins importants, peuvent être de couleur uniforme ou différente. Une couche rouge peut facilement se retrouver sous une couche verte, blanche ou encore jaune. Après avoir déblayé la récolte, on met à nu l'argile des éléments indésirables, étape de tri des roches diverses. Elle est ensuite sélectionnée, analysée, puis transportée sur un air de séchage en béton où on va l'étaler au soleil. Ce mode de séchage dit « naturel » va lui permettre d'emmagasiner l'énergie des rayons solaires. Elle est triée une seconde fois manuellement pour éliminer les différentes impuretés résiduelles. L'étape suivante de la récolte est le broyage afin d'obtenir une granulation homogène. Ce broyat est mouillé d'eau de source, il en ressort une pâte. Cette pâte est alors pressée entre des toiles pour en faire des "pâtons" de 10 kg. Ces derniers sont mis à sécher au soleil, puis concassés. L'argile apparaît sous forme de granulés, qui se dispersent rapidement, utilisés en usage externe. L'argile sur fine est traitée de façon à être totalement exempte de sable. Ce traitement rend sa texture plus délicate et agréable à utiliser que la précédente. Elle est obtenue par concassage dans un microniser en fine poussière. Ce processus permet d'éliminer les impuretés ayant échappé aux deux premiers triages [15].

➤ Traitement

Les argiles naissent du sol en constant mouvement. Elles apparaissent selon trois grands processus de formation, juxtaposables. Le premier est relatif à la simple décomposition des roches par érosion. Les phénomènes caractérisant une érosion des sols sont nombreux. La pluie, le vent, le gel, le dégel, les vagues et bien d'autres sont autant de phénomènes naturels à l'origine de la formation des argiles. Le deuxième processus est appelé néoformation. Ceci correspond à la formation du minéral. Par combinaison, des substances transportées par l'eau du sol vont, par combinaison, s'arranger pour former une structure minérale. Le troisième mécanisme correspond au processus de transformation des minéraux évoluant par dégradation (perte d'équilibre du sol) ou aggradation (accumulation de sédiments dans un cours d'eau par excès de transport par l'eau) d'ions minéraux argileux [13].

Les roches argileuses sont présentes presque partout à la surface de la planète, mais leurs propriétés et leur composition diffèrent selon les conditions dans lesquelles elles se sont formées. L'altération de diverses roches, de part les temps géologiques, sont à l'origine des différentes argiles. C'est un ensemble qui caractérise l'argile, le type de roche dont elle est issue, le climat, la topographie du sol,... Un climat froid provoquera une altération faible de la roche. Les minéraux

argileux auront donc une composition similaire à celle des minéraux provenant de la roche d'origine. C'est le cas des illites et des chlorites. Un climat à la fois chaud et humide va entraîner une forte hydrolyse voyant l'obtention des kaolinites et des smectites. Un climat tempéré verra un processus d'altération dit modéré s'opérer sur la roche. Il en résultera la création d'argiles de type illites, chlorites ou encore vermiculites. La topographie des sols peut également jouer un rôle dans la composition de l'argile. Une zone pentue prévoit un fort drainage de l'eau, entraînant la formation de kaolinite. Inversement, un milieu confiné, comme retrouvé dans les cuvettes, produira des smectites par phénomène de concentration. Ces différents processus de formation des argiles sont dits d'altération. Les argiles provenant de la dégradation des roches sont des argiles résiduelles. Les roches vont s'accumuler par érosion éolienne ou hydrique entraînant la formation des argiles [2].

Les argiles fibreuses quand à elles proviennent de croutes de calcaires. Ces zones présentant un climat sec, sont riches en sels. Elles peuvent se former en solution, par une richesse ionique. Une argile néoformée peut évoluer avec son milieu. La transformation va se réaliser par soustraction ou fixation d'ions. Une kaolinite peut donc devenir un chlorite des smectites, des illites [3].

I.7. Les différentes formes galéniques

Il est possible d'utiliser l'argile sous forme de poudre, de pâte, de morceaux et de comprimés ou de gélules.

➤ La poudre

Composé simple d'argile à différent forme

- argile « ultra-ventilée » : composée de grains extrêmement fins. C'est l'argile utilisée pour la voie interne.
- argile ventilée ou surfine : a un grain un peu plus épais que la précédente, utilisée pour les soins d'hygiène corporelle et de beauté (composition de shampooing faits maison, masque de beauté, soins capillaires...), on peut également s'en servir pour préparer de l'eau argileuse.
- argile fine : grains plus épais utilisés pour la confection de compresses ou cataplasmes.

➤ La pâte

Composée simplement d'argile déjà humidifiée. Elle est prête à l'emploi. Plus simple et pratique à utiliser donc plus chère !

➤ **Morceaux d'argile**

Fragmentables en plus petits morceaux, ils sont principalement utilisés pour les cataplasmes plus étendus, exigeant plus de matière. Dans certaines pharmacies ou certains magasins spécialisés, on peut trouver des Comprimés ou gélules à base d'argile. Plus confortable à avaler pour ceux que l'eau argileuse rebute un peu. Néanmoins, ces spécialités sont souvent des mélanges de différents compléments alimentaires [15].

I.8. Formes commerciales à l'officine

I.8. 1. Produits d'intérêt industriel pharmaceutique à l'étude

Une poudre de kaolin est également distribuée par le laboratoire Sigma Aldrich. Elle est étudiée en tant qu'hémostatique en post amygdalectomie. En effet l'hémorragie induite à la suite de l'opération est la principale complication rencontrée. L'étude tente de déterminer l'efficacité d'un hémostatique à base de kaolin.

I. 8. 2. Médicaments

Il existe au moins 5 spécialités médicamenteuses en France à base d'argile. Ces médicaments présentent dans leur composition en principes actifs une argile sélectionnée pour ses propriétés face aux symptômes à traiter. Ils peuvent contenir d'autres principes actifs et également de nombreux excipients.

I.9. Différentes utilisations de l'argile

I.9 .1. Bases scientifiques de l'utilisation de l'argile

I.9. 1.1 .En industrie pharmaceutique

➤ **Vétérinaire**

- **Utilisation comme excipient**

La nourriture du bétail est enrichie en argile, généralement des bentonites, comme excipient liant. Sous forme de pastilles ou comprimés, les bentonites, utilisées pour leur fort pouvoir absorbant, sont incorporées à la pâte en vue de l'épaissir. Elles forment 1,5 à 3% des rations.

- **Utilisation comme anti-infectieux et stimulant**

L'argile, de type bentonite, ajoutée à l'eau de l'abreuvoir, augmente de 20% la croissance de la laine chez les moutons s'y abreuvant. Incorporer 1kg de bentonite a 100L d'eau, laisser sédimenter, et changer l'argile une fois par an va également avoir un effet protecteur sur les infections.

- **Utilisation comme immuno-stimulant**

L'ajout de kaolin à l'eau d'élevage de truites arc-en-ciel va diminuer les pathologies branchiales par diminution des protozoaires colonisant les branchies.

- **Utilisation comme purifiant intestinal**

Une étude prouve que l'incorporation de la smectite chez le chien élimine la diarrhée dans 90% des cas.

➤ **Humaine (base diagnostique, thérapeutique)**

- **Traitement de la sphère digestive**

Les argiles, ou silicates d'alumine, sont retrouvées en pharmacie en tant que médicaments destinés à traiter certaines pathologies de la sphère digestive.

- **En orthodontie**

Une étude sur l'addition de montmorillonite aux vis des implants en orthodontie montre une meilleure intégration de ces implants aux os de la mâchoire. De plus cette association offre une plus grande stabilité grâce au mélange de nano argiles à du phosphate tricalcique enrobant la vis de titanium. La mucoadhésivité élevée et les propriétés mécaniques de la nanoargile peuvent améliorer la stabilité et l'intégration de l'implant à l'os.

- **Vecteur de nanoparticules**

Le transport ciblé de molécules médicamenteuses directement dans des cellules nécessite une structure précise telle que les vecteurs nanométriques. Ces particules nanoscopiques sont des vecteurs des médicaments prometteurs de par leur taille ajustable, leur forme, leur porosité et leurs propriétés de surface. Le potentiel des nanovecteurs comme plate forme de transport de médicaments jusqu'aux cellules a permis le développement d'une variété de systèmes : liposomes et micelles, conjugués des polymères, silicates poreux, nanoparticules magnétiques, nanofeuillets d'oxyde de graphène, conteneurs supramoléculaires et nanosphères mésoporeuses carbonée.

➤ **En agroalimentaire**

L'argile capte et élimine 81% des microcystine-LR hépatotoxines (pouvant provoquer une nécrose hépatique) présentes dans l'eau à l'état naturel. Elle peut donc être utilisée pour filtrer l'eau dans le but d'un approvisionnement en eau potable. L'alimentation des animaux d'élevage est enrichie d'argile pour absorber les aflatoxines (molécules cancérigènes) synthétisées par une mycobactérie retrouvée dans les arachides. Une étude prouve La non toxicité de la consommation

d'argile à court terme. Des essais cliniques ont été réalisés pour assurer que l'argile offre une réelle protection chez l'homme contre une exposition aux aflatoxines.

➤ **En tant qu'antipoison**

La smectite, en tant qu'antipoison, est particulièrement efficace pour adsorber le paraquat, puissant herbicide. Cette adsorption se réalise dans la lumière intestinale, dans le cas du paraquat qui subit le cycle entéro-hépatique, il peut être adsorbé lors de son retour dans le tube digestif et donc sa réabsorption intestinale sera bloquée. La smectite s'est prouvée efficace pendant dix heures après sa prise sur l'adsorption intestinale du paraquat. L'argile est également efficace contre la strychnine (1g de kaolinite peut adsorber jusqu'à 480mg de ce poison retrouvé dans la « mort aux rats »).

➤ **En association à certains médicaments**

L'argile, par ses pouvoirs absorbant et adsorbant, interagit avec les minéraux, oligoéléments, des principes actifs médicamenteux dans la lumière intestinale. Une administration concomitante de cimétidine et d'argile entraîne une fixation de la cimétidine sur les feuillets empêchant son absorption. Une étude in vitro démontre que le kaolinite de 30% la biodisponibilité de la quinine.

➤ **En association à certaines molécules**

L'argile absorbe également les métaux lourds, toxiques pour l'organisme, tels que le plomb ou le chlorure de mercure. La biodisponibilité de certains minéraux comme le fer, le magnésium ou encore le calcium peut être modifiée par la présence d'argile dans la lumière intestinale. Echangeuse d'ions, l'argile interfère avec le fer qu'elle va fixer dans le tube digestif, sous forme de complexes insolubles et libère ainsi du calcium ou du magnésium. Cela peut entraîner l'apparition d'une carence en fer et une augmentation des taux de magnésium et calcium. Une étude prouve que l'absorption de fer est diminuée par une fixation de la molécule sur l'argile. Une administration d'argile modifie la kaliémie pouvant entraîner l'apparition d'une hypokaliémie par fixation du potassium dans la lumière intestinale, empêchant son absorption [16].

II .Les kaolins

II.1.Historique :

Le mot est dérivé du mot chinois gaoling signifiant collines hautes, et qui désigne une carrière située à Jingdezhen, dans la province de Jiangxi, en Chine [17]. Le kaolin est en effet la matière première utilisée dans la fabrication de la porcelaine, découverte et invention chinoise qui a eu lieu

à Jingdezhen. La technique de fabrication de la porcelaine n'a été introduire en Occident qu'au XVIII siècle par un jésuite français, le père d'entrcolles, après qu'il en a observé, à Jingdezhen, les secrets sa fabrication [18].

II .2.Définition

Le kaolin, aussi appelé l'argile blanche, friable et réfractaire, composé principalement de kaolinite [13]. C'est un minéral naturel de la famille des phyllosilicates. Il est composé de silicate d'aluminium hydrate, sa couleur blanche lui vient de son pourcentage élevé en alumine (environ 23%). Réputé pour son pouvoir cicatrisant [19], sa structure lamellaire (en feuillets) lui donne de très bonnes propriétés couvrantes [20].

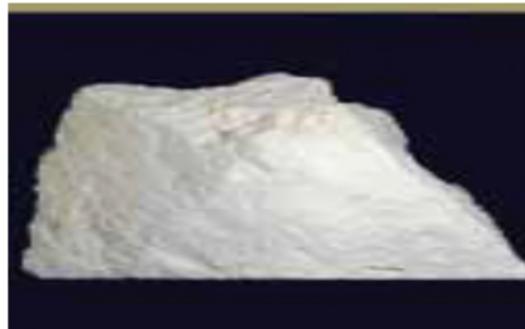


Figure 3 : Kaolin naturelle

II.3.Origine des kaolins et minéraux associés

II.3.1. Les kaolins primaires ou résiduels

La plupart des argiles et minéraux argileux proviennent de la transformation de silicates primaires ou de roches volcaniques [21]. La kaolinite provient généralement de l'hydrolyse de n'importe quel minéral ou verre silicoalumineux. Par exemple la formation de kaolinite à partir de feldspath potassique peut s'écrire :



Si le drainage de ces roches par l'eau est abondant, ce processus géochimique naturel conduit directement à la formation de la kaolinite suivant la réaction :



En revanche, si le drainage est faible, le transfert de potassium est incomplet et il se forme de l'illite selon la réaction :



Lors d'un drainage ultérieur, cette illite peut poursuivre son hydrolyse, en expulsant le potassium pour conduire alors à la kaolinite :



Des réactions analogues permettent de décrire l'hydrolyse de l'albite feldspath sodique directement en kaolinite ou en un composé intermédiaire (montmorillonite sodique). D'après Helgeson et Mackenzie toujours, dans les mêmes conditions d'hydrolyse, la formation de la kaolinite est dix fois plus rapide à partir de l'albite que des feldspaths potassique [22].

Tableau 1 : la teneur massique d'un kaolin brut.

teneur massique en %	MgO	Fe ₂ O ₃	MnO	TiO ₂	CaO	K ₂ O	SiO ₂	Al ₂ O ₃	PAF	H ₂ O
Kaolin brut	Trace	0.450	0.028	0.45	0.1	0.85	30	12	41	45

II.3.2. secondaire

Les kaolins dits secondaires ont pour origine les kaolins primaires pouvant être entraîné par les eaux de ruissellement. Ils se mélangent alors au sable et se déposent dans des fosses .Ils constituent alors des kaolins dits secondaires ou sédimentaire.

Il existe deux zones possibles pour la formation de ces dépôts :

- **En eau douce**

Si les argiles généralement chargées négativement dans l'eau, ne rencontrent pas de cations susceptibles de favoriser leur floculation, elles restent longtemps en suspension. Il s'ensuit un tri sélectif des éléments indésirables en fonction de leur aptitude à sédimenter. Les particules les plus lourdes, qui se déposent en premier, sont ainsi recouvertes par un kaolin riche en kaolinite. Les micas, sous forme de feuillets qui flottent également longtemps sur l'eau, se retrouvent alors généralement mélangés à la kaolinite [23].

- **en eau de mer**

Au contact de l'eau de mer, riche en cations, près de 90% des argiles chargées négativement floculent .Ces dépôts, qui forment alors des bouchons constitués de kaolinite impure, sont communément appelés argiles kaolinitiques (mélanges avec d'autres éléments tels que les micas, le quartz, le pyrites... etc) [24].

II .4. Structure du kaolin

La kaolinite possède une structure assez particulière de type feuillet dans une poudre sèche, c'est le grain qui constitue la particule élémentaire de matière solide ; il peut être caractérisé par un procédé quelconque de séparation granulométrique. Le grain de kaolinite possède la particularité d'être constitué par un groupement. Le feuillet est la partie élémentaire de l'hydrosilicate d'alumine ou de kaolinite, d'où également l'appellation de phyllosilicate ou silicate lamellaire. Les groupements de feuillets dans des agrégats peuvent être isolés ou orientés dans le cas d'une dispersion idéale en milieu liquide. La kaolinite à agrégats orientés possède des propriétés intéressantes, elle a en particulier une influence sur la cristallisation des phases principales pendant l'élaboration des matériaux. La kaolinite est constituée d'une couche tétraédrique et octaédrique. La couche tétraédrique est formée par la liaison de tétraèdre SiO_4 dans un arrangement hexagonal. La base des tétraèdres est approximativement coplanaire, et leurs sommets pointent dans la même direction. Les oxygènes apicaux sont liés à des ions (OH^-) localisé par-dessus le centre des hexagones pour former la couche octaédrique. La couche octaédrique est formée par des octaèdres d' $\text{AlO}_2 (\text{O}_4)_4$. L'aluminium est l'élément le plus courant en position octaédrique. Les couches successives tétraédriques et octaédriques sont superposées de façon à former la structure de la kaolinite [25].

II.5. Propriétés du kaolin

Les propriétés du kaolin sont présentées dans le tableau 2

Tableau 2 : Les propriétés générales du kaolin [24].

propriétés	valeur
masse volumique (g/cm ³)	2.6.-2.63
dureté (mohs)	2-2.5
coefficient de dilatation linéaire	(20-7.-00°) $5-7.10^{-3}$
conductivité thermique (cal/cm. s. °C)	$4-5.10^{-3}$
température d'utilisation (°C)	1400
résistance de flexion (kg/cm ²)	50-210

II .5.1. Propriétés physico-chimiques

Ces propriétés ont été largement étudiées par (Cases et al. 1982 et Murray, 1991). La kaolinite est considérée comme :

- Un minéral non gonflant.
- Faiblement biréfringente, l'indice de réfraction moyen est de 1.56 (Bundy, 1993).
- Les cristaux élémentaires se présentent sous forme de plaquettes hexagonales.
- PH neutres ou basiques.
- Chimiquement inerte dans un domaine relativement large de pH (4 à 9).
- Blancheur élevée.
- Bon pouvoir couvrant (utilisation comme pigment).
- Doux et non abrasif.
- Plastique, réfractaire.
- Faiblement conducteur à la fois de chaleur et d'électricité [20].

➤ **Capacité d'échange cationique**

La capacité d'échange cationique (CEC) est une mesure de la capacité d'une argile à échanger des cations compensateurs. Elle dépend à la fois de la charge permanente et de la charge variable. Elle mesure, en effet, le nombre de cations monovalents qu'il est possible de substituer aux cations compensateurs (Li^+ , Na^+ , Ca^{2+} , K^+ ou Mg^{2+}).

En général, pour les argiles présentant des cations échangeables comme par exemple le Na^+ de la montmorillonite, la CEC peut être considérée comme équivalente à la charge totale présente sur la surface.

II.6. Composition chimique

La formule chimique du kaolin est ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ce qui correspond aux teneurs massiques suivantes: 36.53% d' Al_2O_3 , 46.50% de SiO_2 et 13.95% de H_2O ; sa masse molaire est de 258g. Ces rapports changent selon le degré de pureté du kaolin. On considère le kaolin celui qui contient 45.5% en pourcentage massique d'alumine, et qui est rare dans le meilleur type de la nature.

II.7. Structure cristalline

La kaolinite se trouve dans la nature sous forme de feuillets constitués par l'association d'une couche octaédrique Al sous-jacente à une couche hexagonale de tétraèdre de Si. Les sommets des octaèdres, qui ne sont pas reliés aux tétraèdres de silicium sont occupés par des ions hydroxydes (OH^-).

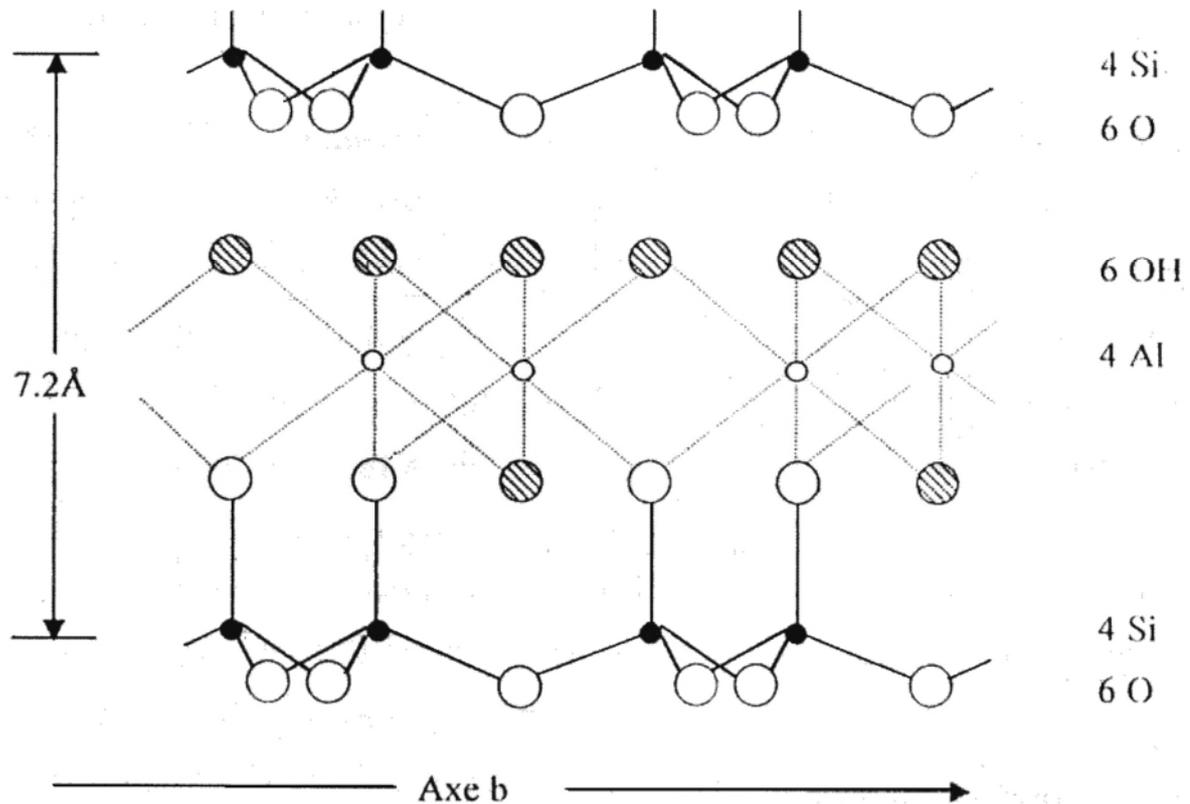


Figure 4. Structure cristalline de la kaolinite ((OH)₈Al₄Si₄O₁₀) [26]

II.8. Humidité du kaolin

Dans le kaolin, l'eau existe sous deux formes différentes :

- **Eau d'absorption (eau hygroscopique)**

C'est l'eau qui est retenue physiquement par adhérence aux particules argileuses. Elle ne rentre pas dans la formule du kaolin. Durant le chauffage, elle s'évapore sans aucune modification de sa forme cristalline.

- **Eau de constitution**

C'est l'eau indiquée dans la formule du kaolin. Quand on chauffe l'argile au-dessus de 400°C, le réseau cristallin sera modifié et l'argile deviendra amorphe [19].

II.9. Extraction du kaolin

L'extraction du kaolin est réalisée à ciel ouvert, essentiellement de deux manières en fonction de l'homogénéité du gisement :

- à l'aide d'engins mécanisés (pelles, scrapers).
- à l'aide d'une lance, ou monitor qui envoie un jet d'eau très puissant sur le front de taille, désintégrant le tout-venant qui est pompé vers l'installation de traitement.

Le tout venant peut-être ensuite épuré selon trois processus différents :

- par voie sèche avec classification dans l'air (désintérateur, sélecteur pneumatique), Mais cette voie est peu utilisée.
- par voie humide avec classification dans d'eau (délayage – délitage et sélection par Centrifugation).
- par voie mixte (voie humide jusqu'à 40 microns, puis voie sèche en dessous pour obtenir des kaolins plus fins).

II.10. Traitement du kaolin

Compte tenu de la sensibilité du processus de kaolinisation à la modification des niveaux de circulation hydrothermale, aux variations de température dans la masse granitique et aux hétérogénéités de composition du granite, un kaolin présente généralement des caractéristiques différentes dans le même gisement. Pour avoir un produit commercialisable, aux propriétés constantes, il faut donc lui faire subir après extraction toute une série de traitement [27].

Un kaolin commercialisé satisfait généralement les conditions suivantes :

- Rester blanc après cuisson à 1400°C ;
- Présenter un diamètre maximum des grains (généralement de 20 µm) chose, qui n'existe pas 50-63µm.
- Contenir au moins 80% en poids de kaolinite.

Plusieurs études ont été faites au sujet du comportement du kaolin au cours d'un traitement thermique. La première étape dans cette série de transformation est la réaction endothermique située dans le domaine de température entre 450-600°C. Cela est dû en effet au dégagement de la totalité de l'eau de structure, comprise dans la kaolinite contenue dans le kaolin avec la formation d'une kaolinite déshydroxylée définie comme la méta kaolinite ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$). s'agissant de la réaction exothermique située dans la limite du 980°C, elle représente un point d'inflexion chez les différents chercheurs. Le premier groupe suppose que cette réaction est due à la formation de l'alumine phase spinelle (Al_2O_3) [28], mais d'autres supposent la nucléation de la mullite et spinelle en même temps, le deuxième groupe suppose uniquement la nucléation de la mullite mais la supposition du premier groupe est prédominante. Donc la transformation entre 1100-1200 °C est due à la formation du mullite ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$), cela ne traduit pas que la formation du mullite commence à partir de 1100°C, mais peut être à des températures inférieures de 1100°C [29].

II.11.L'utilisation du kaolin

Le kaolin a de très nombreuses applications industrielles, dont les principales sont la fabrication du papier et la céramique. Le kaolin est l'un des constituants essentiels il est principalement composé de kaolinite (50-80%) qui est un silicate d'alumine hydraté, il est souvent utilisé pour donner de la blancheur et de l'éclat dans les céramiques, les peintures, les papiers de haute qualité : il apporte en effet certaines propriétés au produit fini (en particulier la blancheur et les qualités mécaniques) et il permet souvent d'en abaisser le coût.

II.11.1.Principaux usages industriels du kaolin

Le kaolin peut être utilisé comme :

- **Charge** : Charge minérale du papier, caoutchouc, plastique, polymères, adhésifs, textiles, linoléum.
- **Couchage** : Couchage de papier, peinture, encre.
- **Matière première** : Catalyseur, fibre de verre, ciment, industries des bâtiments, céramique, plâtre, filtres émaux, fonderie, production des composés chimiques d'Aluminium, production des zéolites.
- **Diluant, adsorbant ou transporteur** : Polissage, vecteur de médicament, engrais, insecticides, détergents, produits pharmaceutiques, produits de beauté [30].

II.11.2.Utilisation moderne pharmaceutique

Dans le secteur pharmaceutique, le kaolin est employé comme diluant et complément dans des médicaments et cataplasme, comme par exemple en mélange avec de la morphine. Les propriétés absorbantes du kaolin peuvent réduire le taux auquel un médicament est libéré dans le corps et même la quantité réelle absorbée par le corps. La quantité de kaolin dans des applications absorbantes, autour de 25% dans des poudres de saupoudrage, et jusqu'à 55% dans le cataplasme [18].

a)Les applications médicales et cosmétiques

Le kaolin a une longue tradition d'utilisation dans des applications médicales et cosmétiques. Ces marchés exigent des niveaux élevés de pureté [18].

b) Produit de beauté

Le kaolin est utilisé en produit de beauté comme fond de teint. Les fonds de teint sont un mélange de poudre teintée et parfumée employée pour améliorer l'aspect de peau. La quantité de kaolin dans un fond de teint peut changer seulement de 3 % dans une poudre lâche à 10 % dans un gâteau, serré, ou la formulation lourde. Le kaolin est concurrencé par le carbonate de calcium

précipité(PCC) comme remplisseur en produits de beauté, mais le kaolin est encore considéré comme de loin supérieur dans cette application. Le kaolin est aussi utilisé dans la formulation de rouge à lèvres [19].

II.11.3. Autres utilisations du kaolin

Le kaolin entre dans la composition de nombreux autres produits, mais en faible tonnage : additifs de nourriture, encres, adhésifs, pharmacie, agent catalyseurs, agents blanchissants, absorbants, produits phytosanitaires, textiles, revêtements de sol, fonderie... [31].

II.12. Spécification des kaolins de pharmacopée

Le kaolin peut contenir des micro-organismes ; pour cette raison, le kaolin utilisé dans ces applications est stérilisé. Cette stérilisation est habituellement effectuée par le fabricant plutôt que le producteur de kaolin. On s'assure par ailleurs de faibles taux en métaux lourds tels que Pb, As ou Cd. Le kaolin est séché à une humidité de 10% et stocké dans un compartiment adapté habituellement d'environ 200 tonnes. Une fois approuvé par laboratoire de contrôle de qualité, Le kaolin est transféré à un silo équipé d'un moulin d'attrition à gaz. Ceci ramène le kaolin à l'état de poudre homogénéisée fine et ramène simultanément l'humidité à moins de 1.5% [31].

Partie II : Protection dentaire

II.1 .Définition des dents

Les dents sont des structures vivantes et minéralisées, de couleur blanc ivoire. Grâce au parodonte, elles sont insérées dans l'os alvéolaire de la mâchoire, dessinant deux arcades dentaires en forme de fer à cheval. On peut les diviser en 3 parties : la racine et la couronne, séparées par le collet [32,33].

- La **couronne** est la partie visible de la dent, qui dépasse de la gencive.
- Le **collet** représente la limite entre la couronne et la racine.
- La **racine**, non visible, est cachée par la gencive. Elle ancre la dent dans l'os alvéolaire [33 ,34].

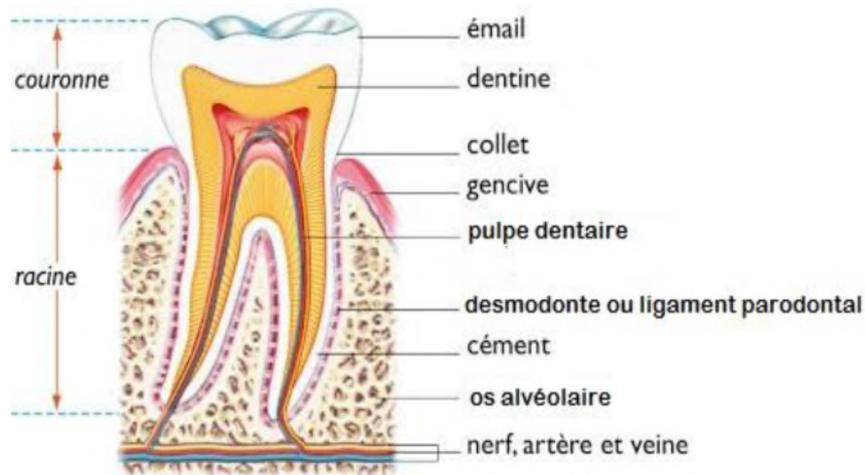


Figure 5 : coupe d'une dent.

II. 2 .Les différentes classes de dents

On distingue chez l'homme 4 classes de dents. Chacune a un rôle spécifique en relation avec sa localisation sur l'arcade dentaire, et en fonction de sa morphologie. Les dents temporaires et permanentes ont des formes et des fonctions similaires. Outre leur rôle dans la mastication, les dents participent à la phonation (prononciation articulée), à l'esthétique du visage par le sourire et en servant de soutien aux joues, lèvres, ... [34].

- **Incisives**

Les incisives n'ont qu'une racine. Elles ont une forme de pelle avec un bord étroit et incisé comme une lame. Elles travaillent avec les incisives de la mâchoire opposée en tranchant l'une contre l'autre comme des ciseaux [32].

- **Canines**

Les canines ont une longue racine, et une forme pointue adaptée pour percer, déchirer, dilacérer [35].

- **Prémolaires**

Elles ne sont présentes que dans la dentition permanente. Intermédiaires entre les canines et les molaires, à la fois par leur forme et leur localisation, elles ont 1 à 2 racines. Les prémolaires agissent en complément des canines pour déchirer, et assistent les molaires dans la mastication. En effet, elles ont une surface occlusale (surface qui fait face aux dents situées sur la mâchoire opposée) qui comporte des saillies que l'on appelle cuspides, et qui serviront à broyer et à écraser le bol alimentaire [36].

- **Molaires**

Ce sont les dents les plus volumineuses, elles ont une grande surface occlusale et une forte implantation radiculaire par 2, 3, ou 4 racines. Elles jouent un rôle dans la mastication en écrasant et en broyant les aliments [36].

II.3. Formule dentaire

Chaque denture a une formule dentaire. Pour cela, on utilise une lettre qui représente le type de dent (I pour incisive, C pour canine, P pour prémolaire et M pour molaire), suivie d'une fraction qui représente le nombre de dents. On divise la cavité buccale en 4 hémiarcades, ainsi

- Le numérateur représente le nombre de chaque type de dents par hémiarcade supérieure
- Le dénominateur représente le nombre de chaque type de dents par hémiarcade inférieure [36].

II.4. Les tissus dentaires

La dent humaine se compose de plusieurs éléments dont

- **Email**

Le plus minéralisé et le plus dur de tout le corps humain. Il recouvre la partie de la dent exposée à l'environnement buccal, et la protège contre les contraintes mécaniques et les agressions chimiques.

- **Pulpe**

C'est un tissu mou fortement vascularisé et innervé, au centre de la dent, à partir duquel se fait la dentinogénèse. C'est le plus sensible des tissus dentaires ; il peut se nécroser.

- **Dentine**

Elle constitue avec la pulpe la plus grande partie de la dent ; elle est recouverte dans sa partie coronaire par l'émail. En contact avec la pulpe, elle est formée notamment d'odontoblastes, cellules spécialisées se prolongeant depuis la pulpe dans les tubules dentinaires. Peu minéralisée, sa partie organique est formée surtout de collagène.

- **Cément**

C'est un tissu minéralisé recouvrant la racine. Tissu conjonctif spécialisé, le moins dur des trois tissus dentaires durs. S'il est mis à nu au niveau des collets, il s'usera rapidement [37].

II.5. Quelques conseils

La conservation de la santé bucco-dentaire passe par :

- Un brossage efficace et régulier.
- Une alimentation saine et variée, pauvre en sucres, avec des repas équilibrés et pris de façon régulière (3 repas et 2 collations pendant la grossesse), sans grignotage.
- Un suivi régulier une fois par an par un chirurgien-dentiste, qui a aussi un rôle dans la prévention des maladies.
- L'arrêt du tabac et la réduction de la consommation d'alcool aboutissent à une réduction des risques de cancer buccal et de parodontopathies.
- La consommation de fruits et de légumes joue un rôle protecteur contre les cancers de la bouche.
- Une supplémentation en fluor

Le fluor renforce les tissus dentaires et protège des caries, il peut agir de deux manières.

- Avant l'éruption des dents, pendant leur formation, le fluor administré par voie générale (eau, sel, comprimés) intervient au niveau des cellules responsables de la formation de l'émail et de la dentine et il s'incorpore à ces tissus, les rendant ainsi moins solubles. Un surdosage en fluor apporté par voie systémique pendant la période de minéralisation des dents peut provoquer une fluorose qui se manifeste par des tâches blanches ou brunes inesthétiques sur les dents.
- Après l'éruption des dents, le fluor apporté de façon locale grâce aux dentifrices, aux bains de bouche, aux vernis, aux gels a une action anticariogène de deux manières.
- Il limite la déminéralisation et favorise la reminéralisation en précipitant sous forme de microcristaux dans les zones déminéralisées.
- Il inhibe le métabolisme des bactéries cariogènes.

Les données récentes de la littérature [38]. Indiquent que l'efficacité du fluor serait supérieure lorsqu'il est donné par voie topique, après l'éruption des dents. Elles mettent l'accent sur l'importance d'un apport faible mais régulier de fluor dans la cavité buccale.

Ainsi, la supplémentation systématique chez la femme enceinte, préconisée précédemment, ne se justifie plus

II.6. Les maladies dentaires

II.6.1. Maladies bucco-dentaires

➤ L'érosion

L'érosion dentaire se définit comme une dissolution des tissus minéralisés sous l'action de substances chimiques. Sa survenue est liée à l'attaque acide provoquée par les vomissements matinaux ainsi que par les reflux gastro-oesophagiens, et par la consommation fréquente d'aliments et surtout de boissons acides. Le liquide gastrique (très acide) ou les acides apportés par l'alimentation provoquent une dissolution de l'émail voire de la dentine. Pour prévenir cette déminéralisation, il est nécessaire d'éviter tout brossage après un vomissement mais préférer un rinçage à l'eau couplé à du bicarbonate de sodium, et de réduire les aliments très acides (agrumes, vinaigrette, sodas, jus de fruits ...) [39].

➤ La carie

C'est une destruction localisée et progressive des tissus dentaires durs évoluant plus rapidement à travers la dentine. Le résultat de cette destruction est la formation d'une cavité de profondeur variable selon l'atteinte. La carie peut atteindre la pulpe donnant alors une pulpite caractérisée cliniquement par une douleur violente, localisée, résistante aux antalgiques. La carie est donc une maladie infectieuse, transmissible.

Selon P. KEYES, la carie résulte de l'association de 4 facteurs L'hôte avec la salive et la surface dentaire.

- La plaque dentaire avec les bactéries.
- Le régime alimentaire avec les sucres métabolisables par les bactéries.
- Le temps [40].

II.6.2. Maladies parodontales

Selon l'ANAES, « les maladies parodontales ou parodontopathies peuvent être définies comme des maladies infectieuses multifactorielles. Elles sont caractérisées par des symptômes et des signes cliniques qui peuvent inclure une inflammation visible ou non, des saignements spontanés ou provoqués d'importance variable, la formation de poches en rapport avec des pertes d'attache et d'os alvéolaire, une mobilité dentaire et peuvent conduire à des pertes des dents (accord professionnel) » [41]. Les maladies parodontales touchent dans un premier temps la partie superficielle du parodonte, la gencive, et dans un deuxième temps le parodonte.

- **Les facteurs de risques**

- *Les facteurs de risques généraux*

- Facteur nutritionnel avec des carences sévères en vitamine A, C, D, P, B.
- L'âge : l'altération des tissus gingivaux débute dès 30 ans et est à son maximum à 50 ans.
- Le sexe : les maladies parodontales sont plus précoces chez les femmes par l'influence des hormones progestérone et oestrogène qui favorisent l'apparition de *Prevotella intermedia* entraînant une neutropénie transitoire.
- Le stress peut engendrer une baisse de la vascularisation locale, de la sécrétion salivaire, des modifications du système immunitaire ou un déséquilibre endocrinien.
- Les maladies générales : le diabète déséquilibré, la mononucléose, les maladies endocriniennes, le SIDA... entraînent des modifications immunitaires ou tissulaires.
- Les médicaments tels que les antiépileptiques, la nifédipine, les cyclosporines, les anti-inflammatoires non stéroïdiens perturbent le métabolisme tissulaire ou le fonctionnement du système immunitaire.

- *Les facteurs d'irritation*

- L'hygiène bucco-dentaire : lorsque celle-ci est déficiente, la plaque dentaire s'accumule créant ainsi une zone d'irritation favorisant la maladie parodontale.
- Le tabac par les variations qualitatives de la flore.
- La gingivite

La gingivite est une inflammation du parodonte superficiel c'est à dire de la gencive. Elle est due à l'accumulation de plaque dentaire formant un biofilm bactérien favorable à la prolifération microbienne [43]. Elle se caractérise par une gencive rouge, gonflée, douloureuse, saignant lors du brossage ou spontanément, associée à une mauvaise haleine (halitose) persistante. Ces signes peuvent être localisés ou généralisés à l'ensemble de la gencive. Sa fréquence est corrélée au niveau socioprofessionnel, à l'état dentaire préalable et au degré d'hygiène bucco-dentaire préalable (10 à 70% selon les auteurs) [44].

- **La parodontite**

Il s'agit de lésions inflammatoires qui entraînent la destruction des tissus de soutien de la dent (os alvéolaire, ligament alvéolo-dentaire).

On distingue quatre types de parodontites :

- Parodontites de l'adulte.

➤ Parodontites à début précoce : Prépubertaires (généralisées ou localisées), Juvéniles (généralisées ou localisées), Lésions à progression rapide.

- Parodontites associées à des maladies systémiques, par exemple le VIH.
- Parodontites ulcéro-nécrosantes.
- Parodontites réfractaires.

Les signes cliniques sont identiques à ceux de la gingivite mais le signe pathognomonique est la formation de poche. La poche parodontale correspond à l'approfondissement pathologique du sulcus (sillon entre la gencive et la dent) gingival.

En cas de poches gingivales importantes, des mobilités dentaires apparaissent obligatoirement et parfois des abcès parodontaux. Le traitement est identique à celui de la gingivite auquel il est nécessaire d'ajouter une réévaluation de la denture permettant de déterminer les dents à conserver ou à extraire. Un surfaçage radiculaire ainsi qu'un curetage parodontal sont systématiques

- **Abcès**

Un abcès est une accumulation de pus liée à une infection localisée. Il peut s'observer au cours d'une maladie parodontale. Les signes cliniques sont :

- Le gonflement et la rougeur de la gencive.
- La mobilité de la dent, ainsi que sa sensibilité.
- La suppuration.
- La présence possible de douleur, adénopathies et fièvre.

Suivant sa localisation, on distingue [46].

- l'abcès gingival qui se limite à la gencive marginale et aux papilles interdentaires.
- l'abcès parodontal qui touche le ligament parodontal et l'os alvéolaire.
- l'abcès péri-coronaire (péricoronarite) qui se situe sur une dent en cours d'éruption, comme par exemple aux niveaux des dents de sagesse.

- **Le tartre**

Le tartre est une substance dure qui adhère aux surfaces dentaires. Il apparaît lorsque la plaque dentaire, abondante, s'est minéralisée, c'est-à-dire qu'elle a été calcifiée par des phosphates de calcium d'origine salivaire [47].

II .7.Les produits de traitement dentaire

II.7.1.Les produits naturels

➤ **L'huile essentielle de girofle pour soulager le mal de dents**

L'huile essentielle de girofle contribue à neutraliser la douleur dentaire. Tamponnez la dent douloureuse avec un peu d'huile essentielle de girofle. Au contact, vous pourriez ressentir un léger picotement. Si le picotement est trop vif, rajoutez un peu d'huile végétale afin de diluer l'huile essentielle de girofle et appliquez la solution de nouveau sur la dent. L'huile de girofle possède de remarquables propriétés antibactériennes, en plus d'engourdir la douleur, d'où sa popularité pour soigner les maux de dents. C'est qu'elle renferme de l'eugénol, substance qui agit comme anesthésique local. Plusieurs recherches ont été menées sur l'efficacité de l'huile de girofle comme anesthésique local [48].

➤ **La pâte de gingembre et de piment de Cayenne pour apaiser un mal de dents**

Vous pouvez également préparer une pâte composée de gingembre en poudre et de piment de Cayenne. Mélangez ces deux ingrédients avec un peu d'eau, imbibe de cette pâte un petit tampon d'ouate que vous déposerez ensuite sur la dent douloureuse. Vous pouvez aussi utiliser chacune de ces épices individuellement: elles agissent toutes deux contre la douleur liée aux maux de dents. Évitez toutefois le contact direct avec la gencive, ce qui pourrait l'irriter davantage.

➤ **Infusion de myrrhe**

Rincer la bouche avec une infusion de myrrhe pour apaiser la douleur dentaire. Cette plante astringente soulage l'inflammation en plus de détruire les bactéries.

➤ **Infusion de menthe poivrée pour engourdir la douleur liée au mal de dents**

En plus d'être agréable au goût, l'infusion de menthe poivrée aide à apaiser la douleur.

➤ **Solution d'eau oxygénée à 3%**

Pour détruire les bactéries et atténuer la douleur dentaire, rincer la bouche avec une solution d'eau oxygénée à 3%. Ce traitement pourrait vous soulager temporairement si votre mal de dents s'accompagne de fièvre et d'un mauvais goût dans la bouche.

➤ **Eau salée**

Diluer une cuillerée à thé de sel dans un verre d'eau tiède et rincer la bouche pendant 30 secondes avec cette solution salée avant de la recracher. L'eau salée agit comme désinfectant sur la région de la dent malade et fait sortir une partie du liquide qui cause l'enflure.

➤ **Thé noir**

Appliquer sur la dent malade un sachet de thé noir .Les tannins astringents du thé noir pourrait contribuer à soulager l'enflure et la douleur.

➤ **Dentifrice naturel pour dents sensibles**

Utilisez un dentifrice naturel pour dents sensibles. Ce genre de produit est particulièrement efficace pour les personnes dont les gencives se rétractent; il soulage la douleur causée par le contact d'aliments chauds ou froids avec la racine. La récession des gencives a pour effet d'exposer la dentine, partie de la dent se trouvant sous l'émail et qui est particulièrement sensible.

➤ **Huile essentielle de camomille pour calmer le mal de dents**

Deux fois par jour, versez une ou deux gouttes d'huile de camomille sur un coton et tamponnez la gencive. Cette huile de couleur bleue a un effet apaisant sur la peau et les muqueuses irritées à proximité des dents [49].

II.8. Les produits médicaux

➤ **Les antalgiques**

En cas de douleurs bucco-dentaires, il est possible de prescrire à la patiente du paracétamol. Les anti-inflammatoires non stéroïdiens sont à éviter au long cours entraînant la fermeture prématurée du canal artériel.

➤ **Les antibiotiques**

Les antibiotiques dès que nécessaire, en privilégiant la pénicilline (Amoxicilline, Acide clavulanique-Amoxicilline) ou les macrolides en cas d'allergie à la pénicilline (Erythromycine, Spiramycine) [50].

II.9. Les produits de traitement dentaire à base de kaolin et d'argile

• **Les bains de bouche**

Les bains de bouche sont des solutions aqueuses ou hydroalcooliques, destinées à être mises au contact (usage local) de la bouche et des gencives. Indiqués en complément d'une hygiène buccodentaire régulière (brossage), sans toutefois la remplacer, ils sont utilisés soit en prévention des caries, des maladies parodontales ou encore pour rafraichir l'haleine, soit en curatif, prescrits après extraction dentaire ou chirurgie buccale par exemple. Ils contiennent un principe actif (souvent antiseptique), de l'eau, parfois de l'alcool, des tensio-actifs, des arômes et des édulcorants (notamment du xylitol).

- **Les dentifrices**

Les dentifrices sont des préparations utilisées à l'aide d'une brosse à dents pour nettoyer les dents par frottement en éliminant plaque dentaire et débris alimentaires. Ils existent sous différentes formes. La pâte (préparation avec une forte proportion de poudre qui y est dispersée) est la plus largement utilisée, on retrouve également les gels, les poudres et les liquides [49].

- **Cataplasme**

Pour traiter la carie et la douleur dentaire on enveloppe la dent dans de la pâte d'argile à bonne température pour ne pas exciter le nerf inflammé par le froid. Renouveler dès que la douleur réapparaît. Impératif; arrêter toute consommation de sucre [51].

- **Le cicatrisant et le décongestionnant**

L'argile contribue ainsi à lutter, et parfois éliminer, la pyorrhée alvéolaire, les gingivites et autres [51].

Chapitre II

Introduction

Pour réaliser notre travail, nous avons utilisé le kaolin de Tamazert provenant de la région d'el-Milia.

La démarche expérimentale adoptée durant notre travail, consiste à effectuer des manipulations suivantes :

- Broyer et tamiser le kaolin

I- Formulation d'une poudre dentaire

I.1.Définition de la poudre dentaire

La poudre dentaire est un mélange de substance pulvérisées, constituées des poudres abrasives et d'éléments astringents et calmants; ces poudres sont parfumées par des huiles essentielles [52].

I.2.Protocol de préparation de la poudre dentaire

le substance	la quantité	le rôle
kaolin	100 g	C'estépaississant assurent les propriétés rhéologiques du produit et évitent la sédimentation de l'abrasif [53]
		Le bicarbonate sert à beaucoup de choses, pour l'hygiène et l'entretien notamment. Il polit l'emaile et rend les dents blanches en éliminant les taches. Le

bicarbonate de soude	100 g	<p>bicarbonate de sodium est un ingrédient presque parfait pour un dentifrice en raison de sa compatibilité biologique, son caractère courant et, surtout, sa faible abrasivité et l'agent polissant le moins abrasif et qu'il est très soluble dans l'eau. Il agit ainsi en douceur sur l'émail, la dentine et les tissus délicats. Il préviendrait aussi l'apparition des caries en éliminant les bactéries qui en sont responsables. L'action du bicarbonate certes mécanique mais elle est aussi chimique. Il agit sur les dépôts dentaires. En effet, le bicarbonate va réagir chimiquement avec le tartre et provoquer une action de neutralisation de celui-ci. C'est un abrasifs nettoient les dents par abrasion [54].</p>
----------------------	-------	-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

feuilles de framboise séchées	10 g	Les feuilles de framboisiers sont particulièrement efficaces : en gargarismes si vous avez des maux de gorge, en bains de bouche si vous souffrez d'aphtes, en lotion sur les ulcères et en application sur les yeux irrités [55].
herbes aromatique séchées (selon les préférences : menthe verte, sauge, fenouil, menthe poivrée, et eucalyptus globoulus	5 g	C'est un antibactérien, agit sur les voies respiratoires (asthme, bronchites), les infections biliaires est les infections des voies urinaires [56].
poudre de myrrhe	5 g	C'est une antibactérienne utilisée pour traiter les inflammations des muqueuses bucco-pharyngées (aphte, gingivites) [57].

les feuilles rumex crépu séché	5 g	Rumex crépu est une plante à fleurs de la grande famille des polygonacées elle est antibactérienne [58].
huile essentielle menthe ou sauge ou fenouil, selon le choix d'herbe aromatique ou eucalyptus globulus	5 gouttes	L'huile essentielle possède des propriétés bactéricides, antiseptiques (efficace contre les puces, elle est utilisée dans les colliers insecticides pour animaux). Mais elle a pour principal débouché l'industrie pharmaceutique en raison de propriétés antiasthmatique. On l'utilise aussi comme aromatisant pour masquer le goût de certaines préparations pharmaceutiques [59].

I.3.Mode opératoire de formation d'une poudre dentaire :

- **Nettoyage des matières végétales**

Nous avons nettoyé les feuilles de framboise, de rumex crépu, d'eucalyptus par l'eau pour éliminer les impuretés sur les feuilles.

- **Taux d'humidité**

On a séché une masse de 2g pour les feuilles de rumex (m_0) et 4g pour les feuilles de framboise dans une étuve (3 h à 105°C) jusqu'à l'obtention d'un poids constant puis on pèse l'échantillon (m_1).

***La formule de l'humidité (H%) :**

$$H (\%) = (m_0 - m_1) / m_0 * 100$$

- **Séchage des feuilles :**

Après le nettoyage nous avons passé au séchage cinétique par micro-onde de 10g de feuille de framboise pendant 4 min à une puissance de 300W, à chaque 10s on mesure la masse des feuilles jusqu'à la stabilisation de la masse constante. De la même manière, on a séché les feuilles de rumex crépu mais cette fois-ci à en masse de 5g. ce qui concerne l'eucalyptus ce dernier séché à l'étuve à une température de 103 °C pendant 3h. Puis on les fait passer ces feuilles séchées dans un moulin à café électrique pour les transformer en poudres.

- **Tamisage :**

Afin d'avoir la même taille de particule, on a fait passer les poudres (kaolin, bicarbonate de soude, feuille de framboise, myrrhe, feuille de rumex crépu, feuille d'eucalyptus) par 3 tamis de 1mm, 67µm, 45µm. A la fin, nous avons obtenu des poudres fines de diamètre 45µm.

- **Elaboration de la poudre dentaire :**

Après toutes ces étapes, on a mélangé le kaolin et le bicarbonate de soude dans un récipient, puis on a ajouté les autres poudres secs l'une par l'autre et on a mélangé le tout à l'aide d'un fouet métallique et pour bien aérer le mélange on a ajouté 5 gouttes de l'huile essentielle d'eucalyptus globulus, puis on a couvert le récipient avec un torchon et laissé reposer le mélange une nuit entière pour obtenir la consistance voulue. Le matin, on a mis notre poudre dentaire dans un flacon stérilisé par l'autoclave à 121 °C pendant 20 min.

Préparation de la poudre dentaire

- Elle est homogène.
- Les particules ont la même taille parce qu'on l'a tamisé avec un tamis de 45µm.
- Elle a une couleur marron.

II. Caractérisation de la poudre dentaire

L'objectif de cette partie est de présenter les différents matériels et méthodes utilisés lors de cette étude, afin de caractériser la poudre dentaire, à savoir :

- ✓ La spectrophotométrie UV-visible qui permet de mesurer l'absorbance d'une solution à une longueur d'onde donnée.
- ✓ La spectroscopie infrarouge permet d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans les matériaux

II.1. Matériel utilisé

En plus du matériel de caractérisation, d'autres matériels utilisés :

Tamiseuse : l'opération de tamisage a été réalisée à l'aide d'une tamiseuse de marque FRITSCH équipée d'une série de tamis AFNOR de différentes dimensions ;

Balance : toutes les pesées ont été réalisées sur une balance analytique de marque SCALTEC SBC32, d'une précision de $+0.0001\text{g}$;

Micro-onde : on a utilisé une micro-onde de marque condor pour le séchage.

Broyeur : l'opération de broyage a été réalisée à l'aide d'un broyeur électrique moulin à café de marque

La centrifugeuse : est un procédé de séparation des composés d'un mélange en fonction de leur différence de densité en les soumettant à une force centrifuge. Le mélange à séparer peut être constitué soit de deux phases liquides, soit de particules solides en suspension dans un fluide. La marque NF 200

II.2. Les méthodes de caractérisation

II.2.1. Analyse UV-visible

La spectrophotométrie est une méthode analytique quantitative qui consiste à mesurer l'absorbance ou la densité optique d'une substance chimique donnée, généralement en solution.

- **Technique expérimentales**

a. Matériels, réactifs, appareil

- Kaolin en poudre
- Acide chlorhydrique (HCl) à 30 %
- Eau distillée
- Bêchers
- Centrifugeuse
- Fiole jaugée

b. Préparation de la solution pour l'analyse de UV-visible

- 100 mg de kaolin
- Sous la hotte 10 ml HCl est ajoutée. Et laissé pendant 30 min
- A l'aide d'une centrifugeuse, la solution préparée est centrifugée à 3000 tr/min pendant 10 min
- La solution surnageant est récupérée, et mise dans une fiole jaugée
- Le culot est remis dans 5 ml d'eau distillé et centrifugé

II.2.2. Analyse par spectrométrie infra-rouge à Transformée de Fourier

L'analyse par spectrométrie infrarouge à Transformée de Fourier est une méthode complémentaire à la diffraction X pour l'étude des matériaux mal cristallisés

III.3. Les tests réalisés pour contrôler la poudre dentaire

III.3.1. Potentiel Hydrogène (pH) :

Le pH est déterminé à l'aide d'un pH-mètre. Le PH donne une indication sur la l'acidité d'une substance. Il est déterminé à partir de la qualité d'ions d'hydrogène hydronium (H^+) ou d'ions hydroxyde (OH^-) contenus dans la substance [60]

Pour mesuré le pH de la poudre dentaire on a met dans un bécher 1g de poudre dentaire et 100 ml d'eau distillée et on a met sous l'agitation et après y avoir on a mesure son pH à l'aide pH-mètre

III.3.2. Recherche de l'activité antibactérienne de la poudre dentaire

Souches bactériennes

Pour étudier l'activité antibactérienne de la poudre dentaire que nous avons préparé lors de cette investigation, 05 souches bactérienne ont été testées, il s'agit de : *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 27953, *Escherichia coli* ATCC 25922, *Salmonella* sp, *Serratia* sp. Et *Pseudomons* sp. Ces souches bactériennes proviennent de la collection du laboratoire de maîtrise des énergies renouvelables, Equipe Biomasse et Environnement, université de Bejaïa. La revivification a été réalisée par repiquage sur milieu Lauria Bertani (Tryptone 10g ; Extrait de levure 5g ; NaCl 4g ; pH 7) suivi d'une incubation à 37°C/24h.

- *Pseudomonas aeruginisa* ATCC 27953

C'est une bactérie ubiquitaire que l'on rencontre dans les sols sur les végétaux et surtout dans les eaux douces et marines et en milieu hospitalier. De nombreuses souches pouvant se développer à basse température (souche psychrophiles) contaminent les denrées alimentaires ou produits pharmaceutique conservés au réfrigérateur [61].

- *Salmonella* sp. et *Escherichia coli* ATC 25922, *serratia* sp

Ce sont pour la plupart des hôtes du tube digestif de l'homme et des animaux, ou ils se comportent en commensaux *Escherichia coli* ATCC 25922 ou en pathogènes *Salmonella*. Ils se trouvent également dans le milieu extérieur (sol, eau, végétaux, aliments). Bien que la plupart des espèces vivent et se multiplient dans ces 2 habitats, certaines sont plus adaptées à

l'un des 2: ainsi *Escherichia coli* ATCC 25922 est avant tout une bactérie intestinale (témoin de contamination fécale); Par contre *Serratia* est essentiellement une bactérie de l'environnement [62].

III.3.2.1. Préparation des précultures

On prépare une suspension bactérienne à partir d'une culture pure et jeune (âgée de 18 heures). Cet inoculum sert àensemencer la gélose PCA (Tryptone 6g ; Extrait de levure 2.5g ; Glucose 1g ; Agar 15g ; pH 7g) coulée dans des boites de Pétri sur une épaisseur de 4 mm, les boites sont ensuite séchées à l'étuve à 37 °C avant emploi.

L'ensemencement est effectué par écouvillonnage, il consiste à tremper un écouvillon stérile dans la suspension bactérienne, l'essorer à l'intérieur du tube puis le frotter à trois reprises sur toute la surface gélosée de façon à former des stries serrées, en tournant la boite à environ 60 ° après chaque application pour obtenir une distribution égale de l'inoculum. Pour chaque souche testée. Le test est effectué en triplicata.

III.3.2.2. Méthode de diffusion en milieu gélosé

L'étude de l'activité antibactérienne est réalisée par le test de diffusion sur Agar. Des disques de la poudre dentaire de diamètre 1cm ont été préparés, puis déposés à la surface des boites ensemencées.

Des boites de milieu ensemencé par chacune des souches bactériennes sont préparées en parallèle comme témoin négatifs.

Après 24 heures d'incubation à 37 °C, le diamètre des zones d'inhibition est mesuré [63]

III.3.3. Absorption atomique (recherche des métaux lourds)

La spectrophotométrie d'absorption atomique est une technique qui s'est largement développée ces dernières années, bien que le phénomène de base fût déjà connu depuis très Longtemps. Son champ d'application est considérable et son utilité est d'autant plus grande que cette méthode accepte des échantillons se présentant sous des formes très variées.

III.3.3.1. Préparation d'un échantillon pour analyse SAA

Pour préparer notre solution, , on a mélangé 0.1 g du kaolin avec 1 5ml d'HCl et 5ml de HNO₃ puis on a met notre solution sur la plaque chauffant à une agitation moyenne et une température de 100C° pendant 1h.après la dissolution du kaolin et son refroidissement on a

prélevé 1ml de solution dans une fiole de 50ml puis on a ajusté avec de l'eau distillée au trait de jauge.

Chapitre III

Introduction

Dans ce chapitre nous allons présenter et interpréter nos résultats obtenus.

III.1.Séchage Cinétique pour les feuilles de framboise feuilles de rumex crépu et les feuilles eucalyptus globulus.

Pour bien sécher les feuilles de rumex crépu et les feuilles des framboises on a utilisé une micro-onde afin d'éviter la dégradation de ces feuilles et pour cela on fait une étude cinétique pour ces feuilles la courbe de feuille de rumex crépu et la courbe de feuille de framboise. Sont présentés sur les figures ci dessous

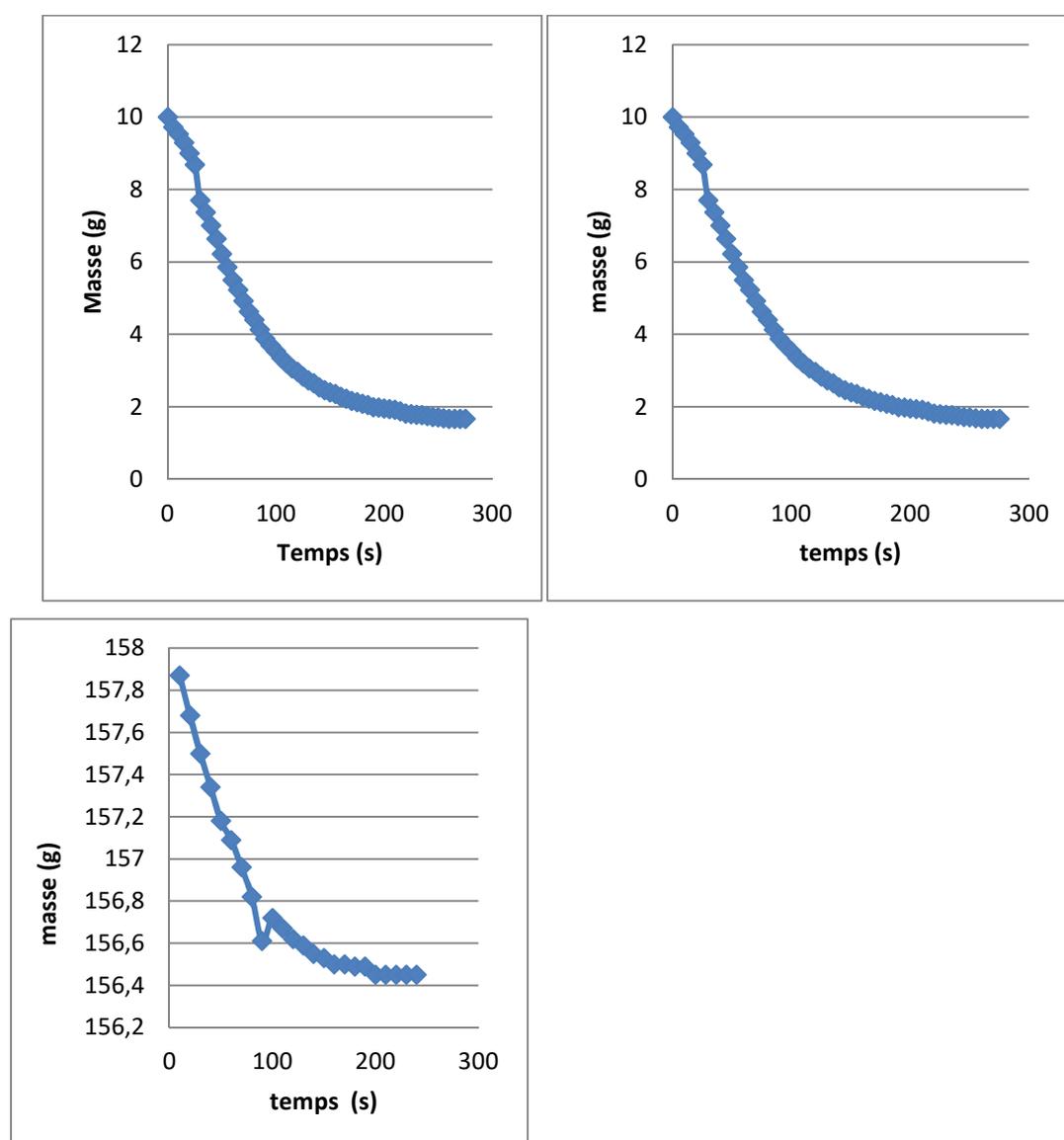


Figure 6 : Séchée des feuilles de rumex crépu et les feuilles framboises et les feuilles eucalyptus globulus en fonction de temps.

La masse des feuilles de rumex crépu et les feuilles framboises et diminue jusqu'à la stabilité de la masse donc les feuilles sont bien séchées.

III.2. Taux d'humidité des feuilles de framboise, rumex crépu et *eucalyptus globulus* (des arômes)

C'est la masse liquide contenue par unité de masse de matière à sécher. Il est préférable d'exprimer le taux d'humidité par rapport à la matière anhydre.

La formule de l'humidité (H%) :

$$H (\%) = (m_0 - m_1) / m_0 * 100$$

m_0 : la masse initiale d'échantillon avant séchage.

m_1 : la masse d'échantillon après séchage.

✓ Le taux d'humidité des feuilles de framboise :

$$m_0 = 4g \quad ; \quad m_1 = m_{\text{moy}} = 1,56g$$

Calcul de masse moyenne

$$m_{\text{moy}} = (1,39 + 1,7 + 1,61) / 3 = 1,56g$$

$$H\% = (4 - 1,56 / 4) 100 = 61\%$$

✓ Le taux d'humidité de rumex crépu :

$$m_0 = 4g \quad ; \quad m_1 = m_{\text{moy}} = 0,53g$$

Calcul de masse moyenne :

$$m_{\text{moy}} = (0,42 + 0,74 + 0,44) / 3 = 0,53g$$

$$H\% = (2,02 - 0,53 / 2,02) 100 = 73,76\%$$

✓ Le taux d'humidité d'*eucalyptus globulus* : $H\% = 56,84\%$

D'après les résultats on a remarqué que les feuilles rumex crépu sont un bon anhydre par rapport aux autres échantillons.

III.3.L'analyse par UV-visible du kaolin

La spectrophotométrie est une méthode analytique quantitative qui consiste à mesurer l'absorbance ou la densité optique d'une substance chimique donnée, généralement en solution. Un spectrophotomètre mesure l'absorbance d'une solution à une longueur d'onde donnée. Dans notre travail on a mesuré l'absorbance et la longueur d'onde du kaolin lors absorbance maximal c'est $A_{\max} = 3.856$ pour une longueur d'onde $\lambda_{\max} = 391.02$ nm donc c'est un bon absorbant. D'où à la composition de kaolin qui contient des groupements (OH) hydroxyles.

Comme montre le spectre dans la figure 8

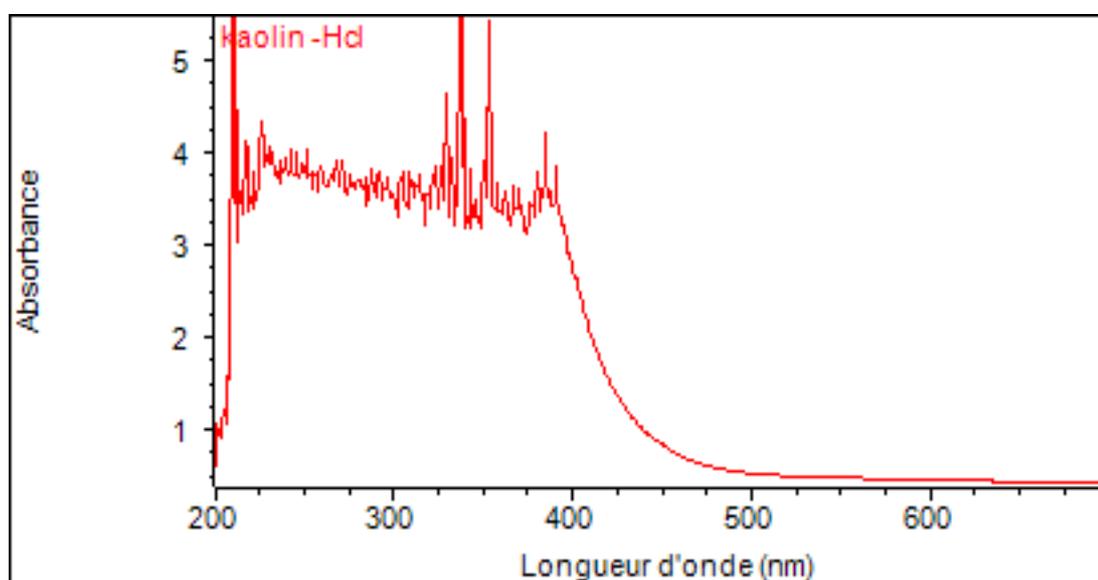


Figure 7 : Le spectre de l'analyse ultra-visible du kaolin

Et on a utilisé la même méthode pour analyser notre produit final qui est la poudre dentaire. Lors de son absorbance maximum c'est $A_{\max} = 3.719$ pour une longueur d'onde $\lambda_{\max} = 309.07$ nm le spectre de la poudre dentaire est le suivant :

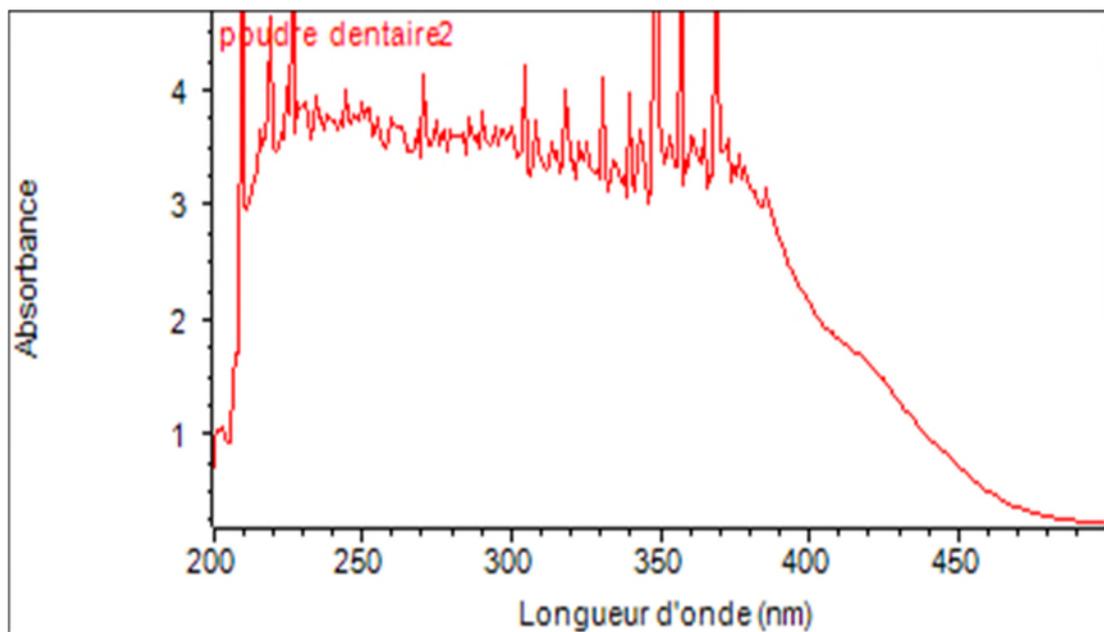


Figure 8 : Le spectre résultat de l'analyse par UV-visible de la poudre dentaire relatif à la poudre dentaire préparé.

III.4. Analyse par infrarouge pour du kaolin et de la poudre dentaire.

La spectrophotométrie infrarouge dans le domaine de l'infrarouge moyen (400-4000) Cm^{-1} est utilisée car la plupart de la fréquence caractéristique du groupement fonctionnel y est situées. Elle présente un intérêt considérable pour l'étude de la structure de l'argile et identification des minéraux argileux (kaolin).

Les identifications par Les analyses en spectrométrie à infrarouge permettent d'identifier différentes liaisons chimiques appartenant à la kaolinite. Après observation de spectre les principales liaisons existantes dans la structure chimique du kaolin sont identifiées.

L'ensemble des bandes d'absorption, relatives à la phase argileuse et aux impuretés des échantillons de kaolin étudiées sont examinées et les spectres infrarouges correspondant sont présentés dans les figures suivantes :

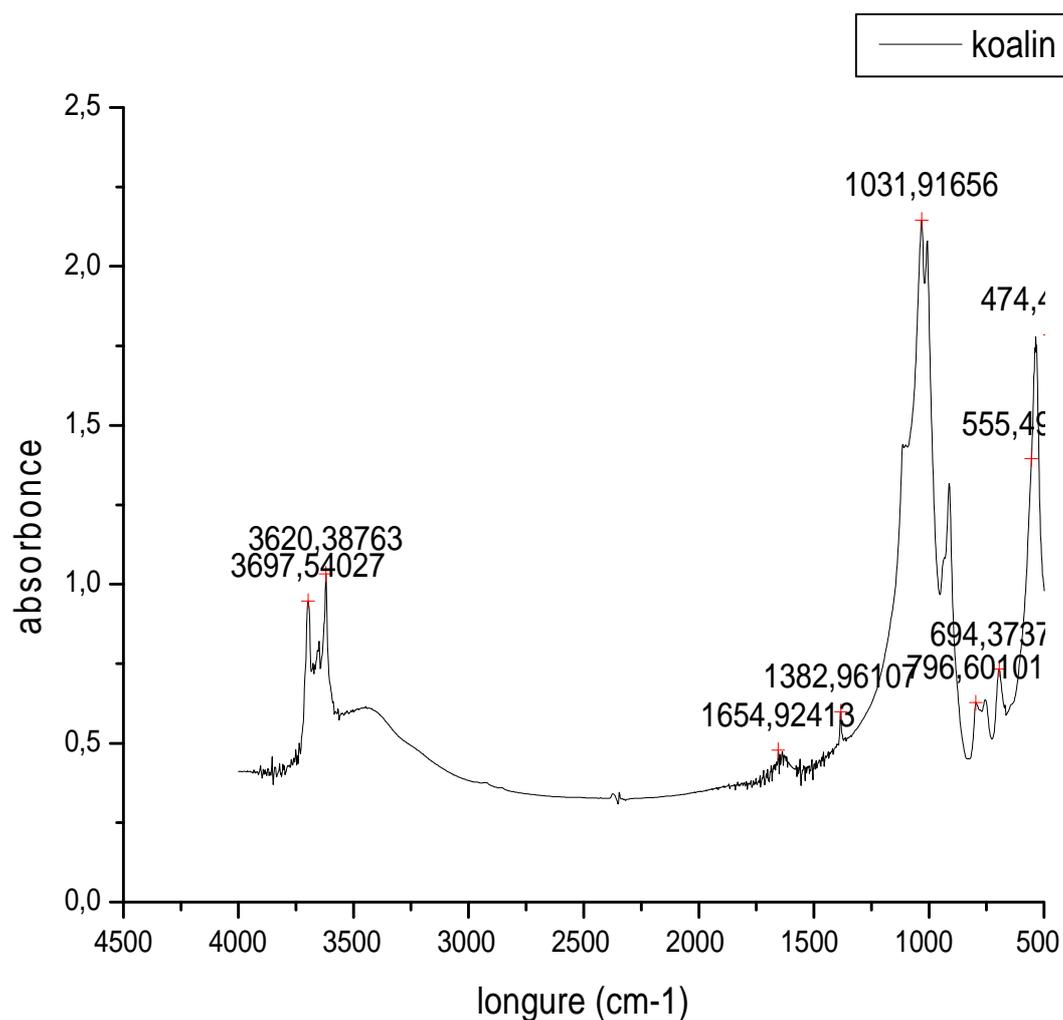


Figure 9 : présente le spectre d'analyse infrarouge pour le kaolin.

- Une large bande d'absorption située aux alentours de $3697,54 \text{ cm}^{-1}$; $3620,38 \text{ cm}^{-1}$ qui est attribuée aux vibrations d'élongations des groupements OH (hydroxyde).
- Une bande d'absorption située à $914,26 \text{ cm}^{-1}$ correspondant à une liaison Al- OH.
- trois pics situés à $1382,96 \text{ cm}^{-1}$ et $1031,91 \text{ cm}^{-1}$ et $474,46 \text{ cm}^{-1}$ attribués respectivement aux vibrations d'élongations de la Liaison Si- O.
- Une bande d'absorption située à $796,60 \text{ cm}^{-1}$ correspondants à une liaison Si-oAl^{IV}.

-Deux pic situé, à $555,49 \text{ cm}^{-1}$ et 474.41 cm^{-1} qui correspond aux vibrations d'élongations de la liaison Si-O-Al^{VI}.

- Une bande d'absorption située aux alentours de $1654,92 \text{ cm}^{-1}$ attribuée aux vibrations d'élongations des groupements H₂O.

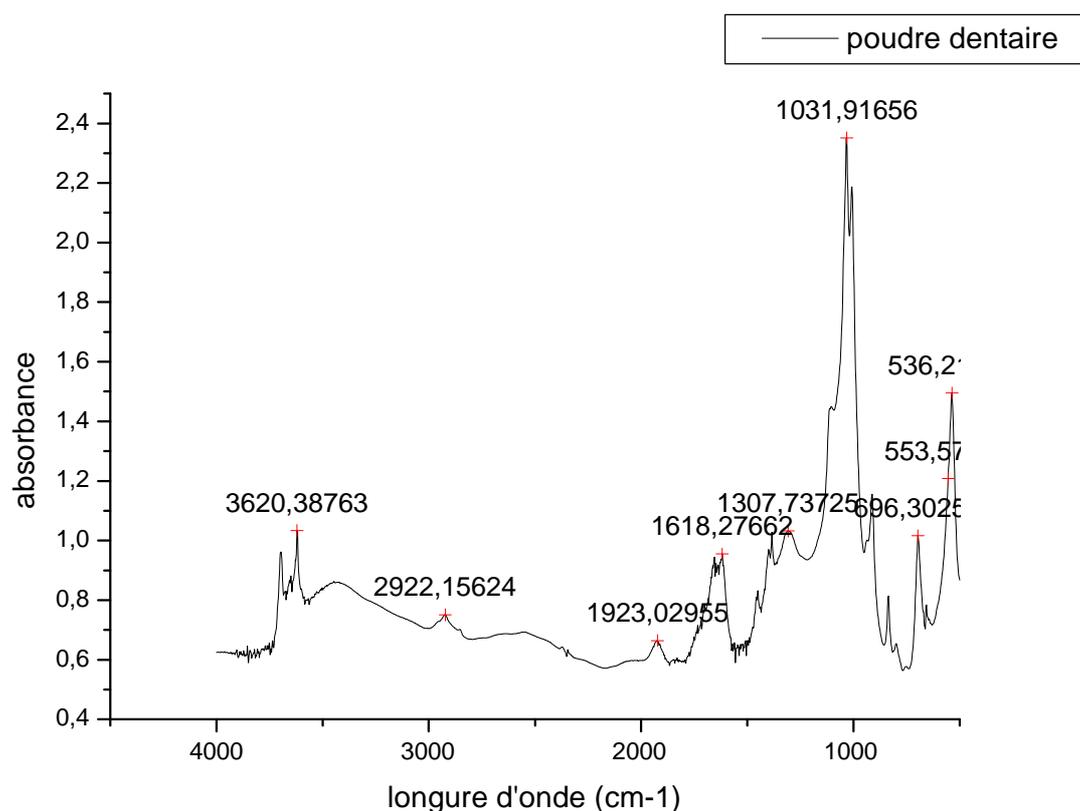


Figure : le spectre infrarouge de la poudre dentaire.

L'ensemble des bandes d'absorption, relatives à la phase argileuse et aux impuretés des échantillons de la poudre dentaire étudiées sont examinées et les spectres infrarouges correspondant sont présentés dans les figures suivantes :

- Une bande d'absorption située aux alentours de $3620,38 \text{ cm}^{-1}$ attribuée aux vibrations d'élongations des groupements O-H.

- Un pic situé à $29922,15 \text{ cm}^{-1}$ qui correspond aux vibrations d'élongations de la liaison C-H.
- Trois pics situés à $696,30 \text{ cm}^{-1}$ et $553,57 \text{ cm}^{-1}$ et $536,2 \text{ cm}^{-1}$ attribués respectivement aux vibrations d'élongations de la Liaison Si-o-Al^{VI}.
- Un pic situé à $1031,91 \text{ cm}^{-1}$ qui correspond aux vibrations d'élongations de la liaison Si -O.
- Un pic situé à $1307,73 \text{ cm}^{-1}$ qui correspond aux vibrations d'élongations de la liaison C-O.
- Deux pics situés à $1618,27 \text{ cm}^{-1}$ et $1923,02 \text{ cm}^{-1}$ attribués respectivement aux vibrations d'élongations de la Liaison C=C.

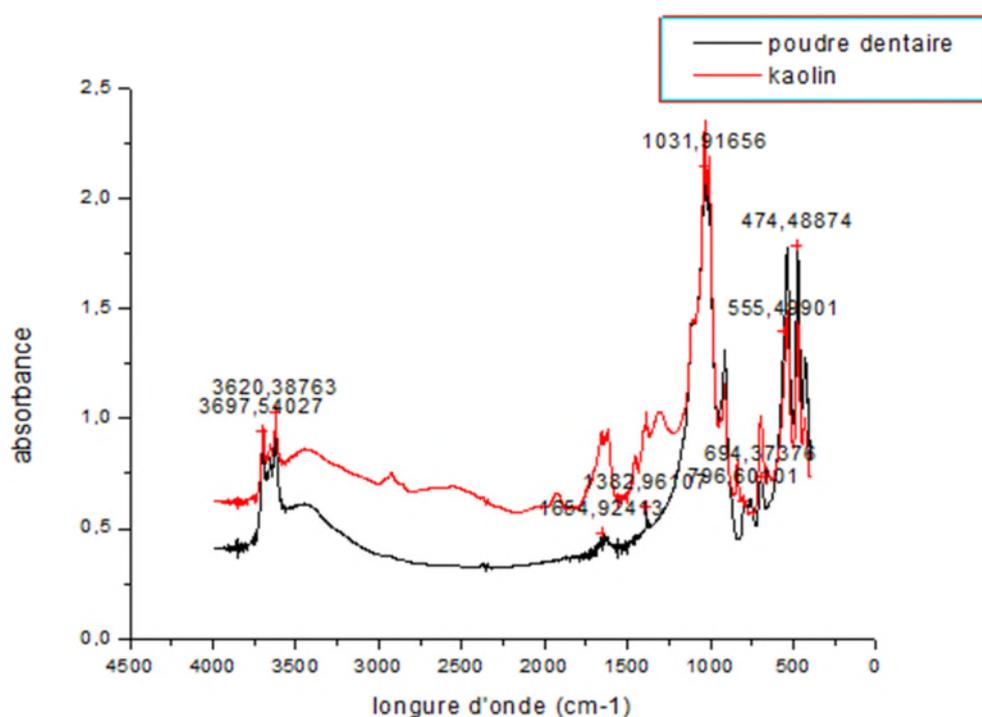


Figure 11 : Spectre de l'analyse de l'infrarouge de kaolin et la poudre dentaire (comparaison)

Dans ce spectre on remarque une légère différence. On remarque que il y a des pics dans le kaolin son les mêmes dans la poudre dentaire mais il y a une petite différence d'absorption.

5. Les résultats des tests pour l'identification de la poudre dentaire :

PH de la poudre dentaire est égal à 8.21 ainsi que le PH du dentifrice qui intervient a l'intervalle [5,5-10.5][64].

6. Activité antibactérienne

5.1. Les résultats de premier test d'activité antibactérienne

Les résultats du test d'activité antibactérienne obtenus après 24h d'incubation, sont présentés dans le tableau et le graphe ci-dessous :

Tableau 3: Diamètres d'inhibitions de la croissance bactériennes par la poudre dentaire

Souches Diamètres	1 ^{ere} valeur (cm)	2 ^{eme} valeur (cm)	Moyenne ± écart-type (cm)
<i>Salmonella sp.</i>	2.5	2.6	2.55 ± 0.05
<i>Pseudomonas sp</i>	2.4	2.5	2.45 ± 0.05
<i>E. Coli</i>	2.9	2.5	2.7 ± 0.20

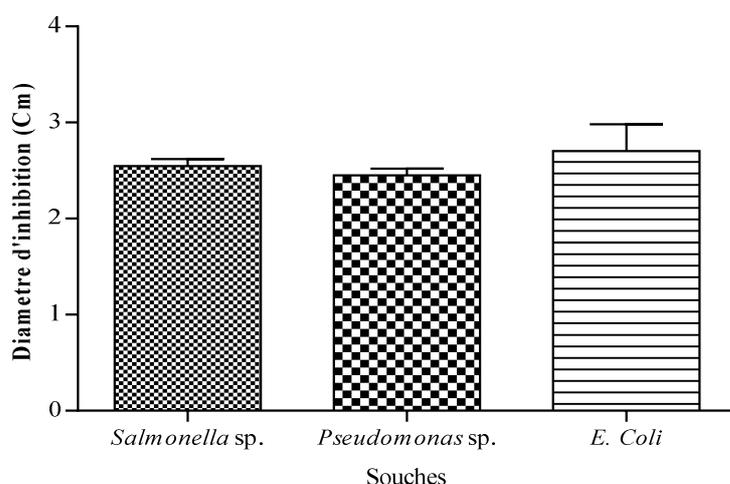


Figure 12 : Diamètre d'inhibition de la croissance bactérienne à la poudre dentaire

5.2. Les résultats du test d'activité antibactérienne

Les résultats du test d'activité antibactérienne obtenus après 24h d'incubation, sont présentés dans le tableau et le graphe ci-dessous :

Tableau 4: Diamètres d'inhibitions de la croissance bactériennes à la poudre dentaire

	val 1(cm)	val2 (cm)	val3 (cm)	Moyenne ± écart-type (cm)
<i>P. aeruginosa</i>	2.2	2.2	2.1	2.16 ± 0.06
<i>E.coli</i>	3.2	2.8	3	3.00 ± 0.20
<i>Salmonella sp.</i>	2.8	2.5	2.6	2.63 ± 0.15
<i>Serratia sp.</i>	3.2	3.5	2.7	3.13 ± 0.40
<i>Pseudomonas sp.</i>	3.2	3.2	3	3.13 ± 0.11

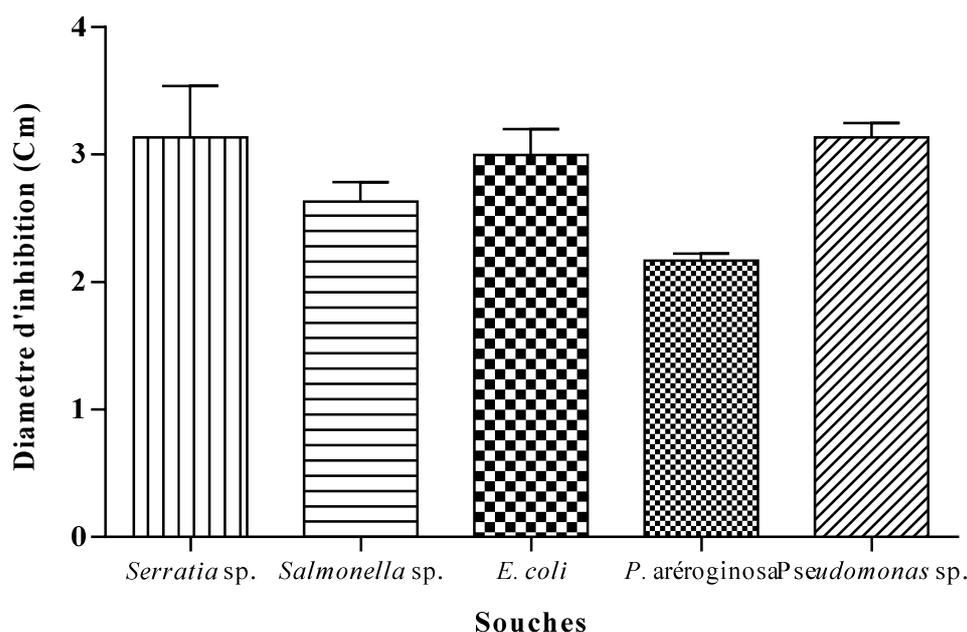


Figure 13 : Diamètre d'inhibition de la croissance bactérienne par la poudre dentaire

Les résultats obtenus dans les deux tests montrent que la poudre dentaire a une activité assez bien définie sur la croissance des bactéries testées. Les diamètres d'inhibitions varient de 2.16 à 3.13 cm. L'apparition de zone autour des colonies bactérienne indique le potentiel inhibiteur de la poudre dentaire à l'égard des souches *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 27953, *E. coli* ATCC 25922, *Salmonella sp.*, *Serratia sp.* et *Pseudomonas sp.*.

Les valeurs des diamètres d'inhibition des souches testées sont proches, ce qui nous laisse suggérer que les trois souches ont presque la même sensibilité à la poudre dentaire.

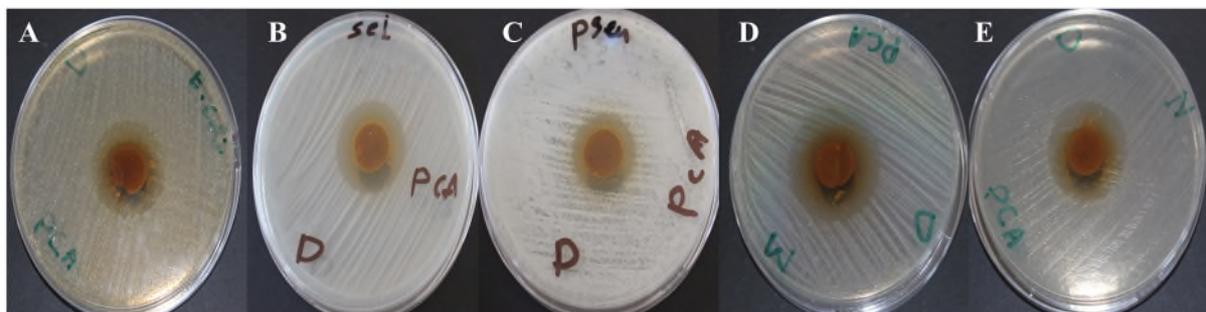


Figure 14 : Inhibition de la croissance bactérienne par la poudre dentaire

A : *E. coli* ATCC 25922; **B :** *Salmonella* sp. ; **C :** *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 27953 ; **D :** *Serratia* sp. et **E :** *Pseudomonas* sp..

5-3-Activité antibactérienne des composés de la poudre dentaire

Afin de déterminer le composé responsable de l'activité antibactérienne, les constituants de la poudre dentaire sont testés séparément pour leur effet inhibiteur de la croissance des souches testées.

Les résultats du test d'activité antibactérienne obtenus après 24h d'incubation, sont présentés dans le tableau et le graphe ci-dessous :

Tableau 5: Diamètre d'inhibition de la croissance bactérienne par la poudre dentaire

	<i>P. aeruginosa</i>	<i>E.coli</i>	<i>Salmonelle</i> sp.	<i>Pseudomonas</i> sp.	<i>Serratia</i> sp.
Framboise	1.4	1.4	2	1.7	2
Rumex	1.4	1.6	2	4	2
Eucalyptus	2	2	2.2	3.4	2.4
Myrrhe	1.4	1.1	1.5	4	2.4
Bicarbonate de soude	2	2.1	2	4	2
Kaolin	0	0	0	0	0

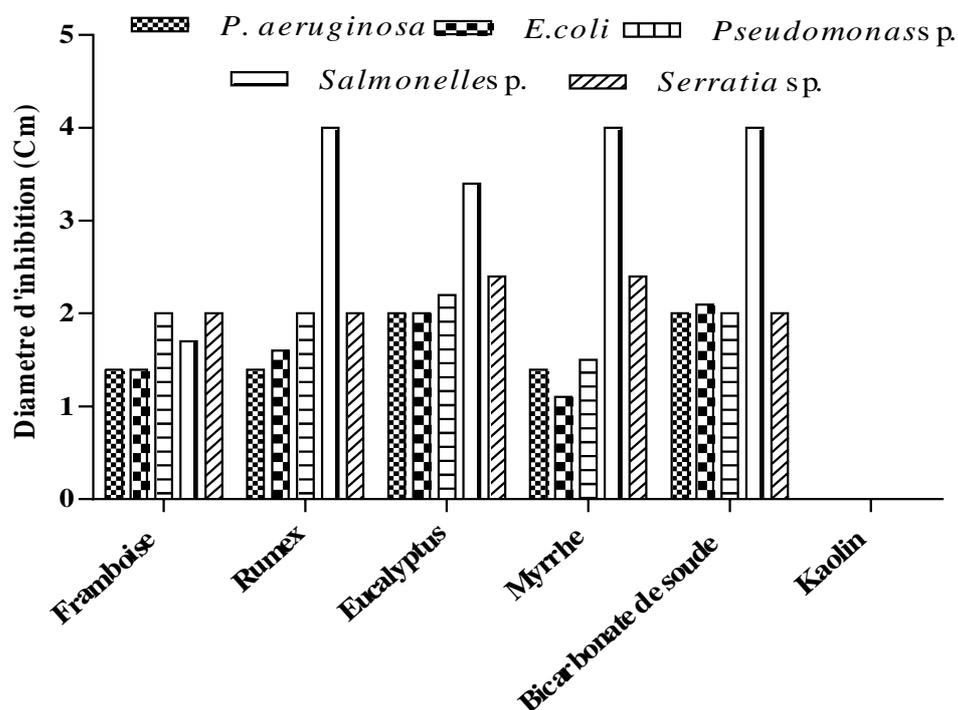


Figure 15 : Diamètre d’inhibition de la croissance bactérienne par les constituants de la poudre dentaire

Les résultats ont montré que tous les composés de la poudre dentaire présente une activité antibactérienne importante, excepté la Kaolin. Parmi ces composés l’eucalyptus et rumex crépu et le bicarbonate de soude sont les plu actifs (Fig. 17).

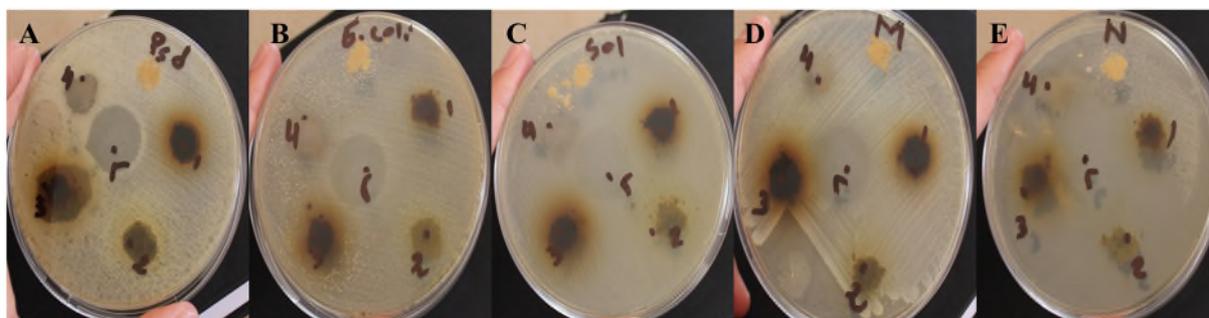


Figure 16 : Diamètre d’inhibition de la croissance bactérienne par les constituants de la poudre dentaire

A : *Pseudomonas aeruginosa* ATCC27953 ; **B :** *E. coli* A 25922; **C :** *Salmonella* sp. ; **D :** *Serratia* sp. et **E :** *Pseudomonas* sp..
 1-Framboise ; 2-Rumex crépu ; 3-Eucalyptus globulus ; 4-Myrrhe ; 5-bicarbonate de soude ; 6-Kaolin

L'activité antibactérienne de la poudre dentaire obtenu lors de cette investigation pourrait être du à l'effet de l'un de ces constituants ou à leur action combinée. Plusieurs études ont rapporté l'activité antibactérienne des constituants de utilisés pour la préparation de la poudre dentaire.

D'après Gray et Flatt (1998), Takahashi et al. (2004) et Bachir et Benali (2012), [65] l'Eucalyptus présente une activité antibactérienne. Plusieurs travaux de recherche ont montré que les extraits d'eucalyptus présentent divers effets biologiques, tels que les activités antibactériennes (Gray et Flatt 1998) et antioxydantes (Lee et Shibamoto 2001). Il a été rapporté que les extraits de certaines variétés d'eucalyptus étaient efficaces contre les bactéries Gram-positives (*Staphylococcus aureus*, *Bacillus subtilis*). Enfin, les extraits d'eucalyptus ont été jugés efficaces contre les agents pathogènes provoquant l'intoxication alimentaire, l'acné et le pied d'athlète, et une large gamme d'applications commerciales (cuisine, restaurants, ingrédients de produits cosmétiques, produits sanitaires, etc.) peuvent être anticipées (Takahashi et al. 2004). D'autres études ont également rapporté l'effet antibactérien de la framboise (Velićanski et al. 2012) [66] à l'égard de *Bacillus cereus* et *Pseudomonas aeruginosa*. La Myrrhe est aussi connue pour son effet inhibiteur de la croissance des bactéries et des champignons (Draderi, 2017) [67]. Il a été rapporté que le bicarbonate de soude a également une activité antibactérienne. Les recherches indiquent qu'il détruit efficacement les bactéries pathogènes qui contribuent de manière significative au développement de la carie dentaire.

6-Les résultat pour l'analyse de Spectromètre Atomique les métaux lourds dans le dentifrice sont plomb , cuivre et le cadmium

- La courbe de plomb

C(mg/l)	λ
1	0.001
4	0.007
10	0.022
16	0.037
20	0.046

Avec $R^2=0.998$

Les résultats :

λ	C (mg/l)
-0.002	0.7060

- La courbe de cuivre cu

C(mg/l)	λ
0.1	0.002
0.2	0.005
0.6	0.018
0.8	0.023
1	0.030

Avec $R^2=0.999$

Le résultat :

λ	C (mg/l)
0.001	0.0512

Courbe de Cd :

C (mg/l)	λ
1	0.024
2	0.055
4	0.144
6	0.249
8	0.315
16	0.662
18	0.701
20	0.760

Avec $R^2= 0.9964$

Les résultats :

λ	C (mg)
0.001	0.0370

La teneur en métaux lourds dans la poudre dentaire préparée est faible donc la poudre dentaire n'est pas toxique

Conclusion générale

L'étude réalisée à pour objective :

- ✓ La Préparation d'une poudre dentaire à base de Kaolin mélangé avec d'autres substances naturelles utilisé pour blanchir et désinfecter les dents. cette dernière a été soumise à plusieurs analyses afin de déterminer son efficacité et caractérisé ces propriétés parapharmacologiques.
- ✓ Quantitativement, la teneur de la poudre en métaux lourds en adoptant la technique d'analyse spectrophotométrie à absorption atomique révèle la présence des quantités faibles en métaux lourds.
- ✓ L'analyse par SAA montre que la poudre dentaire n'est pas toxique.
- ✓ Au cours de cette étude nous avons réalisé également un test antimicrobien à l'égard de cinq souches bactériennes par la méthode de diffusion sur agar, les résultats microbiologiques obtenus ont montré que notre poudre possède une bonne activité antibactérienne.
- ✓ La valeur du pH montre que la poudre dentaire traitée dans notre étude répond aux normes.

A la suite de ces résultats, il serait intéressant d'approfondir notre étude par :

- Appliquer d'autres tests antibactériens (in vivo et in vitro) pour avoir des indications plus affinées sur la capacité antibactérienne de l'échantillon à tester
- Dosage de fluore de calcium ;
- Vérifier son pouvoir moussant.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] allègre, Jade, les silicates d'alumine (argiles) en thérapeutique, thèse de doctorat en médecine, université du pari XIII, 2012.
- [2] Valencia.F, Caractérisations des particules fines d'un matériau granulaire de fondation par l'essai au bleu de méthylène. Rapport GCT-2008-0, Département de génie civil faculté des sciences et de génie, Université Laval (Canada), 2008.
- [3] Adrienne.P, L'argile, médecine ancestrale de la tradition aux preuves scientifiques, éditions Amyris SPRL, dépôt légal : 4e trimestre 2003, ISBN : 2 930353-15-5.
- [4] Hattat Mohamed, contribution à l'amélioration du procédé de fabrication de la céramique, Etude sur le site : unité Maghreb céramique de Touggourt, Mémoire de Magistère, université Kasdi Merbah Ouargla.
- [5] Merabet.D, Belkacemi.H, Caractérisation minéralogique et chimique du kaolin de Tamazert (Algérie), Annales de Chimie Science des Matériaux (Vol. 28, No. 5, pp. 61-83). No longer published by Elsevier, 2003.
- [6] Moore.M.D, Reynolds.C.R: X-ray Diffraction and the Identification and Analysis of Clay Minerals. Vol. 378. Oxford: Oxford university press, 1989.
- [7] Segad.M, Jonsson.B, Åkesson.T, Cabane.B: Ca/Na montmorillonite: structure, forces and swelling properties, Langmuir 26.8, 2010, pages 5782-5790.
- [8] Darcel.L.C: A "liver" antigen associated with avian erythroblastosis: binding by bentonite and precipitation with sodium dodecyl sulphate. Canadian Journal of Comparative Medicine, 46(1), 1982, page 97.
- [9] Hower.J, Mowatt.C.T, The mineralogy of illites and mixed-layer illite/montmorillonites. American Mineralogist, vol. 51, no 5-6, 1900.
- [10] MValášková.M, Martynkova.S.G, Vermiculite: structural properties and examples of the use. Clay minerals in nature-their characterization, modification and application, *InTech*, pages 209-238., 2012.
- [11] Orcel.J, Caillère.S, Hénin.S, Nouvel essai de classification des chlorites, Mineral. Mag ,1950 .
- [12] Qabaqous.O, Tijani.N., Bennani.N.M, El Krouk .A : Elaboration et caractérisation des supports plans à base d'argile (Rhassoul) pour membranes minérales (Préparation and Characterization of supports plans from the (Rhassoul) Clay for minéral membranes), Mater. Environ. Sci. 5 (S1), 2244-2249, ISSN : 2028-2508, CODEN: JMESCN, MPE14, 2014.
- [13] Villieras .F. Argiles : histoire d'avenir, éditions Créateurs, dépôt légal, page 16,2008.

Références bibliographiques

- [14] Mulle. M.-F. r, L'argile facile, éditions Jouvence, dépôt légal, ISBN : 978-2-88353-158-1, 1998 .
- [15] Ihadjadene Virginie, l'argile à l'hôpital utilisation de l'argile dans un service de soins hospitalier, Formation Hippocratus Phyto-aromathérapie Infirmière D.E, 2012.
- [16] Hernot, François, l'argile, son utilisation a l'officine, thèse de doctorat en pharmacie, université Angers, 2016.
- [17] Alpirandi.G, Matériaux réfractaires et céramiques techniques, Ed. SEPTIM. Paris, p. 238-260 (1979).
- [18] Bouzidi Nedjima , influence des impuretés des kaolins sur les propriétés des produits de cuisson, thèse de doctorat, Université de Bejaia et Algérie et l'école supérieur des mines de saint ,p4-5-6-, 2012.
- [19] Djeflal Lemya, Elimination par absorption sur argiles locale, des ions métalliques contenus dans les eaux de rejet industriel de la région d'annaba,mémoire de magister, Université badji –mokhtar , annaba , p 13-25-35-36,2008.
- [20] Laraba, Mohammed, chemical analyses with X-RAY Diffraction , X-RAY Fluorescence and the influence of the Impirities on the quality of kaolin of tamazert el-milia, Algeria, article 1-2-3, 2006 .
- [21] Belamri, zehira, Elaboration et caractésation des matériaux polycristallins à base de kaolin DD et KT2, mémoires de master, Université mentouri –constantine, p10-11, 2008.
- [22] Amirouche, Laila, études du pouvoir de sorption du cuivre (II) , du zinc (II) et des polyphénols par les bentonites sous l'effet des irradiation micro-ondes, Mémoire de magister Université mouloud mammeri tizi ouzou ,p5-, 2011.
- [23] Kesri ,Nafissa ,contribution à l'étude minéralogique du gisement de kaolin de Jijel, mémoire de magister, Université de Mohamed Boudiaf –Usto Oran ,p14-15-16-17,2014.
- [24] Hilmi, M. A., Métallurgie, Ed. Angelot, Egypte, p. 100-300,1997.
- [25] Chaoufa Mohamed, comportement du kaolin à l'enrichissement par flottation. Cas de la mine de tamazert-Jijel, université d'Annaba, Mémoire de doctorat, 2016.
- [26] C.Y. CHEN, LAN, G.S. TUAN, W.H., Ceramics International, p26-715-720 (2000) .
- [27] Cailler .S, Henin .S. et Rautureau .M, Minéralogie des Argiles, Ed. Masson, p.1-20 ,1982.
- [28] Arthar. R, Hipel. V, Les diélectrique et leurs applications, Ed. Dunod, Paris, p. 232-234, 1961.
- [29] Rebouh. S, mémoire de magister, université mentouri Constantine, p10-11,2008.

Références bibliographiques

- [30] Murray H, Applied clay mineralogy today and tomorrow, Clay Minerals N° 34,p 39-49,1999.
- [31] Koneshloo .M, caractérisation estimation et valorisation de gisement d'argiles accliniques du bassin des Charentes, Ecole Nationale supérieure des mines de paris, 2007.
- [32] Devals, Anne, Le conseil du pharmacien d'officine dans le domaine bucco dentaire, Thèse pour le diplôme d'état de Docteur en Pharmacie, Université Paul Sabatier, 2003.
- [33] Charles Danielle Roquier, Seiller Monique, Hygiène et soins bucco dentaires, Prévention et traitement des affections courantes. Pharmathèmes édition-communication santé, page 63 2005.
- [34] Woelfel .J.B, Scheid.R.C, Anatomie dentaire, Application à la pratique de la chirurgie dentaire, Paris : Maloine, 2007.
- [35] Bath-balogh Mary Margaret, Fehrenbach.J, Illustrated dental embryology, histology and anatomy third, edition. Sol Saunders, an imprint of Elsevier Inc, 2011, 2006, 1997.
- [36] Gazalbou Sophie, Amélioration de l'hygiène buccodentaire par le conseil en officine, Université Toulouse III, thèse de Doctorat, 2015.
- [37] Meyer.-M, Cours Biomatériaux Dentaires, Université de Genève 2008.
- [38] Agence Française De Sécurité Sanitaire Des Produits De Sante (afssaps).Mise au point : Utilisation du fluor dans la prévention de la carie dentaire avant l'âge de18ans, page 14, 2008.
- [39] Jacquet Julie, santé bucco-dentaire : grossesse et prévention,université Henri Poincaré Nancy I , 2005-2009.
- [40] Chollet.S, Prévention des risques buccodentaires chez la femme enceinte, thèse de Chirurgie Dentaire, page83, 2006.
- [41] Agence nationale d'accréditation et d'évaluation en sante (anaes).Parodontopathies : diagnostic et traitements, page 19 ,2002.
- [42] Institut national de la sante et de la recherche médicale (inserm).Maladies parodontales: thérapeutiques et prévention. Ed. Expertive collective, page310 ,1999 .
- [43] Sellaoui. N, La parodontite est-elle un facteur de risque des accouchements prématurés, thèse de Chirurgie Dentaire, Strasbourg, page151 ,2003.
- [44] Agbo-Godeau S.Stomatologie et grossesse Encyclopédie Médico-chirurgicale, stomatologie, 22-050-F-10, gynécologie-obstétrique, 5-045-A-10, p301-304, Paris, 2002.
- [45] Princ.G, Lésions dentaires et gingivales, La Revue du Praticien, Paris, pp. 2291-2296, n°55 ,2005.

Références bibliographiques

- [46] Duyninh.T, Orti.V, Jame .O, Bousquet.P, Gibert.P, Classification des maladies parodontales, EMC (Elsevier Masson SAS, Paris), Odontologie, 23-441-A-10. 2004, Médecine buccale, 28-265-G-10, 2008.
- [47] Berkovitz.B.K.B, Holland.G.R, Moxhan.B.J, Oral anatomy, histology and embryology. Fourth edition. s.l.: Mosby Elsevier, 2009.
- [48] Etude scientifique du British Association of Oral and Maxillofacial Surgeons.
- [49] DELACOURT LEONARD. J, La femme enceinte au cabinet dentaire, thèse de Chirurgie Dentaire, Nancy, 134p, 2006.
- [50]. Chambin Odile, Pillon François, Pillot Guy, Les dentifrices, notions de base et cas de comptoir, Actualités pharmaceutiques,Elsevier Masson SAS, pp. 25-27,2010.
- [51] Huntziger, Jean, l'argile, 29, 35 p, 2004.
- [52] Kesri Nafissa, contribution à l'étude minéralogique du gisement de kaolin de Jijel, Mémoire de magister, Université Mohamed Boudiaf –USTO-Oran, 2014.
- [53] Rebiaie .L, Bouyoucef .A, Boukhei .N, Hammamda .S, Caractérisation de la kaolinite et du mica dans un kaolin enrichi, laboratoire thermodynamique et traitements de surfaces des matériaux (LTTSM). Article, Université mentouri Constantine.
- [54] Bastin.D., Senior Research Scientist, Colgate, Presentation, Oral Care Hygiene Toothpaste Formulation.
- [55] <http://www.jardinermalin.fr/sante/framboisebienfaitsvertus.html#mmecBsKg2ukwU0Ls>.
- [56] Nait Achour khaled, étude de la composition chimique des essences de quatre espaces d'eucalyptus poussant dans la région de tizi ouzou, mémoire de magister, 2012.
- [57] Bozzola chloé, Botanique et art dentaire à travers les âges, thèse de doctorat, Université Henri Poincaré, Nancy ,2006.
- [58] <http://www.robainarma.com/remux>
- [59] Treiner.J, Extrait du Bulletin officiel, France, 39-143 n° 6 ,1999 .
- [60] Cheick Tidiane Tandia , Contrôle et suivi de la qualité des eaux usées protocole de détermination des paramètre physico-chimique et bactériologique, 2-3p,2007.
- [61] Mullen. M. D, Wolf. D.C, Ferris F.G, Beveridge .T.J, C.A, Flemming. G.W, Bailey Bacterial sorption of heavy metals, Applied and Environmental Microbiology. 55-3143-3149p , 1989.
- [62] Famille des Enterobacteriaceae Fanny Demay – BTS BioAnalyses et Contrôles, page 1.
- [63] Louer H, Inventaire de la flore médicinale utilisée dans la région de Sétif, de Bejaia, de M'sila et Djelfa. Composition et activité antibactérienne des huiles essentielles d'Ammoides

Références bibliographiques

- pusilla (Brot) Breistr. Et de Magydaris pastinaceae (Lamk) Paol.thèse de doctorat d'Etat enécologie végétale. Université Ferhat Abbas, faculté des sciences, sétif, 146p ,2004 .
- [64] Reuhaud.Willy, teste d'état en chirurgie dentaire, thèse doctorat, université de Nantes, 2010.
- [65] Bachir.RG, Benali.M, Antibacterial activity of the essential oils from the leaves of Eucalyptus globulus against Escherichia coli and Staphylococcus aureus.Asian Pac J Trop Biomed.2012 Sep; 2(9):739-42.doi:10.1016/S2221-1691 (12)60220-2.
- [66] <https://maher-shop.com/fr/blog/plantes-naturelles/la-myrre-proprietes-et-bienfaits>.
- [67] Aleksandra S. Velicanski*,Dragoljub D.Cvetkovic and Sinisa L.Markov. Screening of antibacterial activity of raspberry (*Rubus idaeus* L.) fruit and pomace extracts. (2012) 43,305-313.
- [68] Bouaabdellah.S, Etude de la valorisation des sous-produits de kaolin issus de l'hydrocyclonage et du débouillage.
- [69] Badi. A, Caractérisation et valorisation des sous-produits du kaolin de tamazert, thèse de Magister, Université A. Mira Bejaia, 2010.
- [70] Louis Ho Tan Tai in Détergents et produits de soins corporels (Dunod,ed.), Paris, PP.277-292 , 1999 .
- [71] Rodier Jean, L'analyse de l'eau, eaux naturelles, eaux résiduaires, eau de mer , 8^eédition, dunod, Paris, France, 2005.
- [72] Segalen .P, La détermination du fer libre dans les sols à sesquioxydes, Cah.O.R.S.T.O.M., sér. Pédol., vol.IX, no 1, 1971.
- [73] Christelle bich, contribution à l'étude de l'activation thermique du kaolin : évolution de la structure cristallographique et activité pouzzolanique, thèse doctorat ,2010.
- [74] Bouzidi.N, Caractérisation et valorisation des sous-produits du kaolin de tamazert, Magister, 2006.
- [75] Tizaoui Khadidja, Elimination des métaux lourds en solution aqueuse par des argiles algériennes, Mémoire de magister, Université Abou berk belkaid i- tlemcen, P14-15-16-17,2013.

Références bibliographiques

Annexes

Annexe 2

1. Analyse UV-visible

La spectrophotométrie est une méthode analytique quantitative qui consiste à mesurer l'absorbance ou la densité optique d'une substance chimique donnée, généralement en solution.

Plus échantillon est concentré, plus il absorbe la lumière dans les limites de proportionnalité énoncées par la loi de Beer-Lambert.

La densité optique des échantillons est déterminée par un spectrophotomètre préalablement étalonné sur la longueur d'onde d'absorption de la substance à étudier.

Spectrophotomètre

Un spectrophotomètre mesure l'absorbance d'une solution à une longueur d'onde donnée. Un dispositif monochromateur permet de générer, à partir d'une source de lumière visible ou ultraviolette, une lumière monochromatique, dont la longueur d'onde est choisie par l'utilisateur.

La lumière monochromatique incidente d'intensité traverse alors une cuve contenant la solution étudiée, et l'appareil mesure l'intensité de la lumière transmise. La valeur affichée p

2. Analyse par spectrométrie infra-rouge à Transformée de Fourier

L'analyse par spectrométrie infrarouge à Transformée de Fourier est une méthode complémentaire à la diffraction X pour l'étude des matériaux mal cristallisés. Elle a surtout été utilisée dans la chimie organique entre son apparition à la fin du siècle dernier et la guerre mondiale. Pour l'observation des minéraux et des roches, son développement n'a commencé qu'à partir des années 1950.

Principe de l'analyse infra-rouge

Les mesures sont en général, réalisées par transmission. Quels que soient leurs arrangements, les atomes, les ions et les électrons peuvent vibrer autour de leur position d'équilibre. Ils deviennent de véritables oscillateurs dont les fréquences propres sont variables selon la nature des types de liaisons. Irradiés, ces oscillateurs sont excités et lorsque la fréquence de rayonnement est égale à l'une des fréquences propres du système, il y a absorption d'énergie électromagnétique. Les spectres IR constituent de véritables "empreintes digitales de la matière". Dans les argiles, la molécule d'eau donc l'ion hydroxyle jouent un rôle important dans le degré d'organisation ou d'amorphisation de la matière, le repérage des

bandes d'absorption associées est fondamental. La spectrométrie infrarouge permet de reconstituer la nature chimique d'un produit minéral par identification de bandes d'absorption présentes sur un spectre [73].

Absorption atomique (recherche des métaux lourds)

La spectrophotométrie d'absorption atomique est une technique qui s'est largement développée ces dernières années, bien que le phénomène de base fût déjà connu depuis très longtemps. Son champ d'application est considérable et son utilité est d'autant plus grande que cette méthode accepte des échantillons se présentant sous des formes très variées. Elle s'applique de manière courante à l'analyse élémentaire des solutions aqueuses ou organiques.

- Eléments prédominants, tels que le calcium, le magnésium, le sodium et le potassium, que l'on trouve dans les eaux à des concentrations largement supérieures aux limites de détection de la méthode par absorption atomique ;
- Eléments à l'état de traces, tels que le chrome, le cuivre, le fer, le manganèse, le zinc.

III.3.3.1.Principe de la méthode

La spectroscopie d'absorption atomique consiste à créer un plasma contenant des atomes libres d'éléments à doser, à l'état fondamental, et à le balayer par un faisceau lumineux de même longueur d'onde que celui émis par les atomes excités. L'intensité du faisceau est mesurée avant et après passage à travers les atomes à l'état fondamental.

La fraction absorbée du rayonnement incident est liée à la concentration de l'élément considéré par la loi de Beer-Lambert [74].

Annexe 1

Partie I: Présentation du kaolin d'el Milia

I.1.Gisement du kaolin de Tamazert

Le kaolin de Tamazert est situé dans la région d'El-Milia (Nord Est algérien) Découvert en 1925, il est exploité depuis 1932 [29] , c'est un gisement primaire, la roche brute est si pauvre en kaolinite (~20%) que certains n'hésitent pas à l'appeler sable de Tamazert, précisément à cause de la concentration très élevée en quartz[68]. La roche primaire de feldspath orthose s'est décomposée en donnant différents minéraux, principalement de la silice libre, du mica, de la kaolinite et des impuretés d'oxyde métalliques avec une proportion appréciable d'oxyde de fer .Il est exploité à ciel ouvert. Le kaolin est surtout utilisé dans l'industrie des céramiques. Il est caractérisé par sa blancheur et sa bonne cristallinité [69].

I.1.1. Formation de gisement du kaolin

La kaolinisation se distingue par le développement parmi les terrains hydrothermaux transformés de minéraux du groupe kaolintiques tels que la kaolinite, la Dickite, et la Nacrite. Le plus souvent ces minéraux produisent des roches de feldspaths, muscovite et de chlorite.

Les masses kaoliniques se forment généralement par processus super genèse dans la zone d'oxydation des minéraux sulfurés. L'existence d'autres éléments principalement sous forme d'oxyde et de carbonate dans le minerai du kaolin concorde le plus avec l'hypothèse de formation par un processus d'altération. La désagrégation des roches en place dans la couche superficielle du manteau de débris peut être l'une des principales causes de la formation du kaolin de Tamazert, caractérisé par la présence de bancs sableux.

L'hydrolyse décompose les silicates en minéraux argileux, d'où la formation des oxydes libres et hydroxydes d'aluminium, silicium, fer, manganèse, qui passent en solution par lessivage [70].

I.1.2.Géologie du gisement du kaolin

Les roches encaissant le gisement de Tamazert sont composées essentiellement de gneiss, de micaschistes et accessoirement de granite plus ou moins gneissiques.

Minéralogie du minerai

L'analyse minéralogique réalisée par des méthodes aux rayons X, sur des échantillons de kaolin provenant du corps central a permis de mettre en évidence la présence de divers minéraux :

- **La kaolinite ($\text{Al}_2 \text{Si O}_5(\text{OH})_4$)**

La kaolinite peut être le résultat de la transformation d'argile illitiques obtenu sous l'influence d'une forte action de lessivage dans des conditions de forte acidité, Cette dernière peut parvenir de l'oxydation de sulfures.

- **Halloysite ($\text{Al}_2 \text{S}_2\text{O}_5 (\text{OH})_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)**

Son origine peut être le résultat de la transformation par altération d'argiles illitiques dans des conditions d'acidité plus ou moins forte.

- **Illite ($\text{Al}_2 [\text{Si}_{(4-x)} \text{Al}_x] \text{O}_{10} (\text{OH})_2$)**

L'illite provient de l'apport excédentaire en élément chimiques de dissolution (feldspath et autres : Al, Si, K, H O) selon la réaction :



- **Le kaolin sableux (ks):** qui varie en coloration, granularité du quartz ou compacité.
- **Le gneiss kaolinisés (gk):** est caractérisé du point de vue minéralogique en comparaison avec le faciès (ks), par une proportion élevée de feldspath et par un pourcentage plus faible en minéraux argileux [70].

I.2. Origine du kaolin de Tamazert

Le kaolin de tamazert est d'origine hydrothermale, provenant de l'altération de roches feldspathiques potassiques.

La kaolinite qui est l'un des principaux constituants minéralogiques produite par l'intermédiaire d'un processus hydrothermale de roches ignées neutres et acides de profondeur et superficielle, donnant naissance a deux faciès : le kaolin sableux formant une couche superficielle et le gneiss kaolinisé située en profondeur. Elle se forme généralement avec le quartz d'où son abondance constaté dans le gisement [71].

I-3 Hétérogénéité du gisement

Le gisement de kaolin de Tamazert est divisé en trois principaux endroit appelés corps :

- Le corps central :le plus important en réserve.
- Le corps nord en deuxième position,
- Le corps sidi kader : le moins important en réserves mais celui qui présente la meilleure qualité.

Ils distinguent par leur composition chimique et leur importante en volume et en réserves de minerais. La perte au feu, la teneur en silice, en alumine et en oxyde de fer, varient énormément dans ce gisement [72].

I.4. Localisation de la minéralisation

Dans le gisement de Tamazert la minéralisation s'étend en couverture sur les crêtes des reliefs. Avec une profondeur qui peut atteindre les 80 m dans le cas du corps central. La texture du minerai est relativement simple. Celui-ci possède une texture sableuse à grains grossiers de quartz visibles à l'œil nu.

Les structures gneissiques sont plus répandues et observent surtout dans la périphérie des gneiss. L'aspect gneissique est du à l'agencement entre la kaolinite, halloysite, le quartz et la mica.

La structure rubanée correspond à des argiles qui se rencontrent dans la partie sommitale du gisement et qui sont caractérisées par des passages clairs et des passages sombres et ferrugineux dus probablement à l'altération par les eaux météoriques alors que la structure massive correspond à des argiles à teinte plus claire et contiennent des cristaux de quartz de 0.5 mm à 3 mm enrobés, dans une pâte lisse [71].

I.5. Exploitation du gisement

Le gisement est exploité à ciel ouvert sur une superficie de 331 hectares. Il se présente en lentilles, d'épaisseur très variable en fonction du degré de kaolinisation avec des gradins d'une hauteur de 5 mètres et d'une largeur de 20 mètres.

L'extraction mécanisée du minerai se fait après sélection des sites d'abattage au moyen d'engins de carrière. Le chargement du minerai abattu se fait au moyen de pelles chargeuses et son évacuation vers l'usine de traitement se fait à l'aide de camions de 14 tonnes de charge [73]. La méthode d'exploitation utilisée dite : Méthode continue de système transversal à deux bords.

I.6. produit et sous-produits du kaolin de Tamazert

Compte tenu des besoins actuels et futurs du marché Algérien, L'ENOF a pris les décisions que l'instauration de l'usine de traitement de kaolin implanté dans le gisement qui produit 50 000 T/An de kaolin produit marchand destinée à différents emplois :

- Kaolin KT2 destinée en majeure partie à l'industrie céramique,
- Kaolin KT3 prévu pour l'industrie céramique chimique et comme charge de papier,
- Kaolin KT3B exclusivement prévue comme charge du papier,
- Kaolin CNT issu du traitement brut de corps nord au niveau du laboratoire,

Les qualités du kaolin dépendent des impuretés ultras fines dans le matériau qui ne sont pas éliminées par séparation granulométrique, ni par lavage (débouillage), ces différentes impuretés peuvent être classées en trois catégories à savoir :

- **Les impuretés abrasives** : Ce sont les grains de quartz enrobés de kaolinite sédimentaire Leur élimination est réalisée par un procédé de séparation qui consiste à stabiliser la pulpe du kaolin puis à flocculer sélectivement la kaolinite par un anionique après une activation par des cations.
- **Les impuretés argileuses** : Ce sont les argiles du groupe apparenté à la montmorillonite qui agisse défavorablement sur les propriétés rhéologiques des suspensions aqueuses concentrées en kaolinite.
- **Les impuretés colorantes** : Comportant principalement les oxydes de fer Fe_2O_3 , de titane TiO_2 en plus des matières organiques [70].

I.7. Traitement kaolin de Tamazert

a) Pré homogénéisation

L'objectif est d'homogénéiser le kaolin provenant des deux qualités I et II en créant une réserve de capacité plus importante. Le pré homogénéisation consiste à la mise en tas du produit. La reprise se fait par un chargeur à roues desservant les deux tas de la Pré homogénéisation.

b) Fragmentation

Le produit résultant du pré homogénéisation doit être déversée dans une trémie en béton de forme allongée, sous laquelle est installé un extracteur à tablier métallique alimentant le concasseur. De gros morceaux sont retenus par une grille qui disposée au-dessus de la trémie, ou sont cassées à la main ou bien pressées par le chargeur à roue. La fragmentation se fait à l'aide d'un broyeur à double cylindres. Le kaolin issu de la fragmentation à une granularité de 0 à 80 mm avec un taux de 95 %.

c) Homogénéisation

Le kaolin fragmenté est transporté par une passerelle de transporteurs à courroie, ou il sera récupéré par une trémie réceptrice. Le pivotement se fait dans une colonne centrale par un mécanisme de rotation par l'intermédiaire de la couronne à denture extérieure. Enfin, le stocker dépose la matière en arc de cercle dans la zone sélectionnée.

d) Laverie

La laverie est le cœur de l'unité de traitement de kaolin. Elle va de l'empilage au stockage des produits finis [70].

Résumé :

Dans ce travail, Le Kaolin, Bicarbonate de soude, les feuilles de framboise, les feuilles de *Rumex crepu*, les feuilles et le huile d'*eucalyptus globulus* et la Myrrhe sont utilisés pour la préparation d'une poudre dentaire. Cette dernière a été soumise à plusieurs analyses : mesure de pH ; UV-visible pour mesurer l'absorbance ; l'Infra Rouge afin d'effectuer l'analyse des fonctions chimique présents dans les différents constituants de la poudre dentaire. La teneur de la poudre en métaux lourds a été effectuée par spectrophotométrie à absorption atomique. Cette poudre a été également testée pour son effet antibactérien à l'égard de cinq souches bactériennes (*Pseudomonas aeruginosa*, *E. coli*, *Salmonella* sp. *Serratia* sp. Et *Pseudomonas* sp.) Par la méthode de diffusion sur agar. Les résultats obtenus ont montré que cette poudre a un pH situé dans les normes, que c'est un bon absorbant et elle présente une activité antibactérienne intéressante.

Mots-clés : Poudre dentaire, Kaolin, Argile, activité antibactérienne, *Rumex crepu*, *eucalyptus globulus*, Myrrhe.

Abstract:

In this investigation, Kaolin, Baking soda, raspberry leaves, *Rumex crepu* leaves, *eucalyptus globulus* leaf and oil and Myrrh are used for the preparation of a dental powder. This powder was subjected to several analyzes: pH measurement; UV absorbance measurement; Infrared in order to carry out the analysis of the chemical functions present in the different constituents of the dental powder. The content of the powder in heavy metals was carried out by atomic absorption spectrophotometry. This powder was also tested for its antibacterial effect on five bacterial strains (*Pseudomonas aeruginosa*, *E. coli*, *Salmonella* sp., *Serratia* sp. and *Pseudomonas* sp.) By agar diffusion method. The results obtained have shown that this powder has alcalin pH, it is a good absorbent and it has an interesting antibacterial activity.

Keywords: Dental powder, Kaolin, Clay, antibacterial activity, *Rumex crepu*, *eucalyptus globulus*, Myrrh.