

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
Université de Larbi Tébessi -Tébessa  
Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie  
Département: Sciences de la matière

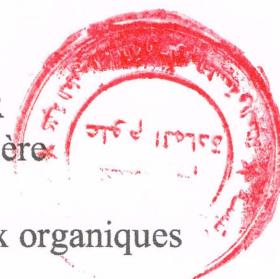


**MEMOIRE DE MASTER**

**Domaine :** Sciences de la matière

**Filière :** chimie

**Option :** Chimie organique et matériaux organiques



**Thème:**

*Etude phytochimique de la plante Marrubium  
vulgare L et l'effet des extraits issus de la  
plante sur les calculs rénaux*

Présenté par :

**ZERGUINE Djamel Eddine**

Devant le jury :

MESSAI Laid	MCB	U. Tébessa	Président
KALLA Ali	MCB	U. Tébessa	Rapporteur
BOUDIBA Sameh	MCB	U. Tébessa	Examineur

**Date de soutenance :** 21/05/2017

**Note :** 17,25 **Mention :** Très Bien

## Déclaration sur l'honneur de non-plagiat

(à joindre obligatoirement au mémoire, remplie et signée)

Je soussigné(e),

Nom, Prénom : ZERGUINE Djamel Edline

Régulièrement inscrit(e) en Master au département : Sciences de la matière

N° de carte d'étudiant : 4010994/09

Année universitaire : 2016/2017

Domaine : Sciences de la matière

Filière : Chimie

Spécialité : Chimie organique et matériaux organiques

Intitulé du mémoire : Etude phytochimique de la plante *Marrubium vulgare* L. et l'effet des extraits issus de la plante sur les calculs rénaux

Atteste que mon mémoire est un travail original et que toutes les sources utilisées ont été indiquées dans leur totalité. Je certifie également que je n'ai ni recopié ni utilisé des idées ou des formulations tirées d'un ouvrage, article ou mémoire, en version imprimée ou électronique, sans mentionner précisément leur origine et que les citations intégrales sont signalées entre guillemets.

### Sanctions en cas de plagiat prouvé :

L'étudiant sera convoqué devant le conseil de discipline, les sanctions prévues selon la gravité du plagiat sont :

- L'annulation du mémoire avec possibilité de le refaire sur un sujet différent ;
- L'exclusion d'une année du master ;
- L'exclusion définitive.

Fait à Tébessa, le : 08/06/2017

Signature de l'étudiant(e) :




République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
Université de Larbi Tébessi -Tébessa  
Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie  
Département: Sciences de la matière



**MEMOIRE DE MASTER**

**Domaine :** Sciences de la matière

**Filière :** chimie

**Option :** Chimie organique et matériaux organiques

**Thème:**

*Etude phytochimique de la plante Marrubium  
vulgare L et l'effet des extraits issus de la  
plante sur les calculs rénaux*

Présenté par :

**ZERGUINE Djamel Eddine**

Devant le jury :

MESSAI Laid	MCB	U. Tébessa	Président
KALLA Ali	MCB	U. Tébessa	Rapporteur
BOUDIBA Sameh	MCB	U. Tébessa	Examineur

**Date de soutenance :** 21/05/2017

هذا العمل المتواضع عبارة عن مدخل أو مقدّمة للبحث في ميدان المواد الطبيعية و تطبيقاتها. العمل مكرّس لدراسة نبتة *Marrubium vulgare* L المعروفة عند العامة في بلادنا باسم المرورية و هي نبتة تنتمي إلى فصيلة الشفويات.

بعد مراجعة سريعة للنباتات الطبيّة و مركباتها وكذا مختلف طرق الفصل المستعملة في ميدان المواد الطبيعية و بعد الاستشهاد ببعض الأعمال التي أنجزت و حققت في هذا الميدان، قمنا في البداية باختبارات سريعة للتأكد من وجود أو عدم وجود العائلات الأكثر شيوعا في الخلاصات السنتة المتحصل عليها باستعمال مختلف طرق الفصل المتاحة.

بعد ذلك درسنا مدى تأثير هذه الخلاصات على الحصى الكلوية المأخوذة من كلية شخص بعد بترها إثر عملية جراحية.

الدراسة بينت أن الخلاصة الناتجة من إثير البترول بيّنت فعالية عالية لفقدان وزن الحجرة المستعملة مقارنة مع باقي الخلاصات. كما بيّنت الدراسة أيضا أن الخلاصة الناتجة من أسيتات الإثيل لها فعل عكسي. بين هاذين الطرفين تتواجد بقية الخلاصات.

: مرورية, طرق الفصل, الحصى الكلوية, عناصر نشطة.

## Résumé

Ce modeste travail est une initiation à la recherche dans le domaine de la phytochimie et ses applications. Il est consacré à l'étude de la plante de *Marrubium vulgare* L appartenant à la famille des lamiaceae.

Après une révision rapide portée sur les plantes médicinales et leurs métabolites et les différentes méthodes de séparations utilisées dans le domaine de la phytochimie et après une consultation de quelques travaux sur cette plante, nous avons vérifié la présence ou l'absence des grandes familles des principes actifs de cette plante par des tests préliminaires sur des différents extraits obtenus par une succession de séparation.

Nous avons ensuite étudié l'effet de ces différents extraits sur la perte en poids des calculs rénaux. Les résultats obtenus ont montré une bonne corrélation entre les trois séries d'essais effectuées.

L'extrait issu de l'éther de pétrole a présenté une perte maximale par rapport aux reste des extraits, cependant l'extrait issu de l'acétate d'éthyle a joué un rôle inverse.

**Mots clés :** *Marrubium vulgare* L, calculs rénaux, méthodes de séparation, principes actifs...

## Abstract

This modest work is an introduction to research in the field of phytochemistry and its applications. It is devoted to the study of the plant *Marrubium vulgare* L belonging to the family of lamiaceae.

After quick review of medicinal plants and their metabolites and the different methods of separation used in the field of phytochemistry and after consulting some works for this plant, we verified the presence or absence of the main active principles families of this plant by preliminary tests on different extracts obtained by a separation sequence.

After that we studied the effect of these different extracts on the weight loss of kidney stones. The results obtained showed a good correlation between the three series of tests carried out.

The extract from petroleum ether showed a maximum loss compared to the rest of the extracts, however the extract from ethyl acetate played a reverse role.

**Key words:** *Marrubium vulgare* L, kidney stones, separation methods, actives principles

## *Dédicace*

*Je dédie ce travail*

*A mes parents*

*A mes sœurs et frère*

*A toute ma famille, proche ou éloignée*

*A tous mes amis*

*A tous mes collègues de travail*

## *Remerciements*

*Je remercie tout d'abord Dieu tout puissant de m'avoir donné le courage, la force et la patience d'achever ce modeste travail.*

*Je remercie ma famille et surtout mes parents pour leur soutien moral, leurs encouragements et leur patience durant les étapes difficiles de ce travail.*

*Je tiens à exprimer toutes mes reconnaissances à Monsieur KALLA Ali d'avoir accepté d'encadrer ma recherche et de sa patience, et de m'avoir guidée dans la conduite de ce travail. Je le remercie pour la confiance qui a eue en moi en acceptant de diriger ce travail avec clairvoyance et humanité.*

*Je tiens également à remercier Monsieur MESSAI Laid pour l'intérêt qui a accordé à mon travail en acceptant de l'examiner. Je le remercie beaucoup pour l'honneur qu'il ma fait en acceptant d'être le président de mon jury.*

*Je dois remercier Madame BOUDIBA Sameh d'avoir accepté d'examiner ce travail, ainsi pour ses conseils et ses orientations tout au long de cette année.*

*Je voudrais exprimer un grand remerciement à Madame HANINI pour son aide, sa disponibilité et sa gentillesse.*

*Je remercie tous les enseignants au cours de ce parcours sans oublier à remercier nos techniciens des laboratoires pour leurs efforts et leur patience : Monsieur Abdelmadjid, et Rafik.*

*J'adresse un merci tout particulier à mes compagnons de travail - réalisant aussi leurs mémoires - pour l'entraide dans les moments difficiles : Asma, Walid, Warda, Nidhal, Wided, Belgacem, Rabeh, Jedi, Houda, Radhia, Najet, Chaima, Amira, Sara, Mohammed, Mouh, Marwa et Housseem.*

*Je remercie tous mes amis que j'aime tant : Abed elouaheb, Soufian, Djamel, Aymen, Bilel, Lajouden, Asma, Awatef, Khaoula, Badi, Waheb, Hakou, Cherif, Aziz, Dey, Lami, et Dhawedi pour leur sincère amitié et confiance, et à qui je dois ma reconnaissance et mon attachement.*

*Merci à toutes les personnes qui ont accepté de m'aider dans la relecture et la correction de ce mémoire.*

*Je tiens à remercier tous ceux qui m'ont soutenue de près comme de loin, tout au long de cette année, qui se reconnaîtront.*

*Enfin, merci d'avance à ceux ou celles qui voudront bien me lire ou m'écouter et surtout m'aider à progresser.*

---

---

**Table de matières**

<b>Matière</b>	<b>N° de page</b>
Liste des figures.....	I
Liste des tableaux.....	III
Liste des symboles et abréviations.....	IV
<b>Introduction générale.....</b>	<b>1</b>
<b>Chapitre I</b>	
I.1. Historique.....	3
I.2. Composition de base pour les plantes.....	3
I.2.1. Composés du métabolisme primaire.....	4
I.2.1.1. Glucides.....	4
I.2.1.2. Amidons.....	4
I.2.1.3. Lipides.....	5
I.2.2. Composés du métabolisme secondaire .....	5
I.2.2.1. Les composés phénoliques.....	5
I.2.2.1.1. Les flavonoïdes.....	5
I.2.2.1.2. Les tanins.....	7
I.2.2.1.3. Les coumarines.....	8
I.2.2.2. Les composés terpéniques.....	8
I.2.2.2.1. Les stéroïdes.....	8
I.2.2.2.2. Les stérols.....	9
I.2.2.2.3. Les terpénoïdes.....	9
I.2.2.2.4. Les huiles essentielles.....	10
I.2.2.2.5. Les saponosides.....	11
I.2.2.3. Les composés azotés.....	11
I.3. Description de la plante.....	13

I.3.1.Famille des lamiaceae .....	13
I.3.2.Distribution .....	13
I.3.3.Classification de la plante .....	13
I.3.4.Description botanique.....	14
 <b>Chapitre II</b>	
II.1.Les techniques d'extraction.....	15
II.1.1.La macération .....	15
II.1.2.La décoction .....	15
II.1.3.L'infusion .....	15
II.1.4.L'entraînement à la vapeur d'eau.....	15
II.1.5.L'hydrodistillation.....	16
II.1.6.Autres méthodes d'extraction.....	17
II.1.6.1.L'expression à froid.....	17
II.1.6.2.L'hydrodiffusion.....	17
II.1.6.3.L'extraction par du CO <sub>2</sub> supercritique.....	18
II.1.6.4.La centrifugation différentielle .....	19
II.2.Les méthodes de caractérisation.....	19
II.2.1.La chromatographie en phase gazeuse (CPG) .....	19
II.2.2.La Chromatographie sur couche mince (CCM) .....	21
II.2.3.La chromatographie sur colonne.....	21
II.3.Les études antérieures .....	22
 <b>Chapitre III</b>	
III.1.Sortie et choix du terrain .....	24
III.2.Espèce <i>Marrubium vulgare</i> L .....	24
III.3.Classification de la plante.....	25
III.4.Cueillette de la plante .....	25

III.5.Séchage .....	25
III.6.Utilisation thérapeutique et populaire de la plante .....	25
III.7.Extraction .....	26
III.7.1.Macération .....	26
III.7.2.Elimination de la chlorophylle .....	27
III.7.3.Obtention des extraits .....	28
III.7.3.1.Extraction par l'éther de pétrole.....	28
III.7.3.2.Extraction par l'éther diéthylique.....	28
III.7.3.3.Extraction par l'acétate d'éthyle.....	29
III.7.3.4.Extraction par n-butanol .....	29
III.8.Schéma de séparation .....	31
III.9.Réactifs utilisés pour les tests des principes actifs .....	32
a-Réactif de Dragendroff .....	32
b-Réactif de Mayer.....	32
c-Réactif de Wagner.....	32
III.10.Tests de présence des principes actifs .....	32
a-Alcaloïdes.....	32
b-Sels d'alcaloïdes.....	32
c-Cardinolides .....	33
d-Saponosides.....	33
e-Tanins.....	33
f-Flavonoïdes.....	33
III.11.Les résultats pour chaque extrait.....	33
<b>Chapitre VI</b>	
IV.1.Introduction.....	36
IV.2.Obtention des solutions utilisées.....	36

IV.3.Immersion pendant 24 h (1 <sup>ère</sup> série d'essais).....	37
IV.3.1.Discussion.....	38
IV.4.Immersion pendant 72 h (2 <sup>ème</sup> série d'essais).....	40
IV.5.Immersion pendant 72 h (3 <sup>ème</sup> série d'essais).....	40
<b>Conclusion générale</b> .....	43
<b>Bibliographie</b> .....	44

---

**Liste des figures**

<b>N° de figure</b>	<b>Désignation</b>	<b>Page</b>
<b>Figure 1</b>	Structure de base de l'amidon.....	4
<b>Figure 2</b>	Structure de base des phénols.....	5
<b>Figure 3</b>	Squelette de base des flavonoïdes.....	6
<b>Figure 4</b>	Structure de flavone et de flavonol.....	6
<b>Figure 5</b>	Structure de flavanone et de dihydroflavonol.....	6
<b>Figure 6</b>	Structure d'isoflavone et de neoflavone.....	6
<b>Figure 7</b>	Structure des tanins hydrolysables .....	7
<b>Figure 8</b>	Structure des tanins condensés .....	7
<b>Figure 9</b>	Structure de base des coumarines .....	8
<b>Figure 10</b>	Structure de base des stéroïdes.....	8
<b>Figure 11</b>	Quelques exemples des stéroïdes .....	9
<b>Figure 12</b>	Structure de cholestérol appartenant à la famille des stérols.....	9
<b>Figure 13</b>	Exemples de monoterpènes.....	10
<b>Figure 14</b>	Exemples d'hémiterpènes.....	10
<b>Figure 15</b>	Exemples des sesquiterpènes.....	10
<b>Figure 16</b>	Structure de spirostane (saponosides à génines stéroïdiques).....	11
<b>Figure 17</b>	Exemples des saponosides à génines triterpènes.....	11
<b>Figure 18</b>	Les principaux cycles azotés des alcaloïdes.....	12
<b>Figure 19</b>	La plante <i>Marrubium vulgare</i> L.....	14
<b>Figure 20</b>	Montage d'entraînement à la vapeur d'eau .....	16
<b>Figure 21</b>	Montage d'hydrodistillation.....	17
<b>Figure 22</b>	Montage d'hydrodiffusion.....	18
<b>Figure 23</b>	Principe d'extraction au CO <sub>2</sub> supercritique.....	18
<b>Figure 24</b>	La centrifugation différentielle.....	19

<b>Figure 25</b>	Schéma du principe de la CPG.....	20
<b>Figure 26</b>	Chromatographie sur couche mince.....	21
<b>Figure 27</b>	Vue générale de la plante prise à partir du site d'étude.....	24
<b>Figure 28</b>	Macération dans le mélange DCM–MeOH [1-1].....	26
<b>Figure 29</b>	Chlorophylle sur les parois .....	27
<b>Figure 30</b>	Extrait d'éther de pétrole.....	28
<b>Figure 31</b>	Extrait d'éther diéthylique.....	28
<b>Figure 32</b>	Extrait d'acétate d'éthyle.....	29
<b>Figure 33</b>	Extrait de n-butanol.....	29
<b>Figure 34</b>	Extrait de la phase aqueuse.....	30
<b>Figure 35</b>	Schéma de séparation et l'obtention des extraits.....	31
<b>Figure 36</b>	Le calcul rénal.....	37

## Liste des tableaux

N° de tableau	Désignation	Page
<b>Tableau 1</b>	Systématique de la plante.....	25
<b>Tableau 2</b>	La masse des extraits.....	30
<b>Tableau 3</b>	Extrait d'éther de pétrole.....	33
<b>Tableau 4</b>	Extrait de diéthyléther.....	34
<b>Tableau 5</b>	Extrait de l'acétate d'éthyle.....	34
<b>Tableau 6</b>	Extrait de n-butanol.....	34
<b>Tableau 7</b>	Extrait de la solution aqueuse.....	35
<b>Tableau 8</b>	Extrait de la plante.....	35
<b>Tableau 9</b>	Résultats d'immersion pendant 24 h (1 <sup>ère</sup> série d'essais) .....	38
<b>Tableau 10</b>	Réorganisation des extraits de la première série .....	40
<b>Tableau 11</b>	Résultats d'immersion pendant 72 h (2 <sup>ème</sup> série d'essais).....	40
<b>Tableau 12</b>	Résultats d'immersion pendant 72 h (3 <sup>ème</sup> série d'essais).....	41
<b>Tableau 13</b>	Réorganisation des extraits de la troisième série .....	42

### Liste des symboles et abréviations

<b>Abréviations et symboles</b>	<b>Signification</b>
[1], [2], .....	Désignation mentionnée dans la partie bibliographique
DCM	Dichlorométhane
MeOH	Méthanol
%	Pourcentage
g	Gramme
Kg	Kilogrammes
°C	Degré Celsius
cm	Centimètre
HE	Huiles essentielles
J-C	Jésus-Christ
CPG	La chromatographie en phase gazeuse
ml	Millilitre

# Introduction générale

## Introduction générale

Les plantes sont utilisées par l'homme depuis l'antiquité et dans tous les continents pour se soigner, pour la beauté et pour d'autres buts. Leurs utilisations sont faites par plusieurs méthodes ; des infusions, des poudres, des dragées, des pommades ...etc.

Les plantes nous ont toujours fournis jusqu'il y a très peu de temps la quasi totalité de nos médicaments. Même si aujourd'hui le médicament de synthèse prend une place importante dans la thérapie, il reste encore bien des substances actives très utiles sans aucune intervention synthétique. D'autres plantes sont en attente à découvrir leurs effets thérapeutiques dans ce monde végétal.

La flore algérienne avec ses différentes espèces appartenant à plusieurs familles botaniques dont une grande partie reste encore très peu explorée et exploitée sur le plan phytochimique comme sur le plan pharmacologique. Donc l'étude des substances naturelles à des fins thérapeutiques devient un intérêt important pour l'avenir de l'humanité.

Cependant l'évaluation des activités biologiques et thérapeutiques demeure une tâche très délicate mais au même temps très intéressante. Cette tâche peut faire l'intérêt de nombreuses études en partant de la récolte de la plante allant jusqu'à la séparation et la purification des métabolites secondaires par de différentes méthodes d'extraction et terminant par leurs applications dans les différents secteurs aidant l'humanité à se développer.

Le présent travail s'inscrit donc dans le cadre d'une pré-recherche appartenant au programme du laboratoire des molécules actives et leurs applications (LMAA) sur les plantes médicinales avec l'aide des laboratoires pédagogiques. Nous nous sommes intéressés à l'étude de la plante *Marrubium vulgare* L, utilisée largement en médecine traditionnelle à travers le monde, particulièrement dans la zone méditerranéenne tout en essayant de trouver un nouveau axe de recherche.

Dans le premier chapitre, nous avons décrit un bref rappel de littérature sur les plantes médicinales, leurs métabolites primaires et secondaires et une description rapide de la famille des lamiaceae à laquelle appartient la plante choisie.

Nous avons exposé en deuxième chapitre les méthodes d'extraction et d'analyse utilisées dans le domaine de la phytochimie, particulièrement celles qui ont un intérêt important dans ce travail.

Le troisième chapitre est consacré à notre travail proprement dit dès la cueillette, passant par le travail expérimental et terminant par exposition des résultats obtenus.

Le quatrième chapitre est réservé à la discussion des résultats obtenus.

Ce travail est achevé par une conclusion décrivant les différentes étapes de notre travail avec une perspective.

# Chapitre I

## I.1. Historique

Les plantes sont depuis toujours une source essentielle de médicaments. Aujourd'hui encore une majorité de la population mondiale, plus particulièrement dans les pays en voie de développement, se soigne uniquement avec des remèdes traditionnels à base de plantes. De l'aspirine au taxol, cette source semble inépuisable puisque seul environ 50000 espèces ont été traitées et investiguées parmi les 500000 espèces végétales connues et cela sur les deux plans phytochimique et pharmacologique. Rappelons que chaque espèce peut contenir jusqu'à plusieurs centaines de constituants différents [1].

Dans les civilisations chinoise ou indienne, on trouve la trace d'utilisations médicinales très ancienne. Le premier livre de matière médicale, le Shen Nung Ben Cao jing ("Traité des plantes médicinales de l'empereur Shen Nung"), fut rédigé vers 2900 avant J.-C. Les populations babyloniennes et sumériennes utilisaient les plantes pour se soigner : 600 tablettes d'argiles mentionnaient environ 1000 plantes pour leurs vertus curatives et plus de 800 remèdes sont décrits par les égyptiens [2].

Plusieurs constituants d'origines des plantes médicinales sont actuellement mis en vente telle que les huiles essentielles, les poudres, des matières comprimées...etc soit pour une destination pharmaceutique ou aussi pour l'industrie des arômes et des parfums. Mais la tendance actuelle des consommateurs à rechercher une alimentation plus naturelle a entraîné un regain d'intérêt des scientifiques pour ces substances. Depuis quelques décennies des études ont été menées sur le développement de nouvelles applications et l'exploitation des propriétés naturelles des matières issues des plantes dans différents domaines [3].

## I.2. Composition de base pour les plantes

Tous les êtres vivants ont un métabolisme primaire qui fournit les molécules de base : acides nucléiques (ARN, ADN), lipides, protéines, acides aminés et carbohydrates. Ces métabolites primaires sont produits en quantités élevées par les plantes. Quant aux métabolismes secondaires, chez les plantes, leur présence est une exclusivité du monde végétal. Ces substances ne paraissent pas essentielles à la vie de la plante. Elles sont produites en très faible quantité et servent à soigner la plante elle-même [5]. Ce sont des produits, à structure chimique souvent complexe. Selon les espèces, ces métabolites sont très dispersés et très différents [4].

### I.2.1. Composés du métabolisme primaire

Ces composés correspondent à toutes les réactions biochimiques. La plante utilise l'énergie solaire via la photosynthèse et active son métabolisme primaire a fin de produire des glucides, des lipides, des amidons.....etc.

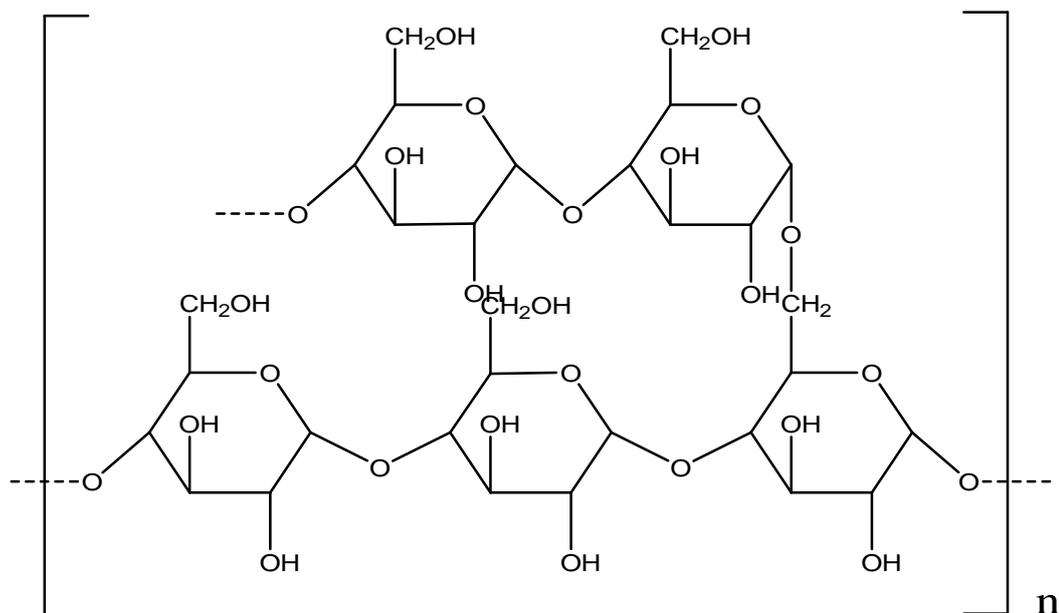
#### I.2.1.1. Glucides

Les glucides sont des hydrates de carbones ou des saccharides. Ce sont également des composés organiques carbonylés (aldéhydiques, cétoniques), ces molécules sont caractérisées par leur formule de la forme  $(CH_2O)_n$  avec  $n > 3$ . Ce sont aussi des composés qui apparaissent les premiers lors de la photosynthèse. On distingue deux catégories :

- les molécules élémentaires non hydrolysables : les oses : ce sont des composés simples, à chaine carbonée linéaire, de formule brute  $C_nH_{2n}O_n$  (avec n compris entre 3 et 7).
- les composés hydrolysables : les osides : Ce sont des molécules dont l'hydrolyse fournit 2 ou plusieurs molécules d'oses. Ces oses sont identiques ou différents [5].

#### I.2.1.2. Amidon

L'amidon est la principale forme de réserve glucidique des végétaux. Il est présent dans toutes les parties de la plante et existe sous la forme d'une structure organisée correspondant à un homopolymère presque pur de D-glucose [6].



**Figure 1** : Structure de base de l'amidon

### I.2.1.3.Lipides

Les lipides sont des esters d'alcools et d'acides gras ; ce sont des corps insolubles dans l'eau (hydrophobes), solubles dans les solvants organiques apolaires et ils ne sont pas volatils (huiles fixes).

Les lipides constituent aussi la principale réserve d'énergie, leur métabolisme aboutissant à la combustion complète qui libère une grande quantité d'énergie [7].

### I.2.2.Composés du métabolisme secondaire

Ce sont des composés produits par les plantes en fin de leur vie pour s'auto-soignées on distingue plusieurs familles de ces composés. Ils sont essentiellement des composés phénoliques, terpéniques et azotés.

#### I.2.2.1.Les composés phénoliques

Les composés phénoliques sont caractérisés par la présence d'au moins un noyau benzénique lié directement par un groupe hydroxyde libre ou engagé dans une fonction: éther, ester, hétéroside [8].

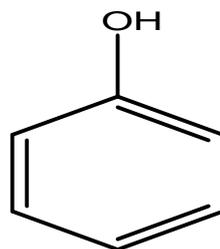


Figure 2 : Structure de base des phénols

#### I.2.2.1.1.Les flavonoïdes

Les flavonoïdes ont tous la même structure chimique de base, ils possèdent un squelette carboné de quinze atomes de carbones constitué de deux cycles aromatiques (A) et (B) qui sont reliés entre eux par un pont formé de 3 carbones (C). Ces 15 atomes de carbones forment ainsi le squelette de base des flavonoïdes [9]. Généralement, la structure des flavonoïdes est représentée selon le système C<sub>6</sub>-C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub> [10], en formant une structure de type diphényle propane dont des groupements hydroxyles, oxygènes, méthyles, ou des sucres peuvent être attachés sur les noyaux de cette molécule [11]. Les figures ci-dessous présentent en plus de la structure de base des flavonoïdes, quelques composés issus de cette famille.

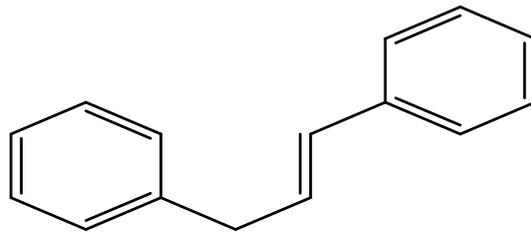
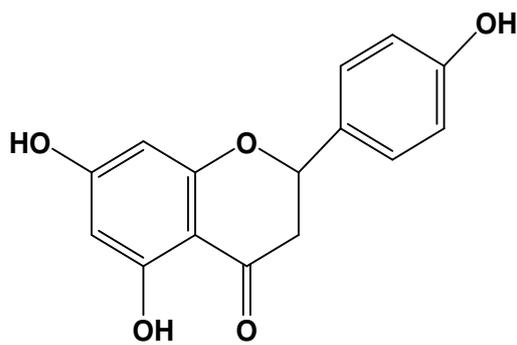
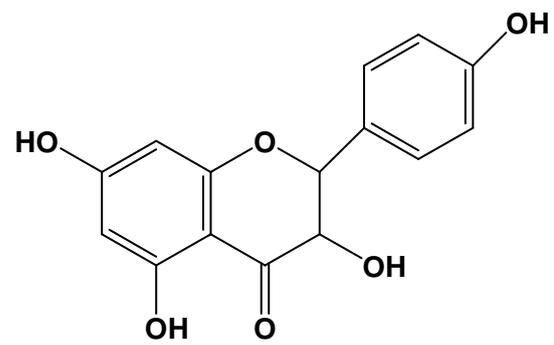


Figure 3 : Squelette de base des flavonoïdes

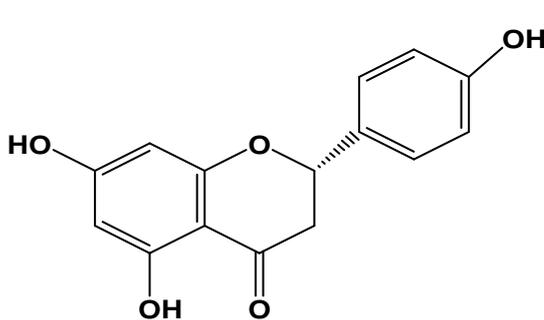


Flavone

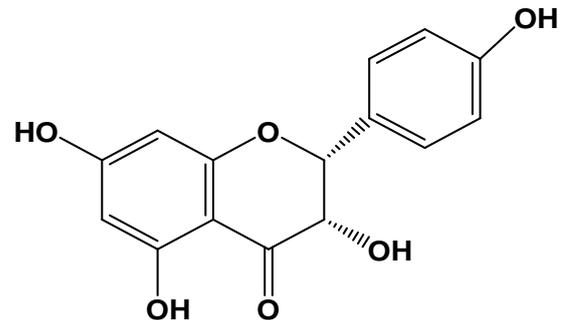


Flavonol

Figure 4 : Structure de flavone et de flavonol [12]

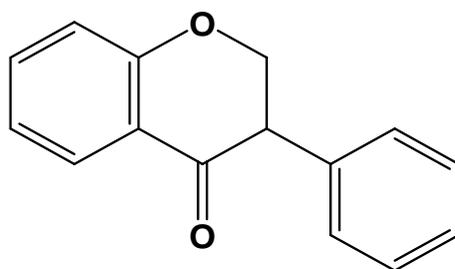


Flavanone

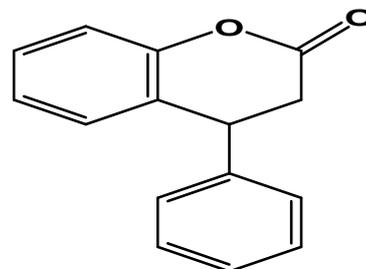


Dihydroflavonol

Figure 5 : Structure de flavanone et de dihydroflavonol [12]



Isoflavone



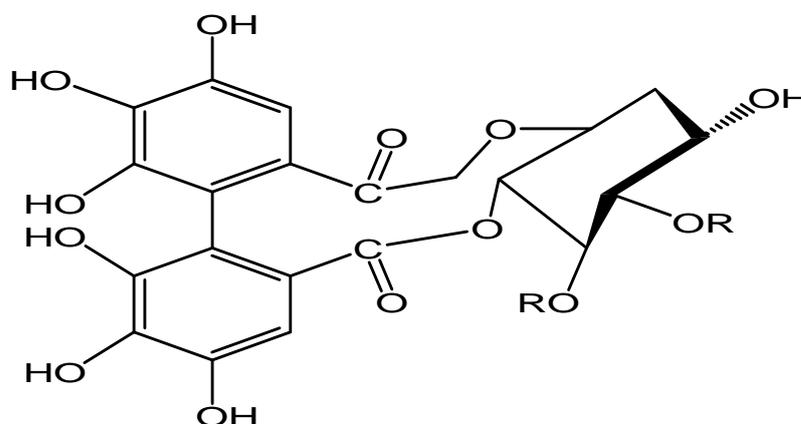
Néoflavone

Figure 6 : Structure d'isoflavone et de neoflavone [12]

### I.2.2.1.2. Les tanins

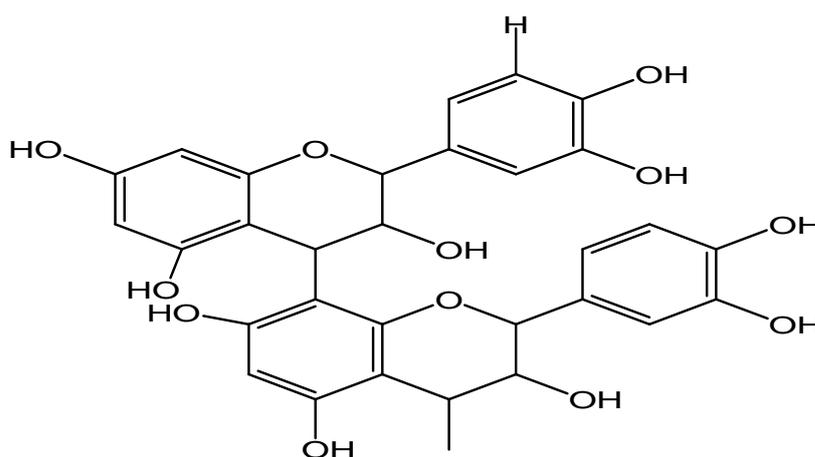
La famille des tanins est plus au moins complexe, les principes actifs appartenant à cette famille se retrouve pratiquement dans l'ensemble des végétaux, et dans toutes leurs parties (écorces, racines, feuilles, etc.). Leur structure chimique de base est particulièrement variable, mais comporte toujours une partie polyphénolique ; il existe deux catégories de tanins, d'origine biosynthétiques différentes : les tanins hydrolysables et les tanins condensés [13].

- **Tanins hydrolysables** : Sont des polyesters de glucides ou d'acide-phénols selon la nature de ces tanins. (Figure7)



**Figure 7** : Structure des tanins hydrolysables

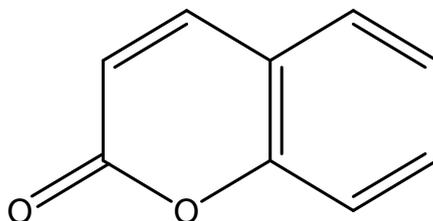
- **Les tanins condensés** : Ce sont des polymères flavanoliques, constitués d'unités de flavan-3-ols liées entre elles par des liaisons carbone-carbone le plus souvent C<sub>4</sub>-C<sub>8</sub> ou C<sub>4</sub>-C<sub>6</sub> telle que la catéchine ou l'épicatéchine (Figure8) [14].



**Figure 8** : Structure des tanins condensés

### I.2.2.1.3. Les coumarines

Les coumarines sont des substances naturelles connues, il s'agit de composés à neuf atomes de carbone possédant le noyau benzo (2H)-1 pyranone-2. Ces composés dériveraient de la cyclisation de l'acide cis cinnamique oxygéné en C-2 [11]. La structure ci-dessous présente la structure de base des coumarines.

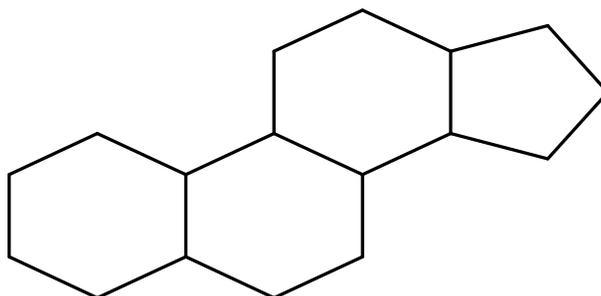


**Figure 9** : Structure de base des coumarines [15]

### I.2.2.2. Les composés terpéniques

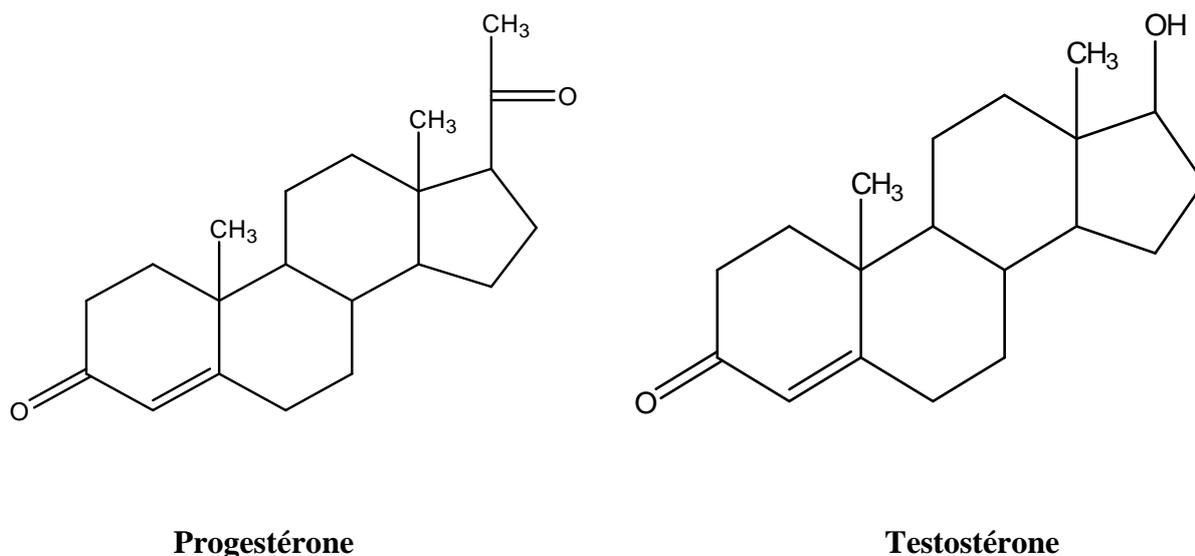
#### I.2.2.2.1. Les stéroïdes

Le terme stéroïde tire son origine du mot grec "Stéréos" signifiant "Solide" est désignant toutes les molécules comportant un squelette tétracyclique (figure 10) [16].



**Figure 10** : Structure de base des stéroïdes

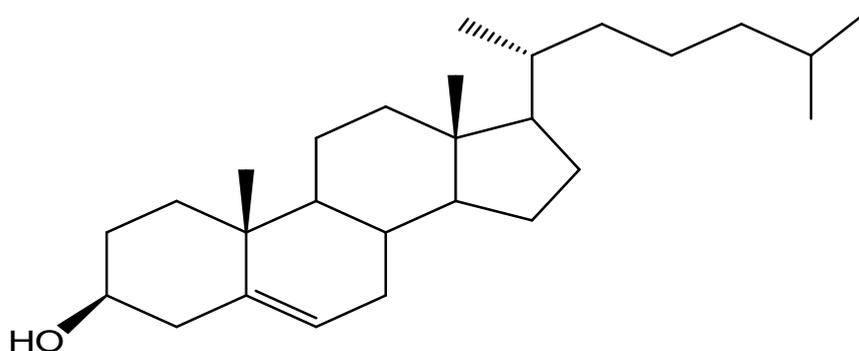
Les stéroïdes représentent un ensemble de molécules dérivées du cholestérol ou de ses homologues particulièrement abondants dans les végétaux et les animaux. Cette classe de substances naturelles présente une sous-classe de triterpènes [17].



**Figure 11 :** Quelques exemples des stéroïdes [17]

#### I.2.2.2. Les stérols

La majorité des stéroïdes sont des alcools, on les appelle stérols [18]. Les stérols sont des stéroïdes dérivant des triterpènes et formant ainsi tout un groupe d'alcools solides [19]. Ce sont des composés tétracycliques comportant les plus souvent 27, 28 ou 29 atomes de carbone [20].



**Figure 12 :** Structure de cholestérol appartenant à la famille des stérols

#### I.2.2.3. Les terpénoïdes

Les terpénoïdes, appelés parfois isoprénoïdes, forment une classe large et diverse de composés organiques que l'on rencontre dans la nature, similaires aux terpènes, dérivant d'unité isoprène à cinq carbones assemblés et modifiés de milliers de façons. Ces lipides peuvent être trouvés dans toutes les classes de créatures vivantes, et constituent le plus large groupe de produits naturels [21].

### I.2.2.4. Les huiles essentielles

Les HE sont définis comme étant des extraits volatils et odorants. Elles se forment dans un grand nombre de plantes comme sous produits du métabolisme secondaire. Les HE ont des propriétés et des modes d'utilisation particuliers [14]. Ce sont des substances huileuses, volatiles, d'odeur et de saveurs généralement fortes [22]. Généralement incolores ou jaune pâle [23]. La plupart des huiles essentielles ont une densité inférieure à celle de l'eau [24].

Les principes actifs formant les HE appartiennent généralement à la famille des terpènes :

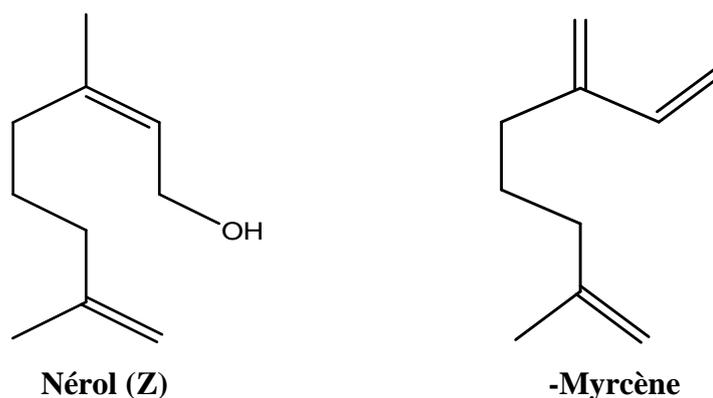


Figure 13 : exemples de monoterpènes

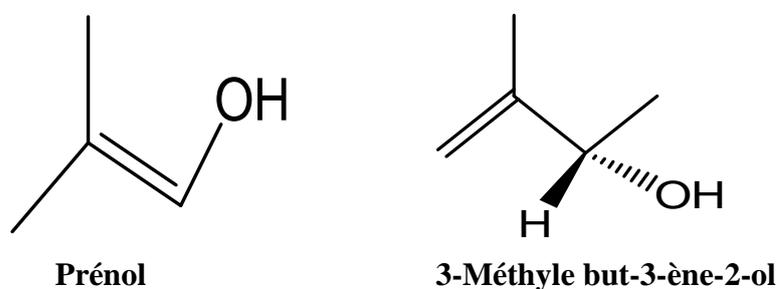


Figure 14 : Exemples d'hémiterpènes

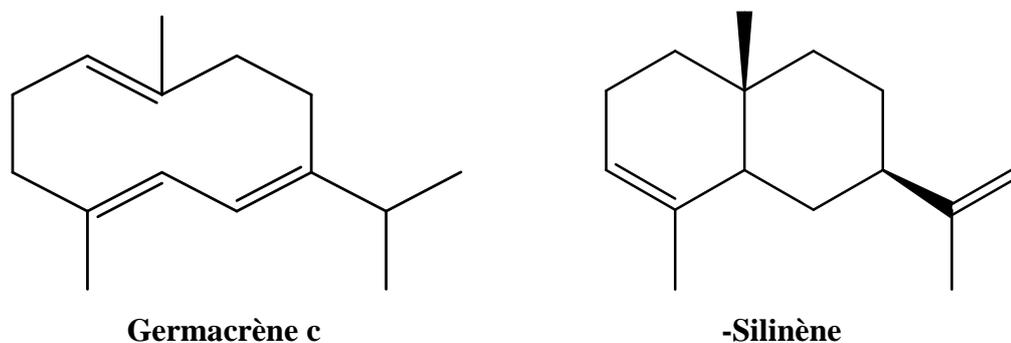
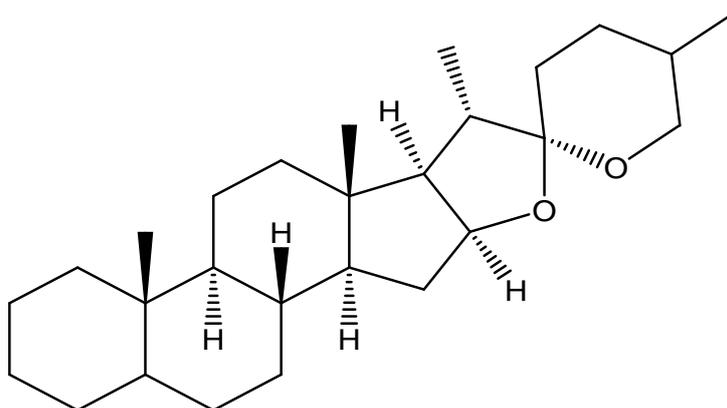


Figure 15 : Exemples des sesquiterpène

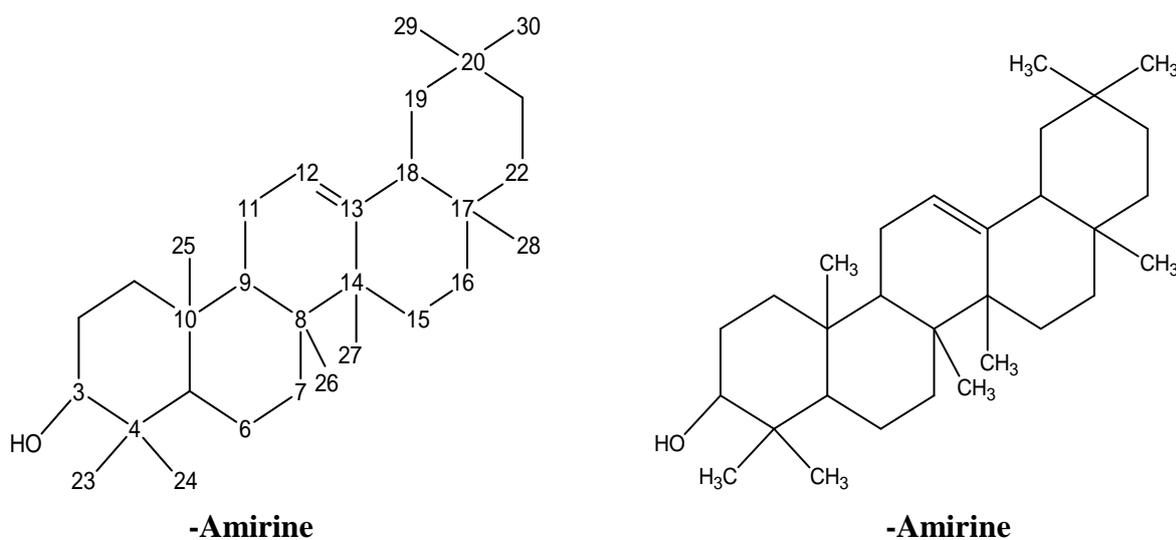
### I.2.2.5. Les saponosides

On entend par saponosides (mot latin « sapon », savon ; « saponaire », l'herbe à savon), des hétérosides à aglycones de structure stéroïde ou triterpénique qui tiennent une grande place parmi les substances d'origine végétale [25].

Les saponosides sont classés en deux groupes selon la nature de leur structure qui peut être soit stéroïdiques (Figure 15), soit triterpéniques (Figure 16) [26].



**Figure 16 :** Structure de spirostane (saponosides à génines stéroïdiques)



**-Amirine**

**-Amirine**

**Figure 17 :** Exemples des saponosides à génines triterpènes

### I.2.3. Les composés azotés

Les alcaloïdes, forment la famille principale des principes actifs azotés, ce sont des molécules d'origine naturelle. On les trouve principalement chez les végétaux, mais aussi chez les animaux. Leur structure chimique de base est un hétérocycle azoté [27]. Il existe plus de six mille alcaloïdes connus mais ce chiffre est en constante augmentation [28].

Les principaux cycles azotes des alcaloïdes sont de type (figure 8): Indole (a), Quinoline (b), Isoquinoline (c), Tropane (d), Pyridine (e), Quinolizidine (f), La morphine (g) et Smatolanidine (h) [29].

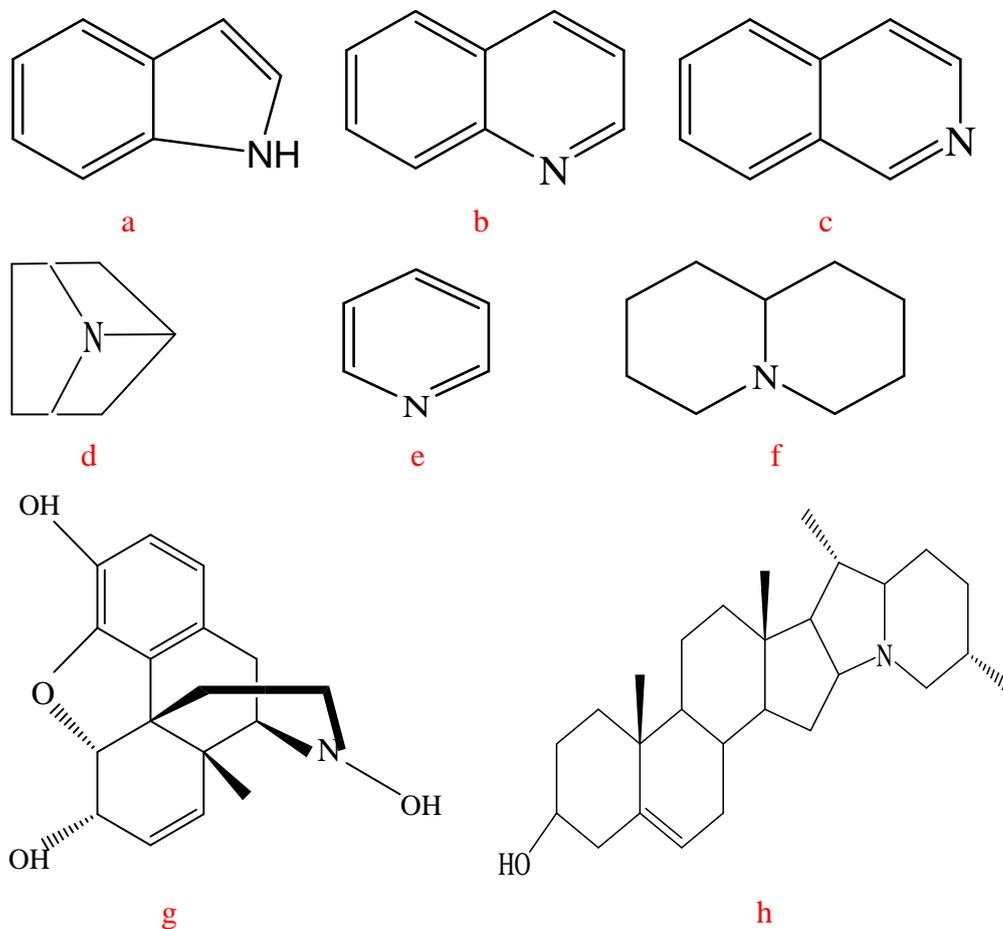


Figure 18 : Les principaux cycles azotés des alcaloïdes [29]

### I.3. Description de la plante

#### I.3.1. Famille des lamiaceae

La plante choisie appartient à la famille des lamiacées. Cette famille est composée de près de 260 genres et 7000 espèces d'herbes, d'arbustes et d'arbres, à tige quadrangulaire et à inflorescences verticillées. Les feuilles sont généralement opposées ou verticillées, simples ou très rarement bannière ; il n'y a pas de précise.

Les fleurs sont bisexuées et zygomorphes, les inflorescences sont en cymes bipares puis unipares par manque de place. Le calice typiquement 5-mère, parfois bilabié et porte 5 à 15 nervures protubérantes. La corolle est harmonie et typiquement bilabiée, avec deux lobes formant une lèvre supérieure et trois lobes formant la lèvre inférieure [30].

L'androcée peut consister soit en quatre étamines didynames, soit en seulement deux étamines soudées au tube de la corolle ou à la zone constituant et alternant avec les lobes [31].

#### I.3.2. Distribution :

La distribution géographique des lamiacées est universelle. Les lamiaceae sont rencontrées sous tous les climats, à toutes les altitudes. Certains des 260 genres que compte la famille sont quasiment universels, d'autres ont une distribution plus restreinte, rare dans le milieu forestier tropical. Les lamiaceae se concentrent particulièrement dans la région méditerranéenne [32-33].

#### I.3.3. Classification de la plante : [34]

Nom en français : Marrube blanc.

Nom Scientifique : *Marrubium vulgare* L

Nom commun : Marrube blanc, marrube commun, marrube vulgare, marrube des champs, marrube officinal, bonhomme.

Nom en arabe : مروية

Nom en tamazight : Merrouelleth

Famille : Lamiaceae



**Figure 19 :** La plante *Marrubium vulgare* L

#### **I.3.4.Description botanique**

Le marrube blanc est une plante herbacée, durable, à une odeur farigoule. Il a une couleur grisâtre, il peut atteindre 45 à 70 cm de hauteur, de tige carrée. Les feuilles sont pétiolées, ovales, arrondies et duveteuses. Elles ont un aspect froissé. La poussée est irrégulièrement crénelée sur les bords. Les fleurs de la plante sont blanchâtre, petites groupées en verticilles globuleux à l'aisselle des feuilles. Cette plante est originaire d'Europe, d'Afrique du Nord et d'Asie. Le marrube est une plante pionnière, qui colonise les terres non cultivées, les prairies sèches et les friches [34].

# Chapitre II

## **II.1.Les techniques d'extraction**

### **II.1.1.La macération**

C'est une technique qui consiste à laisser un solide dans un liquide (eau, solvant, ou mélange des solvants) pour en extraire les composés solubles.

La macération peut être considérée comme une méthode plus rapide et efficace. Elle permet d'utiliser une technique simple, d'obtenir un rendement élevé en extrait, avec une durée d'extraction souvent limitée [35].

### **II.1.2.La décoction**

Cette préparation s'opère en faisant bouillir les plantes dans un solvant convenable le plus souvent dans de l'eau, Elle convient surtout aux écorces, aux racines, tiges et fruits. On laisse bouillir pendant un temps plus ou moins long selon les espèces, en général de 10 à 30 minutes. Pour extraire le plus possible de principes actifs, il faut avoir soin de triturer la partie des plantes en petits morceaux. Cette méthode est généralement utilisée pour les plantes ayant des métabolites solides [36].

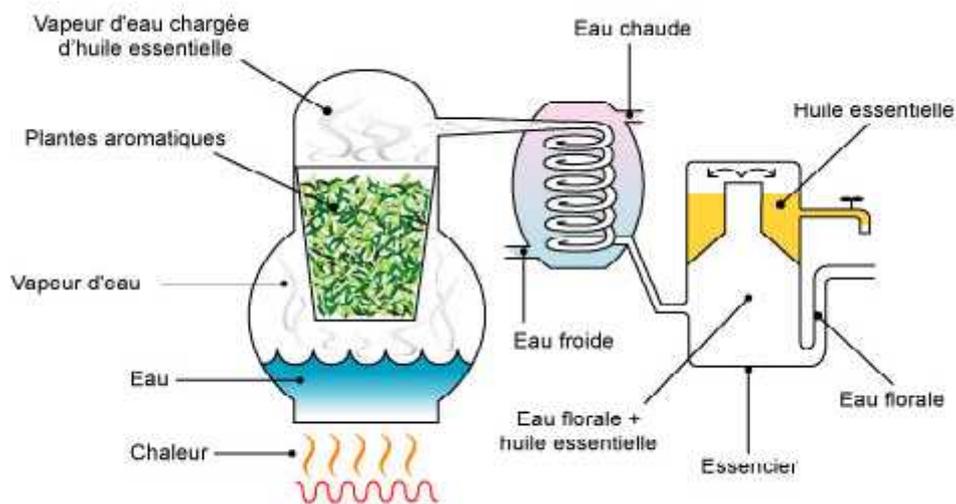
### **II.1.3.L'infusion**

Elle consiste à verser de l'eau bouillante sur les plantes (ou encore à jeter les plantes dans le récipient contenant l'eau bouillante) au moment précis où l'eau entre en ébullition. On couvre le récipient et on laisse infuser le temps nécessaire. Le temps d'infusion est variable suivant la nature de la plante : de dix minutes à une heure ; il va de soi que celle des plantes à tissus plus épais (racines, tiges). C'est par l'infusion que sont traitées les plantes médicinales les plus couramment utilisées : camomille, menthe, thé, tilleul, verveine...etc [36].

### **II.1.4.L'entraînement à la vapeur d'eau**

L'entraînement à la vapeur d'eau est l'une des méthodes officielles pour l'obtention des HE. A la différence de l'hydrodistillation, cette technique ne met pas en contact direct de l'eau et la matière végétale à traiter. De la vapeur d'eau fournie par une chaudière traverse la matière végétale située au dessus d'une grille. Durant le passage de la vapeur à travers le matériel, les cellules éclatent et libèrent les huiles essentielles qui sont vaporisées sous l'action de la chaleur pour former un mélange « eau + HE ». Le mélange est ensuite véhiculé vers le condenseur et l'essencier avant d'être séparé en une phase aqueuse et une phase organique ; les HE. L'absence de contact direct entre l'eau et la matière végétale, puis entre

l'eau et les molécules aromatiques évite certains phénomènes d'hydrolyse ou de dégradation pouvant nuire à la qualité de l'huile [37].



**Figure 20 :** Montage d'entraînement à la vapeur d'eau [38]

### II.1.5.L'hydrodistillation

C'est la méthode la plus ancienne utilisée pour l'obtention des HE. Son principe repose sur une distillation hétérogène, il consiste à immerger la matière première végétale dans un ballon lors d'une extraction au laboratoire ou dans un alambic industriel rempli d'eau placé sur une source de chaleur. Le tout est ensuite porté à l'ébullition. La chaleur permet l'éclatement des cellules végétales et la libération des molécules odorantes qui y sont contenues. Ces molécules aromatiques forment avec la vapeur d'eau, un mélange azéotrope.

Les vapeurs sont condensées dans un réfrigérant et les HE se séparent de l'eau par différence de densité. Au laboratoire, le système utilisé pour l'extraction des huiles essentielles est le clewenger (figure 21). La durée de l'hydrodistillation peut aller jusqu'à 5 heures pour une meilleure obtention des HE [37].



**Figure 21 :** Montage d'hydrodistillation

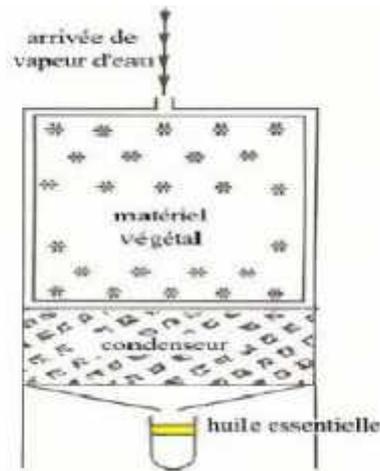
## II.1.6. Autres méthodes d'extractions

### II.1.6.1. L'expression à froid

Le procédé d'extraction par expression à froid est assurément le plus simple mais aussi le plus limité. Il est réservé à l'extraction des composés volatils dans la surface extérieure des noix qui ont une très grande importance pour l'industrie des parfums et des cosmétiques. Cependant ce sont des produits fragiles en raison de leur composition en terpènes. Il s'agit d'un traitement mécanique qui consiste à déchirer les péricarpes riches en cellules sécrétrices. L'essence libérée est recueillie par un courant d'eau et reçoit tout le produit habituel de l'entraînement à la vapeur d'eau, d'où la dénomination d'HE [39].

### II.1.6.2. L'hydrodiffusion

L'hydrodiffusion est une variante de l'entraînement à la vapeur (figure 22). Cette technique relativement récente et particulière. Elle exploite ainsi l'action osmotique de la vapeur d'eau. Elle consiste à faire passer, du haut vers le bas et à pression réduite, la vapeur d'eau au travers de la matrice végétale [37].

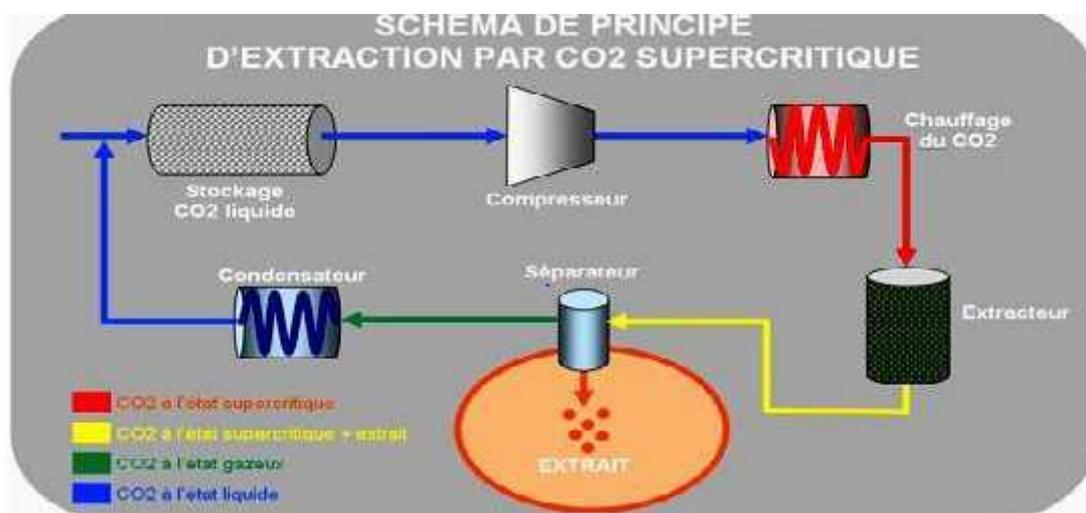


**Figure 22:** Le montage d'hydrodiffusion

L'avantage de cette méthode est d'être plus rapide donc moins dommageable pour les composés volatils, et de ne pas mettre en contact le matériel végétal et l'eau. De plus, l'hydrodiffusion permet une économie d'énergie due à la réduction de la durée de la distillation et donc à la réduction de la consommation de vapeur [37].

### II.1.6.3.L'extraction par du CO<sub>2</sub> supercritique

La technique est fondée sur la solubilité des constituants dans le dioxyde de carbone à l'état supercritique. Grâce à cette propriété, le dioxyde de carbone permet l'extraction dans le domaine liquide (supercritique) et la séparation dans le domaine gazeux. Le dioxyde de carbone est liquéfié par refroidissement et comprimé à la pression d'extraction choisie. Il est ensuite injecté dans l'extracteur contenant le matériel végétal, puis le liquide se détend pour se convertir à l'état gazeux pour être conduit vers un séparateur où il sera séparé en extrait et en solvant (figure 23) [40].



**Figure 23 :** Principe d'extraction au CO<sub>2</sub> supercritique

#### II.1.6.4. La centrifugation différentielle

Cette technique permet d'exposer des échantillons à de fortes accélérations qui permettent la séparation des constituants. Le champ d'accélération peut être celui de la terre ( $g = 9.81 \text{ ms}^{-2}$ ), il ne permet alors que la sédimentation de grosses particules, appelée parfois décantation. La force centrifuge accélère la séparation de principes actifs en fonction de leur densité. Les principes actifs les plus lourds se déposent au fond des tubes. La centrifugation différentielle est un procédé qui sépare les différentes particules en fonction de leur taille par une succession de centrifugations, dont l'intensité croît au fur et à mesure [41].

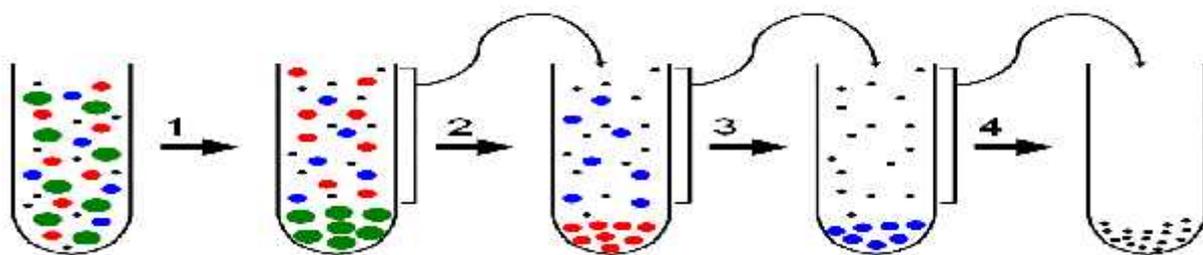
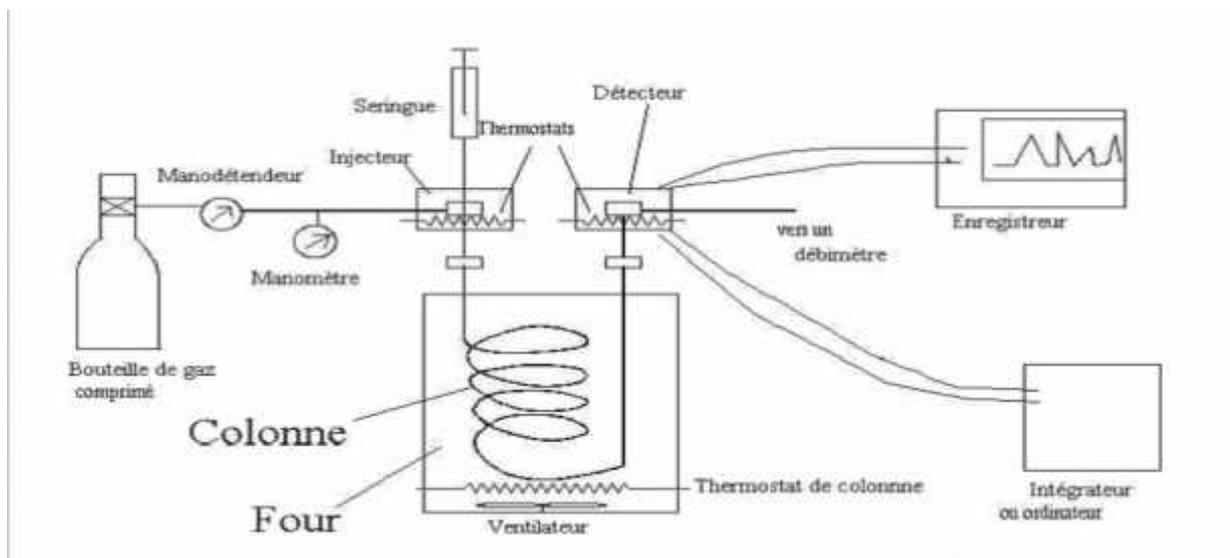


Figure 24 : La centrifugation différentielle

## II.2. Les méthodes de caractérisation

### II.2.1. La chromatographie en phase gazeuse (CPG)

La CPG est une méthode d'analyse par séparation qui s'applique aux composés gazeux ou susceptibles d'être vaporisés par chauffage sans décomposition. Les progrès technologiques réalisés dans le domaine des colonnes capillaires, des phases stationnaires et des détecteurs ont contribué à rendre la CPG obligatoire pour la caractérisation des HE. Le chromatographe en phase gazeuse est constitué de trois modules : un injecteur, une colonne capillaire dans le four et un détecteur (figure 25) [42].



**Figure 25** : Schéma du principe de la CPG [43]

Le mode d'injection le plus répandu est l'injection en “*split*” ou injection avec “division de flux”, il est utilisé pour l'analyse de solutions concentrées. L'injection se fait dans une chambre à haute température de façon à rendre le produit à analyser sous forme de vapeur. L'échantillon est rapidement introduit dans l'injecteur où il est instantanément vaporisé et mélangé au gaz vecteur (hélium, azote, argon, ou hydrogène). Une électrovanne permet de régler le débit de mélange gazeux (gaz vecteur + échantillon). Ce procédé permet de faire en sorte qu'une fraction importante du flux gazeux soit évacuée, diminuant ainsi la quantité d'échantillon qui pénètre dans la colonne et évitant de saturer la phase stationnaire [42].

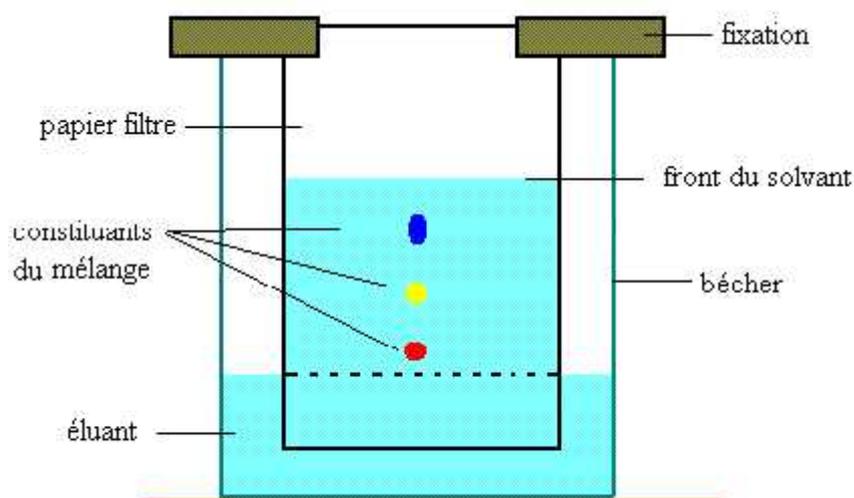
Le four contient l'élément clé de la séparation chromatographique de la colonne analytique. Cette colonne peut être de deux types : colonne remplie ou colonne capillaire. Dans le cas des HE, les colonnes capillaires semblent plus adaptées ; elles sont en métal, en verre ou plus souvent en silice fondue. Les substances de l'échantillon traversent la totalité de la colonne où est placée la phase stationnaire.

Les constituants d'un mélange sont séparés en fonction de leur polarité si la phase stationnaire est polaire, de leur volatilité si cette dernière est apolaire. Leurs différences de propriétés physicochimiques leur confèrent des vitesses d'éluion et ils sont donc séparés en fonction du temps. Ils arrivent à l'extrémité de la colonne, ils sont alors détectés et enregistrés. La chromatographie en phase gazeuse permet donc de séparer un mélange gazeux complexe par succession continue d'équilibre entre phase mobile gazeuse et phase stationnaire [43].

### II.2.2. La Chromatographie sur couche mince (CCM)

Il s'agit d'une technique de routine utilisée pour l'analyse rapide de fractions obtenues à la suite d'une séparation initiale. Elle repose principalement sur des phénomènes d'adsorption. Après que l'échantillon ait été déposé sur la phase stationnaire, fixée sur une plaque de verre ou sur une feuille semi-rigide en plastique ou en aluminium, les substances migrent, entraînées par la phase mobile composée d'un ou de plusieurs solvants. Ensuite, le repérage des molécules s'effectue soit par ultra-violet (UV), soit par un colorant spécifique ou encore par exposition aux vapeurs d'iode [44].

Cette technique, beaucoup moins performante que la chromatographie en phase gazeuse, peut être utilisée en routine pour le contrôle de qualité des huiles essentielles [45].



**Figure 26:** Chromatographie sur couche mince

### II.2.3. La chromatographie sur colonne

La chromatographie sur colonne est une méthode importante pour la séparation d'un produit contenant des impuretés difficiles à enlever par distillation ou cristallisation. Cette technique sert également à séparer des produits organiques d'un mélange. Il existe plusieurs types de chromatographie sur colonne basés sur le choix des deux phases, stationnaire et mobile. La colonne peut être remplie par l'oxyde d'aluminium, le gel de silice, séphadex ou autres comme phase stationnaire, cependant la phase mobile peut y aller d'un solvant à un autre selon la polarité choisie.

### II.3. Les études antérieures

Plusieurs études en été portées sur cette plante tant qu'au niveau national ou dans les pays étrangers.

➤ Caractérisations analytiques de quelques composés poly phénoliques et terpéniques issus de la plante *Marrubium déserti* de la région de Ghardaïa. Cette étude est une forme de mémoire de Magister réalisé à l'université Kasdi merbah Ouargla en 2009 par F. Chebrouk.

Selon cette étude, la plante *Marrubium* contient plusieurs familles de composés particulièrement les huiles essentielles avec plus de 35 composés terpéniques abandonnés par les sesquiterpènes et les poly phénols. Ces composés sont caractérisés par UV. Les composés terpéniques contenus dans cette plante sont abandonnés eux-mêmes par des hydrocarbures à un nombre impair d'atomes de carbone.

Signalons qu'aucune importance commerciale n'a été décrite par cette étude [60].

➤ Une deuxième étude plus récente a été consultée, il s'agit de la thèse de doctorat de Djahra Ali Boutlelis de l'université Badji mokhtar- Annaba(2014), intitulée : Etude phytochimique et activité antimicrobienne, antioxydant, anti hépatotoxique du Marrube blanc ou *Marrubium vulgare* L.

Cette étude a confirmée la présence, en plus des composés terpéniques, des phénols, des flavonoïdes et des tanins, ce qui prouve l'utilisation massive de cette plante en médecine traditionnelle.

Selon cette étude toujours, cette plante possède de diverses activités biologiques telles que les activités antibactériennes, antifongiques, antihépatotoxiques et antioxydantes [61].

➤ En 2014 un groupe de l'université de Abou Bekr Belkaid –Tlemcen a rajouté la présence des alcaloïdes et les coumarines aux familles déjà connues dans la plante.

➤ Une quatrième étude consultée et qui nous arrive du Maroc. Plus exactement de l'université sidi Mohamed ben abdellah Maroc (2014) de Laouachi F Z. Cette étude portée sur l'extrait méthanolique du Marrube blanc elle confirme l'activité antioxydante et antiprolifération du microbe de la plante, et en même temps prouve la présence des flavonoïdes dans les feuilles et les tiges de la plante [34].

➤ Coté médicinal et pharmaceutique, une étude assez récente de Guiet Antony de l'université de Nantes a prouvée l'utilité et l'importance de la plante *Marrubium vulgare* L dans la prévention du risque cardiovasculaire par passage par le dépistage et la correction des différents facteurs de risque cardiovasculaire.

Selon cette étude, les extraits aqueux de *Marrubium vulgare* L. possèdent des propriétés très intéressantes, notamment ; l'augmentation du transport inverse du cholestérol, l'inhibition de l'oxydation par fixation des radicaux libres ce qui offre une source des antioxydants. Cette étude aussi a prouvée la présence de la propriété anti-hypertensive.

Les molécules les plus actives de la plante décritient dans cette étude sont le marrubenol qui se comporte comme un bloqueur des canaux calciques de type L et la marrubiine [62].

# Chapitre III

### III.1.Sortie et choix du terrain

La sortie a été effectuée le 15-12-2016 à 10 h du matin vers les gorges de “Youkous“, dans une journée ensoleillée. Nous avons localisé deux plantes dans ce site a fin de choisir l’une des deux.

Le choix a été orienté vers la plante « *Marrubium vulgare* L » appelée aussi « Marrube blanc » (Figure 1), car nous avons des difficultés pour chercher le nom scientifique de la deuxième plante nommée populairement « El guetom » récoltée le jour même.



**Figure 1** : Vue générale de la plante de *Marrubium vulgare* L prise à partir du site de la cueillette

### III.2.Espèce *Marrubium vulgare* L

Le Marrube vulgaire scientifiquement connu sous le nom *Marrubium vulgare* L est un arbuste, d’aspect blanchâtre très rameux, à poils laineux appliqués, a feuilles petites en coin à la base et portant quelque dents au sommet, fleurs en petites glomérules à l’aisselle des paires de feuilles, corolle petite par rapport au calice tubuleux, celui-ci s’accroît considérablement par sa partie supérieure en formant autour du fruit une auréole membraneuse [46]. Toutes ces qualités décrites dans la littérature ont été vérifiées dans la plante récoltée.

**III.3. Classification de la plante: [47]****Tableau 1** : Systématique de la plante

Règne	Végétale
Embranchement	Angiosperme
Classe	Eudicotylédones
Sous-classe	Gamopétale
Ordre	Lamiaceae
Famille	Lamiaceae
Genre	<i>Marrubium</i>
Sous-espèce	<i>Marrubium vulgare</i> L

**III.4. Cueillette de la plante**

La cueillette a été faite dans une zone montagneuse sablée, la plante peut aller jusqu'à 40 cm de longueur, d'une couleur vert grisâtre, de feuille plutôt rondelle, bref de caractéristiques décrites auparavant.

**III.5. Séchage**

L'entreposage a été établi dans la même journée de la cueillette, dans un endroit sec et aéré sous une température moyenne de 25 °C. Le séchage a duré pendant un mois.

Devenues sèches, les feuilles de la plante ont été soumises aux différents tests chimiques par l'intermédiaire d'une variété de réactifs, pour confirmer la présence ou l'absence de certaines familles de composés naturels.

La masse de la matière sèche utilisée pour le départ est exactement 300 grammes et les 40 grammes restante ont été utilisés ultérieurement. Cependant la masse verte de départ dépasse largement 10 kg.

**III.6. Utilisation thérapeutique et populaire de la plante**

Il a été constaté que certains extraits tanniques de la plante comme ceux des acers inhibaient la croissance de champignons, de bactéries, de virus. Ceci justifie l'emploi de drogues à tanins comme antiseptiques notamment dans les maladies pulmonaires [48].

Selon la littérature, la plante à plusieurs utilisations populaires telles que :

- Traitement des symptômes en rapport avec l'insuffisance veino-lymphatique (jambes lourdes, douleurs, impatiences des primo-décubitus).
- Traitement des signes fonctionnels liés à la crise hémorroïdaire.
- Amélioration des troubles de la fragilité capillaire au niveau de la peau.
- Traitements des métrorragies lors de la contraception par micro progestatifs et des métrorragies dues au port du stérilet.
- Proposé dans les troubles impliquant la circulation rétinienne et/ou choroïdienne.
- Traitement du lymphoedème du membre supérieur après traitement radio-chirurgical du cancer du sein [49].

Pour certaines espèces, particulièrement désertiques la plante est utilisée pour traiter les coliques, helminthiases, troubles digestifs tels que les troubles gastriques, les diarrhées et les vomissements, toux, dysménorrhée, piqûre de scorpions, et allergies [50].

L'usage externe de la plante est indiqué dans les cas de brûlures, plaies et fièvre. A côté chez nos voisins marocains les feuilles et les tiges de la plante en décoction, sont utilisées contre la fièvre, les douleurs et la migraine [51]. Elles sont utilisées aussi contre la rage [52]. Les infusions de feuilles recommandées pour le traitement de la jaunisse, du diabète, le point de côté, les affections de la rate, le paludisme, la typhoïde et le typhus.

### **III.7.Extraction**

#### **III.7.1.Macération**

Après le séchage de la plante, nous avons pesé 300 g de la matière verte (feuilles), cette quantité est macérée dans 3,6 litre d'un mélange de DCM et MeOH [1-1], volume suffisant pour couvrir la totalité de la matière. (Figure2)

Le mélange est gardé pendant 48 h à température ambiante à fin d'assurer la dissolution quasi-totale des constituants solubles.

Cette opération a été répétée 3 fois avec le même solvant après séparation par évaporation.



**Figure 2 :** Macération dans le mélange DCM – MeOH [1-1]

### III.7.2.Élimination de la chlorophylle

La solution organique obtenue après filtration est évaporée sous vide pour obtenir un extrait brut, pour lequel on ajoute de l'eau bouillante (100 °C) et on laisse le contenu du ballon au repos pendant 3 heures.

On agitant le ballon, la chlorophylle se colle, d'une manière quasi totale, sur les parois du ballon (Figure3), l'extrait est séparé par une simple filtration. L'opération est répétée plusieurs fois afin d'éliminer toute présence probable de la chlorophylle. Quand à nous, trois opérations ont été suffisante pour se débarrasser de cette matière.



**Figure 3 :** Chlorophylle sur les parois

### III.7.3.Obtention des extraits

#### III.7.3.1.Extraction par l'éther de pétrole

On ajoute au filtrat obtenu précédemment (environ 200 ml), 40 ml de l'éther de pétrole, le mélange est bien agité et puis gardé au repos pendant quelques heures.

Après, nous avons procédé à une extraction liquide-liquide pour séparer les deux phases formées dans une ampoule à décanter. On observe deux phases ; phase supérieure d'éther de pétrole d'une couleur verte claire et une seconde phase inférieure aqueuse d'une couleur marron foncée. Cette opération est répétée 3 fois afin d'assurer la migration totale des composés qui peuvent être dissout dans l'éther de pétrole.

On procède à la distillation sous vide de la phase organique après la récupération de solvant (éther de pétrole) pour obtenir l'extrait (Figure 4). Masse de l'extrait :  $m_a = 0,0133g$ .



Figure 4 : Extrait d'éther de pétrole

#### III.7.3.2.Extraction par l'éther diéthylique

La phase aqueuse récupérée dans l'étape précédente a été traitée avec 60 ml de l'éther diéthylique et on procède aux mêmes étapes précédentes. On observe aussi deux phases différentes, phase supérieure d'éther diéthylique d'une couleur marron claire et phase aqueuse d'une couleur marron foncée.

Après la séparation de la phase aqueuse, on procède à une distillation sous vide de la phase organique après récupération du solvant (l'éther diéthylique), on obtient ainsi le deuxième extrait (Figure 5). Masse d'extrait :  $m_b = 0,298 g$ .



**Figure 5** : Extrait d'éther diéthylique

### III.7.3.3.Extraction par l'acétate d'éthyle

Les mêmes opérations précédentes ont été faites avec 60 ml d'acétate d'éthyle. La couleur de la phase organique, dans ce cas, (phase d'acétate d'éthyle) est jaune claire alors que la phase aqueuse a une couleur marron foncée (Figure 6). Masse d'extrait :  $m_C = 0,4047$  g.



**Figure 6** : Extrait d'acétate d'éthyle

### III.7.3.4.Extraction par n-butanol

Finalement nous avons traité la phase aqueuse récupérée par 60 ml de n-butanol selon les mêmes étapes que nous avons décrit précédemment (Figure 7).

Masse d'extrait:  $m_d = 2,4034$ g.



**Figure 7 :** Extrait de n-butanol

La phase aqueuse résiduelle est distillée sous vide pour l'obtention de l'extrait aqueux (Figure8). Masse d'extrait :  $m_e = 7,570$  g.



**Figure 8 :** Extrait de la phase aqueuse

Nous avons regroupé l'ensemble des résultats de ces opérations dans le tableau suivant :

**Tableau 2 :** La masse des extraits

Extrait	Masse
Extrait de l'éther de pétrole	0,0133g
Extrait d'éther diéthylique	0,298 g
Extrait d'acétate d'éthyle	0,4047 g
Extrait de n-butanol	2,4034g
Extrait de solution aqueuse	7,570 g

III.8.Schéma de séparation

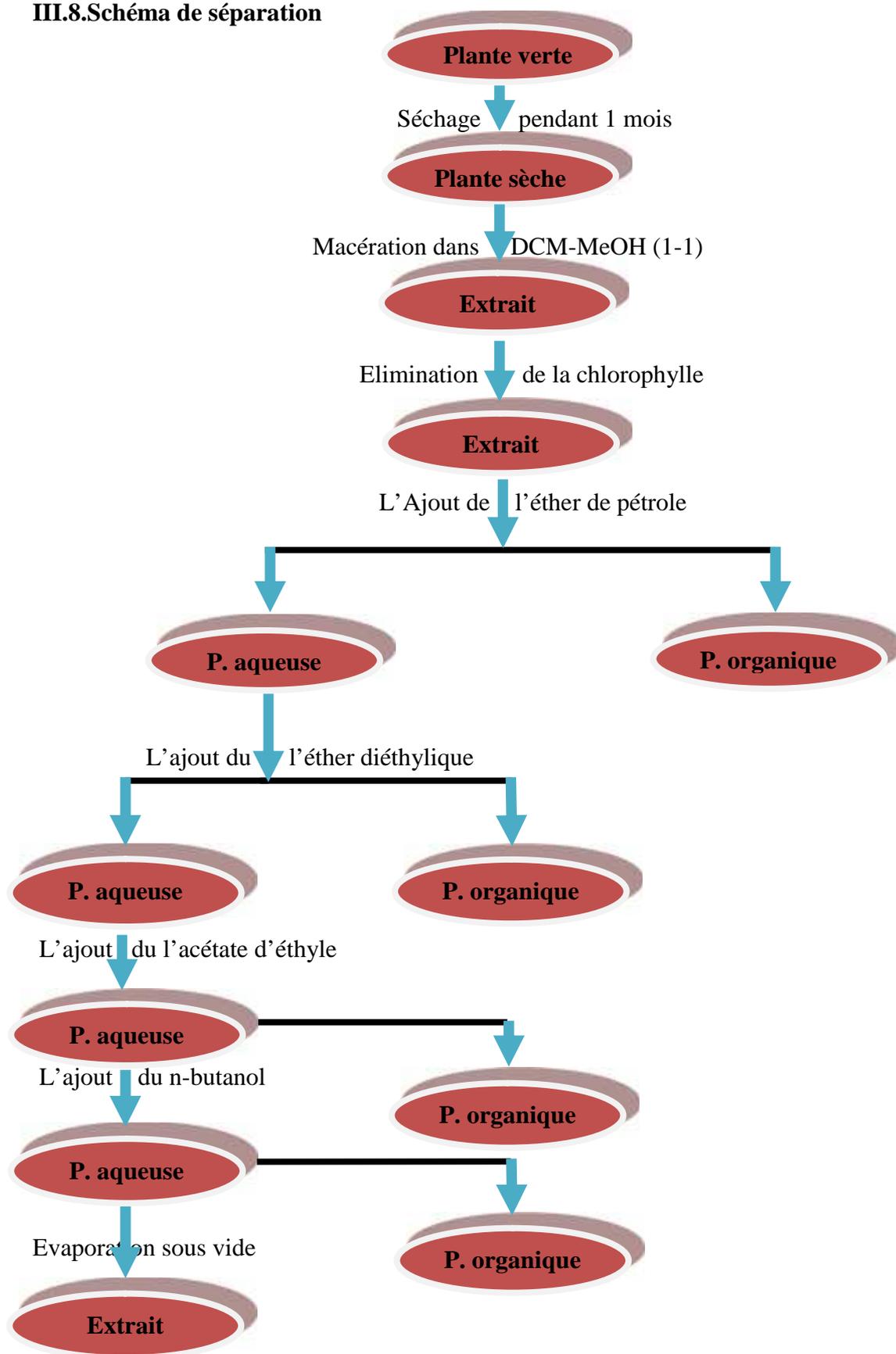


Figure 9 : Schéma de séparation et l'obtention des extraits

### III.9. Réactifs utilisés pour les tests des principes actifs

#### a- Réactif de Dragendorff

C'est un réactif constitué de deux solutions :

Solution A: 0.85 g de nitrate de bismuth dissoute dans un mélange de 10 ml d'acide éthanoïque et 40 ml d'eau.

Solution B: formée de 8.0 g d'iodure de potassium dans 20 ml d'eau.

Préparation: on verse 20 ml d'acide éthanoïque sur un mélange de 15 ml de la solution A et 15 ml de la solution B. on jauge jusqu'à 100 ml avec l'eau distillée [53] [54].

#### b- Réactif de Mayer

Le réactif de Mayer est constitué de deux solutions :

Solution A: 13.55 g de chlorure de mercure dissoute dans 20 ml d'eau distillée.

Solution B: 49.8 g d'iodure de potassium dissoute dans 20 ml d'eau distillée.

Préparation : on mélange les deux solutions et on jauge jusqu'à 1000 ml par de l'eau distillée [55] [56].

#### c- Réactif de Wagner

C'est un mélange composé de 1.27 g d'iode et 2.0 g d'iodure de potassium dissout dans 75 ml d'eau distillée. Ce mélange est jauge jusqu'à l'obtention de 100 ml de la solution.

### III.10. Tests de présence des principes actifs

#### a- Les alcaloïdes

On dissout 1 g de la plante broyée dans 5 ml d'acide chlorhydrique HCl 1 %. On ajoute à la solution obtenue, après filtration, de l'ammoniac jusqu'à l'obtention d'un pH = 8 – 9. On procède ensuite à une extraction par 2 ml de chloroforme. L'opération est répétée trois fois.

Après l'évaporation de la solution organique, on dissout le précipité obtenu dans 2 ml de HCL 1%. On ajoute à la solution acidifiée quelques gouttes du réactif de Mayer.

L'apparition d'un trouble ou d'un précipité blanc prouve la présence des alcaloïdes [57] [58].

#### b- Les sels d'alcaloïdes

On dissout 5 g de la plante broyée dans 30 ml d'éthanol. On agite pendant une heure et on filtre. On évapore 2ml du filtrat obtenu et on ajoute 1 ml de HCL 10% au précipité, on chauffe légèrement et on filtre. On ajoute au filtrat quelques gouttes de NH<sub>4</sub>OH jusqu'à un pH = 9.

On procède à l'extraction par le diéther et on sépare le précipité auquel on ajoute quelques millilitres de HCL 2% et quelques gouttes des deux réactifs de Mayer et Wagner.

L'apparition d'un précipité est un témoin de présence des sels d'alcaloïdes.

**c- Les cardinolides**

1 g de la plante est macérés dans l'éthanol 70%. On évapore l'extrait obtenu sous vide et on ajoute au précipité le trichlorure.

L'apparition d'une couleur violette prouve la présence des cardinolides [57] [59].

**d- Les saponosides**

On agite le filtrat obtenu par macération de 2 g de la plante dans 80 ml d'eau distillée pendant quelques minutes.

L'apparition d'une mousse dans le milieu prouve la présence des saponosides [57] [58].

**e- Les tanins**

On agite le filtrat obtenu par macération de 1 g de la plante dans 8 ml d'alcool éthylique 50 % pendant quelques minutes. On ajoute quelques gouttes de FeCL<sub>3</sub> au milieu.

L'apparition d'une couleur verte prouve la présence des tanins [57] [58].

**f- Les flavonoïdes**

On trempe 1 g de la plante dans 15 ml d'acide chlorhydrique 1 % pendant 24 heures, on filtre et on procède aux tests suivants

-On ajoute à 5 ml du filtrat, du NH<sub>4</sub>OH jusqu'au pH basique.

L'apparition d'une couleur jaune prouve la présence des flavonoïdes [57] [58].

### III.10. Résultats des tests préliminaires

Nous résumons enfin toutes les opérations effectuées sur la plante *Marrubium vulgare* L dans les tableaux suivants :

**Tableau 3** : Extrait d'éther de pétrole.

Principes actifs	Résultats des tests préliminaires
Alcaloïdes	-
Sels d'alcaloïdes	-
Flavonoïdes	-
Saponosides	-
Tanins	+
Cardinolides	-

Seuls les tanins qui ont marqués leur présence dans cet extrait. Le reste des principes actifs testés n'ont donné aucun signe de présence.

**Tableau 4** : Extrait de diéthyléther

Principes actifs	Résultats des tests préliminaires
Alcaloïdes	-
Sels d'alcaloïdes	-
Flavonoïdes	-
Saponosides	-
Tanins	+
Cardinolides	-

Même remarque que la précédente, seuls les tanins sont présents.

**Tableau 5** : Extrait de l'acétate d'éthyle

Principes actifs	Résultats des tests préliminaires
Alcaloïdes	-
Sels d'alcaloïdes	+
Flavonoïdes	-
Saponosides	-
Tanins	+
Cardinolides	-

A côté des tanins qui ont donné un signe de présence, les sels d'alcaloïdes sont aussi présents.

**Tableau 6** : Extrait de n-butanol

Principes actifs	Résultats des tests préliminaires
Alcaloïdes	-
Sels d'alcaloïdes	-
Flavonoïdes	-
Saponosides	+
Tanins	+
Cardinolides	-

Les tanins toujours sont présents, les saponosides sont aussi présents.

**Tableau 7** : Extrait de la solution aqueuse

Principes actifs	Résultats des tests préliminaires
Alcaloïdes	+
Sels d'alcaloïdes	-
Flavonoïdes	-
Saponosides	+
Tanins	+
Cardinolides	-

Nous remarquons que la totalité des alcaloïdes sont passés dans la dernière phase (aqueuse) à côté des tanins, toujours présents, et les saponosides.

**Tableau 8** : Extrait de la plante

Principes actifs	Résultats des tests préliminaires
Alcaloïdes	+
Sels d'alcaloïdes	+
Flavonoïdes	-
Saponosides	+
Tanins	+
Cardinolides	-

L'extrait aqueux de la plante pris directement vérifie visiblement la totalité des principes actifs qui ont marqué leurs présences dans les cinq extraits obtenus par séparation. Donc les alcaloïdes, leurs sels, les saponosides et les tanins sont présents dans la plante récoltée en mois de décembre.

Signalons enfin que le test des huiles essentielles était positif (quantité très faible) dans cet extrait malgré la mauvaise période de la récolte.

**Remarque :** Les sels d'alcaloïdes sont détectés après qu'on a soumis l'extrait d'acétate d'éthyle et celui de la plante à une séparation par centrifugeuse. Leurs présences peuvent être considérées comme traces.

# Chapitre IV

### IV.1.Introduction

Les calculs rénaux utilisés dans notre travail sont des calculs d'une personne âgée de 61 ans, obtenus après l'ablation du rein gauche. Selon le bilan médical du malade, ces calculs sont précipités au cours d'une grande durée qui peut être allé jusqu'à 40 ans ce qui explique leur forte dureté.

La surface extérieure des calculs est très rameuse ce qui rend difficile à déterminer la surface fictive qui en contact avec les solutions utilisées. Notre travail alors est rapporté sur la masse du calcul uniquement.

La figure ci-dessous présente l'un des calculs rénaux utilisés (figure 36).



**Figure 36** : Le calcul rénal

Les quatre extraits organiques obtenus sont totalement évaporés à l'air libre pour obtenir un précipité correspondant. A ces quatre extraits, nous avons rajouté la solution aqueuse mère, c'est-à-dire la solution aqueuse récupérée après l'infusion de la plante dans de l'eau distillée.

### IV.2.Obtention des solutions utilisées

A l'exception de l'extrait de l'éther de pétrole obtenu avec une masse très faible (0,0133 g) et qui est totalement dissoute dans 150 ml d'eau distillée, nous avons dissout 0,3 g de chaque précipité obtenu à partir de l'extrait correspondant par évaporation à l'air libre du solvant dans 25 ml d'eau distillée pour avoir la même concentration et par suite pour faciliter la comparaison des différents effets sur les calculs.

A ces quatre solutions préparées, nous avons rajouté 25 ml de la solution mère obtenue par infusion dans de l'eau distillée et la solution aqueuse résiduelle restante. Le travail consiste à peser un calcul et l'immerger dans l'une de ces solutions pendant une période déterminée.

### IV.3. Immersion pendant 24 h (1<sup>ère</sup> série d'essais)

Les calculs pesés sont introduits dans des flacons pesés auparavant, contenant les solutions des extraits à étudier. Ces flacons, bien fermés, sont trempés initialement dans un bain à une température ensuite à 37 °C, c'est-à-dire la température du corps humain, pendant 24 heures. Les calculs sont enlevés soigneusement du milieu et séchés pendant 24 heures à l'air libre et pesés pour comparer la masse de chaque calcul avant et après l'immersion.

Les solutions utilisées sont numérotées comme suit :

- 1 : solution issue de l'extrait de n-butanol
- 2 : solution aqueuse restante
- 3 : solution issue de l'extrait de l'éther de pétrole
- 4 : solution mère
- 5 : solution issue de l'extrait de l'acétate d'éthyle
- 6 : solution issue de l'extrait de l'éther éthylique

Et on définit les masses comme suit :

$M_1$  : masse initiale du calcul immergé à 37°C

$M_2$  : masse du calcul après 24 h de séchage

$M_3$  : masse du calcul après une semaine de séchage

$$m_1 : M_1 - M_2 ; \quad m_2 : M_1 - M_3$$

$m$  arrondie : la différence de la masse par rapport à 3 g

Le tableau suivant regroupe les différents résultats d'une manière aléatoire :

**Tableau 9** : Résultats d'immersion pendant 24 h (1<sup>ère</sup> série d'essais)

Masse Extrait	M <sub>1</sub>	M <sub>2</sub>	m <sub>1</sub> = M <sub>1</sub> - M <sub>2</sub>	m <sub>1</sub> arrondie	M <sub>3</sub>	m <sub>2</sub>	m <sub>2</sub> arrondie
1	2,6630	2,6874	-0,0244	0,0275	2,6546	0,0084	0,0095
2	1,5821	1,6112	-0,0291	0,0552	1,5827	0,0006	0,0012
3	1,1003	1,1790	-0,0787	0,2146	1,0896	0,0107	0,0292
4	1,5141	1,5704	-0,0563	0,1116	1,5120	0,0021	0,0042
5	1,0558	1,0797	-0,0239	0,06779	1,0564	-0,0008	-0,0023
6	0,8617	0,8717	-0,0100	0,0349	0,8592	0,0025	0,0088

### IV.3.1.Discussion

Les calculs utilisés sont très rigides de façon qu'on n'ait pas pu obtenir des fractions de même poids. Ils sont fracturés, alors, en parties allant de 0.8592 g à 2.6546 g. Pour des raisons de comparaison, nous avons arrondi nos résultats à 3 grammes.

Les résultats obtenus montrent clairement l'augmentation totale en masse des six échantillons après 24 h de séchage. Cette augmentation est due, à notre avis, à la pénétration profonde du milieu aqueux dans les calculs ce qui nécessite une prolongation de la période de séchage.

Après une semaine, les échantillons sont repesés une deuxième fois, et les résultats obtenus cette fois ci sont très encourageant à les expliquer.

Après l'arrondissement des  $m_2 = M_1 - M_3$  (perte en poids après 24 heures d'immersion et une semaine de séchage) à 3 g, l'effet des différents extraits sur les calculs se diffère les uns des autres.

La solution issue de l'extrait de l'éther de pétrole à un effet très positif sur le calcul malgré la faible concentration utilisé, la perte en poids atteint un maximal de 0.0292 g pour la masse arrondie (0.0107 g pour 1.1003 g présent initialement). Cet extrait, selon les tests préliminaires porte la présence des tanins uniquement.

Loin de cette solution, la perte en poids des solutions issues de l'extrait de butanol normal avec  $m_2 = 0.0095$  g arrondie et la solution issue de l'extrait de l'éther éthylique avec  $m_2 = 0.0088$  g arrondie occupent successivement le deuxième et le troisième rang à trois fois moins que l'effet de l'extrait du premier rang. On marque la présence des tanins aussi dans ces deux extraits en plus des saponosides pour l'extrait de butanol normal.

Un signe positif mais très faible par rapport à la solution d'éther de pétrole est la remarque importante portée pour la solution mère issue directement de la plante par une infusion. La perte en poids de cette solution n'est que de l'ordre de  $m_2 = 0.0042$  g arrondie, soit pratiquement 7 fois moins que l'extrait du premier rang. Cette solution contient essentiellement en plus des tanins et les saponosides, des alcaloïdes et leurs sels. Ces deux dernières familles jouent, probablement, un rôle négatif dans l'effet de perte en poids.

La solution aqueuse résiduelle ne porte aussi aucune signification matérielle par rapport aux précédentes. Elle est légèrement au dessus du zéro ( $m_2 = 0.0012$  g), soit plus de 24 fois moins que l'extrait du premier rang. Cette solution contient les mêmes principes de la solution mère à l'exception des sels d'alcaloïdes.

Enfin la solution issue de l'extrait d'acétate d'éthyle, à l'exception du reste, porte une perte en poids négative mais faible ( $m_2 = -0.0023$  g). Cela à notre avis peut avoir plusieurs explications telles que l'effet négatif de la composition de l'extrait ou même le mauvais séchage de l'échantillon. On remarque selon les tests préliminaires que cet extrait contient majoritairement les sels d'alcaloïdes qui peuvent avoir un effet négatif sur la perte en poids des calculs.

Le tableau donné au dessus peut être réorganisé selon l'importance des extraits par la forme suivante :

**Tableau 10** : Réorganisation des extraits de la première série

N°	Solutions	M <sub>1</sub>	M <sub>2</sub>	m <sub>1</sub>	m <sub>1arrondi</sub>	M <sub>3</sub>	m <sub>2</sub>	m <sub>2arrondi</sub>
1	Ether de pétrole	1,1003	1,1790	-0,0787	-0,2146	1,0896	0,0107	0,0292
2	n-Butanol	2,6630	2,6874	-0,0244	-0,0275	2,6546	0,0084	0,0095
3	Ether éthylique	0,8617	0,8717	-0,0100	-0,0349	0,8592	0,0025	0,0088
4	Solution mère	1,5141	1,5704	-0,0563	-0,1116	1,5120	0,0021	0,0042
5	Solution aqueuse	1,5821	1,6112	-0,0291	-0,0552	1,5827	0,0006	0,0012
6	Acétate d'éthyle	1,0558	1,0797	-0,0239	-0,06779	1,0564	-0,0008	-0,0023

#### IV.4.Immersion pendant 72 h (2<sup>ème</sup> série d'essais)

Le tableau ci-dessous présente les résultats de trempage des calcules dans les mêmes solutions dans un bain Marie à 37°C mais pour une période allongée à 3 jours. Les pertes en poids obtenues cette fois ci ne traduit pratiquement aucune valeur considérable, même avec un séchage allongé à une semaine. Ceci peut être expliqué par l'absence quasi-totale de la matière active dans les solutions réutilisées. On propose d'avantage de préparer une nouvelle série de solutions et d'examiner l'effet de perte en poids pendant trois jours.

**Tableau 11** : Résultats d'immersion pendant 72 h (2<sup>ème</sup> série d'essais)

N°	Solutions	M <sub>1</sub>	M <sub>2</sub>	m <sub>1</sub>	m <sub>1arrondi</sub>	M <sub>3</sub>	m <sub>2</sub>	m <sub>2arrondi</sub>
1	n-Butanol	2,6546	2,6655	-0,0109	-0,0124	2,6543	0,0030	0,0004
2	Acétate d'éthyle	1,5827	1,5855	-0,0029	-0,0055	1,5801	0,0026	0,0050
3	Ether de pétrole	1,0896	1,1001	-0,0106	-0,0292	1,0884	0,0012	0,0034
4	Solution mère	1,5120	1,5180	-0,0060	-0,0120	1,5116	0,0004	0,0008
5	Solution aqueuse	1,0564	1,0596	-0,0032	-0,0091	1,0559	0,0005	0,0015
6	Ether éthylique	0,8592	0,8621	-0,0029	-0,0102	0,0801	-0,0009	-0,0032

#### IV.5. Immersion pendant 72 h (3<sup>ème</sup> série d'essais)

Afin de s'assurer des résultats de la première série appariés très impressionnants, au détriment de la deuxième série, nous avons procédé à une troisième série tout en préparant de nouvelles solutions à partir des extraits initiaux. Signalons que la solution d'éther de pétrole a été utilisée entièrement vu sa quantité faible.

Les résultats de troisième série d'essais sont regroupés dans le tableau ci-dessous :

**Tableau 12** : Résultats d'immersion pendant 72 h (3<sup>ème</sup> série d'essais)

N°	Solutions	M <sub>1</sub>	M <sub>2</sub>	m <sub>1</sub>	m <sub>1</sub> arrondi	M <sub>3</sub>	m <sub>2</sub>	m <sub>2</sub> arrondi
1	n-Butanol	2,6516	2,6505	0,0011	0,0013	2,6473	0,0043	0,0048
2	Acétate d'éthyle	1,5783	1,5757	0,0026	0,0049	1,5720	0,0063	0,0119
3	Ether de pétrole	1,0866	1,0809	0,0057	0,0157	1,0750	0,0116	0,0340
4	Solution mère	1,5106	1,5101	0,0005	0,0009	1,5071	0,0035	0,0069
5	Solution aqueuse	1,0538	1,0555	-0,0017	-0,0048	1,0539	-0,0001	-0,0002
6	Ether éthylique	0,8587	0,8569	0,0018	0,0062	0,8562	0,0025	0,0087

Après 72 heures d'immersion à 37°C, nous avons remarqué que la perte en poids après 72 heures de séchage est dans l'ensemble positive (sauf le cas de la solution issue de l'extrait d'acétate d'éthyle). Le séchage prolongé à une semaine avait confirmé les résultats de la première série.

La solution de l'éther de pétrole prend toujours la première position en perte en poids de ces calculs en passant même de  $m_2 = M_1 - M_3 = 0.0292$  g pour une immersion de 24 h à  $m = 0.0340$  g pour une immersion de 72 h. Ce résultat explique la consommation quasi-totale de la matière pendant les premières 24 h.

Le même positionnement précédent est maintenu pour la deuxième place, la perte en poids des calculs immergés dans la solution issue de l'extrait de n-butanol avait grimpé vers  $m_2 = 0.0119$  g, mais elle reste loin du résultat de l'extrait de l'éther de pétrole.

Même remarque est prise pour la troisième position confirmée aussi pour l'extrait d'éther éthylique en perdant 0.0087g de la masse de départ. Cette perte en poids reste la même que dans le cas d'immersion pendant 24 h (0.0088 g) malgré le prolongement de la période d'immersion à 72 heures.

La solution mère conservé aussi sa quatrième position avec une légère augmentation de la perte en poids entre les deux temps d'immersion.  $m_2 = 0.0069$  g pour 72 h d'immersion, alors que cette perte était de l'ordre de  $m_2 = 0.0042$  g pour 24 h d'immersion.

Malgré que la perte en poids soit multipliée quatre fois, la solution aqueuse restante a gardée sa place en classement comparatif des deux immersions.

Enfin la solution issue de l'extrait de l'acétate d'éthyle a confirmé le rôle négatif en perte en poids même si elle est pratiquement nulle  $m_2 = -0.0002$  g.

Après cette brève discussion de cette troisième série d'essais, nous redressons le tableau des résultats selon le classement descendant de la perte en poids.

**Tableau 13** : Réorganisation des extraits de la troisième série

N°	Solutions	M <sub>1</sub>	M <sub>2</sub>	m <sub>1</sub>	m <sub>1arrondi</sub>	M <sub>3</sub>	m <sub>2</sub>	m <sub>2arrondi</sub>
1	Ether de pétrole	1,0866	1,0809	0,0057	0,0157	1,0750	0,0116	0,0340
2	n-Butanol	1,5783	1,5757	0,0026	0,0049	1,5720	0,0063	0,0119
3	Ether éthylique	0,8587	0,8569	0,0018	0,0062	0,8562	0,0025	0,0087
4	Solution mère	1,5106	1,5101	0,0005	0,0009	1,5071	0,0035	0,0069
5	Solution aqueuse	2,6516	2,6505	0,0011	0,0013	2,6473	0,0043	0,0048
6	Acétate d'éthyle	1,0538	1,0555	-0,0017	-0,0048	1,0539	-0,0001	-0,0002

# Conclusion générale

## Conclusion générale

L'objectif principal de cette initiation à la recherche est d'étudier et de connaître la différence entre les différents extraits issus de la plante *Marrubium vulgare* L, appartenant à la famille des lamiaceae.

Au cours de ce travail, nous avons réalisé une étude bibliographique portée sur les plantes médicinales et leurs métabolismes, comme nous avons décrit les méthodes utilisées pour la séparation et la purification des extraits de plantes.

Après la réalisation des tests préliminaires décrivant la présence ou l'absence des métabolismes secondaires de base, nous avons choisi de fractionner l'extrait, déchlorophyllé au départ, obtenu par macération dans le DCM-MeOH (1-1) en cinq extraits selon une séparation liquide-liquide et pour lesquels nous avons ajouté un sixième extrait obtenu directement par infusion de la plante dans de l'eau distillée.

Par suite nous avons étudié l'effet de perte en poids de ces six extraits sur des calculs rénaux obtenus par ablation du rein d'une personne âgée de 61 ans.

Bien que la recherche a été menée d'une manière rapide et sans choix précis de la plante et la saison de la récolte, les résultats de cette initiation montrent qu'il ya une différence claire entre les pertes en poids des calculs dans ces six extraits tant que positifs ou négatifs ce que nécessite un suivi ultérieur de ces résultats. Les résultats obtenus sont confirmés par une troisième série d'essais après un échec inattendu de la deuxième série causé, à notre avis, par la réutilisation des solutions consommées en principes actifs influençant la perte en poids des calculs utilisés.

## Bibliographie

- [1] K. Hostettmann, O. Potterat, J. L. Wolfender. *Chimia*, vol.52, 1998, pp 10-17.
- [2] Scora (K.M.), Scora (R.W.) - Effect of volatiles on mycelium growth of *Penicillium digitatum*, *P. italicum*, and *P. ulaiense*. *J. Basic Microbiol*, 38(5-6), 405- 413, 1998.
- [3] A.Zhiri, *Nutra News*, 2006, 12, 8.
- [4] K. Bouhadjera, Thèse de doctorat, Université Abou Bekr Belkaid, 2005.
- [5] P. Faure, *Biochimie métabolique*, Université Joseph Fourier – Grenoble, 2011/2012, 1,5-7.
- [6] Saïd berrada. *Biochimie appliquée dans les filières sbssa. Les glucides : structure, propriétés et applications. Technologiques. Les polysaccharides. Plp biotechnologies, académie de Montpellier*, 05. 5 et 6 mai 2009.
- [7] Bouakal Aymen. *Extraction et valorisation des huiles essentielles de la plante connue Faux poivrier dans le nom est scientifique Shinus molle. Mémoire de master. Chimie organique et matériaux organiques. Université de Tébessa*, 2014.
- [8] J. Macheix, A. Fleuriet, C. Jay-Allemand, Lausanne: Presses polytechniques et universitaires Romandes, 2005, 06,07
- [9] J.W. Erdman, J.D. Balentine, L. Arab, G. Beecher, J.T. Dwyer, J. Folts, J. Harnly, P. Hollman, LC. Keen, G. Mazza, M. Messina, A. Scalbert, J. Vita, G. Williamson, J. Burrowes, *Nutrition*, 2007, 137, 718 -737.
- [10] V.P. Emerenciano, K.O. Barbosa, M.T. Scotti, M.J.P. Ferrero. *Brazilian Chemical Society*, 2007, 18(5), 891-899.
- [11] K.R. Narayana, M.S. Reddy, M.R. Chaluvadi, D.R. Krishna, *Indian journal of pharmacology*, 2001, 33, 2-16.
- [12] Bruneton J. *Pharmacognosie, Phytochimie, Plantes médicinales*, 3ème Ed : Tec & Doc Lavoisier. Paris. 1120 p. 1999.
- [13] V. Paolini, Ph. Dorchies, H. Hoste, *Alter. Agri*, 2003, 17-19.
- [14] J. Bruneton, « *Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales. Techniques et Documentation* », 3ème Ed, Lavoisier, Paris, 1999, 199-388-1120.
- [15] B. Harkati, Thèse de doctorat, Université Mentouri Constantine, 2011.
- [16] J.C. Gaignautl, D. Bidet, M. Gaillard, J. Perronnet, *Stérols et stéroïdes*, Paris, 1997, 1-31.

- [17] A. Bahar, Chemistry of natural products, 2007, 2,1-26.
- [18] S. Rahal, Chimie des Produits Naturels et des Etres Vivants, 2004, 39,39-44.
- [19] W. Klyne, N.D. Tame, « La chimie des stéroïdes », Gauthier-Villars, Paris, 1966, 13.
- [20] J.C. Donald et S.H. Gerge, « Chimie organique », 2ème Edition, Gautier Villars, Paris, 1968.
- [21] S. Youcef, B. Lakhdar, Université Mohamed Boudiaf - Oran, 2014.
- [22] M. Wichtel, R. Anton, « Plantes thérapeutiques: tradition, pratiques officinales, science et thérapeutiques », Ed Tec et Doc, Paris, 1999.
- [23] J.L. Salle, J. Pelletier, « Les huiles essentielles, synthèse d'aromathérapie et introduction à la sympathicothérapie », Ed Frison-Roche, 1991, p 19-45.
- [24] M. Paris, M. Hurabielle, « Abrégé de matière médicale (pharmacognosie) Tome », Ed, Masson, 1981, p339.
- [25] W.S. Judd, C.S. Campbell, E.A. Kellogg, P.F. Stevens, « Botanique systématique, Une perspective phylogénétique », 1ère ed, Boeck Université, Paris, 2002, 383.
- [26] T.N. Kaipnazarov, K.K. Uteniyazov, Z. Saatov, Institute of soil science and plant cultivation, 2004, pp 82.
- [27] F-G. Robinet, Thèse de Docteur, Ecole Polytechnique Fédérale, Zurich (Suisse), 1951.
- [28] J. Bruneton, « Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales, Techniques et Documentation », 2ème Ed Lavoisier. Paris, 1993, 274-915.
- [29] R. Seghiri, Thèse de doctorat, Université Mentouri – Constantine, 2009.
- [30] Guignard J.L, Botanique systématique moléculaire. Ed: Masson. Paris. 290 p. 2001.
- [31] Quezel P., Santa, S. La nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales. Tome II, Ed : CNRS. Paris. 360-361 p. 1963.
- [32] Bruneton J. Plantes toxiques : végétaux dangereux pour l'homme et les animaux. 2ème Ed : TEC & DOC. Paris. 337 p. 2001.
- [33] Créte P. Précis de Botanique : Systématique des Angiospermes. Tome II. 2e Ed: Masson, Paris. pp. 368-371. 1965.

- [34] Laaouichi F Z. Teneur en flavonoïdes et activité antioxydante et antiproliférative de l'extrait méthanolique du Marrube Blanc. Projet de Fin d'Etudes. Université Sidi Mohamed ben Abdellah, Maroc, 2015.
- [35] M.I. Melecchi, M.M. Martinez and F.C. Abad, P.P.Zini, Chemical composition of Hibiscustiliaceus 1. Flowers : A study of extraction methods. *J.Sep.Sei.* 25, 86-90, 2002.
- [36] M.A. Boukhris. Faculté des sciences et techniques, mémoire de master sciences et techniques. Fés, Maroc, 2009.
- [37] A. El Haib, Thèse de Doctorat, Université Toulouse III-Paul Sabatier, 2011.
- [38] Soualhia Draham. Etude de l'huile essentielle de Néroli Mémoire de master. Chimie organique et matériaux organiques. Université de Tébessa, 2015.
- [39] R. Anton, A. Lobstein, Tec & Doc, Paris, 2005, 522.
- [40] M. C. Martini, M. Seiller, Tec & Doc-Lavoisier, Paris, 1999, 563.
- [41] RL. Drayer, GF. Lata, Experimental biochemistry, Oxford University. Press oxford, 1989.
- [42] S. Bouchonnet, D. Libong, Ecole Polytechnique, PALAISEAU Cedex, 2002.
- [43] C. Besombes, Thèse de Doctorat, Université de la Rochelle (France), 2008.
- [44] Caude M. et Jardy A. Méthodes chromatographiques. Base documentaire: Techniques d'analyse. Référence: P1445. 1996.
- [45] Bruneton j. Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales. 3ème édition, Ed. TEC et DOC, Paris. 1999.
- [46] Ozenda P. Flore et végétation des sahara. 3ème Ed : CNRS édition. Paris. pp.399-402. 2004.
- [47] Judd W.S., Campbell C.S., Kellogg E.A., Steven P. Botanique systématique: Une perspective phylogénétique. 1ere Ed : Paris et Bruxelles. pp. 369-384. 2002.
- [48] Paris R.R., Moysse H. Matière Médicale. Tome I. 2eme Ed : Masson, Paris. 406 p. 1976.
- [49] Bruneton J. Pharmacognosie, Phytochimie, Plantes médicinales, 3ème Ed : Tec & Doc Lavoisier. Paris. 1120 p. 1999.
- [50] Maiza K. Brac De La Perrière R.A, Hammiche V, Pharmacopée traditionnelle saharienne: Sahara septentrional, Actes du 2ème Colloque Européen d'Ethnopharmacologie et de la 11<sup>ème</sup> Conférence internationale d'Ethnomédecine, Heidelberg, 24-27 mars 1993.

- [51] Kahouadji, M.S. Contribution à une étude ethnobotanique des plantes médicinales dans le Maroc oriental. Thèse de troisième cycle. Université Mohammed I. faculté des sciences, Maroc.1995.
- [52] Bellakhdar, J. La pharmacopée marocaine médecine arabe ancienne et savoirs populaires. Saint-Etienne.764 p. 1997.
- [53] M. Javillier, M. Polonvski, P. Boulanger, M. Lemoigne, J. Roche, R. Wurmser. Traité de Biochimie Générale, tome I, éd. Masson, 1309-1359. 1959.
- [54] G. Richter, Métabolisme des végétaux, éd. Romandes, 306-454. 2001.
- [55] N. Gherraf, Reinvestigation of Alkaloid content of peganun harmala, mémoire de magister, Université de Guelma 27. 1997.
- [56] W. Heller et H. Geiger. The Flavonoïd, Advances in Research since 1980, éd. J. B. Harborne, Chapman and Hall, London, 399-425. 1988.
- [57] K. Benwqhi; Contribution à l'étude des flavonoïdes dans la plante cynodon Dactylon-L chiendent, mémoire de magister. Université d'Ouargla, pp 15 – 17.
- [58] N. Chaouch, Etude des Alcaloïdes dans la coloquinte colocynthis vulgaris (L) Schrad (cucurbitacées) Région de Oued N'sa (wilaya de Ouargla), mémoire de magister; Université de Ouargla, p 44. 2001.
- [59] J.F. Lesgerds, Contribution à l'étude du statut antioxydant de l'homme aspects chimiques et biochimiques, thèse de doctorat Université d'Aix Marseille.311, 2000.
- [60] F. Chebrouk. Caractérisations analytiques de quelques composés polyphénoliques et terpéniques issus de la plante Marrubium deserti de la région de Ghardaïa. Mémoire de magister. Université Kasdi merbah Ouargla, 2009.
- [61] Djahra Ali Boutlelis. Etude phytochimique et activité antimicrobienne, antioxydante, antihépatotoxique du Marrube blanc ou *Marrubium vulgare* L. Thèse de doctorat. Université Badji mokhtar-Annaba, 2014.
- [62] Guet Antony. Mémoire de magister. Université de Nantes, 2013.