REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEURE ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE DE MEDEA

FACULTE DES SCIENCES



Mémoire

Présenté pour obtenir le diplôme de **Master**

En chimie

Spécialité : Chimie pharmaceutique

Par :

AHMED KHALED Rachid
TOUNSI Hafida

Thème :

Formulation et caractérisation physico-chimique d'un savon naturel à froid à base d'huiles végétales.

Soutenu publiquement le : 09/09 /2020, devant le jury composé de :

Gasmi Sara Nawel	MCB	Université de Médéa	Présidente
EULDJI Amel	MAA	Université de Médéa	Examinatrice
KIRDI Rachida	MCB	Université de Médéa	Encadreure

Année universitaire : 2019/2020




Remerciement

Avant tout, nous tenons à remercier Dieu qui nous a accordé la santé et le courage pour réaliser ce travail.

Je tiens à remercier **Melle toumi selma** *qui m'a soutenu du début jusqu'à la fin*

Nous tenons à remercier également notre promotrice **Mme Kirdi.Rachida** *qui a accepté de nous encadrer et de nous être un guide durant ce travail.*

Nous remercions **Mme Gasmi Sara Nawel** *et* **Mme EuldjiAmel** *d'avoir accepté de faire part du jury de notre travail.*

Nous remercions vivement nos enseignantes : **Mme Lefnaoui, Mme Arbia, Mme Kirdi, Mme rebouh et toutes les autres.**

Nous remercions aussi l'équipe du laboratoire de science Amina et Imane pour leurs grandes contributions pour bien accomplir ce travail.

Merci de tout mon cœur à mon binome pour son aide, merci encore à toute sa famille

Nous remercions également tous ceux qui nous ont aidés de prés ou de loin à réaliser ce modeste travail.

MERCI

« Seul on va rapide à deux on va loin »





Dédicace

Je dédie ce modeste travail

A ma mère "رحمها الله"*, a mon pére que je lui souhaite une longue vie*

A ma petite famille, ma femme,et mes enfants

A mes frères et sœurs

A tous mes amis

A toutes les personnes qui m'ont aidé de prés ou de loin

Rachid.




Dédicace

Je dédie ce modeste travail

A mes très chers parents qui ont donné leurs vies très jeune, et sont toujours présent à mes côté par leur amour, soutien et encouragement. Que Dieu leur procure bonne santé et longue vie.

Que dieu leur pardonne et les accueille dans son vaste paradis.

A mon seul et unique frère: Achour.

A Mes sœurs: Hassiba, Fatima, Djamila, Assia et Lamia.

Aux petits enfants : Kahina, Saber, Ilhame, Hanane et Malake.

A mon très cher fiancé Mohamed et toute sa famille

A toute ma famille, et mes amies : Rokaya, Manel, chahrazed,...

A mon binôme Ahmed Khaled Rachid et toute sa famille.

A tous ceux qui m'ont aidé dans la réalisation de ce mémoire de près ou de loin.

Tounsi Hafidha

الملخص :
هذا العمل يركز على كيفية استعمال المواد الدهنية من اصل نباتي في مجال صناعة الصابون. هذا ما جعل من الممكن تحسين جودة وخصائص الصابون ، وبالتالي تلبية متطلبات الإنسان الذي يبحث اليوم عن علاجات لمشاكل بشرته في الصابون ولكن أيضًا من وسائل النظافة التي لها نشاط مطهر يعتمد على هذه الزيوت.
هذا ما حاولنا انجازه بنجاح "في إنتاج صابون طبيعي 100% مصنوع من الزيوت النباتية بخصائص مضادة للبكتيريا".
الخصائص الفيزيائية والكيميائية للصابون الناتج تظهر أنه ضمن معايير وتقييم القوة المطهرة للصابون تبين أن المنتجات المحضرة لها تأثيرًا مثبطًا على تطور السلالات الميكروبية المسببة للأمراض مقارنة بالشاهد المدروس

كلمات مفتاح: مضادات حيوية، زيوت نباتية ، التصبن، صابون صلب

Résumé

Ce travail s'est rentré sur l'utilisation des corps gras d'origine végétale dans le domaine de la savonnerie ; c'est ce qui a permet d'améliorer la qualité et les propriétés des savons, satisfaisant ainsi l'exigence de l'homme qui cherche aujourd'hui, dans le savon des remèdes à ses problèmes de peaux, mais in moyen d'hygiène qui possède une activité antiseptique à base de ces huiles végétales.

C'est ce qu'on a tenté, mais, réussi à faire "Fabriquer, des savons 100% naturel à base d'huiles végétales et à propriétés antibactériennes". Les caractéristiques physicochimiques des savons obtenu montrent qu'ils sont dans les normes et l'évaluation du pouvoir antiseptique des savons montrent que les savons préparés procèdent un effet d'inhibition vis-à-vis le développement des souches microbiennes pathogènes comparables par rapporter le témoin étudie.

Mots clés : antibactérien, Huile végétale, saponification, savon solide.

Abstract

This work has focused on the use of vegetal oils in the field of the soap, is what inproves the quality and propreties of soaps, thus satisfying the requirement of Man looking nowadays in the soap cures for these skin problems, but also a means of hygiene which has an antiseptic activity based on these vegetable oils.

We tried, but succeed, to "Making a 100% natural soap made from vegetal oils and Antibacterial property". The physicochemical characteristics of the soaps obtained show that they are within the norms and the evaluation of the antiseptic power of the soaps show that the soaps prepared have an inhibiting effect vis-à-vis the development of pathogenic microbial strains comparable compared to the control studied.

Keywords: antibacterial, saponification, solid soap, vegetal oils.

LISTE DES ABRÉVIATIONS

AG : *Acide gras*

$\mathbf{d_{20}^{20}}$ *Densité relative d'huile à 20 °C par rapport à l'eau 20°C*

Eq : *L'équivalent gramme*

HE : *Huile essentielle*

HN : *Huile de nigelle*

HOV : *Huile d'olive vierge*

H% : *Taux d'humidité*

Ia : *Indice d'acide*

Ie : *Indice d'ester*

Is : *Indice de saponification*

Ip : *Indice de péroxyde*

I% : *Taux d'impureté*

KOH : *Hydroxyde de potassium*

LLL : *Trilinoate de glycéryl*

LOL : *Oléate, dilinoate de glycéryl*

LOO : *Dioléate, linoate de glycéryl*

N : *Normalité*

NaOH : *Hydroxyde de soude*

$\mathbf{n_d^{20}}$ *Indice de réfraction d'une huile à 20°C*

OOO : *Trioléate de glycéryl*

Pe : *Pesée du prélèvement*

pH : *Potentiel d'hydrogène*

PLnL : *Palmitoate,linolénique, linoate de glycéryl*

PLP : *Dipalmiate , linoate de glycéryl*

POA : *Acide glycérophosphorique (glycérol-3-phosphate)*

PLO : *Palmitoate, oléate, linoate de glycéryl*

POP : *Dipalmioate, oléate de glycéryl*

SLO : *Stéride, linoate, oleate de glycéryl*

SOO : *Dioléate, stéride de glycéryl*

Ta : *Teneur en alcali*

Tm : *Taux de mousse*

TR : *Taux de réduction bactérienne*

pH : *Potentiel d'hydrogène*

SOMMAIRE

Introduction……..... 01

Etude bibliographique

I. **Généralités sur les savons**…… 03

I.1. Historique du savon……... 04

I.2. Définition…….. 05

I.3. Classification des savons…….. 05

I.3.1. Selon l'aspet ou la composition……. 05

I.3.2. Suivant la provenance géographique……. 07

I.3.3. Suivant l'usage…… …….. 08

I.4. Technologie de la fabrication……. 09

I.4.1. La saponification…… 09

I.4.2. Agents tensioactif…….. 09

I.4.3. Les matières premières pour la fabrication de savon……..... 10

I.5. Mécanisme de fabrication du savon…….. 10

I.5.1. Le procédé à froid…….. 11

I.5.2. Le procédé semi-chaud……..... 12

I.5.3. Le procédé à chaud…….. 13

I.6. Caractéristiques d'un savon……... 14

I.7. Indices techniques……. 19

I.7.1. Le surgraissage…… …… 19

I.7.2. Le pH du savon…….. 20

I.8. Impact écologique à l'utilisation…….. 21

I.9. Contrôle de qualité du savon……. 22

I.10. Conditionnement et commercialisation……. 23

I.11. Rentabilité……..... 23

II. **Généralités sur les corps gras**…….. 25

II.1. Définition …….. 26

II.2. Origines et classification…… 26

II.3. Composition d'un corps gras…….. 27

II.4. Exemples de corps gras utlisés pour la fabrication du savon…….. 29

II.4.1. Huile d'olive……. 29

II.4.1.1 Composition chimique de l'huile d'olive……..... 30

II.4.1.2. les bienfaits de l'huile d'olive sur la peau……. 33

II.4.2. Huile de nigelle…… 33

II.4.2.1. Composition chimique de l'huile de nigelle…….. 34

II.4.2.2. Efets de l'huile de nigelle sur la peau……..... 36

II.4.3. Huile de tournesol…… 36

II.4.3.1. Caractéristiques des grains de tournesol……... 37

II.4.3.2. Composition chimique de l'huile de tournesol…….. 37

II.4.3.3. e bien fait de l'huile de tournesol…….. 38

II.4.4. Huile de coco……..... 39

II.4.4.1. Composition chimique de l'huile de coco……..... 39

II.4.4.2. Le bienfait de l'huile de coco sur la peau…….. 40

II.5. Les huiles essentielles……...……... 40

II.5.1. Fonction des huiles essentielles…… 49

Matériels et Méthodes

Introduction…….. 42

III. **Détermination des caractéristiques physico-chimiques des huiles étudiées**…….... …. 44

III.1. Caractéristiques physiques……. 44

III.1.1. La densité relative…… 44

III.1.2. Indice de réfraction…….. 45

III.2. Caractères chimiques…….. 46

III.2.1. Indice de saponification……... 46

III.2.2. Indice de peroxyde ……..…..... 47

III.2.3. Indice d'acide……..... 48

III.2.4. Taux d'humidité…… 49

III.3 Préparation des savons solides et liquides à base d'huiles végétales…….. 50

III.4 Analyses effectuées sur le produit fiini……. 53

III.4.1 Taux d'humidité…… 53

III.4.2. Indice de péroxyde…… 53

III.4.3. Détermination du pH de savon……. 53

III.4.4. Mesure du pouvoir moussant des savons……... 53

III.4.4.1. En milieu acide…… 54

III.4.4.2. En milieu salin……. 54

III.4.5. Pouvoir mouillant…….. 54

III.4.6. Etude microbiologique…….. 55

Résultats et discussions

IV. Analyses des matières premières utilisées pour la préparation de nos savons…..... 57

IV.1. Caractéristiques physiques……..... 57

IV.1.1. La densité relative……... 57

IV.1.2. Indice de réfraction……. 57

IV.2. Caractéristiques chimiques…… 58

IV.2.1. Indice de saponification……..... 58

IV.2.2. Indice de peroxyde……. 59

IV.2.3. Acidité…… 60

IV.2.4. Humidité…… 61

V. Analyses effectués sur le produit fini…….. 62

V.1. Taux d'humidité……..... 62

V.2. Indice de peroxyde……..... 62

V.3. Détermination du pH de savon……..... 62

V.4. Mesure du pouvoir moussant du savon…….. 62

V.4.1. En milieu acide……... 62

V.4.2. En milieu salin……..... 63

V.5. Pouvoir mouillant……..... 64

V.6. Étude microbiologique……..... 65

Conclusions et Perspectives 67

LISTE DESFIGURES

Etude Bibliographique

Figure 1. Savon dur (Donkor; 1986)…… 06

Figure 2. Savon liquide (Donkor Gret; 1986)……... 06

Figure 3. Savon noir (Caubergs; 2006)…… 07

Figure 4. Savon de Marseille…… 08

Figure 5. Réaction de saponification (François ; 1974, Puyvelde ; 2009)…… 09

Figure 6. Structure d'un détergent (Marc Donner; 1993)…… 10

Figure 7. Fabrication et moulage du savon par le procédé à froid (Kone; 2000)……. 11

Figure 8. Fabrication du savon en régime semi-chaud. (Kone; 2000)……. 13

Figure 9. Dispositif pour la fabrication du savon à chaud (Donnez ; 1993)……. 14

Figure 10. Solubilité de savon dans l'eau……. 15

Figure 11. Des détergents dans l'eau (Togbe et al; 2014)…… 16

Figure 12. Schéma d'une action moussante (Pore; 1992)…… 16

Figure 13. Phénomène de détergence (Togbe et al; 2014)……... 17

Figure 14. Les deux têtes hydrophobes et hydrophiles du savon (Boulekras; 2010) …….. 17

Figure 15. Courbe de surgraissage (Waterval; 2011)……... 19

Figure 16. Les bonnes pratiques de fabrication du savon et produits cosmétiques…….. 22

Figure 17. Molécule de l'acide stéarique (AG insaturé) (Cuvelier et al; 2004) …….. 27

Figure 18. Exemples d'acide gras insaturé (Touitou; 2006)…… 27

Figure 19. Schéma d'un acide phosphatique estérifies par deux acides gras et un acide phosphorique (Touitou; 2005)……... 28

Figure 20. Molécule d'un triglycéride (Cuvelier et al; 2004)…….. 29

Figure 21. Image correspondante au plante et grain de l'olive……... 30

Figure 22. Grains et huile essentielle de nigelle……..... 33

Figure 23. Fleurs, grains et huile de TS…… 37

Figure 24. La composition de l'huile de TS en acide gras……... 38

Figure 25. Fruit et huile de coco (Hordé; 2014)……... 39

Figure 26. Huiles essentielles et savons……... 40

Matériel et méthodes

Figure 27. Un pycnomètre……..... 45

Figure 28. Mésure de l'indice de réfraction……. 45
A: pendant la prise de mesure, B : nettoyage de la surface d'opération…….

Figure 29. Dispositif du chauffage à reflux…….. 46

Figure 30. Les huiles utilisée pour mesuré le taux d'humidité……. 50

Figure 31. Détermination du pouvoir moussant du savon…… 53

Figure 32. Détermination du pouvoir mouillant……... 55

Résultats et discussion

Figure 33. Indice de saponification de la matière grasse…….. 59

Figure 34. Variation des moyennes de l'indice de peroxyde……. 59

Figure 35. Variation des moyennes de l'indice d'acide……..... 60

Figure 36. Variation des moyennes du taux de l'humidité…… 61

Figure 37. Solvatation des ions de savon dans l'eau…….. 63

LISTE DES TABLEAUX

Synthèse bibliographique

Tableau 1. Propriétés reposantes sur l'activité superficielle des savons…… 18

Tableau 2. Valeurs de pH de différents savons…… 20

Tableau 3. Composition en acide gras d'une huile d'olive (Veillet S., 2010)…….. 31

Tableau 4. La composition de l'huile d'olive en triglycérides (Olliver et al; 2003)……. 32

Tableau 5. Composition en AG des huiles fixes de nigella sativa L……. 34

Tableau 6. La composition de l'huile de nigelle en triglycérides……. 35

Tableau 7. Composition en acide gras de l'huile de la noix de coco…….. 39

Matériels et Méthodes

Tableau 8. Les huiles végétales utilisées…….. 42

Tableau 9. Les produits utilisés…… 43

Tableau 10. Formules de savon préparé…… 51

Tableau 11. Etapes de la préparation des savons…….. 52

Résultats et discussions

Tableau 12. Les moyennes de l'indice de la densité pour les quatre huiles étudiées…… 57

Tableau 13. Les moyennes de l'indice de réfraction pour les quatre huiles étudiées……... 58

Tableau 14. Le pH des savons……... 62

Tableau 15. Les taux de mousse calculé dans différents milieux acide et salin……... 64

Tableau 16. Pouvoir mouillant de différentes formules…… 64

Tableau 17. Teste de l'activité anti microbienne…….. 65

Introduction

Introduction générale

La peau est l'enveloppe protectrice du corps humain. Du fait de sa très grande sensibilité, elle est soumise à l'influence du climat, des habitudes alimentaires, des soins polluants et agressifs et des piqures d'insecte. Elle a donc besoin d'être entretenue par des savons. La nature nous procure de nombreux ingrédients qui ont des potentiels pour des soins cosmétiques. Deux exemples d'ingrédients de très grande qualité et efficacité sont les huiles essentielles et les huiles végétales.

Les huiles essentielles ont, à toutes époques, occupé une place importante dans la vie quotidienne des humains qui les utilisent autant pour se parfumer, aromatiser la nourriture ou même se soigner. Beaucoup de travaux sont réalisés dans ce sens, du fait de l'importance incontestable des huiles essentielles dans divers secteurs économiques, comme par exemple : l'industrie de la parfumerie et de la cosmétique, l'industrie alimentaire, l'industrie pharmaceutique et plus particulièrement, la branche de l'aromathérapie qui utilise leurs propriétés bactéricides et fongicides.

Les huiles végétales font partie d'un ensemble complexe des composés organiques, utilisés pour leurs différentes propriétés depuis les temps les plus éloignés. Ils ont été utilisés à divers fins, d'une part dans les industries alimentaires telles que les huiles, la production de beurre et de margarine d'autre part dans les industries cosmétiques la fabrication de savon, les crèmes etc. La cosmétique, et principalement la cosmétique bio, est également un secteur qui utilise de plus en plus les huile essentielles et les huiles végétales. On les trouve dans de nombreux produits comme : savons, shampoings, gel-douche, crèmes des soins.

Le savon tel qu'on l'entend aujourd'hui est le résultat de siècles d'évolution dans sa composition. À l'antiquité, il était fabriqué à partir des graisses animales, sa qualité est largement améliorée lorsque ces dernières sont remplacées par l'huile d'olive et les autres huiles. Le savon a longtemps été l'un des produits de soin, d'hygiène et d'entretien les plus utilisés. Malheureusement, les nettoyants industriels du commerce l'ont petit à petit détrôné,

et on a eu tendance à oublier que le savon était le seul détergent à la fois 100% naturel, entièrement biodégradable, protecteur des peaux les plus sensibles, efficace et économique.

En effet, le savon est un sel d'acide gras, il résulte de la combinaison de la soude ou de la potasse avec un acide gras à longue chaine ou un mélange de déférents acide gras, de longueur de chaine comprise généralement entre 8 et 20 atomes de carbone.

L'objectif de ce présent travail est de préparer des savons pâteux et solides à base d'huiles végétales produites essentiellement à base d'huile d'olive. En appliquant le procédé de fabrication à froid afin de conserver les différents principes actifs présents dans les huiles comme les vitamines, antioxydants, huiles essentielles …et conserver les propriétés thérapeutiques des huiles. Cette technique permet aussi de conserver la glycérine issue de la saponification et de procurer ainsi un effet hydratant incomparable.

Notre travail est consacré à l'élaboration de savons 100% naturelles. Pour cela nous avons tenté de fabriquer 3 types de savons solides à base d'huiles végétales. A cet effet nous avons d'abord analysés les matières premières qui sont: l'huile d'olive, huile de nigelle, huile de tournesol, l'huile de coco à savoir : taux d'humidité, indice d'acide, indice de saponification et indice de peroxyde ; ensuite nous avons procédé à la préparation et au contrôle des savons de point de vue : taux d'humidité, indice de peroxyde, teneur en alcali libre. Enfin nous avons procédé à l'évaluation du pouvoir antiseptique des savons obtenus.

Chapitre I : Généralités sur les savons

I. 1. Histoire du savon

Des documents écrits datant de 1500 avant J.C, nous révèlent que les égyptiens se fabriquaient du savon avec du sel alcalin (trouvé naturellement dans le Nil) et de l'huile animale ou végétale à des fins médicales. Ils se lavaient régulièrement en prenant des bains à base d'huile parfumée.

Cependant, les Egyptiens n'étaient pas les seuls à être conscients de la propreté du corps. Les Grecs et les Romains l'étaient aussi. Ils enrobaient leur corps d'huile d'olive contenant du sable.

En Europe, ce sont les Gaulois qui les premiers en fabriquèrent à partir de graisses animales et de potasse de cendres de hêtre. Ils l'utilisaient comme shampoing. Malgré une tradition du bain très développée, les Romains n'adopteront un produit similaire qu'au IIème siècle après J.C. Il semble que ce soit à Alep, dans le nord de la Syrie, que fut vraiment créé, vers le **VIIIe** siècle, le premier savon dur végétale à base d'huile d'olive, proche de celui qui s'utilise encore aujourd'hui. La technique fut alors transmise par les arabes en Espagne, en Italie, puis à Marseille, dont le port devint le principal centre de transit du savon ainsi que des matières premières et parfum s'utilisées pour sa fabrication **(Cloarec; 2013).**

La soude utilisée à l'époque provenait de cendres obtenues par la combustion de plantes comme la salicorne ou la fougère. Selon certaines sources, les classes favorisées ont adopté le savon pour l'hygiène corporelle dès le Moyen Age, mais cette tendance disparut au début du **XVIe** s au profit des parfums, considérés à l'époque comme un moyen plus efficace de prévention contre les maladies contagieuses comme la peste. L'hygiène réapparaît timidement à la fin du **XVIIIe** siècle, toujours dans les classes aisées, et les savons parfumés deviennent progressivement à la mode **(Leblanc; 2001).**

Au **XIXe** siècle, l'industrie du savon est en plein essor et introduit progressivement les huiles de coprah et de palme dans la fabrication. A la fin du **XXe** siècle, le savon est progressivement supplanté par les tensioactifs de synthèse dérivés du pétrole, sans pour autant disparaître des rayons de produits cosmétiques **(Waterval; 2011).**

I. 2. Définition

Le terme savon est généralement attribué aux sels sodiques ou potassiques d'acide carboxylique à chaîne carbonée, ce sont en fait des mélanges de carboxylates, dérivés d'acides gras à longue chaîne de 10 à 20 atomes de carbone. On le fabrique le plus souvent par une réaction de saponification qui fait intervenir un ester (RCOOR') et une base (souvent NaOH, KOH) **(Dissilvio; 1999)**. Les corps gras sont des composés naturels d'origine végétale ou animale, appelés lipides, composés 98% de triglycérides. Dans la composition du savon la partie hydrophobe est apportée par l'huile alors que la partie hydrophile provient de la réaction avec la soude. Le savon est un agent détergent ou nettoyant, de nos jours il est le produit le plus courant pour nettoyer ou blanchir. Cependant avec l'apparition des agents de synthèse, l'industrie du savon a dû diversifier ses produits **(François; 1974).**

I. 3. Classification de savons

On distingue plusieurs classes de savon selon :

1-L'aspect ou la composition.
2-Suivant la provenance géographique.
3- Suivant l'usage.

I. .3.1. L'aspect ou la composition

- ***Le savon dur***

Un savon dur est produit à partir de la soude caustique et des corps gras. Nous avons vu qu'en principe chaque huile peut être utilisée dans la fabrication du savon dur mais la nature et les caractéristiques des huiles vont déterminer dans quel pourcentage les huiles devront être utilisées (coefficient d'instauration).Dans la gamme du savon dur nous distinguons le savon de lessive et le savon de toilette. Un savon de toilette est un savon qui est très doux pour la peau, qui la nettoie et qui mousse facilement. Il ne devrait pas contenir plus que 14 % d'eau. Le savon de lessive par contre peut contenir jusqu'à environ 28 % d'eau. Un savon de toilette de qualité nécessite l'application du procédé par ébullition complétée avec l'implication de machines (broyeur, boudineuse, estampeuse, etc.) pour le raffinement du produit. Cependant, il y a des entreprises qui font un genre de savon de toilette à partir du procédé à froid ou à partir du procédé par semi-ébullition et l'implication d'une boudineuse. Le savon de lessive doit avoir un bon pouvoir détergent et ne pas contenir d'alcali libre pour ne pas abîmer les vêtements **(Donkor; 1986).**



Figure 1*: Savon dur*

➢ ***Savon liquide (savon mou)***

Un savon mou ou liquide est produit à partir de l'hydroxyde de potassium et de corps gras. Les huiles avec un coefficient d'instauration (s'obtient en ôtant l'indice d'iode de l'indice de saponification) trop élevé, donneront un savon trop dur et s'il est trop faible, on obtiendra un savon trop mou. Donc les huiles à coefficient d'instauration (coefficient ISN) réduit sont indiquées dans cette fabrication. En Europe le savon mou (savon brun) est fabriqué traditionnellement avec l'huile de lin (coefficient INS de 15). Le procédé mi-chaud est généralement utilisé pour ce type de fabrication **(Donkor Gret; 1986)**



Figure 2: *Savon liquide*

I. 3. 2. Suivant la provenance géographique

- ***Le savon noir***

Est un savon composé de pâte d'olive saponifier, d'eau, d'huile d'olive et d'hydroxyde de potassium. Au Maroc, le savon noir est originaire de la région d'Essaouira, au sud du pays, sur la façade atlantique. Au Maghreb, ce savon est surtout utilisé comme produit de beauté. En effet, le savon noir du Bledi, est une pâte de gommage végétale et huileuse sans aucun grain, obtenue à partir d'un mélange d'huile et d'olives noir broyées et macérées dans du sel et de l'hydroxyde de potassium. Ce savon est riche en vitamine E, hydratant et purifiant. Il est aussi utilisé comme détergent lorsqu'il est liquide **(Caubergs; 2006).**



Figure 3: *Savon noir*

- ***Savon de Marseille***

Préparé avec de l'huile d'olive et de la soude, une teneur de 72 % en masse d'acide gras était garantie dans le savon de Marseille traditionnel, uniquement préparé à partir d'huile d'olive. . En 1688, Colbert a passé un édit limitant l'utilisation du nom « savon de Marseille » uniquement aux savons fabriqués à l'huile d'olive dans la région de Marseille. Actuellement Le terme « savon de Marseille » n'est nullement une appellation d'origine contrôlée, il correspond seulement à un procédé de fabrication qui est approuvée unilatéralement par l'Association française des industries de la détergence, de l'entretien et des produits d'hygiène industrielle ou AFISE. Ce code définit la méthode de fabrication, basée sur les quatre étapes historiques que sont l'empattage/cuisson, le relargage de la glycérine, le lavage et la liquidation, afin d'assurer l'obtention d'une phase cristalline lisse à 63 % d'acides gras au minimum



Figure 4: *Savon de Marseille*

- ***Savon blanc***

Il était très recherché au **XIX**^{e} siècle. C'est un savon très doux, fabriqué artisanalement. Sa viscosité est naturelle, c'est-à-dire que l'on n'y a pas rajouté de viscosant. Le savon blanc est saponifié à partir d'huile de tournesol, suivant une méthode de saponification à chaud. Il est encore fabriqué par certaines savonneries traditionnelles et on le retrouve dans des instituts de beauté.

- ***Savon marbré***

Comporte des lignes de savons ferreux non déposées, c'est-à-dire des carboxylates de fer précipités dans la masse du savon formé. Les fines marbrures sont vertes.

I. 3. 3. Suivant l'usage

- **Savonnette** : ou savon de toilette : destiné à l'hygiène du corps.
- **Savon de ménage** : pour le nettoyage domestique.

- **Savon médical** : avec des apports désinfectants (Un savon antiseptique est une combinaison entre un détergent et un antiseptique)

- **Savon dentifrice** : pour les soins de la bouche.

- Savon dermatologique : Le savon dermatologique est soit un savon « surgras » enrichi avec un produit spécifique destiné à protéger la peau (comme l'huile d'amande douce, le beurre de karité **(Virbel-Alonso; 2013)**.

I. 4. Technologies de la fabrication

I. 4. 1. La saponification

La saponification est définie comme la réaction entre un alcali (la lessive) et un corps gras (huile ou graisse). Les composés formés sont le savon et la glycérine ou le glycérol (Figure 5). La réaction de saponification des triglycérides peut se décomposer en deux parties. La première est une réaction d'hydrolyse qui donne les acides gras et de la glycérine, La seconde est une réaction de neutralisation par la soude des acides gras formés dans la première réaction **(François ; 1974 , Puyvelde ; 2009)**

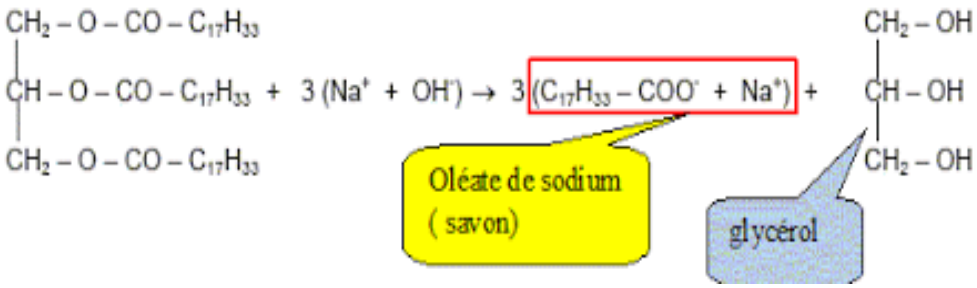


Figure 5: *Reaction de saponification*

I. 4. 2. Agents tensioactifs

Les savons et les détergents appartiennent à la même famille de produit chimique appelés agents tensioactifs ou sulfactifs, cette famille de produits présente, entre autre, l'activité détergente bien connue, grâce à l'abaissement de la tension superficielle de l'eau que ces produits provoquent, permettant ainsi le déplacement de la saleté par mouillage, émulsifiassions formation de la mousse. On distingue :

- ***Les savons :*** qui sont les sels d'acides gras ou un mélange de ces sels.

- ***Les détergents :*** qui sont les produits de la synthèse chimique. Les détergents sont des produits technologiquement plus élaborés et destinés à un usage plus spécifique étant insensible à la dureté de l'eau, qui par contre fait précipiter les savons. Les détergents trouvent leur principale utilisation dans le lavage mécanique (machine à laver et lave-vaisselle) et industrielle **(Marc Donner; 1993).**

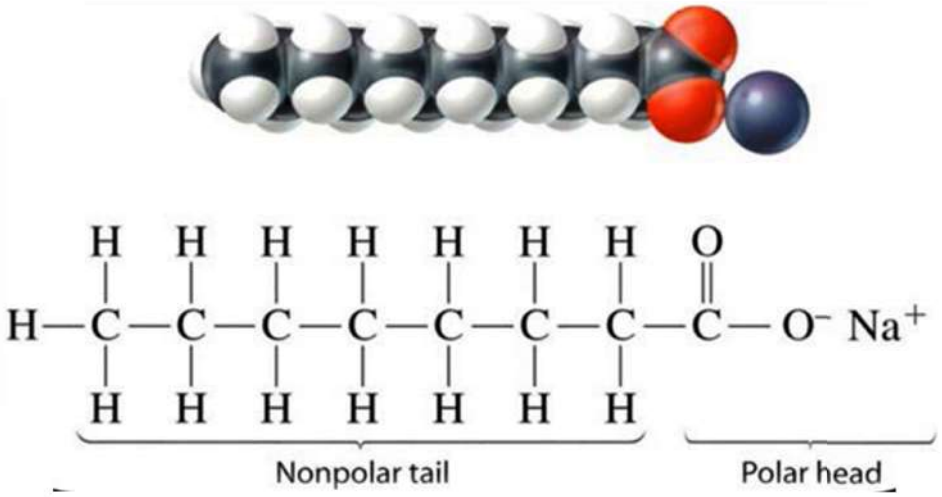


Figure 6 : *Structure d'un détergent.*

I. 4. 3. Les matières premières pour la fabrication de savon

Quatre matières de base interviennent dans la fabrication de savon, à savoir :

1) Les huiles et corps gras

2) La lessive de soude

3) La saumure : (dans le cas de la récupération de la glycérine)

4) Les additifs : carbones de sodium, silicate de sodium, etc. Dont l'utilisation dépend de la qualité et de type de savon que l'on veut obtenir.

I. 5. Mécanisme de fabrication du savon

Selon la température de conduite de la réaction de saponification nous distinguons trois différentes méthodes de fabrication du savon :

- La saponification à froid.
- Le procédé semi-chaud de saponification.
- Le procédé à chaud.

I. 5.1. Le procédé à froid

C'est un procédé simple qui demande peu de temps et d'énergie. En outre, le savon produit contient de la glycérine. Celui-ci a un effet bénéfique sur la peau et peut contribuer à une bonne conservation de tels savon pendant le stockage (prévention de la déshydratation).

Les savons produits à froid sont bien solubles et selon la nature du corps gras de départ, moussent abondamment. Le mélange de corps gras est chauffé dans la chaudière jusqu'à une température d'environ 40°C. Ensuite, on ajoute la solution alcaline nécessaire (par petites portions au départ), tout en remuant bien dans une seule direction. On travaille avec des solutions alcalines ayant une teneur de 20 à 35% de KOH. La réaction produit suffisamment de chaleur pour assurer une saponification complète. Les produits complémentaires de finition (adjuvants, couleur, parfums…) sont incorporés quand a franchement démarrée (le mélange montre alors une consistance analogue à celui du miel). La masse encore chaude est alors coulé dans de grand moules où a lieu la réaction complète de saponification (**Kone; 2000**).



Figure 7 : *Fabrication et moulage du savon par le procédé à froid.*

Le savon obtenu par cette méthode doit murir au moins un mois avant d'être utilisé. Ce temps de maturation est souvent considéré comme indispensable pour terminer la saponification, mais il s'agit surtout d'une période de séchage au cours de laquelle le savon perdra entre 10 et 20% de son poids. La saponification se termine durant la première semaine de cette période. Le processus de séchage peut être bien sur prolongé : le célèbre savon d'Alep est séché pendant 8 mois avant d'être commercialisé **(Donnez ; 1993).**

- Le savon à froid peut être un soin à part entière. Certains savons à froid sont tellement enrichis en principes actifs hydratants qu'ils permettent de se passer de lait ou lotion ou huile hydratante après la douche. C'est typiquement le cas des bons savons à froid au lait d'ânesse, au miel ou aux huiles précieuses (argan, calendula, etc.)
- Le savon à froid, même surgras, reste un savon et donc **son pH est basique** (autour de 9). C'est donc un corps alcalin détergent, qui ne convient pas trop si votre peau nécessite un soin au pH neutre pour la peau (acné ou eczéma très problématique). Cependant, il est à noter que certains savons à froid ont littéralement sauvé la peau de plusieurs personnes souffrant d'eczéma. C'est sans doute alors grâce au surgraissage du savon (calendula, karité, amande douce) et à sa richesse en glycérine végétale naturelle.
- Le savon à froid est **économique** ! Il remplace environ 2 flacons de gel douche de 250 ml. Quand il est terminé, la petite "chute" de savon peut être utilisée pour parfumer un tiroir ou une armoire.
- Le savon à froid peut aussi **laver les cheveux**. Pour cela, il faut qu'il soit si possible enrichi en agents tensio-actifs doux et antistatiques, comme le rhassoul, l'argile, la soie, l'amidon de riz... etc.
- Le savon à froid est **parfait pour la toilette de bébé**. Un peu d'eau savonneuse dans une bouteille propre et hop, voilà de quoi laver les fesses de bébé lors du change, sans perturbateurs endocriniens. Pour les bébés et les femmes enceintes, on préfère souvent les savons à froid sans huiles essentielles.
- Entre deux utilisations, le savon à froid **se conserve très bien** sur un porte savon aéré (à trous ou à grille).
- Le savon à froid **mousse** moins qu'un savon industriel, mais il lave tout aussi bien et dessèche pas la peau.

I. .5. 2. Le procédé semi-chaud

La saponification est aussi simple à réaliser :

- Chauffer le (mélange de) corps gras à environ 55 à 70°C.
- Ajouter (lentement et en petite portion au départ) la solution alcaline nécessaire à la saponification tout en remuant (la chaleur dégagée lors de la réaction peut provoquer un auto-échauffement du mélange au-delà de 90°C)

- Laisser refroidir la masse à environ 60°C et y mélanger ensuite les produits auxiliaires.
- Couler le savon dans des moules pour refroidissement définitif (24 à 36h).

Les deux procédés mentionnés précédemment en raison de leur simplicité d'exécution et de la qualité du produit qu'ils peuvent générer sont très indiqués pour la fabrication de savon améliorés à l'échelle familiale et artisanale **(Kone; 2000).**

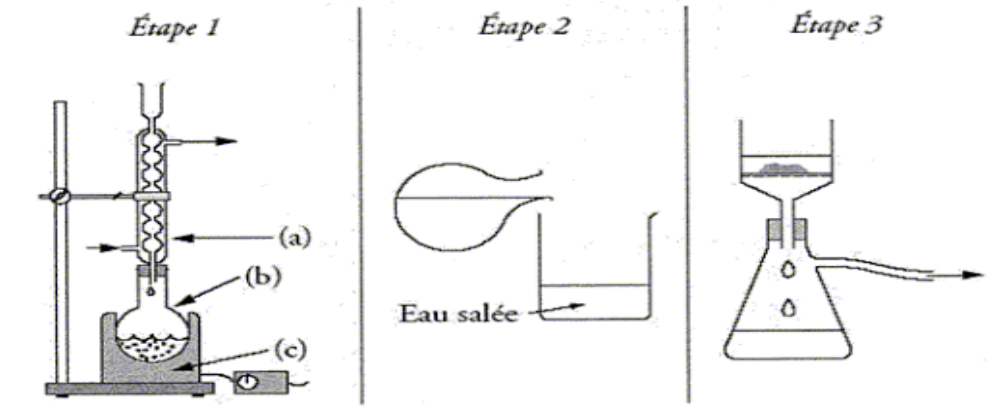


Figure 8: *Fabrication du savon en régime semi-chaud.*

I. 5. 3. procédés à chaud

La méthode est similaire au procédé à froid, mais ici, la saponification est réalisée à 80°C environ pendant trois heures, avant l'ajout des additifs et le moulage. Les savons obtenus sont directement utilisables, car la saponification est complètement terminée à l'issue du processus, mais un temps de séchage est quand même nécessaire.
Les additifs sensibles, comme les huiles essentielles par exemple, perdent moins leurs propriétés avec cette méthode, s'ils peuvent être intégrés à la pâte à une température n'excédant pas 50°C. La méthode à chaud possède donc certains avantages sur la méthode à froid, mais elle a également ses inconvénients : le savon produit est très difficile à mouler et présente souvent une texture plus grossière que son homologue réalisé à froid dont la texture est plus lisse **(Donnez ; 1993).**

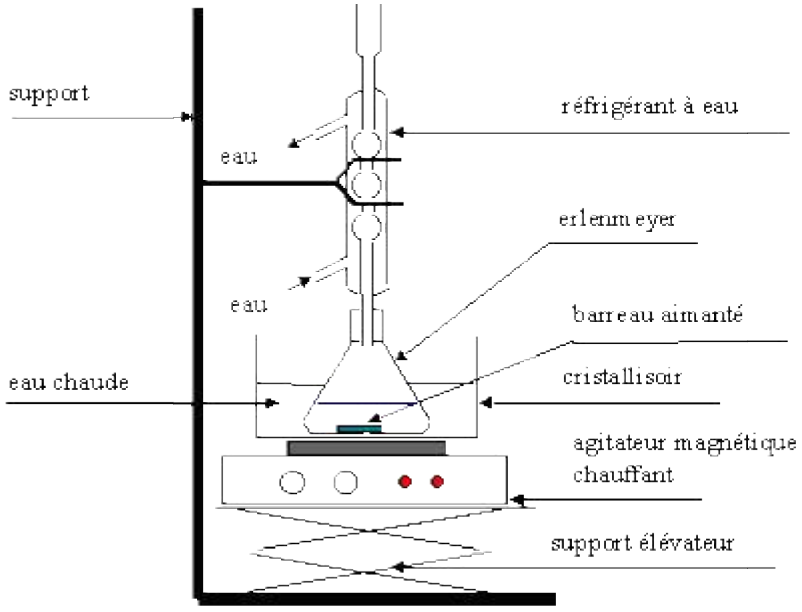


Figure 9: *Dispositif pour la fabrication du savon à chaud*

I. 6. Caractéristiques d'un savon

Les caractéristiques essentielles d'un savon sont : son pouvoir moussant, son pouvoir détergent, sa consistance, son taux de dissolution dans l'eau et la stabilité de sa mousse. Ces caractéristiques dépendent principalement de la nature et de la qualité des corps gras utilisés et dans la moindre mesure du procédé de fabrication et de refroidissement ainsi que des étapes d'affinage et de finition. L'art de maitre savonnier consiste à mélanger différents corps gras afin d'obtenir un savon aux propriétés désirés **(Marc Donner; 1993).**

Les savons produits à partir de la soude et de la potasse sont solubles dans l'eau, cependant, ils dissoudront plus facilement dans l'eau chaude que dans l'eau froide. Le savon qui est dissout dans l'eau subit une séparation de ses composantes (hydrolyse); le Résultat est, entre autre, une extrémité bien hydrophile (Figure 10).

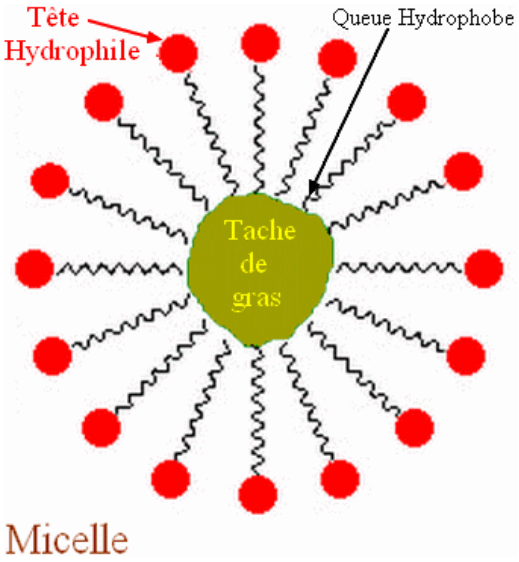
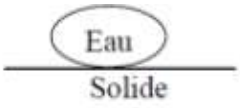


Figure 10 : *Solubilité de savon dans l'eau.*

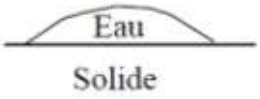
L'eau savonneuse peut pénétrer les petits interstices de la surface en contact (donc les fibres du linge, l'assiette, la table, la peau…) plus efficacement que l'eau (**Spitz ; 2009**).

Remarque :

- Eau seule : La tension superficielle élevée, la cohésion du liquide l'emporte sur les interactions avec le solide donc le liquide s'étale peu.



- Eau + Tensioactif : La tension superficielle a baissé, moins de cohésion donc le liquide s'étale mouillage meilleure.



En tant qu'agent tensioactif, le savon va s'immiscer entre l'huile et les fibres constituant le tissu et ainsi, petit à petit, diviser les corps gras puis former des micelles englobant de petites gouttes d'huile. On parle du pouvoir émulsifiant des détergents **(Pore; 1992).**

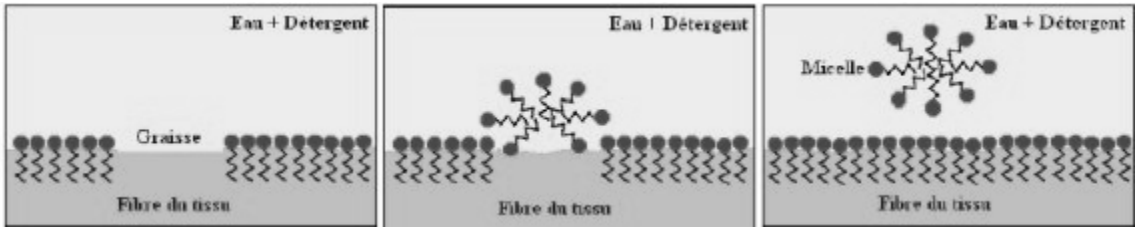


Figure 11: *Des détergents dans l'eau* ***(Togbe et al; 2014)****.*

Le savon forme un film d'ions carboxylate à la surface de l'eau de tension superficielle faible. Par agitation de l'eau savonneuse, des bulles d'air peuvent alors être emprisonnées. La mousse n'intervient pas en tant que telle dans le lavage mais, c'est un indicateur de la tension superficielle du liquide et donc de son pouvoir détergent **(Pore; 1992).**

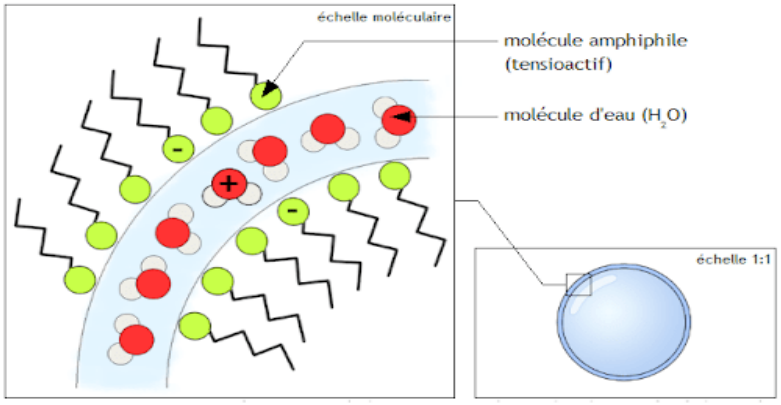


Figure 12: *Schéma d'une action moussante.*

Le savon à des propriétés détergentes, c'est à dire qu'il a le pouvoir, lorsqu'il est appliqué sur une surface quelconque, permet d'éliminer les graisses et autres salissures. Supposons une salissure grasse à la surface d'un tissu. En présence d'un savon en solution aqueuse, elle s'entoure d'ions carboxylate dont la partie lipophile se trouve dans la salissure, et la partie hydrophile dans l'eau (Figure 12). Ce phénomène contribue à arracher la salissure, conjointement à une action mécanique d'agitation ou de brossage. La graisse est alors piégée dans des micelles pour être ensuite évacuée grâce aux eaux de rinçage **(Spitz; 2009).**

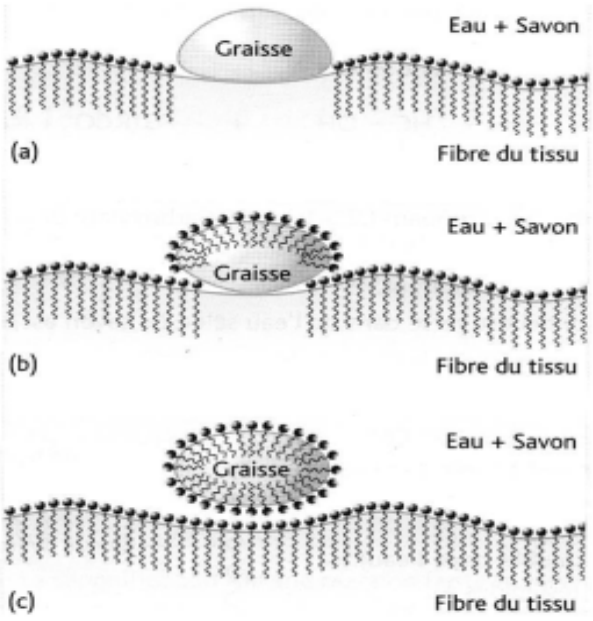


Figure 13 : *Phénomène de détergence (**Togbe et al; 2014)**.*

Les propriétés détergentes des savons sont dues aux ions carboxylate $RCOO^-$. Les ions carboxylate possèdent :

- Une tête hydrophile polaire ($-COO^-$) chargée négativement, qui s'entoure de molécules d'eau polaires
- Une extrémité lipophile (R ———) qui a beaucoup d'affinité pour les chaines carbonées présentes dans les lipides et les graisses, mais hydrophobe : qui n'interagit pas avec les molécules d'eau, car elle n'est pas polaire **(Boulekras; 2010)**

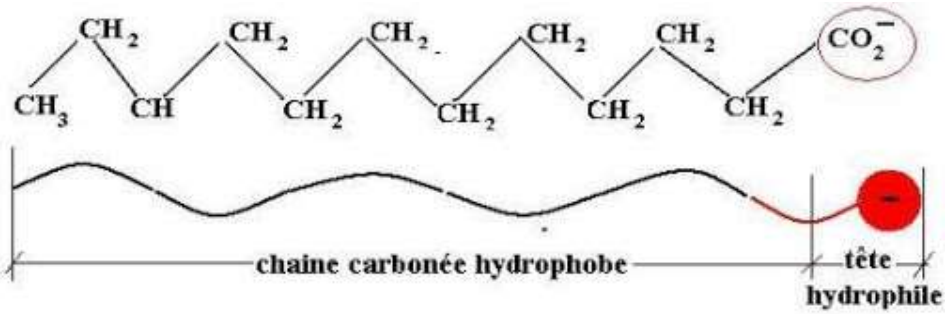
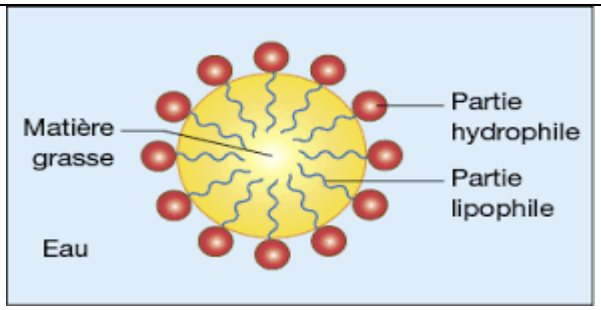
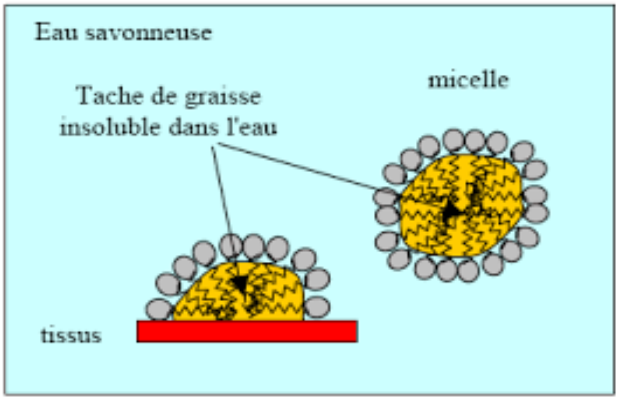
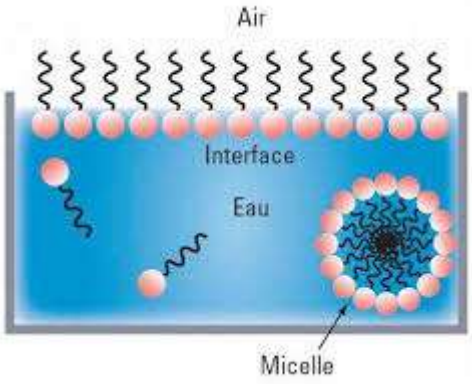
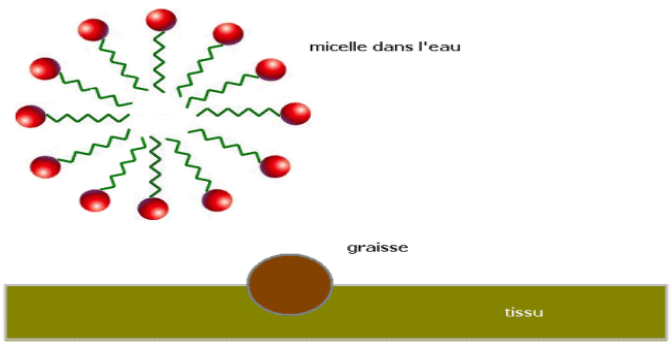
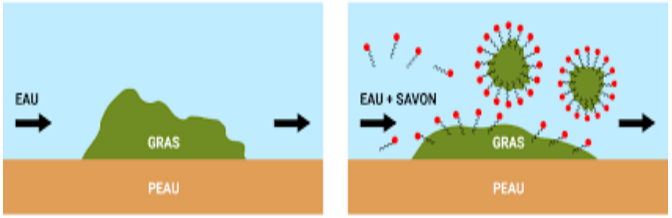


Figure 14 : *Les deux têtes hydrophobes et hydrophiles du savon.*

Tableau 1 : *Propriétés reposant sur l'activité superficielle des savons.*

Explication du phénomène	***Image représentant le phénomène***
Dans une eau savonneuse à faible concentration, les ions carboxylate s'organisent en petites sphères d'environ 100 nm de diamètre, appelées micelles. /	
La formation de micelles rend possible la dissolution dans l'eau, d'une tache d'huile présente sur un tissu. Cette tache se laisse entourer par la partie lipophile du savon alors que la partie hydrophile entraîne la tache vers l'eau.	
1ère étape : le savon a sa structure en micelle dans l'eau.	
2ème étape : la micelle entoure la graisse par ses parties lipophiles (hydrophobes).	
3ème étape : la graisse, contenue dans la partie lipophile du savon, est entraînée lors du rinçage	

I. 7. Indices techniques

I. 7. 1. Le surgraissage

Surgraisser un savon est très important, c'est le surgraissage qui va faire en sorte que le savon sera moins agressif pour la peau. En effet à la surface de la peau il y a un film hydrolipidique (FHL) composé d'eau et de sébum. Il protège la peau des agressions extérieures en faisant barrière, il joue aussi un rôle d'anti-déshydratant, puisque l'eau est retenue dans les cellules grâce au film de gras. Il est courant de surgraisser un savon entre 5 et 10% avec des huiles plus onéreuses, comme les huiles de jojoba et d'avocat par exemple, dont on souhaite conserver au mieux les propriétés en ne les ajoutant qu'une fois la saponification bien avancée. La présence de telles huiles en excès limite le dessèchement cutané dû à l'usage du savon et constitue en même temps une marge de sécurité permettant de s'assurer d'une utilisation complète de la soude à l'issue de processus de saponification

En même temps que les huiles de surgraissage, vous pouvez encore ajouter à la pâte un certain nombre d'additifs qui améliorent les performances du savon, sa couleur ou son odeur : colorants (argiles), huiles essentielles, conservateurs (acides lactique et critique), agents hydratants (miel), agents anticalcaires (acide critique), filmogène et durcisseur (cire d'abeille) etc. La quantité de chacun de ces additifs ne devrait pas dépasser le 2% du poids des huiles **(Waterval; 2011).**

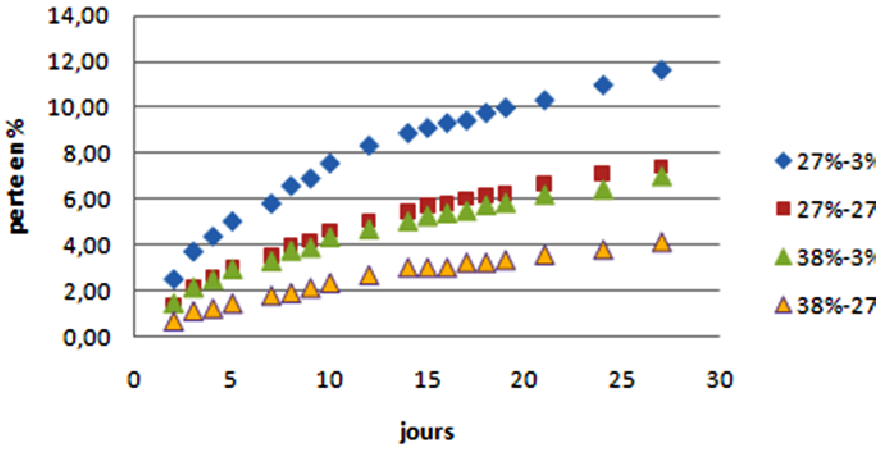


Figure 15 : *Courbe de surgraissage.*

I. 7. 2. Le pH du savon

Avec un pH voisin de 10, le savon est nettement basique et perturbe incontestablement l'acidité de la peau (dont le pH est environ 5,5). Dans la pratique toutefois, on constate, à de rares exceptions près, que le pH de la peau se rétablit assez vite et que les irritations cutanées causées par le caractère basique des savons sont peu fréquentes. A l'inverse, les savons à base de dérivés du pétrole présentent un pH généralement plus proche de celui de la peau. Par contre, eux aussi ont leur inconvénient : leur pouvoir détergeant est souvent tellement puissant qu'ils assèchent la peau et ne sont finalement pas plus "doux" à l'usage que les savons classiques. La littérature publie plusieurs valeurs du pH de la peau, toutes dans la gamme acide mais avec un éventail s'étalant de pH 4 à 7.

Les valeurs obtenues varient :

- Selon le type de la peau : une peau sèche est plus acide qu'une peau grasse.
- Selon l'endroit de la mesure : le pH de la peau sous les aisselles est moins acide que sur d'autres zones.
- Selon que la peau a été soumises à des influences extérieures (nettoyée ou pas, par exemple). **(Waterval; 2011).**

  Le savon étant basique, généralement voisin de 10, perturbe le pH de la peau, mais seulement de manière transitoire, le temps que les glandes sébacées reprennent une activité normale, ce qui se produit après deux heures environ.

Tableau 2 : *Valeurs de pH de différents savons.*

Nom de la marque	Irritation	pH
Aderm	1,4	6,44
Avecyde	3,3	3,61
Avène	2,5	6,94
Cétabhil	1,3	7,72
Dove white	0,2	7,53
Dove baby	1,1	7,0
Dove (liquide)	1,3	7,0

Dove pink	1,4	5,16
Johson's baby	3,1	7,23
Lux avec glycérine	3,2	12,38
Nivea beby cream	3,4	12,35
Nivea bath care	3,3	12,21
Oilatum	4,5	10,26
Naturel oiltum	4,1	10,01
Zest neutral	4,2	9,85
Zest citrus sport	3,5	9,75
Zest herbal	3,7	9,97
Zest agua	4,9	9,89
Palmolive green	3,7	10,18
Palmolive botanicals	4,1	10,38
Palmolive camomille	3,4	10,13
Camyclassic	3,2	10,38
Camy gala	5,2	10,36
Camy soft	5,4	10,26

I. 8. Impact écologique à l'utilisation

Pour les humains : il faut toujours veiller est ce que le savon obtenu ne soit pas trop corrosif, il faut donc l'utiliser avec précaution. Si le savon est gras, il n'y a pas de risque mais il lavera moins bien. Malgré le fait que le savon n'est pas disponible dans la nature en tant que tel, il s'agit d'un produit naturel parce qu'une fois évacué dans la nature, il se décompose facilement. L'utilisation de savon pour l'usage domestique a comme grand avantage qu'il est moins nocif pour le milieu naturel que les poudres à laver et les détergents synthétiques modernes. Les poudres à laver contiennent une grande quantité de phosphates. Ceux-ci facilitent la croissance des algues, qui causent à leur tour un manque d'oxygène dans l'eau de

sorte que les poissons et d'autres organismes aquatiques en meurent. Les détergents de leur côté sont faits à partir des acides gras et d'acide sulfurique. Ils sont difficilement détruits et restent longtemps actifs. Les poissons supportent 350 fois plus de savon que de détergents. Ces derniers augmentent la perméabilité de la peau des poissons ce qui fait qu'ils absorbent d'autres produits polluants. Ainsi, un poisson dans l'eau qui contient 1 ppm (part per million) de détergent, meurt dans 100 heures.

La décomposition de produits doit être mesurée dans le temps. Elle est exprimée en "Demande en Oxygène Biologique" (D.O.B.) et Demande en Oxygène Chimique (D.O.C.). Le B.O.B. représente la décomposition en acides gras et en glycérine; la D.O.C. représente la décomposition en eau, CO et minérales.

I. 9. Contrôle de qualité du savon

Pour suivre le déroulement de la saponification et contrôler la qualité du savon obtenu, on peut se servir de deux méthodes simples:

- Un échantillon de savon bien fait doit se dissoudre dans de l'eau douce sans que celle-ci ne se trouble; la présence de gouttelettes de corps gras indique un déficit en alcali, donc une saponification incomplète;
- un savon amélioré bien fait doit présenter au goût une saveur légèrement piquante à cause du léger surplus d'alcali nécessaire pour la bonne conservation du produit.

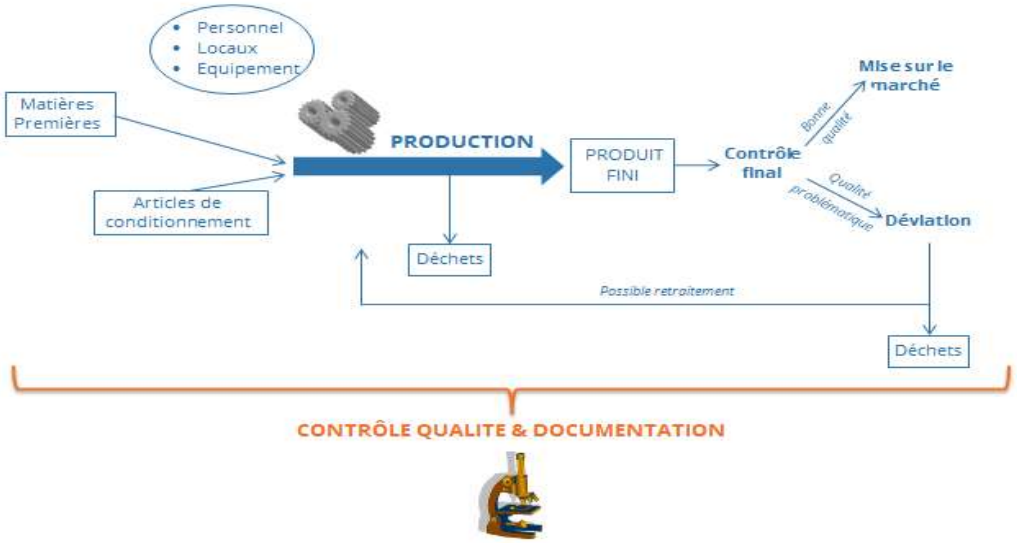


Figure 16 : *Les bonnes pratiques de fabrication du savon et produits cosmétiques.*

I. 10. Conditionnement et commercialisation

La stabilité au stockage des savons produits est l'un des facteurs clés de la réussite d'une savonnerie artisanale. En effet aussi bien au niveau du producteur qu'à celui des revendeurs (demi-gros ou petits détaillants), le produit doit pouvoir se conserver sans détérioration de son aspect extérieur ni de ses propriétés d'usage. Dans ce cadre les premières mesures d'amélioration de l'aptitude au stockage du futur savon remontent au choix des matières premières, à leurs prétraitements ainsi qu'au procédé de fabrication utilisé.

Les pertes de qualité que peut subir un savon amélioré pendant le stockage comprennent entre autres: rancissement, formation de tâches (oxydation) et de fissures (déshydratation), ramollissement (réhydratation), pertes du parfumage etc.

- La démarche suivante peut être adoptée afin d'améliorer la stabilité au stockage des savons produits: choisir des matières premières de bonne qualité (le corps gras ne doit pas présenter de tendance au rancissement par ex.), pratiquer un prétraitement efficace du corps gras, pratiquer la saponification selon le procédé semi-chaud, utiliser des auxiliaires stables en milieu basique, éventuellement incorporer des stabilisateurs comme le thiosulfate (à raison de 0,25 % de la masse de savon par ex.).
- Pour le conditionnement avant l'emballage, les barres de savons doivent être empilées les unes sur les autres de sorte que l'air puisse circuler librement entre elles. De cette façon elles sèchent efficacement et un équilibre stable pourra s'établir entre leur teneur en eau et l'hygroscopie du milieu. Selon le climat ce processus peut s'étendre sur 1 à 4 semaines L'emballage pour le transport et la commercialisation, peut être constitué par des cartons ou des caisses en bois tendre. Selon les exigences de la clientèle, le savon pourra être livré sous forme de barres ou de morceaux.

I. 11. Rentabilité

Pour le calcul de la rentabilité de l'opération de saponification, les éléments suivants sont à déterminer:

- Dépense :

  Coûts d'achat des matières premières (corps gras, alcali, auxiliaires) + Coûts pour énergie et eau + Frais salariés (y compris charges sociales éventuelles) + Frais

commercialisation (emballage, transport) + Frais immobiliers + Dotation aux amortissements (matériel et équipement) + Taxes et impôts (éventuellement)

= Sommes des dépenses totales (A)

- Recettes :

  Vente de savon + Vente d'éventuels emballages vides (fûts p.ex.) = Sommes des recettes totales (B)

  Bénéfice/Pertes = (B) - (A)

Chapitre II : Généralités sur les corps gras

II. 1. Définition

Les corps gras sont des éléments essentiels de notre alimentation, ils sont consommé à l'état naturel comme les huiles et le beurre, ou bien ils sont présent dans un aliment, comme les graisses de constitution des viandes, des poissons, des fruits secs oléagineux (noix, amandes, noisettes,….etc.) et les graisses ajoutées lors de l'élaboration de certains aliments tels que les plats cuisinés, charcuteries, biscuits, viennoiseries, pâtisseries…etc.

Ils son caractérisés par une propriété physique, insolubilité en milieux aqueux mais solubles dans les solvants organiques non polaires (chloroforme, hexane) **(Hininger; 2010)**.

Les corps gras sont des composés organiques constitués de carbone d'hydrogène et d'oxygène et de trois groupes d'éléments : les lipides environ 99%, les phospholipides et les insaponifiables **(François; 1974)**

II. 2. Origine et classification

Les corps gras sont des constituants de notre ration alimentaire quotidienne. On en parle souvent comme s'ils étaient tous semblables et équivalents. En fait, ils sont différents selon leur origine, leur consistance, leur présentation et leur rôle dans l'organisme. Les corps gras proviennent de deux grandes sources, végétales ou animales. **(Mohtadji et lambollais; 1989)**

- *Corps gras d'origine animale*

  Les tissus adipeux de bœuf et du mouton donnent par fusion les suifs utilisés surtout pour la fabrication des savons de ménage. Les huiles de poisson gras (hareng, anchois) sont plus instaurées (75% d'acide gras instauré), utilisés en alimentation humaine (margarine et friture) **(cheftel et cheftel; 1977).**

- *Corps gras d'origine végétale*

  Les huiles sont composées en totalité (100%) de matières grasses. Il existe différentes méthodes pour fabriquer des huiles végétales. En général, les huiles sont extraites des graines et des fruits oléagineux (noix, sésame, arachide, tournesol, etc.) par pression ou à l'aide d'un solvant **(cheftel et cheftel; 1977).**

- *Corps gras d'origine mixte*

  Il s'agit soit de margarines : qui sont des mélanges d'huiles végétales et des graisses animales, soit d'huiles végétales émulsionnées avec de l'eau **(Mohtadji et al; 2001)**

II. 3. Composition d'un corps gras

Les corps gras, qu'ils proviennent d'organismes animaux ou végétaux, correspondent à la partie « graisses neutres » de la fraction lipidiques totale. Les triglycérides, triesters d'acides gras, sont les constituants essentiels des graisses neutres. Une fraction dite mineure (les insaponifiables) toujours présente dans les corps gras bruts ou raffinés, composée de phosphatides, cérides, caroténoïdes précurseurs de la vitamine A, dont le béta carotène, les tocophérols, la vitamine E, les phytistérols.

- *Acide gras*

  Les acides gras (AG) sont les principaux constituants des lipides ou corps gras. Ces molécules sont formées d'une chaine de carbones liés à des hydrogènes terminées par un groupement acide : -COOH. On dit que ce sont des monoacides aliphatiques (R-COOH), à chaine hydrocarbonée non ramifiée contenant généralement un nombre pair de carbones dans les organismes des mammifères, mais parfois impair ou ramifié dans les aliments. Selon le nombre d'insaturation, ils existent deux classes : les acides gras saturés et les acides gras **insaturés (Walrand et al; 2010).**

  - *Les acides gras saturés*

  Les acides gras saturés ne possèdent pas de doubles liaisons, leur formule chimique générale est la suivante :

  $$CH_3\text{-}(CH_2)_n\text{-}COOH$$

  Les plus fréquents sont l'acide palmitique (C16 : O) et l'acide stéarique (C18 : O). La plupart des acides gras retrouvés à l'état naturel sont à nombre pair de carbones et à chaine linéaire, il en existe néanmoins quelques-uns à nombre impair de carbones et chaine ramifiée **(Cuvelier et al; 2004).**

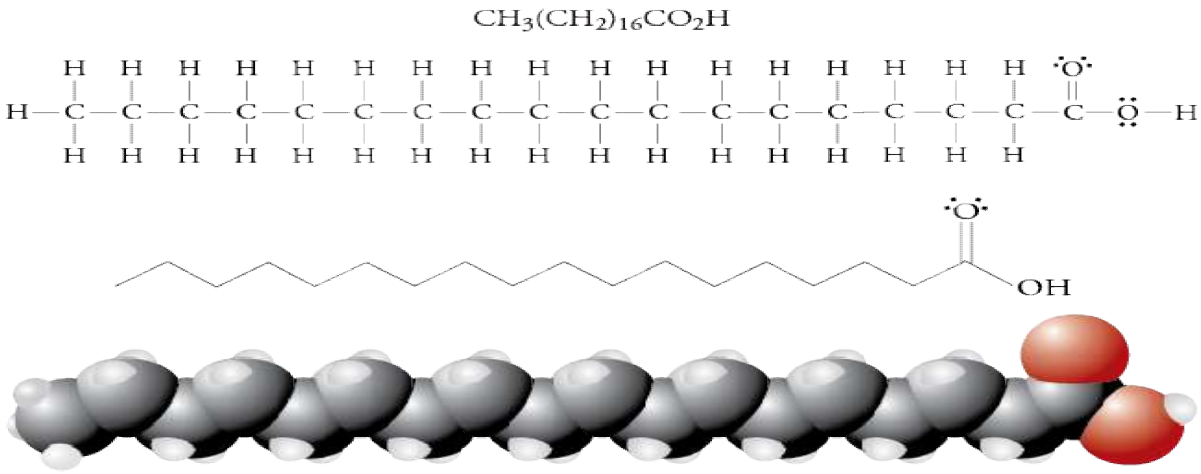


Figure 17: *Molécule de l'acide stéarique (AG insaturé).*

- ***Les acides gras insaturés***

  De nombreux acides gras contiennent une ou plusieurs doubles liaisons, ils sont dits insaturés.

  La position de la première double liaison peut s'exprimé :

  - Soit en partant du carboxyle (1er carbone) ; le symbole est Δ.
  - Soit en partant du méthyle (dernier carbone) ; le symbole est ω **(Touitou; 2006).**

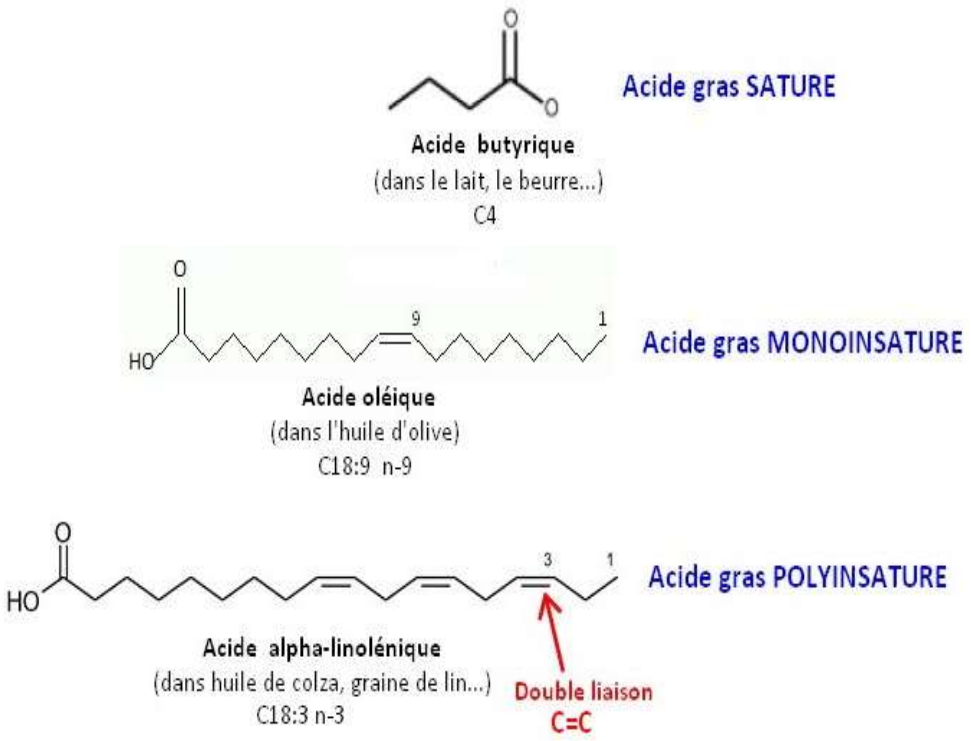


Figure 18 : *Exemples d'acide gras insaturé.*

- ***Les insaponifiables*** *:*

C'est l'ensemble des composés qui ne sont pas des esters, mais tout autre produit de constituant plus ou moins complexe. La teneur des corps gras en ces produits est généralement très faible, exemple les stérols et les tocophérols **(Roger; 1974).** Les constituants chimiques de l'insaponifiables sont principalement des hydrocarbures aliphatiques saturés et insaturés des carotènes, des alcools gras (produit de saponification des cires), des vitamines A, B et E. **(Graillent; 2003).**

- ***Phosphatides*** *:*

Les phospholipides (PL) sont constitués d'une molécule de glycérol estérifiée par deux acides gras et un acide phosphorique (Figure 19), lui-même lié à un alcool aminé (choline, éthanolamine..). Ces phospholipides sont des lipides de structure car ils sont constituants des membranes cellulaires et en assurent entre autres la fluidité **(Legrand; 2007)**.

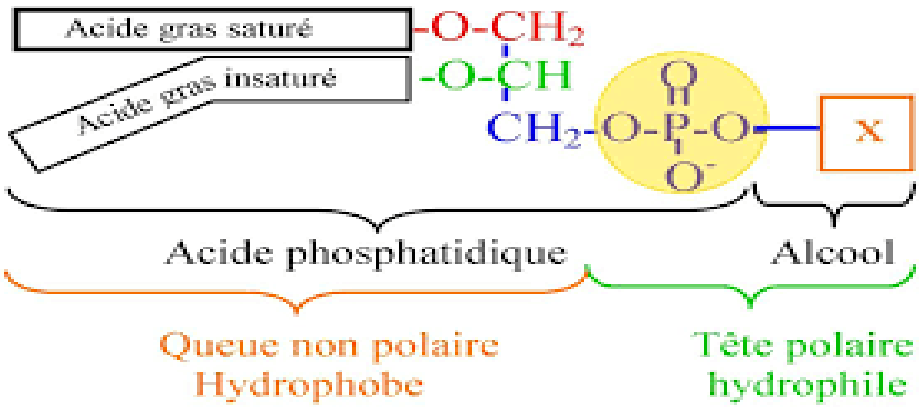


Figure 19 : *Schéma d'un acide phosphatique estérifies par deux acides gras et un acide phosphorique* ***(Touitou; 2005)***

- ***Triglycérides***

Les triglycérides ou plus exactement les triacylglycérols sont des triples esters d'acides gras et de glycérol (Figure 19). Il s'agit de molécules très hydrophobes, constituant une forme de réserve de l'énergie très courante dans le règne animal. **(Cuvelier et al; 2004).**

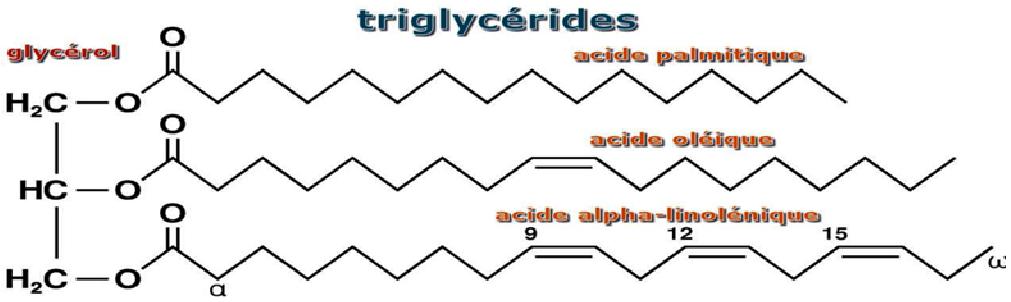


Figure 20 : *Molécule d'un triglycéride.*

II. 4. Exemples de corps gras utilisés pour la fabrication du savon

II. 4. 1. Huile d'olive

L'olivier appartient à la famille des oléacées. Le genre est appelé « Olea » et comporte 30 espèces différentes réparties sur la surface du globe. L'espèce cultivée en méditerranée est l'*Oléaeuropaea*, dans laquelle on trouve l'oléastre ou l'olivier sauvage et l'olivier cultivé *Oléaeuropaea sativa* (Figure 21). La trituration des olives laisse, en plus de sa production principale qui est l'huile, deux résidus, l'un solide (les grognons) et l'autre liquide (les margarines) **(Elhajouji; 2007)**

La qualité de l'huile d'olive varie non seulement en fonction de la variété, le sol et des conditions climatiques mais également avec de nombreux facteurs ayant trait au cycle de production, de transformation et commercialisation des olives et des huiles. **(Hammad; 2006).** L'huile d'olive apporte une bonne hydratation de la peau et une consistance convenable au savon. Une fois saponifiée, elle n'a que peu d'odeur contrairement à d'autres huiles comme l'huile de laurier.



Figure 21 : *Oliviers noirs sur une branche d'olivier.*

II. 4. 1.1. Composition chimique de l'huile d'olive

Les huiles d'olive vierges jouent un rôle important dans l'industrie agroalimentaire et sont importantes en nutrition humaine pour plusieurs raisons. En premier lieu car les lipides sont la principale source d'énergie pour le corps humain en comparaison de leur masse. De plus l'intérêt pour les huiles d'olive a été accru depuis la découverte de leur richesse en vitamine liposolubles et en poly phénols qui sont des antioxydants. Elles sont également une source importante d'acides gras polyinsaturés essentiels car non synthétisables par le corps humain **(Veillet et al; 2009)**.

- ***Acide gras***

Dans le cas de l'huile d'olive les tricylglycérides représentent entre 98% et 99% de la masse totale. Quelque rares acides gras libres peuvent être trouvés et témoignent d'une oxydation du triester. La composition en acide gras est très variable et dépend de la variété d'olive, la région de production et de la récolte (influence des conditions environnementales **(Veillet et al; 2009)**. Des normes telles que celle du Codex Alimantarius régulent cependant cette variabilité en plaçant des limites hautes et basses sur les proportions de chacun des acides gras (Tableau 4).

L'analyse par CPG des acides gras, montre une variabilité relativement importante, mais en moyenne, l'huile d'olive verge se compose à 72% d'acides

gras mono-insaturés, 14% d'acides gras polyinsaturés et 14% d'acide gras saturés. L'acide gras majoritaire est l'acide oléique qui représente à lui seul prés de 70% des acides gras. Les acides gras polyinsaturés représentent une fraction non négligeable de l'huile et sont majoritairement composés d'acide linoléique **(Veillet et al; 2009, Tanouti et al; 2011, Houlali; 2014).**

Tableau 3 : *Composition en acide gras d'une huile d'olive* **(Veillet S., 2010)**

Acide gras	*Formule brute*	*Olivier et al(2003)(%)*	*Codex alimentarus (2003)(%)*
Acide mystirique	*C14 :0*	*Tr*	*≤0,1*
Acide palmitique	*C16 :0*	*7,5-15,6*	*7,5-20*
Acide palmitoléique	*C16 : 1n-7*	*0,3-1,9*	*0,3-3,5*
Acide margarique	*C17 :0*	*≤0,3*	*≤0,5*
Acide margaroléique	*C17 : 1n-8*	*≤0,5*	*≤0,6*
Acide stéarique	*C18 :0*	*1,4-3,4*	*0,5-5*
Acide oléique	*C18 :1n-9*	*60,9-82,1*	*55-83*
Acide vaccinique	*C18 :1n-7*	*0,7-3,6*	-
Acide linoléique	*C18 :2n-6*	*4,5-16,1*	*3,5-21*
Acide α-linoléique	*C18 :3n-3*	*0,4-1,2*	*≤1,5*
Acide arachidonique	*C20 :0*	*0,3-0,5*	*≤0,8*
Acide gadoléique	*C20 :1n-9*	*0,2-0,5*	-
Acide bahénique	*C22 :0*	*≤0,2*	*≤0,2*
Acide lignocérique	*C24 :0*	*≤0,1*	*≤1*

- ***Les triglycérides***

L'analyse par HPLC des espèces moléculaires des tricylglycérols (TAG), composantes majoritaires, de l'huile d'olive, permet de distinguer des espèces majoritaires qui représentent, à elles seules, plus de 80% des TAG totaux. Il s'agit, par ordre d'importance quantitative (Tableau 4) de la trioléine (OOO), la dioléolinoléine (LOO) palmitooléolinoléine (PLO) **(Olliver et al; 2003).**

Tableau 4 : *La composition de l'huile d'olive en triglycérides* **(Olliver et al; 2003)**.

Triglycerides	***Huile d'olive (ollivier et al; 2003)***
LLL	*0.13*
PLO	*5.57*
LOL	*1.90*
LOO	*13.93*
POP	*3.08*
SOO	*3.72*
PLP	*0.46*
OOO	*44.69*
PLnL	*0.06*
SLO	*0.52*
POA	*0.52*
SOO	*3.72*
	100

- ***Les composés phénoliques***

L'huile d'olive contient des composés phénoliques simples et complexes qui augmentent sa stabilité, lui confèrent des propriétés antioxydants et modulent sa saveur. L'oleuropéine est le composé majoritaire dans les feuilles d'olivier et dans les olives et c'est le principal responsable de l'amertume des olives. Le ligstroside (un groupement hydroxyle de moins que l'oleuropéine) est également présent en grande quantité dans l'olive. Cependant, lors de la transformation en huile d'olive, ces molécules sont hydrolysées en de nombreux dérivés de masses moléculaires très variables, les plus grosses molécules résiduelles étant leurs dérivés aglycones. **(Veillet et al; 2009).**

II. 4. 1. 2. Les bienfaits de l'huile d'olive sur la peau

L'huile d'olive a une action adoucissante, calmante et rafraichissante. Elle nourrit la peau en profondeur et la protège des rayons UV. Riche en Vitamines : A, D, E, K et en sels minéraux. Ainsi, des études récentes ont montrés que l'hydroxytyrosol de l'huile d'olive améliore la fonction mitochondriale qui prévient le vieillissement cellulaire et par conséquent le vieillissement du Corp. Ceci nous ramène à confirmer que ce composé est un agent utile pour prévenir le vieillissent **(Al-Waili; 2003).**

II. 4. 2. L'huile de nigelle

Du latin « *nigellus* » qui signifie noirâtre, la nigelle (*Nigella sativa L*.) nous offre ses petites graines aromatiques d'une couleur noire intense communément connues sous le nom de cumins noire, habat el baraka ou haba sauda dans les pays arabes, Senoudj en Algérie (Figure 22).



Figure 22. *Grains et huile essentielle de nigelle.*

La nigelle a été longtemps utilisée, essentiellement dans la région méditerranéenne et au moyen orient pour assaisonner certains pains et galettes et comme remède naturel pour de nombreuses pathologies

L'huile de cumin noir est un produit naturel de haute qualité, car elle est extraite des graines d'une plante par la méthode de pressage à froid. Lors de l'utilisation de cette technologie, toutes ses substances curatives sont préservées dans l'huile. L'huile de cumin noir est très appréciée pour ses propriétés bénéfiques uniques pour le corps humain et la teneur en éléments nutritifs optimaux. Elle se distingue des autres huiles par une odeur épicée prononcée et une légère amertume de goût. Les connaisseurs d'huiles disent que plus l'huile n'est amère, plus leur traitement ne sera efficace.

Qu'est-ce que l'huile de cumin utile? De nombreuses études scientifiques dans le domaine de la médecine montrent que l'huile de cumin noir possède un grand nombre de propriétés cicatrisantes, qui la distingue nettement des autres huiles. Il a la capacité de renforcer le système immunitaire, de stimuler le processus de production de moelle osseuse, de réduire les niveaux de sucre dans le sang et de cholestérol, de normaliser le travail du tractus gastro-intestinal, de fonctionner en tant qu'agent cholérétique et de détruire de nombreux types de bactéries. En tant que puissant antioxydant, l'huile élimine activement les radicaux libres du corps. L'huile contient des acides gras polyinsaturés, des vitamines A, E et D, du calcium, du bêta-carotène, du fer, du cuivre, du phosphore et d'autres micro et macroéléments, qui normalisent le travail de tout le corps humain. Il contient de nombreux phospholipides, acides aminés (y compris l'arginine), des mono- et polysaccharides, des flavonoïdes, des phytostérols, des alcaloïdes, des tanins, des huiles essentielles, des saponines et des enzymes.

II. 4. 2. 1. Composition de l'huile de nigelle

L'huile fixe de nigelle constitue 37% des graines, elle est riche en acides gras, particulièrement les acides gras essentiels et insaturés (acide linoléique et acide linolénique). Cette huile se vend en Algérie dans des flacons en verre chez les herboristes et dans les marchés, comme étant un remède à tout les maux, généralement importée de l'Arabie Saoudite et la Turquie **(Zahoor et al; 2004, Benazzouz; 2005).** Plusieurs travaux ont été effectués pour identifier les différents composants de l'huile fixe des graines de nigelle. Selon les travaux de **(Nickavar et al; 2003),** huit acides gras ont été identifiés : Quatre acides gras saturés 17% et quatre acides gras insaturés 82.5%. L'acide linoléique 55.6%, l'acide oléique 23.4%, l'acide palmitique 12.5% sont présent en quantités importantes (Tableau 5).

Tableau 5 : *Composition en AG des huiles fixes de nigella sativa L.*

Acides gras	***Quantité (%)*** ***(Nickavar et al, 2003)***	***Quantité (%)*** ***(Zahoor et al., 2004)***
Acide laurique	***0.6***	***0.1***
Acide myristique	***0.5***	***0.5***
Acide palmitique	***12.5***	***13.7***

Acide stéarique	***3.4***	***2.6***
Acide oléique	***23.4***	***23.7***
Acide linoléique	***55.6***	***57.9***
Acide linolénique	***0.4***	***0.2***
Acide Eicosadienoique	***3.1***	***1.3***
Acide gras totaux	***99.5***	***100***

- *La composition de l'huile de nigelle en triglycérides*

  Quatre triglycérides majoritaires sont identifiés à partir des graines de nigelle : LLL, LLO et LLP suivi de LOP, comme le montre le tableau 6.

Tableau 6: *La composition de l'huile de nigelle en triglycérides.*

Triglycérides	***Huile de nigelle (Orsi-Llinares, 2005)***
LNLL	***0.5***
LLL	***24.6***
LLO	***19.6***
LLP	***17.5***
LOO	***9.6***
LLS	***2.5***
LOP	***12.9***
PLP	***2.5***
OOO	***1.6***
LOS	***2.4***

SLP	***0.5***
POP	***0.6***
SOO	***0.5***

II. 4. 2. 2. Les bienfaits de l'huile de nigelle sur la peau

L'huile de nigelle est particulièrement recommandée pour les peaux sèches et sensibles. Par ses propriétés calmantes, régénératrices, vitalisâtes et anti-inflammatoires, elle va aider à améliorer les petits problèmes de peau comme l'acné, les dermatites, l'eczéma, le psoriasis, les brulures, les gerçures, les champignons dermiques et les coups de soleil. L'huile peut s'utiliser « brute», directement sur le visage, le corps ou même les cheveux car elle est peu grasse et pénètre bien dans les tissus. Cependant son odeur caractéristique de cumin est un peu forte, c'est pourquoi on la trouve souvent mélangée à une huile végétale plus neutre.

II. 4. 3. Huile de tournesol

Le tournesol est une plante oléagineuse annuelle dont le nom scientifique est Hélianthus annuus. L'appellation tournesol provient de sa tendance à se tourner vers le soleil pendant la journée, alors que son nom scientifique fait référence à la forme caractéristique de son inflorescence composée, ou capitule : en grec Hélios signifie soleil et anthos signifie fleur. L'appellation anglaise et allemande est quand à elle la traduction littérale du nom scientifique avec sunflower et onnenblume, alors que l'appellation espagnole girasol est la même que l'appellation française (Kartika, 2005).

Les variétés classiques de tournesol produisent des huiles riches en acide linoléique (C18:2, ≈ 60%), à faible teneur en acide oléique (C18:1, ≈ 20%) et pratiquement sans acide linolénique (C18:3, < 1%).



Figure 23. *Fleurs, grains et huile de TS.*

II. 4. 3. 1. Caractéristiques des graines de tournesol

L'akène de tournesol, communément nommé "graine», est généralement constitué d'une amande et d'une coque ou d'un péricarpe **(Karleskind; 1996)**. La dimension de cette graine varie selon la variété, de 7 à 25 mm de longueur et de 4 à 13 mm de largeur. Leur poids est compris entre 30 et 80 g pour 1000 graines. Un akène entier contient : Une coque qui constitue 18 à 35% du poids total de la graine **(Karleskind; 1996, Campbell; 1983)**, rapporte que la proportion de coque dans la graine de tournesol riche en huile (± 23%).

II. 4. 3. 2. Composition chimique de l'huile de tournesol

L'huile extraite du TS classique est principalement composée par des triglycérides (98-99%), dont les teneurs en acides gras sont présentées dans la figure suivant :

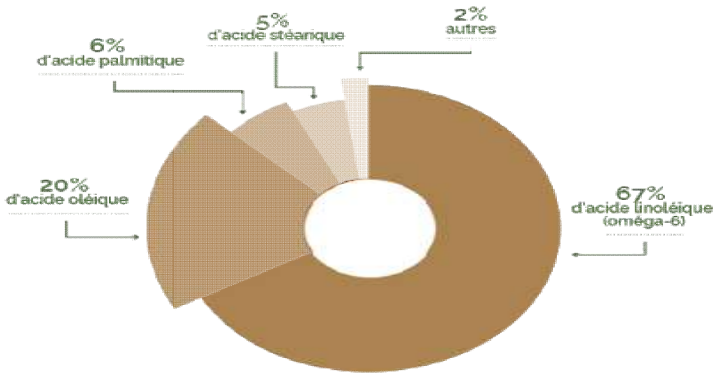


Figure 24. *La composition de l'huile de TS en acide gras.*

II. 4. 3. 3. Les bienfaits de l'huile de TS

L'huile de Tournesol est réputée principalement pour son utilisation culinaire, mais elle regorge aussi de bienfaits pour la peau et pour le bien-être en général. En raison de ses propriétés émollientes, l'huile de tournesol améliore la rétention de l'humidité au niveau de la peau, parfaite pour les peaux sèches, déshydratées ou sensibles. Avec ses acides gras et ses vitamines, elle hydrate la peau sans laisser de film gras. Très douce, c'est une huile qui est aussi utilisée pour masser les nourrissons : elle créée une barrière protectrice qui permet de limiter les risques d'infections de la peau. (site : https://www.doctissimo.fr/beaute/beaute-naturelle/huiles-vegetales/huile-de-tournesol

- ***Un rôle protecteur majeur pour les cellules cutanées***

  Son atout ? Une teneur en acide linoléique exceptionnelle, qui peut dépasser 75 % de sa composition. Cet acide gras polyinsaturé (oméga 6) joue un rôle crucial dans l'hydratation de la peau, qui ne peut le synthétiser. C'est en effet l'un des éléments lipidiques indispensables au fonctionnement de ses membranes cellulaires. En protégeant et en fortifiant le noyau des cellules, ils les aident à lutter contre les agressions (UV, pollution...). En cas de carence en acides gras essentiels, l'épiderme se dessèche et perd de son élasticité. Au contraire, lorsque l'apport en acides gras essentiels (oméga 3 et 6) est suffisant, la couche cornée est de bonne qualité, et la peau est souple.

II. 4. 4. Huile de la noix de coco

L'huile de coco est une huile végétale de couleur blanche, elle est extraite à partir de la chair de coco fraiche et mur. Elle est vierge, car elle n'a fait l'objet d'aucun traitement chimique ; elle est qualitativement intacte, car pressée à froid. Elle est séchée par dessiccation de la chair (méthode sèche) ou par décantation du lait de coco issu de la chair (méthode humide) **(Hordé; 2014).**



Figure 25 : *Fruit et huile de coco.*

Le point de fusion de l'huile de coco est entre 20 et 60°C, il est relativement élevé. Son indice de saponification est compris entre 248 et 265 mg de KOH/g d'huile. **(FAO; 2009)**

II. 4. 4. 1. Composition de l'huile de la noix de coco

La composition en acide gras majoritaire de l'huile de coco déterminé par HPLC en phase liquide (exprimé en % des acides gras totaux) **(Brisson ; 1982).**

Tableau 7. *Composition en acide gras de l'huile de la noix de coco.*

Acide gras	*Nombre de carbone*	*Quantité en %*
Laurique	***C12 :0***	***43.7***
Myristique	***C14 :0***	***16.4***
Palmitique	***C16 :0***	***8.2***
Stéarique	***C18 :0***	***3.0***
Oléique	***C18 :1***	***5.7***

II. 4. 4. 2. Les bienfaits de l'huile de la noix de coco

Des études ont montré que l'apport d'huile de coco peut aider notre organisme à augmenter sa résistance face aux virus et aux bactéries à l'origine de nombreuses maladies. Elle est également un traitement anti-levure, antifongique et un remède contre le candida albicans. L'huile de coco diminue le taux de cholestérol en favorisant sa transformation en pregnénolone, une molécule précurseur de nombreuses hormones nécessaires à notre organisme. Cette huile est un hydratant exceptionnel pour la peau et les cheveux. Elle contient de grandes quantités de vitamine E et d'antioxydant **(Oz, 2015)**

II. 5. Les huiles essentielles

Une huile essentielle est un liquide odoriférant d'aspect fluide à épais et de couleur variable selon les plantes dont elle est extraite. Elle est secrétée par des cellules spécialisées se trouvant aussi bien dans les feuilles (menthe poivrée, basikic grand vert), les fleurs (lavande,), le bois (cèdre Atlas, santal blanc), les racines (gingembre), les graines (coriandre, anis vert, carotte). La taille de ces gouttelettes d'huile essentielle sont libérées dans l'atmosphère et parviennent jusqu'à notre nez. Les récepteurs olfactifs du nez sont alors activés : ils envoient des stimuli sensoriels à différentes zones du cerveau.



Figure 26 : *Huiles essentielles et savons.*

Les huiles essentielles sont des messagers chimiques utilisés par les plantes aromatiques pour interagir avec leur environnement. Les huiles essentielles permettent d'éloigner les maladies, les parasites, mais aussi jouent un rôle protecteur face aux rayonnements du soleil.

Les huiles essentielles jouent un rôle important dans la reproduction et la dispersion des espèces végétales puisqu'elles permettent d'attirer les insectes pollinisateurs.

De nombreux paramètres entrent en jeux dans la qualité des huiles essentielles. Tout d'abord la sélection de la plante et le moment de la récolte sont primordiaux : les plantes doivent être identifiées botaniquement, et doivent provenir de culture sauvage, biologique, ou traditionnelle sans utilisation de pesticide ou autre produit chimique. Les plantes doivent être cultivées dans leurs biotopes d'origine. L'extraction doit être faite dans des conditions de rigueur de laboratoire, en maîtrisant les paramètres de température et de pression. Le stockage doit se faire dans des récipients adaptés aux huiles essentielles et à l'abri de la lumière et à des températures ne dépassant pas 25 degrés. Les huiles essentielles sont des extraits fragiles.

- Dans un contexte synergétique, on peut introduire les huiles essentielles dans notre produit qu'est le savon, il a pour leurs activités antioxydants, antiseptique et anti-inflammatoires.

L'huile essentielle est utilise à différent dose selon l'usage

- **Pour un usage cosmétique**, c'est-à-dire a la surface de la peau, sur l'épiderme (ex : des pores dilatés, les points noirs, le grain de peau, les rides) : 1%.
- **Pour une action dermo-cosmétique,** c'est-à-dire sur le derme, plus en profondeur (ex : sur les vaisseaux sanguins comme dans le cas de la couperose) : 3%.
- **Pour une action bien-être,** sur le système nerveux, on monte à 5 %.
- **Pour une action sur la circulation, les muscles, les tendons** (la on n'est déjà plus dans le bienêtre et encore mois dans la cosmétique, on cherche soulagement physique) 10%.
- **Pour une action lipolytique,** sur les graisses : 20-30%.

Matériels et Méthodes

Introduction

L'objectif de ce chapitre est donc de présenter en détail, le matériel et les produits utilisés et les différents modes opératoires suivis pour préparer des savons solides et liquides à base des huiles végétales produites localement essentiellement à base d'huile d'olive. En appliquant le procédé de fabrication à froid afin de conserver les différents principes actifs présents dans les huiles comme les vitamines, les antioxydants, les huiles essentielles …et conserver les propriétés thérapeutiques des huiles.

A cet effet nous avons d'abord déterminé les caractéristiques physico-chimiques a savoir :

Indice d'acide, acidité, indice d'ester, indice de saponification, indice de peroxyde, indice de réfraction, densité relative et le taux d'impureté

Les huiles utilisées sont:

L'huile d'olive, l'huile de nigelle, l'huile de tournesol et l'huile de coco

Et ensuite nous avons procédé à la préparation de 3types de savon solide en appliquant le procédé à froid et enfin on passe au contrôle des savons obtenus.

L'ensemble des expériences et des essais de préparation ont été réalisées au niveau du laboratoire pédagogique de la faculté des sciences à l'université de Médéa

Tableau 8 : *Les huiles végétales utilisées***.**

Echantillon	Nature de l'huile	Entreprise	conditionnement	Délai de conservation
Huile d'olive	100% olive	Huilerie de Aïn Defla	Bidon de 5L	F : 03/03/2020 E : 03/03/2023
Huile de coco	100% noix	Artisanal	Flacon de 80ml	-
Huile de nigelle	100% grains de cumain	Artisanal	Flacon de 35ml	-
Huile de tournesol	80% de tournesol	Cevital SPA bejaia	Bidon de 5 L	F : 03/03/2020 E : 03/03/2023

Tableau 9 : *Les produits utilisés***.**

Produit	**Formule Brute**	**Masse molaire (g/mol)**	**Densité**	**Pureté (%)**
Ethanol	**C_2H_2O**	**46,07**	**0,789**	**99,8**
Hydroxyde de Potassium	**KOH**	**56,1**	**/**	**95**
Acide Chlorédrique	**HCl**	**36,46**	**1,18**	**36**
Phénolphtaléine	**$C_{20}H_{14}O_4$**	**318,32**	**/**	**/**
Chloroforme	**$CHCL_3$**	**119,38**	**119,4**	**99**
Acide acétique	**CH_3COOH**	**60,04**	**1,0480**	**99,5**
Iodure de Potassium	**KI**	**166,01**	**/**	**99**
Empois d'amidon	**$C_6H_{10}O_5$**	**162,141**	**/**	**/**
Thiosulfate de Sodium	**$Na_2S_2O_3$**	**248,18**	**/**	**99**
Tétra chlorure de carbone	**Ccl_4**	**153,82**	**1,59**	
Réactif wijs	**Icl**	**162,36**		

III. Détermination des caractéristiques physico-chimiques des huiles étudiées

III.1. Caractéristiques physiques

III.1.1. La densité relative

❖ ***Définition***

C'est le rapport de la masse d'un certain volume d'huile à 20°C, et la masse d'un volume égal d'eau distillée à la même température.

❖ ***Principe***

À l'aide d'une balance analytique, effectuer des pesées successives de volume égal d'huile et d'eau à la température de 20°C.

❖ ***Mode opératoire***

- Nettoyer soigneusement le pycnomètre et le sécher.
- Déterminer la masse m_0 du pycnomètre vide.
- Remplir le pycnomètre avec de l'eau distillée jusqu'à le trait de jauge et laisser 30 mn dans un bain marie à 20°C.
- Déterminer la masse m1 de pycnomètre rempli d'eau distillée.
- Nettoyer et sécher le pycnomètre.
- Remplir le pycnomètre avec de l'huile jusqu'à le trait de jauge.

❖ ***Expression de calcul***

La densité relative est donnée par la formule ci-dessous :

$$\mathbf{d_{20}^{20} = \frac{(m2 - m1)}{(m1 - m0)}}$$

Ou :

$\mathbf{m_0}$: Masse (g) du pycnomètre vide.

$\mathbf{m_1}$: Masse (g) du pycnomètre rempli d'eau.

$\mathbf{m_2}$: Masse (g) du pycnomètre rempli d'huile d'olive.

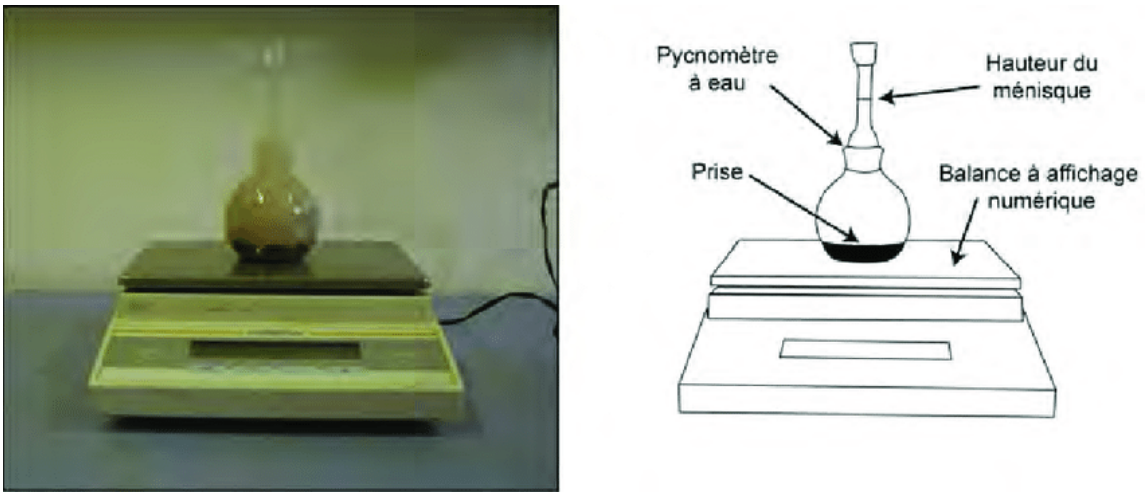


Figure 27. *Un pycnomètre.*

III.1.2. Indice de réfraction

❖ ***Définition***

L'indice de réfraction d'une huile est le rapport entre le sinus de l'angle d'incidence et le sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée faisant circulé de l'air dans l'huile maintenue à température constante.

Il est utilisé pour l'identification et comme critère de pureté des huiles.



Figure 28 *: Mésure de l'indice de réfraction. A: pendant la prise de mesure, B:nettoyage de la surface d'opération.*

❖ ***Principe***

Suivant le réfractomètre utilisé, soit mesurer directement l'angle de réfraction, soit observer la limite de réflexion totale ; l'huile étant maintenue dans les conditions d'isotropisme et de transparence.

III.2. Caractères chimiques

III.2.1. Indice de saponification

❖ ***Définition***

L'indice de saponification correspond au nombre de milligrammes de potasse nécessaires pour saponifier les acides gras contenus dans un gramme de matière grasse. Cette valeur est d'autant plus élevée que les acides gras sont de faible poids moléculaire.



Figure 29 : *Dispositif du chauffage à reflux.*

❖ ***Principe***

Si l'on traite un ester par de la potasse suffisamment concentrée et chaude, on régénère suivant une réaction totale l'alcool et le sel de potassium de l'acide puis on forme l'ester.

$$A\text{-}R + KOH \longrightarrow A\text{-}K + R\text{-}OH$$

❖ ***Mode opératoire***

On peser 2g d'huile à analyser que l'on introduit dans un ballon à fond rond puis en ajoute 25 ml de solution KOH dans l'éthanol à 0.5 N avec trois pierre pence, on porte le mélange à l'ébullition dans un chauffe ballon surmonté d'un réfrigérant à reflux pendant une heure. Après refroidissement on récupère le mélange sans les pierres ponce dans un bécher, puis on ajoute quelque goutes de l'indicateur coloré (phénolphtaléine) on titrer la solution avec l'acide chlorhydrique HCl à 0.5 N jusqu'à la disparition de la couleur rose et la réapparition de la couleur initiale du mélange (transparent), on note la chute de volume de HCl.

❖ ***Expression de calcul***

L'indice de saponification est donné par la formule établie ci-dessous :

$$\mathbf{I_S = \frac{(V0-V1)*N(Hcl)*M(KOH)}{PE}}$$

Ou :

$\mathbf{V_0}$: volume en ml de HCl utilisé pour l'essai à blanc.

V : volume en ml de HCl utilisé pour l'échantillon à analyser.

PE : prise d'essai en grammes.

N : la normalité de l'acide chlorhydrique HCl 0.5N.

M : la masse molaire de KOH (56.1g/mol).

III.2.2. Indice de peroxyde (ISO 3960 Quatrième édition 2007)

❖ ***Définition***

C'est la quantité de produit présente dans l'échantillon exprimée en milliéquivalent gramme d'oxygène actif par kilogramme de corps gras oxydant l'iodure de potassium. Cet indice nous renseigne sur le degré d'oxydation et d'altération des matières grasses.

❖ ***Principe***

Il consiste à un traitement d'une quantité d'huile en solution dans l'acide acétique et le chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI) ; le titrage d'iode libéré se fait par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré selon la réaction suivante :

$$2CH_3COOH + 2KI \longrightarrow 2CH_3COOK + H_2 + I_2$$

$$I_2 + 2\ NaS_2O_3 \longrightarrow 2NaI + Na_2\ S_4O_6$$

❖ ***Mode opératoire***

Peser 5g d'huile à 0.01g près dans un erlenmeyer, ajouter 12ml de chloroforme et 18ml d'acide acétique puis incorporer à cette solution 1ml d'iodure de potassium KI (0,5 dans 1ml d'eau distillée). Agiter la solution pendant 1 minute et mettre à l'abri de la lumière pendant 5 minutes puis ajouter 75ml d'eau distillée et agiter vigoureusement en présence

d'empois d'amidon. Titrer avec le thiosulfate de sodium (Na_2S_2O3) à 0,01N jusqu'à l'apparition de la couleur transparente et parallèlement effectuer un essai à blanc (sans huile).

❖ ***Expression de calcul***

L'indice de peroxyde est donné par la relation suivante :

$$\mathbf{I_P = \frac{N*(V0-V)*1000}{P}}$$

Ou :

$\mathbf{V_0}$: volume de la solution de thiosulfate de sodium pour l'essai à blanc en ml.

V : volume de thiosulfate de sodium utilisé en ml.

N : normalité de la solution de thiosulfate de sodium 0,01N.

P : prise d'essai en gramme.

Ip : indice de peroxyde.

III.2.3. Indice d'acide (*ISO 660 Deuxième édition 15-05-1996*)

❖ ***Définition***

L'acidité est le pourcentage d'acide gras libre dans la matière grasse (huile), elle est exprimée en pourcentage d'acide oléique. Il nous renseigne sur le degré d'hydrolyse.

Acidité : Expression conventionnelle du pourcentage d'acides gras libres.

❖ ***Principe***

Consiste à la neutralisation uniquement des acides gras libres par une solution de KOH à chaud en présence de phénolphtaléine ces derniers se caractérisent par le virage de la couleur rose vers transparente.

$$\text{R-COOH} + \text{KOH} \longrightarrow \text{R-COOK} + H_2O$$

AGL Potasse Savon Eau

❖ ***Mode opératoire***

Dans un erlenmeyer, on pèse 4g de l'huile à analyser puis on rajoute 30 ml de solution d'alcool neutralisée (éthanol) en ajoute quelques gouttes d'un indicateur coloré phénol phtaléine. On titre la solution avec le KOH à 0.1N jusqu'à l'apparition d'une coloration rose persistante (10 secondes) et noter le volume de KOH pour neutralisation.

❖ ***Expression de calcul***

$$\mathbf{I_a = \frac{V * N(NaOH) * M}{PE * 10}}$$

Ou :

$\mathbf{I_a}$: indice d'acide.

M : masse molaire d'acide oléique = 282g/mol.

N : normalité de KOH à 0.1N.

V : volume de KOH nécessaire au titrage.

P : poids de la prise d'essai.

III.2.4. Taux d'Humidité

❖ ***Définition***

C'est la teneur en eau contenue dans les corps gras **(Pincovschi, 1975).**

❖ ***Principe***

Le principe est basé sur le séchage de la matière étudiée à 103°C (dessication totale). Nous appliquons l'opération du séchage sur une quantité déterminée de la matière. Ensuite nous procédons à des pesées successives de la matière première (après refroidissement dans un dessiccateur), jusqu'à l'obtention d'une masse constante.

❖ ***Appareillage***

- Etuve
- Creuset
- Balance analytique
- dessicateur.

❖ ***Mode opératoire***

Chauffer un éprise d'essai à l'étuve à 103°C pendant quatre heures (jusqu'à élimination complète de l'eau) puis déterminer la perte en masse.

❖ ***Expression des résultats***

$$\mathbf{H\% = \frac{(M1 - M2)}{(M1 - M0)} * 100}$$

Avec :

M_1= masse de la prise d'essai avant séchage.

M_2= masse de la prise d'essai après séchage.

M_0= masse à vide de la capsule.

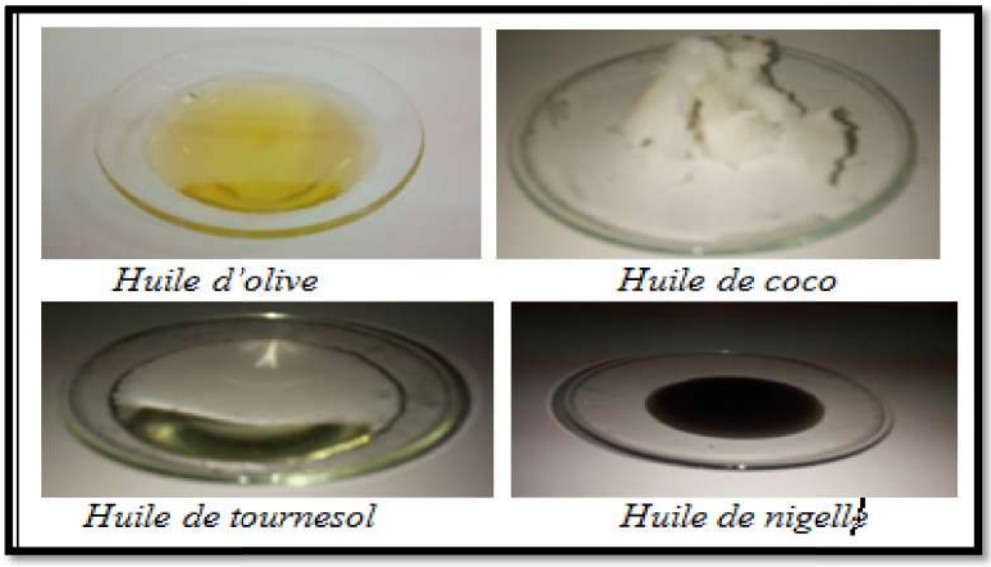


Figure 30. *Les huiles utilisée pour mesurer le taux d'humidité.*

III.3. Préparation des savons solide et pâteux à base d'huiles végétales

❖ ***Principe***

La saponification à froid est un procédé simple qui demande peu de temps et d'énergie. En outre le savon produit contient de la glycérine. Celui-ci a un effet bénéfique sur la peau et peut contribuer à une bonne conservation de tels savons pendant le stockage (prévention de la déshydratation). Les savons produits à froid sont bien solubles et, selon la nature du corps gras de départ, moussent abondamment **(Kone, 2000).**

La saponification est définie comme la réaction entre un alcali (généralement de la potasse (KOH) ou de la soude (NaOH)) et un corps gras (huile ou graisse). Les composés formés sont le savon et la glycérine. Ces deux composants peuvent être séparés mais dans la savonnerie artisanale en général, on ne procède pas à cette étape étant donné que la glycérine ne gêne pas, au contraire, elle donne une valeur ajoutée au produit fini.

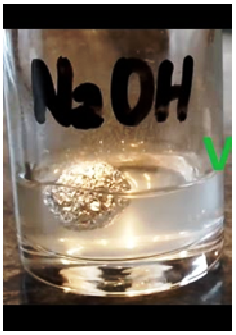
3 formules de savons solides (5% de sur-gras) ont été préparées par le procédé de saponification à froid, tel qu'illustré sur le tableau suivant :

Tableau 10 : *Formules de savon préparé.*

Savon	**Phase huileuse et additive**	**Phase aqueuse**
Formule 1 (F_1)	Huile d'olive Huile de turnosole Huile de noix de coco Huile essentielle de romarin Poudre de romarin	Eau distillée + NaOH + hydrolat de romarin
Formule 2 (F_2)	Huile d'olive Huile de turnosole Huile de noit de coco Huile essentielle de citron Poudre de zeste de citron	Eau distillée + NaOH + extrait de citron
Formule 3 (F_3)	Huile d'olive Huile de turnosole Huile de noit de coco Huile essentielle de menthe verte Poudre de menthe verte	Eau distillée + NaOH + hydrolat de menthe verte

Et les étapes de la préparation de non-savons et sont montrées dans le tableau suivant :

Tableau 11. *Etapes de la préparation des savons*

Etapes de la préparation des matières premières		
1. Préparation de la solution de potasse	Peser séparément l'eau puis la soude et verser la soude dans l'eau (pas l'inverse). La température de la solution augmente, agiter doucement jusqu'à ce que toute la soude soit dissoute. Laisser la température redescende entre 40°C et 45°C.	 *Solutions de NaOH*
2. Préparation du mélange d'huile	Dans une casserole en inox ou un récipient en verre, peser le mélange d'huiles et chauffer délicatement à feu doux jusqu'à température entre 40°C et45°C. Ou dans un bain marie	 *Préparation du mélange d'huiles.*
3. Mélanger à l'aide d'un mixeur et assurer l'apparition de la trace	Mélanger à l'aide d'un mixeur pendant 05 à 10 min jusqu'à l'obtention de « **la trace** » tout en ajoutant nos additifs voire la poudre de quelque plantes pour l'amélioration de la qualité ou pour un objectif thérapeutique	 *Mixer le mélange*
5. conditionnement	Après la période de séchage primaire (24h) on aborde la phase de découpage de la pate devenu semi solide suivant des formes et on laisse 04 semaines pour une forme du savon fini	 Aspect final

III.4. Analyses effectués sur le produit fini

III.4.1. Taux d'humidité

Même protocole décrit précédemment dans l'analyse des matières premières. Juste au lieu de corps gras c'est le savon.

III.4.2. Indice de peroxyde

Même protocole décrit précédemment dans l'analyse des matières premières. Juste au lieu de corps gras c'est le savon.

III.4.3. Détermination du pH de savon

Pour la mesure du pH, on prépare une solution aqueuse par l'ajout de 2 g de savon synthétise dans 30 ml d'eau distillée. L'ensemble est soumis à une agitation constante pendant 2 minutes ; à l'aide d'un agitateur. Le pH est ensuite déterminé à l'aide d'un pH mètre.

III.4.4. Mesure du pouvoir moussant des savons

Le pouvoir moussant du savon dans différents milieux est estimé par la mesure de taux de mousse formée dans chaque milieu (acide, salin) par apport à un témoin (eau distillée) selon la formule suivante :

$$\text{Taux de mousse [TM(\%)]} = \frac{\textbf{Hauteur de mousse}}{\textbf{Hauteur de mousse temoin}} \textbf{ x 100}$$



Figure 31 : *Détermination du pouvoir moussant du savon.*

III.4.4.1. En milieu acide

On prépare une solution savonneuse (S) par la dissolution de 3 g de savon dans 100 ml d'eau distillée dans un tube à vis, on ajoute goute à goute 1 ml d'une solution d'acide chlorhydrique (1mmol/l) a 2 ml de la solution S. On bouche le tube, on agite vigoureusement en position horizontale pendant 15 secondes environ. Après 5 min au repos, on mesure la hauteur de mousse.

III.4.4.2. En milieu salin

Dans un tube à vis, on ajoute goute à goute 1 ml d'une solution saline de NaCl (30%) à 2 ml de la solution S. On bouche le tube, on agite vigoureusement en position horizontale pendant 15 secondes environ. Après 5 min de repos, on mesure la hauteur de mousse.

III.4.5 .Pouvoir mouillant

Permet de déterminer le degré d'aptitude de mouillabilité, caractérisé par l'étalement sur la surface lisse et la pénétration dans les substances poreuses. Il consiste en la préparation de :

- Témoin : 150 ml d'eau distillé + un carrée de feutrine.
- Bécher 01 : 150 ml d'eau distillé + 4 g de savon de F_2. + carrée de feutrine.
- Bécher 02 : 150 ml d'eau distillé + 4 g savon de F_5 + carrée de feutrine.
- Bécher 03 : 150 ml d'eau distillé + 4 g de savon N_F + carrée de feutrine.
- Bécher 04 : 150 ml d'eau distillé + 4 g de savon swalis + carrée de feutrine.

❖ ***Mode d'opératoire***

- Nous avons préparé solution savonneuse.
- Ensuite, nous avons coupé un morceau de la feutrine et nous l'avons immergé dans la solution suscitée.
- A l'aide d'un chronomètre, on a compté le temps de mouillabilité de la feutrine par chaque solution savonneuse.

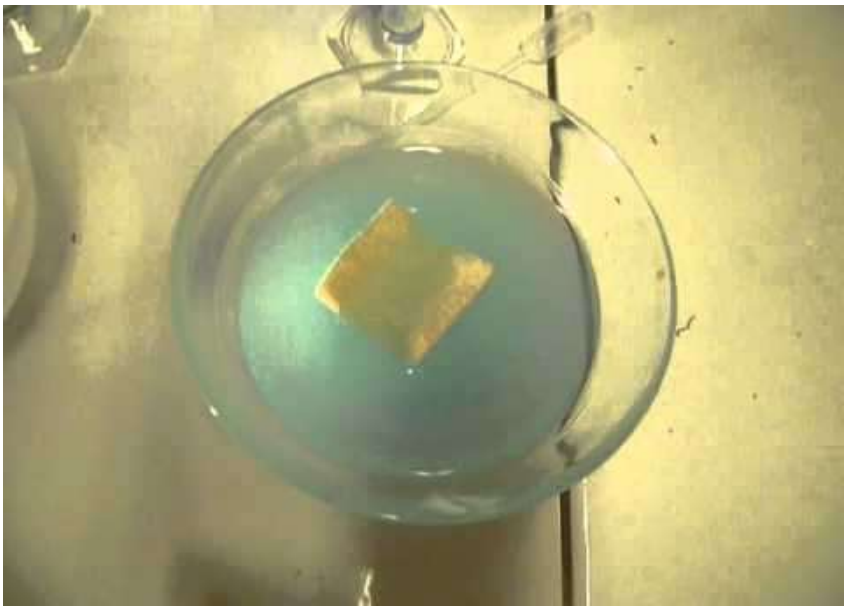


Figure 32: *Détermination du pouvoir mouillant.*

III.4.6. Etude microbiologique

L'activité antimicrobienne des extraits a été évaluée en utilisant les souches suivantes: Staphylococus aureuse, Escherichia coli, pseudomona aeruginosa, Bacilus subtilus, Levure (saccharomyces cerevisiae)

Les solutions savonneuses préparées ont été testés pour leur activité antimicrobienne par la méthode de diffusion en disques, en utilisant 100 µl de suspension des microorganismes testés. Les milieux Mueller-Hinton et Sabouraud gélosés, stériles et refroidis jusqu'à 45-50 °C, ont été distribués dans des boîtes de Pétri stériles de 9 cm de diamètre (15 ml). Les disques de papier filtre (9 mm de diamètre) ont été individuellement imprégnés avec 5 µl de solution de savon et ensuite placés sur la surface des milieux gélosés déjà inoculés avec les microorganismes testés.

Les boîtes de Pétri ont été incubées à 37 °C pendant 24h pour les bactéries, à 30 °C pendant 24 h pour *les bactéries* et 48 h pour les souches de champignons. Les diamètres des zones d'inhibition (mm) ont été mesurés, y compris le diamètre des disques. La solution savons dettol prépare de la même concentration est servi de témoin positif.

Résultats et Discussion

IV. Analyses des matières premières utilisées pour la préparation de nos savons

IV.1.Caractéristiques physiques

IV.1.1.La densité relative

La détermination de la densité est un des critères de pureté d'une huile. Elle est en fonction de la composition chimique des huiles et de la température**.** Dans notre étude, nous avons déterminé ce critère de pureté à une température de 20°C**.**Les valeurs moyennes de densité des huiles étudiées sont présentées dans le tableau 1**2** :

Tableau 12: *les moyennes de l'indice de la densité pour les quatre huiles étudiées.*

Huile / d_{20}^{20}	Olive	TRS	Coco	Nigelle
La moyenne	0,9123	0,9227	0,9107	0,9347
Écart-type	0,0002	0,0002	0,0002	0,0002
La norme	0,910-0,916	0,918-0,923	0,908-0,921	0,910-0,930

On remarque que les résultats des moyennes des densités relatives obtenus sont conforme aux valeurs fixées par le ‘‘codex STAN 210-1999’’ Pour les huiles raffinées et par le ‘‘Centre algérien de contrôle de la qualité et de l'emballage’’pour l'huile d'olive. Alors sauf que pour l'huile de nigelle elle est sensiblement supérieurde l'ordre de 10^{-3}. Cette légère différence est due principalement à l'inexactitude de la méthode utilisée pour la détermination de la densité.

IV.1.2.Indice de réfraction

L'indice de réfraction nous renseigne sur la pureté et le groupe de l'huile. Il dépend de la composition chimique des huiles et de leur température.

D'après les résultats montrés dans le tableau **13** on remarque que les moyennes des indices de réfraction pour les huiles de turnosol, coco et nigelle sont égal (1.475et 1.473) ou elles sont légèrement supérieures à la norme de l'ordre 10-3, par contre en distingue une différence significative pour l'huile d'olive qui a une valeur moyenne de 1,469 ; cette valeur est dans l'intervalle exigée par la norme.

Tableau 13: *les moyennes de l'indice de réfraction pour les quatre huiles étudiées.*

Huile / I_R	Olive	TRS	Coco	Nigelle
La moyenne	1,469	1,475	1,457	1,473
Écart-type				
La norme	1,467 – 1,470	1,461-1,468	1,448-1,450	1,466-1,468

IV.2. Caractéristiques chimiques

IV.2.1.Indice de saponification

D'après la figure (38), l'indice de saponification de l'huile de nigelle est de 217,755 ±1,974 mg KOH / g MG. L'étude réalisée sur les graines de nigelle par **Orsi-Llinares (2005)** a montré une valeur inférieure qui est de 203 ± 3 mg KOH / g MG. Cependant les travaux réalisés par **Cheikh Rouhouet al. (2007**) ainsi que Ustun et al. (1990) ont obtenus des valeurs supérieures entre 212 et 230 mg KOH / g MG. Cette différence peut être due à la méthode utilisée pour l'extraction de l'huile de nigelle, à l'origine et la durée de stockage des graines.

L'indice de saponification trouvé pour l'huile d'olive est 187,569 ± 3,951 mg KOH / g MG, conforme aux valeurs fixées par le ''Centre algérien de contrôle de la qualité et de l'emballage'' qui varient entre 184 et 196 mg KOH / g MG.

L'indice de saponification de l'huile de nigelle est supérieur à l'indice de saponification de l'huile d'olive, ce qui explique la richesse en d'acide gras de longues chaines dans l'huile d'olive comparant à l'huile de nigelle.

L'indice de saponification trouvé pour l'huile de tournesol est de 51,875 ± 3,965 mg KOH / g MG, cette valeur est inférieure à la norme fixée par le ''codex STAN 210-1999'' Pour les huiles raffinées (187– 195 mg KOH / g MG). Cette huile est commerciale de la marque Fleurial, donc la différence entre l'indice de saponification trouvé et la norme peut être due à la méthode utilisée pour l'extraction, à l'origine et la durée de stockage des graines.

L'indice de saponification de l'huile de coco est de 282,269 ±3,942 mg KOH / g MG, conforme aux valeurs fixées par ''codex STAN 210-1999'' qui varient entre 148 et 268 mg KOH / g MG. C'est la valeur la plus élevée des indices de saponification calculés. Cette valeur obtenue est logique étant donné la haute teneur en acides laurique et myristique de cette huile et elle donne de ce fait des savons à fort pouvoir moussant et qui moussent aisément dans une eau calcaire et salée.

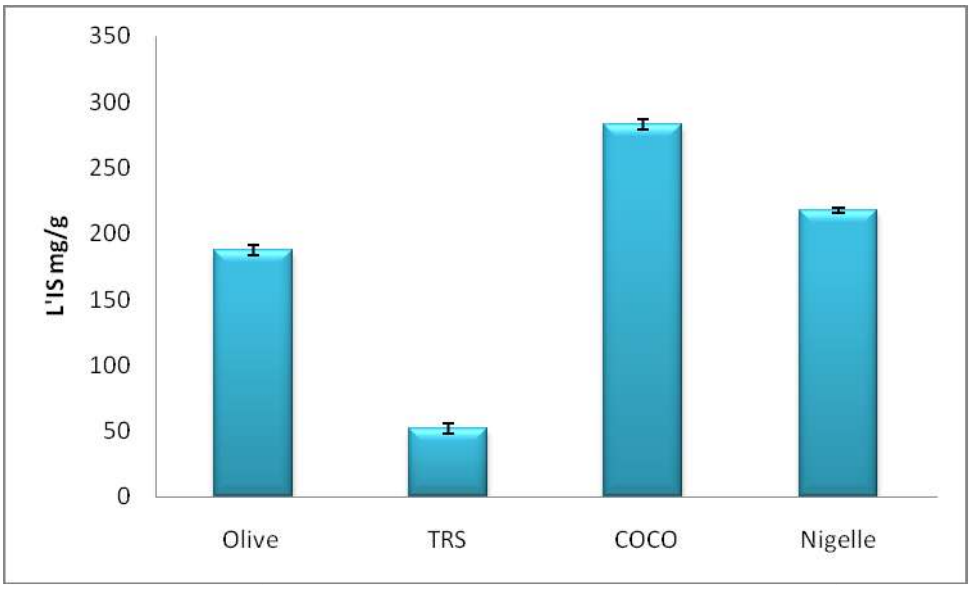


Figure 33: *Indice de saponification de la matière grasse.*

IV.2.2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde permet d'apprécier le degré d'oxydation d'une huile, les résultats de la variation des moyennes de l'indice de peroxyde pour les cinq échantillons étudiés sont illustrés dans la figure suivante :

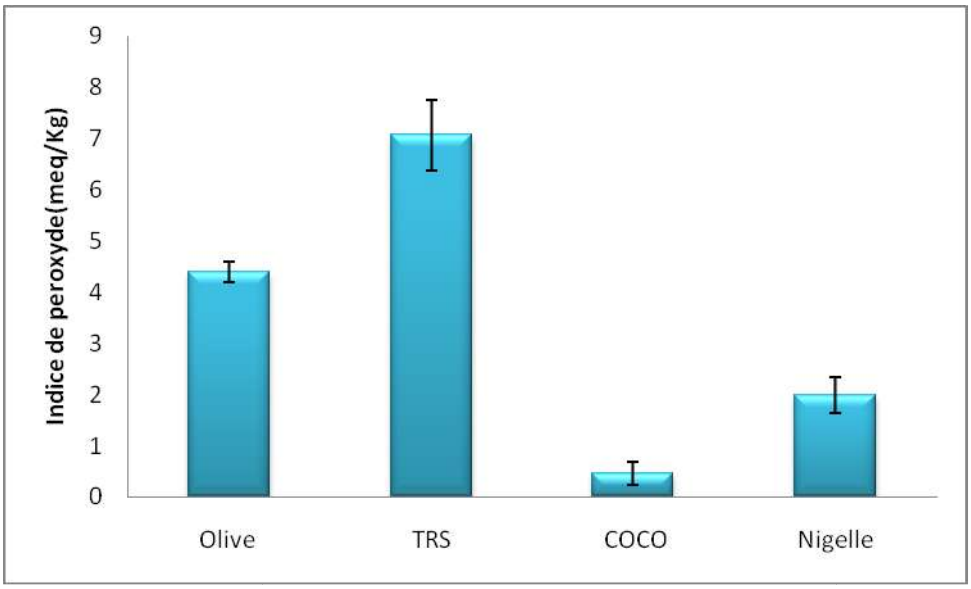


Figure 34 : *Variation des moyennes de l'indice de peroxyde.*

Cette figure indique de façon générale que l'indice de peroxyde augmente pour toutes ces huiles au cours de la conservation mais cette évolution se fait plus rapidement avec les huiles colorées (huile de turnosol, l'huile d'olive et huile de nigelle) qu'avec les huiles

incolores (huile de coco) qui représente la plus faible valeur. La période d'initiation de l'oxydation est donc en fonction de la présence de pigments et des méthodes de conservation.

L'indice de peroxyde obtenu pour les quatre huiles Figure (39) répond aux normes du ''Codex STAN 210-1999'' qui fixe la valeur inférieure à 10 meq O_2/kg MG (milliéquivalent gramme d'oxygène actif par kilogramme de corps gras) pour les huiles raffinées et de 15 meq O_2/kg MG pour les huiles vierges et les huiles pressées à froid.

L'oxydabilité d'une huile dépend en grande partie de la nature des acides gras constitutifs. Plus une huile est riche en acides gras insaturés, plus elle devient sensible à l'oxydation. Cette réaction serait favorisée par l'air, la lumière et la chaleur. L'huile de coco procède un faible teneur en acides non saturés, ce qui rend cette huile plus résistante à la rancidité oxydative, renforçant ainsi sa qualité de stockage.

Chaque corps gras a ses propres caractéristiques ou propriétés physiques qui sont déterminées par les poids moléculaires de leurs teneurs en acides gras. Ces caractéristiques déterminent à leur tour en grande partie, les caractéristiques du savon, notamment le pouvoir moussant, le pouvoir détergent, l'effet sur la peau, la consistance, la solubilité dans l'eau, et la stabilité de la mousse.

IV.2.3.Acidité

Les deux figures suivantes montrent la variation des moyennes de l'indice d'acide (IA) :

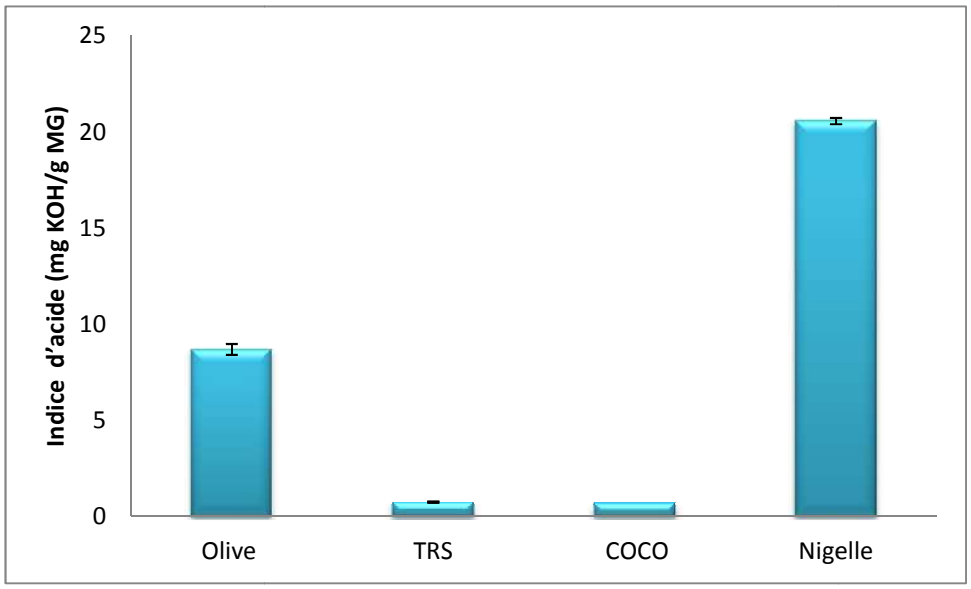


Figure 35 : *variation des moyennes de l'indice d'acide.*

Cette figure indique que l'acidité de l'huile d'olive, l'huile de turnosol, et l'huile de nigelle dépassent le seuil autorisé par les normes **CODEX STAN 210-1999** qui est de 0,6 et 4,0 mg KOH/g d'huile respectivement pour les huiles raffinées et les huiles obtenues par pression à froid et les huiles vierges. Ce qui les rendent impropres à la consommation, lui donnant ainsi un autre intérêt qui est leur désignation à la fabrication du savon du moment où elles sont conforme à la norme des huiles destinées à la fabrication des savons, l'acidité doit être 5 à 10% (Unité COGB LaBelle). Sauf l'huile de nigelle qui dépasse le seuil autorisé par l'unité COGB LaBelle, donc cette huile a été éliminée dans la reformulation de notre savons. L'huile de coco est conforme aux normes **CODEX STAN 210-1999** donc cette huile peut êtres utilisées pour la consommation, cependant leur acidité est inférieure aux normes (0.7 mg KOH/g MG) préconisées pour la fabrication des savons. Ça n'a pas d'inconvénient pour nos savons car ces huiles ne sont pas utilisées seules.

IV.2.4. Humidité

Les résultats obtenus dans la figure nous indiquent que l'humidité de l'huile de coco est conforme à la norme de l'unité COGB LaBelle qui doit être inférieure à 1%. Pour l'huile d'olive, l'huile de nigelle et l'huile de tournesol les résultats dépassent cette norme, cela est peut-être dû à la maturité ou au séchage des graines.

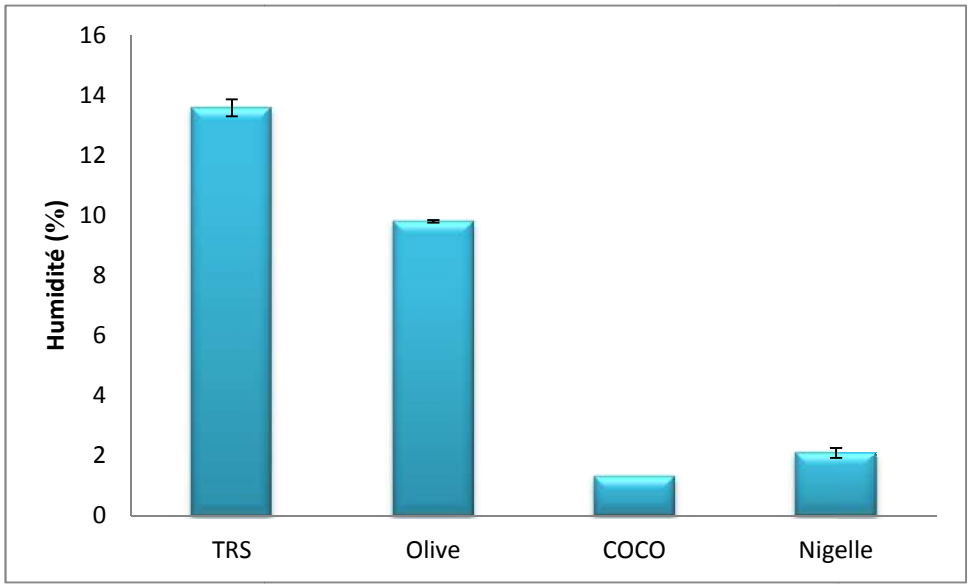


Figure 36 : *variation des moyennes du taux de l'humidité.*

V. Analyses effectués sur le produit fini

V.1. Taux d'humidité

Étant donné la situation actuelle, nous n'avons pas pu terminer la mesure.

V.2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde du savon représente l'altération physique ou chimique (oxydation) : Les indices de peroxyde obtenus pour nos savons sont nuls, donc il n'y a pas une altération oxydative des savons préparés.

.

V.3. Détermination du pH de savon

Le pH des savons préparés aprés secharge de six semaines varie entre 7,11et 7,19, donc ils sont neutre, et sont dans les normes.

Même que ces savons sont utilisés avant les 6 semaines où le pH est basique, il n'y aura pas un problème d'irritation de la peau car, nous les avons préparés à 5% de surgras, ce qui va permettre la récupération du film protecteur de la peau et va la protéger davantage des irritations.

Tableau 14: *Le pH des savons.*

Type/période	17/03/2020
F1	7,18
F2	7,11
F3	7,19

V.4. Mesure du pouvoir moussant des savons

V.4.1. En milieu acide

L'ajout de la solution savonneuse au milieu acide (HCl), a permi l'obtention d'un précipité blanc et il n'y avait pas de formation de mousse par rapport au témoin (même savons dans l'eau distillée. Le taux de mousse calculé (TM) est de 0% par rapport au témoin.

Lors de la dissolution du savon dans l'eau, les groupes carboxylate et les ions sodium s'entourent de molécules d'eau et sont dispersés dans la solution : c'est le phénomène de solvatation (Figure 42). On obtient des ions hydratés entourés de molécules d'eau.

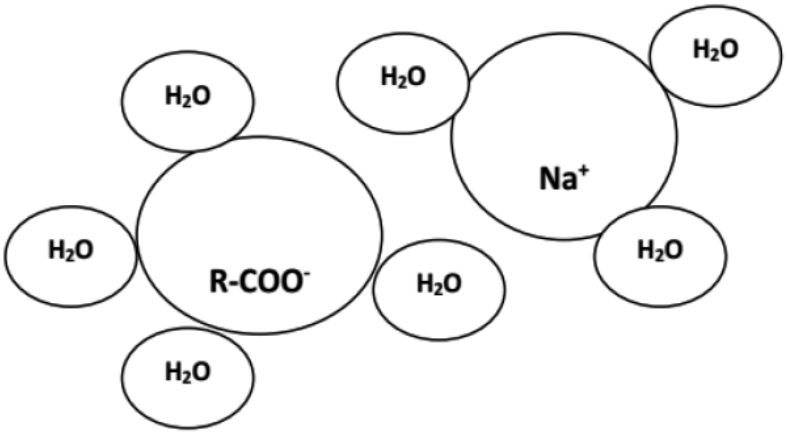


Figure 37: *Solvatation des ions de savon dans l'eau.*

Une solution acide contient des ions H_3O^+ qui sont l'acide du couple H_3O^+/H_2O. Comme les ions carboxylate sont la base du couple $RCOOH/RCOO^-$, il se déroulera une réaction acide – basique qui a pour équation :

$$R\text{-}COO^- + H_3O \longrightarrow R\text{-}COOH + H_2O$$

L'action détergente d'un savon est liée à sa solubilité dans l'eau, c'est-à-dire son pouvoir moussant. Donc un milieu acide n'est pas favorable à l'action du savon obtenu.

V.4.2. En milieu salin

Le pouvoir moussant du savon dans un milieu salin (NaCl) a largement diminué par rapport à l'eau distillée. Le taux de mousse calculé (TM) est montré dans le tableau 13 par rapport au témoin.

En présence d'ions sodium Na^+, les ions carboxylates vont réagir en formant un précipité de carboxylate de sodium, c'est à dire du savon solide qui n'aura aucune action. Cette réaction de précipitation a pour équation :

$$R\text{-}COO^- + Na^+ \longrightarrow R\text{-}COONA$$

Tableau 15: *Les taux de mousse calculé dans différents milieux acide et salin*

Taux / **Savon**	**Milieu Acide**	**Milieu Salin**
F_1	0	8
F_2	0	14
F_3	0	12,5
Fm	0	13

Fm : est le savon commercial choisi comme référence dans notre étude (c'est le savon Dettol).

V.5 .Pouvoir mouillant

Le pouvoir mouillant est la capacité d'un liquide à s'étaler sur une surface ou impregner un tissu. La molécule de savon augmente le pouvoir mouillant en réduisant la tension superficielle de l'interface eau-air. Celle-ci est réduite grâce à la présence de molecule de savon à la surface eau-air.

Le pouvoir mouillant de différentes formules fabriquées et du savons dove (réference) est montré dans le tableu ci-dessous :

Tableau 16: Pouvoir mouillant de différentes formules

Savon	Pouvir mouillant (S)
F_1	22
F_2	33
F_3	32
Fm	31

D'apres le tableau le pouvir mouillant de la formule 1 est plus important par rapport aux deux autres formules (F_2, F_3, F_m).

V.6. Étude microbiologique

Les résultats de test de l'antibiogramme sont montres dans le tableau ci-dessous :

Tableau 17 : *Teste de l'activité anti microbienne.*

	S. aureuse (unité)	***E. coli (unité)***	***Pseudo (unité)***	***B. Sub (unité)***	***Levure (unité)***
F1	12	00	00	12	00
F2	13	00	00	12	00
F3	12	00	00	12	00
Fm	12	00	00	11	00

Fm : est le savon commercial choisi comme référence dans notre étude est le savon Dettol

D’après les résultats obtenus, on a remarqué que les formules F1, F2, F3, provoquent une baisse dans le développement de la souche *S. aureuse* et *Bacillus subtilus* ar rapporte le témoin (savon dettol). Mais, ces formules et le témoin etudies ne possèdent aucune inhibition sur la *Pseudomonas aeruginosa* et la *Saccharomyces cerevisiae* testés.

Conclusion et Perspectives

Conclusion

Dans le domaine de la savonnerie, il existe de nombreuses variétés de savon très différentes les unes des autres. Nous pouvons affirmer que la fabrication du savon demande beaucoup d'attention et de précision, si non, le savon ne comportera pas toutes ses propriétés spécifiques telles que le pouvoir moussant et sa fameuse propriété nettoyante. Ces propriétés influencent sur l'efficacité du savon.

Dans ce travail, nous avons déterminé, d'une part, les caractéristiques physico-chimiques des différentes huiles utilisées, et d'autre part, les voies possibles de transformation et d'utilisation de ces huiles avec des essais dans le domaine de la savonnerie. En réalisant trois types de savons solides préparés essentiellement à base de l'huile d'olive, l'huile de coco et l'huile de tournosole. Le fait de rajouter des huiles essentielles de menthe, de citron et de romarin a fait ressortir trois classes de savons.

Les résultats des analyses physico-chimiques des savons montrent qu'ils sont dans les normes et l'évaluation du pouvoir antiseptique des savons montrent que les savons préparés procèdent un effet d'inhibition vis-à-vis du développement des souches microbiennes pathogènes comparables par rapporter aux témoins étudiés.

En perspective nous insisterons sur certains points qui nous paraissent important à poursuivre, à savoir :

- Extraction des huiles essentielles afin de parfumer les savons car ce qui se vendent au niveau du commerce ne sont pas purs et ne sont pas suffisamment concentrés.
- Mise en place d'une analyse sensorielle par un jury expert.
- Réalisation d'une étude technico-économique sur les produits finis et établir le coût de production et le prix de vente de ces savons.

Références Bibliographiques

-A-

- ✓ **AFNOR.** Norme NF S ***96***-900, 1996
- ✓ **Al-Waili.** Olive oil in botanical cosmeceuticals, Chapter122, P1121, 2003
- ✓ **Attou A.** Détermination de la Composition Chimique des Huiles Essentielles de Quatre Plantes Aromatiques de l'Ouest Algérien, Thèse de Doctorat en Biologie, Université Abou Bekr Belkaid Tlemcen, 2017.
- ✓ **Aurore ; Masson V.** Evaluation per-opératoire de l'efficacité d'un savon antiseptique à base de chlorhexidine sur la désinfection des mains. DOCTEUR VETERINAIRE. Université Paul-Sabatier de TOULOUSE. 2009

-B-

- ✓ **Bahorun, T., Grinier, B., Trotin, F., Brunet, G., Pin, T., Luncky, M., Vasseur, J., Cazin, M ., Cazin, C. and Pinkas**, **M**.. Oxygen species scavenging activity of phenolic extracts from hawthorn fresh plant organs and pharmaceutical preparations. Arzneimittel-Forsching, 46(11): 1086-1089, 1996
- ✓ **Benkadi A ; Medjoudj S.** Mise en valeur des huiles de cuissons, MASTER academique, Universite kasdi merbah ouragla, 2016
- ✓ **Boulekras N.** Un savon est un mélange de carboxylate de sodium , Chimie organique expérimentale, OPU, 2010.
- ✓ **BRISSON G.J.** Corps gras alimentaires et autres composés lipidiques, Edition Les presses de l'université laval, P 10-12,1982.

-C-

- ✓ **Campbell J. Am**. Document reference, Sunflower oil, Oil Chem, 1983.
- ✓ **Caubergs.** Oils compositions, lipids, lipophilic, components and Essen, oils from plant sources, p664,2006.
- ✓ C**heftel et cheftel;** Oxydation des lipides ; Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. 1 : 303-331 , 1977
- ✓ **Cheikh M**. Caractérisation des Acides Gras de l'Huile d'Olive de Sabra en corrélation avec l'évaluation Sensorielle et l'Analyse Physico-chimique, Diplôme de MASTER, Universite de tlemcen, 2016.
- ✓ **Cloarec Françoise.** l'ame du savon d'alep, Editions NOIR sur BLANC ,2013.
- ✓ **Cuvelier ; Cabaraux J.-F ; Dufrasne I ; Hornick J.-L ; Istasse L.** Nomenclature et sources alimentaire, Acides gras, pp 133-140, 2004

-D-

- ✓ **Dissilvio.** Démonstration Fabrication d'un savon, Chimie dans la buanderie, Université catholique de Louvain, 1999.
- ✓ **Donkor P**. Technology Consultancy Centre, University of Science and Technology, IT Publication, Kumasi, Ghana, 1986.
- ✓ **Donkor P ; Gret.** produire du savon, La fabrication du savon, Aspects techniques, économiques et sociaux. Lisette caubergs, Belgique, p.4, 1986.
- ✓ **Donnez, M.,** La production du savon. Centre du développement industriel, Bruxelles, Belgique, p 1-50, 1993**.**

-E-

- ✓ **Elbir M ; Amhoud A ; Houlali I ; Moubarik A ; Hasib H ; Jouad A ; Mbarki A**. Caractérisation et classification des huiles d'olives monovariétales de deux régions au Maroc (Meknès-Tafilalet et Marrakech-Tensift-Al Haouz) [Characterization and classification of monocultivar olive oils from two areas in Morocco (Meknes-Tafilalet and Marrakech-Tansift-Al Haouz)].J. Mater. Environ. Sci. Pp 565-570,2014.
- ✓
- ✓ **Elhajjoji.H.** Evolution des caractéristiques physico-chimiques, spectroscopiques et éco-toxicologiques des effluents d'huileries d'olive au cours de traitement biologique et chimie-synthèse. Ecole doctorale : sciences écologiques, vétérinaires, agronomiques et bio-ingénieries, 2007.

-F-

- ✓ **FAO.** Norme pour les graisses et les huiles comestibles non visée par des normes individuelles**,** 2009.
- ✓ **François R.** Bulletin officiel des annonces civiles et commerciales, **savonnerie de Marseille.,** 1974.

-G-

- ✓ **Graillent*;* Graille J.** Collection sciences et techniques agro-alimentaires, Edition Lavoisier Tec et Doc, p469, Paris, 2003.

-H-

- ✓ **Hamadou N ; Mokhnache a**. Evaluation microbiologique «« Bio évaluation » et physico-chimique dans l'industrie pharmaceutique, obtention du diplôme de Master, Université Frères Mentouri Constantine 1, 2016-2017.

- ✓ **Hassi A**. Etude de la rémanence d'un savon additionné à l'huile essentielle de citron. Master en biologie. Université Abdelhamid Ibn Badis.Mostaganem. 2017.
- ✓ **Hordé.** Le **savon** de Marseille. La Horde D'Or. 2014.

-K-

- ✓ **Kartika, I. A**. Nouveau procédé de fractionnement des graines de tournesol: expression et extraction en extrudeur bi-vis, purification par ultrafiltration de l'huile de tournesol, Thèse de doctorat, Institut national polytechnique de Toulouse, spécialité: Sciences des Agroressources, 2005.
- ✓ **Kone S.** Fabrication de savons améliorés. Technical Information F5f. Germany. 2000

-L-

- ✓ **Leblanc R.** Le savon, de la préhistoire au XXIème siècle, Université de Michigan. USA, 2009.
- ✓ **Lisette Caubergs**. La fabrication du savon, Aspects techniques, économiques et sociaux, ATOL Leuven Belgium, Page 7- 11, 2007.

-M-

- ✓ **Marc Donnez.** La production de savon, Centre pour le Développement Industriel, Les guides du CDI, Série technologies N°3,1993.
- ✓ **Marchetti, M.G., Kampf G., Finzi G., Salvatorelli G.** Evaluation of the bactericidal effect of five products for surgical hand disinfection according to prEN 12054 and prEN 1279. Journal of Hospital Infection. 55(33):238, 2003.
- ✓ **Mescle et al.** *Savonnerie* du Moulin, 1996.
- ✓ **Mohtadji ; lambollais C.** Les aliments. Edition Maloine, PP 94-102, Paris, 1989.

-N-

- ✓ **NF T60−308.** Détermination de la teneur en alcali libre, 2014.
- ✓ **Nickavar B; Faraz M; Katayoun J; Mohammad A; Roodgar A**. Chemical Composition of the Fixed and Volatile Oils of Nigella sativa L, from Iran, Department of Pharmacognosy, School of Pharmacy, Shaheed Beheshti University of Medical Sciences, Teheran, 2003

-O-

- ✓ **Oliver D.** Journal Agriculture and Food Chemistry, Vol51, No3, PP 531-537, 2003.
- ✓ **Orsi-Llinares**. La nigelle, une épice d'intérêt médicinal. Sciences pharmaceutiques, Université Joseph Fourier, Grenoble, 2006.

- ✓ **Ouguergouz A ; Yekken S**. Effet de la substitution des huiles hydrogénées par les huiles interesterifiées sur la qualité de la margarine, obtention du diplôme MASTER, Université A. MIRA – Bejaia, 20 Juin 2018.
- ✓ **Oz.** La Savonnerie de Nyons Lavande Large Liquid Soap de Marseille, France, 2015.

-P-

- ✓ **Pincovschi E,** Guide de laboratoire en chimie, P : 328-329 ,1975.
- ✓ **Pore J.** Éditions techniques des industries des corps gras, Neuilly, p270, *1992*

-R-

- ✓ **Robert P ; Jean-pierre S**. Chimie industrielle, 2emeédition, P: 679-685, 1997.
- ✓ **Roger F.** Rappel des notions fondamentales, Les industries des corps gras, Edition Lavoisier, Paris, 1974.

-S-

- ✓ **Spitz L.** Soap manufacturing technology, AOCS Press, Urbana (Ill.),474 p, 2009.

-T-

- ✓ **Togbe F; Alexis C; Yete P; Azandegbe ENI, C., Wotto, D-V.** Évaluation du comportement de quelques savons traditionnels en solution aqueuse, Détermination de la concentration micellaire critique et de la température de Krafft. J, Appl. Biosci, p 7493-7498**, 2014.**
- ✓ **Touitou.** Acide linoléique et acide linolénique, Produit cosmétique à base lipidique, Université El-oued, 2006.

-V-

- ✓ **Van Puyvelde L ; Moyen M.** Le savon, Ecole cfwb.Belgique, 2009.
- ✓ **Veillet S.** Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive, Entre Tradition et Innovation, Thèse/ Académie d'Aix-Marseille Université d'Avignon et des pays de Vaucluse– sciences des procédés – sciences des aliments, 2010.
- ✓ **Virbel-Alonso.C.** Savon de Marseille et autres savons naturels : Un concentré de bienfaits pour votre maison et votre bien-être, France, 2013

-W-

- ✓ **Walrand.** Nutrition clinique et métabolisme. PP : 6-24, 2010
- ✓ **Wiltner et Calmels C .,** Savons communs, de toilette et médicinaux, Université de Lille
- ✓ **Waterval G.** Savon Artisanal. EBook, p 1-20, 2015.

-Z-

- **Zahoor A; Ghafor A; Aslam M.** Nigella sativa, A potentiel commodity in crop diversification traditionally used in healthcare, In "Introduction of medical herbs and spices as crops", Ministry of food, Agriculture and livestock, Pakistan, PP:5-31, 2004.

Sites internet:

- **Http://www.savons.org).** *Savon* bio artisanal, fait main par saponification à froid. Cosmétiques naturels, mention Nature et Progrès.
- https://www.doctissimo.fr/beaute/beaute-naturelle/huiles-vegetales/huile-de-tournesol

Annexes

Annexe A : CODEX STAN 210-1999 (page 8 - 13)

	Oléine de palme[2]	Stéarine de palme[2]	Superoléine de palme[2]	Huile de colza	Huile de colza (à faible teneur en acide érucique)	Huile de son de riz	Huile de carthame	Huile de carthame (à forte teneur en acide oléique)	Huile de sésame	Huile de soja	Huile de tournesol
Densité relative (x °C/eau à 20 °C)	0.899-0.920 x=40°C	0.881-0.891 x=60°C	0.900-0.925 x=40°C	0.910-0.920 x=20°C	0.914-0.920 x=20°C	0.910–0.929	0.922-0.927 x=20°C	0.913-0.919 x=20°C; 0.910-0.916 x=25°C	0.915- 0.924 x=20°C	0.919-0.925 x=20°C	0.918-0.923 x=20°C
Densité apparente (g/ml)	0896-0.898 à 40°C	0.881-0.885 à 60°C	0.897-0.920					0.912-0.914 à 20°C			
Indice de réfraction (ND 40 °C)	1.458-1.460	1.447-1.452 à 60°C	1.463-1.465	1.465-1.469	1.465-1.467	1.460 – 1.473	1.467-1.470	1.460-1.464 à 40°C; 1.466-1.470 à 25°C	1.465-1.469	1.466-1.470	1.461- 1.468
Indice de saponification (mg KOH/g d'huile)	194-202	193-205	180-205	168-181	182-193	180 – 199	186-198	186-194	186-195	189-195	188-194
(i) Indice d'iode	≥ 56	≤ 48	≥ 60	94-120	105-126	90-115	136-148	80-100	104-120	124-139	118-141
Insaponifiable (g/kg)	≤ 13	≤ 9	≤ 13	≤ 20	≤ 20	≤ 65	≤ 15	≤ 10	≤ 20	≤ 15	≤ 15

AUTRES FACTEURS DE COMPOSITION ET DE QUALITÉ

Ce texte est destiné à être appliqué par les partenaires commerciaux à titre facultatif et ne concerne pas les gouvernements.

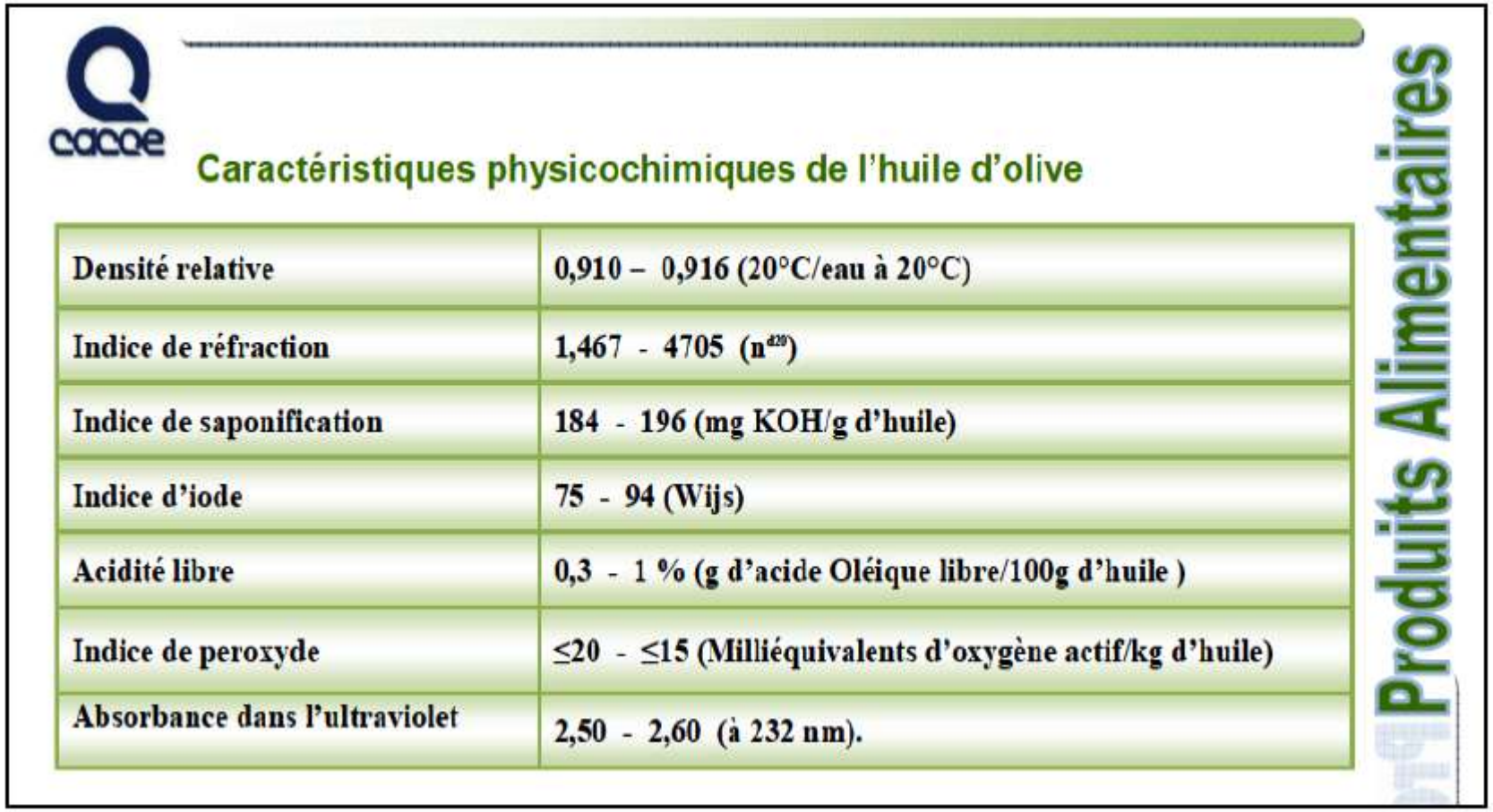
1. FACTEURS DE QUALITÉ

1.1 La couleur, l'odeur et la saveur de chaque produit doivent être caractéristiques du produit désigné. Celui-ci doit être exempt de saveur et d'odeur étrangères et de toute rancidité.

		Concentration maximale
1.2	**Matières volatiles à 105 °C**	0,2 % m/m
1.3	**Impuretés insolubles**	0,05 % m/m
1.4	**Teneur en savon**	0,005 % m/m
1.5	**Fer (Fe) :**	
	Huiles raffinées	1,5 mg/kg
	Huiles vierges	5,0 mg/kg
	Oléine de palme brute	5,0 mg/kg
	Stéarine de palme brute	7,0 mg/kg
1.6	**Cuivre (Cu) :**	
	Huiles raffinées	0,1 mg/kg
	Huiles vierges	0,4 mg/kg
1.7	**Indice d'acide :**	
	Huiles raffinées	0,6 mg KOH/g d'huile
	Huiles obtenues par pression à froid et huiles vierges	4,0 mg KOH/g d'huile
	Huiles de palme vierges	10,0 mg KOH/g d'huile
1.8	**Indice de peroxyde :**	
	Huiles raffinées	jusqu'à 10 milliéquivalents d'oxygène actif/kg d'huile
	Huiles vierges et huiles pressées à froid	jusqu'à 15 milliéquivalents d'oxygène actif/kg d'huile

	Huile d'arachide	Huile de babassu	Huile de coco	Huile de coton	Huile de pépins de raisin	Huile de maïs	Huile de moutarde	Huile de palme	Huile de palmiste	Oléine de palmiste[2]	Stéarine de palmiste[2]
Densité relative (x°C/eau à 20 °C)	0.912-0.920 x=20°C	0.914-0.917 x=25°C	0.908-0.921 x=40°C	0.918-0.926 x=20°C	0.920-0.926 x=20°C	0.917-0.925 x=20°C	0.910-0.921 x=20°C	0.891-0.899 x=50°C	0.899-0.914 x=40°C	0.906-0.909 x=40°C	0.902-0.908 x=40°C
Densité apparente (g/ml)								0.889-0.895 (50°C)		0.904-0.907	0.904-0.906
Indice de réfraction (ND 40 °C)	1.460-1.465	1.448-1.451	1.448-1.450	1.458-1.466	1.467-1.477	1.465-1.468	1.461-1.469	1.454- 1.456 à 50°C	1.448-1.452	1.451-1.453	1.449-1.451
Indice de saponification (mg KOH/g d'huile)	187-196	245-256	248-265	189-198	188-194	187-195	168-184	190-209	230-254	231-244	244-255
Indice d'iode	86-107	10-18	6.3-10.6	100-123	128-150	103-135	92-125	50.0-55.0	14.1-21.0	20-28	4-8.5
Insaponifiable (g/kg)	≤ 10	≤ 12	≤ 15	≤ 15	≤ 20	≤ 28	≤ 15	≤ 12	≤ 10	<15	<15
Ratios d'isotopes de carbone stables*						-13.71 à -16.36					

Annexe B : Centre algérienne de contrôle de qualité et emballage (CAQCE). Page 2 – 3



caqce

Caractéristiques physicochimiques de l'huile d'olive

Densité relative	0,910 – 0,916 (20°C/eau à 20°C)
Indice de réfraction	1,467 - 4705 (n^{d20})
Indice de saponification	184 - 196 (mg KOH/g d'huile)
Indice d'iode	75 - 94 (Wijs)
Acidité libre	0,3 - 1 % (g d'acide Oléique libre/100g d'huile)
Indice de peroxyde	≤20 - ≤15 (Milliéquivalents d'oxygène actif/kg d'huile)
Absorbance dans l'ultraviolet	2,50 - 2,60 (à 232 nm).

Produits Alimentaires