

N° d'ordre :

Ministère De L'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

-----  
Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou  
Faculté des Sciences  
Département de Chimie



*Domaine* : **Sciences de la Matière**

*Filière* : **Chimie**

*Spécialité* : **Chimie de l'Environnement**

## **MEMOIRE DE MASTER**

THEME

*Effet de la margine et des huiles essentielles (lentisque et lavande) sur les propriétés physicochimiques et bactériologiques de quelques savons élaborés à partir de deux huiles végétales (huile d'olive et de soja).*

Présenté par :

**ELIAS Ghilas**

**HADDAD Hamou**

*Evaluer le 21/10/2021 devant le Jury composé de :*

KADOUCHE

Slimane

MCA

Président

IBOUKHOULEF

Hamida

MCA

Examinatrice

MOUSSAOUI

Ramdane

Professeur

Encadreur

SAAL

Amar

MCA

Co-Encadreur

Session 2020/2021

## **Remerciements**

*Nous tenons à exprimer toute notre profonde gratitude à nos encadreurs Monsieur **MOUSSAOUI Ramdane**, Professeur à l'UMMTO, et Monsieur **SAAL Amar**, Maitre de Conférences à l'UMMTO, pour avoir accepté de diriger ce travail, pour leur dévouement et disponibilité avec lesquels ils nous ont encadrés tout au long de ce travail. Cette disponibilité, en particulier pour ces derniers temps, nous a permis de bénéficier pleinement de leurs connaissances et rigueur.*

*Nous sommes très honorés que Monsieur **KADOUCHE Slimane** et Madame **IBOUKHOULEF Hamida**, Maitres de Conférences à l'UMMTO, aient accepté d'être examinateurs de ce mémoire. Qu'ils trouvent ici l'expression de notre sincère reconnaissance et nos salutations respectueuses.*

*Nous tenons à remercier Monsieur **CHAOUCHI Ahcène**, Directeur du laboratoire (LCAGC) et Professeur à l'UMMTO, qui nous a accueilli pendant la durée de réalisation de ce travail. Monsieur **ELIAS Abdelhamid**, Professeur à l'UMMTO et chef d'équipe au sein du laboratoire LCAGC, mérite de grands remerciements de notre part pour son dévouement, ses conseils ainsi que son soutien.*

*Nos remerciements s'adressent aussi à l'ensemble du personnel du laboratoire LCAGC. Plus particulièrement, Monsieur **LATEB Yacine** qui a accepté de répondre à toutes nos questions avec gentillesse et sympathie et Mesdames **BEKDA Hamida**, **SEBAOUI Ouiza** et **YAHYAOUI Nouara** ainsi que les ingénieurs du laboratoire (LCAGC) pour leur gentillesse et leurs conseils*

*Nous tenons à remercier l'ensemble des personnes qui ont contribué à ce projet : Monsieur **AMROUCHE Tahar**, Professeur en microbiologie à l'UMMTO, et Monsieur **BOUACEM Khelifa**, Docteur en microbiologie à l'UMMTO, pour leur aide précieuse, leur sympathie et leur disponibilité.*

*Nous sommes reconnaissants au Docteur **BOUBRIT** et l'ensemble de l'effectif du laboratoire de microbiologie du CHU Nadir Mohamed de nous avoir accueillis chaleureusement au sein du laboratoire.*

## ***Dédicace***

*Je dédie ce travail en premier lieu à mes très chers parents qui ont depuis mon plus jeune âge œuvré avec amour et détermination à ma réussite. Puisse ce modeste travail vous apporte joie et fierté.*

*A mes frères et sœurs : Sarah, Halim et Thanina.*

*A ma très chère grand-mère «jida » que dieux te garde et te bénisse.*

*A mes chers oncles et tantes, cousins et cousines. Merci pour vos encouragements et votre soutien.*

*A la mémoire de mon oncle et de mes tentes qui nous ont quittés bien trop tôt.*

*A mon binôme Hamou avec qui j'ai partagé cette expérience riche en émotions et en souvenirs.*

*A tous mes amis et toutes mes amies. Les moments qu'on a passés ensemble seront gravés en moi à jamais.*

*Ainsi qu'à toute la section de chimie de l'environnement, étudiants et enseignants, et tous ceux qui ont aidé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*

*Ghilas ELIAS*

## ***Dédicace***

*Je dédie ce travail à tous ceux qui me sont chères :*

*À mes très chers **parents** qui m'ont encouragé pendant mes études, et à qui je dois offrir ma réussite, merci pour vos sacrifices et votre soutien. A mon frère **Slimane***

*A mon binôme **Ghilas ELIAS** et sa famille et à toute la section de chimie de l'environnement et à tous les enseignants qui nous ont instruit et qui ont contribué à ce succès d'une manière ou d'une autre.*

*A Tous mes amis **Karim, Sofiane, Amine, Kahina, Ania...** qui m'ont aidé et encouragé pendant tous mon cursus.*

*Je dédier cette réussite aussi à ma deuxième famille ; tous les éléments de la protection civile de la wilaya de Tizi Ouzou, spécialement aux éléments de l'**upc DBK** qui m'ont soutenu et qui m'ont appris à toujours persévérer et à faire ce qui est juste pour aller toujours de l'avant sans jamais abandonner.*

*Je le dédié aussi à **Chahinez** merci à toi pour ton soutien et ton aide qui a contribué énormément à la réalisation de ce mémoire.*

*HADDAD Hamou*

## Liste des tableaux

<b>Tableau 4.1.</b> Rendement d'extraction de l'huile de lavande.	34
<b>Tableau 4.2.</b> Caractéristiques des matières grasses. Entre parenthèses, sont données les valeurs de la norme NF EN ISO 3657 [39].	35
<b>Tableau 4.3.</b> Caractéristiques des margines.	36
<b>Tableau 4.4.</b> Composition des différents savons.	37
<b>Tableau 4.5.</b> Variation du PH des savons préparés en fonction du temps.	39
<b>Tableau 4.6.</b> Taux d'humidité (%) mesurée des différents savons.	40
<b>Tableau 4.7.</b> Résultats des dénombrements de la flore microbienne sur la gélose avant et après lavage des mains.	41
<b>Tableau 4.8.</b> Zones d'inhibitions des différents savons injecter a différentes concentrations en présence d' <i>Escherichia coli</i> (méthode des disques).	44
<b>Tableau 4.9.</b> Les zones d'inhibitions des déférentes concentrations des savons en présence de <i>Staphylococcus aureus</i> résistant à la méticilline (méthode des disques).	45
<b>Tableau 4.10.</b> Mesures des zones d'inhibitions des différents savons en présence des colonies <i>Staphylococcus aureus</i> résistant à la méticilline et <i>Escherichia colipar</i> la Méthode des puits.	46

## Liste des figures et des schémas

<i>Schéma 1.1. Les étapes d'une réaction de saponification.</i>	4
<i>Figure 3.1. Matières végétales utilisée (A) tri, (B) lavage.</i>	20
<i>Figure 3.2. (a) Entraînement à la vapeur de manière conventionnelle (b) Récupération de l'huile essentielle de lavande.</i>	21
<i>Figure 3.3. Hydrodistillation assistée par micro-onde.</i>	22
<i>Figure 3.4. Montage de l'extraction d'huile de lentisque par hydrodistillation conventionnelle.</i>	22
<i>Figure 3.5. Montages utilisés : (A) Saponification et (B) Dosage de l'alcali.</i>	24
<i>Figure 3.6. (a) Montage d'élaboration des savons, (b) Echantillons des savons.</i>	27
<i>Figure 3.7. Pouvoir moussant des savons élaborés.</i>	29
<i>Figure 3.8. Charge de la flore microbienne sur gélose MH (a) avant lavage (b) après lavage.</i>	30
<i>Figure 3.9. (a) Isolement des Souches ATCC 2<sup>ème</sup> souche mère (b) Ensemencements des générations.</i>	31
<i>Figure 3.10. Méthode des disques sur gélose MH.</i>	32
<i>Figure 3.11. Zones d'inhibition du savon par méthode des puits sur gélose MH après injection de (a) 50 µl et (b) 100 µl de solution savonneuse.</i>	32
<i>Figure 4.1. Courbe d'étalonnage des composés phénoliques.</i>	36
<i>Figure 4.2. Variation du pH en fonction de la concentration.</i>	38
<i>Figure 4.3. Hauteur de la mousse des savons.</i>	40
<i>Figure 4.4. Graphe à barre représentatif des pourcentages d'élimination de la flore microbienne avant et après lavage des mains avec les différents savons.</i>	42

## Liste des abréviations

<b>ATCC</b>	: American Type Culture Collection
<b>E.C.</b>	: Escherichia Coli
<b>HE</b>	: Huile Essentielle
<b>IA</b>	: Indice d'Acidité
<b>IS</b>	: Indice de Saponification
<b>MH</b>	: Mueller Hinton
<b>SARM</b>	: Staphylococcus Aureus Résistant à la Méricilline
<b>TE</b>	: Teneur en Eau
<b>TMM</b>	: Teneur Matière Minérale
<b>TMO</b>	: Teneur Matière Organique
<b>TMS</b>	: Teneur Matière Sèche
<b>TC</b>	: Teneur en cendre
<b><i>u</i>TN</b>	: unité de Turbidité Néphélométrique

## *Sommaire*

Liste des abréviations .....	e
Liste des tableaux.....	f
Liste des figures et des schémas .....	g
Sommaire .....	h

## **Introduction Générale**

### **Chapitre 1.Généralités sur le savon**

<b>1.1. Définition du savon .....</b>	<b>3</b>
<b>1.2. Réaction de saponification .....</b>	<b>3</b>
<b>1.3. Matières premières d'un savon .....</b>	<b>4</b>
1.3.1. Le corps gras .....	4
1.3.2. L'alcalin.....	5
1.3.3. La phase aqueuse.....	5
<b>1.4. Les additifs. ....</b>	<b>5</b>
1.4.1. Les huiles essentielles. ....	6
1.4.2. Les mélange d'huiles.....	6
<b>1.5. Méthodes d'élaboration d'un savon.....</b>	<b>6</b>
1.5.1. Méthode artisanales .....	6
1.5.2. Méthodes industrielles.....	7
<b>1.6. Types de savons.....</b>	<b>8</b>
1.6.1. Aspect et composition .....	8
1.6.2. Provenance géographique et couleur.....	8
1.6.3. Usage .....	8
<b>1.7. Propriétés physico-chimiques d'un savon .....</b>	<b>9</b>
1.7.1. Le pH.....	9
1.7.2. Le point de fusion.....	9
1.7.3. Le pouvoir mouillant .....	9
1.7.4. Le pouvoir émulsifiant des détergents dans l'eau .....	9
1.7.5. Le pouvoir moussant .....	9
1.7.6. Indice d'iode .....	10
1.7.7. Indice de saponification.....	10
1.7.8. Humidité.....	10
<b>1.8. Impact environnemental .....</b>	<b>10</b>

### **Chapitre 2.Généralités sur les margines**

<b>2.1. Définition des margines .....</b>	<b>12</b>
<b>2.2. Composition.....</b>	<b>12</b>
<b>2.3. Caractéristiques des margines.....</b>	<b>13</b>
<b>2.4. Impact sur l'environnement .....</b>	<b>13</b>
<b>2.5. 2.5. Traitement et valorisation.....</b>	<b>14</b>

## Chapitre 3. Matériel et Méthodes

<b>3.1. Matériel</b> .....	17
3.1.1. L'alcali.....	17
3.1.2. Corps gras.....	17
3.1.3. Phase aqueuse.....	18
3.1.4. Additifs.....	18
<b>3.2. Méthodes</b> .....	19
3.2.1. Extraction des huiles essentielle.....	19
3.2.2. Caractérisation des matières grasses.....	22
3.2.3. Caractérisation de la margine.....	23
3.2.4. Synthèse des savons.....	26
3.2.5. Analyse microbiologique.....	28

## Chapitre 3. Résultats et Discussion

<b>4.1. Extraction des huiles essentielles</b> .....	33
<b>4.2. Caractérisation des matières grasses</b> .....	34
<b>4.3. Caractérisation de la margine</b> .....	34
<b>4.4. Caractérisation physicochimiques des savons synthétisés</b> .....	36
4.4.1. pH des savons de synthèse.....	36
4.4.2. Humidité.....	39
4.4.3. Pouvoir moussant.....	39
<b>4.5. Analyse microbiologique</b> .....	40
4.5.1. Analyse non spécifique.....	40
4.5.2. Analyse spécifique.....	43

<b>Conclusion Générale</b> .....	<b>48</b>
<b>Références</b> .....	<b>50</b>

## Introduction générale

La fabrication de savons remonterait à une époque reculée de l'histoire humaine. Les sumériens, habitants de l'extrême sud de la Mésopotamie antique, savaient préparer la pâte de savon, il y'a de cela 1500 ans avant J-C [1].

Le début de la production industrielle du savon à partir des cendres de bois de hêtre et du suif de chèvre remonte au VIII siècle après J.C. Ce n'est qu'en 1823 que le savon résultant d'une réaction chimique entre les alcalis et les triglycérides fut mis au point par le chimiste Français Eugène Chevreuil [1].

De nos jours le savon est préparé aussi bien de manière artisanale qu'industrielle. La fabrication artisanale se fait selon deux procédés : le processus chaud et le processus froid. Il est élaboré à base de graisses animales ou végétales, d'alcalis et d'une phase aqueuse. La phase aqueuse généralement utilisée est l'eau, mais celle-ci peut être remplacée par des hydrolats d'huiles essentielles, ou par la margine qui est l'un des effluents les plus polluants de l'industrie agroalimentaire pour ses propriétés antioxydants bénéfiques pour la peau.

L'objectif de ce travail est de mettre au point, en utilisant un procédé de saponification à froid, des savons durs à base de produits naturels. Le travail consistera à mélanger des matières grasses (huile d'olive, huile de soja et beurre animale), de la soude caustique et différentes phases aqueuses (eau, margine et hydrolats). Des huiles essentielles de lentisque et de lavande seront ajoutées à la formulation comme additifs. Les propriétés physico-chimiques (pH, pouvoir moussant et humidité) ainsi que les pouvoir antibactériens spécifiques et non-spécifiques seront étudiés et comparés aux savons issus du commerce (marques ALIBI et DETTOL).

Cette étude sera scindée en quatre chapitres. Les deux premiers seront consacrés à l'étude bibliographique, dans laquelle seront présentées dans une première partie des généralités sur le savon ainsi que sur ces différents constituants, ensuite dans la deuxième partie nous nous intéresserons aux margines, à leur composition, aux impacts environnementaux, et aux méthodes de traitement et de valorisation qui leur sont appliquées.

Le troisième chapitre portera sur les matériels et les méthodes utilisées.

Le quatrième chapitre sera dédié aux différents résultats obtenus et à leurs interprétations.

## **Chapitre 1.**

# **Généralités sur le savon**

Les savons les plus anciens remontent à l'époque de Néolithique, 10 000 ans avant J-C. Ils sont obtenus par contact entre les cendres contenant de la soude ou de la potasse avec la graisse animale. Au contact de l'eau de pluie, le mélange obtenu conduit à la formation de mousse [1].

En 2000 ans avant Jésus-Christ, les Sumériens fabriquaient déjà une pâte faite d'huile, d'argile et de cendres qui ressemblaient à un savon mou pour nettoyer leur linge. Mais ce n'est qu'à partir du 2<sup>ème</sup> siècle après J.C. que son utilisation se répandit peu à peu aux autres civilisations. Les Arabes le développeront en y ajoutant des cendres de plantes maritimes contenant de la soude. Au 4<sup>ème</sup> siècle, on retrouve une pâte de cendres et de graisse animale sous le nom de "sapo" d'origine Gallo-Romaine.

Au 7<sup>ème</sup> siècle, les recettes de fabrications se sont diversifiées et d'autres applications apparaissent. Un savon plus dur utilisé pour la lessive est fabriqué à partir de la chaux cuite. C'est à cette même période que la fabrication s'exporte dans la région méditerranéenne : l'Italie, l'Espagne et surtout en France, dans la cité phocéenne de Marseille qui va devenir le principal port de transit du savon.

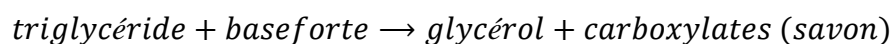
Au Moyen Age, le savon est délaissé à cause des mœurs de l'époque. De nombreuses maladies (peste et syphilis entre autres) poussent en effet les gens à ne plus faire usage des bains publiques de peur de la contamination. Ce n'est qu'au 8<sup>ème</sup> siècle que le savon subit une révolution, la graisse animale est remplacée par l'huile d'olive, ce qui rend le savon plus ferme. C'est le savon de Marseille. Le premier savonnier marseillais officiel apparaît en 1371 et s'appelle Crescas Davin.

### 1.1. Définition du savon

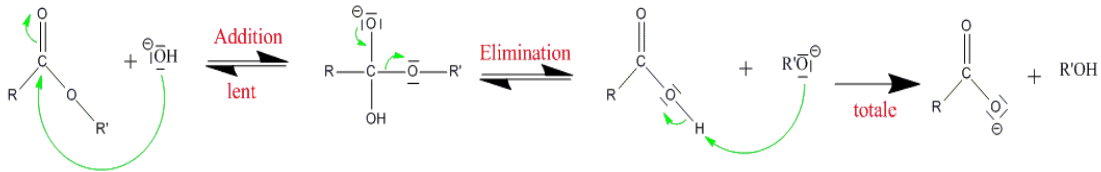
Les savons peuvent être définis comme des sels hydrosolubles d'acides gras préparés par la réaction de saponification entre une solution alcaline forte et une huile animale ou végétale. De formule générale (R-COO<sup>-</sup>, M<sup>+</sup>). Cette forme leur procure un caractère amphiphile (tensioactif) avec un pouvoir nettoyant efficace surtout sur les matières grasses [2].

### 1.2. Réaction de saponification

La saponification est une réaction chimique qui transforme un mélange d'esters d'acide gras et d'une base forte en glycérol et un mélange de carboxylates (de sodium ou de potassium) qui constitue le savon.



La réaction se produit en 3 étapes : (i) addition nucléophile de l'ion HO<sup>-</sup> sur l'ester, (ii) élimination du groupe alcoolate et enfin (iii) réaction acide-base entre l'acide carboxylique et l'ion alcoolate.



**Schéma 1.1.** Les étapes d'une réaction de saponification

### 1.3. Matières premières d'un savon

Le savon est fait à base de trois composés principaux : le corps gras, les alcalins et l'eau. A cela s'ajoute des additifs (huiles essentielles, argiles, charbon actif ...) selon les besoins de l'utilisateur.

#### 1.3.1. Le corps gras

Les corps gras font partie d'un ensemble complexe des composés organiques, d'origine animale ou végétale, insolubles dans l'eau à cause de la présence des molécules organiques de longues chaînes hydrocarbonées dans leurs structures[3]. Utilisés dans le domaine industriel pour la production de beurre, de margarine, de peintures, des produits cosmétiques, du savon...etc.

##### 1.3.2.1. L'huile d'olive

Extraite du fruit de l'olivier, l'huile d'olive est un corps gras fluide de couleur marron jaunâtre. Elle est considérée comme un ingrédient du régime méditerranéen [4].

Elle est appréciée pour son action adoucissante, calmante et rafraîchissante. Elle nourrit la peau en profondeur et la protège des rayons ultra-violets. Elle est riche en vitamines : A, D, E, K et en sels minéraux. Cette huile est un agent utile pour prévenir le vieillissement cellulaire [5].

##### 1.3.2.2. L'huile de soja

L'huile de soja est un corps gras fluide et d'un jaune plus ou moins foncé suivant la nature des graines et les procédés d'extractions. Fraîche, elle a une saveur assez prononcée d'haricot qui s'atténue peu[6].

C'est un puissant hydratant naturel permettant d'apaiser et d'adoucir la peau. Elle agit particulièrement bien sur les peaux mixtes, grâce à sa capacité à hydrater les zones sèches tout en contrôlant les niveaux d'huile des zones grasses [7].

### **I.3.2.3. Le beurre**

Le beurre est une graisse animale issue de la transformation du lait des mammifères. Très riche en lipides (en particulier en acides gras saturés), en cholestérol, en bêta-carotène et en vitamine D, qui atténue l'eczéma et l'acné, et en vitamine A, un antioxydant qui maintient la santé de nos yeux, de notre système immunitaire et de notre peau[8].

### **1.3.2. L'alcalin**

Les métaux alcalins (lithium, sodium, potassium, rubidium....) constituent les éléments de la première colonne du tableau périodique. Ils doivent leur nom à la propriété qu'ils ont à donner avec l'eau des solutions de bases fortes (des hydroxydes) [9]. Les alcalins utilisés dans les réactions de saponification sont le plus souvent la soude caustique et la potasse caustique

#### **I.3.2.1. La soude caustique.**

La soude caustique également appelé hydroxyde de sodium (NaOH) est une base forte très soluble dans l'eau. Elle se présente, à température ambiante, sous forme solide [10]. Elle est utilisée dans beaucoup de domaines de l'industrie chimique (fabrication des pâtes à papier, au traitement des fibres naturelles) ou encore dans l'industrie pétrolière. Son utilisation dans une réaction de saponification conduit à un savon dur.

#### **I.3.2.2. La potasse caustique.**

La potasse caustique, hydroxyde de potassium (KOH), est une base forte. Elle est solide à température ambiante et qui est très soluble dans l'eau. Elle est utilisée dans beaucoup de domaines de l'industrie chimique. Son utilisation dans une réaction de saponification conduit à un savon liquide.

### **1.3.3. La phase aqueuse.**

Comme matière première dans la fabrication du savon, la phase aqueuse est utilisée pour dissoudre les alcalins. C'est ce mélange qui est ensuite ajouté à la matière grasse pour lancer la saponification. On utilise généralement de l'eau (eau déminéralisée de préférence). Mais d'autres phases aqueuses peuvent aussi être utilisées, comme la margine et les distillats, pour profiter de leur richesse en composés organiques et minérales et limiter leur impact sur l'environnement.

## **1.4. Les additifs.**

Les additifs sont des composants non essentiels à la fabrication du savon à ajouter pour améliorer les caractéristiques du savon (sa couleur, son odeur, ...), et /ou pour lui

conférer des vertus thérapeutiques. Les additifs utilisés sont très nombreux, on trouve généralement : les argiles, le charbon actif, les huiles essentielles etc.

#### **1.4.1. Les huiles essentielles.**

Synthétisées et stockées à l'intérieur des plantes, les huiles essentielles sont des composés lipophiles, volatils et souvent liquides. Elles sont responsables de l'odeur des plantes et transmettent des signaux chimiques lui permettant de contrôler son environnement [11,12].

Ce sont des substances très concentrées dont l'action est supérieure aux autres formes phytothérapeutiques (tisanes, gélules, eaux florales,). Leur composition chimique est très variée ; en moyenne 75 différentes molécules actives rentrent dans leur composition [13].

Plusieurs moyens sont utilisés pour leur extraction (le pressage, l'hydrodistillation, la distillation par entraînement à la vapeur d'eau, l'hydrodiffusion, l'extraction assisté par micro-onde...). Le choix de la méthode d'extraction, qui influe évidemment sur la qualité et la quantité d'huile essentielle, dépend des moyens à disposition et du type de végétale utilisé.

#### **1.4.2. Les mélange d'huiles**

Le mélange de différentes huiles ou graisse influe sur les propriétés finales du savon. Certaines huiles donnent un savon plus dur et/ou plus clair que d'autres. On associe aussi les huiles pour profiter de leurs bienfaits sur la peau car au final, dans le savon, il y a toujours des traces de toutes les huiles utilisées[14].

### **1.5. Méthodes d'élaboration d'un savon.**

La fabrication d'un savon peut se faire aussi bien de manière artisanal qu'industrielle. Le choix de la méthode de fabrication dépend principalement des moyens à disposition.

#### **1.5.1. Méthode artisanales**

Il existe trois grandes méthodes artisanales pour produire du savon. Ce sont des méthodes qui ne nécessitent pas de grandes installations et qui peuvent donc être facilement utilisées en laboratoire.

##### **1.5.1.1. La fonte**

Cette méthode ne nécessite pas de réaction de saponification. Elle consiste à fondre une base de savon (souvent commerciale), puis à y ajouter des colorants et des parfums avant de la verser dans des moules. L'intérêt de cette technique est de permettre l'introduction d'additifs qui ne supportent pas les milieux très basiques, puisqu'ils sont ajoutés dans un savon déjà terminé et non pendant le processus de saponification. Ce procédé se fait au bain-marie pour éviter que la température ne puisse monter au-delà de

100°C. Les savons finaux obtenus par cette méthode nécessitent un long temps de séchage à cause de l'eau supplémentaire ajoutée lors du processus [15].

### **I.5.1.2. Procédé à froid**

Cette méthode consiste à mélanger l'huile et la soude nécessaire et on saponifie à une température proche de la température ambiante. Les additifs et parfums sont ajoutés au cours de la réaction de saponification, juste avant de verser dans les moules. Le savon obtenu par cette méthode doit murir au moins un mois avant d'être utilisé. Ce temps de maturation est 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 [15].

### **I.5.1.3. Procédé 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 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. Ce procédé possède certains avantages, mais il 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 [15].

## **1.5.2. Méthodes industrielles.**

C'est vers 1750 que les premières méthodes industrielles de fabrication de savon ont été mises au point. Puis elles se sont développées et automatisées sans pour autant modifier le principe de fabrication. Voici les cinq étapes principales de l'époque [16].

*L'embâtage* : Elle consiste à ajouter les corps gras à la lessive de soude. Ici une solution de soude est chauffée à ébullition. Puis le mélange le corps gras est versé par petites quantités à la solution alcaline [17].

*Le relargage* : C'est l'utilisation des lessives concentrées puis des lessives salées pour permettre une meilleure séparation des sels alcalins d'acide gras. A la fin, savon formé est relarguer et surnage en grumeaux.

*L'épilage* : Cette étape consiste à soutirer l'eau salée et le glycérol.

*Le lavage* : Des solutions salines sont ajoutées à répétition pour emporter le glycérol et les lessives résiduelles.

*Le séchage* : Pour obtenir du savon sec et consistant.

Les deux étapes *épinage* et *séchage* ont parfois disparu au cours des années 1920 pour favoriser une épuration rapide et permettre une coulée à l'état liquide dans des bassins peu profonds, appelés mises, où le savon se solidifie avant d'être débité en bandes, puis après séchage, marqué et débité en cubes [17].

## 1.6. Types de savons

Le savon se présente sous différentes couleurs et différentes formes (bloc, poudre, paillètes fines, de mousses, de gels ou de solutions) [18]. On peut les classer selon les trois caractéristiques suivant :

### 1.6.1. Aspect et composition

- *Savon dur* : Il est produit à partir de la soude caustique [18].
- *Savon liquide* : Il est produit à partir de l'hydroxyde de potassium [18].

### 1.6.2. Provenance géographique et couleur

- *Savon d'Alep* : c'est le plus ancien savon. Il a été élaboré, à l'origine, dans la ville d'Alep (Syrie [19].
- *Savon de Marseille* : Une teneur de 72 % en masse d'acide gras était garantie dans le savon de Marseille traditionnel, préparé à partir d'huile d'olive [20].
- *Savon noir* : est obtenu en mélangeant une pâte d'olive saponifiée, de l'eau, de l'huile d'olive et de l'hydroxyde de sodium [21].
- *Savon blanc* : La couleur blanche indique qu'il s'agit d'un savon sodique, de teinte claire. Traditionnellement fabriqué en Suisse à partir de l'huile de tournesol [19].
- *Savon au Lait* : Depuis l'antiquité, le lait est utilisé pour ses propriétés adoucissantes et apaisantes. En effet, le pH de celui-ci étant proche de celui de la peau, cela réduit considérablement le risque d'allergie et d'irritation. Il est d'ailleurs utilisé pour les peaux sensibles, les peaux fragiles (bébés).
- *Savon d'Azul e Branco* : L'Azul e Branco est un savon Portugais comparable au savon de Marseille, mais de couleur Bleue et Blanche [19].
- *Savon de Castille* : c'est un savon biodégradable préparé uniquement avec de l'huile d'olive, de l'eau et de la soude [19].
- *Savon marbré* : Comporte des lignes de savons ferreux non déposées. Les fines marbrures sont vertes.
- *Savon transparent* : il est obtenu par dissolution d'un savon de suif dans de l'alcool à chaud [22].

### 1.6.3. Usage

- *Savon de ménage* : C'est un savon à tout faire, aussi bien pour les mains, que pour détacher. Son parfum est neutre, sa mousse est fine [19].
- *Savon Ponce* : Savon ponce de Marseille Senteur Patchouli efficace pour exfolier sans agresser la peau grâce aux ingrédients hydratants et à la poudre de pierre

ponce[23].

- *Dentifrice écologique et artisanal* : il est utilisé pour les dents et les gencives [22].
- *Savon d'atelier* : il est spécialement prévu pour nettoyer les hydrocarbures et suies (pour les garagistes, mécaniciens, etc.) [24].
- *Savon antiseptique* : c'est une combinaison entre un détergent et un antiseptique. Il est intéressant à utiliser avant d'appliquer un antiseptique seul [22].
- *Savon dermatologique* : c'est un savon « surgras » enrichi avec un produit spécifique destiné à protéger la peau (comme l'huile d'amande douce, le beurre de karité...) [22].

## **1.7. Propriétés physico-chimiques d'un savon**

### **1.7.1. Le pH**

Avec un pH avoisinant 10, le savon est nettement basique et perturbe incontestablement l'acidité de la peau (dont le pH est entre 4 et 7).

Dans la pratique on constate, à de rares exceptions près, que le pH de la peau se rétablit assez vite (le temps que les glandes sébacées reprennent une activité normale) et que les irritations cutanées causées par le caractère basique des savons sont peu fréquentes.

### **1.7.2. Le point de fusion**

Le point de fusion des savons, même lorsque le sel d'acide gras est unique et purifié, reste assez mal défini, variant entre 150 °C et 250 °C, par mesure sur un banc Koffler. La nature de base utilisée influe considérablement le point de fusion de savon synthétisé, au environs 150°C avec une base minérale et 200°C avec une base de synthèse [25].

### **1.7.3. Le pouvoir mouillant**

C'est le pouvoir qu'a l'eau savonneuse à pénétrer les petits interstices de la surface des assiettes, des tables, de la peau, des fibres du linge...etc. plus efficacement que l'eau [17].

### **1.7.4. Le pouvoir émulsifiant des détergents dans l'eau**

En tant qu'agent tensioactif, le savon va s'immiscer entre l'huile les surfaces en contacte 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 [26].

### **1.7.5. Le pouvoir moussant**

Il se 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 [26].

#### 1.7.6. Indice d'iode

L'indice d'iode permet de mesurer le degré d'insaturation d'une graisse. Plus l'indice d'iode d'une huile est élevé, plus cette huile aura tendance à rancir et plus le savon qu'elle produira sera mou. Inversement, lorsque l'indice d'iode d'une huile est bas, l'huile sera stable et le savon produit sera dur[4].

#### 1.7.7. Indice de saponification

L'indice de saponification d'un corps gras représente la masse de potasse (exprimée en mg) nécessaire en saponifiant 1g. Pour obtenir l'équivalent en soude, il faut diviser la valeur renseignée pour le KOH par 1,4025. La connaissance des indices de saponification des différentes huiles d'un mélange permet de calculer la quantité de soude ou de potasse nécessaire pour saponifier une quantité donnée du mélange[26].

#### 1.7.8. Humidité

La teneur en humidité d'un savon nous renseigne sur la présence de l'eau qui pourrait éventuellement réagir avec n'importe quelle graisse neutre non saponifiée pour donner l'acide gras libre et le glycérol par un processus d'hydrolyse. La teneur en humidité est un paramètre utilisé pour évaluer la durée de conservation d'un savon [27].

### 1.8. Impact environnemental

Malgré le fait que le savon n'est pas disponible dans la nature en tant que tel, il est considéré comme d'un produit naturel. Parce qu'une fois évacué dans la nature, le savon se décompose facilement, il est moins nocif pour le milieu naturel que les poudres à laver et les détergents synthétiques modernes[28]. Son impact sur l'environnement varie selon les composés et la méthode de fabrication utiliser :

- **Selon la méthode** : A l'inverse des méthodes à chaud et industrielles, la méthode à froid est la plus respectueuse de l'environnement car elle ne nécessite aucune utilisation d'énergie et ne produit aucun déchet (glycérol, lessive résiduelle).

- **Selon les ingrédients** : l'utilisation de certains ingrédients génère de la pollution soit directement (comme l'ajout d'additifs tels que les dérivés pétrochimiques aux composants des savons pour améliorer leurs propriétés et diminuer leur coup de production) ou indirectement (comme l'utilisation l'huile de palme qui, à cause de son faible coût, est consommée démesurément ce qui engendre la déforestation des forêts d'Asie du Sud-est et d'Afrique centrale au profit de plantations de palmiers à huile)[29].

## **Chapitre 2.**

# **Généralités sur les margines**

## 2.1. Définition des margines

Les margines appelées aussi eaux de végétation sont des sous - produits de la production de l'huile d'olive. C'est liquide aqueux de couleur brune rougeâtre à noire d'aspect trouble, d'une odeur spécifique d'huile d'olive et d'un gout amer. Sa couleur et sa composition organique varient en fonction du stade de maturation des olives, du processus d'extraction, des conditions climatiques et de la variété du fruit [30]. Ce rejet liquide est composé de 40 à 50 % de l'eau de constitution (eau de végétation), le reste est constitué de l'eau ajoutée pendant la trituration.

Cet effluent relativement riche en matières organiques dont notamment les composés phénoliques constitue un facteur de pollution qui crée un problème réel à l'industrie oléicole. En effet, l'évacuation de ces margines sans traitement préalable crée d'importantes nuisances et perturbations au niveau des écosystèmes naturels.

## 2.2. Composition

La composition des margines fluctue selon la variété de l'olive, le mode d'extraction utilisé ainsi que les conditions pédoclimatiques. Parmi les éléments qui composent les margines, nous avons :

- **Les sucres** : Les composés lignocellulosiques, les pectines et d'autres types de sucres jouent un rôle important dans la texture des olives. Leur concentration varie de 2 à 8 % du poids de la pulpe d'olive fraîche [30]. La valeur de ces derniers indique l'état de fraîcheur des margines.
- **Les protéines** : Ils représentent la fraction azotée avec une teneur variant de 1,2 % à 2,4 % dans les margines [30].
- **Les vitamines** : Les margines contiennent plusieurs types de vitamines, les plus abondantes sont celles du groupe D avec une concentration de 124 mg / Kg de margines [30].
- **Les acides organiques** : Les plus fréquents sont les acides glycérique, lactique et fumarique. Leur teneur varie entre 0,5 et 1,5% [30].
- **L'huile** : La concentration d'huile contenue dans les margines varie de 0.03 à 1% et dépend du procédé d'extraction utilisé [31].
- **Les composés phénoliques** : Ils sont caractéristiques des huiles d'olives vierges, auxquelles ils confèrent des propriétés particulières (stabilité oxydative, saveur...). Ils sont issus de l'hydrolyse enzymatique des glucides et des esters de la pulpe d'olive au cours du processus d'extraction. Les margines comptent une importante concentration en composés phénoliques de structure variable [30].
- **Les sels minéraux** : Les margines présentent une forte teneur en sels minéraux (le potassium, le calcium, le sodium et le magnésium).

- **Les phosphates** : La teneur en ortho phosphates dépend des conditions climatiques et de l'utilisation ou non des engrais [31].

### 2.3. Caractéristiques des margines

Les caractéristiques physicochimiques des margines sont données dans le tableau 5.

<b>Tableau 2.1.</b> Caractères physicochimique de la margine.	
<b>Paramètres</b>	<b>Valeurs</b>
<b>pH</b>	4.2 à 5.9
<b>Conductivité (ms/cm)</b>	5 à 41
<b>DCO (g/l)</b>	41.3 à 46
<b>Matière organique (g /l)</b>	16.7 à 81.6
<b>Humidité</b>	90 %

### 2.4. Impact sur l'environnement

Les margines sont considérées comme le facteur de pollution le plus important de l'industrie oléicole, un mètre cube de margine déversées provoque une pollution égale à celle de 1500 personnes/jour. Elles sont souvent rejetées dans l'environnement sans traitement préalable[32]. De ce fait, elles causent d'importantes nuisances et déséquilibre de l'écosystème. Elles peuvent contaminer les milieux suivants :

#### 2.4.1. Pollution de l'eau

Leur déversement des margines dans les cours d'eau conduit aux impacts suivants :

- Déclenchement d'un processus d'eutrophisation due à leur forte teneur en phosphore [33].
- Leur teneur en matières grasses provoque la formation d'un film imperméable qui empêche la pénétration de la lumière et de l'oxygène dans les eaux. A ces effets, s'ajoute leur acidité élevée qui est responsable de l'asphyxie de la faune et la flore marine.
- Dégradation de la qualité des eaux de surface qui limite leurs capacités d'autoépuration naturelles [33].
- pollution des nappes phréatiques par infiltration [35].

#### 2.4.2. Pollution de l'air

Leur dégradation des margines à l'air libre conduit à un dégagement d'odeur désagréable et d'hydrogène sulfureux (H<sub>2</sub>S) qui sont dus à leur fermentation [34].

#### 2.4.3. Pollution des sols

Le déversement direct des margines (au caractère acide) sur le sol conduit à la destruction de sa microflore. Leurs effets toxiques entraînent la stérilisation et le

déséquilibre de la symbiose entre la microflore du sol et les plantes [30].

## **2.5. 2.5. Traitement et valorisation**

### **2.5.1. Traitement**

Différents procédés peuvent être envisagés pour procéder à l'élimination de la charge polluante des margines. Ces procédés, en nombre de trois sont : physiques, chimiques et biologiques. Ils peuvent être utilisés seuls ou combinés.

#### **2.5.1.2. Procédés physiques**

Ces procédés physiques consistent en un traitement des margines de manière à séparer les matières minérales et organiques solubles et insolubles dans leur phase aqueuse. A cet effet, plusieurs méthodes sont utilisées.

#### **- Traitements thermiques**

Les techniques de traitement thermiques employées sont :

*Evaporation naturelle* : Ce procédé constitue le mode d'élimination le moins onéreux. Les margines sont contenues dans des bassins à ciel ouvert ayant une profondeur comprise entre 60 à 70 cm. Ces margines séjournent durant plusieurs semaines, voire même des mois suivant les conditions climatiques.

*Evaporation forcée* : L'évaporation forcée consiste en l'introduction des panneaux évaporateurs dans les bassins de stockage des margines. Cette méthode permet d'améliorer les rendements.

*Incinération* : L'incinération est une technique coûteuse et énergivore. Elle est moins appropriée quand les margines sont composées de plus de 80% d'eau. Elle permet d'évaporer d'abord la phase aqueuse des margines et de brûler ensuite les matières organiques pour les transformer en cendres.

#### **- Techniques membranaires**

Les margines subissent une filtration à travers une membrane qui permet la séparation des substances dissoutes selon la taille et la charge électrique des particules. Parmi ces procédés, nous avons : l'ultrafiltration, l'osmose et l'osmose inverse.

#### **2.5.1.2. Procédés chimiques**

Parmi les différents procédés chimiques, nous citons : la coagulation- floculation et l'adsorption.

- *Coagulation- floculation* : Coagulation- floculation est l'une des méthodes les plus efficaces pour éliminer les matières organiques en suspension. Elle consiste en un traitement des margines avec des produits tensioactifs ou certains coagulants. Elle est

souvent utilisée en tant que complément après un traitement biologique afin d'éliminer les matières en suspension et les polluants résiduels.

- *Adsorption* : L'adsorption consiste en la fixation des molécules sur la surface d'un solide. L'adsorbant est utilisé pour récupérer des molécules indésirables d'un fluide donné (liquide ou gazeux) dispersées dans un solvant.

### 2.5.2. Valorisation

Les margines constitue un effluent riche en éléments nutritifs minéraux et organiques. De nombreux procédés de valorisation et d'exploitation ont été utilisés par des chercheurs aussi bien à l'échelle de laboratoire qu'à l'échelle pilote. Parmi ces procédés, nous avons :

- *Production de compost* : La méthode consiste à transformer les margines en fertilisant, en les mélangeant aux déchets agricoles, urbains et forestiers [30].

- *Utilisation des margines en alimentation animale* : Les margines sont utilisées pour nourrir les ruminants. Cependant cette alimentation comporte des risques liés à l'indigestion à cause du taux élevé en composés phénoliques [30].

- *Epannage/ Fertilisation des sols agricole* : Les margines à faible concentration améliorent la fertilité du sol. Leur charge organique favorise l'activité microbienne du sol [30].

- *Production d'enzyme* : Les margines peuvent servir comme milieu pour la production d'enzymes en utilisant des microorganismes. Les principales enzymes produites sont :

*Les pectinases* : employées pour l'élaboration des jus de fruits.

*Les laccases* : après purification, cette enzyme est utilisée dans le traitement des eaux usées grâce à son haut pouvoir de dégradation [30].

*Production de biogaz* : La majorité des substances organiques contenues dans les margines peuvent être transformées par digestion anaérobie en biogaz [30].

Les eaux de végétations sont des effluents riches en éléments nutritifs minéraux et organiques. C'est pourquoi elles sont utilisées de différentes manières afin de les valoriser et de les utiliser dans plusieurs secteurs suivant le pays et le contexte.

- *Saponification* : Vu le taux de graisse que contiennent les margines elles peuvent aussi être utilisé pour la saponification.

- *Production de biogaz* : La majorité des substances organiques contenus dans les margines peuvent être transformés par digestion anaérobie en biogaz [30].

# **Chapitre 3.**

# **Matériel et Méthodes**

L'étude expérimentale a été effectuée dans les lieux suivants : laboratoire de Chimie Appliquée et Génie Chimique de l'Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, laboratoire de microbiologie du CHU de Tizi-Ouzou et laboratoire de microbiologie du département d'agronomie de l'UMMTO. Dans ce chapitre, sont décrits le matériel et les méthodes utilisées.

### 3.1. Matériel

Le matériel utilisé est constitué de corps gras (huiles végétales et beurre animal), d'alcali, de phases aqueuses (eau, margine d'olive, hydrolats de lentisque et hydrolat de lavande) ainsi que de certains additifs (huiles essentielles (de lentisque ou de lavande), chlorure de sodium et saccharose).

#### 3.1.1. L'alcali

L'alcali utilisé pour élaborer les différents types de savons durs est la soude caustique (NaOH). Elle est produite par Biochem Chemopharma sous forme de pastilles. Sa masse moléculaire est de 40 g/mol.

Pour la fabrication de nos savons, la masse de NaOH employée est la somme des produits des indices de saponification des acides gras ( $IS_i$ ) utilisés multiplié par leurs masses ( $m_i$ ) respectives, soit :

$$m_{NaOH} = \sum_i IS_i m_i$$

#### 3.1.2. Corps gras

Deux types de corps gras ont été utilisés : le beurre animal et les huiles végétales qui sont l'huile d'olive et l'huile de soja (Elio). Le choix des huiles utilisées dans la synthèse des différents savons est fait suivant leur richesse en acides gras, en vitamine A et E, ainsi que leurs propriétés anti oxydantes et hydratantes.

##### 3.1.2.1. Huile d'olive

L'huile d'olive provient de la région de Béni Douala située à environ 20 km du chef-lieu de la wilaya de Tizi-Ouzou. La variété des olives triturées est 'Chemlal'.

##### 3.1.2.2. Huile de soja

L'huile 'élio' provenant de l'extraction à partir du soja est issue de l'unité de raffinage CEVITAL de Bejaia. Les caractéristiques portées sur l'étiquette de l'emballage sont :

- 100 % végétal,
- Sans cholestérol,
- 100% soja,
- Température maximum conseillée : 180°C,
- Produit certifié ISO 22000 par le Bureau VERITAS Certifications,
- Fabriquée par : spa Cévital Bejaïa, Algérie.

### **3.1.2.3. Le beurre animal**

Le beurre utilisé est frais et il est issu d'une entreprise traditionnelle située dans la région de Tizi-Ouzou.

### **3.1.3. Phase aqueuse**

Déférentes phases aqueuses ont été utilisées pour l'élaboration de nos savons.

#### **3.1.3.1. Eau**

L'eau est la phase aqueuse la plus utilisée dans la synthèse des savons. Elle représente environ 30% de la masse totale des matières premières employées pour la fabrication de ces produits.

#### **3.1.3.2. Margine**

La margine est utilisée à la place de l'eau. Elle constitue un déchet de l'huilerie d'olive. Son importance est liée à sa richesse en antioxydants (composés phénoliques). Cet effluent est issu d'une huilerie d'olive à chaîne continue située dans la région de Béni Douala (Tizi-Ouzou).

#### **3.1.3.3. Les hydrolats de lentisque et de lavande**

Deux types d'hydrolats ont été utilisés : hydrolat de la lavande et celui de lentisque. Ils sont obtenus par extraction à partir des feuilles à l'aide de l'entraînement à la vapeur et l'hydrodistillation. Cette dernière est effectuée de deux manières : conventionnelle et assistée par micro-onde. La matière végétale de la lavande et celle des feuilles de lentisque pistaché ayant servi à l'obtention de ces hydrolats sont issues de la région Mechtras, Daïra de Boghni.

### **3.1.4. Additifs**

Différents additifs (chlorure de sodium, saccharose, huiles essentielles de lentisque et de lavande) ont été ajoutés aux différents savons justes après l'obtention de la trace.

### 3.1.4.1. Chlorure de sodium et saccharose

Le chlorure de sodium permet l'obtention d'un savon dur, tandis que l'ajout de sucre a pour effet de lui conférer un pouvoir moussant. Ces additifs sont ajoutés à des concentrations fixes.

### 3.1.4.2. Huiles essentielles

De faibles quantités (quelques gouttes) d'huiles essentielles (HE) de lentisque pistaché et de lavande issues du commerce ainsi que de l'HE extraite au laboratoire à partir de la lavande ont été ajoutées aux savons. Ces huiles essentielles ont été obtenues auprès d'un marché local situé dans la ville de Tizi-Ouzou. L'objectif recherché en incorporant ces huiles à différentes formulations est l'étude de leur effet sur les propriétés antibactériennes et odorantes des savons obtenus.

## 3.2. Méthodes

### 3.2.1. Extraction des huiles essentielle

Dans le but d'enrichir les savons élaborés en substances naturelles, nous avons procédé aux essais d'extraction des huiles essentielles de la lavande et du lentisque pistaché à partir des feuilles et fleurs de ces plantes. Pour cela, deux procédés d'extraction ont été utilisés : l'entraînement à la vapeur et l'hydrodistillation, pour cette dernière nous avons utilisé la méthode conventionnelle et celle assistée par micro-ondes.

Avant de procéder aux extractions, les matières végétales ont été triées, lavées et ensuite broyées à l'aide d'un mixeur, figure 3.1.



*Figure 3.1. Matières végétales utilisée (A)tri, (B)lavage.*

### 3.2.1.1. Extractions par entrainement à la vapeur

- *Extraction de l'huile essentielle du lentisque pistaché*

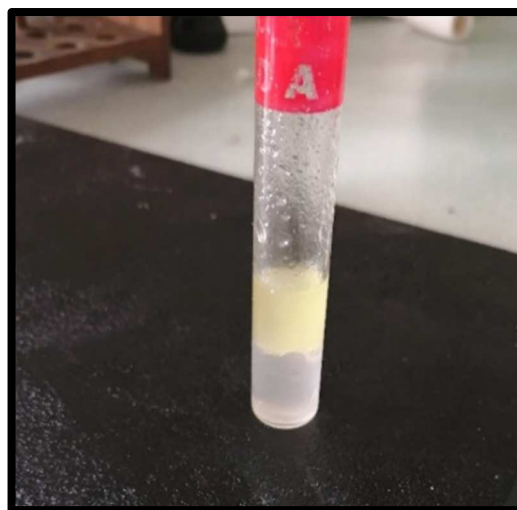
Une quantité de 500 g de matière première (feuilles de lentisque pistaché) est placée sur une grille faite d'un matériau perforé laquelle est introduite dans une enceinte constituée d'une cocotte-minute. Une quantité de 3000 ml d'eau est ajoutée à cette matière première. Un réfrigérant est adapté à la cocotte-minute pour condenser le distillat qui est constitué de l'eau et d'huile essentielle. La température de chauffage est voisine de 100°C. Ce mélange (distillat) est appelé hydrolat. L'opération qui consiste en la séparation du mélange à l'aide d'une ampoule à décanter a montré que la quantité d'huile récupérée est très infime. A cet effet, nous avons récupéré uniquement l'hydrolat qui sera utilisé comme phase aqueuse dans l'élaboration du savon. Notons que cet hydrolat présente un parfum fort d'huile essentielle.

- *Extraction de l'huile essentielle de la lavande*

Le même procédé, c'est-à-dire l'entrainement à la vapeur est appliqué pour récupérer l'huile essentielle à partir de la lavande. Les quantités de matière à traiter et d'eau sont les mêmes que celles utilisées dans le cas de l'extraction de l'huile de lentisque pistaché. Le montage de l'entrainement à la vapeur utilisé est donné dans la figure 3.2. Pour cette extraction d'huile essentielle à partir de la lavande, la quantité d'huile essentielle récupérée dans une ampoule à décanter est notable, cf. figure 3.2.



(a)



(b)

**Figure 3.2 :** (a) *Entrainement à la vapeur de manière conventionnelle* (b) *Récupération de l'huile essentielle de lavande.*

### 3.2.1.2. Extraction par hydrodistillation assistée par micro-onde

Cette méthode est réalisée dans le but d'améliorer le rendement et de réduire le temps nécessaire pour extraire les huiles essentielles à partir de la matière première (feuilles de lentisque ou de lavande). Le procédé utilisé consiste en l'utilisation d'un micro-onde qui sert de chauffage. A l'intérieur du four micro-onde se trouve le ballon contenant le mélange (matière première et eau), lequel est surmonté d'un réfrigérant qui permet la récupération de l'hydrolat. Le ballon de capacité 1000 ml contient une masse de 150 g de matière première et un volume d'eau de 450 ml. Le montage réalisé pour cette hydrodistillation assistée par micro-onde est donnée par la figure 3.3.

Contrairement à la lavande, nous ne sommes pas parvenus à récupérer l'huile essentielle à partir du distillat du lentisque, c'est-à-dire que les feuilles de cette plante ne sont pas riches en cette huile. A défaut de l'huile essentielle, nous avons utilisé les hydrolats que nous avons ajoutés comme phase aqueuse à la formulation du savon.



*Figure 3.3. Hydrodistillation assistée par micro-onde.*

### 3.2.1.3. Hydrodistillation conventionnelle

L'extraction par hydrodistillation conventionnelle a été effectuée. Une masse de matière végétale (lentisque ou lavande) 150g et un volume d'eau de 450ml sont immergés dans un ballon d'un litre. La température a été maintenue à l'aide d'un chauffe ballon à 102°C, pendant environ trois heures. Les vapeurs obtenues sont condensées dans un réfrigérant. Le distillat obtenu constitué d'huile essentielle et d'hydrolat est laissé dans une ampoule à décanter jusqu'à obtention de deux phases (figure 3.4).



*Figure 3.4. Montage de l'extraction d'huile de lentisque par hydrodistillation conventionnelle.*

### 3.2.1.4. Rendement de l'extraction

C'est le rapport entre le poids de l'huile extraite et le poids de la masse de matière végétale traitée [36]. Le rendement de l'extraction est calculé selon la relation suivante :

$$\rho(\%) = \frac{m_{HE}}{m_v} \times 100$$

$\rho$ : rendement en huile essentielle en pourcentage (%).

$m_{HE}$  : masse de l'huile essentielle (g).

$m_v$ : masse de la matière végétale (g).

### 3.2.2. Caractérisation des matières grasses

#### 3.2.2.1. Indice de saponification (IS)

L'indice saponification (IS) d'un corps gras est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour saponifier un gramme de corps gras. Autrement dit, c'est le nombre de mg de KOH nécessaire pour transformer en savon tous les acides gras d'un gramme de corps gras. La méthode utilisée est celle décrite par la norme (NF T 60 - 206 - 1975), dont le principe est le suivant :

L'échantillon auquel on ajoute une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium est porté à ébullition sous réfrigérant à reflux pendant une heure. Ensuite, l'excès d'alcali est titré avec une solution aqueuse d'acide chlorhydrique 0.5N. Les montages de la saponification et du titrage de l'alcali sont donnés dans les figures 3.5.



(A)



(B)

*Figure 3.5. Montages utilisés : (A) Saponification et (B) Dosage de l'alcali.*

L'indice de saponification (*IS*) est donné par la relation suivante :

$$IS = \frac{(V_{HCl}^0 - V_{HCl}) \times 28.005}{m}$$

$V_{HCl}$ : volume en ml de la solution d'acide utilisé dans l'essai avec le corps gras.

$V_{HCl}^0$  : volume en ml d'acide chlorhydrique utilisé dans l'essai à blanc.

$m$ : masse en gramme de la prise d'essai.

28.005 : nombre de mg de KOH dans 1ml de la solution de potasse de normalité 0,5 N.

### 3.2.2.2. Indice d'acidité

On définit l'indice d'acide (*IA*) comme étant le nombre de mg de potasse nécessaire pour neutraliser les acides gras libres de 1g de corps gras. Nous avons utilisé la méthode décrite par la norme (NF T60 – 204 de décembre 1985), dont le principe est le suivant :

Mettre en solution une masse  $m$  de corps gras dans un solvant (oxyde diéthylique-éthanol : 50/50 (en volume)), puis titrer les acides gras libres présents à l'aide d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium 0.1N. L'indice d'acidité est donné par la relation suivante :

$$IA = \frac{N \times V \times M}{m \times 1000} \times 100$$

$M=282.5\text{g/mol}$  : poids moléculaire de l'acide oléique.

$N$  : Normalité de la solution de potasse KOH (mol/l).

$V$  : Volume de la solution de KOH (ml).

$m$  : Masse de la prise d'essai (g).

### 3.2.2.3. Potentiel d'hydrogène

La mesure du pH des huiles végétales et du beurre animal a été effectuée à l'aide d'un pH-mètre de marque Hanna muni d'une électrode combinée.

## 3.2.3. Caractérisation de la margine

### 3.2.3.1. Teneur en composés phénoliques

Le dosage des composés phénoliques dans la margine a été effectué par spectroscopie UV-Visible en utilisant le réactif de Folin-Ciocalteu. Le réactif de couleur jaune est constitué d'un mélange d'acides phosphomolybdique ( $\text{H}_3\text{PMo}_{12}\text{O}_{40}$ ) et phosphotungstique ( $\text{H}_3\text{PW}_{12}\text{O}_{40}$ ) qui sont réduits lors de l'oxydation des composés

phénoliques dans un milieu alcalin, en un mélange bleu d'oxyde de tungstène ( $W_8O_{23}$ ) et de molybdène ( $Mo_{28}O_{23}$ ). L'intensité de la coloration bleue est proportionnelle à la concentration des composés phénoliques dans la margine.

La concentration en composés phénoliques a été déterminée sur 0.5 ml d'échantillon dilué dans 10 ml d'eau distillée, auquel 0.5 ml du réactif de Folin ont été ajoutés. Après trois minutes 1ml d'une solution de carbonate de sodium saturée ( $Na_2CO_3$ ) a été injecté dans le mélange. Les solutions obtenues ont été laissées pendant une heure à l'abri de la lumière jusqu'à l'apparition d'une coloration bleue. La mesure des absorbances par spectroscopie UV-Visible a été effectuée aux alentours de 750 nm.

Pour doser le blanc, le même protocole a été utilisé en remplaçant 0.5 ml de l'échantillon par de l'eau distillée.

Une courbe d'étalonnage doit être préalablement établie en analysant par spectrophotométrie UV-Visible l'acide gallique, pris comme composé phénolique de références. Cette courbe représente l'absorbance en fonction de la concentration en acide gallique, à différentes concentrations.

Ainsi une solution mère standard de l'acide gallique a été préparée en dissolvant 0,2 g de cet acide dans 500 ml d'eau distillée. Dans des fioles jaugées, à partir de la solution mère initiale, plusieurs solutions diluées de concentration 0,05 ; 0,1 ; 0,12 ; 0,15 ; 0,15 ; 0,2 ; 0,3 (g/l) ont été préparées. Afin de doser les solutions d'acides gallique on utilise le même protocole que celui de dosage de la margine. Une courbe d'étalonnage de l'absorbance en fonction de la concentration a été établie.

#### **3.2.3.2. Potentiel d'hydrogène**

Une mesure du pH de la margine est réalisée à l'aide d'un pH-mètre de marque HANNA PH211.

#### **3.2.3.3. Conductivité électrique**

La conductivité électrique de la margine a été mesurée par un conductimètre de marque Cond 1970i. Ce paramètre caractérise la résistance au passage du courant dans un matériau.

#### **3.2.3.4. Turbidité**

La turbidité d'une solution est en relation avec les particules en suspension. La mesure de la turbidité de la margine a été faite en utilisant un turbidimètre de marque EUTECH TN-100 en unités de Turbidité Néphalométrique ( $uTN$ ).

### 3.2.3.5. Teneur en eau (H)

La détermination de la teneur en eau de la margine a été faite par évaporation dans une étuve portée à une température  $103 \pm 2^\circ\text{C}$  pendant 24 h.

La teneur en eau (TE) de la margine est calculé par la relation suivante :

$$H(\%) = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

$m_0$ : masse de la margine avant séchage (g).

$m_1$ : masse de la margine après séchage (g).

### 3.2.3.6. Teneur en matières sèches(MS)

La matière sèche est celle obtenue après déshydratation complète de la margine. Elle est composée de la matière minérale et matière organique. Sa teneur est donnée par la relation :

$$MS(\%) = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \times 100$$

$MS$  : Matière sèche (%).

$m_0$ : masse de la margine avant séchage (g).

$m_1$ : masse de la margine après séchage (matière sèche) (g).

### 3.2.3.7. Teneur en matières minérales (TMM) et organique (TMO)

La matière sèche obtenue est pesée et est ensuite portée dans un four à moufle pour subir une calcination. La température du four est de  $600^\circ\text{C}$  et la durée de l'opération est de 4 heures. Notons que la matière sèche est contenue dans un creuset. Après calcination et une fois la matière obtenue refroidie, on procède à la pesée des cendres.

La relation utilisée pour déterminer la teneur en matières minérales (TMM) est :

$$TMM(\%) = \frac{m_2}{m_0} \times 100$$

La relation utilisée pour déterminer la teneur en matières organiques (TMO) est :

$$TMO(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100$$

$m_0$ : masse (g) de la margine avant séchage

$m_1$ : masse (g) de la margine après séchage (matière sèche)

$m_2$ : masse (g) de la matière minérale (cendres)

### 3.2.4. Synthèse des savons

Les savons élaborés sont à base d'huile d'olive (80%), d'huile de soja (Elio) (18%) et de beurre animal frais (2%). Ces pourcentages ont été choisis suite au travail réalisé par notre équipe [47]. Ce mélange est ajouté à une solution de soude caustique. Les proportions de ces ingrédients sont fixes pour tous les savons élaborés. La phase aqueuse est constituée d'eau, de margine, d'hydrolats ou de mélanges hydrolat-margine. Les additifs sont le sel, le sucre et une huile essentielle de lavande ou de lentisque.

#### 3.2.4.1. Méthode de synthèse

La méthode employée pour la fabrication des savons est une méthode dite à froid. En premier lieu, la phase aqueuse et la soude caustique sont mélangés dans un bécher de 500ml à l'aide d'un agitateur à une vitesse d'agitation de 500 à 800 tours /min jusqu'à dissolution complète de la soude caustique dans les différentes phases aqueuses entre 5 et 10min. En parallèle, les huiles à différentes proportions ont été mélangées dans un ballon et portées à une température d'environ 40°C. Ensuite, on leur ajoute de la soude caustique dissoute dans la phase aqueuse à une température ~ 40°C, jusqu'à l'apparition de la trace qui est obtenue au bout de 15 min. Les additifs sont alors ajoutés et agités afin d'homogénéiser le mélange puis un moulage est effectué dans des moules en silicone. Après 72h, on procède au démoulage des savons et on les laisse sécher pendant plusieurs semaines avant leur utilisation. Le montage de l'élaboration et des échantillons des savons obtenus sont donnés par la figures 3.6.



(a)



*Figure 3.6. (a) Montage d'élaboration des savons, (b) Echantillons des savons.*

### 3.2.4.2. Les différents savons synthétisés

La différence entre les savons élaborés réside dans le type de l'huile essentielle utilisée et de la constitution de la phase aqueuse. Dans toutes les expériences réalisées, la matière grasse et la quantité de la soude (128g de soude /kg d'huile) utilisée restent les mêmes. Les proportions de la phase aqueuse et des additifs (huiles essentielles) utilisés représentent respectivement 30% et 2% en masse de la matière grasse utilisée. Les savons élaborés ont été soumis à un sur graissage de 8% afin de protéger la peau et d'améliorer les propriétés hydratantes des savons. Les différents savons sont représentés selon leurs différentes phases aqueuses et additives dans des groupes selon :

- Groupe **A** : L'eau représente 100% de la phase aqueuses utilisée, aucun aditif n'a été ajouté. Ce savon a servi de témoin afin d'étudier l'effet des différents ajouts sur les propriétés physicochimiques des différents savons élaborés.
- Groupe **B** : La margine utilisée représente 100% de la phase aqueuse. Différents aditifs ont été ajoutés :
  - **B1.** : Sans aditifs
  - **B2.** : 2% HE de lavande industriel
  - **B3.** : 2% HE de lentisque industriel
  - **B4.** : 1% HE de lavande et 1% HE de lentisque(industriel)
  - **B5.** : 2% HE de lavande extraite au laboratoire
- Groupe **C**. Les phases aqueuses des savons élaborés ont été remplacées par les différents hydrolats issus des huiles essentielles à différentes proportions comme suit :
  - **C1.** : 100% hydrolat de lentisque,
  - **C2.** : 100% hydrolat de lavande,
  - **C3.** : 50% hydrolat de lavande et 50% hydrolat de lentisque,
- Groupe **D**. Des savons élaborés à base de mélange des phases aqueuses des hydrolats et margines :
  - **D1.** : 50% margine et 50% hydrolat de lentisque,
  - **D2.** : 50% margine et 50% hydrolat de lavande,

### 3.2.4.3. Caractérisations physico-chimiques des savons

#### - *Potentiel d'hydrogène*

Plusieurs mesures de pH ont été effectuées à différents temps de séchage et la méthode de mesure de pH utilisée pour chaque savon consiste à solubiliser une masse

de 5g du savon dans 50ml d'eau distillée. La mesure de pH est effectuée à l'aide du pH-mètre.

- ***Humidité***

La mesure de la teneur en eau des savons a été effectuée à compter de la dixième semaine par la même méthode que celle décrite pour la détermination de l'humidité de la margine. La teneur en eau obtenue des savons représente la moyenne de trois essais.

- ***Pouvoir moussant***

Le pouvoir moussant a été déterminé selon la méthode décrite par Togbé et al[37]. Le principe consiste à peser 0,15 g de savon dans un bécher de 100 ml, ensuite un volume de 15 ml d'eau de ville a été ajouté à l'échantillon. Le mélange obtenu a été soumis à une agitation à l'aide d'un agitateur magnétique jusqu'à dissolution complète du savon. Après solubilisation, le mélange est versé dans un tube à essai. Le volume de la mousse a été mesuré après un temps compris entre 10 et 15 mn. Le schéma montrant le pouvoir moussant est donné par la figure 3.7.



*Figure 3.7. Pouvoir moussant des savons élaborés.*

### **3.2.5. Analyse microbiologique**

Dans le but de déterminer l'efficacité des savons synthétisés et leur pouvoir désinfectant et antibactérien, plusieurs analyses ont été effectuées. Pour cela, deux savons de référence (DETTOL et ALIBI) connus pour leurs pouvoirs antimicrobiens ont été

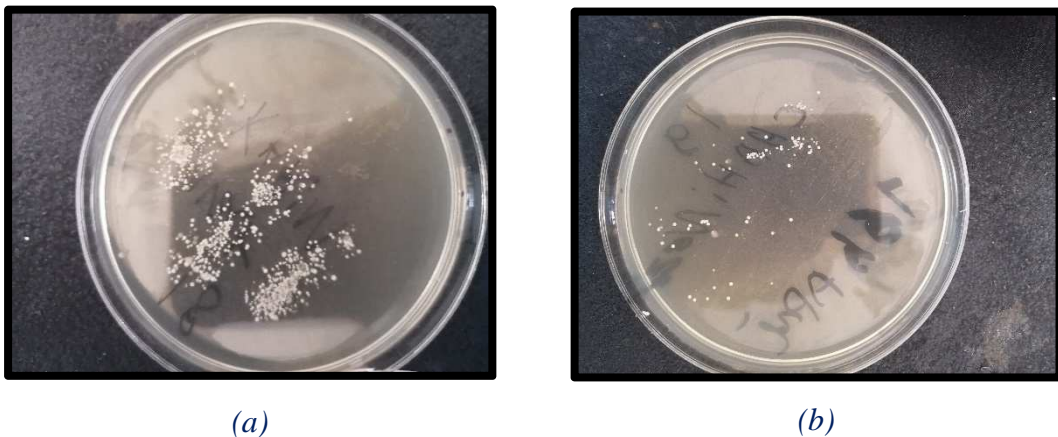
analysés ainsi que les 11 savons synthétisés. Toutes les expériences ont été menées en respectant les conditions d'asepsie.

Afin de déterminer le pouvoir antibactérien des savons, des analyses spécifiques (*in vitro*) et non spécifiques (*in vivo*) ont été réalisées.

### 3.2.5.1. Analyse non spécifique

Cette analyse consiste à évaluer l'efficacité des savons en comparant entre elles les charges de la flore microbienne qui se trouve sur les mains d'un sujet avant et après lavage avec un savon. Pour cela, un protocole est suivi :

En premier lieu, des boîtes de Pétri remplies de gélose MH ont été préparées. Puis, des prélèvements de la flore bactérienne présente sur les mains des opérateurs ont été pris en apposant les extrémités distales des phalanges des doigts (index, majeur et annulaire) sur la gélose en appuyant légèrement pendant quelques secondes. En second lieu, un lavage des mains du même opérateur avec l'un des savons pendant 40 secondes est effectué. Après le lavage, les mains ont été essuyées avec du papier torchant avant d'effectuer un second prélèvement. Après 24h dans l'étuve à 37°C, les boîtes de Pétri sont comparées afin d'évaluer l'efficacité du savon à réduire la flore bactérienne. Les opérateurs sont des étudiants de l'UMMTO âgés entre 24 et 30 ans, n'ayant pas eu de lavage des mains pendant les dernières heures avant l'évaluation des savons.



**Figure 3.8.** Charge de la flore microbienne sur gélose MH  
(a) avant (b) après lavage.

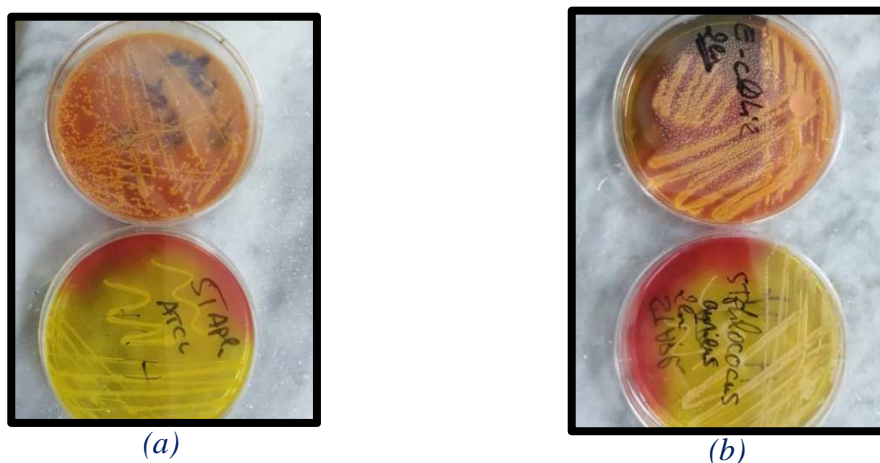
### 3.2.5.2. L'Analyse spécifique

Consiste à tester le pouvoir antibactérien des savons synthétisé sur des souches bactériennes connues et pures (*Escherichia Coli* (ATCC 25922) et *Staphylococcus aureus* résistant à la méticilline (ATCC 43300)). Pour cela, deux méthodes ont été préconisées : la méthode des disques et la méthode des puits. La préparation de quatre concentrations de chaque savon a été effectuée afin de repérer la concentration optimale d'inhibition pour les 11 savons synthétisés et les deux savons de référence.

Le choix des souches bactériennes a été fait selon la disponibilité et le fait que ce sont des bactéries résistantes et nocives pour l'homme et qui peuvent provoquer des intoxications et des maladies graves :

- *Escherichia coli* : c'est une bactérie qui colonise le tube digestif de l'homme et des animaux au sang chaud. Elle produit des Shigatoxines qui peuvent provoquer de graves maladies d'origine alimentaire. C'est une bactérie anaérobie facultative de forme de bâtonnet à Gram négatif.
- *Staphylococcus aureus* résistant à la méticilline : c'est une bactérie caractérisée par sa résistance à un antibiotique (la méticilline). Elle cause des infections cutanées et des pneumonies nécosantes potentiellement mortelles. Cette bactérie exprime une toxine particulière la LPV (Leucocidine de Panton-Valentine) dite porogène ; c'est-à-dire capable de détruire certaines cellules du système immunitaire telle que les macrophages. Cette bactérie se présente sous forme de cocci à Gram positif de diamètre de 0.5 à 1.5  $\mu\text{m}$ .

Une isolation des souches bactériennes a été établie afin de s'assurer de la pureté des bactéries à utiliser pour l'analyse et pour cela des milieux sélectifs ont été choisis pour chaque souche. Enfin, l'ensemencement de deux souches a été effectué sur le milieu Mueller-Hinton (MH) qui est un milieu non sélectif, cf. figure 3.8.



**Figure 3.9.** (a) Isolement des Souches ATCC 2<sup>ème</sup> souche mère  
(b) Ensemencements des générations.

### 3.2.5.2.1. Méthode des disques

Après avoir préparé les boîtes de pétri et les souches bactériennes à des concentrations contrôlées par des mesures d'indice de McFarland à 0.5 par un réfractomètre, L'ensemencement des différentes souches bactériennes sur la gélose MH a été fait à l'aide d'écouvillons. Des disques en papier buvard de rayons 6mm ont été déposés sur la gélose environ trois min après l'ensemencement des souches. Les disques ont été distancé d'une manier équitable sur la surface de la boîte de pétri. Ensuite différents volumes et concentrations des savons préparés ont été injectés à l'aide de micropipettes sur les disques. Enfin, une mesure des zones d'inhibition a été prise (après 24 h d'incubation) pour les déférents savons. (Voir la figure 3.10).



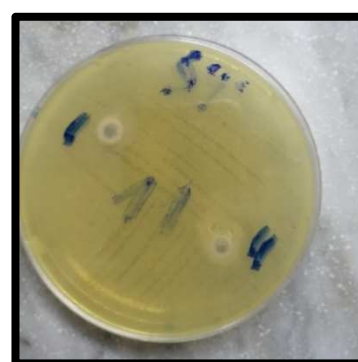
*Figure 3.10. Méthode des disques sur gélose MH.*

### 3.2.5.2.2. Méthode des puits

Cette méthode consiste à suivre les mêmes étapes que la méthode des disques sauf que à la place des disques on place des trous dans la gélose. Ces derniers ont été fait à l'aide du bout d'une pipete Pasteur. Ensuite, des volumes de 50 $\mu$ l et de 100 $\mu$ l des mêmes solutions savonneuses utilisées dans la méthode précédente ont été injectés à l'intérieur des puits. Enfin, les zones d'inhibition ont été mesurées après 24h. (Voir la figure 3.11).



(a)



(b)

*Figure 3.11. Zones d'inhibition du savon par méthode des puits sur gélose MH après injection de (a) 50  $\mu$ l et (b) 100  $\mu$ l de solution du savon B5 .*

## **Chapitre 4.**

# **RESULTATS ET DISCUSSION**

Dans ce chapitre nous allons exposer les différents résultats obtenus durant notre étude. En premier lieu nous verrons les différents rendements des extractions des huiles essentielles ainsi que les caractéristiques des matières premières utilisées pour l'élaboration des savons. Puis on se penchera sur les propriétés physico-chimiques et antibactériennes des savons obtenus par les procédés préalablement décrits.

#### 4.1. Extraction des huiles essentielles

Plusieurs essais d'extraction d'huile de lentisque et de lavande ont été effectués en utilisant plusieurs procédures.

Les rendements obtenus pour l'extraction de l'huile de lavande par les différentes méthodes sont présentés dans le tableau suivant :

*Tableau 4.1. Rendement d'extraction de l'huile de lavande.*

Procédé	Rendement (%)
Hydrodistillation	0,025
Hydrodistillation par micro-onde	0,149
Entrainement a la vapeur	0,087

Les rendements d'extraction de l'huile de lentisque, par les trois méthodes précitées sont très faibles, seules quelques gouttes (3 gouttes environ) ont été obtenues pour plus de 7 kg de matières végétales utilisés. D'après les données de la littérature, le rendement en huile essentielle du lentisque est de 15g pour 100kg de matière végétale sèche [38].

Le faible rendement des extractions peut être dû :

- A la période de cueillette des plantes, qui s'est faite trop tôt dans la saison, la lavande n'a pas eu le temps de produire suffisamment d'huile, malgré la présence de fleurs. Quant au lentisque, il n'avait pas encore donné de fruits.
- Au moment de cueillette inadéquat ; toutes les matières végétales utilisées ont été cueillies dans l'après-midi, ce qui a laissé le temps aux fleurs de libérer toute leurs odeurs et par conséquence vider leur réserves d'huiles essentielles.
- Aux conditions d'utilisation ; les plantes ont été utilisées sans séchage, et ont été lavées immédiatement avant la distillation. Cela nous éloigne du rapport matière/eau optimale.
- A l'utilisation des feuilles de lentisque qui ne contiennent quasiment pas d'huile essentielles, et ce contrairement au fruit.

Comme les rendements obtenus sont très faibles, nous avons opté à l'utilisation des huiles essentielles issues du commerce pour réaliser quelques-unes de nos expériences.

## 4.2. Caractérisation des matières grasses

Les résultats des analyses des indices de saponification et d'acidité sont représentés dans le tableau suivant :

*Tableau 4.2 : Caractéristiques des matières grasses. Entre parenthèses, sont données les valeurs de la norme NF EN ISO 3657 [39].*

	<b>Huile d'olive</b>	<b>Huile de soja</b>	<b>Beurre animal</b>
<b>IS</b> (mg/g)	195,0(184-196)	195,0(190-211)	198,8(215-235)
<b>IA</b> (%)	22,06(<3,3 %)	0,42 (<0,20 %)	16,61(0,5 - 35 %)

Les indices de saponification des huiles d'olive et de soja utilisées sont conformes à la norme NF EN ISO 3657 [39].

L'indice de saponification du beurre animal utilisée est de 198,8mg/g. Cette valeur est inférieure aux valeurs données par la norme NF EN ISO 3657 [39] qui sont comprises entre 215 et 235mg/g pour les beurres. Ceci peut être dû au fait que le beurre utilisé est issu d'une fabrication artisanale donc le pourcentage d'humidité est supérieure à la norme et cela a réduit la pureté du produit.

L'acidité de l'huile d'olive est supérieure à la norme COI/T.15/NC.2019 [40] qui la fixe à moins de 3,3 % pour l'huile d'olive vierge courante. Dans notre cas l'huile d'olive utilisée est dite 'lampante'. Cette valeur serait due à la durée et aux conditions de stockage de l'huile et des fruits et au système d'extraction utilisé.

Concernant l'huile de soja, elle possède une acidité de 0.42 % qui est supérieure à la norme NA 1169 – 1990 qui requiert un maximum de 0,20 %. Ceci serait probablement dû aux conditions de stockage (exposition à l'air et à la lumière) qui dégradent les ester d'acides gras en acides gras libres.

La valeur (16.61 %) de l'acidité du beurre utilisé est proche de celle obtenue par J. G. Speight [41]. Cet auteur la situe entre 0,5 et 35 %. Ceci signifie que ce beurre est frais et de bonne qualité.

## 4.3. Caractérisation de la margine

Les résultats de la caractérisation de la margine sont présentés dans le tableau 4.3.

Le pH obtenu est de 4,64. Ce caractère acide est dû à la présence d'acides organiques, tels que les acides gras libres, les acides phénoliques... dans la margine [42].

Cette margine a une conductivité de 28,50 mS/cm. Cette valeur comparable à celles trouvées dans la littérature (entre 18 et 50 ms/cm) [43] et nous indique une forte présence de sels dans la margine dû aux pratiques de salage pour la conservation des

olives avant la trituration, en plus de la richesse naturelle des margines en sels minéraux dissous.

*Tableau 4.3. Caractéristiques des margines.*

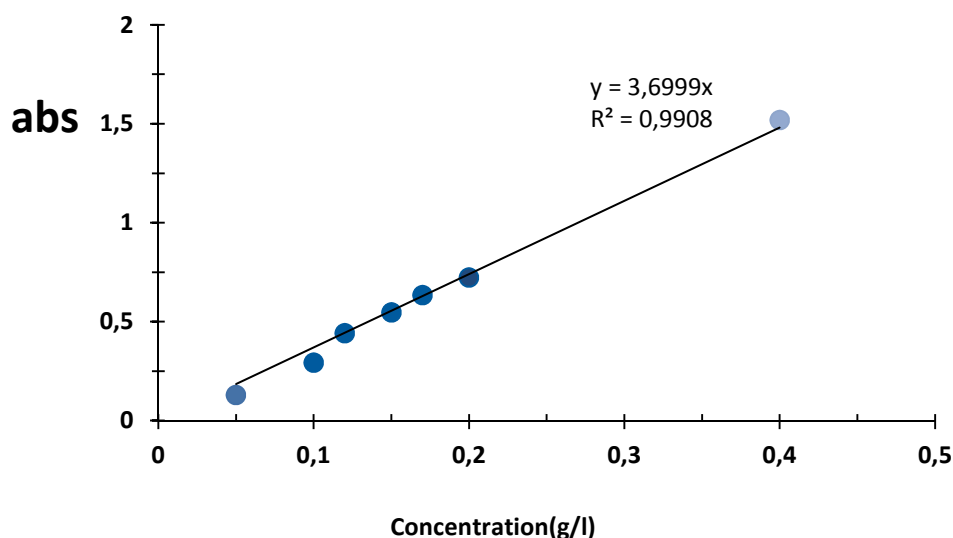
Paramètres	Valeurs
pH	4.64
Conductivité	28.5 mS/cm
Turbidité	335NTU
Humidité	97.06 %
Matières sèches	2.94 %
Matière organique	2,64 %
Matières minérale	0,30 %
composés phénoliques	1,45g/l

La valeur de la turbidité est de 335uTN. Ce qui indique une forte présence de matières en suspension provenant de la pulpe et du noyau de l'olive.

La teneur en humidité de la margine étudiée est de 97%. Cette valeur est proche de celle obtenue par Chikhi et Nazef qui est de 94 % [44].

La matière sèche représente près de 3% de la masse de la margine. Celle-ci est proche de celle obtenue par Chikhi et Nazef [44] et Hamla et Kabeche [45] qui sont respectivement de 5,6 et 3,6%. 88% de cette matière sèche est de la matière organique, le reste est minéral.

La concentration en composés phénoliques est de 1,45g/l. Elle est calculée en se basant sur la courbe d'étalonnage (Figure 4.3) que nous avons préalablement tracée.



*Figure 4.1. Courbe d'étalonnage des composés phénoliques.*

Cette valeur est différente de celle obtenue par Chikhi et Nazef[44] et Hamla et Kabeche [45] qui sont respectivement de 25,5 et 4,5g/l. Ceci est dû à la nature des margines, qui dépend de la variété, la maturité du fruit, des conditions climatiques, des procédés d'extraction utilisés ainsi que de la durée et des conditions de stockage.

#### 4.4. Caractérisation physicochimiques des savons synthétisés

Les compositions des différents savons synthétisés sont présentées dans le tableau 4.4.

*Tableau 4.4 : Composition des différents savons.*

	Aqueuses		Additifs (Huiles essentielles)				
	Eau distillée	Margine	Distillat		Lavande <sup>(a)</sup>	Lentisque <sup>(a)</sup>	Lavande <sup>(b)</sup>
			Lentisque	Lavande			
<b>A</b>	1						
<b>B1</b>		1					
<b>B2</b>		1			1		
<b>B3</b>		1				1	
<b>B4</b>		1			1/2	1/2	
<b>B5</b>		1					1
<b>C1</b>			1				
<b>C2</b>				1			
<b>C3</b>			1/2	1/2			
<b>D1</b>		1/2	1/2				
<b>D2</b>		1/2		1/2			

(a) : HE Industrielle ; (b) : HE extraite au laboratoire ; 1 : 100 % de la phase, 1/2: 50 % de la phase.  
A, B, C et D désignent les noms donnés aux savons synthétisés.

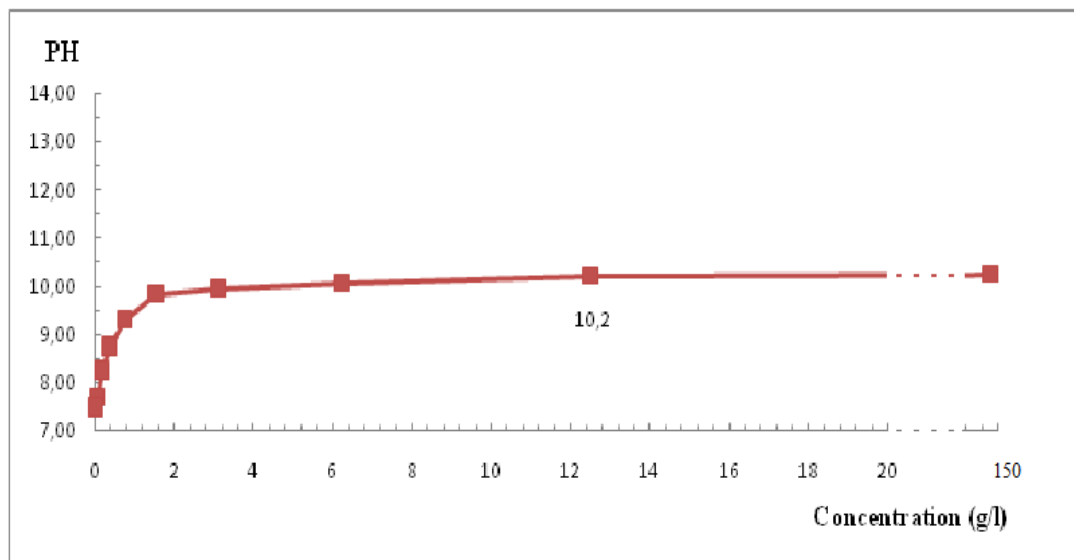
Nous avons également utilisé deux savons industriels de référence : l'un est de marque ALIBI, qui est un savon parfumé à usage quotidien, l'autre est de marque DETTOL qui est un savon anti bactériens.

##### 4.4.1. pH des savons de synthèse

###### 4. 4.1.1. Variation du pH du savon en fonction de la concentration

Afin de déterminer la concentration du savon en solution adéquate pour la mesure de son pH, nous avons étudié l'évolution du pH en fonction de la concentration.

On fait varier la concentration de la solution en savon de 0 à 150 g/l. Les graphes obtenus ont tous la même allure. Dans le cas de l'échantillon C1, on obtient le graphe représenté dans la figure 4.2.



*Figure 4.2. Variation du pH en fonction de la concentration.*

La courbe donnée par la Figure 4 montre que le pH augmente avec la concentration jusqu'à atteindre un palier qui correspond à la valeur de 10,2 pour une concentration de 12,5 g/l. A partir de cette analyse, nous avons choisi une concentration de 100g/l (5g/50ml) pour effectuer le reste des expériences.

#### 4. 4.1.2. Variation du pH du savon en fonction du temps

Les pH des différents échantillons de savon préparés ont été mesurés au cours de la période de maturation. Les valeurs obtenues sont mentionnées dans le tableau 4.5.

Les résultats obtenus ont été regroupés en fonction de la composition de leur phase aqueuse. Leurs pH sont comparés à celles des échantillons de référence : ALLIBI (pH≈10) et DETTOL (pH≈10,2).

##### *a. Savon A (phase aqueuse : eau)*

Le savon A (pH ≈ 10,4) est légèrement plus basique que les savons de référence et son PH ne varie pas au cours du temps.

##### *b. Savons du groupe B (phase aqueuse : margine)*

Les pH de ces savons diminuent très peu au cours du temps. Ils sont compris entre les valeurs des pH des savons de référence (10-10,2).

**Tableau 4.5 : Variation du PH des savons préparés en fonction du temps.**

Echantillon	Temps ( en jours)				
	1	10	20	30	60
<b>A</b>	10,48	10,22	10,45	10,42	10,40
<b>B1</b>	10,37	10,33	10,11	10,10	10,10
<b>B2</b>	10,41	10,49	10,31	10,20	10,20
<b>B3</b>	10,56	10,41	10,30	10,28	10,25
<b>B4</b>	10,32	10,37	10,66	10,30	10,20
<b>B5</b>	10,43	10,42	10,26	10,20	10,15
<b>C1</b>	10,40	10,32	10,46	10,35	10,30
<b>C2</b>	10,39	10,43	10,26	10,14	10,10
<b>C3</b>	10,31	10,36	10,41	10,40	10,38
<b>D1</b>	10,60	10,37	10,55	10,51	10,46
<b>D2</b>	10,25	10,26	10,34	10,31	10,30
<b>ALLIBI</b>	10,03				
<b>DETTOL</b>	10,2				

**c. Savons du groupe C (phase aqueuse : distillats)**

Les pH des savons C1 et C3 sont légèrement supérieurs à ceux des savons de références et ne varient pas au cours du temps. Par contre le pH du savon C2 diminue légèrement et se stabilise à une valeur finale de 10.1.

**d. Savons du groupe D (phase aqueuse : mélange margine-distillat)**

Les pH des échantillons D1 et D2 sont stables au cours du temps ; leurs valeurs sont respectivement de 10,5 et 10,3.

De manière générale, l'ensemble des savons synthétisés ont des PH quasiment constant au cours du temps et proches de ceux des échantillons de référence. Cependant, on note que ceux contenant de la margine ou du distillat de lavande (groupe B et savons C2) ont des valeurs plus proches de celles des savons de référence.

Ces résultats sont comparables à ceux obtenus par Hassi [46] et par Mohammedi et Salmi [47] qui sont respectivement de 9,5 et 11,5.

#### 4.4.2. Humidité

Les pourcentages d'humidité des savons après soixante jours de maturation sont présentés dans le tableau 4.6.

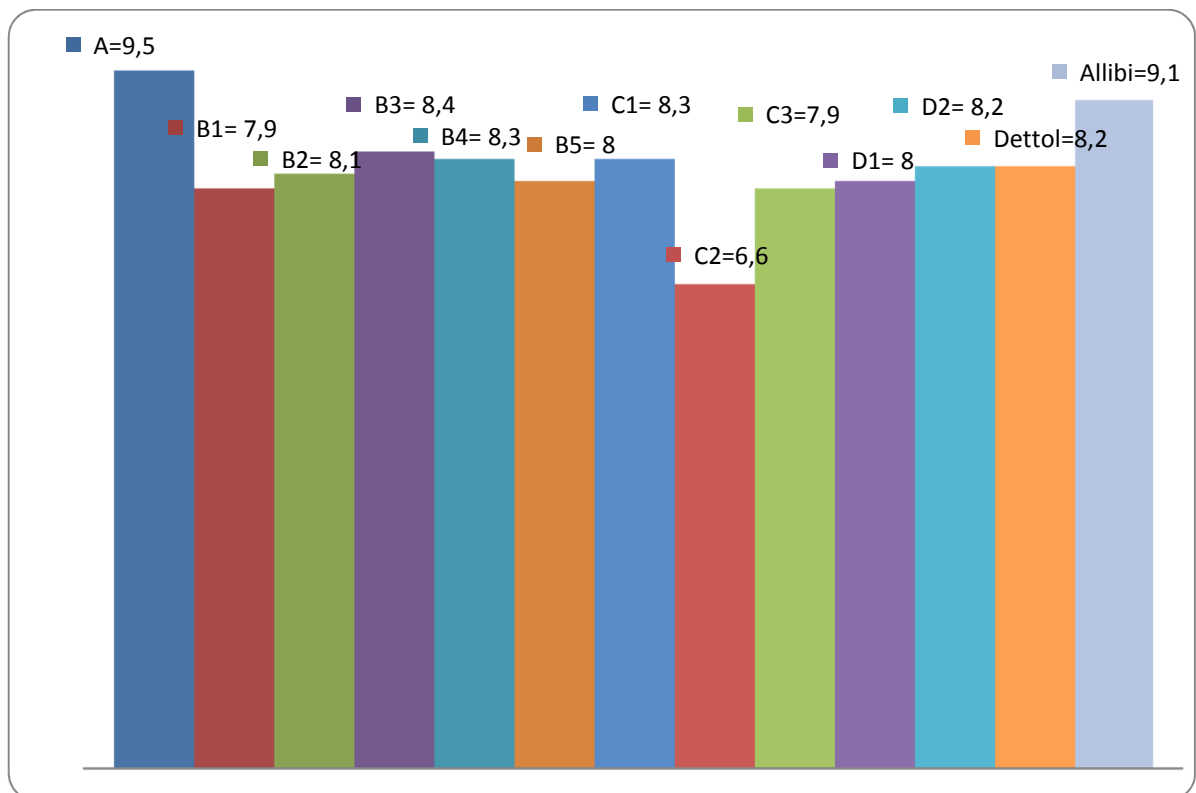
**Tableau 4.6.** Taux d'humidité (%) mesurée des différents savons.

Savon	A	B1	B2	B3	B4	B5	C1	C2	C3	D1	D2
Humidité	4,94	4,77	4,55	4,05	4,70	4,44	4,67	5,14	5,10	5,71	5,71

Les résultats obtenus sont comparables à la valeur obtenue par Chaterbache [48] qui est de 6.64 % est sont inférieurs taux trouver par Azag et Makhlof [49], qui varient entre 10 et 17% pour leurs différents savons. Cela est due au long temps de maturation dont ont bénéficié nos savons.

#### 4.4.3. Pouvoir moussant

Les résultats obtenus sont représentés dans la figure suivante :



**Figure 4.3.** Hauteur de la mousse des savons.

La mousse de la plupart des savons atteint une hauteur très proche de 8 cm, celle-ci est comparable à la valeur obtenue pour le savon DETTOL. Les mousses des savons ALIBI est A ont des hauteurs légèrement élevées ; elles sont respectivement de 9,1 et 9,5cm. Par contre, l'échantillon C2 a une valeur légèrement faible (6,6 cm).

#### 4.5. Analyse microbiologique

Dans cette partie, nous avons réalisés deux types d'analyses : analyses spécifiques (*in vitro*) et analyse non spécifique (*in vivo*). L'analyse spécifique a été réalisée de deux manières : méthode des disques et méthode des puits.

##### 4.5.1. Analyse non spécifique

Cette méthode est utilisée afin d'évaluer le pouvoir antimicrobien des savons. Le protocole expérimental a été élaboré en s'inspirant d'une étude testant l'efficacité d'un savon chirurgical [50], Pour cela un dénombrement de la flore microbienne est fait pour chaque test avant et après lavage. On remarque que la flore microbienne se compose de différentes formes de colonies bactériennes ainsi que des moisissures comme on peut le constater sur la figure 4.7. Les résultats des dénombrements après 24h d'incubation à 37°C sont représentés dans le tableau 4.7.

*Tableau 4.7 : Résultats des dénombrements de la flore microbienne sur la gélose avant et après lavage des mains.*

Savon	Avant lavage	Après lavage
A	275	250
B1	90	80
B2	200	280
B3	180	50
B4	280	400
B5	500	250
C1	340	135
C2	660	320
C3	220	120
D1	150	360
D2	9	260
Alibi	320	200
Dettol	150	60

Selon les résultats représentés dans le tableau..., on constate que la flore microbienne présente avant et après lavage des mains est variable d'un opérateur à un autre. On remarque aussi une diminution du nombre de colonies après lavage des mains par les savons B3, B5, C1, C2, C3, ALIBI et DETTOL qui signifie que les savons ont un pouvoir réducteurs de la flore microbienne. En revanche, les savons A, B1, B2, B4, D1, D2 ne présente aucun pouvoir antimicrobien significatif.

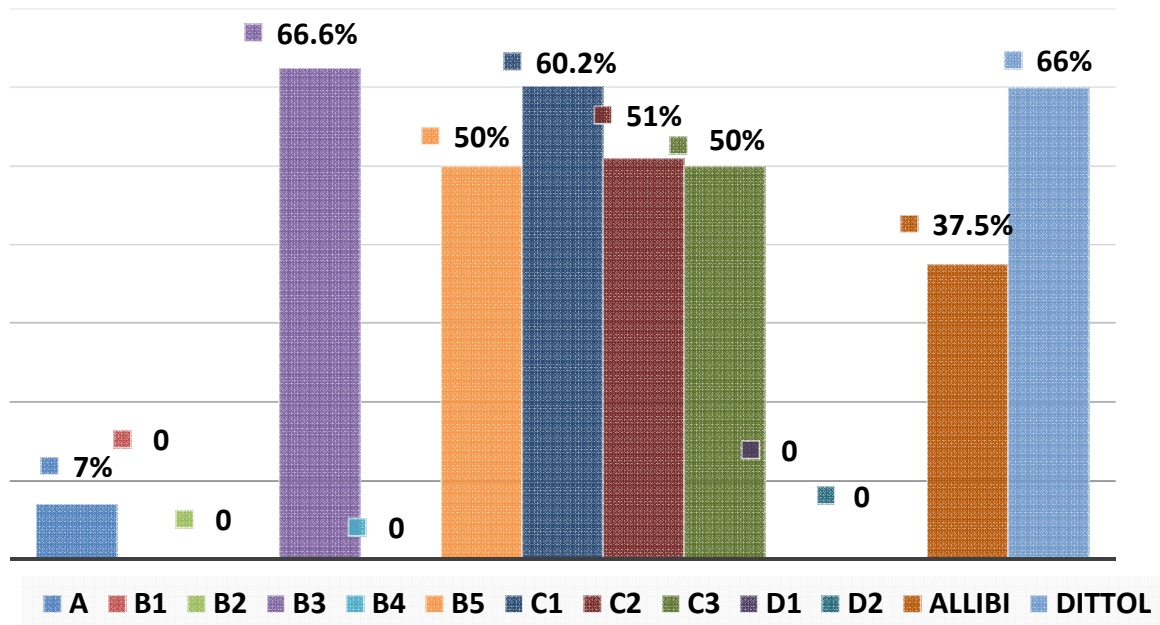
Et on remarque une légère augmentation du nombre des colonies bactériennes après lavage des mains avec les savons B4, D1, D2 qui peut être attribué à plusieurs facteurs.

La variation de positionnement des doigts d'opérateurs sur la gélose avant et après le lavage Ou à une contamination des mains après le lavage ; par des bactéries présentes dans l'aire ou dans l'eau utilisée pour le lavage.

Cela peut être dû à une contamination des matières premières utilisées pour la synthèse des savons ou au moment de sa fabrication ou bien pendant la période de stockage.

La variation des qualités et des quantités de la flore microbienne présente dans les mains de chaque opérateur et surement due à la variation de l'entourage et aux activités pratiqué au cours de la journée par les opérateurs ainsi que au déférent surface et objet avec lesquelles ils ont été en contacté précédemment.

Afin de comparé l'efficacité des savons à réduire la flore microbienne on a illustré dans (figure 4.4), les termes en pourcentages de réduction de la flore microbienne avant et après lavage par les différents savons.



*Figure 4.4. Graphe à barre représentatif des pourcentages d'élimination de la flore microbienne avant et après lavage des mains avec les différents savons.*

On constate que le savon B3 caractérisé par sa composition de la phase aqueuse constituée de margine et l'huile essentielle de lentisque industrielle représente la plus grande activité anti microbienne avec un pourcentage de 66% qui est égale à l'activité notée pour le savon de référence DETTOL et largement supérieur au savon d'ALIBI qui a une activité de 37.5% , suivi des savons de groupe C qui sont caractérisés par leurs phases aqueuses composées de distillat de lentisque pour le savon C1 et distillat de lavande pour C2 et un mélange des distillats à proportion égale pour le savon C3 ou le grand pourcentage d'efficacité à réduire les colonies microbiennes dans ce groupe correspond à la valeur notée pour le savon C1 qui est de 60% suivie de C2, C3 et B5 avec une valeur de 50% chaque, cette valeur est légèrement en dessous de la valeur notée pour le savon Dittol mais largement supérieur à celle notée pour le savon d'Alibi.

Le savon A qui sert de témoin, synthétisé sans additif avec une phase aqueuse composé de l'eau distillé seulement, présente une faible activité antimicrobienne avec une valeur de 7% en revanche on constate que le savon B1 qui est caractérisé par l'absence d'additif et l'utilisation de la margine à la place de l'eau ne présente aucune activité antimicrobienne.

Les savons B2 et B4 qui sont caractérisés par l'ajout d'huile essentielle de lavande (industriel) pour le savon B2 et de mélange H.E de lavande industrielle et H.E de lentisque à proportion égale ne présentent aucune activité antimicrobienne. Ceci peut être attribués à plusieurs facteurs ; la dégradation des composés des H.E pendant leurs conservations, la méthode utilisée pour l'extraction des H.E.

Les savons du groupe D ne présente également aucune activité, ce groupe est caractérisé par la présence de la margine à 50% de la phase aqueuse et 50% distillat de lentisque. Pour le savon D2 et 50% distillat de lavande et 50% margine pour le savon D1.

L'activité mentionnée pour le savon B3 et B5 signifie que l'huile de lentisque industrielle et l'huile de lavande extraite au laboratoire qui sont utilisées pour les synthèses des savons ont un effet antimicrobien donc les résultats concordent avec l'étude théorique [51,52].

L'activité notée pour les savons du groupe C signifie que les distillats de lentisque et de lavande ont un effet antimicrobien et ceci est probablement due à leur composition qui est de même composition que leurs huiles essentielles en faible concentration [55].

L'absence d'activité antimicrobienne des savons du groupe D et probablement due à la dégradation de ces composés telle que les produits phénoliques à cause de l'augmentation de la température au moment du mélange soude caustique et margine ou à une réaction entre les huiles essentielles et la margine, ou à des réactions entre les composants du savon.

Les résultats obtenus par la méthode utilisée sont inférieurs au résultat obtenu par HassiA. de l'université Abdelhamid Ibn Badis-Mostaganem (2017), la même méthode a été utilisée pour l'analyse antimicrobienne d'un savon élaboré à base d'huile d'olive auquel est ajouté l'HE du citron.

#### 4.5.2. Analyse spécifique

Le but de cette analyse est d'étudier l'effet antibactérien des savons synthétisés en présence de deux souches bactériennes distinctes ; *Escherichia coli* et *Staphylococcus aureus* .et cela par l'utilisation de deux méthodes (méthode des puits et méthode des disques).

##### 4.5.2.1. Méthode des disques

Dans cette méthode, quatre concentrations des différentes solutions savonneuses ont été utilisées (1, 3, 5 et 10%). Un volume de 30µL des différentes solutions est injecté sur les disques et cela après 3 min de l'ensemencement des souches bactériennes. Après 24h d'incubation à 37°C, des mesures des zones d'inhibitions ont été prises et illustrées dans le tableau 4.8 et le tableau 4.9.

*Tableau 4.8. Zones d'inhibitions des différents savons injectés à différentes concentrations en présence d'Escherichia coli (méthode des disques).*

Savons	Volume 30 µl			
	1%	3%	5%	10%
<b>A</b>	0	0.7	0.8	1
<b>B1</b>	1	1.1	0.7	0.9
<b>B2</b>	0	0	0	0
<b>B3</b>	1	1.4	1.1	1.1
<b>B4</b>	0.7	0.8	0.8	1.1
<b>B5</b>	0	0.7	0.8	1.1
<b>C1</b>	0	0.9	0.7	1
<b>C2</b>	1.1	1.2	0	0
<b>C3</b>	0	0.7	0.8	0.9
<b>D1</b>	0	0	0.8	1.2
<b>D2</b>	0	0.8	0.8	0.8
<b>Allibi</b>	0.8	0.7	0.7	0
<b>Dettol</b>	0.7	0.9	1.2	0

D'après les mesures des zones d'inhibitions a différentes concentrations des savons utilisé on constate que la souche bactérienne E. coli et sensible au savons B3, C2, DETTOL a des concentrations 3% et 5%.

Et on constate une très faible sensibilité aux savons B1, B4, B5, C1, D2 et le savon ALIBI et cela pour les déférentes concentrations utilisées.

On remarque également que la souche E. coli et très résistante au savon B2 et cela signifie que E. coli a une résistance à l'huile essentielle de lavande industriel en revanche on note que elle présente une faible sensibilité pour le savon B5 cette différence et probablement due à la déférence de pureté de l'huile de lavande industriel ou sa dégradation au cours de stockage ou bien elle peut être attribué aussi aux différentes méthodes d'extractions utilisé.

On constate aussi une évolution des zones d'inhibitions en fonction de l'augmentation des concentrations de (1% à 5%) pour les savons ayant une activité, Puis on remarque une réduction ou absence des surface d'inhibitions pour les savons a une concentration de 10% et cela et probablement dû au phénomène d'adsorption des savons sur la surface des disques lorsque ce dernier et injecté en concentration élevé ou peut être due à une réduction de pouvoir de diffusion des savons dans la gélose.

*Tableau 4.9. Les zones d'inhibitions des déférentes concentrations des savons en présence de Staphylococcus aureus résistant à la méticilline (méthode des disques).*

Savons	Volume 30 $\mu$ l			
	1%	3%	5%	10%
<b>A</b>	0	0.9	1	1.1
<b>B1</b>	0	0	0	0
<b>B2</b>	0	0	0	0
<b>B3</b>	0	0	0	0
<b>B4</b>	0	0	0.7	0.8
<b>B5</b>	0	0	0	1.1
<b>C1</b>	0	0.7	0.9	1.5
<b>C2</b>	0.8	1.2	0.8	0.9
<b>C3</b>	0	0	0	0
<b>D1</b>	0.7	1.4	1.8	1
<b>D2</b>	0.8	0.8	0.8	0.8
<b>Allibi</b>	1	0.8	1.4	0.8
<b>Dettol</b>	1	1.2	1.3	1

On constate que la souche de SARM est très résistante aux savons (B1, B2, B3, C3) et très faiblement sensible au savon D2, B5, B4, A, à des concentrations d'ordre 5% et 10% en revanche on note une sensibilité moyenne envers les savons C1, C2, D1, Allibi, et Dettol.

Ceci signifie que la souche de SARM a une sensibilité au distillat de lentisque et une faible sensibilité au distillat de lavande et cela probablement due à la composition des hydrolats qui ont pratiquement les mêmes composés présents dans les H.E en concentration réduites [56], et ces résultats sont conformes à l'étude théorique concernant le pouvoir anti bactérien des H.S [55].

La zone d'inhibition notée pour les savons B5 ayant H.E de lavande est supérieure à celle notée pour le savon B4 et ceci signifie que H.E extraite au laboratoire a une activité meilleure que celle procurée de l'industrie.

#### 4.5.2.2. Méthode des puits

Pour cette méthode, on a utilisé des concentrations de 5% des savons synthétisés et des volumes de 50 µL et 100 µL ont été injectés à l'intérieur des puits 3 min après l'ensemencement des bactéries. Après incubation de 24h à 37°C, on a procédé à la mesure des zones d'inhibitions. Les résultats sont rapportés dans le tableau 4.10.

*Tableau 4.10. Mesures des zones d'inhibitions des différents savons en présence des colonies Staphylococcus aureus résistant à la méticilline et Escherichia coli par la Méthode des puits.*

Savon	50 µl		100 µl	
	<i>S. aureus</i>	<i>E. coli</i>	<i>S. aureus</i>	<i>E. coli</i>
<b>A</b>	0.9	0.9	1	1
<b>B1</b>	0.9	0.8	1	0.8
<b>B2</b>	0.8	0.9	0.9	1
<b>B3</b>	2.1	0.9	4.6	1.1
<b>B4</b>	0.7	0.9	0.9	1
<b>B5</b>	1.2	1	1.2	1.4
<b>C1</b>	1.9	0.9	3	1
<b>C2</b>	0.9	0.9	1	0.9
<b>C3</b>	0	0.9	1.5	1.2
<b>D1</b>	0.9	0.9	1.4	1
<b>D2</b>	0	1.1	2.2	1.1
<b>Allibi</b>	0.9	0.8	1	0.9
<b>Dettol</b>	1.2	0.9	1.5	1

On remarque que les zones d'inhibitions des solutions injectées à un volume de 100 $\mu$ L sont supérieures aux zones d'inhibition mesuré pour l'injection d'un volume de 50 $\mu$ L.

On constate que la souche de SARM est très sensible au savon B3, C1, D2 et sensible au savon DETTOL, D1, B5, et peut sensible au savons Alibi, C2, B4, B2, B1, A.

Et on remarque que la souche E. coli est sensible au savon B5 et peu sensible C3 et D2 et très résistante autres savons.

#### **4.5.2.3. Comparaisant des deux méthodes spécifiques**

Les résultats et déductions obtenus par les deux méthodes (méthode des disques et méthode des puits) se diffèrent en termes de précision et cela est probablement dû à la différence des volumes injectés et aux méthodes suivies.

L'inconvénient majeur de la méthode des disques réside dans le faite que les molécules des solutions savonneuses s'adsorbent à la surface des disques et le volume qui peut être injecté est limité (comparé avec la méthode des puits) et cela influence les résultats des zones d'inhibition.

L'inconvénient de la méthode des puits consiste à l'existence et l'influence du vecteur d'homogénéisation. Car les grosses molécules contenues dans la solution savonneuse ont des masses moléculaires élevées en tendance à se déposer au fond des puits sous l'effet gravitationnelle et cela peut influencer considérablement l'efficacité des savons.

## Conclusion générale

Le présent travail a été consacré à l'élaboration et la caractérisation de plusieurs savons ainsi que leurs composantes ; huile d'olive, huile de soja, beurre animal, huile essentielle de lavande et de lentisque et la margine, en utilisant la méthode de fabrication des savons à froid.

Dans le but de valoriser les composantes de la margine et de réduire son impacte environnementale, plusieurs recherches ont été menées, la saponification en fait partie. Au cours de notre étude, on a procédé à une inclusion de la margine dans la synthèse des savons qui sont ensuite évaluées et caractérisées. Des d'huiles essentielles de lavande et de lentisque et de leur distillat ont été ajoutés.

Les indices de saponification des huiles végétales utilisées sont conformes aux normes Afnor. Concernant le beurre son indice de saponification est légèrement inférieur aux valeurs données par la norme.

Les huiles végétales utilisées ont toutes un indice d'acide supérieur aux normes en vigueur. Le caractère acide est beaucoup plus prononcé pour l'huile d'olive. Ceci indique une forte concentration en acides gras libres. Ces deux huiles peuvent être considérées comme des huiles lampantes.

La margine utilisées à la place de l'eau dans l'élaboration des savons à un ph acide. Cet effluent présente une teneur appréciable en composés phénoliques.

Deux systèmes ont été utilisés pour extraire les huiles essentielles à partir des feuilles et tiges de lentisque et de lavande. Ces procédés sont l'entraînement à la vapeur et l'hydrodistillation menée de manière conventionnelle et sous micro-ondes. De l'huile essentielle est obtenue uniquement à partir de la lavande. A partir du lentisque, nous n'avons obtenu que des traces. Tout de même, l'hydrolat du lentisque manifeste une forte odeur de parfum. Les huiles essentielles ajoutées à la formulation des divers savons élaborés sont : huile de lentisque issue du marché locale et celles de la lavande (extraite et celle provenant du marché).

La caractérisation physicochimique a démontré que les savons élaborés ont un pouvoir moussant supérieur ou égale à ceux notés pour les savons de référence (ALLIBI, DETTO), cela signifie que les savons élaborés ont probablement un bon pouvoir détergent.

Les pH des savons sont très proches des pH des références qui avoisinent 10 et des pH cités dans la littérature qui sont compris entre 9.5 et 11.

Concernant le pourcentage d'humidité des savons elle est en moyenne de 5.5 %, ce qui concorde avec quelque étude effectuées pour des savons conçus par la même méthode.

Toutes ces caractérisations ont démontré que quelques savons élaborés ont des propriétés physicochimiques comparables à celles noté pour les savons DETTOL et ALIBI.

L'analyse microbiologique a conclu que les savons auxquelles on a ajouté les distillats de lavande et de lentisque ont un pouvoir d'élimination de la flore microbienne entre 50 et 66% qui est comparable avec la valeur noté pour le savon de référence DETTOL, en revanche supérieur à celle noté pour le savon Alibi qui est de 37%. On a constaté aussi que les savons contenant de l'HE industriel de lavande non pratiquement aucun pouvoir désinfectant, en revanche le savon qui contient HE de lavande extraite au laboratoire et HE de lentisque commerciale ont un pouvoir désinfectant respectivement de 50 et 66%.

On note aussi que les différentes méthodes d'analyse spécifique effectuées pour les souches bactériennes E. Coli et SARM ont démontré que E. coli est sensible aux savons qui contient de la margine associée a l'H.E de lavande et moins sensible au savon qui contient les hydrolats. Concernant le SARM est très faiblement sensible au savons qui contiens de HE de lavande. En revanche il est sensible au savon contenant de H.E de lentisque ainsi que son distillat.

En perspective, ce travail mérite d'être poursuivi en effectuant les opérations suivantes :

- Il est nécessaire d'étudier la variation de l'efficacité des savons en fonction de la Variation des quantités d'huiles essentielles ajoutées dans le but d'avoir une optimisation de l'efficacité.
- Il serait judicieux de faire des études expérimentales pour déterminer le temps au bout duquel la rémanence du savon s'atténue et pour trouver le temps de lavage minimum pour un effet optimum du savon
  - Il est également envisageable de réaliser d'autres études pour comparer l'efficacité et la rémanence du savon obtenu avec d'autres savons.
  - Il serait intéressant d'identifier les colonies dénombrées dans chaque boite de gélose et pour chaque opérateur et de réaliser des expériences d'évaluation du pouvoir antifongique des savons synthétisés.

## Références

- [1] Encyclopédie universalis(2013)
- [2] LouiseM.,Van PuyvéledéED. (1993). La production de savon centre pour le développement industriel (convention de Lomé ACP/CEE).
- [3] CheftelJ.C. (1977). Introduction à la biochimie à la technologie des aliments, Edition. Lavoisier.
- [4] Veillet S.(2010). Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive entre tradition et innovation, thèse de doctorat, Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse, Marseille.
- [5] [https://www.google.com/search?q=composition+de+huile+d%27olive&client=ms-android-huawei-rev1&prmd=invx&source=lnms&tbm=isch&sa=X&ved=2ahUKEwjp5JDsj3yAhVFzhoKHcuxATEQ\\_AUoAXoECAIQAQ&biw=360&bih=647#imgsrc=dvcROtk4kj4tyM&imgdii=M-nR\\_ojB32e0sM](https://www.google.com/search?q=composition+de+huile+d%27olive&client=ms-android-huawei-rev1&prmd=invx&source=lnms&tbm=isch&sa=X&ved=2ahUKEwjp5JDsj3yAhVFzhoKHcuxATEQ_AUoAXoECAIQAQ&biw=360&bih=647#imgsrc=dvcROtk4kj4tyM&imgdii=M-nR_ojB32e0sM)
- [6] Cossut J., Defrenne B., Desmedt C., Ferroul S., Garnet S., Roelstra L., Vanuxeem M. et Vidal D. (2002). Les Corps Gras: Entre Tradition et Modernité. Gestion de la Qualité Nutritionnelle et Marketing des Produits Alimentaires. pp: 2 1-64
- [7] <https://www.nivea.fr/conseils/peau-extrait-naturel-soja>
- [8] [https://www.passeportsante.net/fr/Nutrition/EncyclopedieAliments/Fiche.aspx?doc=beurre\\_n](https://www.passeportsante.net/fr/Nutrition/EncyclopedieAliments/Fiche.aspx?doc=beurre_n)
- [9] <https://www.universalis.fr/encyclopedie/metaux-metaux-alcalins/>
- [10] <https://www.futura-sciences.com/sciences/definitions/chimie-hydroxyde-sodium-15036/>
- [11] Rahili G.,(2002). Les huiles essentielles et leurs intérêts. La forêt algérienne n°4. Institut national de la recherche forestière. Bainem, Alger.
- [12] TenscherE., Anton R et Lobstein A.(2005). Plantes aromatiques. Epices, aromates, condiments et huiles essentielles. Edition Tec&doc. Pp3-50/121-124.
- [13] Zahalka JP. (2010). Les huiles essentielles (230 huiles essentielles, 170 maux traités. Edition Dauphin. Pp. 12-39
- [14] <https://www.aroma-zone.com/info/fiche-savoir-faire/la-saponification-a-froid>
- [15] DonnezM.(1993). La production du savon. Centre du développement industriel, Bruxelles, Belgique. p. 1-50.
- [16] Kone S.(2000). Fabrication de savons améliorés. Technical Information, Eschborn, Allemand. P. 1-14.
- [17] Spitz L. (2009). Soap manufacturing technology. AOCS Press, Urbana (Ill.), 474 p.
- [18] Caubergs L. 2006. La fabrication du savon : Aspects techniques, économiques et sociaux. Eition ATOL, Leuvensestraat 5/1, 3010 Leuven, Belgique
- [19] Françoise C.(2013). L'ÂME DU SAVON D'ALEP, Éd. Noir sur blanc – DL
- [20] Patrick B., (1999), Le Savon de Marseille, Saint-Rémy-de-Provence : Équinoxe.
- [21] [https://cdn.bioalaune.com/img/article/thumb/900x500/28643le\\_savon\\_noir\\_allie\\_naturel\\_pour\\_tout\\_nettoyer\\_dans\\_la\\_maison.jpg](https://cdn.bioalaune.com/img/article/thumb/900x500/28643le_savon_noir_allie_naturel_pour_tout_nettoyer_dans_la_maison.jpg)

- [22] Virbel-Alonso C.(2013). Savon de Marseille et autres savons naturels : Un concentré de bienfaits pour votre maison et votre bien-être. France, Eyrolles, ISBN: 978-2- 212-55510-3.
- [23] HassiA. (2017). Etude de la rémanence d'un savon additionné à l'huile essentielle de citron (citrus limon), mémoire master, Université Abdelhamid Ibn Badis-Mostaganem.
- [24] [https://catalogue.cellande.fr/240-thickbox\\_default/meca-beige-savon-atelieramande.jpg](https://catalogue.cellande.fr/240-thickbox_default/meca-beige-savon-atelieramande.jpg).
- [25]Joho P. (2007). Les graisses. Edition Paul Emile Victor : maintenance et environnement
- [26] Pore J.(1992). Émulsions, microémulsions, émulsions multiples, Éditions techniques des industries des corps gras, Neuilly, 270 p.
- [27] IdokoO., EmmanueS A., Salau A A., and Obigwa P A.(2018). Quality assessment on some soaps sold in nigeria. Nigerian Journal of Technology (Nijotech). Vol. 37, pp 1137 – 1140,
- [28] Lisette C .LA FABRICATION DU SAVON, Aspects techniques, économiques et sociaux
- [29] <https://tpemonsavon.wordpress.com/le-savon-et-lenvironnement/>
- [30] AissamH., (2003). Etude de la biodégradation des effluents des huileries (margines) et leur valorisation par production de l'enzyme tannase. Thèse de doctorat à l'Université Sidi Mohamed Ben Abdellah.
- [31] EsmailA., AbedH., FirdaousM., CHAHBOUNN., MENNANEZ.(2014). Study of oil mill wastewater (OMW) from three different regions of Morocco, J. Mater. Environ. Sci.5 (1), 121-126.
- [32] Iboukhoulef- BekdaH., (2014). Traitement des margines des huileries d'olive par les procédés d'oxydation avancée basés sur le système Fenton-like (H<sub>2</sub> O<sub>2</sub> /Cu) , Thèse de doctorat à l'université Mouloud MAMMERY Tizi Ouzou.
- [33] Aggoun-ArhabM. (2016), Caractérisation de la composition en micro constituants des margines issues de la production oléicole et utilisabilité comme complément dans la ration chez la vache laitière. Thèse de l'Université Frères Mentouri Constantine.
- [34] BoudoukhanaH., (2008). Impact des margines sur les eaux de Oued Bouchtata wilaya de Skikda. Thèse de magister de l'université du 20 aout 1955 Skikda.
- [35] Dermerche S., NadourM., LarrocheC., Moulti-MattiF., MichaudP. (2013).Olive mill wastes: Biochemical characterizations and valorization strategies .Process Biochemistry, 48, 1532–1552
- [36] AFNOR, 1986. Huiles essentielles. Recueil de normes françaises. Edition Tec&Doc Lavoisier. 2e édition
- [37] Togbé FC., Alexis Y ., Azandegbe E., Wotto D V.(2014) Journal of Applied Biosciences 83:7493– 7498, Laboratoire de Chimie Physique (LCP/FAST/CHIMIE/UAC) 01BP526, Cotonou, Bénin.,
- [38]<https://www.doctissimo.fr/sante/aromatherapie/guide-huiles-essentielles/huile-essentielle-de-lentisque-pistachier>
- [39] NF EN ISO 3657 Septembre 2013 – Corps gras d'origines animale et végétale - Détermination de l'indice de saponification

- [40] Norme COI/T.15/NC N° 3/Rév. 14, NORME COMMERCIALE APPLICABLE AUX HUILES D'OLIVE ET AUX HUILES DE GRIGNONS D'OLIVE, Novembre 2019
- [41] Speight J G., (2005), Norbert Adolph Lange, Lange's handbook of chemistry, McGraw-Hill, 16e éd., 1623 p. (ISBN 0-07-143220-5), p. 2.808
- [42] Esmail A., Abed H., Firdaous M., Chahboun N., Mennane Z., (2014), Study of oil mill wastewater (OMW) from three different regions of Morocco, J. Mater. Environ. Sci.5(1),121-126.
- [43] Di Serio M G., Lanza B., Mucciarella M R., Russi F., Iannucci E., Marfisi P. Et Madeo A., Int. Biodeter. Biodegr. 62 (2008) 403.
- [44] Chikhi C., Nazef M., (2018), Traitement et valorisation des margines, en vue de l'obtention d'un Master en chimie de l'environnement,UMMTO.
- [45] Hamla L., Kabeche S., (2016), Traitement des margines d'olives par coagulation floculation, , en vue de l'obtention d'un Master en chimie de l'environnement,UMMTO,
- [46] Hassi A., (2017), Etude de la rémanence d'un savon additionné à l'huile essentielle de citron (*citrus limon*), l'obtention du diplôme de Master en biologie ,Spécialité: valorisation des substances naturelles végétales,.
- [47] Mohammedi A., Salmi A., (2019), Etude de l'effet de quelques paramètres sur l'élaboration d'un savon et ses propriétés.en vue de l'obtention d'un MASTER CHIMIE PHARMACEUTIQUE.
- [48] Chaterbache A., (2007), ETUDE ET SYNTHÈSE DE COMPOSÉS TENSIOACTIFS À BASE DE SOUCHES NATURELLES ET OBTENTION DE DETERGENTS INDUSTRIELS BIODEGRADABLES, MEMOIRE de Magister En Chimie Analytique, Physique et Environnement.
- [49] Azag R.,Makhlouf L, (2014),Essai de fabrication d'un savon à base de l'huile d'olive et de nigelle. En vue de l'obtention du Diplôme de Master Filière : Biotechnologie, Agro – Ressources, Aliment, Nutrition. Option : Corps gras,
- [50] Tanneur J., Michèle M L. (2006). Etude de l'efficacité in vivo d'un savon chirurgical à base de chlorhexidine : Méthodes d'évaluation de l'efficacité d'un désinfectant. Thèse de doctorat de vétérinaire. Université Paul-Sabatier de Toulouse, l'Ecole Nationale Vétérinaire de Toulouse. p 1-53.
- [51] BARDEAU F. (2009). Les huiles essentielles: Découvrir les bienfaits et les vertus d'une médecine ancestrale. Editions Lenore, 315.
- [52] Bonsignore L., Cottiglia F. et Loy G. (1998). Antibacterial activity of Pistacia lentiscus areal parts. Fitoterapia 67 (6), p. 537-538.
- [53] <https://fr.puresessentiel.com/blogs/conseils/hydrolat-definition>
- [54]<https://www.google.com/url?sa=t&source=web&rct=j&url=https://www.passeportsante.net/fr/Solutions/HuilesEssentielles/Fiche.aspx%3Fdoc%3Dhuile-essentielle-lentisque-pistachier&ved=2ahUKEwisovXwPTyAhUB2BoKHU4DPAQFnoECAMQBQ&usq=AOvVaw3x1pi1lU5YPaqGYyLj0Jpb>
- [55] Arab K., Bouchenak O., Yahiaoui K.(2014).Etude phytochimique et évaluation de l'activité antimicrobienne et antioxydante de l'huile essentielle et des composés phénoliques.

## **Résumé**

Le principal objectif de notre étude est d'élaborer des savons naturels, à base de différentes phases aqueuses (eau, margine et hydrolats) et aditifs d'huiles essentielles (de lavande et de lentisque) et de leurs mélanges, et d'étudier leurs propriétés physicochimiques et antibactériennes. Pour valoriser les margines et les hydrolats comme ingrédient dans la réaction de saponification et pour étudier leurs impacts sur les propriétés des savons. Les savons obtenus ont des propriétés comparables aux savons de référence et à la bibliographie. Ceux comportant de l'hydrolat et des mélanges (de margine et d'huile essentielle de lentisque ou de l'huile essentielle de lavande extraite au laboratoire) ont une bonne activité antibactérienne.

## **Abstract**

The main objective of our study is to elaborate natural soaps, based on different aqueous phases (water, olive mill wastewater and hydrolates) and essential oil (of lavender and lentisk) and their mixtures as additives, and to investigate their physicochemical and antibacterial properties. To promote olive mill wastewater and hydrolates as an ingredient in the saponification reaction, and to study their impact on the properties of soaps. The obtained soaps have comparable properties to the reference soaps and to the bibliography. Those comprising hydrolates and mixtures (of olive mill wastewater and lentisk essential oil or lavender essential oil extracted in the laboratory) have good antibacterial properties.